



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2025년05월26일

(11) 등록번호 10-2813116

(24) 등록일자 2025년05월22일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
D01F 6/76 (2006.01) **D01D 7/00** (2006.01)
D02J 1/22 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
D01F 6/76 (2013.01)
D01D 7/00 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2022-7035647
- (22) 출원일자(국제) 2022년03월31일
 심사청구일자 2022년10월13일
- (85) 번역문제출일자 2022년10월13일
- (65) 공개번호 10-2022-0158749
- (43) 공개일자 2022년12월01일
- (86) 국제출원번호 PCT/JP2022/016959
- (87) 국제공개번호 WO 2022/211116
 국제공개일자 2022년10월06일
- (30) 우선권주장
 JP-P-2021-062433 2021년03월31일 일본(JP)
 (뒷면에 계속)
- (56) 선행기술조사문헌
 JP2002046939 A*
 JP2009068149 A*
 KR101973771 B1
 KR1020170100480 A*
 *는 심사관에 의하여 인용된 문헌
- (73) 특허권자
 케이비 세렌 가부시기가이샤
 일본 후쿠이켄 사바에시 시모코우바타초 다이6고
 1번지 1
- (72) 발명자
 야마시타 히로유키
 일본 후쿠이 9160038 사바에시 시모코우바타초
 6-1-1 케이비 세렌 가부시기가이샤 내
- (74) 대리인
 특허법인한성

전체 청구항 수 : 총 8 항

심사관 : 박영민

(54) 발명의 명칭 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트와 그 제조방법 및 섬유 패키지

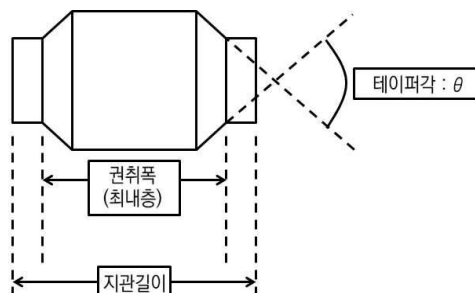
(57) 요약

주된 구성단위가 페닐렌설파이드 단위로서, (1)~(5)를 만족시키는 것을 특징으로 하는 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트이다:

(1) 섬도가 6~35dtex

(뒷면에 계속)

대표도 - 도1



(2) 파단강도가 3.4cN/dtex 이상

(3) 파단 연신율이 24~45%

(4) 5% 모듈러스가 1.0~1.6cN/dtex

(5) 10% 모듈러스가 1.4~2.3cN/dtex.

(52) CPC특허분류

D02J 1/22 (2013.01)

(30) 우선권주장

JP-P-2021-062434 2021년03월31일 일본(JP)

JP-P-2021-065544 2021년04월07일 일본(JP)

명세서

청구범위

청구항 1

구성단위의 50몰% 이상이 페닐렌설파이드 단위로서,

(1)~(5)를 만족시키는 것을 특징으로 하는 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트:

- (1) 섬도가 6~35dtex
- (2) 파단강도가 3.4cN/dtex 이상
- (3) 파단 연신율이 24~45%
- (4) 5% 모듈러스가 1.0~1.6cN/dtex
- (5) 10% 모듈러스가 1.4~2.3cN/dtex.

청구항 2

제1 항에 기재된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트로 이루어지는 편 형상 섬유 패키지.

청구항 3

제2 항에 있어서,

폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 권취 폭이 100~250mm, 테이퍼각이 30~140°, 능각이 0.6~2° 이고, 최내외층(最内外層)의 열 수축 응력비가 0.85~1.15인, 편 형상 섬유 패키지.

청구항 4

구성단위의 50몰% 이상이 페닐렌설파이드 단위로서, 폴리페닐렌설파이드 수지를 용융 압출하고, 냉각 고화한 후, 수득된 미연신사를 일단 권취하지 않고 연속해서 연신해서 와인더로 권취하는 직접 방사 연신법에 의해 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트를 제조하는 방법으로서,

(1)~(4)를 만족시키는 것을 특징으로 하는 제1 항에 기재된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 제조방법:

- (1) 폴리페닐렌설파이드 수지의 멜트 플로우 레이트(MFR)가 100~250g/10min
- (2) 미연신사를 연신할 때, 비가열의 프리텐션 롤과 2개 이상의 가열의 고데 롤을 사용해서 연신한다
- (3) 제1 고데 롤의 온도가 95~120℃, 제2 고데 롤 이후의 가열 고데 롤의 열 세팅 온도가 120~250℃
- (4) 와인더로의 권취 장력이 0.1~0.5cN/dtex.

청구항 5

폴리페닐렌설파이드 수지를 용융 압출하고, 냉각 고화한 후, 수득된 미연신사를 일단 권취하지 않고 연속해서 연신해서 와인더로 보빈에 권취하는 직접 방사 연신법에 의해, 구성단위의 50몰% 이상이 페닐렌설파이드 단위인 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트로 이루어지는 섬유 패키지를 제조하는 방법으로서,

(1)~(4)를 만족시키는 것을 특징으로 하는 제2 항 또는 제3 항에 기재된 섬유 패키지의 제조방법:

- (1) 폴리페닐렌설파이드 수지의 멜트 플로우 레이트(MFR)가 100~250g/10min
- (2) 미연신사를 연신할 때, 비가열의 프리텐션 롤과 2개 이상의 가열의 고데 롤을 사용해서 연신한다
- (3) 제1 고데 롤의 온도가 95~120℃, 제2 고데 롤 이후의 가열 고데 롤의 열 세팅 온도가 120~250℃
- (4) 와인더로의 권취 장력이 0.1~0.5cN/dtex.

청구항 6

폴리페닐렌설파이드 수지를 용융 압출하고, 냉각 고화한 후, 수득된 미연신사를 일단 권취하지 않고 연속해서 연신해서 와인더에 의해 편 형상의 보빈에 권취하는 직접 방사 연신법에 의해, 구성단위의 50몰% 이상이 페닐렌설파이드 단위인 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트로 이루어지는 섬유 패키지를 제조하는 방법으로서,

미연신사를 보빈에 권취하기 전에 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 유지 부착율이 0.15~0.5질량%가 되도록 유지를 부여하고, 권취 폭이 100~250mm, 테이퍼각이 30~140°, 능각이 0.6~2°가 되도록 편 형상으로 보빈에 권취하는 것을 특징으로 하는 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트로 이루어지는 섬유 패키지를 제조하는 방법.

청구항 7

제6항에 있어서,

와인더로의 권취 장력 0.1~0.5cN/dtex인, 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트로 이루어지는 섬유 패키지를 제조하는 방법.

청구항 8

권취 폭이 100~250mm, 테이퍼각이 30~140°, 능각이 0.6~2°이고, 최내외층의 열 수축 응력비가 0.85~1.15인 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트 편 형상 섬유 패키지.

청구항 9

삭제

발명의 설명**기술 분야**

[0001] 본 발명은 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트와 그 제조방법 및 그 섬유 패키지에 관한 것이다. 본 출원은 2021년 03월 31일 출원의 일본국 특허출원 2021-062433호, 2021년 03월 31일 출원의 일본국 특허출원 2021-062434호 및 2021년 04월 07일 출원의 일본국 특허출원 2021-065544호에 의거하는 우선권을 주장하고, 상기 일본국 특허출원에 기재된 모든 기재 내용을 원용하는 것이다.

배경 기술

[0002] 공업용 필터는 내약품성이나 치수 안정성, 열내구성 등의 점으로부터, 현재에서는, 폴리페닐렌설파이드, 폴리불화 비닐리덴, 액정 폴리에스테르 등으로 이루어지는 메쉬 직물이 많이 사용되고 있다. 특히, 폴리페닐렌설파이드제의 메쉬 직물은 내약품성, 치수 안정성이나 코스트 퍼포먼스가 우수하고, 고도의 필터 성능이 요구되는 분야에 적합하기 때문에 널리 사용되고 있다. 또한, 최근, 미세한 모노필라멘트는 생산성이 매우 낮기 때문에, 직접 방사 연신법을 사용해서 공정을 단축화하는 것에 의해, 코스트를 삭감하는 것도 기대되고 있다.

[0003] 특허문헌 1은 섬도가 25dtex 이하, 강도가 3.0cN/dtex 이상, 연신율이 30% 미만 등인 것을 특징으로 하는 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트가 기재되고, 이 모노필라멘트의 제법으로서 컨벤셔널법을 사용하는 것이 기재되어 있다.

[0004] 또, 특허문헌 2 및 3에는 수득된 미연신사를 일단 권취하지 않고 연속해서 연신해서 와인더로 권취하는 직접 방사 연신법으로 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트로 이루어지는 드럼 형상 패키지가 기재되어 있다.

