

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁴
D01F 6/62

(45) 공고일자 1986년02월28일
(11) 공고번호 86-000180

(21) 출원번호	특1982-0001400	(65) 공개번호	특1983-0009276
(22) 출원일자	1982년03월31일	(43) 공개일자	1983년12월21일
(30) 우선권주장	56-46407 1981년03월31일 일본(JP) 56-46408 1981년03월31일 일본(JP) 56-71358 1981년05월14일 일본(JP) 56-71360 1981년05월14일 일본(JP)		
(71) 출원인	아사히 가세이 고오교오 가부시기가이샤 세고 마오미 일본국 오오사까시 기다구 도시마하마 1쵸오메 2-6		
(72) 발명자	구리기 도미오 일본국 오오사까후 다까쓰기시 핫쵸 나와데쵸오 아사히 가세이 고오교오 가부시기가이샤 내 마나베 세이이찌 일본국 오오사까후 다까쓰기시 핫쵸 나와데쵸오 아사히 가세이 고오교오 가부시기가이샤 내		
(74) 대리인	유영대, 나영환		

심사관 : 유인봉 (책자공보 제1141호)

(54) 이염성 폴리에스테르 섬유 및 그의 제조방법

요약

내용 없음.

대표도

도1

명세서

[발명의 명칭]

이염성 폴리에스테르 섬유 및 그의 제조방법

[도면의 간단한 설명]

제1도는 본 발명의 방법에 이용되는 장치의 일예를 나타낸 개략도.

제2도는 본 발명의 방법에 이용되는 장치의 다른 예를 나타내는 개략도로서, 여기서, 방사 단계와 열처리 단계가 연속적으로 실시된다.

제3도는 본 발명의 방법에 이용되는 장치의 또 다른 실시예를 나타낸 개략도.

제4도는 과열증기를 이용하여 섬유다발, 슬라이버 또는 토우를 습열처리하기 위한 장치의 한 실시예를 나타낸 개략도.

제5도는 본 발명의 가염섬유를 제조하는데 이용되는 가염장치의 일예를 나타낸 도면.

제6도는 1% 신장과 245℃에서, 1초 동안 열처리한 전후의 섬유에 대한 E'220과 방사속도 사이의 관계를 나타낸 그래프로서, 점선은 열처리 후의 섬유의 값을 나타내고, 실선은 열처리전의 것을 나타낸다.

제7도는 제6도에서와 똑같은 조건하의 열처리 전후의 섬유에 대한 결정화도와 방사속도 사이의 관계를 나타낸 그래프로서, 점선은 열처리 후, 실선은 열처리 전의 섬유의 값을 나타낸다.

제8도는 제6도에서와 똑같은 조건하의 열처리 전후의 섬유의(010)면에서의 겉보기 미결정 크기와 방사속도 사이의 관계를 나타낸 그래프로서, 점선은 열처리 후, 실선은 열처리 전의 섬유의 값을 나타낸다.

제9도는 제6도에서와 똑같은 조건하의 열처리 전후의 섬유의 (010)면에서 결정 배향도와 방사속도 사이의 관계를 나타낸 그래프로서, 점선은 열처리 후, 실선은 열처리 전의 섬유의 값을 나타낸다.

제10도는 T_{\min} 을 결정하는 방법에 관한 설명도로서, 일정채선의 점선이 180℃에서 $\log E'$ -온도 곡선에 작도되고 일정채선과 실선과의 차 $\Delta \log E'$ 가 0.04가 되는 온도가 T_{\min} 인 것으로 표시된다.

제11(a)도 및 제11(b)도는 각각 역학적 손실 정점($\tan \delta$)-온도(T) 곡선과 동적 탄성률(E')-온도(T) 곡선을 나타낸 그래프로서, (A)가 본 발명의 섬유, (B)가 통상의 연신섬유, (C)가 미연신섬유, (D)가 부분 배향 섬유를 나타낸다.

제12도는 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유의 X-선 회절강도의 곡선을 나타낸 그래프로서, (e)는 결정영역의 X-선 회절강도 부분을 나타내고, (f)는 무정형 영역의 X-선 회절강도 부분을 나타낸다.

제13도는 섬유 횡단면의 반경방향의 굴절률(n_{11} 또는 n_{\perp})의 분포를 측정하는 데 사용되는 간섭무늬 패턴의 일예를 나타낸 것으로, (g)는 섬유의 단면이고, (h)는 간섭무늬 패턴이다.

제14도는 시차주사 열량계에 의한 용해 종료온도(T_{m3})를 나타낸 그래프임.

* 도면의 주요부분에 대한 부호의 설명

- | | |
|--------------|--------------|
| 1 : 압출된 필라멘트 | 2 : 방사헤드 |
| 3 : 원통형 가열지역 | 4 : 흡인장치 |
| 5 : 유체부여장치 | 6 : 집속장치 |
| 9 : 열처리용 히이터 | 11 : 권취기 |
| 12 : 가열로울러 | 14 : 가열원통체 |
| 15 : 슬리트 | 17 : 증기 가열장치 |
| 20 : 보일러 | 27 : 습열처리 장치 |

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 플랫 야안(flat yarns), 토우, 스테이플 파이버 및 가연사(假撚^{*})를 포함한 개량된 폴리에스테르 섬유 및 그의 제조방법에 관한 것이다. 특히, 본 발명은 염색 견로도가 우수하고, 실용상 충분한 물리적 성질을 갖고, 상압하에서 분산성염료로 염색될 수 있는 폴리에스테르 섬유 및 그의 제조 방법에 관한 것이다.

일반적으로 폴리에스테르 섬유, 특히 폴리에틸렌 테레프탈레이트로 구성된 폴리에스테르 섬유는, 강도, 찢수 안정성, 내열성 및 세탁성과 같은 많은 우수한 성질과 많은 여러 용도를 가진다. 한편, 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는, 염색성이 불량하기 때문에 고온(예, 약 130℃) 및 고압 조건하에서 염색할 필요가 있다. 따라서, 이러한 섬유를 제조하는 데는 염색을 위한 특정장치가 필요한 단점이 있다. 더우기, 상기 섬유는, 고온 및 고압하에서 염색할 때 물리적 성질이 저하되는 양모, 아크릴섬유와 스판덱스 섬유와 같은 섬유와의 혼합사용이 제한된다.

상압하에서의 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유의 염색성을 개량하는 여러 가지 시도가 제안되었다. 예를들면, 소위 캐리어라 불리는 축염제를 염색에 이용하는 방법이 알려져 있다. 그러나, 그 공정은 수많은 단점이 있다. 특히, 인체에 해로우며 자극성있는 그러한 캐리어는 염색공장의 작업환경 위생을 악화시키며 염색 폐기물의 처리에 어려움이 있다. 더우기, 소위 "캐리어 스폿트(carrier spot)" 불리우는 염반이 발생할 수 있는데, 그 이유는 캐리어가 불충분하게 유화되기 때문이다. 또한 캐리어는 염색된 제품에 잔류하여 염색된 제품의견로도를 저하시킬 수 있다. 더우기, 캐리어 염색은 강도감소와 신도 증가와 같은 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유의 물리적 성질의 변화를 야기한다.

금속 설펜산염기를 가는 화합물 또는 폴리에테르와 폴리에스테르의 공중합체는 증진된 염색성을 갖는 폴리에틸렌 테레프탈레이트로 간주되었다. 이와 같이 개질된 폴리에스테르가 증진된 염색성을 가질지라도, 중합 및 방사하기가 어렵고, 출발 물질의 가격이 증가하고, 폴리에틸렌 테레프탈레이트가 갖는 우수한 기계적 및 열적 성질과 염색견로도가 저하될 수 있다. 따라서, 화학적 개질에 의한 염색성 향상은, 폴리에틸렌테레프탈레이트의 우수한 고유의 내열성 및 물리적 성질에 악영향을 끼치게 되는데, 그 이유는 그러한 염색성 향상이 중합체를 염색하기 위한 염료 수용체로서 작용할 수 있는 제3성분을 도입함에 의해서 달성되기 때문이다.

본 발명의 목적은, 캐리어를 사용하지 않고 상압하에서 특히 분산염료로 염색될 수 있고, 실용상 충분한 물리적 및 열적 성질을 갖는 폴리에틸렌 테레프탈레이트로 주로 구성된 폴리에스테르 섬유 및 그를 제조하기 위한 방법을 제공하는데 있다.

본 발명에 따라 상기 목적을 달성하기 위해서, 본 발명의 폴리에스테르 섬유는, 상압하에서 염색될 수 있으며, 30℃에서의 초기 모듈러스가 약 55-약 130g/d이고, 측정주파수 110Hz에서의 역학적 손실 정점($\tan \delta$)의 피이크값 [$(\tan \delta)_{\max}$] 과 역학적 손실 정점의 피이크온도 [T_{\max} (℃)] 사이의 관계가 하기식으로 나타내어지고, $(\tan \delta)_{\max}$ 가 약 0.14-약 0.30이고, 220℃에서의 역학적 손실 정점($\tan \delta_{220}$) 이 약 0.055이하인 폴리에틸렌 테레프탈레이트로 구성되어 있다.

$$(\tan \delta)_{\max} \geq 1 \times 10^{-2} (T_{\max} - 105)$$

또한, 본 발명에 따른 상기 목적을 달성하기 위해서, 그러한 폴리에스테르 섬유를 제조하기 위한 본 발명의 방법은, 적어도 약 4000m/분의 방사속도로 얻어진 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유를, 그 섬유의 동적 탄성률(E')의 값이 E'' 의 대수-온도곡선의 180°C에서의 접선으로 부터 벗어나는 온도(T_{mi} , n)보다 10°C 높은 온도와, 시차 주사 열량계(DSC)에 의해 측정된 섬유의 용해 곡선에서의 용해 종료 온도($Tm3$)보다 10°C 높은 온도와와의 범위내의 온도에서 열처리하는 것을 포함한다.

본 발명의 바람직한 예를 나타내는 첨부도면을 참조하여 본 발명을 이하 상세히 설명한다.

폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유의 구조를 연구한 결과, 특성의 무정형 구조를 갖는 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유만이 종래 섬유의 단점을 극복할 수 있으며, 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유의 고유 성질외에 상압하에서의 염색성과 우수한 견로도를 가진다는 것이 밝혀졌다.

본 발명의 폴리에스테르 섬유는 폴리에틸렌 테레프탈레이트로 구성되어 있으며 다음 3개의 조건을 만족시킨다 :

(I) 30°C에서 초기 모듈러스는 약 55- 약 130g/d이다.

(II) 측정주파수 110Hz에서의 역학적 손실정점($\tan \delta$)의 피이크온도 [T_{max} (°C)] 와 역학적 손실정점의 피이크치 [$(\tan \delta)_{max}$] 사이의 관계는 식 $(\tan \delta)_{max} \geq 1 \times 10^{-2} (T_{max} - 105)$ 로 나타내어지며, $(\tan \delta)_{max}$ 는 약 0.14-약 0.30이다.

(III) 220°C에서의 역학적 손실 정점은 약 0.055이하이다.

본 발명에서 이용될 수 있는 폴리에틸렌 테레프탈레이트는 통상의 방법에 의해 제조될 수 있으며, 폴리에틸렌 테레프탈레이트의 성질을 저해하지 않도록 소량(즉, 약 5중량%이하)의 코모노머 (comonomer)와 공중합체일 수 있다. 이용되는 폴리에틸렌 테레프탈레이트의 중합도는 특별히 제한되지 않으며, 섬유를 형성할 수 있는 일반적인 범위내일 수 있다. 이용되는 폴리에틸렌 테레프탈레이트는 또한, 광택제거제, 안정화제와 대전방지제와 같은 폴리에스테르 섬유에 대한 통상의 첨가제를 함유할 수 있다.

본 발명에 따른 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유의 가장 특별한 성질은 상기 조건(I)과 (II)에 있다.

폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유의 무정형 영역의 미세구조와 염색성 사이의 관계를 연구한 결과, 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유가 상압하에서 염색성을 갖도록 하기 위해, 상기 섬유는 상기 조건(I)과, 가열시의 섬유의 미세구조의 미소한 변화, 즉, 미세구조의 높은 열적 안정성을 나타내는 상기 조건(II)를 만족시킬 필요가 있다는 것을 알아냈다.

본 발명에서, 상압하에서의 염색성이라는 것은, 본 발명의 폴리에틸렌 테레프탈레이트의 100°C에서의 염료 흡수율이 대기압 이상의 압력 및 130°C에서의 통상의 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유의 것보다 더 크거나 같은 것을 뜻한다.

분산 염료에 의한 섬유의 염색성과 섬유의 점탄성과의 관계를 나타낸 몇몇 보고가 있다. [예를 들어, "켄지 카미드"와 "세이치 마나베"의 "동적 분산에 의해 나타내어지는 섬유의 무정형 영역의 미세구조", 섬유학회지, 34, 70페이지(1978) 참조]. 이들 연구 결과에 따르면, 섬유의 주쇄의 마이 크로-브라운 운동(micro-Brownian movement)으로 인한 기계적 흡착에 관련하는 $\tan \delta$ 값이 커지거나 또는 그 기계적 흡착에서의 온도가 낮아질수록 섬유의 염색성이 더 증가하는 것으로 고려된다. 한편, $\tan \delta$ 값이 커짐으로서 기계적 성질이 저하되고 그 기계적 성질의 면에서 열적 저항이 감소된다고 믿어진다. 그러나, 특정값 보다 큰, 즉, 보통 0.13 또는 그 이상의 $\tan \delta$ 값에서의 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유에 대해서, $\tan \delta$ 값이 증가함에 따라 섬유의 염색성은 역으로 감소된다는 것은 알려져 있다. 따라서, 직물을 제조하는데 실제적으로 이용되는 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유에 있어서는 $\tan \delta$ -온도 곡선에서의 피이크치($\tan \delta)_{max}$ 는 약 0.14보다 작다. 약 0.14 또는 그 이상의 $(\tan \delta)_{max}$ 를 갖는 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유가 통상의 방법으로 얻어질 수 있을 지라도, 그 섬유는 상기 조건(II)가 만족되지 않기 때문에 상압하에서 염색되지 못한다. 상기 조건(II)와 염색성 사이의 관계를 연구한 결과 약 0.14 또는 그 이상의 $(\tan \delta)_{max}$ 를 가는 통상의 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는 염색과정에서 구조 변형을 일으키며 115°C 보다 높은 T_{max} 와 0.12보다 낮은 $(\tan \delta)_{max}$ 를 갖는 섬유로 변하며, 그 결과 상압하에서 섬유의 염색이 불가능하다는 것이 밝혀졌다.

또한, 상기 미세구조를 갖는(즉, 조건(II)를 만족하는) 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유가 약 55g/d 이하의 30°C에서의 초기 모듈러스를 갖지 않을 때, 섬유는 폴리에스테르 섬유의 고유적인 기계적 성질을 잃게되고 주름 저항과 찢수 안정성이 감소된다.

3,000/분 이하의 방사속도로 얻어진 다음 연신되지 않은 통상의 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는 상기조건(II)를 만족하는 미세구조를 갖지만, 가열시 미세구조가 크게 변한다. 즉, $\tan \rho_{220}$ 이 0.055 이상이고 동시에 30°C에서의 초기 모듈러스는 55g/d 이하로 된다. 그러므로 이 섬유는 상압하에서 염색될 수 없다. 또한, 3,000m/분 이하의 방사속도로 제조된 후 연신된 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는 55g/d 또는 그 이상의 30°C에서의 초기 모듈러스를 갖지만, 상기 조건(II)를 만족하는 미세구조를 갖지 못하며, T_{max} 는 약 130°C이고 $(\tan \delta)_{max}$ 는 0.10이며 상압하에서 이 섬유를 염색할 수 없다. 따라서, 상기 조건(I), (II) 및 (III)을 만족하는 본 발명의 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는 신규한 것이다.

