



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2011년05월19일  
(11) 등록번호 10-1036077  
(24) 등록일자 2011년05월13일

(51) Int. Cl.  
C08G 18/48 (2006.01) C08G 18/10 (2006.01)  
C08G 18/76 (2006.01)  
(21) 출원번호 10-2005-7005686  
(22) 출원일자(국제출원일자) 2003년10월03일  
심사청구일자 2008년09월03일  
(85) 번역문제출일자 2005년04월01일  
(65) 공개번호 10-2005-0055740  
(43) 공개일자 2005년06월13일  
(86) 국제출원번호 PCT/US2003/031555  
(87) 국제공개번호 WO 2004/033514  
국제공개일자 2004년04월22일  
(30) 우선권주장  
10/264,742 2002년10월04일 미국(US)  
(56) 선행기술조사문헌  
KR1019970007430 B1\*  
KR1020020067539 A\*  
\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자  
인비스타 테크놀로지스 에스.에이.알.엘  
스위스 세인트 갈렌 9000, 페스탈로찌스트라세 2,  
쾰바이그니데르라쑹 세인트 갈렌  
(72) 발명자  
리우, 홍  
미국 22980 버지니아주 웨인스보로 쉐넬 드라이브  
213  
왈드바우어, 로버트, 오., 주니어  
미국 22980 버지니아주 웨인스보로 싸넬 데이비즈  
레인 1109  
요더, 그레고리, 엘.  
미국 22911 버지니아주 샬로츠빌 클리어 스프링스  
코트 3070  
(74) 대리인  
장수길, 김영

전체 청구항 수 : 총 10 항

심사관 : 김은정

(54) 사슬 연장제로서 에틸렌 디아민/1,2-디아미노프로판을사용한 스판텍스 섬유 및 그의 제조 방법

(57) 요약

본 발명은 개선된 이력을 갖는 스판텍스 및 이러한 스판텍스를 제조하는 방법을 제공한다. 본 발명의 스판텍스는

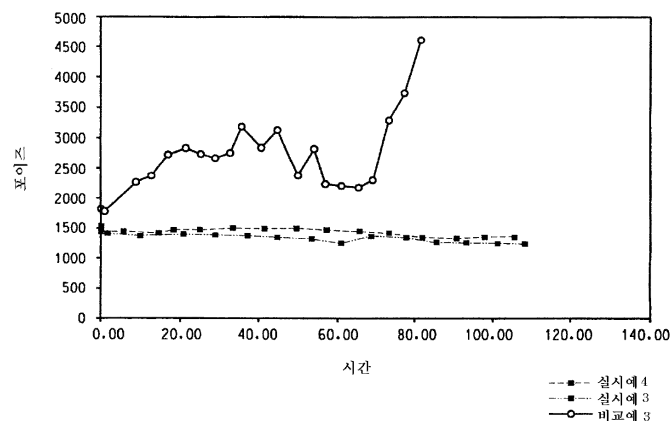
(a) 폴리(테트라메틸렌 에테르)글리콜,

(b) 1-이소시아네이트-4-[(4-이소시아네이트페닐)메틸]벤젠(여기서, 디이소시아네이트 대 글리콜의 몰비율은 약 1.52 내지 약 2.04임), 및

(c) 약 35 내지 약 55 몰%의 에틸렌 디아민 및 약 45 내지 약 65 몰%의 1,2-프로판디아민을 포함하는 사슬 연장제의 혼합물

의 폴리우레탄요소 반응 생성물을 포함한다.

대표도



## 특허청구의 범위

### 청구항 1

- (a) 폴리(테트라메틸렌 에테르)글리콜,
  - (b) 1-이소시아네이트-4-[(4-이소시아네이트페닐)메틸]벤젠(여기서, 디이소시아네이트 대 글리콜의 몰비율은 1.52 내지 2.04임), 및
  - (c) 35 내지 55 몰%의 에틸렌 디아민 및 45 내지 65 몰%의 1,2-프로판디아민을 포함하는 사슬 연장제의 혼합물
- 의 폴리우레탄요소 반응 생성물을 포함하는 스판텍스.

