

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl. ⁶ D01D 5/088 D01D 4/08		(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	1999년 12월 15일 10-0235427 1999년 09월 22일
(21) 출원번호 (22) 출원일자 번역문제출일자 (86) 국제출원번호 (86) 국제출원일자 (81) 지정국	10-1994-0701906 1994년 06월 04일 1994년 06월 04일 PCT/US 92/010283 1992년 12월 03일 EP 유럽특허 : 오스트리아 벨기에 스위스 및 리히텐슈타인 사이프러스 독일 덴마크 스페인 핀란드 프랑스 영국 그리스 아일랜드 이탈리아 룩셈부르크 모나코 네덜란드 포르투갈 스웨덴 국내특허 : 일본 대한민국	(65) 공개번호 (43) 공개일자 (87) 국제공개번호 (87) 국제공개일자	특 1994-0703460 1994년 10월 26일 WO 93/11285 1993년 06월 00일
(30) 우선권주장	7/804.146 1991년 12월 06일 미국(US) 7/845.334 1992년 03월 02일 미국(US)		
(73) 특허권자	이.아이, 듀우판드네모아앤드컴파니		
(72) 발명자	미합중국 19898 델라웨어주 월밍톤 마켓트 스트리트 1007 하베이 진 앤더슨 미합중국 노스캐롤라이나 28501 킨스톤 하디 로드 1611 제임스 빅터 하트조그 미합중국 노스캐롤라이나 28501 킨스톤 세브라 드라이브 1707 해롤드 로렌스 매닝 주니어 미합중국 노스캐롤라이나 27812 베텔 화이트허스트 스트리트 409 제임스 윌리엄 툴리버 미합중국 노스캐롤라이나 28501 킨스톤 오크랜드 드라이브 2816		
(74) 대리인	김영, 장수길		

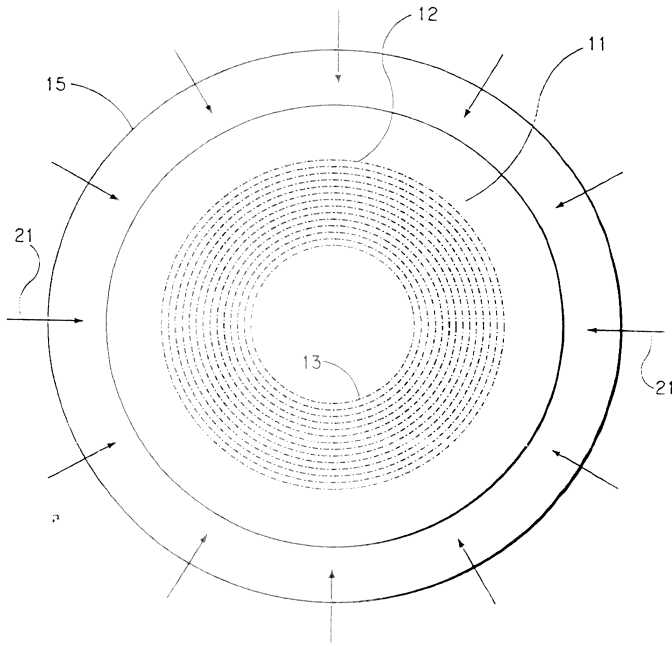
심사관 : 박화규

(54) 미세한 데니어 스테이플 섬유와 그의 제조방법 및 장치

요약

저 분자량의 중합체로부터, 용융 방사 필라멘트를 방사상으로 급냉시키기 위한 바람직한 장치를 사용하여, 높은 처리량 공정에 의해 개선된 균일성 및 탁월한 기계적 특성을 갖는 미세한 데니어 폴리에스테르 섬유를 수득할 수 있다.

대표도



명세서

[발명의 명칭]

미세한 데니어 스테이플 섬유와 그의 제조 방법 및 장치

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 미세한 데니어 폴리에스테르 스테이플 섬유와 이의 제조 방법 및 이를 위한 장치, 및 이들의 용도 및 이들의 전구체 및 차후공정(downstream) 제품에 관한 것이다.

최근에 이르기까지, 직물 및 의류를 제조하는 텍스타일 산업에 공급하기 위한, 천연 섬유에 좀더 부합하는 합성 섬유를 제조하려 해왔다. 그리하여 상업적인 합성 섬유는 전통적으로 천연 섬유의 성도에 가까운 성도 수준으로 제조되고 의류에 사용되어 왔다. 더욱 최근에는, 더 미세한 dpf(약 1 미만의 데니어/필라멘트)의 소위 "서브데니어(subdenier)" 폴리에스테르 필라멘트가 상업적으로 입수가능해졌지만, 이렇게 미세한 dpf로 절단한 섬유(스테이플 방적사용)의 성능 및 입수용이성은 제한되었다. 제한된 이유는 통상의 방사 및 취급 기법이 상기 서브데니어 스테이플을 경제적으로 생산하는데 부적합하기 때문이며, 그래서 상기 미세한 섬유들은 이성분 방사와 같은 경비가 많이 드는 공정 또는 범용 스테이플 섬유를 제조하는 데 경제적이지 못한 기타 저생산성 공정에 의해서 상업적으로 입수해 왔다. 상기 미세한 데니어를 제조하려고 다음과 같은 방법을 시도하였다 : (a) 사이드-바이-사이드 복합사를 스플리트(split)하기, (b) 해도 복합사에서 해(sea) 성분을 용해 제거하기, (c) 데니어를 감소시키기 위해 새로 압출한 미연신 필라멘트를 유동연신("수퍼연신")시킨 후, 넥(neck) 연신시키기, (d) 통상의 방사 및 연신 공정을 사용하기, 및 (e) 배향된 미세한 필라멘트를 수득하기 위해 고속 방사를 이용하기. 방법 (a)와 (b)는 특별한 방사 장치를 필요로 하고 매우 경비가 많이 든다. 방사 및/또는 연신 절단으로 인해 공정 (c) 및 (d)를 사용하여 서브데니어 필라멘트를 제조하기는 어려우며, 실제로 데니어 변동이 과도한다. 고속 방사법 (e)은 미세한 필라멘트를 생산하는데 사용할 수 있지만, 이 방법은 통상의 스플리트 저속 방사 및 연신 기법에 의해 제조한 섬유보다 더 낮은 인성, 및 더 낮은 영 모듈러스 및 더 높은 신장율의 섬유를 생산한다. 또한, 고속 방사는 많은 처리량의 스플리트 공정에 필수적인 단계인 높은 쉘 처리량 또는 피들링 공정, 즉 분리된 방사 및 연신 공정에 적합하지 않다. 더욱이, 낮은 방사 쉘 압출 속도는 스테이플 공정에서는 경제적이지 못하다.