섬유의 무정형 영역의 미세한 구조를 나타내는 특정값으로 상기 $(\tan \delta)_{max}$ 와 T_{max} 를 이용하는 것이 적당하다. T_{max} 는 보통 유리전이온도 보다 50°C 높게 위치되고, $(\tan \delta)_{max}$ 는 열적 운동이 T_{max} 온도에서

활성화되는 부정형 영역의 분자쇄의 양에 관계된다. 본 발명에서의 T_{max} 와 $(\tan \delta)_{max}$ 는 동적흡수, 즉 부정형 영역의 분자쇄의 마이크로-브라운 운동으로 인해 나타나는 α_a 흡수와 관련된 값이다.

폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유에 대해서, $(\tan \delta)$ 값이 증가되고 T_{max} 는 감소됨으로써 섬유가 쉽게 염색될 수 있다. 그러나, 상압하에서 염색 가능하게 하기 위하여 섬유가 적어도 상기 조건(II)를 만족할 필요가 있다. 특히, 가연(假燃)을 실시하지 않는 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유가 약 105°C 이하의 T_{max} 와 약 0.14 이상의 $(\tan \delta)_{max}$ 를 가질 때, 섬유의 염색성이 우수하다.

한편, 후술되는 바와 같이, 가연 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는 가연과정에서 열처리되고, 섬유의 구조는 안정화 됨으로서, 그 섬유는 상기 조건(III)을 거의 만족시킨다. 따라서, 상압하에서 염색될 수 있는 가연 섬유에 의해 만족되는 T_{max} 와 $(\tan \delta)_{max}$ 의 범위는 가연을 실시하지 않는 섬유의 것보다 더 넓어진다.

가연되지 않은 섬유와 가연된 섬유에 대해 각각 자세히 설명한다.

섬유의 미세구조와 염색성 상이의 관계를 연구한 결과, 120°C 이상의 T_{max} 를 갖는 종래의 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유에 있어서, $(\tan \delta)_{max}$ 가 0.14 이상인 때 섬유구조의 열적안정성 및 견로도뿐만 아니라 찻수 안정성이 감소한다는 것을 알아냈다.

그러나, 적어도 약 55g/d의 30°C에서의 초기 모듈러스와 약 115°C 이하의 T_{max} 를 갖는 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유에 있어서, $(\tan \delta)_{max}$ 가 0.14 이상일 때라도, 섬유의 열적안정성과 찻수 안정성이 감소하는 경향이 항상 목격되지는 않는다. 특히, T_{max} 가 약 105°C 이하일 때, 가연되지 않은 폴리에틸렌 테레프탈레이트에 있어서, 어떤 경우에 섬유구조의 열적안정성은 $(\tan \delta)_{max}$ 값이 증가함에 따라 같이 증가하고, 섬유구조의 이러한 안정화경향은 T_{max} 가 약 100°C 이하일 때 현저하다. 섬유구조의 열적 안정성은 220°C에서의 역학적 손실 정점($\tan \delta_{220}$)과 관계가 있고 $\tan \delta_{220}$ 값이 적어질수록 증가한다. $\tan \delta_{220}$ 이 적어질 때, 온도상승을 수반하는 초기 모듈러스의 감소가 적어진다. 특히, $\tan \delta_{220}$ 이 약 0.055이하일 때, 초기 모듈러스의 감소는 극히 적어진다. 즉 섬유구조는 열에 매우 안정하게 된다.

이와 같이, 상기 조건(I), (II) 및 (III)을 만족하는 본 발명의 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는, 섬유의 열적 안정성, 찻수 안정성 및 기계적 성질을 감소시키지 않음과 동시에 견로도의 감소없이 상압하여 염색될 수 있다. 일반적으로, $(\tan \delta)_{max}$ 가 0.30 이상일 때, 열적 안정성은 감소하고 섬유는 상기 조건(III)을 만족하지 못하는 것으로 밝혀졌다.

상기한 바와 같이, 본 발명에 따른 가연되지 않은 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는 적어도 약 55g/d의 30°C에서의 초기 모듈러스를 가져야 한다. 이러한 이유 때문에, 본 발명에서 평균 복굴절률(Δn)은 전형적으로 약 35×10^{-3} 이상이다. 본 발명에서 30°C에서의 초기 모듈러스는 30°C에서의 동적 탄성률(E'_{30})을 뜻하며, 그 측정방법은 후술된다. $(\tan \delta)_{max}$ 가 증가함에 따라 섬유에 우수한 기계적 성질과 열적 안정성을 부여하기 위해 E'_{30} 을 증가시킬 필요가 있다. E'_{30} 이 약 55g/d 이하일 때, 섬유구조의 열 안정성과 찻수안정성이 마찬가지로 감소하여 섬유는 너무 부드럽게 된다.

본 발명에 따른 가연되지 않고 상기 특성을 갖는 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유의 구조중, 강도, 신도, 초기 모듈러스 및 동적 탄성률 및 염색성과 같은 기계적 성질의 관계를 연구한 결과 다음과 같은 사실을 발견하였다.

결정화도(X_c), (010)면에서의 겉보기 미결정크기(ACS)와 (010)면에서의 결정배향도(CO)는 모두 본 발명에 따른 가연되지 않은 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유의 물리적 성질과 관계가 있다. 본 발명에서, X_c 가 약 70-약 90%이고, ACS는 약 50-약 85Å이고 CO가 약 85-약 97%인 것이 바람직하다. 그 결과, 본 발명의 섬유는 적어도 약 3g/d의 강도, 약 20-약 60%의 신도와 약 55-약 13g/d의 초기 모듈러스와 같은, 의류를 제조하는 데 적당한 성질들을 갖는다. 본 발명에서 X_c , ACS 및 CO는 하기에 설명하는 X-선 회절에 의해 측정된다.

또한, 섬유의 축방향으로 전기장 벡터를 갖는 편광에 의한 섬유 중심부에서의 평균 굴절률 [$n_{11}(0)$]이 적어도 약 1.65일 때, 가연되지 않은 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는 약 20-약 60%의 적당한 신도와 염색성을 가지며 직물을 제조하는 데 사용하기에 바람직하다.

본 발명에 따른 가연되지 않은 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유가 적어도 55g/d의 30°C에서의 초기 모듈러스를 갖게 하기 위해서는 본 발명에서 평균 복굴절률(Δn)이 적어도 약 35×10^{-3} 인 것이 바람직하다. 평균복굴절률(Δn)은 구조의 열적 안정성의 면에서는 약 80×10^{-3} 이상인 것이 바람직하고, 염색성 및 견로도의 면에서는 약 150×10^{-3} 이하인 것이 바람직하다. Δn 이 약 150×10^{-3} 이하일 때, 150°C와 220°C 사이에서의 동적 탄성률(E')의 감소율(E'_{220}/E'_{150} 으로 표시됨), (E'_{220} 은 220°C에서의 (E')를 뜻하고 E'_{150} 은 150°C에서의 (E')를 뜻함)은 0.7 이상으로 된다. 즉, 섬유의 구조는 열에 대해 안정되고 염색 견로도가 증가한다.

더욱이, 섬유 단면의 중심부에서의 평균 굴절률 [$n_{11(0)}$] 과 섬유단면의 중심부에서 0.8배 위치의 굴절률 [$n_{11(0.3)}$] 또는 [$n_{11(0-0.8)}$] 사이의 평균 굴절률 [$\Delta n_{11(0.8-0)}$] 이 하기 범위내에 있고 국부적 평균 굴절률이 섬유 단면의 중심부 주위에서 대칭적으로 분포될 때, 섬유는 충분한 강도를 가지며, 균염성, 강도 및 신도의 불균일이 개선된다.

섬유 단면의 중심부 주위에 대칭적으로 분포된 국부적 평균 굴절률은, 평균 굴절률(n_{11})의 최소값이 적어도 약 $[n_{11(0)} - 1 \times 10^{-3}]$ 이고, $n_{11(-0.8)}$ 과 $n_{11(0.8)}$ 사이의 차가 약 50×10^{-3} 이하, 바람직하게는, 약 10×10^{-3} 이하인 것을 뜻한다. $n_{11(0)}$, $n_{11(0.8)}$, $n_{11(-0.8)}$, $n_{11(0.8-0)}$ 과 Δn 의 값들은 후술되는 간섭현미경을 이용하는 방법에 의해 측정된다.

본 발명에 따른 가연되지 않은 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는, 적어도 약 4000m/분의 방사속도로 방사된 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유를, 후술되는 조건하에서 건조 또는 습열에 의해 열처리함으로써 제조될 수 있다. 이와 같이 해서 제조된 섬유는 상기 조건(II)와 (III) 모두를 완전히 만족시킨다. 예를 들면 100°C의 비등수에서 60분동안 열처리 하기전 및 후에 섬유의 구조 변화는 매우 적고, T_{max} 변화가 약 $\pm 5^\circ\text{C}$ 이내이며, $(\tan \delta)_{max}$ 변화가 약 ± 0.02 이내이다.

한편, 적어도 약 4000m/분의 방사속도로 제조된 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유가 후술되는 특정조건하에서 건조 또는 습열에 의해 열처리되지 않을 때, 100°C의 비등수에서 60분 동안 열처리한 후 섬유의 구조 변화는 크고, T_{max} 는 약 10°C 이상 증가하고 $(\tan \delta)_{max}$ 는 약 0.05이상 감소한다. 따라서, 이 섬유는 나쁜 열적 안정성을 갖는다.

상기에서와 같은 미세구조를 갖고 상압하에서 분산 염료에 의해 염색될 수 있는 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는, 적어도 약 4000m/분의 방사속도로 폴리에틸렌 테레프탈레이트로 구성된 중합체의 용융물을 압출한 다음, 섬유의 동적 탄성률(E')가 E' 의 대수-온도 곡선의 180°C에서의 접선으로부터 작아지는 온도(T_{min})+10°C의 온도와, 시차 주사열량계(DSC)에 의해 측정된 섬유의 용해 곡선에서 용해 종료온도(T_m)+10°C의 온도 사이의 온도로 상기 용융된 섬유를 열처리함으로써 제조될 수 있다.

본 발명의 첫번째 특징은, 약 4000m/분 이상, 약 11000m/분 이하, 바람직하게는 약 6000-약 9000m/분, 더 바람직하게는 약 8000-약 9000m/분의 방사속도로 방사하는 것이다.

본 발명의 방사속도는 제1도에 나타난 바와 같은 인취 로울러(7)의 선속도로 정의된다. 방사속도가 4000/분 이하일 때, 결정영역의 성장은 불충분하여 섬유의 미세구조는 열적으로 불안정하며, 가열시의 찻수 안정성이 나쁘다. 가열시의 찻수 안정성과 고온에서의 기계적 성질은 220°C에서의 동적 탄성률(E'_{220})에 의해 정량적으로 평가될 수 있다. E'_{220} 은 3000m/분의 방사속도에서 약 1 g/d 이하이며, 3000m/분 이하의 방사속도에서는 더 감소하여 방사 후 열처리 할 때 단일 필라멘트들 사이에서 용착을 일으킨다. 사속도에서는 더 감소하여 방사 후 열처리 할 때 단일 필라멘트들 사이에서 용착을 일으킨다.

한편, 약 4000m/분 이상의 방사속도에서, 결정화도, 결정완전도 및 섬유의 미결정 크기는 방사속도가 증가함에 따라 증가한다.

제6도에 나타난 바와 같이, 방사속도가 증가함에 따라 E'_{220} 은 급격히 증가한다. 제6도에서, 점선은 1% 신장에서 245°C로 2초동안 열처리한 후의 감겨진 섬유의 E'_{220} 을 나타내고 실선은 상기 열처리전의 감겨진 섬유의 E'_{220} 을 나타낸다. 열처리 후 섬유의 E'_{220} 은 약 6000m/분까지 방사속도가 증가하면 급격히 증가하고 6000m/분 이상의 방사속도에서는 E'_{220} 의 증가율은 감소하며 약 9000m/분에서는 열처리한 후의 E'_{220} 은 연처리전보다 더 커진다. 그리하여, 고온에서의 기계적 성질로 비추어 보아 방사속도는 약 6000m/분 이상이 바람직하며, 더 바람직하게는 약 8000m/분 이상이다.

제7도는 제6도와 똑같은 조건하에서 얻어진 섬유의 결정화도와 방사속도와의 관계를 나타낸 것이고, 제8도는 제6도에서와 똑같은 조건하에서 얻어진 섬유의 (010)면에서의 겉보기 미결정크기(apparent crystalline size)와 방사속도와의 관계를 나타낸 것이며, 제9도는 제6도에서와 똑같은 조건하에서 얻어진 (010)면에서의 결정 배향도의 관계를 나타낸 것이다. 제8도 및 9도에서 실선 왼쪽끝의 점선 부분은 평가하기가 불가능하다는 것을 나타낸다.

그리하여 제6-9도에서 분명히 알 수 있는 바와 같이, 결정화도, 겉보기 미결정 크기와 결정배향도는 240°C에서 열처리할 때 증가하고, 4000m/분 및 5000m/분의 방사속도로 열처리하여 얻어진 섬유의 결정화도의 증가가 특히 현저하다.

본 발명의 두번째 특징은, 약 4000m/분 이상의 방사속도로 얻어진 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유가, 섬유의 동적 탄성률(E')가 E' 의 대수-온도 곡선의 180°C에서의 접선으로부터 작아지는 온도(T_{min})보다 10°C 높은 온도 [$(T_{min} + 10^\circ\text{C})$]와, 시차 주사 열량계에 의해 측정된 섬유의 용해곡선에서의 용해 종료온도(T_m)보다 10°C 높은 온도 [$(T_m + 10^\circ\text{C})$] 범위내의 온도로 열처리된다는 것이다. E' 의 대수-온도곡선의 180°C에서의 접선으로부터 E' 가 감소하는 온도가 제10도에 도식적으로 나타내어져 있다. 다시말해서, T_{min} 은 접선의 E' 와 E' 의 대수-온도곡선의 E' 의 차이가 0.9로 되는 온도, 즉, $\log E'$ 의 차($\Delta \log E'$)가 0.04로 되는 온도이다. ($T_{min} + 10^\circ\text{C}$) 보다 낮은 온도로 열처리하면 섬유가 쉽게 염색될 수 없으며 대신 열계 염색될 수 있다.

또한 ($T_m + 10^\circ\text{C}$) 보다 높은 온도로 열처리하면 단일 필라멘트들 사이에서 용착이 일어나고 E'_{220} 가 크게 감소하고 고온에서의 기계적 성질이 저하된다. 더우기, 열처리 장치에서, 온도가 ($T_m + 10^\circ\text{C}$) 보다 낮은 온도로 조절될지라도 장치에서 온도분포의 불균일이 있을 때 섬유의 용융 또는 불균일 염색이 일어난다. 본 발명에서 이용되는 열처리 장치의 온도는 미리 정해진 온도 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 내로 조절되고 열처리 장치내 온도변화가 일정한 것이 바람직하다.

열처리 장치를 지나 통과하는 섬유의 속도는 일정한 것이 바람직하다. 섬유의 진행이 정지되는 극단의 경우, 섬유들이 용착된다.

종래의 방사 및 연신 단계에 의해 제조된 섬유가 $(T_{min}+10)^{\circ}\text{C} \sim (T_m+10)^{\circ}\text{C}$ 범위의 온도로 열처리 될 때라도, 섬유는 상압하에서 염색될 수 없고, 약 25%의 수축이 일어나는 외에, 열처리가 어떤 장력없이 수행될 때 E'_{220} 은 크게 감소하고 기계적 성질도 감소한다. 반대로, 약 4000m/분의 방사속도로 얻어지고 연신되지 않은 섬유가 상기 온도 범위에서 열처리 될 때, 섬유는 염색하기 쉬울 뿐만 아니라, 강도의 감소 없이 섬유의 신도가 감소되고, 따라서 섬유는 직물을 제조하기에 적당한 신도, 즉, 약 10~약 60% 신도를 가지는 것으로 변하는 경향이 있다. 더우기, 연신되지 않은 섬유가 가장 적당한 온도와 연신비에서 열처리될 때, 섬유는 상압하에서 쉽게 염색될 수 있으며, 비수(沸水) 수축률은 약 5% 이하로 된다. 한편, 약 4000m/분 이하의 방사속도로 연신단계 없이 얻어진 섬유를 열처리할 때, 초기 모듈러스는 약 55g/d 이하로 되어, 폴리에틸렌 테레프탈레이트가 고유적으로 가지는 우수한 기계적 성질이 현저히 저하된다.