선행기술문헌**특허문헌**

[0005] (특허문헌 0001) 일본 특허 제4844515호

(특허문헌 0002) 국제공개 W02016/104236호

(특허문헌 0003) 일본 공개특허공보 2017-101365호

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0006] 그렇지만, 특허문헌 1~3에 기재된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트와 같이 연신율이 30% 미만인 경우, 방사 시의 실 끊김의 발생이나, 제직 시의 경사 끊김 등이 발생하기 쉬워지는 경우가 있었다. 이 것은 메쉬 직물의 수율이 나빠지거나, 성능을 낮추는 요인이 되고 있었다. 또한, 특허문헌 1과 같이, 가는 편(pirn) 권취이고, 또한 연신율 20%에 가까운 모노필라를 감으면, 5% 모듈러스 및/또는 10% 모듈러스가 높아지므로, 편의 최대충부를 해서할 때, 경사 담김상 줄무늬가 발생하고, 품위를 손상시킬 가능성이 있다. 또 특허문헌 2 및 3에 기재된 것과 같은 드럼 형상의 패키지인 경우, 보빈 단면으로부터 실이 떨어지는 것(실빠짐)에 의한 실의 해서 불량이 발생하거나, 권취 붕괴가 발생한다. 또 실빠짐이 있는 보빈은 제직 시에 문제를 일으킬 가능성이 있다.
- [0007] 따라서 본 발명은 실 끊기기 어렵고, 보빈의 권취 붕괴나 해서 시의 경사 담김이 발생하기 어렵고, 제직 시에 취급이 하기 쉽고 품위가 높은, 세섬도의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트를 얻는 것을 목적으로 한다.
- [0008] 또 본 발명은 제직 시의 실 끊김이나 스크, 줄무늬의 발생 억제 등이 가능한 품위가 높은 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트 섬유 패키지를 얻는 것을 다른 목적으로 한다.
- [0009] 또 본 발명은 생산 효율이 좋게 직접 방사 연신법으로 상기 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트를 얻는 것을 다른 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

- [0010] 본 발명자는 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트에 있어서, 특정한 범위의 열 세팅 온도나 권취 장력으로 하고, 보빈의 패키지를 특정하는 것에 의해서, 특정의 섬도, 파단강도, 파단 연신율, 5% 모듈러스, 10% 모듈러스의 모노필라멘트를 얻었다. 그리고 이 모노필라멘트는 종래의 것보다, 모노필라멘트의 방사 조업성이 양호하고, 보빈의 권취 붕괴를 방지하고, 해서 시의 경사 담김의 발생이 개선된 제직 시에도 취급하기 쉬운 품위가 높은 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트를 얻을 수 있다는 것을 발견했다.
- [0011] 즉, 본 발명은 첫 번째로, 주된 구성단위가 페닐렌설파이드 단위로서, (1)~(5)를 만족시키는 것을 특징으로 하는 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트에 관한 것이다.
- [0012] (1) 섬도가 6~35dtex
- [0013] (2) 파단강도가 3.4cN/dtex 이상
- [0014] (3) 파단 연신율이 24~45%
- [0015] (4) 5% 모듈러스가 1.0~1.6cN/dtex
- [0016] (5) 10% 모듈러스가 1.4~2.3cN/dtex
- [0017] 본 발명은 두 번째로, 상기 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트로 이루어지는 편 형상 섬유 패키지에 관한 것이다.
- [0018] 본 발명은 세 번째로, 권취 폭이 100~250mm, 테이퍼각이 30~140°, 능각이 0.6~2° 이고, 패키지의 최대충과 최외층의 열 수축 응력값의 비(최내외층의 열 수축 응력비)가 0.85~1.15인 상기 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트 섬유 패키지에 관한 것이다.
- [0019] 본 발명은 네 번째로, 주된 구성단위가 페닐렌설파이드 단위로서, 폴리페닐렌설파이드 수지를 용융 압출하고, 냉각 고화한 후, 수득된 미연신사를 일단 권취하지 않고 연속해서 연신해서 와인더로 권취하는 직접 방사 연신법에 의해 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트를 제조하는 방법으로서, (1)~(4)를 만족시키는 것을 특징으로 하는 상기 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 제조방법에 관한 것이다.
- [0020] (1) 폴리페닐렌설파이드 수지의 MFR이 100~250g/10min
- [0021] (2) 미연신사를 연신할 때에, 비가열의 프리텐션 롤과 2개 이상의 가열의 고데 롤을 사용해서 연신한다

- [0022] (3) 제1 고데 물의 온도가 95~120℃, 제2 고데 물 이후의 가열 고데 물의 열 세팅 온도가 120~250℃
- [0023] (4) 와인더로의 권취 장력이 0.1~0.5cN/dtex
- [0024] 본 발명은 다섯번째, 주된 구성단위가 페닐렌설파이드 단위로서, 폴리페닐렌설파이드 수지를 용융 압출하고, 냉각 고화한 후, 수득된 미연신사를 일단 권취하지 않고 연속해서 연신해서 와인더로 보빈에 권취하는 직접 방사 연신법에 의해 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트로 이루어지는 섬유 패키지를 제조하는 방법으로서, (1)~(4)를 만족시키는 것을 특징으로 하는 상기 섬유 패키지의 제조방법에 관한 것이다.
- [0025] (1) 폴리페닐렌설파이드 수지의 MFR이 100~250g/10min
- [0026] (2) 미연신사를 연신할 때에, 비가열의 프리텐션 롤과 2개이상의 가열의 고데 물을 사용해서 연신한다
- [0027] (3) 제1 고데 물의 온도가 95~120℃, 제2 고데 물 이후의 가열 고데 물의 열 세팅 온도가 120~250℃
- [0028] (4) 와인더로의 권취 장력이 0.1~0.5cN/dtex
- [0029] 본 발명은 여섯 번째로, 주된 구성단위가 페닐렌설파이드 단위로서, 폴리페닐렌설파이드 수지를 용융 압출하고, 냉각 고화한 후, 수득된 미연신사를 일단 권취하지 않고 연속해서 연신해서 와인더로의 권취 장력 0.1~0.5cN/dtex로 편 형상의 보빈에 권취하는 직접 방사 연신법에 의해 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트로 이루어지는 섬유 패키지를 제조하는 방법에 관한 것이다.
- [0030] 본 발명은 일곱 번째로, 수득된 미연신사에 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 유지 부착율이 0.15~0.5질량%가 되도록 유지를 부착시킨 후, 연신해서 보빈에 권취하는 것을 특징으로 하는 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트로 이루어지는 상기 섬유 패키지를 제조하는 방법에 관한 것이다.
- [0031] 본 발명은 여덟 번째로, 주된 구성단위가 페닐렌설파이드 단위로서, 폴리페닐렌설파이드 수지를 용융 압출하고, 냉각 고화한 후, 수득된 미연신사를 일단 권취하지 않고 연속해서 연신해서 와인더에 의해 편 형상의 보빈에 권취하는 직접 방사 연신법에 의해 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트로 이루어지는 섬유 패키지를 제조하는 방법으로서, 미연신사를 보빈에 권취하기 전에 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 유지 부착율이 0.15~0.5질량%가 되도록 유지를 부여하고, 권취 폭이 100~250mm, 테이퍼각이 30~140°, 능각이 0.6~2° 이 되도록 편 형상으로 보빈에 권취하는 것을 특징으로 하는 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트로 이루어지는 섬유 패키지를 제조하는 방법에 관한 것이다.
- [0032] 본 발명은 아홉 번째로, 권취 폭이 100~250mm, 테이퍼각이 30~140°, 능각이 0.6~2° 이고, 최내외층의 열 수축 응력비가 0.85~1.15인 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트 편 형상 섬유 패키지에 관한 것이다.

발명의 효과

- [0033] 본 발명의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트에 의하면, 방사에 있어서 실 꿰김이 어렵고, 방사 조업성이 양호해서, 메쉬 강도 내구성이 우수한 품위가 높은 메쉬 직물이 수득된다.
- [0034] 또, 특히 편 형상의 패키지에 호적한 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트를 얻을 수 있다.
- [0035] 또 본 발명의 섬유 패키지에 의하면, 권취 상태가 양호하고, 제직 시의 실 꿰김이나 스کم, 줄무늬의 발생 억제 등이 가능한 품위가 높은 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트 섬유 패키지를 얻을 수 있다.
- [0036] 또 본 발명은 생산 효율적으로 직접 방사 연신법으로 상기 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트를 얻을 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0037] 도 1은 본 발명의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트 섬유 패키지의 개략 정면도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0038] 이하, 본 발명을 상세하게 설명한다.
- [0039] 본 발명에서의 폴리페닐렌설파이드 수지는 주된 반복단위(주된 구성단위)로서 페닐렌설파이드 단위를 가지는 폴리머로 이루어지는 폴리페닐렌설파이드이다. 페닐렌설파이드 단위로서는 p-페닐렌설파이드 단위나 m-페닐렌설파이드 단위 등을 들 수 있다. 폴리페닐렌설파이드는 p-페닐렌설파이드 단위나 m-페닐렌설파이드 단위 등으로 이루어지는 호모폴리머일 수도 있고, 이들을 가지는 공중합체일 수도 있지만, 내열성, 가공성, 경제적관점으로부터

터 p-페닐렌설파이드의 반복단위가 바람직하다. 폴리페닐렌설파이드 수지에 있어서, p-페닐렌설파이드의 반복단위는 50몰% 이상 포함되는 것이 바람직하고, 70몰% 이상인 것이 더 바람직하고, 90몰% 이상인 것이 특히 바람직하고, 98몰% 이상인 것이 더욱 바람직하다.