본 발명은 통상의 스플리트 스테이플 공정의 기본 요소들을 이용하여, 높은 생산성으로 균일한 미세 섬유를 제조하는 방법에 관한 것이다(그리하여, 이 스테이플을 스테이플사 가공 시스템에 사용할 수 있다). 데니어/필라멘트(dpf)가 감소함에 따라, 중합체 균일성 및 공정 제어에 대한 필요성이 대단히 중요해지며, 고품질 필라멘트를 통상의 방사과정을 사용하여 통상의 dpf와 동일한 생산성 및 수율로 제조할 수 없다는 것이 용융 방사 분야에서 숙련된 당업자에게 알려져 있다. 통상의 방사기법에 의해 서브데니어 필라멘트를 제조하려는 시도는 방사 과정에서 필라멘트의 절단을 야기시켰다. 그리하여 압출되는 중합체의 양을 감소시키거나 또는 방사구당 필라멘트의 수를 증가시키는 것이 필요했다. 필라멘트의 수를 증가시키면, 필라멘트의 균일성이 악화되고 절단이 발생하였다. 필라멘트의 수를 증가시키지 않고 압출되는 양을 감소시키면, 보다 많은 수의 방사 쉘이 필요하며, 그리하여 공정은 경제적으로 덜 유리해졌다. 또한, 통상의 방사 방법은 방사하기 어려운 중합체, 예를 들면 낮은 점도의 중합체로부터 만족스러운 미세한 dpf 섬유를 생산하지 못했다. 따라서, 통상의 방사 기법으로부터 저점도 중합체의 미세한 데니어 섬유를 상업적으로 입수하지 못했다.

요약하면, 당업계에 개시된 선행의 폴리에스테르 필라멘트 제조 기법은 스테이플에 적합하지 못한 섬유나 또는 균일성이 불량한 섬유에 관한 것이었거나, 또는 사용된 제조 공정이 비용이 많이 들고/들거나 낮은 생산성을 가졌다.

본 발명의 목적은 높은 쉘 처리량으로 방사될 수 있고, 또한 균일한 서브데니어로 연신될 수 있으며, 경제적으로 유용한 방법에 의해 의류 용도에 적합한 스테이플로 전환될 수 있는 미세하고, 균일한 필라멘트를 제공하는 것이다. 또 다른 목적은 특수 의류 최종 용도에 적합한 저점도의 폴리에스테르 서브데니어 섬유를 제공하는 것이다.

본 발명의 하나의 태양에 따르면, 서브데니어 폴리에스테르 스테이플 섬유의 제조방법이 제공되는데, 이 방법은 약 9 내지 23 범위의 상대 점도(LRV)를 갖는 폴리에스테르 중합체를 횡단면적 약 1.8 내지 7.5 x 10⁻⁴ cm²의 방사 모세관을 통해 약 0.19 내지 약 0.35g/분, 바람직하게는 약 0.23 내지 약 0.33g/분 범위의 질량 흐름속도로 필라멘트로 용융 방사시키며(이때, 각각의 방사 쉘은 적어도 약 1600개의 상기 모세관을 함유한다), 방출 필라멘트를 이들이 급냉 챔버를 통과할 때 냉각 공기로 방사상으로 급냉시키고[이때, 공급되는 공기량의 분포 프로파일은 새로 압출된 필라멘트에 방사구 바로 아래의 제1 지대에서 냉각 공기를 제공하고, 이어서 제1 지대 아래의 또 다른 지대에서 증가된 양의 공기를 제공한 후, 필라멘트가 급냉 챔버를 나갈 때까지 공급 공기량을 감소시키도록 조절한다], 이로써 약 4 미만의 방사 데니어를 갖는 필라멘트를 약 650 내지 2000m/분의 인출 속도로 수거하고, 연신시키고 스테이플 섬유로 전환시킨다.

본 발명의 또 다른 태양에 따르면, 약 0.5 내지 약 1 dtex 범위의 미세한 데니어 및 약 CV 7.5%(변동 계수, coefficient of variation) 미만, 바람직하게는 약 CV 4% 미만의 필라멘트간 직경 균일성 및 약 9 내지 16의 상대 점도(LRV)(공기된 잇점으로 인해 몇몇 최종 용도의 경우 이 중 낮은 LRV가 바람직하다)의 폴리에스테르 중합체로 제조된, 면 또는 소모사 시스템에서 텍스타일 가공하기에 적합한 스테이플 섬유를 제공한다. 특히 유용한 서브데니어 직물을 약 9 내지 약 11.5LRV를 갖는 중합체로부터 본 발명에 따라 수득할 수 있다. 약 14의 LRV 역시 유리한 것으로 입증되었다.

본 발명의 또 다른 태양에 따르면, 방사구 용융된 중합체를 방사구에 통과시키는 수단, 방사구 바로 아래에 위치한 속이 빈 원통형 소공 재료로 된 내측 벽, 및 내측 벽을 둘러싸는 냉각 가스가 공급되어 필라멘트가 그를 통과하여 출구로 나가는 급냉 챔버를 형성하는 플리넘(plenum) 챔버를 포함하는 중합체를 용융 방사시키기 위한 장치에서, 챔버내의 필라멘트를 향한 내부로의 가스분포 패턴을 방사구 바로 아래의 제1 지대에서의 적지만 상당한 가스 흐름에서 제1 지대 아래에 위치한 제2 지대에서의 보다 큰 가스 흐름을 거치면서 증가했다가 다시 급냉 챔버의 출구까지 보다 적은 가스 흐름으로 감소하는 것으로 규정되는 프로파일로 변화시키는 개선점을 가진 장치가 제공되며, 이러한 개선은 기공도가 방사구 바로 아래의 상기 제1 지대의 제1의 낮은 기공도로부터 상기 제1 지대 아래에 위치한 상기 제2 지대의 보다 큰 기공도로 증가했다가 다시 급냉 챔버의 출구에서 제2 낮은 기공도로 감소하는 상기 속이 빈 소공 재료로 된 내측 벽을 형성함을 포함한다. 이것은 직경 및/또는 밀도가 상응하는 제1의 낮은 값으로부터 상기 더 낮은 위치에 있는 보다 큰 값을 거쳐 출구에서의 제2의 낮은 값으로 증가하는 구멍을 갖는 천공판으로부터 소공 재료로 된 내측 벽을 제조함으로써 편리하게 이루어진다.