섬유의 균염성을 증진시키기 위해서, 열처리온도를 엄격히 제어하는 것이 필요하고, 그 온도는 미리 정해진 온도 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 이내로 조절되는 것이 바람직하다

방사속도가 증가하면, T_{min} 과 T_m 는 증가하고 열처리 온도는 고온측으로 이동한다. T_{min} 와 T_m 는 각각 다음 식에 근사하게 된다 :

$$T_{min}=4.8 \times 10^{-3}(V-4000)+205$$

$$T_m=3.6 \times 10^{-3}(V-4000)+283$$

여기서, V(m/분)는 방사속도이다.

약 6000m/분 이상의 방사속도로 얻어지고 $(T_{min}+10)^{\circ}\text{C}$ 내지 $(T_m+10)^{\circ}\text{C}$ 범위의 온도로 열처리된 섬유는 염색하기가 매우 쉬우며, 특히, $(T_{min}+10)^{\circ}\text{C}$ 내지 $(T_m+10)^{\circ}\text{C}$ 범위의 온도와 약 -20% 이상, +5% 이하의 연신비로 열처리 할 때, 염색이 더 쉬워진다. 연신비에서(-)부호는 섬유가 이완수축되어 있는 것을 나타내며, (+)부호는 섬유가 장력하에 연신되어 있는 것을 뜻한다.

열처리에 의해 약 4000m/분 이상의 방사속도로 얻어진 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유의 염색성은, $(T_{min}+10)^{\circ}\text{C}$ 내지 $(T_m+10)^{\circ}\text{C}$ 범위내의 높은 온도가 열처리에 이용되고 열처리 기간이 더 길때더 향상될 수 있다. 섬유가 열처리동안 가열기 표면에 접촉되지 않을 때 열처리 기간은 약 10초이내가 충분하다 한편 섬유가 열처리동안 가열기 표면과 접촉할 때, 섬유와, 예를들어, 가열 로울러를 이용하는 가열기의 표면 사이의 상대속도의 차이가 없으면 문제가 발생할 수 없다. 섬유에 잔털이 생기고 단일 필라멘트들의 용착과 불균일한 염색이 가끔 발생하기 때문에, 가열기의 표면과 섬유 사이의 상대속도 차이가 있을 경우, 예를들어, 고정된 평편한 열판의 표면과 접촉시키면서 섬유를 이동시키는 열처리 방법은 피하는 것이 좋다. 섬유가 가열기 표면과 접촉하지 않을 때 열처리 기간을 약 1초 이내로 줄이기 위해서는 온도를 약 235°C 이상으로 하는 것이 바람직하다.

본 발명에서 이용될 수 있는 열처리 장치는 $(T_{min}+10)^{\circ}\text{C}$ 내지 $(T_m+10)^{\circ}\text{C}$ 범위의 온도로 가열될 수 있는 장치이면 되고, 그 형태는 특별히 한정되지 않는다. 예를들면 약 4000m/분 이상의 방사속도에서 얻어진 폴리에틸렌테레프탈레이트 섬유는 상기 온도범위 내에서 조절되는 온도를 가진 열풍이 제공되는 건조기를 지나 통과될 수 있다. 또는 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는 원통형의 회전 가능한 가열 로울러에 의해 열처리된다.

제1도에서, 폴리에틸렌테레프탈레이트의 용융물은 미리 정해진 온도로 가열된 방사헤드(2)에 설치된 노즐(도시안됨)로 부터 압출된 후 대기중에서 냉각되어 필라멘트(1)을 형성한다. 이 장치에서, 가열지역(3), 예를들면, 압출된 필라멘트(1)을 둘러싼 가열 원통체가 노즐 표면에 제공되고, 흡인장치(4)가 가열지역(3) 아래에 제공되어 필라멘트(1)을 흡인 및 냉각한다. 가열지역(3)과 흡인장치(4)를 통과한 필라멘트는, 유제를 필라멘트에 부여하는 장치(5)와 필라멘트를 집속하는 장치(6)에 의해 처리된다. 인취로울러(7)에 의해 인취된다. 인취 로울러(7)에 의해 인취된 필라멘트는 위취로울러(7)을 한번더 감아돌아 빠져나온 다음, 온도가 상기 범위내에서 적당하게 조절되는 열처리 히이터(9)를 통과한다. 그때, 필라멘트는 한쌍의 공급로울러(8)와 한쌍의 송출 로울러(10)에 의해 적당한 연신비로 연신된 다음 권취기(11)에 권취된다. 또한, 필라멘트(1)은 인취 로울러(7)에서 1-수번 권취된 다음 한쌍의 로울러(8) 또는 한쌍의 송출 로울러(10)의 작용에 의해 방사 속도가 약 4000m/분 이상으로 조절된 후, 필라멘트(1)은 열처리용 히이터(9)에 의해 연속적으로 열처리 된 다음, 권취기(11)에 권취된다.

제2도는, 방사단계와 연속 열처리 단계가 연속적으로 실시되는 한쌍의 가열로울러를 이용하는 다른 예의 장치를 나타낸 것이다.

제2도에서, 번호(1)-(6)은 제1도에서와 같고, 폴리에틸렌테레프탈레이트의 용융물은 미리 정해진 온도로 가열되는 방사헤드(2)에 설치된 노즐(도시안됨)로 부터 압출된 후 대기중에서 냉각되어 필라멘트(1)을 형성한다. 이 장치에서, 가열지역(3), 예를들면, 압출된 필라멘트(1)을 둘러싼 가열 원통체가 노즐표면에 제공되고, 흡인장치(4)가 가열지역(3)아래에 제공되어 필라멘트(1)을 흡인 및 냉각한다. 가열지역(3)과 흡인장치를 통과한 필라멘트는 유제를 필라멘트에 부여하는 장치(5)와 필라멘트를 집속하는 장치(6)에 의해 처리된 다음 한쌍의 인취로울러(7)에 의해 인취되고, 그 로울러에 1-수번 권취된 다음, 열처리하기 위한 한쌍의 가열로울러(12)에 1-수번 권취된다. 한쌍의 가열로울러(12)의 표면온도는 상기 온도 범위내에서 적당히 조절된다. 이와 같이 열처리된 필라멘트는 권취기(13)에 권취된다. 열처리시 필라멘트의 연신비는 한쌍의 인취 로울러(7)과 1쌍의 가열로울러(12) 사이 또는 가열 로울러(12)와 권취기(13) 사이에서 조절된다.

또한, 열처리 효과를 증진시키기 위해서, 한쌍의 인취로울러(7) 대신에, 표면 온도가 가열 로울러

(12)와 똑같은 온도로 조절되는 한쌍의 가열 로울러가 사용될 수 있다.

그리하여, 본 발명에 따라, 본 발명의 목적은 폴리에틸렌 테레프탈레이트로 구성된 중합체 용융물을 약 4000m/분 이상의 방사속도로 압출하여 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유를 제조한 다음, 그 섬유를 권취하고 연속적으로 열처리하는 방법이나 또는 상기 방사단계 및 열처리 단계를 연속적으로 수행하는 방법에 의해 달성될 수 있다.

또한, 열 처리될 수 있는 섬유는, 약 4000m/분 이상의 방사속도로 얻어진 다수의 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유를 다발로 집속하여 얻어진 토우, 그 토우를 적당한 길이로 잘라내어서 얻어지고 열처리 장치를 통과하여 벨트 컨베이어와 같은 적당한 컨베이어 상에서 주행하는 스테이플 파이버를 포함할 수 있고, 그러한 스테이플파이버는 개면 후의 웹 또는 슬라이버 형태이거나 또는 방사후의 방적사 형태일 수 있다.

본 발명의 열처리가 습열 분위기에서 수행될 때, 열처리에 바람직한 온도는 $(T_{min}+10)^{\circ}\text{C}$ -약 240°C 이다. 본 발명에 따른 습열 분위기에서의 열처리는 과열된 수증기로 열처리하는 것을 뜻한다.

본 발명에 따른 습열 분위기에서의 열처리가 $(T_{min}+10)^{\circ}\text{C}$ 이하의 온도에서 실시될 때, 약 4000m/분 이상의 방사속도로 방사된 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는 상압하에서 쉽게 염색될 수 없지만 옅은 색깔로 염색되는 경향이 있다. 또한, 습열분위기에서의 열처리가 약 240°C 이상의 온도에서 실시될 때, 섬유들의 용착이 가끔 일어나고 E'_{220} 는 크게 감소되어 고온에서의 기계적 성질이 저하된다. 종래의 방사 및 연신단계에 의해 제조된 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유가 $(T_{min}+10)^{\circ}\text{C}$ 내지 약 240°C 범위의 온도의 습열분위기에서 열처리될 때, 섬유는 상압하에서 쉽게 염색될 수 없다. 반대로, 약 4000m/분 이상의 방사속도로 제조된 미연신 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유가 상기 온도 범위내 온도의 순열 분위기에서 열처리될 때, 섬유는 상압하에서 쉽게 염색될 수 있으며 섬유의 신도가 강도의 감소 없이 감소하는 경향이 있고, 그 결과, 섬유는 의류제조에 적당한 약 10- 약 60%의 신도와 약 5% 이하의 비수 수축률을 갖는 섬유로 변한다.

본 발명에서 이용될 수 있는 과열 증기가 공기와 증기의 혼합물일 수 있고, 그 과열 증기는 공기대 증기의 몰비 $(1-X)/X$ (여기서, X는 증기의 몰분율로서 약 0.3 이상이다)로 나타내어질 수 있다.

이용될 수 있는 습열처리 온도는 약 $(T_{min}+60-85X)^{\circ}\text{C}$ 내지 약 $(290-50X)^{\circ}\text{C}$ 이다. 방사속도가 증가할수록, 습열처리에 보다 바람직한 온도는 상기 범위내에서 높은 영역으로 이동한다. 예를들면, 약 6,000-8,000m/분의 방사속도로 얻어진 섬유의 습열처리에서, 이용된 온도는 약 225°C - 240°C 가 바람직하다.

섬유의 균염성을 증진시키기 위해서, 습열처리 온도는 엄격히 조절될 필요가 있으며, 미리 정해진 온도 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 내에서 조절되는 것이 바람직하다.

습열처리에 의해 적어도 4,000m/분의 방사속도로 얻어진 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유의 염색성은, $(T_{min}+10)^{\circ}$ 내지 약 240°C 범위내의 고온이 습식 열처리에 이용되고 처리기간이 더 길어질 때, 증진될 수 있다. 따라서, 습열처리 온도가 높아질수록 처리기간은 더 짧아진다. 예를 들면, 약 4,500m/분의 방사속도로 얻어진 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유의 T_{min} 은 일반적으로 약 212°C - 213°C 이며, $(T_{min}+10)^{\circ}\text{C}$ (즉, 약 222°C -약 223°C)의 온도의 과열 증기에서 열처리 하므로써 상압하에 염색될 수 있는 섬유를 제공하기 위해, 습열처리 기간은 약 0.1-약 10초인 것이 바람직하고, 약 230°C 의 과열 증기에서의 열처리에 의해 약 0.01-약 0.8초의 습열처리 기간에서 같은 정도의 염색성이 제공될 수 있으며, 약 0.8초 이상의 습열처리 기간을 이용할 수 있다.

본 발명에서 이용될 수 있는 습열처리 장치는 $(T_{min}+10)^{\circ}\text{C}$ 내지 약 240°C 의 습열 분위기를 제공할 수 있는 장치이면 되고, 그 형태는 특별히 한정되지 않는다. 예를 들면, 약 4,000m/분 이상의 방사속도로 얻어진 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는, 상기 온도 범위내의 온도를 갖는 과열 증기가 분사되는 실린더나, 또는 외부 주위가 전기 가열기로 가열되고 상기 온도 범위의 과열 증기가 분사되는 실린더를 지나 통과될 수 있다. 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는 증기 또는 포화 증기가 주입되는 오토클레이브(autoclave)내에 도입 될 수 있다.

본 발명에 따른 습열처리에서, 약 4,000m/분 이상의 방사속도로 얻어진 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유가 약 -20% 내지 +5%의 연신비에서 습열처리될 때, 섬유의 기계적 성질은, 습열처리 동안 섬유의 양끝을 자유롭게 유지하므로써 섬유의 종방향으로 고정되지 않고 얻어진 섬유의 것보다 우수하다. 섬유가 섬유 양끝을 자유롭게 유지시킨채 습열처리될 때, 섬유의 강도는 습열처리 전과 거의 같다. 한편, 섬유가 약-20% 내지 +5%의 연신비로 습열처리될 때, 섬유의 강도는 열처리 전의 것보다 더 커진다. 그러나, 약 +5% 이상의 연신비로 습열처리할 때, 염색성의 향상이 적고, 그 결과, 섬유는 상압하에서 염색될 수 없다.

약 4,000m/분 이상의 방사속도로 얻어진 폴리에틸렌 테레프탈 레이트 섬유가, 섬유 양끝을 자유롭게 유지시킨채로, $(T_{min}+10)^{\circ}\text{C}$ 내지 240°C 의 온도로 습열처리될 때, 수축률은 약 25% 이상으로 된다. 다시 말해서, 약 -20%의 연신비에서도 열처리된 섬유는 긴장되고 연신된 상태에 있게 된다. 습열처리에서의 연신비는 약 -5 내지 약 0%인 것이 바람직하다. 습열처리를 위한 과열 증기에서 증기의 몰분율 X가 커지면, 처리온도는 낮아질 뿐만 아니라, 처리된 섬유의 균염성이 증진될 수 있다.

제3도는, 폴리에틸렌 테레프탈레이트의 용융물이 미리 정해진 온도로 가열된 방사헤드(2)에 설치된 노즐(도시 안됨)로부터 압출된 후 대기 중에서 냉각되어 필라멘트(1)를 형성하는, 본 발명의 방법에 이용되는 장치의 또 다른 예를 나타낸다. 이 장치에서, 가열지역(3), 예를들면, 압출된 필라멘트(1)을 둘러싼 가열 원통체가 노즐 표면에 제공되고, 흡인장치(4)는 가열지역(3) 아래에 설치되어 필라멘트(1)를 흡인 및 냉각한다. 가열지역(3)과 흡인장치(4)를 통과한 필라멘트는 유체를 필라멘트에 부여하는 장치(5)와 필라멘트를 집속하는 장치(6)에 의해 처리된 다음, 필라멘트를 인취하기 위해

한쌍의 인취로울러(7)에 1~수번 권취된다. 인취로울러(7)의 회전은, 필라멘트(1)의 속도가 적어도 약 4,000m/분으로 되도록 하는 방식으로 조절된다. 다음, 필라멘트는, 과열 증기를 가열원통체 내부로 분사하는 다수의 슬릿(15)을 갖는 열처리용 가열 원통체(14)에 통과시킴으로써 과열증기에 의해 열처리된 다음, 한쌍의 송출로울러(21)에 1~수번 권취됨과 동시에, 섬유 장력이 가열원통체(14)의 내벽과 섬유가 접촉되지 않도록 조절되고, 마지막으로 권취기(22)에 권취된다. 한편, 보일러(20)에서 형성된 약 10kg/cm²의 압력을 갖는 포화증기가 밸브(19)를 통해 증기 가열용 장치(17)로 도입된 다음, 가열기(18)에 의해 가열되어(T_{min}+10)°C 내지 약 240°C 온도의 과열증기를 형성한다. 이 과열증기는 습열처리를 위한 가열 원통체(14)로 공급됨과 동시에, 가열 원통체(14)의 내부벽에 제공된 다수의 슬릿(15)을 통해 분사되고 밸브(16)에 의해 공급된 과열 증기의 양을 조절한다. 그리하여, 습열처리가 연속적으로 실시된 후 방적된다. 또한, 필라멘트(1)가, 습열처리를 위한 가열원통체(14)를 통과하지 않고 권취기(22)에 권취된 후, 필라멘트는 별도로 설치된 습열 처리용 장치에 의해 습열처리된다.