- [0040] 폴리페닐렌설파이드의 폴리머 타입에는 가교 타입, 반가교 타입, 선상 타입(리니어형)이 있지만, 방사, 연신성에서 선상 타입이 바람직하다.
- [0041] 또, 본 발명의 효과를 손상하지 않는 범위 내에서, 각종 금속산화물, 카울린, 실리카 등의 무기물이나, 착색제, 소광제, 난연제, 산화 방지제, 자외선 흡수제, 적외선 흡수제, 결정핵제, 형광 증백제, 말단기 실링제, 상용화제 등의 각종 첨가제를 폴리페닐렌설파이드에 소량 함유될 수도 있다.
- [0042] 본 발명에서의 폴리페닐렌설파이드 수지의 멜트 플로우 레이트(MFR)는 100~250g/10min인 것이 바람직하다. 더 바람직하게는 130~200g/10min이다. 100g/10min 미만에서는 점도가 너무 높기 때문에 방사에 지장이 발생한다. 또, 250g/10min를 넘는 경우에는 점도가 매우 낮고, 섬유 강도가 낮아지기 때문에, 필터와 같은 메쉬 직물에 사용하기에는 강도 내구성이 크게 낮아지게 되어 제품화에는 맞지 않다.
- [0043] 본 발명에서의 폴리페닐렌설파이드 수지의 방사 전의 펄렛의 수분율로서는 100ppm 이하가 바람직하고, 더 바람직하게는 10~50ppm이다. 100ppm을 넘을 경우, 방사에서의 실 끊김의 원인이나, 거품(기포)의 혼입이 발생하고, 방사 조업성이 낮아질 우려가 있다.
- [0044] 본 발명에서의 폴리페닐렌설파이드 수지의 펄렛은 예비건조로서 진공건조를 실시하고, 저분자량 성분을 가능한 한 제거한 것이 바람직하다. 예비건조를 실시하는 경우, 건조온도는 130~190℃, 건조시간은 6~12시간이 바람직하다.
- [0045] 본 발명의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 횡단면 형상은 특별하게 한정되지 않는다. 본 발명의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 외형은 원형인 것이 바람직하다.
- [0046] 본 발명의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 섬도는 6~35dtex가 바람직하다. 35dtex를 넘으면, 냉풍에 의한 고화가 어렵게 되고, 품위가 높은 모노필라멘트를 수득되기 어렵고, 필터 등의 제품으로 했을 때에 문제가 발생한다.
- [0047] 본 발명의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 파단강도는 필터 등의 메쉬의 내구성의 점에서, 3.4cN/dtex 이상이고, 더 바람직하게는 3.8cN/dtex 이상이다. 호적한 상한으로서 5cN/dtex 이하를 들 수 있다.
- [0048] 본 발명의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 파단 연신율은 24~45%이고, 바람직하게는 24~40%이다. 더 바람직하게는 30~40%이고, 더욱 바람직하게는 30~35%이다. 파단 연신율이 24% 미만의 경우, 방사 시의 실 끊김이 다발하고, 제직 시에 바디 마모가 발생하거나, 제직성이 저하된다. 파단 연신율이 45%를 넘을 경우에는, 필라멘트의 비결정 부분이 증가되는 것에 의해, 메쉬의 치수 안정성이 나빠져서 내구성이 저하된다.
- [0049] 본 발명의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트에 5% 모듈러스는 1.0~1.6cN/dtex이고, 바람직하게는 1.2~1.6cN/dtex이다. 5% 모듈러스는 메쉬의 내구성의 관점에서 높은 것이 바람직하지만, 1.6cN/dtex를 넘으면 보빈 내충부의 해서 시에 일어나는 경사 당김을 발생시키고, 품위가 좋은 메쉬를 얻을 수 없다. 1.0cN/dtex미만에서는 메쉬의 치수 안정성이나 강도 내구성이 나빠지거나, 미끄러짐이 발생하기 쉬워진다.
- [0050] 본 발명의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 10% 모듈러스는 1.4~2.3cN/dtex이고, 바람직하게는 1.7~2.1cN/dtex이다. 10% 모듈러스는 메쉬의 내구성 관점에서 높은 것이 바람직하지만, 2.3cN/dtex를 넘으면 보빈 내충부의 해서 시에 일어나는 경사 당김을 발생시키고, 품위가 좋은 메쉬를 얻을 수 없다. 1.4cN/dtex 미만에서는 메쉬의 치수 안정성이나 강도 내구성이 나빠지거나, 미끄러짐이 발생하기 쉬워진다.
- [0051] 상기와 같은 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트는 해서 시의 경사 당김이 해소되기 때문 제직 시에 취급이 용이한 것이 된다.
- [0052] 본 발명의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 열수 수축률은 10% 이하인 것이 바람직하다. 더 바람직하게는 2~8%이다. 열수 수축률은 메쉬의 치수 안정성 관점에서 낮게 하는 것이 바람직하다. 10%를 넘는 경우에는, 메쉬의 치수 안정성이 나빠지는 경향이 있기 때문에, 품위가 나쁜 필터가 될 우려가 있다.
- [0053] 본 발명에서의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 편 형상 섬유 패키지에 있어서, 섬유 패키지의 최내층에 있는 필라멘트가 가지는 열 수축 응력값과, 패키지의 최외층에 있는 필라멘트가 가지는 열 수축 응력의 비(최내외층의 열 수축 응력비라고 한다)는 0.85~1.15인 것이 바람직하다. 더욱 바람직하게는 0.9~1.1이다. 최내외층의

열 수축 응력비가 범위 외인 경우, 권취 붕괴나 권취 조임의 한 원인이 되거나, 메쉬 생지에서의 응력차이에 의한 변형이 발생하고, 품위가 나쁜 메쉬 생지가 될 우려가 있다.

[0054] 본 발명의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 후공정 통과성, 품위가 양호한 메쉬 직물을 얻는 점 등으로부터, 유지 부착율은 0.15~0.5질량%가 바람직하다. 더 바람직하게는 0.15~0.45질량%, 또는 0.2~0.5질량%이고, 더 바람직하게는 0.25~0.35질량%이다. 0.15질량% 미만에서는 정전기가 발생하기 쉽고, 제직 등의 취급성이 떨어지는 경향이 있다. 0.5질량%를 넘는 경우, 제직 시의 스컬이 발생하기 쉬운 경향이 있고, 메쉬 직물, 공업용 필터의 품위에 영향을 주거나, 방사 권취 공정에서의 보빈 붕괴의 원인이 될 우려가 있다.

[0055] 본 발명에서의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 호적인 유제로서는 평활성과 마디 마모 예방의 점에서, 지방산 에스테르계의 평활제를 30질량% 이상 포함하고, 기타로 제전제나 유화제를 적당하게 첨가할 수 있다. 부가해서, 변성 실리콘을 유제원액에 대하여 1~3질량% 첨가하고, 평활성을 더 올리는 더욱 바람직하다. 이러한 변성 실리콘은 첨가 과잉이 되는 경우, 권취 시, 사조가 보빈 내에서 미끄러지고, 권취 붕괴의 원인이 될 우려가 있기 때문에 상기의 범위가 바람직하다. 호적인 유제부여 방법으로는 이온 교환수로 5~20질량%의 에멀션으로 하고, 프리텐션 롤의 바로 위에서, 오일링 노즐로 부여하는 방법을 들 수 있다.

[0056] 본 발명의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 제조방법으로서는 방사한 후, 연신하고, 모노필라멘트를 얻는 것이 되지만, 이때, 직접 방사 연신법, 컨벤셔널법 등의 방법에 의해 제조할 수 있다. 또, 직접 방사 연신법으로 제조한 멀티필라멘트로 이루어지는 모사(parent yarn)를, 나중에 분섬하고, 모노필라멘트를 제조하는 방법일 수도 있다. 제조공정, 코스트, 해서 시의 경사 당김을 고려하면, 직접 방사 연신법에 의한 제조가 바람직하다.