따라서, 급냉 챔버 필라멘트가 전진함에 따라 공급되는 공기량의 프로파일은 점진적으로 증가한 후 감소하는 양을 보인다.

제1도는 급냉 분포 부재 및 바람직한 모세관 패턴을 갖는 방사구의 도식적인 평면도이다.

제2도는 바람직한 급냉 분포 챔버를 나타내는 단면 입면도이다.

제3도는 바람직한 공기 흐름 프로파일을 나타내는 급냉 챔버의 도식적인 입면도이다.

본 발명의 미세한 데니어 필라멘트를 제조하는데 사용되는 중합체는 적합한 선형 축합 폴리에스테르, 바람직하게는 폴리에틸렌 테레프탈레이트이다. 상기 중합체는 원하는 특성을 제공하기 위해 다른 디카르복실레이트 및/또는 디옥시 글리콜을 예컨대 15%까지, 또는 특정한 경우에는 그 이상 함유할 수 있다. 폴리에스테르 중합체는 양이온성 염료로 염색할 수 있도록 이온성 염료 부위, 예를 들면 5-소듐 술포이소프탈레이트, 또는 5-소듐이 다른 알칼리 금속 양이온으로 치환된 다른 유도체와 같은 금속 술포화 라디칼로 수식될 수 있다. 폴리에스테르 중합체는 일반적으로 약 9 내지 23 범위의 상대 점도(LRV), 240°C보다 높은 무전단(zero-shear) 용점 및 40°C 내지 80°C의 유리 전이 온도(여기서, 용점 및 유리 전이 온도는 20°C/분의 가열 속도에서 질소 가스하에 DSC(차동 주사열량계)에 의해 측정된 것임)를 갖는 것 중에서 선택하는 것이 일반적이다. 전술한 바와 같이, 보다 낮은 점도의 중합체를 본 발명에 따라 유리하게 미세한 데니어 필라멘트로 방사할 수 있다. 이것이 특수한 최종 용도에 바람직하다.

생성된 연신 및 절단 폴리에스테르 섬유는 약 1 내지 0.5 dtex 범위, 및 특히 약 0.6 내지 0.9 dtex/필라멘트의 섬도를 갖는 것이 바람직하다.

본 발명에 따른 장치 및 방법의 중요한 특징은 방사구 바로 아래에 가스 흐름을 제공하고, 새로 압출된 필라멘트가 가속됨에 따라 점증하는 양의 가스를 공급하는 것이 필요하다는 것이다. 따라서, 적지만 충분한 양의 급냉 가스를 방사구 바로 아래에 공급해야 한다. 이어서, 공급되는 가스량을, 필라멘트가 가속됨에 따라 먼저 최대량의 급냉 가스까지 점진적으로 증가시켜야만 하고, 이어서 급냉 챔버 아래로 가면서 감소시킨다. 이 과정은 방사구 아래의 급냉 시스템을 3개 이상의 지대로 나누고, 그에 따라 상기 지대에 공급되는 가스량을 조절함으로써 수행할 수 있다. 가스 흐름량은 새로 압출된 필라멘트를 둘러싸고 있으며 급냉 가스가 필라멘트와 만나기 전에 통과하는 급냉 스크린(들)에 있는 천공 또는 구멍의 크기 및/또는 밀도를 변화시키므로써 편리하게 조절할 수 있다. 이 방법은 본원에 참고로 인용한 브로아두스(Broadus) 등의 미합중국 특허 제4,712,988호에 개시된 기법과 유사하다. 그러나, 브로아두스의 장치와는 달라, 본 발명에 의하면 방사구 바로 아래 지대에 최대가스 흐름을 위치시켜서는 안된다.

편리하게는, 방사구 바로 아래로 적어도 0.25in 거리에 걸쳐있는 제1 지대에는 상기와 같은 적지만 충분한 양의 급냉 가스, 일반적으로 공기를 제공해야 한다. 급냉 챔버의 상반부에 가장 중요한 것 같다. 이상적으로는 아마도, 방사상의 급냉 스크린의 각각의 연속적인 천공열을 조절하여 변화를 제공할 수 있다.

그러나, 하기 실시예에 기재한 바와 같이, 본 출원인은 공기 흐름을 위한 천공의 양이 상이한 3개 이상의 지대를 사용함으로써 상당한 개선이 이루어짐을 보였다.

본 발명의 방법 및 장치를 첨부한 도면을 참조하여 설명하고자 한다.

이제 제1 및 2도를 참조하면, 예시 목적으로 선택한 실시태양은 다수의 필라멘트(32)가 그를 통해 압출된 후 포괄적으로 (14)로 표시한 속이 빈 원통형 급냉 챔버를 통해 통상의 회송 시스템의 일부를 구성하는 가이드(guide)(도시하지 않음)로 회송하는 방사구(11)를 포함한다. 속이 빈 급냉 챔버(14)는 방사구 바로 아래에 장착한다. 상기 챔버(14)에는 냉각용 가스(10)를 도입하기 위한 입구(20)를 갖는 하부 환상 챔버(18) 및 냉각 가스를 필라멘트(32) 부근의 내부 챔버(33) 내로 분배하기 위한 상부 환상 챔버(17)가 제공되어 있다. 챔버(18)와 (17)은 챔버(17)내로 들어오는 가스를 균일하게 분배하는 소공 분배판(16)에 의해 분리되어 있다. 챔버(17)의 내측 벽(15)은 원통형 소공 재료, 예를 들면, 필라멘트가 방사구(11)로부터 내측벽(15)의 출구 말단을 향해 진행됨에 따라 기공도를 상응하게 상이한 영역들을 제공하는 다양한 직경의 구멍(19)을 갖는 원통형 금속판과 공기 흐름을 확산시키는 발포제 덮개(30)로 제조된다.