제4도는 약 4,000m/분 이상의 방사속도로 얻어진 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유의 다발(도우, 슬라이버와 같은)을 습열 처리하는 장치의 일예를 나타내며, 여기서 섬유다발(23)은 한쌍의 공급로울러(24)에 의해 인발되고, 섬유 다발을 습열처리 장치(27)로 안내하는 가이드 로울러(25)에 도달한다. 습열처리장치(27)의 입구와 출구에 슬릿(26)과 (26')가 제공되고, 이들 각각은 습열처리 장치(27)의 내부온도가 외기에 의해 변화하는 것을 방지한다. 습열처리장치(27)에는 다수의 슬릿(28)이 섬유다발(23)의 통로의 내부벽에 제공되고, 과열증기가 슬릿(28)을 통해 섬유다발(23)의 상부 및 저부 표면에 동시에 분사된다. 또한, 습열처리장치(27)에, 과열증기의 온도를 조절하기 위해서 히이터(29)가 설치되어 있다. 보일러(36)에서 생성된 압력 약 10kg/cm²의 포화증기는 밸브(35)를 통하여 증기가열장치(33)으로 보내지고, (T_{min}+10)°C 내지 약 240°C의 과열증기를 형성하도록 히이터(34)에 의해 가열된다. 이 과열증기는 밸브(32)를 통하여 습열처리장치(27)에 공급되고, 히이터(29)에 의해 온도분포를 조절하면서 슬릿(28)로 부터 섬유다발(23)에 분사된다. 습열처리한 섬유다발(23)은 슬릿(26')를 지나 가이드 로울러(30)으로 통과되고 인취 로울러(31)에 의해 인취된다.

또한, 섬유의 모듈러스 및 강도가 증가될 필요가 있고 신도는 감소될 필요가 있는 분야에서 섬유가 사용될 때, 건열 또는 습열에 의한 열처리 후에 그 섬유는 연신될 수 있다. 이러한 연신이 약 110°C 이하의 온도에서 약 1.05 내지 약 2.0의 연신비로 수행될 때, 기계적 성질은 증가하고 염색성은 변하지 않는다.

본 발명에 따라서 폴리에틸렌 테레프탈레이트로 이루어진 폴리머의 용융물은 섬유형성을 위해서 최소한 약 4,000m/분의 방사속도로 압출된 다음, 한번 권취되고, 계속하여 습열처리를 받거나 또는 그 습열처리가 방사단계후 연속적으로 수행될 수 있다. 권취시의 섬유의 온도가 낮은 것이 바람직하므로, 습열처리의 온도와 습열처리될 섬유의 양을 포함한 실제 목적을 위해 습열처리가 방사단계 후에 불연속적으로 수행되는 것이 바람직하다.

습열처리될 수 있는 섬유는 약 4,000m/분 이상 방사속도로 얻은 다수의 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유를 집속하여 얻은 도우, 그러한 도우를 적절한 길이로 절단하여 얻은 스테이플 파이버를 포함한다. 그러한 도우 또는 스테이플 파이버는 다수의 구멍을 가진 통내에 배치되고, 그 통이 습열처리를 위해 오토클레이브내에 놓여진다. 그 스테이플 파이버는 웨브 또는 개면후의 슬라이버 형태이거나 또는 방적사 형태일 수 있다.

본 발명의 가연(假燃)된 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유를 하기에 상세히 설명한다.

가연된 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유의 무정형 영역의 미세구조와 염색성 사이의 관계에 대한 연구 결과, 그 섬유가 상압하에서 염색될 수 있게 하기 위해서는, 가연되지 않은 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유에서와 같이 전술한 조건(II) 및 (III)이 필요하다는 것이 발견되었다. 상기한 조건(II) 및 (III)을 만족하는 개질되지 않은 폴리에틸렌 테레프탈레이트의 가연된 섬유는 알려져 있지 않고 통상의 가연된 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는 상압하에서 염색될 수 없고 그러한 종래의 섬유의 T_{max} 및 (tan δ)_{max}는 각각 130°C 이상 및 0.14 이하이다.

가연된 섬유의 미세구조는 가연시 열적으로 안정화되며, 따라서, 가연된 섬유의 염색성은 가연전의 섬유와 다르다. 예를 들면, 가연전의 상압하에 염색될 수 있는 섬유의 T_{max}가 약 105°C 이하이고 (tan δ)_{max}가 약 0.14 이상일 때, 염색성은 증가한다. 또한, T_{max}가 약 105°C 이하일 때, 염색성은, 염색성의 관점에서만 (tan δ)_{max}에 대한 어떤 특정 제한없이 (tan δ)_{max}의 증가와 함께 증가한다. 또한 가연된 섬유는 높은 (tan δ)_{max} 값 또는 낮은 T_{max} 값에서 쉽게 염색될 수 있다. 그러나, 가연섬유가 상압하에 염색될 수 있게 하기 위해서는, 가연섬유는 적어도 상기조건(II)를 만족시킬 필요가 있다. 일반적으로, 가연이 180°C 이상의 온도에서 수행될 때, 그 가연섬유는 상기조건(III)을 거의 만족시킨다. 가연섬유가 상기 조건(II)을 만족시키기 위해서는, 예를 들면 가연전의 섬유가 약 4,000m/분 이상의 방사속도로 권취되고, 계속하여 그 권취된 섬유를 고온, 대표적으로 약 230°C 이상의 온도에서 짧은 시간동안, 대표적으로는 약 2초보다 짧은 시간동안 건열에 의해 열처리하거나, 또는 (T_{min}+10)°C~약 240°C 온도의 과열 증기와 같은 습열에 의해 열처리함에 의해 얻어진다. 한편, 약 4,000m/분 이하의 방사속도에서 얻어진 미연신 섬유, 또는 그러한 미연신 섬유를 연심함에 의해 얻어진 연심섬유를 가연하는데 있어서는, 열고정을 증진시키고 권축소멸을 감소시키고 가연전 또는 후의 염색성 변동을 감소시키기 위해 가연-열고정-해연과정에서 약 150°C~약 215°C의 열고정 온도와 약 0.15g/dtex~약 0.5g/dtex의 하중을 이용하는 것이 보통이다. 이러한 조건하에서 얻은 가연섬유는 약 135°C의 T_{max}와 약 0.10의 (tan δ)_{max}와 가연전의 섬유와 거의 같은 염색성, 또는 가연전의 섬유와 비교하여 약간 증진된 염색성을 가지며, 따라서, 상압하에서 염색될 수 있는 것이라고 말할 수 없다. 본 발명의 가연섬유의 염색성을 더 개선하기 위해, T_{max}를 약 115°C 이하, (tan δ)_{max}를 약 0.14

이상으로 한다. 그러나, 이 경우에, 결정영역의 성장이 열안정성의 증가에 필요하다.

본 발명의 가연 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는 폴리에스테르 섬유의 적당한 고유 성질들을 갖기 위해 최소한 약 55g/d의 30°C에서의 초기 모듈러스를 가질 필요가 있다. 그러므로, $(\tan \delta)_{\max}$ 는 약 0.30 이하이어야 한다.

본 발명의 가연 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는 미터당 최소한 약 500개의 권축수와 최소한 약 100%의 권축 신장성을 가지는 것이 바람직하다. 가연을 하지 않은 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유에서와 같이, X_c , ACS 및 CO는 외부 영향과 구조의 열안정성에 의해 가연폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유의 변형과 밀접한 관련이 있다.

본 발명에서는 본 발명의 가연섬유가 폴리에스테르 권축 섬유로서 적당한 성질들, 즉 적어도 약 3g/d의 강도, 약 20% 내지 약 60%의 신도, 약 55g/d 내지 약 130g/d의 초기 모듈러스를 가지도록 X_c 가 약 70% 내지 약 90%, ACS가 약 50Å 내지 약 85Å, CO가 약 85% 내지 약 97%인 것이 바람직하다. 한편, 통상의 가연섬유는 약 20% 내지 약 30%의 X_c , 약 30Å의 ACS, 및 약 85%의 CO를 가진다.

본 발명의 가연섬유의 제조방법의 하나의 대표적인 예로서, 약 5,000m/분 방사속도로 권취된 미연신 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는 255°C의 표면 온도를 가지는 튜브 히이터에서 그 히이터의 표면과의 접촉없이 0% 신장율로 0.6초 동안 열처리 된 다음, 200°C와 5%의 과공급비에서 가연된다. 가연 섬유의 상압하에서의 염색성의 견지에서, 본 발명에서의 가연전의 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유가 약 0.14 이상의 $(\tan \delta)_{\max}$, 약 115°C 이하의 T_{\max} , 및 적어도 약 55g/d의 30°C에서의 초기 모듈러스를 가지는 것이 바람직하다. 또한, 가연 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는 200°C 정도에서 온도의 증가에 따른 초기 모듈러스의 감소에 기인하여 적은 값의 $\tan \delta_{220}$ 을 갖는 것이 바람직하다. $\tan \delta_{220}$ 이 약 0.005이하일 때, 온도의 증가에 따른 초기 모듈러스의 감소는 현저히 적고, 섬유의 구조는 열에 대하여 매우 안정화된다.

본 발명에서 필요한 성질을 갖는 가연전의 섬유는 냉각 및 고화시 양호한 방사효율로 제조될 수 있고, 노즐로 부터 압출된 폴리에틸렌 테레프탈레이트 폴리머의 첫수변형은 폴리머 점도, 방사온도, 노즐아래 분위기의 상태, 압출된 필라멘트 냉각방법 및 방사속도와 같은 조건들을 조절함에 의해 제어된다. 압출된 필라멘트의 냉각 및 고화를 조절하는 것이 중요한데, 이는 압출된 필라멘트의 급격한 냉각 및 고화와, 그 필라멘트에 직각으로 교차하는 단일 방향의 저온의 냉풍을 사용함에 의한 냉각 및 고화가 양호한 방사 효율 및 바람직한 성질을 얻는데 좋지 않기 때문이다. 또한, 본 발명의 가연전의 상기 섬유는 가연을 위한 섬유로 이용될 수 있다.

가연전의 섬유는 제5도에 도시된 바와 같은 통상의 가연장치에 의해 가연된다. 본 발명의 가연 섬유는 대기압과 100°C에서 양호한 염색성을 가지며, 최종 제품을 제조하는 과정에서 주어지는 열에 대한 구조적 변형이 특성의 미세 구조에 기인하여 적고, 이류 형성용 섬유로서 특히 유용하다.

본 발명의 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는 모노필라멘트, 모노필라멘트와 멀티필라멘트의 플랫폼 야안(flat yarn) 가 가연(假燃)사, 도우, 방적을 위한 출발물질로서 적당히 절단된 길이와 권축을 가지는 스테이플 파이버 또는 절단 섬유들, 그 스테이플 파이버를 개면하여 얻는 웨브, 그 웨브로부터 만들어진 슬라이버 및 그 슬라이버로부터 만들어진 방적사를 포함한다.

본 발명의 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유가 본 발명에서 정의된 바와 같은 미세구조를 가지기 때문에, 이 섬유는 상압하에서 분산 염료로 염색될 수 있고, 따라서 상압 염색기에 의해 캐리어 사용 없이 염색될 수 있다. 이러한 이유로, 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유로만 만들어진 제품뿐만 아니라, 아크릴 섬유, 양모 또는 스판덱스 섬유와 혼합하여 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유로 만들어진 제품도 염색하는 것이 가능하다. 또한, 재생 셀룰로즈 섬유와 혼합하여 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유로 만들어지고 우수한 기계적 성질을 가지는 염색된 제품이 얻어질 수 있다. 또한, 날염에 있어서도, 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유 또는 그 섬유와 아크릴 섬유, 양모, 스판덱스 섬유 또는 재생셀룰로즈 섬유와의 혼합물로 만들어진 제품을 상압하에 증기 처리하는 것이 가능하고, 따라서 비용 감소가 얻어지고 우수한 촉감과 기계적 성질을 가지는 나염된 제품이 얻어질 수 있다.

본 발명의 구조적 성질들을 설명하기 위해 사용되는 각종 파라미터들의 측정 방법은 다음과 같다.

(A) 역학적 손실정점($\tan \delta$)과 동적 탄성률(E')

역학적 손실정점($\tan \delta$) 및 동적 탄성률(E')는 일본 동양 볼드원사제, 레오-바이브론 DDV-IIc형 동적 점탄성 측정장치를 사용하여, 측정주파수 110Hz, 승온속도 10°C/분으로 건조한 공기 중에서 측정될 수 있다. $\tan \delta$ -온도 곡선에서 $\tan \delta$ 의 피이크온도(T_{\max}) [°C]와 피이크값($\tan \delta)_{\max}$ 가 얻어진다. 11(a)도 및 제 11(b)에 본 발명의 섬유(A), 종래의 연신사(B), 미연신사(C), 부분 배향사(D)의 각각 $\tan \delta$ -온도곡선, E' -온도곡선의 전형예를 나타내었다.

(B) 겉보기 미결정(微結晶)의 크기(ACS)

적도방향의 X선 회절강도를 적도반사법에 의하여 측정하므로써 겉보기 미결정 크기(ACS)를 구할 수 있다.

X선 회절강도는 일본 이학전기사제 X선 발생장치(RU-200PL)과 고니오미터(SG-9R), 계수관에는 신티레이숀카운터, 계수부에는 파고분석기를 사용하여, 니켈필터로 단색화한 Cu-K α 선(파장 $\lambda=1.5418\text{\AA}$)로 측정한다. 섬유시료의 섬유축이 X선 회절면에 대하여 수직이 되도록 알루미늄제 샘플홀더에 세트한다. 이때 시료의 두께는 약 0.5mm 정도 되도록 조정된다. 30KV, 30mA로 X선 발생장치를 운전하고 스캔속도 1°/분, 차아트속도 10mm/분, 타임 콘스탄트 1초, 다이버전트 슬릿 1/2°, 리시어빙 슬릿 0.3mm, 스캐터링 슬릿 1/2°에 있어서 2 θ 의 7°에서 35°까지 회절강도를 기록한다. 전체 회절 곡선이 기록계의 폴스 케일 안에 들어가도록 설정한다.

폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는 대체로 적도선의 회절각 $2\theta=17^\circ \sim 26^\circ$ 의 범위에 3개의 주요한 반사를 갖는다. (저각측측으로부터 (100), (010), (110)면. 제12도는 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유의 X선 회절 강도 곡선의 1예를 보인다. (도면중, (e)는 결정 영역에 기인한 X선 회절강도의 일부분을 나타내고, (f)는 무정형 영역에 기인한 X선 회절강도의 일부분을 나타낸다). ACS를 구하는 데는 예컨대 "엘. 이. 알렉산더"저 "고분자 X선 회절" 화학동인출판, 제7장의 셰러어(Scherrer)의 식을 사용한다.

$2\theta=7^\circ$ 와 $2\theta=35^\circ$ 의 사이에 있는 회절강도 곡선간을 직선으로 잇고 기선으로 한다. 회절피이크의 정점에서 상기 기선에 수직선을 내려서 피이크와 기선 사이의 중점을 기입한다. 중점을 지나 수평선을 회절강도 곡선에 긋는다. 2개의 주요한 반사가 잘 분리되어 있는 경우에는 이선이 상기 곡선의 피이크의 두 어깨와 교차하는데, 분리가 나쁠 경우에는 한 어깨와만 교차한다.

이 피이크의 폭(반치폭)을 측정한다. 한쪽의 어깨에만 교차하는 경우에는 교차한 점과 중점 사이의 거리를 측정하고, 그것을 2배한다. 또, 두 어깨와 교차하는 경우는 양 어깨 사이의 거리를 측정한다. 이들의 측정치를 래디안 표시로 환산하여 라인폭으로 한다. 다시 이 라인폭을 다음 식으로 보정한다.

$$\beta = \sqrt{B^2 - b^2}$$

여기서, B는 측정된 라인폭, b는 브로드닝(broadening) 정수로서, 규소 단결정의 (111)면 반사의 피이크의 래디안으로 표시한 라인폭(반치폭)이다. 겉보기 미결정의 크기(ACS)는 다음 식

$$\text{ACS}(\text{\AA}) = K \cdot \lambda / \beta \cos \theta$$

에 의하여 주어진다. 여기서, K는 1, λ 는 X선의 파장(1.5418 \AA), β 는 보정된 라인폭, θ 는 브래그각(Braggangle)으로 2θ 의 1/2이다.