[0057] 본 발명의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트는 폴리에스테르 페닐렌설파이드 수지를 용융 압출하는 방사공정을 거친 후, 비가열의 프리텐션 롤과 2개 이상의 가열 고데 롤에 의해 연신해서 권취하는 연신공정을 거쳐서 얻을 수 있다.

[0058] 이하, 상세하게 호적인 제조방법의 형태를 설명한다.

[0059] 방사공정에 있어서, 익스트루더에 의해 용융시킨 폴리페닐렌설파이드 수지를 계량하고, 노즐로부터 압출한 사조에 오일을 부여시킨다. 그 후에, 방사공정에 이어서 연신공정을 실시한다. 연신공정에서는 복수의 고데 롤을 사용해서 연신을 실시하고, 충분하게 결정화를 실시하고, 섬유 구조조직을 고정하고, 연신사를 얻는다. 연신공정 중에서, 연신사의 열수축율의 저하를 목적으로 한 릴랙스 공정을 도입할 수도 있다. 이 경우, 릴랙스 공정의 릴랙스율은 경사 당김 발생을 방지하기 쉽다는 관점에서, 0~2%인 것이 바람직하다. 더 바람직한 릴랙스율의 범위는 0~1%이다. 릴랙스율이 0% 미만의 경우, 연신공정에서의 각 롤 사이의 장력이 높아지기 때문에, 비결정부의 배향이 높아지고, 경사 당김이나 보빈의 권취 조임이 다발하기 쉬워진다. 릴랙스율이 2%를 넘는 경우에는, 비결정 부분의 배향이 저하되기 때문에, 5% 모듈러스, 10% 모듈러스가 상기의 범위를 만족시키고, 파단강도 및 파단 연신율이 본발명의 범위 내인 고품질의 모노필라멘트를 얻는 것이 어렵게 될 우려가 있다. 또, 실이 느슨해져서 권취할 수 없을 우려가 있다.

[0060] 또, 연신공정에서는 처짐을 없앨 목적으로, 프리텐션 롤과 고데 롤(1)에서의 사이에서, 연신배율 1.01~1.05의 예비 연신을 실시한 후에, 본 연신을 고데 롤(1) 이후에서 실시하는 것이 바람직하다. 본 연신에서는 고데 롤(1)의 온도를 95~120℃로 설정해서 연신을 실시하는 것이 바람직하다. 더 바람직하게는 100~115℃이다. 그 후에 계속, 고데 롤(2)로 인도하고, 고데 롤(2)에서 열 세팅해서 연신한다. 고데 롤(2)의 열 세팅 온도는 120~250℃가 바람직하고, 더 바람직하게는 130~200℃이다. 이다음, 추가로 새로운 고데 롤(3), 고데 롤(4)로 인도하고, 연신할 수도 있다. 또, 전술한 바와 같이 릴랙스 공정을 설치해서 릴랙스 처리할 수도 있다. 그리고, 고데 롤(3) 이후의 고데 롤에서 새로운 열 세팅을 실시하는 경우에는, 120~250℃가 바람직하고, 더 바람직하게는 130~200℃이다. 고데 롤(3) 이후의 고데 롤은 열 세팅하지 않고, 비가열 롤로 할 수도 있다. 각 롤을 경유한 후, 사조를 와인더에 의해 권취한다. 와인더에 권취할 때의 권취 장력은 0.1~0.5cN/dtex가 바람직하다. 더욱 바람직하게는 0.2~0.3cN/dtex이다.

[0061] 또, 고데 롤(1)의 온도가 95℃ 미만의 경우, 실에 매듭모양의 혹 발생이나, 고데 롤 상의 실 흔들림에 의한 단사(斷絲)의 발생이 다발한다. 또, 120℃를 넘을 경우, 고데 롤 상에서의 실 흔들림이 다발하고, 단사가 발생하여, 정상적으로 모노필라멘트를 채취하는 것이 어렵다. 고데 롤(2) 이후의 열 세팅하는 고데 롤 온도는 120℃ 미만의 경우, 본 발명의 모노필라멘트를 얻는 것이 어렵게 된다. 또 250℃를 넘는 경우에는 열에 의한 용단 기미가 있어, 모노필라멘트를 권취하는 것이 어렵다.

[0062] 와인더로의 권취 장력이 0.1cN/dtex 미만에서는 고데 롤과 와인더 사이의 장력이 너무 낮기 때문에, 보빈의 권

취 붕괴나, 실 끊김이 다발하고, 정상적으로 모노필라멘트를 얻는 것이 어렵다. 0.5cN/dtex를 넘는 경우, 보빈의 권취 조임이 발생하고, 와인더로부터 보빈을 분리하는 것이 어렵다.

[0063] 본 발명의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 보빈 형상으로서, 통상 직접 방사 연신법에 사용되는 지관에 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트를 테이퍼상으로 권취한 편 형이 바람직하다. 일반적으로 직접 방사 연신법에서는 드럼형이지만, 드럼형의 경우, 모노필라멘트를 감으면 보빈 단면으로부터 실이 떨어지는 사상(실빠짐)이 발생하기 쉬워지고, 심할 때는 권취가 붕괴된다. 실빠짐이 발생했을 경우, 해서 시, 실이 단면에 걸려서 실 끊김이나 제직 불량률을 일으키고, 공정 통과성의 저하나 제품의 품위 저하가 발생할 우려가 있다.

[0064] 본 발명의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트로 이루어지는 섬유 패키지의 권취 조건으로서, 섬유 패키지의 최내층부의 권취 폭은 100~250mm이다. 더 바람직하게는 150~200mm이다. 권취 폭이 100mm 미만의 경우, 테이퍼각을 크게하지 않는 한, 권취량을 올릴 수 없고, 테이퍼각을 너무 올리면 보빈 단면으로부터 실이 떨어짐(실빠짐)이 발생하고, 해서 시에 실이 걸려서, 실 끊김이나 줄무늬의 발생을 발생시키고, 제직성에 떨어진 것이 된다. 와인더의 엔드 수나, 와인더 길이에 한계가 있는 것을 감안하면, 섬유 패키지의 생산성, 코스트의 점으로부터, 권취 폭의 상한은 250mm가 좋다.

[0065] 본 발명의 섬유 패키지의 테이퍼각은 30~140° 이다. 더 바람직하게는 45~100° 이다. 테이퍼각이 30° 미만의 경우, 권취 붕괴는 발생하지 않지만, 정규의 권취량이 감아 올라가기 전에, 양단의 권취 폭이 권취 두께의 상승에 따라서 양단이 근접하고, 접촉해서 목표량을 권취할 수 없게 되어 생산성이 떨어질 우려가 있다. 테이퍼각이 140° 를 넘는 경우, 테이퍼부로부터 실이 떨어지고, 권취 붕괴가 발생하는 경향이 있다. 참고로 180° 의 조건(드럼형 권취에 상당)에서는 실빠짐에 의한 권취 붕괴가 빈발한다.

[0066] 본 발명의 섬유 패키지의 능각은 0.6~2° 이고, 바람직하게는 0.8~2° 이다. 더욱 바람직하게는 0.9~1.2° 이다. 능각이 0.6° 미만의 경우, 패키지 표면에 리본 상의 사조의 불음이 발생하고, 보빈의 해서 불량이나, 외관불량이 된다. 능각이 2° 를 넘는 경우, 트레이스가 양단에 실을 이동시켰을 때에 사조가 기세로 튀어나오는 것에 의해서 테이퍼부에서 실이 떨어지고, 권취 붕괴가 발생하는 경우가 있다. 이 사상은, 특히 필라멘트의 섬도가 20dtex 이상인 경우에 빈번하게 발생한다.

[0067] 실시예

[0068] 이하에 실시예를 참조해서 본 발명을 상세하게 설명한다. 또, 본 발명은 이하에 기술하는 실시예에 한정되는 것은 아니다. 실시예에서의 필라멘트의 물성, 평가는 이하와 같이 했다.

[0069] A. MFR

[0070] JIS K-7210(1999년)에 준해서 온도 315.5℃, 하중 5,000g의 조건에서 MFR값을 측정했다.

[0071] B. 섬도

[0072] JIS-L-1013에 준해서, 시료를 프레임 테두리 1.125m의 검척기를 사용하고, 120회/min의 속도로 권취하고, 그 길량을 계량해서 섬도를 산출했다. 이것을 5회 측정하고, 평균값을 산출했다.

[0073] C. 파단강도, 파단 연신율, 5% 모듈러스, 10% 모듈러스

[0074] JIS L 1013에 준해서, Shimadzu Corporation.의 AGS-1KNG 오토그래프(등록상표) 인장시험기를 사용하고, 시료 실길이 20cm, 정속 인장속도 20cm/min의 조건으로 측정한다. 하중-연신 곡선에서의 하중의 최고값을 섬도로 나눈 값을 파단강도(cN/dtex)로 하고, 그 때의 신장율을 파단 연신율(%)로 하고, 신장율이 5% 시의 강도를 5% 모듈러스(cN/dtex), 신장율이 10% 시의 강도를 10% 모듈러스(cN/dtex)로 한다.