### 청구항 2

제1항에 있어서, 폴리(테트라메틸렌 에테르)글리콜의 수 평균 분자량이 1600 돌턴 내지 2500 돌턴이고, 상기 폴리(테트라메틸렌 에테르)글리콜이 수 평균 분자량이 250 돌턴 미만인 디올을 5 몰% 미만으로 함유하는 스판텍스.

### 청구항 3

제1항에 있어서, 사슬 연장제의 혼합물이 40 내지 50 몰%의 에틸렌 디아민 및 50 내지 60 몰%의 1,2-프로판디아민을 포함하는 스판텍스.

### 청구항 4

제1항에 있어서, 사슬 연장제의 혼합물이 1종 이상의 1차 아민 사슬 종결제를 더 포함하는 스판텍스.

### 청구항 5

- a) 폴리(테트라메틸렌 에테르)글리콜을 제공하는 단계,
  - b) 1-이소시아네이트-4-[(4-이소시아네이트페닐)메틸]벤젠을 제공하는 단계,
  - c) 폴리(테트라메틸렌 에테르)글리콜 및 1-이소시아네이트-4-[(4-이소시아네이트페닐)메틸]벤젠을 접촉시켜 캡핑된 글리콜을 형성하는 단계(여기서, 이소시아네이트 부분은 캡핑된 글리콜의 중량을 기준으로 2.2 내지 2.9 중량%임),
  - d) 용매를 제공하는 단계,
  - e) 용매 및 캡핑된 글리콜을 혼합하여 캡핑된 글리콜 용액을 형성하는 단계,
  - f) 캡핑된 글리콜 용액, 및 35 몰% 내지 55 몰%의 에틸렌 디아민 및 45 몰% 내지 65 몰%의 1,2-프로판디아민을 포함하는 사슬 연장제의 혼합물을 접촉시켜, 폴리우레탄요소 용액을 형성하는 단계, 및
  - g) 폴리우레탄요소 용액을 방사하여 스판텍스를 형성하는 단계
- 를 포함하는 스판텍스의 제조 방법.

### 청구항 6

제5항에 있어서, 단계 c) 및 f)가 회분식 단계로서 수행되고, 상기 폴리우레탄요소 용액의 낙구 점도가 1000 내지 4000 포이즈인 방법.

### 청구항 7

제5항에 있어서, 용매가 디메틸포름아미드이고, 폴리(테트라메틸렌 에테르)글리콜이 수 평균 분자량이 250 돌턴 미만인 디올을 5 몰% 미만으로 함유하는 것인 방법.

### 청구항 8

제5항에 있어서, 사슬 연장제의 혼합물이 40 몰% 이상 50 몰% 이하의 에틸렌 디아민, 50 몰% 이상 60 몰% 이하의 1,2-프로판디아민을 포함하는 것인 방법.

#### 청구항 9

제5항에 있어서, 단계 f)의 사슬 연장제의 혼합물이 1종 이상의 1차 아민 사슬 종결제를 더 포함하는 방법.

#### 청구항 10

제4항의 스판텍스를 포함하는 직물.

### 명세서

#### 기술분야

[0001] 본 발명은 특수한 조성물을 포함하는 스판텍스, 특히 디아민 사슬 연장제의 특수한 조합으로 제조된 폴리우레탄 요소 스판텍스에 관한 것이다.

#### 배경기술

[0002] 폴리우레탄요소 스판텍스에 대한 다양한 조성물이 예를 들어 미국 특허 US5981686, US6403216 및 US5000899, 및 일본 특허 출원 JP03-279415 및 JP58-194915에 개시되어 있다. 그러나, 이러한 조성물은 높은 이력(hysteresis)을 가질 수 있고, 불안정한 용액을 형성할 수 있다.

[0003] 폴리우레탄요소 스판텍스에 대한 개선된 조성물이 여전히 요구되고 있다.