작업시, 가스(10)는 입구(20)를 통해 챔버(18)로 유입된 후, 소공 분배판(16)을 통해 챔버(17)내로 들어간다. 이어서 가스는 내측 벽(15) 및 발포제 덮개(30)를 통과하여 제3도에 나타난 바와 같이 달라지는 양적 프로파일로 필라멘트와 접촉한다(제1 및 2도 참조)(여기서, 화살표(21), (22), (23) 및 (24)의 길이는 본 발명에 따른 상이한 영역에서의 속도에 상응한다).

따라서, 압출된 필라멘트는 브로아두스 등의 미합중국 특허 제4,712,988호와 약간 유사하지만, 방사구 다음의 방사 경로에 제1 지대(예를 들면, 약 1.4in의 거리)에서 적지만 충분한 공기 흐름을 제공한 후, 섬유 가속이 일어난 후에 따라 방사 경로의 다음 지대(예를 들면, 약 1.1in의 거리)에서 더 많은 양의 흐름을 제공하는 프로파일을 보여야 하는 공기 흐름(급냉)장치를 통과한다.

제2도는 방사구(11) 근처의 제1지대(21)에서 단위 면적당 구멍 밀도가 낮은 공기 전달 장치를 제공하고 또한 제2 지대(22)의 구멍 직경 및/또는 밀도를 증가시킴으로써 상기 공기 흐름 프로파일을 제공하는 하나의 장치를 나타낸다. 다른 방법으로는, 제1 지대의 구멍 직경을 감소시키거나 공기 흐름을 제한하도록 공급 챔버를 변형시켜 유사한 결과를 얻을 수 있다. 제2 지대(22)에 이어서, 방사구로부터의 거리가 멀어질수록, 각각 단위 면적당 더 적은 수의 구멍을 갖는 제3지대(23) 및 제4지대(24)를 제공한다. 따라서, 공급되는 공기의 분포 프로파일은 필라멘트가 방사구 바로 아래에서 가속됨에 따라 증가하는데, 이것은 서브데니어 스테이플용으로 다수의 미세한 필라멘트를 방사할 때 최적의 방사 가공성 및 필라멘트 균일성을 위해 중요한 것으로 밝혀졌다.

제3도는 제2도에 도시한 바와 같은 장치로 얻어지는, 방사 경로를 따른 공기흐름 프로파일을 나타낸다. 저속의 공기 흐름을 방사구 바로 아래 제1 지대(21)에 제공하여 약간의 냉각을 제공한다. 선행기술과 중요한 차이는 지연된 급냉이 실시예 1의 결과로부터 알 수 있듯이 바람직하지 않다는 것이다. 다른 한편, 본 발명자들은 상기 위치에서 너무 고속의 공기 흐름은 난류와 연관된 불안정성을 야기시킬 뿐 아니라, 트레드라인 장력을 증가시켜 방사 불연속을 야기시킬 수 있음을 발견하였다. 이러한 효과는 저데니어 필라멘트 방사시 매우 심각해질 수 있다. 이것이 브로아두스의 교지와와의 차이점이다. 필라멘트가 가속되는 지대, 즉 제2 지대(제3도 에서는 또한 (22)에서는, 가속 트레드라인의 수요에 부합하기 위해 고속의 공기 흐름을 필요로 한다. 이어서, 필라멘트가 급냉 챔버 아래쪽으로 전진하고, 이들의 가속이 정상 인출 속도를 달성할 때까지 감소함에 따라, 제2 및 제3도에서 각각 (23) 및 (24)로 나타난 제3 지대 및 제4 지대에서는 추가량의 공기가 점점 더 적게 요구될 공정을 사용하는 임계 방사 영역에서 제3도에 나타난 정도로 부합시키는 것이 유리한 것으로 입증되었다.

바람직한 태양으로는, 폴리에스테르를 중합체 용융 온도보다 20°C 내지 60°C 높은 온도로 용융 가열하고, 불활성 매질을 통해 여과하고, 약 0.19 내지 0.35 g/분, 바람직하게는 0.23 내지 0.33g/분 범위의 질량 흐름 속도(w)로 방사구 모세관을 통해 압출시킨다. 단위 면적당 방사 밀도가 높은 방사구(예를 들면, 제1도에 도시한 것)가 바람직하다. 제1도를 참조하면, 상기 방사구(11)는 14개의 원으로 배열된, 각각 직경 0.007in의 1952,개의 모세관을 함유할 수 있다. 원들은 직경 4.6in의 외부 원(12)과 직경 2.52in의 내부 원(13) 사이에 포함되어 있어, 평당 센티미터당 모세관 26개의 방사 밀도를 제공한다. 상기 밀도는 모세관이 위치하는 원형 영역위에서만 계산한다. 즉, 모세관이 위치하지 않은 중심 영역 또는 외부 지대는 계산하지 않는다. 모세관은 약 $1.8 \times 10^{-4} \text{cm}^2 (115 \text{mil}^2)$, 바람직하게는 $2 \times 10^{-4} \text{cm}^2$ 내지 $4.5 \times 10^{-4} \text{cm}^2$ 범위의 횡단면적 및 길이/직경비가 약 1.17 내지 5, 바람직하게는 1.2 내지 2의 범위가 되도록 하는 길이를 갖도록 선택한다. 모세관 형태는 둥근 모양일 수도 있고, 열편, 다중열편, 중공(다공극) 필라멘트를 제공하도록 하는 형태일 수 있다.

방사된 폴리에스테르 필라멘트(연신하기 전)는 전형적으로 약 4 미만, 예를 들면 약 1.25 만큼 작은, 일반적으로 약 3.8 이하의 dtex (또는 데니어/필라멘트)를 갖는 것이 전형적이다. 연신된 필라멘트 및 스테이플 섬유는 서브데니어이며, 바람직하게는 약 0.6 내지 약 0.9 dtex이다. 저정도 중합체의 상기와 같은 섬유가 직물 및 의복에서의 이들의 유리한 특성으로 인해 특히 바람직하지만, 이제까지는 경제적으로 생산하기 어려웠다.