[0075] D. 최내외층(最内外層)의 열 수축 응력비

[0076] 열 수축 응력은 카네보 엔지니어링사의 KE-II형 수축 응력 측정장치를 사용해서 측정한다. 길이 5cm의 루프형상으로 해서 실끝을 연결한 시료에, 섬도×2/30(cN)의 초기 하중을 걸어서, 실온에서 120℃/min의 승온속도로 가열했을 때의 열수축력을 측정한다. 측정한 열수축력의 최고점을 열수축력의 피크(cN)로 하고, 그 때의 온도를 열수축력 피크 온도(℃)라고 한다. 그리고 상기 열수축력의 최고값을, 섬유 섬도의 2배로 나눈 값을 열 수축 응력(cN/dtex)으로 하고, 5회 측정해서 평균값을 열 수축 응력으로 했다. 최내외층의 열수축 응력비(Sr)는 이하의 식(1)에 의해 산출한다.

[0077] $Sr = Si / So \quad (1)$

- [0078] (Sr: 최내외층의 열수축 응력비, Si: 패키지의 최내층의 열 수축 응력[지관 외경에서 권취 두께 1mm의 포인트를 측정], So: 패키지의 최외층 열 수축 응력 [패키지의 표면층부를 1분간 해서한 후의 포인트를 측정])
- [0079] E. 방사 조업성
- [0080] 방사 조업성은 공정의 통과성이 양호하면 「○」, 공정통과성이 약간 나쁜 것을 「△」, 제사 불가라면 「×」로 했다.
- [0081] F. 섬유 패키지의 권취 상태
- [0082] 권취 조업성은 권취 형상이 양호하면 「○」, 경미한 권취 붕괴, 권취량 부족을 「△」, 심한 권취 붕괴, 권취 불가 등은 「×」로 했다.
- [0083] G. 제직성 및 외관평가
- [0084] 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트를 사용해서, 줄처형 제직기에 의해, 회전수 300rpm으로, 420메쉬(개/2.54cm)(6~11dtex 미만), 225메쉬(개/2.54cm)(11~21dtex 미만), 150메쉬(개/2.54cm)(21~35dtex)의 메쉬 직물을 제직했다. 그 때, 바디의 스크 발생, 경사, 위사의 끊김 상태 등의 제직성과 수득된 직물의 외관(매듭, 경사 당김, 줄의 발생 등) 평가를 실시했다.
- [0085] 평가는 제직성 및 외관이 함께 좋으면 「○」, 어느 쪽인가가 나쁘면 「△」, 함께 나쁘면 「×」로 했다.
- [0086] H. 메쉬의 성능평가
- [0087] 수득된 폴리페닐렌설파이드의 메쉬 직물을 사용해서 160℃, 20분간 열 세팅을 실시하고, 가공한 메쉬 직물(열 세팅 전후)의 신장 회복 사이클을 실시한 후의 외관을 평가한다. 신장 회복 사이클은 JIS L 1013에 준하고, Shimadzu Corporation.사의 AGS-1KNG오토그래프(등록상표) 인장시험기를 사용하고, 시료길이 20cm, 폭 5cm, 정속 인장속도 20cm/min의 조건으로, 10% 신장 회복 사이클을 5회 실시한다. 그 때의 메쉬 직물의 외관을 육안으로 관찰했다. 미끄러짐, 변형이나 파손이 없는 것을 「○」, 변형, 경미한 파손이 있는 것을 「×」, 변형이나 파손의 유무 판단을 할 수 없었던 것을 「△」로 했다.
- [0088] I. 종합평가 방사 조업성, 권취 상태, 제직성 및 외관평가, 메쉬 성능에 4개의 항목에 대해서, 전부 ○의 판정의 것을 종합평가 「◎」로 했다. 방사 조업성이 ○, 동시에 메쉬 성능이 ○ 또는 △의 것을 종합평가 「○」로 했다. 종합평가가 「◎」, 「○」이 된 예를 제외한 예 가운데, 방사 조업성, 제직성 및 외관평가, 메쉬 성능 가운데 2항목 이상에 「△」이 있는 것을 종합평가 「△」로 했다. 방사 조업성 및 메쉬 성능의 어느 쪽인가 1항목에서 「×」가 있는 것을 종합평가 「×」로 했다.
- [0089] J. 패키지 평가
- [0090] 권취 상태, 제직성 및 외관평가에 대해서, 전부 ○의 것을 「○」, 전부 ×의 것을 「×」, 그 이외를 「△」로 했다.
- [0091] (실시예 1)
- [0092] MFR이 160g/10min의 p-폴리페닐렌설파이드 수지(수분율: 20ppm)를 준비하고, 방사온도 328℃로 용융했다. 용융한 폴리페닐렌설파이드를, 구멍을 2개 가지는 방사용 구금(L/D=0.65mm/0.65mm)을 사용하고, 연신 후의 섬도가 33dtex가 되는 토출량으로 토출했다. 토출된 폴리페닐렌설파이드의 사조는 유니 플로우형 냉각장치에서 냉각하고, 에멀션 유제를 부여(OPU=0.3질량%)하고, 이어서, 사조를 속도 1, 040m/min으로 비가열의 프리텐션 롤에 권취하고, 계속해서 고데 롤(1)(속도 1, 058m/min, 115℃)의 사이에서, 텐션을 첨가한 후, 고데 롤(2)(속도 3, 520m/min, 135℃)로 본 연신과 열 세팅을 실시하고, 고데 롤(3)(속도 3, 500m/min, 비가열)로 릴랙스 처리해서 완화시키고, 권취 장력 0.2cN/dtex로 와인더(속도 3, 495m/min)에 권취하고, 권취 폭 200mm, 테이퍼각 60°, 능각 1°로 단면을 테이퍼상으로 한 편 형상의 보빈에 33dtex의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트를 권취했다.
- [0093] (실시예 2)
- [0094] 프리텐션 롤의 속도를 920m/min, 고데 롤(1)의 속도를 960m/min으로 하고, 와인더의 속도를 변경하고, 고데 롤(3)을 사용하지 않은 이외는, 실시예 1과 동일하게, 33dtex의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트를 얻었다.
- [0095] (비교예 1, 2)

- [0096] 고데 물(2)의 온도를 각각 변경한 이외는, 실시예 2와 동일하게, 비교예 1은 33dtex의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트를 얻었다. 비교예 2는 이 조건으로 실시했다.
- [0097] **(비교예 3, 4)**
- [0098] 와인더의 속도, 권취 장력을 변경한 이외는, 실시예 2과 동일하게, 비교예 4는 33dtex의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트를 얻었다. 비교예 3은 이 조건으로 실시했다.
- [0099] **(비교예 5)**
- [0100] MFR이 300g/10min의 p-폴리페닐렌설파이드 수지를 사용하고, 프리텐션 롤과 고데 물(1)의 속도를 변경한 이외는, 실시예 1과 동일하게, 33dtex의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트를 얻었다.
- [0101] **(비교예 6)**
- [0102] MFR이 65g/10min의 p-폴리페닐렌설파이드 수지를 사용하고, 프리텐션 롤과 고데 물(1)의 속도를 변경한 이외는, 실시예 2과 동일하게, 33dtex의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트를 얻었다.
- [0103] **(실시예 3)**
- [0104] MFR이 160g/10min의 p-폴리페닐렌설파이드 수지를 준비하고, 방사온도 328℃로 용융했다. 용융한 폴리페닐렌설파이드를, 구멍을 2개 가지는 방사용 구금(L/D=0.35mm/0.31mm)을 사용하고, 연신후의 섬도가 10dtex가 되는 토출량으로 토출했다. 토출된 폴리페닐렌설파이드의 사조는 유니 플로우형 냉각장치에서 냉각하고, 에멀션 유제를 부여하고, 표 1에 기재된 조건으로 한 이외는 실시예 1과 동일하게, 프리텐션 롤, 고데 물(1, 2, 3)을 경유해서 연신하고, 와인더에 권취하고, 테이퍼 상의 보빈에서 10dtex의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트를 얻었다.
- [0105] **(실시예 4)**
- [0106] MFR이 160g/10min의 p-폴리페닐렌설파이드 수지를 준비하고, 방사온도 328℃로 용융했다. 용융한 폴리페닐렌설파이드를, 구멍을 2개 가지는 방사용 구금(L/D=0.4mm/0.37mm)을 사용하고, 연신 후의 섬도가 14dtex가 되는 토출량으로 토출했다. 토출된 폴리페닐렌설파이드의 사조는, 유니 플로우형 냉각장치에서 냉각하고, 에멀션 유제를 부여하고, 표 1에 기재된 조건으로 한 이외는 실시예 1과 동일하게, 프리텐션 롤, 고데 물(1, 2, 3)을 경유해서 연신하고, 와인더에 권취하고, 테이퍼 상의 보빈에서 14dtex의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트를 얻었다.
- [0107] **(실시예 5)**
- [0108] 고데 물(3)의 열 세팅 온도를 190℃로 한 이외는, 실시예 1과 동일하게, 33dtex의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트를 얻었다.
- [0109] **(비교예 7, 8)**
- [0110] 고데 물(1)의 온도를 표 1에 기재된 대로 변경한 이외는, 실시예 1과 동일하게, 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 제조를 실시했다.
- [0111] **(비교예 9)**
- [0112] 실시예 1의 프리텐션 롤 및 고데 물(1)의 속도를 낮추는 것에 의해, 연신율을 22%로 하고, 고데 물(2)의 온도를 150℃로 한 이외는, 실시예 1과 동일하게, 33dtex의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트를 얻었다.
- [0113] **(비교예 10)**
- [0114] 실시예 1의 프리텐션 롤 및 고데 물(1)의 속도를 올리는 것에 의해, 연신율을 50%로 하고, 고데 물(2)의 온도를 150℃로 한 이외는, 실시예 1과 동일하게, 33dtex의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트를 얻었다.
- [0115] **(비교예 11)**
- [0116] 고데 물(2)의 온도를 190℃, 권취 장력을 0.6cN/dtex로 변경한 이외는, 실시예 2와 동일하게, 33dtex의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트를 얻었다.
- [0117] **(비교예 12)**
- [0118] 고데 물(2)의 온도를 110℃, 보빈의 패키지를 드럼형으로 변경한 이외는, 실시예 2와 동일하게, 33dtex의 폴리