[0004] <발명의 요약>

[0005] 본 발명은 폴리(테트라메틸렌 에테르)글리콜, 1-이소시아네이트-4-[(4-이소시아네이트페닐)메틸]벤젠(여기서, 디이소시아네이트 대 글리콜의 몰비율은 약 1.52 이상, 약 2.04 이하임), 및 약 35 몰% 내지 약 55 몰%의 에틸렌 디아민 및 약 45 몰% 내지 약 65 몰%의 1,2-프로판디아민을 포함하는 사슬 연장제의 혼합물의 폴리우레탄요소 반응 생성물을 포함하는 스판텍스를 제공한다.

[0006] 또한 본 발명은 이러한 스판텍스를 제조하는 방법을 제공한다.

#### 발명의 상세한 설명

[0008] 폴리우레탄요소의 특수한 조성물을 포함하는 스판텍스가 예기치 않게 낮은 이력을 갖고, 상기 폴리우레탄요소가 예기치 않게 좋은 용액 점도 안정성을 갖는다는 것이 이제야 발견되었다. 본원에서 사용된 "이력"이라는 용어는 부하력 및 비부하력 간의 차이를 뜻한다. 상기 스판텍스는 직물, 편물 및 부직물에 사용될 수 있고, 예를 들어 기저귀와 같은 개인 위생 용품에 신축성 및 회복성을 제공할 수 있다.

[0009] 본원에서 사용된 스판텍스는, 섬유를 형성하는 물질이 분절된 폴리우레탄 85 중량% 이상을 포함하는 장쇄 합성 중합체인 제조된 섬유를 뜻한다.

[0010] 본 발명의 스판텍스는 폴리(테트라메틸렌 에테르)글리콜, 1-이소시아네이트-4-[(4-이소시아네이트페닐)메틸]벤젠, 및 약 35 내지 55 몰%의 에틸렌 디아민 및 약 45 내지 65 몰%의 1,2-프로판디아민, 통상적으로 약 40 내지 50 몰%의 에틸렌 디아민 및 약 50 내지 60 몰%의 1,2-프로판디아민을 포함하는 사슬 연장제의 혼합물의 폴리우레탄요소 반응 생성물을 포함한다. 디이소시아네이트 대 중합체 글리콜의 몰비율("캐핑 비율")은 약 1.52 내지 2.04일 수 있다. 1,2-프로판디아민 함량 및(또는) 디이소시아네이트 대 글리콜의 비율이 보다 높을 때, 부하력 및 이력이 바람직하지 않게 증가될 수 있다. 1,2-프로판디아민 함량이 너무 낮은 경우, 상기 폴리우레탄요소 용액의 점도 안정성이 저해될 수 있다.

[0011] 폴리(테트라메틸렌 에테르)글리콜의 수 평균 분자량은 약 1600 내지 2500 돌턴일 수 있다. 글리콜은 캐핑 단계 이전에 첨가될 수 있는 산, 산-생성 화합물 또는 촉매를 함유할 수 있고, 예를 들어 인산 에스테르, 인산, 벤젠술폰산, p-톨루엔술폰산, 황산, 주석 옥토에이트, 알킬 티타네이트 등을 중합체 글리콜의 중량을 기준으로 10 내지 100 ppm 함유할 수 있다. 중합체 글리콜이 약 250 돌턴 미만의 낮은 분자량을 갖는 디올, 예를 들어 부탄디올, 헥산디올, 1,4-시클로헥산디메탄올 등을 포함할 필요는 없으며, 중합체 글리콜은 상기 디올을 실질적으로 함유하지 않을 수 있고, 이는 상기 디올이 약 5 몰% 미만으로 존재할 수 있음을 의미한다.