급냉 지대를 나온 후, 회전 롤러와 같은 통상의 수단에 의해 필라멘트 다발에 윤활제를 바르고, 다중 방사 쉘에서 나온 필라멘트를 합치고, 바람직하게는 1200 내지 1800, 또는 심지어 1900 m/분의 속도로 수거된다. 여러 도프(doff)를 합하여 연신시키고, 열경화시키고, 통상의 폴리에스테르 공정을 사용하여 스테이플 길이로 절단하여, 표준 데니어 제품과 유사한 특성을 가진 0.6 내지 0.9 dtex, 또는 데니어/필라멘트의 바람직한 섬유를 수득한다. 생성된 제품을 통상의 장비 및 공정을 사용하여 스테이플 방적사 및 직물 또는 충전 제품으로 가공할 수 있다.

[시험과정]

[상대정도 (LRV)]

상대 정도(LRV)는 브로아두스의 미합중국 특허 제4,712,988호에 정의된 바와 같다.

[권축 수축(Crimp Takeup)]

권축된 로프를 125 mg/데니어 하중하에 신장시키고, 조이고 1 미터 길이로 절단한다. 절단 샘플링 수직으로 놓고, 길이를 측정한다. 하기 식으로부터 권축 수축을 계산하여, 신장된 길이 %로 표시한다.

$$\text{권축 수축} = \frac{L_e - L_r}{L_e} \times 100$$

상기에서, L_e 는 신장된 길이(100cm)이고, L_r 은 이완된 길이(즉, 하중이 제거될 때)이다.

[필라멘트간 직경 균일성]

필라멘트 다발을 35배 확대하여 횡단면 사진(또는 비디오 영상)을 준비한다. 각 필라멘트 횡단면의 직경을 2 방향으로 측정한다. 10개의 필라멘트에 대해 총 20회 측정한다. 상기 직경 측정치의 평균 및 표준편차를 사용하여 CV%를 계산한다. 이를 실시예 1의 표에서 "UNIF" (균일성) 열에 열거한다.

[필라멘트 강도-다발 방법]

로프 일부분을 125mg/데니어로 신장시키고, 약 175 데니어의 기지의 길이(10 in 보다 더 길다)의 다발(bundle)을 선택하여 로프로부터 제거한다. 각 다발의 데니어를 중량을 측정하여 결정한다. 각각의 샘플을 인스트론(Instron) 시험기에서 10 in 길이로 조이고, 크로스헤드를 6 in/분의 속도로 신장시킨다. 파단 강도 및 신장율을 적용된 하중 및 파단시 길이로부터 계산한다. 각 샘플에 대해 5번 측정하여 함께 평균한다. 달리 언급하지 않으면, 본 명세서에서 모든 섬유 강도 데이터는 다발 방법을 통해 취득한다.

[강도-단일 필라멘트 방법]

공지된 수의 필라멘트를 갖는 로프 샘플의 데니어를 로프를 125mg/데니어로 신장시키고, 1 미터 길이의 중량을 측정하므로써 측정한다. 개별적인 필라멘트 데니어는 총 데니어 및 필라멘트의 수로부터 계산한다. 상기 평균 데니어를 단일 필라멘트 데니어로 취한다. 13in 길이의 단일 필라멘트를 선택하여 로프 샘플로부터 주의해서 제거한다. 각각의 필라멘트를 인스트론 시험기에서 10in 길이로 조이고, 6in/분의 크로스헤드 속도로 신장시킨다. 파단 강도를 평균 데니어를 사용하여 계산한다. 파단시 길이 신장%를 신장율로 취한다. 각각의 샘플에 대해 10번을 측정하여 함께 평균한다.

본 발명을 하기 실시예에 의해 더욱 상세히 예시한다.

[실시예 1]

용융된 중합체가 기어 펌프에 의해 여과기 및 방사구 팩이 장착된 방사 블록으로 공급되는 통상의 용융 유닛을 사용하여, 20.4 LRV(약 0.64 IV, 고유 정도)의 표준 폴리에틸렌 테레프탈레이트 중합체로부터 상이한 조건하에서 여러 세트의 필라멘트를 방사했다. 방사 조건(특히 급냉)의 변화를 방사 작업능(즉, 방사 연속성이 만족스러운지 또는 예를 들면 드립(drips)에 의한 빈번한 중단에 의해 작업할 수 없는지를 나타냄) 및 방사 데니어 및 방사 필라멘트의 균일성과 함께 하기 표에 요약한다. 중합체를 제1도에 나타낸 바와 같이 배열된 1952개의 모세관(5.5 in 직경을 갖는 방사 썰에서 각각의 모세관은 0.007in의 직경 및 0.009in의 길이를 갖는다)을 함유하는 방사구(26 모세관/cm²의 밀도를 갖는다)를 통해 290°C에서 방사했다. 모세관당 처리량(표에서는 TP/CAP)은 총방사 썰 처리량(TP/썰)이 60 내지 80 lbs/시간으로 변함에 따라 0.232에서 0.31(g/모세관/분)로 변화했다.

사용된 급냉 장치에는 표에서 다음과 같이 언급하는 여러 공기흐름 전달 또는 분배 시스템을 포함시켰다: "일정"은 유사한 크기의 천공이 품목 A, B 및 C에서 나타낸 바와 같이 지연된 급냉 이후에, 소공 분배 실린더에 제공되었음을 나타낸다. "구배"는 품목 D의 경우 실린더의 기공도가 점진적으로 감소함에 따라 브로아두스에 기재된 바와 같이 공기 흐름이 점진적으로 감소함을 나타낸다. "프로파일"은 제2 및 3도에 나타낸 바와 같이 방사구 바로 아래의 1.4in(제1지대)에서 중간 정도의 공기 흐름을 제공한 후, 냉각 지대를 따라 1.5 내지 2.5in에 위치한 다음(제2 지대)에서 최고의 공기 흐름을 제공하고, 이어서 방사구에서 각각 2.5 내지 4.6in, 및 4.6 내지 6.5in 밑에 위치한 이어지는 제3 지대 및 제4 지대에서 흐름이 점진적으로 감소하도록 구멍 크기를 프로파일을 나타낸다.

공급되는 공기의 총량은 공기 압력(물 in로 나타냄)으로 나타낸다.