(C) 결정화도(X_c)

ACS의 측정과 동일하게 하여 얻어진 X선 회절강도 곡선에서, $2\theta=7^\circ$ 과 $2\theta=35^\circ$ 의 사이에 있는 회절강도 곡선 사이를 직선으로 잇고, 기선으로 한다. $2\theta=20^\circ$ 부근의 계곡을 정점으로 하고, 저각측 및 고각측의 밑을 따라 직선으로 잇고, 결정부분과 무정형 부분으로 분리하여 X_c 를 다음 식에 따라 면적법으로 구한다.

$$X_c = \frac{\text{결정부분의 산란강도}}{\text{전체 산란강도}} \times 100$$

(D) 결정 배향도(C_0)

일본 이학전기사제 X선 발생장치(RU-200PL), 섬유시료 측정장치(FS-3), 고니오메터(SG-9), 계수관에는 신티레이션 카운터, 계수부에는 파고 분석기를 사용하여, 니켈필터로 단색화한 Cu-K α 선(파장 $\lambda=1.5418\text{\AA}$)으로 결정 배향도(C_0)를 측정한다. 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는 대체로 적도선상에 3개의 주요한 반사를 가지는데, 결정배향도(C_0)의 측정에는 (010)면 반사를 사용한다. 사용되는 (010)면 반사의 2θ 는 적도선 방향의 회절강도 곡선으로부터 결정된다.

X선 발생장치는 30KV, 80mA로 운전한다. 섬유시료 측정장치는 시료를 단사끼리가 서로 평행이 되도록 정리하여 부착한다. 시료의 두께가 약 0.5mm 정도가 되도록 하는 것이 적당하다. 적도 방향의 회절강도 곡선에서 결정된 2θ 치에 고니오메터를 세팅한다. 대칭투과법을 사용하여 방위가 방향을 $-30^\circ \sim +30^\circ$ 범위로 하여 주사하여 방위각 방향의 회절강도를 기록한다. 또한 -180° 와 $+180^\circ$ 의 방위각 방향의 회절강도를 기록한다. 이때 스캐닝 속도 $4^\circ/\text{분}$, 차아트속도 10mm/분, 타임 콘스탄트 1초, 콜리메터 2mm ϕ , 리시이빙 슬릿 폭 19mm, 횡폭 3.5mm이다.

얻어진 방위각 방향의 회절강도 곡선에서 C_0 를 구하려면, $\pm 180^\circ$ 에서 얻어지는 회절강도의 평균치를 얻어, 그 평균치를 지나 수평선을 긋고 기선으로 한다. 피이크의 정점으로 부터 상기 기선에 수직선을 내려서 그 높이의 중점을 구한다. 중점을 지나 수평선을 긋고, 이것과 회절강도 곡선과의 2개의 교점 사이의 거리를 측정하고, 이 값을 각도($^\circ$)로 환산한 값을 배향각 $H(^\circ)$ 으로 한다.

결정 배향도 (C_0)는 다음 식

$$(\%) = \frac{180^\circ - H}{180^\circ} \times 100$$

에 의하여 주어진다.

(E) 평균 굴절률(n_{11}, n_{\perp}) 및 평균 복굴절률(Δn)

투과정량 간섭 현미경(예컨대 동독 칼-프라이스 예나사제, 간섭 현미경 "인터파코")을 사용하여 간섭 무늬법에 의하여, 섬유의 측면에서 관찰한 평균굴절률의 분포를 측정할 수가 있다. 이 방법은 원형단면을 가지는 섬유에 적용될 수 있다.

섬유의 굴절률은 섬유축에 대하여 평행한 전기장 벡터를 가지는 편광에 대한 굴절률(n_{11})과 섬유축에 대하여 수직인 전기장 벡터를 가진 편광에 대한 굴절률(n_{\perp})에 의하여 특징 지워진다.

여기에 설명하는 측정은 모두 녹색광선(파장 $\lambda=549\text{m}\mu$)을 사용한다. 광학적으로 균일한 슬라이드 유리 및 커버 유리의 사이에 0.2-2 파장의 범위내의 간섭무늬의 차이를 주는 굴절률(N)을 가지고 섬유에 대하여 불활성인 봉입제를 주입하고, 이 봉입제에 시료섬유를 담근다. 봉입제의 굴절률(N)은 녹색광선 파장 $\lambda=549\text{m}\mu$ 을 사용하여 아베(Abbe) 굴절계에 의해 20°C 에서 측정된 값이다. 여러개의

필라멘트들이 서로 접촉하지 않도록 상기 봉입제 내에 넣어지고, 섬유는 그 섬유축이 간섭 현미경의 광축 및 간섭무늬에 수직이 되도록 설치되어야 한다. 이 간섭무늬의 패턴을 사진 촬영하고 약 1,500 배로 확대하여 해석한다. 제13도에서 봉입체의 굴절률을 N , 섬유의 외주상의 점 S^I-S^{II} 사이의 굴절률을 n_{11} 또는 n_{\perp} , S^I-S^{II} 사이의 두께를 t , 사용광선의 파장을 λ , 백그라운드의 평행간섭무늬의 간격 (1λ 에 상당)을 D , 섬유에 의한 간섭무늬의 차이를 d 로 하면, 광로차 Γ (감마)는,

$\Gamma = d/D\lambda = [n_{11}(\text{또는 } n_{\perp}) - N] t$ 로 표시된다.

섬유의 반경을 R 로 하면, 섬유의 중심에서 외주 까지의 각 위치에서의 광로차로 부터, 각 위치에서의 섬유의 굴절률 n_{11} (또는 n_{\perp})의 분포를 구할 수가 있다. r 을 섬유의 중심으로 부터 각 위치까지의 거리로 한때, 섬유의 중심에 있어서의 굴절률, 즉 $X=r/R=0$ 이 평균굴절률 [$n_{11(0)}$ 또는 $n_{\perp(0)}$]로 정의된다. X 는 섬유의 외주상에 있어서 1이 되고, 기타의 부분에서는 0~1의 사이의 값이 되는데, 예컨대 $X=0.8$ 의 점에 있어서의 굴절률을 $n_{11(0.8)}$ (또는 $n_{\perp(0.8)}$)로 표시한다. 또 평균 굴절률 $n_{11(0)}$ 와 $n_{\perp(0)}$ 로 부터 평균 복굴절률(Δn)은 $\Delta n = n_{11(0)} - n_{\perp(0)}$ 으로 표시된다.

제13도에서 37은 섬유이고, 38은 봉입제에 의한 간섭무늬, 39는 섬유에 의한 간섭무늬이다. $\Delta n(0.8-0)$ 은 $X=0$ 과 $X=0.8$ 사이의 Δn 의 차를 의미한다. 변경된 단면을 가지는 섬유에서, 벡케선법(Becke line method)에 의해 측정된 굴절률은 $X=0.8$ 로 정의되고, 간섭 현미경에 의해 관찰된 $\Gamma=0$ 즉, $d=0$ 에서의 봉입체의 굴절률은 $X=0$ 에서의 굴절률로 정의된다.

(F) 비수 수축률

0.1g/d 하중하에서의 시료의 길이를 L_0 로 하고, 하중을 제거하고 비수중에서 30분간 처리한 후 재차 같은 하중하에서 측정된 길이를 L 로 한때, 비수수축률은

$$\text{비수수축률(\%)} = \frac{L_0 - L}{L} \times 100$$

로 표시된다.

(G) 용해종료온도(T_{m3})

Perkin-Elmer 사제 SDC-1b형의 시차 주사 열량계를 사용하여 시료량 약 1.5mg을 질소 가스 분위기 중에서 약 180℃로 부터 승온속도 20℃/분으로 승온하면서 가열하여 용해곡선을 측정한다. 제14도에 표시된 바와같이, 그 용해곡선의 용해종료 온도를 T_{m3} 이라 정의한다. T_{m2} 는 피이크 온도이고, T_{m1} 은 용해계시온도이다.

(H) 염색성

염색성은 염료 흡착률에 의하여 평가하였다. 분산염료(레졸린 블루우(Resoline Blue) FBL) 바이엘사 상품명)를 사용하고, 염료농도 3%, owf, 옥비 1대 50으로 100℃에서 시료를 염색하였다. 분산제로서 Disper TL을 염액에 1g/l 넣고, 다시 초산에 의하여 염액의 pH를 6으로 조정한다. 소정시간(1시간) 경과후, 염액을 일부 채취하고, 625nm의 흡광도에서 잔액중의 염료량을 산출하고, 소모된 염료의 양이 염색에 사용한 염료량에서 나머지 염료량을 감한것에 의해 얻어졌다. 염료 소모율은 소모된 염료량을 이용된 염료량으로 나누고 100으로 곱하여 계산된다. 또한 시료로서는 2g/l의 스코어를 FC-250을 사용하여 60℃로 20분 정련하여, 건조, 조습(20℃×65%RH)한 것을 사용하였다.

섬유가 상압하에서 염색될 수 있는가 아닌가는 상기 조건하에 60분간 130℃에서 염색된 통상의 폴리 에틸렌테레프탈레이트 섬유의 80%와 섬유의 염료소모를 비교함에 의해 결정된다. 섬유의 염료소모가 80% 이상일때, 그 섬유는 상압하에서의 양호한 염색성을 가지는 것으로 판정될 수 있다.

(I) 염색 견로도

염료농도를 1% owf로 하고, 염색시간을 90분으로 하는 이외는 염색성 평가와 같은 방법으로 염색한 시료를 소디움하이드로 설파이트 1g/l, 순산화나트륨 1g/l, 계면활성제(선모올 RC-700) 1g/l를 사용하여 옥비 1대 50, 80℃에서 20분간 환원세정한것을 평가하였다.

염색견로도는 내광견로도(JIS-L-1044에 준한다).

마찰견로도(JIS-L-0849에 준한다), 승화 견로도(JIS-L-0850에 준한다)에 대하여 평가하였다. 이들 평가를 5등급(가장 낮은 것을 1이고 가장높은 것을 5로 하였다)으로 하고 옥안으로 결정하였다.

(J) 초기 모듈러스

앞에나온 동적 점탄성 시험의 E' 의 30℃에 있어서의 값을 초기 모듈러스로 하였다.

(K) 강도 및 신도

일본 동양 보울드워사제 TENSILON UTM-II-20형 인장 시험기에 의하여 초장 5cm., 인장속도 20분에서 측정하였다. 권축을 가진 섬유에서, 이용된 초장 5cm는 권축이 퍼진 길이이다.

(L) 권축형태 유지율

일본 특개소 48-35112호에서 개시되어 있는 권축 발현률중 $D_{5.0}$ 을 이용한다. 즉, 우선 연신-가공공정에서 얻어진 가공사의 $CD_{5.0}$ 을 측정하고, 그치를 α 로 한다. 다음에, 0.1g/d의 하중을 부여한채, 이 가공사를 100℃의 비수중에 1분간 적신다. 다음에 20℃, 60%RH의 분위기 중에서 사의 자유단을 자연 건조시켜 24시간 이분위기 하에 방치한다. 다음에, 다시 $CD_{5.0}$ 을 측정하고 그 치를 β 로 하면, 가공

사의 권축형태 유지율(%)은 $\beta/\alpha \times 100$ 으로 표시된다. 통상, 이 유지율이 65% 이상이면 권축 형태 유지성은 양호하다고 판정된다.

본 발명을 하기 실시예에 의해 상세히 설명한다.

[실시예 1]

35℃의 페놀과 테트라클로로 에탄의 체적비 2 : 1의 혼합 용매에서 측정된 고유점도 $[\eta]$ 가 0.63dl/g 인 폴리에틸렌 테레프탈레이트를 방사온도 300℃에서 직경 0.35mm의 미세구멍 7개를 가진 노즐로부터 압출하였다. 압출된 필라멘트를, 주행필라멘트와 평행한 방향으로 섬유 원주 방향으로 부터 공급된 22℃의 기류에 의해 냉각, 고화 시켰다. 그리고 오일링(oiling)제를 가한후 그 필라멘트를 3000m/분 내지 7000m/분의 방사속도로 권취하여 35d/7f의 멀티필라멘트를 얻었다. [권취된 필라멘트를 히이터의 표면과의 접촉없이 1.5% 신장과 1초간 제1도의 열처리용 히이터(9)로 통과시키면서 열처리하였다. 히이터의 내부 온도는 $240 \pm 0.5^\circ\text{C}$ 로 조정되었다. 이렇게 생성된 폴리에틸렌테레프탈레이트 섬유의 미세구조의 특징과 기계적 성질을 표 1에 나타내었다. 번호 1내지 4의 섬유는 본 발명에 의한 것이고, 번호 5내지 7의 섬유는 본 발명에 의한 것이 아니다. 표 1에서 보는 바와같이 번호 1내지 4의 본 발명에 따른 섬유는 기계적 성질, 열안정성, 상압하의 염색성, 염색 경로도가 양호하다. 한편, 번호 5-7의 본 발명 밖의 섬유는 상기 성질들이 불충분하다.

[표 1]

실험번호	방사속도 (미터/분)	연신비*1)	동적질탄성				중질물			국부적 중질물분포
			$T_{max}(^\circ\text{C})$	$(\tan\delta)_{max}$ (-)	$\tan\delta_{220}$ (-)	$E'_{30}(g/d)$	$\frac{dn}{n_{11}(CO)}$ ($\times 10^{-3}$)	$n_{11}(CO)$ (-)	$\frac{dn_{11}(CO)}{dn_{11}(CO)}$ ($\times 10^{-3}$)	
1	7000	—	94	0.150	0.024	73	120	1.692	15	대칭
2	6000	—	95	0.170	0.030	70	117	1.684	9	대칭
3	5000	—	96	0.200	0.045	69	91	1.666	7	대칭
4	4000	—	98	0.210	0.050	67	59	1.649	5	대칭
5*2)	3000	—	95	0.320	0.060	35	30	1.592	4	대칭
6*2)	1600	3.3	135	0.105	0.035	97	173	1.691	2	대칭
7*2)	1000	4.0	137	0.100	0.037	102	182	1.693	2	비대칭

실험번호	결정구조			기계적 및 열적성질				염료소모율 (%)	경로도 (등급)		
	Xc (%)	ACS (A)	CO (%)	강도 (g/d)	신도 (%)	비수 수 축률(%)	E'_{220}/E'_{150}		광	마찰	승화
1	76	55	95	4.3	38	2.9	0.75	94	4-5	5	4
2	70	51	92	4.1	47	2.9	0.72	93	4-5	4-5	3-4
3	52	48	87	3.6	56	3.1	0.70	93	4-5	4-5	3
4	31	40	85	2.7	61	3.5	0.60	90	4-5	5	3
5*	26	23	51	2.1	82	32.0	0.65	80	4-5	5	3
6*	62	18	90	5.0	23	7.8	0.55	45	3	4-5	3
7*	56	20	91	5.1	21	8.2	0.56	51	3	4-5	3

* 1) 160℃에서의 연신비

* 2) 번호 5내지 7의 섬유는 본 발명에 따른 섬유가 아님

* 표는 본 발명외의 섬유이다.

[실시예 2]

$[\eta]$ 0.63dl/g의 폴리에틸렌테레프탈레이트를 300℃의 방사온도에서 직경 0.35mm의 미세구멍 7개를 가지는 노즐로부터 압출하였다. 그 압출된 필라멘트를 주행하는 필라멘트에 평행한 방향으로 섬유 원주 방향으로 부터 공급된 22℃의 공기류로 냉각하고 고화하였다. 다음, 오일링제를 가한후 4000m/분내지 9000m/분의 방사속도로 권취하여 35d/7f의 멀티필라멘트를 얻었다. 이렇게 얻은 멀티 필라멘트를, 내부 온도가 245℃로 조정된 제1도의 열처리용 히이터(9)로 통과시키면서 (히이터의 표면과 필라멘트의 접촉없이) 2% 신장으로 0.8초간 열처리 하였다. 이렇게 얻은 폴리에틸렌테레프탈레이트 섬유의 미세구조의 특징과 기계적 성질을 표 2에 나타내었다. 참고로, 3000m/분의 방사 속도로 방사한 35d/7f의 섬유와, 1500m/분의 방사속도로 방사하고 130℃에서 연신비 3.3으로 연신한 섬유를 상기와 같이 열처리 하였다. 이들 섬유의 성질들도 표 2에 나타내었다.