- [0012] 폴리우레탄요소의 분자량을 제어하기 위해서, 1종 이상의 단관능성 사슬 종결제, 예를 들어 디에틸아민, 디-n-부틸아민, n-펜틸아민, n-헥실아민, 시클로헥실아민, n-헵틸아민, 메틸시클로헥실아민류(예를 들어, 1-아미노-3-메틸시클로헥산, 1-아미노-2-메틸시클로헥산 및 1-아미노-3,3,5-트리메틸시클로헥산), n-도데실아민, 2-아미노노보넨, 1-아다만탄아민, 에탄올아민, 메탄올, 에탄올, n-부탄올, n-헥산올, n-옥탄올, n-데칸올 및 이들의 혼합물이 사용될 수 있다. 1차 아민 종결제, 예를 들어 n-헥실아민, 시클로헥실아민, 메틸시클로헥실아민 및 에탄올아민이 바람직하다. 또한 디에틸렌트리아민도 본 발명의 이점을 손상하지 않는 한 사슬 연장 단계에서 낮은 수준으로 사용될 수 있다.
- [0013] 또한 본 발명의 이로인 특징을 저해하지 않는 한, 다양한 첨가제가 상기 스판덱스 및 본 발명의 방법에서 사용될 수 있다. 그의 예로는 이산화티타늄과 같은 무광 가공제; 히드로탈시트, 훈타이트(huntite) 및 히드로마그네사이트의 혼합물(예를 들어, 폴리우레탄요소를 기준으로 0.2 내지 0.7 중량%임), 황산 바륨, 장해 아민 광안정제, UV 스크리너, 장해 페놀 및 산화 아연과 같은 안정제; 염료 및 염료 증강제 등을 포함한다.
- [0014] 본 발명의 방법에서, 폴리(테트라메틸렌 에테르)글리콜은 1-이소시아네이트-4-[(4-이소시아네이트페닐)메틸]벤젠과 접촉하여, 이소시아네이트 부분이 캡핑된 글리콜의 중량을 기준으로 약 2.2 내지 2.9 중량%로 존재하는 캡핑된 글리콜을 형성한다. 캡핑된 글리콜은 적절한 용매, 예를 들어 디메틸포름아미드, 디메틸아세트아미드 또는 N-메틸피롤리돈과 혼합되어 캡핑된 글리콜의 용액을 형성하며, 이것은 이어서 약 35 내지 55 몰%의 에틸렌디아민, 통상적으로 약 40 내지 50 몰%의 에틸렌디아민, 및 약 45 내지 65 몰%의 1,2-프로판디아민, 통상적으로 약 50 내지 60 몰%의 1,2-프로판디아민을 포함하는 사슬 연장제의 혼합물과 접촉하여 폴리우레탄요소 용액을 형성한다. 상기 폴리우레탄요소 용액의 낙구 점도는 약 1000 내지 4000 포이즈일 수 있고, 습식- 또는 건식-방사되어 스판덱스를 형성할 수 있다.
- [0015] 상기 방법은 회분식 단계(특히 캡핑된 글리콜 및 폴리우레탄요소를 형성하는 단계)로 또는 연속식으로 수행될 수 있다.
- [0016] 실시예에서, 캡핑된 글리콜 중 NCO 부분의 양은 중량%로서 기재되고, 하기 수학적 1로부터 계산되었다:

### 수학적 1

- [0017] 
$$\%NCO = \frac{100 \times (2 \times NCO \text{ fw} \times (C.R. - 1))}{\text{글리콜 mw} + (C.R. \times \text{다이소시아네이트 mw})}$$
- [0018]
- [0019] 상기 식 중, "fw"는 화학식량을 의미하고, "mw"는 분자량을 의미하며, "C.R."은 캡핑 비율(다이소시아네이트 대 중합체 글리콜의 몰비율)을 의미하고, "glycol"은 중합체 글리콜을 의미하며, "NCO"는 화학식량이 42.02인 이소시아네이트 부분을 의미한다.
- [0020] 폴리우레탄요소 용액의 점도는 모델 DV-8 낙구 점도계(듀라텍 코퍼레이션(Duratech Corp.) 제조, 미국 버지니아주, 웨인스보로 소재)를 40 °C에서 조작하여 ASTM D1343-69 방식에 따라 측정하였고, 포이즈로 기재하였다.
- [0021] 폴리우레탄요소의 고유 점도("IV")는, 표준 캐논-펜스크 점도계 튜브(Cannon-Fenske viscometer tube) 중에서 25 °C에서 ASTM D2515에 따라, DMAc 중 중합체의 희석 용액의 점도와 DMAc 자체의 점도를 비교하여 측정("상대 점도" 방법)하였고, dl/g으로 기재하였다. 스판덱스에 포함되고, 본 발명의 방법에 따라 제조 및 방사되는 폴리우레탄요소의 고유 점도는 약 0.85 내지 1.05일 수 있다. 폴리우레탄요소의 분자량은 겔투과 크로마토그래피로 측정되었고; 그의 중량 평균 분자량("MWw")은 약 80,000 내지 105,000일 수 있으며, 수 평균 분자량("MWn")은 약 20,000 내지 38,000일 수 있고, 다분산도는 약 2.4 내지 3.6일 수 있다. 보다 높은 폴리우레탄요소의 고유 점도 및 분자량은 스판덱스에 보다 높은 부하력 및 이력을 부여할 수 있으나, NCO의 중량% 및 디아민 사슬 연장제 비율을 변화시키는 효과는 보다 낮은 IV값 및 분자량에서와 실질적으로 동일하며, 이력에 있어서 유효한 변화를 야기시키기 위해서는 0.1 초과의 IV값의 변화가 요구된다는 것으로 측정되었다.
- [0022] 스판덱스의 기계적 특성은 ASTM D2731-72의 일반적인 방법에 따라 측정되었다. 3개의 필라멘트, 2 인치(5 cm)의 게이지 길이 및 0 내지 300% 신장 사이클이 각각의 측정에 사용되었다. 샘플은 50 cm/분의 일정한 신장 속도로 5회 순환되었다. 부하력(초기 신장 동안 상기 스판덱스 상의 응력)은 100% 및 200% 신장에서 첫번째 사이클에서 측정되었고, 데시뉴턴/텍스("dN/tex")로 기재하였다. 또한 비부하력(5번째 비부하 사이클 상의 200% 및 100% 신장에서의 응력)도 데시뉴턴/텍스로 기재하였다. 과단시의 신장 백분율 및 과단시의 강성력은 6번째 신장에서 측정되었다.

[0023] 표에서, "비교예"는 비교 실시예를 나타낸다. 사슬 연장제는, 표시된 1,2-프로판디아민("PDA")의 양 외에는 에틸렌디아민이다. 발명의 모든 샘플은 0.7 dN/tex 초과와 파단시 강성력 및 425% 초과와 파단 신도를 갖는다. "LP"는 부하력을 나타내고, "UP"는 비부하력을 나타내며, 둘 다 dN/tex로 기재하였다. 이력은 부하력과 비부하력 간의 차이로 계산하였고, 마찬가지로 dN/tex로 기재하였다. "100%", "200%" 및 "300%"는 힘 및 이력을 측정할 때의 신장을 나타낸다. 표 1에서, 각각의 오차 범위는 4개의 권취된 스판덱스 꾸러미(각 꾸러미는 6회씩 샘플링함)에서의 측정값을 기준으로 95% 신뢰 구간에 대한 것이다.