페닐렌설파이드 모노필라멘트를 얻었다.

[0119] (실시예 6)

[0120] 테이퍼각을 120° , 권취 속도를 조정하고, 권취 장력을 0.4cN/dtex , 유지 부착율을 0.4% 로 변경한 이외는, 실시예 1과 동일하게, 섬유 패키지를 얻었다.

[0121] (실시예 7)

[0122] 권취 속도를 조정하고, 권취 장력을 0.5cN/dtex , 능각을 1.2° 로 한 이외는, 실시예 1과 동일하게, 섬유 패키지를 얻었다.

[0123] (실시예 8)

[0124] 테이퍼각을 180° , 보빈 형상을 드럼형, 능각을 5° 로 변경한 이외는, 실시예 1과 동일하게, 섬유 패키지를 얻었다.

[0125] (실시예 9)

[0126] 테이퍼각을 180° , 보빈 형상을 드럼형으로 변경한 이외는, 실시예 1과 동일하게, 섬유 패키지를 얻었다.

[0127] (실시예 10, 11)

[0128] 테이퍼각을 160° , 20° 로 변경한 이외는, 실시예 1과 동일하게 섬유 패키지를 얻었다.

[0129] (실시예 12, 13)

[0130] 능각을 0.5° , 2.5° 로 변경한 이외는, 실시예 1과 동일하게 섬유 패키지를 얻었다.

[0131] (실시예 14, 15)

[0132] 권취 폭을 70mm , 300mm 으로 변경한 이외는, 실시예 1과 동일하게, 섬유 패키지를 얻었다.

[0133] (비교예 13, 14)

[0134] 와인더의 속도, 권취 장력을 변경한 이외는, 실시예 2와 동일하게, 비교예 13은 33dtex 의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트를 얻었다. 비교예 14는 와인더의 속도, 권취 장력을 변경한 이외는, 실시예 2와 동일하게 실시했다.

[0135] (비교예 15, 16)

[0136] 사조로의 유지 부착율을 0.1% , 0.6% 로 변경한 이외는, 실시예 1과 동일하게, 섬유 패키지를 얻었다.

[0137] 실시예 1~5, 비교예 1~12의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 제조 조건, 실의 물성, 각 평가(방사 조업성, 제직성 및 외관평가, 메쉬의 성능평가 및 종합평가)의 결과에 대해서, 표 1에 나타낸다. 그리고, 표 중의 실의 물성의 강도, 연신율은 파단강도, 파단 연신율이다. 또, PTR은 프리텐션 롤, GR1은 고데 롤(3), GR2은 고데 롤(2), GR3은 고데 롤(3), W/D는 와인더를 나타낸다.

표 1

	4지	조건										평가지	실의 물성						생지		종합 평가
		PTR		GR1		GR2		GR3		W/D											
		MFR g/10min	속도 m/min	온도 ℃	속도 m/min	온도 ℃	속도 m/min	온도 ℃	속도 m/min	온도 ℃	성도 dlex		강도 cN/dlex	연신율 %	5% 모듈러스 cN/dlex	10% 모듈러스 cN/dlex	제작성 및 외관	매시 성능			
실시예1	160	1,040	1,058	115	3,520	135	3,500	비가열	—	3,495	0.2	O	33	3.8	32.0	1.2	1.9	O	O	◎	
실시예2	160	920	960	115	3,520	135	—	—	—	3,460	0.2	O	33	3.5	31.8	1.1	1.5	O	O	◎	
비교예1	160	920	960	115	3,520	110	—	—	—	3,460	0.2	O	33	3.3	31.5	1.0	1.4	O	X	X	
비교예2	160	920	960	115	3,520	260	—	—	—	3,460	0.2	X	평가	평가	평가	평가	평가	평가	평가	X	
비교예3	160	920	960	115	3,520	135	—	—	—	3,430	0.05	X	평가	평가	평가	평가	평가	평가	평가	X	
비교예4	160	920	960	115	3,520	135	—	—	—	3,550	0.6	△	33	3.9	32.1	1.7	2.5	△	△	△	
비교예5	300	900	920	115	3,520	135	3,500	비가열	3,495	0.2	△	△	33	3.2	31.2	1.0	1.4	O	△	△	
비교예6	65	1,120	1,140	115	3,520	135	—	—	—	3,455	0.3	△~X	33	4.1	31.5	1.5	2.6	X	X	X	
실시예3	160	940	970	100	3,110	130	3,100	비가열	3,100	0.4	O	평가	10	3.9	35.4	1.3	1.8	O	O	◎	
실시예4	160	920	940	103	3,110	135	3,100	비가열	3,100	0.3	O	평가	14	4.0	34.2	1.4	1.9	O	O	◎	
실시예5	160	1,040	1,058	115	3,520	135	3,500	190	3,495	0.2	O	평가	33	4.0	32.6	1.4	2.1	O	O	◎	
비교예7	160	1,040	1,058	80	3,520	135	3,500	비가열	3,495	0.2	X	평가	평가	평가	평가	평가	평가	평가	평가	X	
비교예8	160	1,040	1,058	130	3,520	135	3,500	비가열	3,495	0.2	X	평가	평가	평가	평가	평가	평가	평가	평가	X	
비교예9	160	920	938	115	3,520	150	3,500	비가열	3,495	0.2	△	평가	33	4.5	22.0	1.7	2.7	△	△	△	
비교예10	160	1,240	1,258	115	3,520	150	3,500	비가열	3,495	0.2	O	평가	33	3.1	50.0	0.8	1.2	△	X	X	
비교예11	160	920	960	115	3,520	190	—	—	—	3,540	0.6	O	평가	33	3.9	30.1	1.7	2.4	△	△	
비교예12	160	920	960	115	3,520	110	—	—	—	3,460	0.2	O	드럼형	33	3.3	31.5	1.0	1.4	△	X	

[0138]

[0139]

실시에 1~5에서 취득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트는 고강도이고, 매듭이 적은 품위가 좋은 모노필라멘트이었다. 또 실시에 1~5에서 취득된 모노필라멘트를 사용한 메쉬 직물은 스크림의 발생이 없고, 경사 및 위사의 실 끊김 발생이 없고, 외관에서도 경사 당김이나 기타의 요인에 의한 줄, 굽은 실, 광택 이상 등의 발생이 없는 품위가 좋은 것이었다. 추가로, 강도가 충분하고, 치수 안정성이 양호해서 필터로 사용했을 때도 내구성이 높은 품위의 좋은 것이 되었다. 그 중에서도, 실시에 1, 5의 모노필라멘트로부터 취득된 메쉬 직물은 경사 당김 발생, 줄무늬 등이 없고, 특히 뛰어난 성능을 가지고 있었다.

[0140]

열 세팅 온도가 낮은 비교예 1에서 취득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트로부터 취득된 메쉬 직물은 치수 안정성이 낮고, 미끄러짐이 관찰되고, 강도한 내구성도 낮아 품위가 나쁜 것이 되었다. 비교예 1에서 취득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트는 강도가 낮고, 열수 수축률이 높기 때문인 것으로 생각된다.