필라멘트 다발(말단)이 냉각 지대를 나온 후 회전 롤러를 사용하여 윤활제를 필라멘트 다발에 바른다. 방사 말단을 합하여, 1600 내지 1900 야드/분야를 가변적인 인출 속도로 수집한다. 그 결과를 하기 표에 나타낸다.

제1 품목(A-E) 모두가 20.4 LRV의 중합체를 사용했음을 주목한다. 그 중에서 품목 A-D는 대조용이며, 품목 E만이 본 발명에 따른 것이다. 일정 시스템 또는 구배 시스템(품목 A-D)중 어느것도 만족스러운 공정 또는 제품으로 적절한 작업성 또는 섬유 균일성을 제공하지 못했다. 다른 한편, 본 발명의 방법에 따른 프로파일 시스템은 20.4 LRV의 중합체를 사용하여, 만족스러운 작업성 및 개선된 필라멘트 직경 균일성(품목 E)를 제공했다.

그런, 유사한 프로파일 공기 시스템을 저정도 폴리에스테르(품목 F-L)에 적용할 때, 0.31g/분의 더 많은 처리량/모세관을 사용한 품목 I, J, 및 K에서만 만족스러운 제품 및 방법을 얻었다. 상기 조건하에서 방사된 섬유는 연신, 열경화시켜 최종 0.8의 데니어/필라멘트만을 얻을 수 있었다(반면, 더 작은 데니어도 또한 바람직할 것이다). 품목 L-N은 방사하기 어려운 10 LRV의 폴리에스테르를 사용하여 만족스러운 방사 성능 및 섬유 균일성을 얻기 위해, 특히 이들 품목에 표시된 바와 같이 낮은 방사 데니어를 얻기 위해서는 프로파일된 흐름을 사용할 때에도 총 공기 공급량을 필라멘트의 가속에 부합시킬 필요가 있음을 보여준다. 품목 O-U는 프로파일된 공기 흐름 시스템을 사용하고, 예를 들면 백 드래프트(back draft)를 피하기 위해 총 공기 흐름(공급 압력)을 총 필라멘트 다발의 필요량에 부합시킬 때 그러한 부합된 공기 프

로파일에 적합한 처리량 및 방사 속도 범위가 증가됨을 확인시킨다. 이러한 사실은 데니어가 감소하고 방사 밀도가 증가함에 따라 점점 더 중요하다.

[실시에 2]

상대 점도(LRV) 20.4의 폴리에틸렌 테레프탈레이트를 용융 방사하여, 1656 야드/분에서 실시에 1에 나타낸 바와 본질적으로 같게 본 발명에 따라 수집했다. 냉각 공기를 방사구 아래의 처음 1.4in 지대에서 적당한 흐름으로, 그 다음 이어지는 1.1 in에서 더 많은 공기흐름으로 제공하는 프로파일된 공기 흐름 어셈블리를 압력이 물 0.8in인 공기 챔버로부터 공급한다. 방사된 다발의 복수 말단을 통상의 폴리에스테르 연신기상에서 연신하고, 스테퍼 박스 권축기로 권축가공하고, 130℃에서 8분동안 열경화시키고, 1.5in 길이로 절단하여 면사 제조 시스템에 의해 가공하기 적합한 서브데니어 스테이플 섬유를 얻는다.

	품목 1	품목 2
방사 쉘 처리량, lbs/시간	60.6	70.0
방사구 구멍 밀도, #/cm ²	26	26
모세관 처리량, gm/분	0.24	0.27
방사데니어/필라멘트	1.40	1.62
방사 용이성	우수	우수
합함 말단수	721	555
연신비	2.25	2.35
연신 온도, °C	95	95
연신 속도, 야드/분	250	250
오븐온도, °C	130	130
데니어/필라멘트	0.66	0.79
인성, g/데니어	3.4	3.4
신장율, %	22.7	26.2
10% 신장시 모듈러스	1.2	1.3
권축/in	14.3	14.8
권축 수축	29.0	29.0

[실시에 3]

폴리에틸렌 테레프탈레이트를 2%의 소동-3,5-디카르보메톡시벤젠 설포네이트로 개질시켜 13.2 LRV의 점도를 갖는 중합체를 수득한다. 생성된 중합체를 실시에 1 및 2에서와 본질적으로 동일하나, 다만 280℃의 온도에서, 70 lbs/시간의 처리량 및 1700 야드/분의 방사 속도에서 방사한다. 사용된 냉각 시스템은 상기 언급한 프로파일된 시스템이었다. 방사 말단을 관상에서 수집하고, 통상의 폴리에스테르 연신 어셈블리로 도입하기 위해 40개의 관을 조합했다. 양이온성 염색성, 우수한 방사 용이성 및 탁월한 물성을 갖는 0.85 데니어/필라멘트의 서브데니어 섬유를 수득한다. 물성 및 공정 조건을 하기에 나타낸다.

방사 데니어/ 필라멘트	1.57
방사 필라멘트 균일성, %	9.15
연신비	2.63
연신 속도, 야드/분	79
데니어/필라멘트	0.85
*인성, g/데니어	2.84
*신장율, %	36.5
권축/in	16
권축 수축	30.1

* 10 in의 단일 필라멘트 방법

[실시에 4]

용융 점도를 증가시키기 위해 0.15 중량%의 테트라에틸실리케이트로 개질시킨 폴리에틸렌 테레프탈레이트를 본 발명에 따라 프로파일된 공기 흐름을 사용하여, 실시에 1과 본질적으로 동일하게 방사했다. 280℃의 온도, 0.283g/분의 모세관당 처리량, 및 73 lbs/시간의 총 방사 쉘 처리량으로 14 LRV의 중합체를 방사하여, 1500 야드/분으로 수집한다. 방사 수득물을 2.79 X 연신비로 연신하고, 일정한 길이로 유지하면서, 165℃에서 6.8초동안 가열하고, 윤활제를 가하고, 70℃에서 8분 동안 건조시켰다. 생성된 로프를 1.5 in 길이의 스테이플로 절단하고, 면 시스템 가공 장치에서 가공하여, 낮은 필링의 유연한 바람직한 직물을 생산할 수 있다. 수득된 섬유 특성은 다음과 같다.