## 실시예

[0024] 실시예 1

[0025] 유리제 반응술 중에 폴리(테트라메틸렌 에테르)글리콜(250.0 그램; 테라탄(Terathane; 등록 상표) 2000, 이 아이 듀폰 디 네모아 앤드 캄파니(E. I. du Pont de Nemours and Company)의 등록 상표)을 1-이소시아네이트-4-[(4-이소시아네이트페닐)메틸]벤젠 52.11 그램과 혼합하였다. 상기 혼합물을 가열 맨틀로 80 °C로 가열하고, 90 분 동안 교반하여 2.4 중량% NCO(계산치)의 캡핑된 글리콜을 제조하였다. 캡핑된 글리콜을 디메틸포름아미드 572.38 그램 중에 용해시키고, 2.00 meq/g의 사슬 연장제 용액(디메틸포름아미드 중 EDA/PDA 몰비율 35/65) 85.51 그램 및 2.00 meq/g의 사슬 종결제 용액(디메틸포름아미드 중 에탄올아민) 3.21 그램을 빠른 교반하에 첨가하였다. 수득된 폴리우레탄요소 용액은 용액의 전체 중량을 기준으로 고형물 함량이 32.0 중량%였으며, 폴리우레탄요소의 고유 점도는 0.94 dL/g이었다. 첨가제 슬러리를 용액 중 긴밀히 혼합하여 최종 섬유 중에 메타크롤(Methacrol; 등록 상표) 2462B(비스(4-이소시아네이트시클로헥실)메탄 및 3-*t*-부틸-3-아자-1,5-펜탄디올의 중합체에 대한 이 아이 듀폰 디 네모아 앤드 캄파니의 등록 상표) 0.5 중량%, 시아녹스(Cyanox; 등록상표) 1790(2,4,6-트리스(2,6-디메틸-4-*t*-부틸-3-히드록시벤질)이소시아누레이트에 대한 싸이텍 인더스트리스(Cytec Industries)의 등록 상표) 1.5 중량% 및 안트라퀴논 증백제 10 중량ppm이 되도록 하였다. 저장 탱크로부터 방사 용액을 펌핑하고, 기어 펌프로 계량하여, 약 55 °C로 가열하고, 방사구를 통해 405 °C의 고온의 질소의 병류가 제공되는 둥근 회전용기로 압출하여 용매를 제거하였다. 4개의 필라멘트를 1개의 40 데니어(44 dtex)의 섬유로 합체하여 이를 466 m/분으로 공급률 주변을 통과시키고, 마무리를 가로질러, 492 m/분으로 2번째 공급률 주변을 통과시켜 548 m/분으로 권취하였다. 섬유의 특성을 하기 표 1에 나타내었다.

[0026] 실시예 2

[0027] 캡핑된 글리콜의 %NCO를 2.8로 증가시킨 것 외에는 실질적으로 실시예 1에 기재된 바와 같이 중합체 및 섬유를 제조하였다. 용액 중 폴리우레탄요소의 IV는 0.85였고, MW<sub>n</sub>은 24,200이었으며, MW<sub>w</sub>는 84,600이었고 다분산도는 3.5였다. 섬유의 특성을 표 1에 나타내었다.

[0028] 비교예 1

[0029] 캡핑된 글리콜의 %NCO를 3.2로 증가시킨 것 외에는 실질적으로 실시예 1에 기재된 바와 같이 중합체 및 섬유를 제조하였다. 용액 중 폴리우레탄요소의 IV는 1.05였고, MW<sub>w</sub>는 100,700이었으며, MW<sub>n</sub>은 27,000이었고 다분산도는 3.7이었다. 섬유의 특성을 표 1에 나타내었다.

[0030] 비교예 2

[0031] 1,2-프로판디아민의 양을 총 사슬 연장제의 74 몰%로 증가시키고, 이와 상응하게 에틸렌디아민의 양을 감소시킨 것 외에는 실질적으로 실시예 2에 기재된 바와 같이 중합체 및 섬유를 제조하였다. 용액 중 폴리우레탄요소의 IV는 0.91이었고, MW<sub>w</sub>는 98,000이었으며, MW<sub>n</sub>은 25,000이었고 다분산도는 3.9였다. 섬유의 특성을 표 1에 나타내었다.

## 표 1

실시예	1	2	비교예 1	비교예 2
%NCO	2.4	2.8	3.2	2.8
캡핑 비율	1.69	1.82	1.95	1.82
PDA의 몰%	65	65	65	74
LP @ 100%	0.041+/-0.001	0.045+/-0.001	0.0722+/-0.0005	0.051+/-0.001
LP @ 200%	0.091+/-0.003	0.089+/-0.004	0.138+/-0.002	0.110+/-0.003
LP @ 300%	0.21+/-0.01	0.18+/-0.01	0.254+/-0.004	0.26+/-0.01
UP @ 100%	0.0126+/-0.001	0.0112+/-0.0005	0.0130+/-0.0002	0.0133+/-0.0002



UP @ 200%	0.019+/-0.001	0.019+/-0.001	0.0209+/-0.0003	0.0215+/-0.0001
이력 @ 100%	0.029	0.034	0.059	0.037
이력 @ 200%	0.072	0.071	0.117	0.089

[0033] 상기 표 1의 데이터는 본 발명의 스파덱스가 폴리(테트라메틸렌 에테르)글리콜, 및 높은 비율의 1,2-프로판디아민 및 디이소시아네이트(비교예 1의 캡핑된 글리콜 중 높은 %NCO에 의해 나타남)의 폴리우레탄요소 반응 생성물을 포함하는 스파덱스에 비해 예기치 않은 낮은 부하력 및 이력을 갖는다는 것을 보여준다.