[0141]

열 세팅 온도가 높은 비교예 2에서 취득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트는 고데 물(2) 상의 실의 용단이나 실 끊김, 흔들림이 발생하고, 모노필라멘트를 보빈에 채취할 수 없었다.

- [0142] 와인더로의 권취 장력을 낮게 한 비교예 3에서부터 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트는 고데 롤(2)과 와인더 사이에서 실이 느슨해져 고데 롤(2) 상으로의 권취나 보빈에서의 권취 붕괴가 빈발하고, 모노필라멘트를 정상적으로 보빈에 채취할 수 없었다.
- [0143] 와인더로의 권취 장력을 높게 한 비교예 4에서 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트는 권취 장력이 높기 때문에, 권취량이 1kg를 넘으면 권취 조임이 발생하고, 와인더로부터 보빈을 분리할 수 없게 되기 때문에, 양산에는 맞지 않았다. 또, 얇은 두께의 권취로 얻은 메쉬 직물의 제직성에서는 5% 모듈러스 및 10% 모듈러스가 높기 때문에, 보빈 내층부에서 경사 당김이 발생하고, 메쉬 직물에 줄무늬가 발생하고, 품위가 나쁜 것이 되었다. 또 제직 시의 열 세팅에서 메쉬 직물이 성장하게 되고, 미끄러짐 등이 발생하고, 품위가 나쁜 것이었다.
- [0144] MFR이 높은 폴리페닐렌설파이드 수지를 사용한 비교예 5에서 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트는 매우 점성이 낮고, 파단 연신율을 30% 가까이로 해도 파단강도가 3.2cN/dtex에 그치게 되었다. 이것에 의해, 메쉬 직물의 강도의 내구성이 떨어지고, 품위가 나쁜 것이 되었다.
- [0145] MFR이 낮은 폴리페닐렌설파이드 수지를 사용해 비교예 6에서 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트는 매우 점성이 높고, 미용융물이나 겔이 발생하기 쉬워지고, 고데 롤 상에서의 실 흔들림이 다발하고, 거의 모노필라멘트를 채취할 수 없었다. 모노필라멘트에는 매듭도 있기 때문에, 제직 시의 경사 끊김이 빈발했다. 수득된 메쉬 직물에는 경사 당김에 의한 줄무늬나 매듭이 혼재하고, 품위가 나쁜 것이며, 상당히 저품위의 것이 되었다.
- [0146] 고데 롤(1)의 예비 가열온도를 낮게 한 비교예 7에서 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트는 폴리페닐렌설파이드의 유리전이온도보다 10℃ 정도 낮기 때문에, 고데 롤(1)과 (2) 사이의 연신에서 미연신 부분이 혼재하게 되는, 고데 롤(2) 이후로 실 가이드의 실 흔들림이 매우 크게 발생하고, 와인더에 권취하는 것이 거의 할 수 없는 상태 때문에, 모노필라멘트를 보빈에 권취할 수 없었다.
- [0147] 고데 롤(1)의 예비 가열온도를 높게 한 비교예 8에서 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트는 폴리페닐렌설파이드의 유리전이온도보다 40℃ 정도 높기 때문에, 고데 롤(1) 상의 사조가 느슨해지는 것에 의해, 큰 실 흔들림이 발생하고, 실 끊김이 다발했기 때문에 모노필라멘트를 얻을 수 없었다.
- [0148] 모노필라멘트의 연신율을 22%까지 낮게 한 비교예 9에서 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트는 연신율이 낮기 때문에 방사에서 실 끊김이 발생하기 쉬웠다. 또, 릴랙스를 걸어도, 5% 모듈러스 및 10% 모듈러스가 높아지기 때문에, 보빈의 해서 시에 경사 당김이 발생했다. 이 모노필라멘트를 사용한 메쉬 직물에는 경사 당김에 의한 줄무늬가 발생하고, 품위가 나쁜 것이 되었다. 성능면에서도 제직 시의 발생한 요인을 계승하기 때문에 성능도 떨어지고, 외관도 나쁜 것이 되었다.
- [0149] 모노필라멘트의 연신율을 50%까지 높게 한 비교예 10에서 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트는 양호한 방사 조업성이었지만, 강도와 5% 모듈러스 및 10% 모듈러스가 상당히 낮은 것에 의해서, 수득된 메쉬 직물의 치수 안정성이 매우 나빴다. 메쉬 직물은 연신 등에 의한 미끄러짐도 발생하고, 강도의 내구성이 매우 나쁜 것이 되었다.
- [0150] 열 세팅 온도를 190℃로 하고, 권취 장력을 0.6cN/dtex로 한 비교예 11에서 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트는 권취 장력이 높기 때문에, 권취량이 1kg를 넘으면 권취 조임이 발생하고, 와인더로부터 분리할 수 없게 되기 때문에 양산에는 맞지 않았다. 또, 얇은 두께의 권취에서의 메쉬 직물의 제직성 평가에서는 해서 시, 보빈 내층부에서 경사 당김이 발생하고, 원단에 줄무늬 발생하고, 품위가 나쁜 것이 되었다. 10% 모듈러스가 높기 때문인 것으로 생각된다.
- [0151] 열 세팅 온도가 110℃로 낮고, 보빈 패키지가 드럼형으로 한 비교예 12에서 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트는 열 세팅 온도가 낮고, 파단강도가 낮고, 열수 수축률이 높은 것이 되었다. 또 제직 시, 드럼형의 보빈 형상을 하고 있기 때문에, 보빈 단면으로부터 실이 떨어짐(실빠짐)이 발생했다. 이 때문에, 제직 시에서의 보빈 해서 불량에 의해 실 끊김 등이 발생하거나, 메쉬 직물의 치수 안정성이 낮아지는 것이나, 강도의 내구성이 떨어지고, 품위가 나쁜 것이 되었다.
- [0152] 이와 같이 실시예 1~5에서 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트는 방사 조업성이 뛰어나고, 제직 시에, 경사 당김에 의한 줄, 바디 마모, 스کم, 매듭이 많은 실, 실 끊김의 발생이 거의 없고, 강도를 겸비한 고품위의 것이었다. 수득된 가공 전 및 후의 메쉬 직물은 미끄러짐이나 경사 당김에 의한 줄무늬 등의 외관 이상 등이 거의 없고, 치수 안정성이 뛰어나고, 강도도 겸비하고 있으므로, 고성능 필터 용도에 사용 가능한 고품위의 것이었다.

[0153] 실시예 1, 3, 4, 6~16 및 비교예 13~15의 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 제조 조건, 실의 물성, 각 평가의 결과에 대해서, 표 2에 나타낸다.

표 2

수지	권취		원시 조형성	유지 부식율 실량%	패키지			실의 물성					평가		종합 평가			
	MFR g/10min	권취속도 mm/min			W/D mm	권취강도 cN/dtex	패키지 형상	권취폭 mm	테이퍼 각 °	권취 상태	섬도 dtex	파단강도 cN/dtex	파단 연신율 %	5% 모듈러스 cN/dtex		10% 모듈러스 cN/dtex	최내외층의 열 수축율비	매시 성능
실시예 1	160	3.495	0.2	○	0.3	편평	200	60	1	○	33	38	32.0	1.2	1.9	1.04	○	○
실시예 3	160	3.100	0.4	○	0.3	편평	200	60	1	○	10	39	35.4	1.3	1.8	0.89	○	○
실시예 4	160	3.100	0.3	○	0.3	편평	200	60	1	○	14	40	34.2	1.4	1.9	1.01	○	○
실시예 6	160	3.510	0.4	○	0.4	편평	200	120	1	○	33	39	31.2	1.4	2.2	0.92	○	○
실시예 7	160	3.520	0.5	○	0.3	편평	200	60	1.2	○	33	38	31.5	1.5	2.3	0.88	○	○
실시예 8	160	3.495	0.2	○	0.3	드럼형	200	180	5	×	33	38	32.0	1.2	1.9	1.02	×	△
실시예 9	160	3.495	0.2	○	0.3	드럼형	200	180	1	×	33	38	32.0	1.2	1.9	1.01	×	△
실시예 10	160	3.495	0.2	○	0.3	편평	200	160	1	×	33	38	32.0	1.2	1.9	1.01	×	△
실시예 11	160	3.495	0.2	○	0.3	편평	200	20	1	△	33	38	32.0	1.2	1.9	1.03	△	○
실시예 12	160	3.495	0.2	○	0.3	편평	200	60	0.5	×	33	38	32.0	1.2	1.9	0.96	×	△
실시예 13	160	3.495	0.2	○	0.3	편평	200	60	2.5	△	33	38	32.0	1.2	1.9	1.02	△	○
실시예 14	160	3.495	0.2	○	0.3	편평	70	60	1	△	33	38	32.0	1.2	1.9	0.97	△	○
실시예 15	160	3.495	0.2	○	0.3	편평	300	60	1	○	33	38	32.0	1.2	1.9	0.98	△	○
비교예 13	160	3.570	0.65	×	0.3	편평	200	60	1	×	33	39	31.1	1.6	2.7	0.83	미발시	×
비교예 14	160	3.440	0.05	×	0.3	편평	200	60	1	×	33	차투물가				미발시	×	
비교예 15	160	3.495	0.2	×	0.1	편평	200	60	1	△	33	차투물가				미발시	×	
실시예 16	160	3.495	0.2	○	0.6	편평	200	60	1	△	33	38	32.0	1.2	1.9	0.96	×	○