표 2로부터, 4000m/분 이상의 방사 속도로 방사하고 2% 신장율로 245℃에서 0.8초간 열처리한 섬유는 쉽게 염색될 수 있고, 염색 경로도가 우수하며, 기계적 성질, 열안정성에서 매우 만족한 것임이 이해될 수 있다. 이에 비해서, 3000m/분의 방사 속도로 방사하고 상기 조건하에서 열처리한 섬유는 용이하게 염색될 수 있으나, 기계적 성질이 나쁘고, 1500m/분의 방사속도로 방사하고 연신하고 상기 조건하에서 열처리한 섬유는 용이하게 염색되지 않는다.

[표 2]

진행번호	방사속도 (m/min)	연신비 ^{*1)}	동적 점탄성				굴절률				T _{min} ^{*3)} (°C)	T _{m2} /T _{m3} ^{*3)} (°C/°C)
			T _{max} (°C)	(tanδ) -α(-)	tanδ ₂₂₀ (-)	E' ₃₀ (g/d) ²	Δn (×10 ⁻³)	D _{11(C)} (-)	주부적굴 절률분포			
1	9000	--	98	0.141	0.018	76	119	1.696	대칭	230	269/297	
2	8000	--	97	0.145	0.020	77	120	1.696	대칭	224	268/296	
3	7000	--	98	0.152	0.023	79	121	1.695	대칭	219	263/294	
4	6000	--	94	0.173	0.033	80	119	1.690	대칭	215	254/287	
5	5000	--	96	0.204	0.047	80	96	1.651	대칭	213	258/282	
6	4000	--	99	0.211	0.052	57	65	1.653	대칭	212	256/284	
7 ^{*2)}	3000	--	91	0.322	0.059	38	31	1.594	대칭	202	257/287	
8 ^{*2)}	1500	3.3	134	0.106	0.037	95	176	1.692	비대칭	208	262/291	

진행번호	진 정 구 조			기계적 및 열적특성				열 효 율 (%)	건 로 도 (등급)		
	Xc (%)	ACS (Å)	CO (%)	강 도 (g/d)	신 도 (%)	비수수축 률 (%)	E' ₂₂₀ / E' ₁₅₀		광	마찰	승화
1	80	75	94	3.5	26	1.5	0.81	95	4-5	5	4-5
2	78	65	94	3.8	29	1.7	0.79	95	4-5	5	4-5
3	76	58	93	4.4	37	2.8	0.75	94	4-5	5	4
4	68	54	91	4.2	44	3.2	0.73	94	4-5	4-5	3-4
5	52	51	86	3.6	59	3.3	0.72	93	4-5	4-5	3
6	32	43	83	3.5	63	4.4	0.70	91	4-5	5	3
7 ^{*2)}	28	25	49	2.3	85	31.0	0.66	81	4-5	5	3
8 ^{*2)}	60	19	88	5.1	24	7.7	0.57	43	3	4-5	3

- * 1) 130°C에서의 연신비.
- * 2) 7번과 8번의 섬유는 본 발명외의 것임.
- * 3) T_{min} 과 T_{m3}는 열처리전의 값임.

[실시예 3]

[η] 이 0.64인 폴리에틸렌 테레프탈레이트를, 방사온도 300°C로 0.35mm 직경의 7개의 미세구멍을 지닌 노즐에서 방사시켰다. 이것을, 주행필라멘트와 평행하게 섬유유 의 모든 원주 방향으로부터 공급된 22°C의 공기류에 의해 냉각, 고화시켰다. 다음, 오일링제를 가한 후, 35d/7f의 멀티 필라멘트를 형성하도록 4000m/분-9000m/분의 권취속도로 상기 필라멘트를 권취하였다. 계속하여, 얻어진 멀티 필라멘트를, 히이터의 표면과 접촉함이 없이 표면온도를 240°C로 한 제1도의 열처리 히이터(9)에 통과시켜 2%의 신장비에서 60m/분의 속도로 0.7초간 열처리하였다. 얻어진 폴리에틸렌테레프탈레이트 섬유의 현미경 구조의 특징과 특성을 표 3에 나타내었다. 참고로, 3000m/분의 방사속도로 얻어진 35d/7f의 섬유와 1500m/분의 권취속도로 방사되고 연신비 3.3으로 130°C에서 연신된 섬유를 상기와 동일하게 열처리 하였다. 이들 섬유의 성질들도 표 3에 나타내었다. 표 3에서, 4000m/분 이상의 방사속도로 얻어지고 2% 신장에서 0.7초간 240°C로 열처리된 섬유는 용이하게 염색될 수 있고 건조도가 뛰어나고 기계적 성질과 열안정성이 매우 만족스럽다는 것이 이해될 수 있다. 반면에, 방사속도 3000m/분으로 얻어지고 상기 조건으로 열처리된 섬유는 쉽게 염색될 수 있으나 기계적 성질이 나쁘고, 1500m/분의 방사속도로 얻어지고 3.3의 연신비로 연신된 다음 상기한 조건으로 열처리를 행한 섬유는 염색이 용이하지 아니하였다.

[표 3]

진행번호	방사속도 (m/min)	연신비*1)	동적 점탄성				발열률			T _{min} *3)	T _{m2} /T _{m3} ^{*3)}
			T _{max} (°C)	(tanδ) _{max} (-)	tanδ ₂₂₀ (-)	E' ₃₀ (g/d)	Δn (×10 ⁻³)	n ₁₁₍₀₎ (-)	국부적굴절률분포		
1	9000	—	97	0.141	0.018	76	117	1.693	대칭	227	269/298
2	8000	—	96	0.144	0.020	77	118	1.692	"	225	268/297
3	7000	—	94	0.149	0.022	79	115	1.690	"	220	262/293
4	6000	—	95	0.169	0.032	80	114	1.681	"	216	259/288
5	5000	—	97	0.198	0.044	80	89	1.670	"	214	254/283
6	4000	—	98	0.213	0.054	57	56	1.640	"	213	255/285
7*2)	3000	—	90	0.319	0.063	39	53	1.591	"	200	259/287
8*2)	1500	3.3	136	0.104	0.038	96	180	1.690	비대칭	210	263/292

진행번호	결정구조			기계적 및 열적특성				연료소모율 (%)	전로도(등급)		
	Xc (%)	ACS (Å)	CO (%)	강도 (g/d)	신도 (%)	비수축률 (%)	E' ₂₂₀ /E' ₁₅₀		광	마찰	승화
1	80	77	96	3.6	25	1.3	0.82	96	4-5	5	4-5
2	77	66	96	3.8	31	1.4	0.80	95	4-5	5	4-5
3	75	59	95	4.4	37	2.7	0.76	94	4-5	5	4
4	71	52	92	4.0	45	3.0	0.74	94	4-5	5	4
5	52	50	88	3.6	58	3.2	0.71	93	4-5	4-5	3-4
6	34	42	85	3.4	64	4.1	0.69	92	4-5	5	3
7*2)	27	26	50	2.1	82	32.8	0.67	84	4-5	5	3
8*2)	63	18	91	5.2	126	7.6	0.54	46	3	4-5	3

* 1) 130°C에서의 연신비.

* 2) 번호 7과 8의 섬유는 본 발명외의 것임.

* 3) T_{min}과 T_{m2}/T_{m3}는 열처리전의 값임.

[실시예 4]

5000m/분의 방사속도로 실시예 3과 동일한 공정으로 제조되고 212°C의 T_{min}과 283°C의 T_{m3}를 지닌 35d/7f의 멀티 필라멘트를, 히이터의 표면과 접촉되게 함이 없이 표 4에 나타난 내벽 온도를 지니는 제1도의 열처리 히이터(9)에 통과시켜 1% 신장에서 0.8초간 열처리 하였다. 그렇게 하여 얻어진 섬유의 동적점탄성 성질, 기계적 및 열적 특성 및 염료 소모율이 표 4에 나타나 있다.

본 발명의 섬유의 Δn과 n₁₁₍₀₎는 각각 85×10⁻³ 내지 95×10⁻³과 1.665내지 1.676이었으며 국부적 굴절을 분포는 대칭이었다. 표 4에서, 본 발명에 따라 열처리 된 섬유는 용이하게 염색될 수 있고 기계적 및 열적 특성이 매우 만족스럽다는 것이 이해될 수 있다.

[표 4]

진행번호	열처리 온도 (°C)	동적 점탄성				기계적 및 열적특성				연료소모율 (%)
		T _{max} (°C)	(tanδ) _{max} (-)	tanδ ₂₂₀ (-)	E' ₃₀ (g/d)	강도 (%)	신도 (%)	비수축률 (%)	E' ₂₂₀ /E' ₁₅₀	
1*1)	200	130	0.150	0.043	65	3.6	78	9.1	0.65	45
2	225	99	0.170	0.042	76	3.6	60	3.2	0.69	93
3	250	93	0.215	0.042	72	3.6	52	2.1	0.75	95
4	275	91	0.250	0.050	70	3.5	45	1.3	0.68	93
5	—*2)	134	0.195	0.047	60	3.6	83	13.1	0.65	56

* 1) 번호 1의 섬유는 본 발명외의 것임.

* 2) 열처리하지 않은 섬유.

[실시예 5]

9000m/분의 방사속도로 실시예 3과 동일한 공정으로 제조되고 230°C의 T_{min} 과 298°C의 T_{m3} 을 가진 멀티 필라멘트를, 히터의 표면과 접촉됨이 없이 표 5에 나타난 내벽온도의 제1도의 열처리 히터(9)로 통과시켜 1% 신장으로 1초간 열처리 하였다. 얻어진 섬유는 동적 점탄성, 기계적 및 열적 특성과 염료소모율이 표 5에 나타나 있다. 본 발명의 섬유 Δn 과 $n_{11(0)}$ 은 각각 109×10^{-3} 내지 116×10^{-3} 과 1.694 내지 1.701이고, 국부적 굴절을 분포는 대칭이었다.

본 발명에 따른 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는 기계적 및 열적 특성의 저하없이 용이하게 염색될 수 있다.

[표 5]

진행번호	열처리 온도 (°C)	동적 점탄성				기계적 및 열적 특성				염료 소모율 (%)
		T_{max} (°C)	$(\tan\delta)_{max}$ (-)	$\tan\delta_{220}$ (-)	E'_{30} (g/d)	강도 (g/d)	신도 (%)	비수축률 (%)	E'_{220}/E'_{150}	
1*)	200	102	0.125	0.018	76	3.5	25	2.5	0.80	63
2*)	220	101	0.124	0.018	76	3.5	25	2.3	0.80	69
3	250	94	0.145	0.016	78	3.6	23	1.4	0.83	87
4	270	90	0.210	0.043	75	3.5	28	1.4	0.81	93
5	280	89	0.215	0.050	74	3.4	27	1.3	0.80	94
6	---*)	102	0.126	0.018	74	3.5	25	2.9	0.79	60

* 1) 진행번호 1과 2의 섬유는 본 발명외의 것임.

* 2) 열처리하지 않은 섬유.

[실시예 6]

4800m/분의 방사속도로 실시예 3과 동일한 공정으로 제조되고 212°C의 T_{min} 과 285°C의 T_{m3} 를 지닌 35d/7f의 멀티 필라멘트를, 가열장치의 표면과의 접촉없이 표 6에 나타난 연신율로 1.2초간, 내벽온도를 250°C로 조절한 열처리용 가열장치에 통과시켜 열처리하였다. 얻어진 섬유의 동적 점탄성, 기계적 및 열적 특성과 염료소모율은 표 6과 같다.

표 6에서, 본 발명에 따라 열처리된 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유는 용이하게 염색될 수 있고 기계적 및 열적 특성이 매우 만족스럽다는 것이 이해될 것이다.

[표 6]

진행번호	연신율 (%)	동적 점탄성				기계적 및 열적 특성				염료 소모율 (%)
		T_{max} (°C)	$(\tan\delta)_{max}$ (-)	$\tan\delta_{220}$ (-)	E'_{30} (g/d)	강도 (g/d)	신도 (%)	비수축률 (%)	E'_{220}/E'_{150}	
1*)	-30	101	0.238	0.056	45	2.9	82	1.1	0.67	68
2	-15	104	0.214	0.055	71	3.2	78	1.5	0.75	82
3	-5	105	0.195	0.049	80	3.3	52	2.4	0.76	94
4	0	107	0.190	0.045	83	3.4	47	2.4	0.79	93
5	+4	109	0.183	0.042	85	3.5	30	3.2	0.81	85

* 1) 진행번호 1의 섬유는 본 발명외의 것임.

[실시예 7]

직경 0.35mm의 36 개미세구멍들을 가진 노즐에서, 0.621/g의 고유점도 $[\eta]$ 를 지닌 폴리에틸렌 테레프탈레이트를 방사시켰다. 방사된 필라멘트를, 주행 필라멘트와 평행한 방향으로 섬유의 전체 원주 방향으로 부터 공급된 20°C의 공기류에 의해 냉각 및 고화시키고, 오일링 첨가후, 표면속도가 표 7에 나타내어지고 표면온도는 35°C 이하로 조정된 제2도의 1쌍의 인취로울러(7)에 3회 감고, 다음 그 인취 로울러(7)에 감긴 필라멘트들을 표면온도가 250°C인 제2도의 한쌍의 가열로울러(12)에 5회 감아서 열처리하고, 계속하여서 열처리된 필라멘트를 제3도의 권취 로울러(23)에 감아서 75d/36f의 필라멘트를 제조하였다. 이 열처리에서 인취 로울러(7)과 가열로울러(12) 사이의 필라멘트 연신율은 3%로 조절되고, 가열 로울러(12)와 권취 로울러(13) 사이의 필라멘트의 연신율은 1%로 조절되었다. 주행 필라멘트가 가열로울러와 접촉한 시간이 표 7에 나타나 있다. 이렇게 하여 얻어진 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유의 미세구조와 특성이 표 7에 나타나 있다. 국부적 굴절을 분포는 방사속도의 증가에 따라 비대칭으로 되는 경향이 있다.

5500m/분의 방사속도로 제조된 섬유는 대칭으로 분포된 국부적 굴절을 가졌다.

[표 7]

	진행번호		
	1*)	2	3
방사속도(m/분)	3000	4500	5500
열처리시간(초)	0.09	0.06	0.06
동적 점탄성- $T_{max}(^{\circ}C)$	92	97	96
$-(\tan\delta)_{max}(-)$	0.322	0.203	0.181
$-\tan\delta_{220}(-)$	0.058	0.047	0.038
$-E'_{30}(g/d)$	40	62	81
기계적 및 열적특성-강도(g/d)	2.3	3.5	3.7
-신도(%)	81	58	51
-비수축률(%)	30.3	4.0	3.1
$-E'_{220}/E'_{150}$	0.63	0.70	0.71
염료소모율(%)	80	92	91

* 1) 진행번호 1의 섬유는 본 발명외의 것임.

표7에서 명백한 바와 같이, 폴리에틸렌 테레프탈레이트가 4500m/분 혹은 5500m/분의 방사속도로 방사되고 방사-연신기에 통상 사용되는 한쌍의 가열로울러를 사용하여 열처리 될 때, 본 발명은 방사 및 열처리가 연속으로 수행되는 1단계로 행해질 수 있다.

[실시에 8]

3000m/분과 4000/분의 방사속도로 실시예 2와 동일한 공정으로 제조된 멀티 필라멘트를, -1% 신장으로 0.9초간, 250°C의 제1도의 열처리용 장치를 사용하여 열처리하였다. 그렇게 하여 열처리된 멀티 필라멘트를 1.1의 연신비와 100°C의 연신온도로 연신트위스터에 의하여 연신하였다. 연신전 또는 후의 폴리에틸렌테레프탈레이트의 특성들을 표 8에 나타내었다.