[0034] 실시예 3

[0035] 수 평균 분자량 2029인 폴리(테트라메틸렌 에테르)글리콜(테라탄(등록 상표) 2000) 324.8 kg, 1-이소시아네이트-4-[(4-이소시아네이토펜)메틸]벤젠 68.2 kg 및 n-부탄올 0.64 kg으로부터 제1 수재킷 교반 탱크 중에서 NCO 2.4 중량%의 캡핑된 글리콜을 제조하였다. 디메틸포름아미드를 첨가하여 캡핑된 글리콜을 용해시켰고, 수득된 용액을 제2 교반 수재킷 탱크로 옮기고, 제1 탱크를 부가적인 디메틸포름아미드로 세정하고, 또한 그 세정액도 제2 탱크로 옮겨 중합체 함량을 약 36 중량%로 조정하였다. 생성되는 폴리우레탄요소 용액이 중합체 중량을 기준으로 이산화탄소 3 중량%, 비이온성 분산제 0.3 중량% 및 안트라퀴논 증백제 10 ppm을 함유하도록 하는 양으로 캡핑된 글리콜 용액에 안료 슬러리를 혼합하였다. 용매, 캡핑된 글리콜 및 안료의 혼합물을 10 °C 미만에서 교반하면서, 용액의 점도가 약 1650 포이즈가 될 때까지 물비율이 35/65인 에틸렌디아민 및 1,2-프로판디아민 사슬 연장제 혼합물의 96 kg(디메틸포름아미드 중 7.0 중량%)을 첨가하였다. 다음으로 사슬 종결제 용액(7.43 kg, 디메틸포름아미드 중 30.55 중량% 에탄올아민)을 첨가하고, 이어서 디메틸포름아미드 중 26.91 중량% 무수아세트산 7.06 kg을 첨가하여 잉여 에탄올아민을 '중화'시켰다. 추가의 디메틸포름아미드를 첨가함으로써 중합체 고형물 수준을 총 용액 중량을 기준으로 약 32 중량%로 조정하였다. 다음으로, 수득된 폴리우레탄요소 용액을 제3 교반 탱크로 옮겨 마그네슘 스테아레이트 슬러리 13.88 kg, 메타크롤(등록 상표) 2462B 용액 4.05 kg 및 시아녹스(등록 상표) 1790 6.40 kg을 첨가하여 용액이 폴리우레탄요소 중량을 기준으로 마그네슘 스테아레이트 0.28 중량%, 메타크롤(등록 상표) 2462B 0.5 중량% 및 시아녹스(등록 상표) 1790 1.5 중량%를 함유하도록 하였다. 다음으로, 용액을 비교반 저장 탱크로 옮겨, 그 탱크로부터 일정 간격으로 샘플을 추출하여 시험하였다. 이어서 108 시간에 걸쳐 새롭게 제조된 폴리우레탄요소 용액을 주기적으로 첨가하고, 용액을 연속적으로 꺼내어 섬유 방사하였으며, 용액은 하기 표 2에 요약 및 도 1에 도시된 바와 같이 단지 1443 포이즈의 유리하게 낮은 최대 낙구 점도값을 나타내었다. 중합체 용액을 저장 탱크로부터 약 45 °C로 예열된 압축된 질소로 가압하여, 기어 펌프로 계량하고, 약 200 °C의 공기의 교차 흐름 및 병류로 제공되는 직사각형의 방사구를 통해 회전용기로 압출시켜 용매를 제거하였다. 회전 용기 기저부에서 필라멘트를 가열시켜 실줄로 합체하고, 피니시를 제공하고, 550 m/분으로 공급률 주변을 통과시키고 480 m/분으로 권취하였다. 섬유 중 폴리우레탄요소는 0.98의 IV, 36,900의 MWn, 93,300의 MWw 및 2.5의 다분산도를 갖는 것으로 측정되었다. 섬유의 특성을 하기 표 3에 나타내었다.