[0154]

[0155] 파단강도, 파단 연신율, 5, 10% 모듈러스 등의 물성, 보빈 형상, 와인더 권취 시의 권취 장력, 사조로의 유지 부착율 등의 권취, 권취 폭, 테이퍼각, 능각 등의 권취 조건을 제어하는 것에 의해서, 수득된 실시예 1, 3, 4, 6으로부터 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 섬유 패키지의 모노필라멘트는 직접 방사 연신법으로 제조할 수 있고, 고강도이고 매듭이 적은 품위가 좋은 모노필라멘트이었다. 또한, 이것들의 섬유 패키지는 패키지의 권취 형상은 양호하고, 권취 조임, 권취 붕괴 등의 형상 불량 없이, 해서성도 좋은 것으로, 최내외층의 열 수축 응력비도 좋고, 균일해서 품위가 좋은 것이었다. 또, 테이퍼부가 있는 편 형상 패키지에 감긴 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트로부터 수득된 메쉬 직물은 스컴의 발생이 없고, 경사 및 위사의 실 끊김의 발생이 없고, 외관에서도 경사 당김이나 기타의 요인에 의한 줄무늬, 굵은 실, 광택 이상 등의 발생이 없는 품위가 좋은 것이었다. 또한, 강도도 충분하고, 치수 안정성도 양호해서 필터로서의 내구성이 높은 품위가 좋은 것이었다.

- [0156] 그 중에서도, 실시예 1, 6의 것은 섬유 물성이 양호하고, 경사 당김 발생, 줄 등이 없고, 특히 뛰어난 성능을 가지는 폴리페닐렌설파이드의 메쉬 직물이 수득되었다.
- [0157] 섬유 패키지가 드럼형이고, 능각이 큰 실시예 8에서 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 섬유 패키지는 드럼형이라는 것과 능각이 5° 이기 때문인 것으로 생각되지만, 트레이스의 이동속도가 빨라져서, 사조가 그 기세로 바깥으로 흐르기 쉬워지고, 실빠짐이 발생하기 쉬워져서, 실의 해서성이 나쁜 패키지가 되었다. 제직 시에 패키지로부터의 해서성이 나쁘기 때문에 줄무늬나 실 끊김이 발생하고, 품위가 좋지 않은 것이 되었다.
- [0158] 섬유 패키지가 드럼형의 실시예 9에서 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 섬유 패키지는 드럼형이기 때문인 것으로 생각되지만, 비교예 13보다 경감되었지만 실빠짐이 발생하기 쉬워져서, 실의 해서성이 나쁜 패키지가 되었다. 제직성은 보빈으로부터의 해서성이 조금 나쁘기 때문에 줄무늬나 실 끊김이 발생하고, 품위가 좋지 않은 것이 되었다.
- [0159] 섬유 패키지가 드럼형에 가까운 편 형상의 실시예 10에서 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 섬유 패키지는 드럼형에 가깝기 때문인 것으로 생각되지만, 실시예 9보다 경감되었지만 실빠짐이 발생하기 쉬워져서, 실의 해서성이 조금 나쁜 패키지가 되었다. 제직성은 보빈으로부터의 해서성이 조금 나쁘기 때문에 줄무늬나 실 끊김이 발생하고, 품위가 좋지 않은 것이 되었다.
- [0160] 테이퍼각이 매우 작은 실시예 11에서 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 섬유 패키지는 권취 형상은 양호하지만, 테이퍼각이 낮기 때문에 충분한 권취량을 감을 수 없고, 고비용이 되어 생산 효율이 나빠졌다. 권취량이 적기 때문에 제직 시에는 보빈 전환에 의한 실의 이음매(knot)의 혼입이 발생하고, 작업효율의 저하를 초래했다.
- [0161] 능각이 매우 작은 실시예 12에서 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 섬유 패키지는 꼬인 실에 의한 줄이 권취 보빈의 표면 중앙부에 발생하고, 권취 중, 계속해서 발생했다. 이것에 의해, 외관불량이 되고, 해서성이 조금 나빠졌다. 이 때문에, 제직 시, 줄무늬나 실 끊김이 발생하고, 품위가 좋지 않은 것이 되었다.
- [0162] 능각이 큰 실시예 13에서 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 섬유 패키지는 테이퍼부에 경도의 실빠짐이 발생하고, 실의 해서성이 나쁜 패키지가 되었다. 이 때문에, 제직 시, 줄무늬나 실 끊김이 조금 발생하고, 품위가 좋지 않은 것이 되었다.
- [0163] 패키지의 권취 폭이 작은 실시예 14에서 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 섬유 패키지는 권취 형상은 양호하지만, 권취 폭이 낮기 때문에, 충분한 권취량을 감을 수 없고, 고비용이 되어 생산 효율이 나빠졌다. 권취량이 적기 때문에 제직 시에는 보빈 전환에 의한 실의 이음매(knot)의 혼입이 발생하고, 작업효율의 저하를 초래했다. 메쉬 성능은 양호한 것이었다.
- [0164] 패키지의 권취 폭이 큰 실시예 15에서 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 섬유 패키지는 권취 형상은 양호하지만, 최내층의 해서 시, 경사 당김이 발생하기 쉬워지고, 제직 후의 메쉬 직물에 줄무늬 발생하고, 품위가 나쁜 것이 되었다.
- [0165] 와인더로의 권취 장력이 높은 비교예 13에서 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 섬유 패키지는 권취 장력이 높은 것에 의해, 10% 모듈러스가 높아지고, 1kg 이상 권취한 시점에서, 와인더에 권취 조임이 발생하고, 섬유 패키지를 채취할 수 없었다. 추가로, 최내외층의 열 수축 응력비가 크게 붕괴되고, 품위가 나쁜 모노필라멘트가 되었다.
- [0166] 와인더로의 권취 장력이 낮은 비교예 14에서 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 섬유 패키지는 권취 장력이 낮은 것에 의해, 고데 롤(3)과 와인더 사이에서 실이 느슨해지고, 와인더에 권취하는 것이 어렵고, 섬유 패키지를 채취할 수 없었다.
- [0167] 사조로의 유지 부착율이 적은 비교예 15로부터 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 섬유 패키지는, 유지 부착율이 적기 때문, 고데 롤상의 실흔들림에 의한 실 끊김이 발생하고, 충분한량의 채취를 할 수 없었다.
- [0168] 사조로의 유지 부착율이 많은 실시예 16에서 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 섬유 패키지는 보빈에 권취된 사조가 미끄러지기 쉬워지기 때문에 테이퍼부에서 실이 떨어지는 실빠짐이 발생하고, 외관불량이 되었다. 또, 보빈의 해서성이 나쁘고, 제직에서, 줄무늬나 실 끊김, 스کم이 발생하고, 품위가 나쁜 것이 되었다.
- [0169] 이와 같이, 실시예 1, 3, 4, 6, 7에서 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트의 섬유 패키지는 권취 조임, 권

취량 부족, 꼬인 실, 실빠짐의 발생이 없고, 최내외층의 품질의 불균일성이 작고, 제직 시의 해서에서의 실 끊김도 없고, 제직에서의 경사 당김이나 해서에 의한 줄무늬, 바디 마모, 스کم, 실 끊김의 발생이 거의 없고, 강도를 겸비한 고품위의 것이 되었다. 수득된 가공 전 및 후의 메쉬 직물은 미끄러짐이나 경사 당김에 의한 줄무늬 등의 외관 이상 등이 거의 없는, 치수 안정성이 뛰어나고, 강도도 겸비하고 있기 때문에, 특히 고성능 필터 용도에 사용 가능한 고품위가 것이었다. 실시예 8~16에서 수득된 폴리페닐렌설파이드 모노필라멘트는 방사 조업성은 모두 「○」이고, 메쉬 성능은 「△」 혹은 「○」이었지만, 패키지 평가에서의 제직성이나 외관에서는 충분하다고는 말할 수 없었다.

도면

도면1