방사 데니어/필라멘트	1.86
데니어/필라멘트	0.70
인성, g/데니어	3.2
신장율, %	10.8
10% 신장시 인성	3.2
권축/in	12.2
권축 수축	23

[실시예 5]

용융 정도를 증가시키기 위해 0.33 중량%의 테트라에틸 실리케이트를 첨가하여, 통상의 에스테르 교환 및 증축합 반응으로 저분자량 폴리에틸렌 테레프탈레이트(10.0 LRV)를 제조하여, 실시예 4와 본질적으로 동일하게 방사시켰다. 필라멘트를 통상의 알레 감개를 사용하여 1380 야드/분의 속도로 패키지로 감았다. 상기 필라멘트의 다발을 함께 수집하여, 연신시키고, 권축가공하고, 열경화시켜 약 66,000 데니어의 토우를 형성한다. 토우의 17개 말단을 4.54의 총 드레프트로 설정한 세이델(Seydel) 677 연신-절단 전환기로 공급했다. 생성된 슬라이버(slayer)는 소모사 시스템에서 가공하기 적합한, 3.7 in의 평균 섬유 길이를 가졌다. 연신-절단된 슬라이버의 섬유 특징은 다음과 같이 측정되었다 (단쇄 섬유로 변형함):

데니어/필라멘트	0.71
인성, g/데니어	3.30
신장율, %	11.1

[실시예 6]

0.33 중량%의 테트라에틸실리케이트를 함유하는 폴리에틸렌 테레프탈레이트를 10 LRV로 제조하여, 0.27 g/모세관/분의 모세관 처리량에서, 실시예 4와 본질적으로 동일하게 용융 방사하여 1.78의 방사 데니어/필라멘트를 수득한다. 16개의 방사 쉘로부터의 말단을 합하여, 통상의 컨테이너에 1500 야드/분으로 수집한다. 크릴(creeel) 함유 다중 관을 통상의 폴리에스테르연신기에 공급하여 900,000 데니어 로프를 생산한다. 2.88X로 연산시킨 후, 윤활제를 바르고, 생성된 로프를 130°C에서 열 경화하여 구조를 안정화시킨다. 로프를 면 길이 (1.5 in)로 절단하여 면사 방적 장치에 가공하여 뛰어난 유연성, 드레이프성 및 필링 특성을 갖는 실 및 직물을 생산한다. 공정 조건 및 생성물 특성은 다음과 같다.

LRV	10.0
처리량/쉘, lbs/시간	70
방사 속도, 야드/분	1500
방사 데니어	1.78
방사 실 균일성, %CV	4.19
연신비	2.88
데니어/필라멘트	0.66
인성, g/데니어	3.1
신장율, %	21.9
10% 신장시 인성	1.8
CPI	10.4
권축 수축, %	27.0

[실시예 7]

20 LRV의 폴리에틸렌 테레프탈레이트를 제조하여, 59.3 lbs/시간의 방사 쉘 처리량을 위해 0.23 g/모세관/분의 모세관당 처리량으로 실시예 1에 나타난 바와 본질적으로 동일하게 방사한다. 방사구 아래의 적은 공기 흐름에 이어서 후속 냉각지대에서 더 많은 양의 공기 흐름을 사용하여 실을 냉각시킨다. 수산화나트륨 1.6%를 함유하는 윤활제를 섬유 다발에 바르고 생성된 섬유 다발을 700 야드/분으로 열레상에서 수집하여 3.24의 방사 데니어/필라멘트를 수득한다. 60개의 알레를 98°C의 수조에 공급하여 거기에서 이들을 배향시키지 않고 먼저 4.39X로 신장한 후, 40°C의 온도에서 먼저 2.68X로 연신시킨 후, 98°C에서 1.18X로 최종 연신시킨다. 일정 길이로 유지시키면서, 섬유 다발을 5.1초간 175°C로 가열한다. 물성은 다음과 같다:

데니어/필라멘트	0.25
*인성, g/데니어	3.20
*신장율, %	19.7
*10% 신장시 인성	2.4

*10 in 단일 필라멘트 방법

유사한 방식으로, 원한다면, 페이스(Pace)의 미합중국 특허 제2,578,899호에 개시된 바와 같이 본 발명의 임의의 필라멘트의 데니어를 감소시킬 수 있고 ("수퍼-연신"으로 부름), 모스트(Most)의 미합중국 특허 제4,444,710호에 개시된 것에 의해 속이 빈 필라멘트의 공급 함량을 증가시키는 것도 가능하다.

본 발명에 따라 수득한 미세한 데니어 스테이플 섬유 이외에도, 전구체 필라멘트 토우, 슬라이버 및 기타 전구체 필라멘트 제품 역시 의류 또는 직물 형태, 또는 경우에 따라 충전물 및 충전된 제품 형태의 차후 공정 제품과 마찬가지로 본 발명에 포함된다.

[표 1]

품목	LRV	급냉 지연	구멍 크기	공기 공급량 물 in	TP/CAP g/분	속도 YPM	방사 데니어	균일성 %CV	방사 작업능
A	20.4	2.4	일정	1.8	0.248	1900	1.36	61.0	작업불가능
B	20.4	1.4	일정	1.8	0.248	1900	1.36	40.8	작업불가능
C	20.4	0	일정	1.8	0.248	1900	1.32	30.0	작업불가능
D	20.4	1	구배	1.2	0.248	1900	1.31	47.5	작업불가능
E	20.4	0	프로파일	1.2	0.248	1900	1.33	9.7	만족스러움
F	10.0	0	프로파일	1.2	0.271	1600	1.67	-	드립
G	10.0	0	프로파일	1.2	0.271	1700	1.57	-	드립
H	10.0	0	프로파일	1.2	0.271	1800	1.48	-	작업불가능
I	10.0	0	프로파일	1.2	0.310	1600	1.91	-	작업 가능
J	10.0	0	프로파일	1.2	0.310	1700	1.8	-	작업 가능
K	10.0	0	프로파일	1.2	0.310	1800	1.7	-	작업 가능
L	10.0	0	프로파일	1.2	0.232	1800	1.27	-	작업불가능
M	10.0	0	프로파일	0.8	0.232	1800	1.27	-	만족스러움
N	10.0	0	프로파일	0.5	0.232	1800	1.27	-	불안정
O	10.0	0	프로파일	0.8	0.310	1800	1.72	5.5	만족스러움
P	10.0	0	프로파일	0.8	0.310	1700	1.84	4.7	만족스러움
Q	10.0	0	프로파일	0.8	0.310	1600	1.98	3.9	만족스러움
R	10.0	0	프로파일	0.8	0.271	1800	1.57	6.7	만족스러움
S	10.0	0	프로파일	0.8	0.271	1700	1.59	4.2	만족스러움
T	10.0	0	프로파일	0.8	0.271	1600	1.72	5	만족스러움
U	10.0	0	프로파일	0.8	0.232	1800	1.49	4.6	만족스러움