[0036] 실시예 4

[0037] 캡핑된 글리콜이 2.8 중량%의 NCO를 갖는 것을 제외하면 실질적으로 실시예 3에 기재된 바와 같이 폴리우레탄요소 용액을 제조하였다. 저장 탱크 중에서 105 시간 동안, 새롭게 제조된 폴리우레탄요소 용액을 주기적으로 첨가하고 용액을 연속적으로 꺼내어 섬유 방사하였으며, 용액은 표 2에 요약 및 도 1에 도시된 바와 같이 최대 낙구 점도가 단지 1534 포이즈를 나타내었다. 섬유 중 폴리우레탄요소의 IV는 1.00이었다. 섬유의 특성을 표 3에 나타내었다.

[0038] 비교예 3

[0039] 캡핑된 글리콜이 2.4 중량%의 NCO를 갖고, 사슬 연장제 혼합물 중 에틸렌디아민 대 1,2-프로판디아민의 물비율을 60/40으로 한 것 외에는 실질적으로 실시예 3에 기재된 바와 같이 폴리우레탄요소 용액을 제조하였다. 저장 탱크 중에서 81 시간 동안, 새롭게 제조된 폴리우레탄요소 용액을 주기적으로 첨가하고 용액을 연속적으로 꺼내어 섬유 방사하였으며, 표 2에 요약 및 도 1에 도시된 바와 같이 낙구 점도는 만족스럽지 못하게도 4626 포이즈로 상승하였다. 섬유 중 폴리우레탄요소의 IV는 1.00이었다. 섬유의 특성을 표 3에 나타내었다.

표 2

[0040]

실시예	3	4	비교예 3
%NCO	2.4	2.8	2.4
PDA의 몰%	65	65	40
시간(시간)	108	105	81
최대 포이즈	1443	1534	4626

[0041]

표 2의 데이터는 폴리(테트라메틸렌 에테르)글리콜, 1-이소시아네이트-4-[(4-이소시아네이트페닐)메틸]벤젠, 및 몰비율 35/65의 에틸렌 디아민 및 1,2-프로판디아민 사슬 연장제의 폴리우레탄요소 반응 생성물에 대해 용액의 점도가 만족스럽게 낮은 채로 남아있으나, 1,2-프로판디아민의 양을 40 몰%로 감소시켰을 때는 만족스럽지 못한 높은 수준까지 상승한다는 것을 보여준다. 실시예 3 및 비교예 3의 데이터의 보간은 약 45 몰%의 1,2-프로판디아민에서 여전히 만족스러운 최대 약 4000 포이즈에 도달한다는 것을 보여준다.

표 3

[0042]

실시예	3	4	비교예 3
%NCO	2.4	2.8	2.4
PDA의 몰%	65	65	40
LP @ 100%	0.0503+/-0.0002	0.0573+/-0.0003	0.0503+/-0.0002
LP @ 200%	0.1183+/-0.0009	0.132+/-0.0015	0.1101+/-0.0007
LP @ 300%	0.207+/-0.002	0.224+/-0.002	0.162+/-0.002
UP @ 100%	0.0142+/-0.0001	0.0138+/-0.0002	0.0132+/-0.0001
UP @ 200%	0.0229+/-0.0001	0.0232+/-0.0003	0.0204+/-0.0001
이력 @ 100%	0.036	0.044	0.037
이력 @ 200%	0.095	0.109	0.090

[0043]

표 3의 데이터의 검사는 비교예 3의 비부하력이 실시예 3 및 4에 비해 바람직하지 않게 낮다는 것을 보여준다. 표 1 및 표 3의 점유의 특성간의 차이는 방사 조건의 차이에 기인하는 것으로 생각된다.

### 도면의 간단한 설명

[0007]

도 1은 사슬 연장제 혼합물 중 1,2-프로판디아민의 양이 폴리우레탄요소 용액의 점도에 미치는 효과를 나타낸다.

도면

도면1