[표 8]

방사속도(m/분)	3000		4000	
	없음	있음	없음	있음
동적 점탄성- $T_{max}(^{\circ}C)$	90	91	98	93
$-(\tan\delta)_{max}(-)$	0.320	0.301	0.214	0.212
$-\tan\delta_{220}(-)$	0.063	0.050	0.044	0.043
$-E'_{30}(g/d)$	39	45	58	70
기계적 성질-강도(g/d)	2.1	2.4	3.4	3.8
-신도(%)	83	70	60	48
염료소모율(%)	84	83	91	90

표 8에서 볼 수 있는 바와 같이, 연신후, 3000m/분과 4000m/분의 방사속도로 제조된 섬유는 강도가 증가하고 신도는 감소하였다. 그러나 3000m/분의 방사속도로 제조된 섬유에서는 열처리 후 연신될지라도, E'_{30} 는 55g/d 이하이고, 강도는 3g/d이하, 신도는 70% 정도이다. 따라서 이들 섬유는 의류 제조에는 부적합하다. 이와 대조적으로 4000m/분의 방사속도로 제조된 섬유가 본 발명에 따라 열처리되고 연신될 때 얻어진 섬유의 특성은 더 개선되며, 염료소모율(즉, 염착률)이 높고 섬유는 상압하에서 염색될 수 있다.

[실시에 9]

고유점도 $[\eta]$ 가 0.63dl/g인 폴리에틸렌 테레프탈레이트를 300°C의 방사온도로, 0.35mm 직경의 7개의 미세구멍을 가진 노즐로부터 압출하였다. 압출된 필라멘트를 주행 필라멘트를 평행한 방향으로 섬유의 전체 원주방향으로부터 공급된 22°C의 공기류에 의해 냉각, 고화시켰다. 다음 오일링제를 부여한 후 그 필라멘트를 4000m/분-9000m/분의 방사속도로 권취하여 35d/7f의 멀티 필라멘트를 제조하였다. 계속하여 이 멀티 필라멘트를 239°C의 과열 증기가 슬릿(15)를 통하여 분사되는 제3도의 습열처리용 장치의 가열 원통체(14)에 통과시켜 1% 신장으로 0.6초간 열처리하였다. 가열 원통체(14)에서 물의 물분율은 36%이었다. 이렇게 하여 얻어진 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유의 미세구조와 특

성들을 표 9에 나타내었다.

참고로 1500m/분의 방사속도로 방사되고, 3.3의 연신비로 130℃에서 연신된 35d/7f의 섬유와 3000m/분의 방사속도로 방사된 35d/7f의 섬유를 상술한 것과 동일한 조건으로 습열처리하였다. 이들 섬유의 특성을 표 9에 나타내었다.

표9에서 최소한 4000m/분의 방사속도로 방사되고 1% 신장으로 0.6초간 238℃로 습열처리한 섬유는 쉽게 염색될 수 있고 견로도도 뛰어나고 기계적 성질 및 열안정성이 매우 만족스럽다는 것이 이해될 수 있다. 대조적으로 3000m/분의 방사속도로 방사되고 상기 조건으로 습열처리된 섬유는 쉽게 염색될 수 있으나, 기계적 성질이 나쁘고, 1500m/분의 방사속도로 방사되고 3.3의 연신비로 연신된 다음 상기 조건하에 습열처리된 섬유는 쉽게 염색될 수 없다.

[표 9]

실험번호	방사속도 (m/min)	연신비*1)	동적 열 안정성				물 질 특 성			T _{min} *3)	T _{m3} *3)
			T _{max} (°C)	(tan δ) _{max} (-)	tan δ ₂₂₀ (-)	E' ₃₀ (g/d)	Δn (×10 ⁻³)	n ₁₁₍₅₀₎ (-)	유리점 분포		
1	9000	—	99	0.145	0.020	73	115	1.701	대칭	226	298
2	8000	—	96	0.147	0.022	72	121	1.695	"	224	296
3	7000	—	92	0.154	0.025	74	115	1.694	"	221	292
4	6000	—	94	0.170	0.032	75	92	1.682	"	215	289
5	5000	—	95	0.208	0.045	76	63	1.671	"	214	284
6	4000	—	100	0.222	0.051	59	36	1.650	"	212	285
7*2)	3000	—	90	0.320	0.060	37	175	1.602	"	201	288
8*2)	1500	3.3	133	0.103	0.039	87		1.692	비대칭	211	293

실험번호	결정 구조			기계적 및 열적 특성				염료 소모율 (%)	견도도(등급)		
	Xc (%)	ACS (Å)	CO (%)	강도 (g/d)	신도 (%)	비수축률 (%)	E' ₂₂₀ / E' ₁₅₀		방	마찰	승화
1	78	76	92	3.7	28	1.4	0.80	92	5	5	4-5
2	76	64	93	3.9	30	1.5	0.78	91	5	5	4-5
3	75	59	92	4.2	39	2.0	0.74	91	5	5	4
4	69	55	90	4.1	46	2.5	0.74	90	5	4-5	4
5	53	52	88	3.8	55	3.0	0.71	88	5	5	4
6	41	44	84	3.6	60	4.1	0.69	85	5	5	4
7*2)	29	25	50	2.7	85	29.0	0.65	81	4-5	5	4
8*2)	62	18	87	4.9	29	6.9	0.55	42	3	5	4-5

* 1) 130℃에서의 연신비.

* 2) 실험번호 7과 8의 섬유는 본 발명 외의 것임.

* 3) T_{min}과 T_{m3}는 열처리 전의 값임.

[실시에 10]

고유점도 [η]가 0.64dl/g인 폴리에틸렌 테레프탈레이트를 298℃의 방사온도로 0.3mm 직경의 600개 미세구멍을 가진 노즐로부터 방사시켰다. 방사된 필라멘트를 주행 필라멘트와 평행한 방향으로 섬유의 전체 외주의 방향으로부터 공급된 20℃의 공기류에 의해 냉각, 고화시키고 오일링제를 하한 후, 그 필라멘트를 4000m/분-9000m/분의 방사속도로 권취하여 1800d/600f의 섬유다발을 제조하였다. 100개의 섬유다발을 용쳐서 18000d/6000f의 토우를 제조하고, 그 토우를 물의 물분율이 40%인 238℃의 과열증기를 사용하여 2% 신장으로 0.9초간 제4도에 도시된 바와 같은 습열처리장치에 통과시켜 습열처리하였다. 그렇게 하여 얻어진 폴리에틸렌 테레프탈레이트 토우의 미세구조의 특징과 성질들을 표 10에 나타내었다.

참고로 3000m/분의 방사속도로 얻어진 18000d/6000f의 토우와, 1500m/분의 방사속도로 방사되고 130℃에서 3.3의 연신비로 연신된 18000d/6000f의 토우를 상기와 동일한 습열처리를 하였다. 이들 토우의 특성도 표 10에 나타내었다.

표 10에서 최소한 4000m/분의 방사속도로 방사되고 2% 신장으로 0.9초간 238℃로 습열처리된 토우는 쉽게 염색될 수 있고 염색견로도도 뛰어나며 기계적 성질 및 열안정성이 매우 만족스러움을 보여준다. 반면에 3000m/분의 방사속도로 방사되고 상기 조건으로 습열처리된 토우는 쉽게 염색될 수 있으나 결정의 성장은 나쁘고, 미세구조의 열안정성과 기계적 특성이 나쁘고, 1500m/분의 방사속도로 방

사되고 3.3의 연신비로 연신된 다음, 상기 조건하에 습열처리된 토우는 잘 염색되지 아니하였다.

[표 10]

진행번호	방사속도 (m/min)	연신비 ^{*)}	동적점탄성				T _{min} (°C)	T _{m3} (°C)	결정구조		
			T _{max} (°C)	(tan δ) _{max} (-)	tan δ ₂₂₀ (-)	E' ₃₀ (g/d)			Xc (%)	ACS (Å)	CO (%)
1	9000	—	98	0.143	0.019	75	227	297	79	74	93
2	8000	—	96	0.146	0.021	74	223	296	75	63	93
3	7000	—	93	0.153	0.024	76	220	292	74	57	91
4	6000	—	93	0.171	0.031	77	214	289	68	53	89
5	5000	—	94	0.206	0.046	75	213	284	51	50	87
6	4000	—	98	0.215	0.053	56	212	284	42	44	82
7 ^{*)}	3000	—	91	0.321	0.058	34	200	287	27	24	48
8 ^{*)}	1500	3.3	132	0.105	0.038	85	210	292	61	17	87

진행번호	기계적 및 열적 특성				연료 소모율 (%)	진로도 (등급)		
	강도 (g/d)	신도 (%)	비수축률 (%)	E' ₂₂₀ / E' ₁₅₀		광	나찰	승화
1	3.6	27	1.5	0.81	93	5	5	4-5
2	3.8	29	1.7	0.78	92	5	5	4-5
3	3.9	38	2.2	0.75	91	5	5	4
4	3.7	49	2.6	0.74	91	5	5	4
5	3.5	52	3.5	0.70	89	5	4-5	4-5
6	3.3	61	4.3	0.68	86	5	5	4
7 ^{*)}	2.2	88	30.5	0.64	81	4-5	5	4
8 ^{*)}	4.7	30	6.9	0.54	43	3	5	4-5

* 1) 130°C에서의 연신비.

* 2) 진행번호 7과 8의 섬유는 본 발명 외의 것임.

[실시에 11]

4000m/분의 방사속도로 실시예 2와 동일한 공정으로 제조되고 212°C의 T_{min}와 284°C의 T_{m3}를 지닌 180000d/60000f의 토우를, 표 11에 나타난 온도의 과열증기가 이용되는 제3도의 습열처리장치를 사용하여 -4% 신장으로 0.7초간 습열처리하였다. 이 습열처리에서 물의 물분률은 45%이었다. 얻어진 토우의 동적 점탄성, 기계적 및 열적 특성과 염료 소모율은 표 11과 같다.

표 11에서 본 발명에 따라 습열처리된 토우는 잘 염색되고 매우 만족한 기계적 및 열적 특성을 가짐이 이해될 수 있다.

[표 11]

진행번호	습열처리 온도 (°C)	동적점탄성				기계적 및 열적 성질				염료 소모율 (%)
		T _{max} (°C)	(tan δ) _{max} (-)	tan δ ₂₂₀ (-)	E' ₃₀ (g/d)	강도 (g/d)	신도 (%)	비수축률 (%)	E' ₂₂₀ / E' ₁₅₀	
1 ^{*)}	215	121	0.149	0.044	64	3.7	79	9.0	0.64	41
2	225	98	0.171	0.043	76	3.8	59	3.1	0.68	91
3	230	97	0.214	0.042	71	3.8	51	2.2	0.74	92
4	235	92	0.245	0.050	71	3.7	44	1.4	0.67	91
5 ^{*)}	—	130	0.194	0.048	61	3.6	82	13.0	0.64	59

* 1) 진행번호 1의 토우는 본 발명 외의 것이다.

* 2) 습열처리하지 않은 토우.

[실시에 12]

4500m/분의 방사속도로 실시예 2와 같은 공정에 의해 제조되고 213°C의 T_{min} 과 283°C의 T_{m3} 를 갖는 35d/7f의 멀티 필라멘트를 225°C의 과열증기가 이용되는 제3도에 도시된 습열처리를 위한 장치를 사용하여 표 12에 나타난 연신율로 0.7초간 습열처리하였다. 이 열처리에서 H₂O의 물분률은 57%이었다. 얻어진 섬유는 동적 점탄성 성질, 기계적 및 열적 성질과 염료 소모율을 표 12에 나타내었다. 표 12로부터 본 발명에 따라 열처리된 폴리에틸렌테레프탈레이트 섬유는 쉽게 염색될 수 있고, -30% 신장에서 초기 모듈러스(E'_{30})이 감소하고, +6% 신장에서 염료 소모율이 감소하는 경향이 있다.

[표 12]

진행번호	연신율 (%)	동적 점탄성				기계적 및 열적 성질				염료 소모율 (%)
		T_{max} (°C)	$(\tan \delta)_{max}$ (-)	$\tan \delta_{225}$ (-)	E'_{30} (g/d)	강도 (g/d)	신도 (%)	비수축률 (%)	E'_{220}/E'_{150}	
1*)	-30	101	0.240	0.054	47	2.9	75	1.1	0.68	92
2	-15	104	0.213	0.053	71	3.4	68	1.5	0.73	90
3	0	106	0.196	0.048	82	3.5	51	2.0	0.75	93
4	+4	108	0.192	0.047	84	3.6	45	2.4	0.77	92
5	+6	111	0.121	0.041	87	3.9	27	3.3	0.80	72

* 1) 진행번호 1의 섬유는 본 발명 외의 것이다.

[실시예 13]

0.62dl/g의 $[\eta]$ 을 갖는 폴리에틸렌 테레프탈레이트를, 300°C의 방사 온도로 직경 0.35mm의 미세 구멍 36개를 갖는 노즐로부터 압출하였다. 압출된 필라멘트를 주행필라멘트와 평행한방향으로 섬유의 전체 원주방향으로 부터 공급된 20°C의 공기류에 의해 냉각, 고화시키고, 오일링제의 첨가후, 그 필라멘트를 표13에 나타난 표면속도를 가지며 표면온도가 35°C이하로 조정된 제3도의 인취 로울러 (7)에3회 권취한다음, 그 권취된 필라멘트를, 235°C의 과열 증기를 사용하는 제3도에 도시된 바와 같은 열처리용 가열 원통체(14)에 통과시켜 습열처리 하였다. 여기에서 H₂O의 물분률은 50%이었다.

이렇게 습열처리된 필라멘트를, 제3도에 도시된 바와같은 1쌍의 송출로울러(21)에 3번 권취한다음, 계속적하여 제3도에 도시된 바와같은 권취로울러(22)에 권취하여 75d/36f의 도라멘트를 얻었다.

이 습열처리에서 인취로울러(7)과 송출로울러(21) 사이의 필라멘트의 연신율은 0.5%로 조절되었다. 필라멘트의습열처리를 위한 기간, 즉, 필라멘트가 가열원통체(14)를 통과하는 기간, 즉 인취로울러(7)의 표면속도가표 13에 나타내어져 있다.

[표 13]

	진행번호		
	1*)	2	3
권취속도(m/분)	3,000	4,500	5,500
습열처리시간(초)	0.09	0.06	0.05
동적 점탄성- T_{max} (°C)	93	98	97
- $(\tan \delta)_{max}$ (-)	0.323	0.205	0.192
- $\tan \delta_{225}$ (-)	0.060	0.048	0.040
- E'_{30} (g/d)	39	63	80
기계적 및 열적성질-강도(g/d)	2.4	3.8	4.0
신도(%)	82	57	51
비수축률(%)	29.8	4.1	2.7
E'_{220}/E'_{150}	0.63	0.71	0.72
염료 소모율(%)	80	92	91

* 1) 진행번호 1의 섬유는 본발명외의 것이다.

표 13으로 부터 명백한 바와같이, 본 발명이 4,500m/분 또는 5,500m/분의 방사속도로 폴리에틸렌 테레프탈레이트를 방사하고 계속하여, 즉 권취없이 필라멘트를, 예를들어 방사단계와 열처리 단계를 연속적으로 조합하여 습열처리함에 의해 수행될때, 얻어진 필라멘트는 쉽게 염색될 수 있다.