(57) 청구의 범위

청구항 1

상대 점도(LRV)가 9 내지 23 범위인 폴리에스테르 중합체를 횡단면적이 1.8 내지 $7.5 \times 10^{-4} \text{cm}^2$ 인 방사 모세관을 통해 0.19 내지 0.35g/분 범위의 질량 흐름 속도로 필라멘트로 용융 방사시키며 [이때, 각각의 방사 쉘은 1600 개 이상의 상기 모세관을 함유한다], 방출 필라멘트를 이들이 급냉 챔버를 통과할 때 냉각 공기로 방사상으로 급냉시키는 서브데니어(subdenier) 폴리에스테르 스테이플 섬유의 제조 방법에 있어서, 공급되는 공기량의 분포 프로파일이 새로 압출된 필라멘트에 방사구 바로 아래의 제1 지대에서 냉각 공기를 제공하고, 이어서, 제1 지대 아래의 또 다른 지대에서 증가된 양의 공기를 제공한 후 필라멘트가 급냉 챔버를 나갈 때까지 공급되는 공기량을 감소시키도록 조절함으로써 4 미만의 방사 데니어를 갖는 필라멘트를 650 내지 2000m/분 의 인출 속도로 수거하고, 연신시키고, 스테이플 섬유로 전환시키는 것을 특징으로 하는 서브 데니어 폴리에스테르 스테이플 섬유의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 필라멘트를 21 방사 모세관/ cm^2 이상의 방사 밀도로 방사하는 방법.

청구항 3

데니어가 0.5 내지 1 dtex 범위로 미세하고, 필라멘트간 직경 균일성이 CV(변동 계수) 7.5% 미만이며, 상대 점도(LRV)가 9 내지 16 인 폴리에스테르 중합체로 제조한 스테이플 섬유.

청구항 4

제3항에 있어서, 상기 필라멘트간 직경 균일성이 CV 4% 미만인 스테이플 섬유.

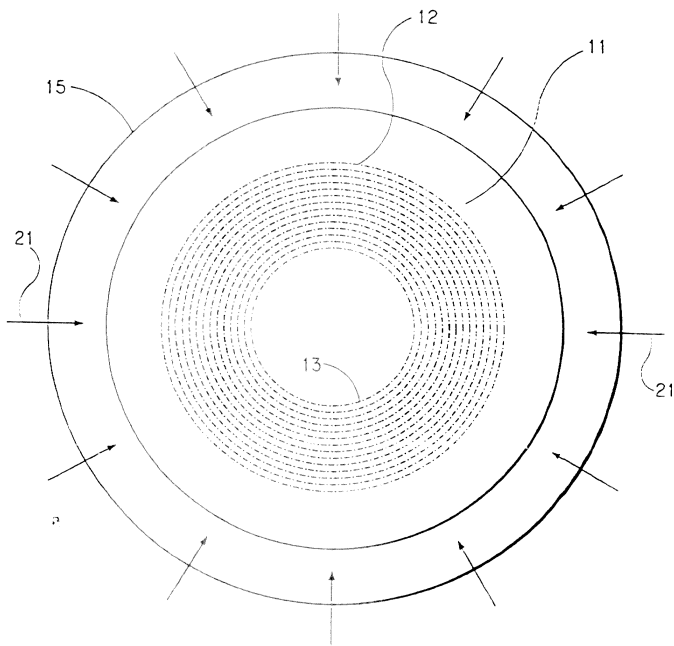
청구항 5

방사구(11), 용융된 중합체를 방사구에 통과시키는 수단, 방사구 바로 아래에 위치한 속이 빈 원통형 소공 재료로 된 내측 벽(15), 및 내측 벽을 둘러싸는 가스(10) 흐름이 공급되어 필라멘트(32)가 그를 통하여 출구로 나가는 급냉 챔버(33)를 형성하는 플리넘(plenum) 챔버(17)를 포함하는 중합체를 용융 방사시키기 위한 장치에 있어서, 기공도가 방사구 바로 아래의 제1 지대(21)의 제1의 낮은 기공도로부터, 상기 제1 지대 아래의 더 낮은 위치에 있는 상기 제2 지대(22)의 보다 큰 기공도로 증가했다가 다시 급냉 챔버의 출구 앞에서 제2의 낮은 기공도로 감소 하는 상기 속이 빈 소공 재료로 된 내측 벽을 형성함으로써, 방사구 바로 아래의 제1 지대(21)에서의 적지만 상당한 가스 흐름에서 제1 지대(21) 아래에 위치한 제2 지대(22)에서의 더 큰 가스 흐름을 거치면서 증가했다가 다시 급냉 챔버의 출구까지 보다 적은 가스 흐름으로 감소하도록 챔버내 필라멘트를 향한 내부로의 방사상 가스 분포 패턴을 수직으로 프로파일함을 특징

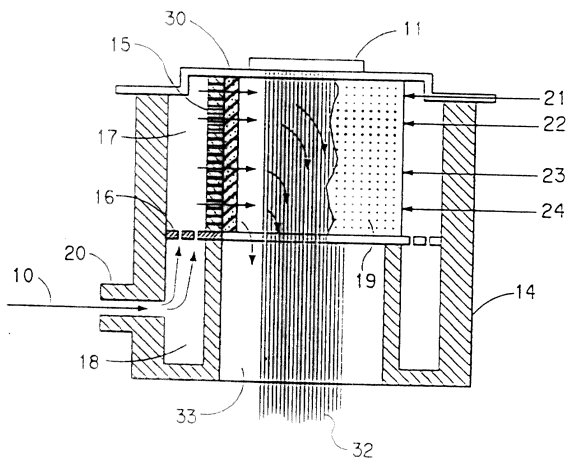
으로 하는, 중합체를 용융 방사시키는 장치.

도면

도면1



도면2



도면3