[실시예 14]

실시예 10과 같은 과정에 의해 4,000m/분의 방사속도로 제조되고 281°C의 T_{m3} 와 212°C의 T_{min} 을 갖는 1,800d/600f의 폴리에틸렌 테레프탈레이트 필라멘트를, 180°C 이상의 온도에서 습열처리 없이 권축 가공하고 76mm의 길이를 갖는 스테이플 파이버로 절단하였다. 얻어진 스테이플 파이버를, 측면벽에

다수의 구멍을 갖는 2kg/m^3 의 겉보기 비중의 캔에 채워넣고 그 캔을 오토클레이브내에 넣었다. 오토클레이브의 내부 공기를 진공 펌프에 의해 15mmHg 의 압력까지 감소 시킨후 224°C 의 과열증기를 1분동안 오토클레이브에 불어넣은 후 오토클레이브 내부의 증기를 감압하에 제거하고, 다시 224°C 의 과열증기를 1분동안 오토클레이브에 불어넣고 피이버를 오토클레이브로부터 제거하였다. 습열처리 전과 후의 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유유의 성질을 표 14에 나타내었다. 표 14로부터 명백한 바와같이 습열처리되지 않은 섬유유의 E'_{30} 과 강도는 낮고, 염료소모율도 낮다. 다른 한편, 본 발명에 따라 습열처리된 섬유는 55g/d 이상의 E'_{30} , 3g/d 이상의 강도, 60% 이하의 신도 및 80% 이상의 염료소모율과 같은, 실용상 충분한 기계적 성질을 가지며, 상압하에서 염색될 수 있다.

[표 14]

습 열 처 리	무	유
동적점탄성- $T_{max}(^\circ\text{C})$	108	104
$-(\tan\delta)_{max}(-)$	0.290	0.211
$-\tan\delta_{220}(-)$	0.062	0.030
$-E'_{30}(\text{g/d})$	34	59
기계적성질-강도(g/d)	2.7	3.2
신도(%)	82	53
염료소모율(%)	65	86

[실시예 15]

실시예 14에서 얻어진 바와같은 습열처리 전의 스테이플 피이버를 카딩에서 개면하여 슬라이버를 얻고 그 슬라이버를 1.5kg/m^3 의 겉보기 비중의 실시예 14와 같은 캔에 채워넣고 실시예 14에서와 같이 습열처리시켰다. 습열처리전과 후의 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유유의 성질을 표 15에 나타내었다.

표 15로부터 명백한 바와같이, 습열처리되지 않은 섬유유의 E'_{30} , 강도와 염료소모율은 낮다. 다른 한편 본 발명에 따라 습열처리된 섬유는 55g/d 이상의 E'_{30} , 3g/d 이상의 강도, 60% 이하의 신도 및 80% 이상의 염료소모율과 같은 실용상 충분한 기계적 성질을 가지며, 상압하에서 염색될 수 있다.

[표 15]

습 열 처 리	무	유
동적점탄성- $T_{max}(^\circ\text{C})$	110	103
$-(\tan\delta)_{max}(-)$	0.280	0.212
$-\tan\delta_{220}(-)$	0.061	0.047
$-E'_{30}(\text{g/d})$	34	60
기계적성질-강도(g/d)	2.7	3.2
신도(%)	81	51
염료소모율(%)	64	87

[실시예 16]

실시예 14에서 얻어진 바와같은 습열처리 전의 스테이플 피이버를 통상의 방법에 의해 메트릭번호 40을 갖는 방적사로 방적하였다. 이 방적사를 230°C 의 과열증기를 사용하는 제3도에 도시된 바와같은 열처리용 가열 원통체(14)에 통과시켜 1% 신장에서 1.5초간 습열처리 하였다. 이 습열처리에서 H_2O 의 물분율은 60%이었다. 습열처리 전 후의 염료소모율은 각각 64%와 88%로 측정되었다.

[실시예 17]

0.62dl/g 의 $[\eta]$ 를 갖는 폴리에틸렌 테레프탈레이트를 300°C 의 방사온도에서 직경 0.35mm 의 미세구멍 600개를 갖는 노즐로부터 압출하였다. 압출된 필라멘트를, 주행필라멘트와 평행한 방향으로 섬유유의 전체 원주 방향으로 부터 공급된 21°C 공기류에 의해 냉각, 고화시킨다음, 오일링제의 첨가후, 그 필라멘트를 $4,000\text{m/분}$ 내지 $9,000\text{m/분}$ 의 방사속도로 권취하여 $1,800\text{d}/600\text{f}$ 의 섬유 다발을 얻었다. 계속하여, 이렇게 얻어진 섬유다발을 히이터의 표면과의 어떠한 접촉없이 0% 신장으로 0.9초동안, 제1도에도 시된 바와같은 열처리용 히이터(9) (내부온도가 244°C 로 조정됨)에 통과시켜 열처리하였다. 얻어진 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유 다발의 미세구조의 특징과 성질들을 표 16에 나타내었다. 참고로 $3,000\text{m/분}$ 의 방사속도로 얻어진 $1,800\text{d}/600\text{f}$ 의 섬유 다발과, $1,000\text{m/분}$ 의 방사속도로 얻어지고 3.3의 연신비로 130°C 에서 연신된 $1,800\text{d}/600\text{f}$ 의 섬유 다발을 전술한 바와같이 열처리 하였다. 이들 섬유 다발의 성질들 표 16에 나타내었다. 표 16으로부터, $4,000\text{m/분}$ 이상의 방사속도로 얻어진후 0% 신장에서 0.9초 동안 244°C 로 열처리된 섬유 다발이 쉽게 염색될 수 있고 방적을 위

한 출발물질로서 매우 만족한 기계적 성질과 열안정성을 가짐을 알 수 있다. 대조적으로 3,000m/분의 방사속도로 얻어진 후 전술한 조건하에서 열처리된 섬유 다발과, 1,000m/분의 방사속도로 얻어지고 3.3의 연신비로 연신된 후 전술한 조건하에 열처리된 섬유 다발은 상기 성질들에서 만족스럽지 못하다.

[표 16]

진행번호	방사속도 (m/min)	연신비 ^{*1)}	동적 점탄성				T_{max} (°C)	T_{90} (°C)	결정구조		
			T_{max} (°C)	$(\tan \delta)_{max}$ (-)	$\tan \delta_{220}$ (-)	E'_{30} (g/d)			Xc (%)	ACS (Å)	CO (%)
1	9000	—	97	0.145	0.018	74	229	298	80	77	93
2	8000	—	95	0.147	0.019	75	225	296	79	66	92
3	7000	—	92	0.154	0.021	78	221	293	75	59	92
4	5000	—	93	0.172	0.030	81	215	290	69	55	91
5	5000	—	95	0.200	0.044	80	214	285	54	52	88
6	4000	—	98	0.209	0.050	59	213	284	33	45	84
7*2)	3000	—	90	0.311	0.060	38	201	287	27	24	50
8*2)	1000	3.3	132	0.102	0.035	89	211	291	59	20	88

진행번호	기계적 및 열적 성질				열효소분율 (%)	건로도(농도)		
	강도 (g/d)	신도 (%)	비수축률 (%)	E'_{220}/E'_{150}		광	다발	승화
1	3.6	28	1.3	0.81	93	4-5	5	4
2	3.9	31	1.4	0.79	93	4-5	5	4
3	4.3	39	1.9	0.76	92	4-5	5	4
4	4.1	44	1.9	0.74	92	4-5	5	4
5	3.7	52	2.0	0.72	91	4-5	5	4
6	3.5	58	2.5	0.71	92	4-5	4-5	4
7*2)	2.2	89	30.2	0.65	83	4-5	5	3
8*2)	4.5	30	4.5	0.55	44	3	4-5	4-5

* 1) 130°C에서의 연신비

* 2) 진행번호 7과 8의 섬유는 본 발명 외의 것이다.

[실시예 18]

0.64dl/g의 $[\eta]$ 를 갖는 폴리에틸렌 테레프탈레이트를 4,500m/분의 방사속도로 실시예 17과 같은 방법으로 방사하여 1,800d/600f의 섬유다발을 얻었다. 섬유다발 100개를 합하여 180,000d/60,000f의 토우를 얻고 그 토우를 빗(comb) 형태의 가이드에 의해 평평하게 만드는데, -4%신장에서 1초동안, 제1 도에도시된 바와같은 열처리용 히이터(9) (내부온도가 250°C로 조정됨)에 통과시켜 열처리 시켰다. 열처리전과 후의 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유 다발의 성질을 표 17에 나타내었다.

[표 17]

성질	열처리 후	열처리 전
동적 점탄성- T_{max} (°C)	96	113
— $(\tan \delta)_{max}$ (-)	0.204	0.247
— $\tan \delta_{220}$ (-)	0.039	0.061
— E'_{30} (g/d)	79.2	46.5
기계적 및 열적 성질—강도(g/d)	3.9	3.5
—신도(%)	49	80
—비수축률(%)	1.7	7.9
열효소분율(%)	92.8	65.8

표 17로 부터, 열처리후의 토우는 현저히 쉽게 염색될 수 있고, 그 결과로 상압하에서 염색될 수 있다는 것이 이해 될 수 있다. 또한 그 토우의 기계적 성질은 방직을 위한 출발물질로서 충분하다.

[실시예 19]

0.63dl/g의 $[\eta]$ 를 갖는 폴리에틸렌 테레프탈레이트를, 302°C의 방사온도에서 직경 0.3mm의 미세구멍

600개를 갖는 노즐로부터 압출하였다. 압출된 필라멘트를, 주행 필라멘트와 평행한 방향으로 섬유 전체원주방향으로 부터 공급된 20℃의 공기류로 냉각, 고화 시키고, 오일링제 첨가후, 그 필라멘트를 5,500m/분의 방사속도로 권취하여 900d/600f의 섬유 다발을 얻었다. 계속하여, 얻어진 섬유 다발 200개를 합하여 18,000d의 도우를 얻었다. 이도우를 통상의 방법에 의해 스테퍼 박스(stuffer box)를 사용하여 권축 가공한후, 36mm의 길이로 Gru-Gru 절단기에 의해 절단하여 스테이플 파이버를 얻었다. 25.4mm의 평균 길이를 갖는 면 섬유대 폴리에틸렌 테레프탈레이트 스테이플 파이버의 중량비가 35 : 65로 되도록 하는 방식으로 통상의 방법에 따라 연조기에 의해 혼합하여 면번수 50의 방적사를 제조하였다. 이렇게하여 얻어진 혼방사를 장치의 표면과 어떠한 접촉없이 표 3에 도시된 바와 같은 건열 처리장치 (14)에 통과시켜 0.5% 신장에서 1초간 열처리 하였다. 상기 장치의 내부 온도는 235℃로 조정되었다. 열처리전 및 후의 혼방사를, 슈바이처(Schweitzer) 시약(즉, 쿠프라암모늄 용액)에 침지시켜용해에 의해 면섬유를 제거하고, 잔류 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유의 염료 소모율을 측정하였다. 그결과, 열처리전의 섬유의 염료 소모율은 65%인 반면에 열처리후에는 89%로 현저히 증가 되었다.

[실시에 20]

0.63dl/g의 $[\eta]$ 을 갖는 폴리에틸렌 테레프탈레이트를 300℃의 방사온도에서 직경 0.35mm의 미세구멍 7개를 갖는 노즐로부터 압출 시켰다. 압출된 필라멘트를, 주행 필라멘트와 평행한 방향으로 섬유의 전체 원주방향으로 부터 공급된 22℃의 공기류로 냉각, 고화시키고, 오일링제첨가후, 그 필라멘트를 3,000m/분 내지 9,000m/분의 방사속도로 권취하여 35d/7f의 멀티 필라멘트를 얻었다. 계속하여, 이렇게 얻어진 멀티필라멘트를, 히이터의 표면과 어떠한 접촉없이 -2% 신장에서 0.6초 동안 제1도에 도시된 바와같은 열처리용 히이터(9) (내부온도가 250℃±0.5℃로 조정됨)통과 시켜열처리 시켰다. 다음, 그 멀티필라멘트를 다음 조건하에 제5도에 도시된 바와같은 가연(假燃) 장치를 사용하여 가연 시켰다.

* 제1히이터(35)

길 이 : 1m

온 도 : 200℃

* 안정화 히이터(38)

직 경 : 4m/mφ

길 이 : 0.6m

온 도 : 190℃

* 로울러(37) 대로울러(34)의 표면 속도비, 즉 연신비 : 1.125

* 꼬 임 수 : 3,500회/m

* 로울러(37)의 선속도 : 146m/분

* 인 취 비 : 4.3%

* 안정화된 공급비 : 16%

가연된 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유의 미세구조의 특징과 성질들을 표 18에 나타내었다. 진행번호 1의 가연된 섬유 40g/d의 낮은 E'_{30} 를 가지며, 불량한 찻수 안정성과 매우 높은 신도를 갖는다. 또한, 염료 소모율은 68%이고 섬유는 [상압하에서 염색될 수 없다. 80%의 염료소모율은 대기압보다 높은 압력에서 130℃로 염색하는 것과 거의 상응한다. 따라서 80% 이상의 염료소모율을 갖는 본 발명의 가연된 섬유는 상압하에서 염색 가능하다.

[표 18]

진행번호	방사속도 (m/min)	등 적 점 학 심				결 정 구 조		
		T_{max} (°C)	$(\tan\delta)_{max}$ (-)	$\tan\delta_{220}$ (-)	E'_{30} (g/d)	Xc (%)	ACS(Å)	CO(%)
1*)	3000	120	0.14	0.035	40	35	32	46
2	4000	98	0.25	0.025	58	42	45	84
3	5000	102	0.16	0.024	65	71	52	88
4	6000	105	0.18	0.024	70	66	56	91
5	7000	105	0.17	0.023	74	80	62	94
6	8000	104	0.159	0.021	78	82	66	95
7	9000	98	0.145	0.020	80	84	70	95

진행번호	기 계 적 및 열 적 성 질				염료소모율 (%)	전 로 도(등급)		
	광 도 (g/d)	신 도 (%)	전속보유율 (%)	E_{220}/E_{150}		광	마 작	승 화
1*)	2.4	71	42	0.68	68	4-5	5	3
2	3.7	58	72	0.72	84	4-5	5	3-4
3	3.8	52	75	0.74	86	4-5	5	4
4	4.1	45	78	0.75	86	4-5	5	4
5	4.3	39	77	0.76	86	4-5	5	4
6	4.3	38	74	0.77	94	4-5	5	4
7	4.4	36	71	0.78	94	4-5	5	4

* 1) 진행번호 1의 섬유는 본발명외의 것이다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

실질적으로 폴리에틸렌 테레프탈레이트로된 섬유로서 약 55g/d 내지 약 130g/d의 30°C에서의 초기 모듈러스를 가지며, 측정주파수 110Hz에서의 역학적 손실정점($\tan\delta$)의 피이크 온도 [T_{max} (°C)]와 역학적 손실정점의 피이크 값 [$(\tan\delta)_{max}$] 사이의 관계가 식 $(\tan\delta)_{max} \geq 1 \times 10^{-2}(T_{max} - 105)$ 로 나타내어 지고 $(\tan\delta)_{max}$ 가 약 0.14 내지 약 0.30이고, 220°C에서의 역학적 손실정점 ($\tan\delta_{220}$)이 약 0.055 이 하인 것을 특징으로 하는 상압하에서 염색가능한 폴리에스테르 섬유.

청구항 2

제1항에 있어서, 가연되지 않고 약 105°C 이하의 T_{max} (°C)와 약 0.14 이상의 $(\tan\delta)_{max}$ 를 갖는 섬유

청구항 3

제2항에 있어서, 약 80×10^{-3} 내지 약 150×10^{-3} 의 평균 복굴절률(Δn)을 갖는 섬유.

청구항 4

제1내지 3항중 어느 한항에 있어서, 약 70% 이상의 결정화도 (Xc), 약 50Å 이상의 (010)면에서의 겉보기 미결정 크기(ACS)와 약 90% 이상의 (010)면에서의 결정 배향도(CO)를 갖는 섬유.

청구항 5

제2항에 있어서, 적어도 약 1.65의 평균 굴절률($n_{11(0)}$)을 갖는 섬유.

청구항 6

제2항에 있어서 국부적 평균 굴절률이 섬유의 단면의 중심 주위에 대칭적으로 분포된 섬유.

청구항 7

제1항에 있어서, 가연(假燃)된 섬유

청구항 8

제7항에 있어서, 약 115°C 이하의 T_{max} (°C)와 약 70% 이상의 Xc와 약 50Å 이상의 ACS와 약 85%이상의 CO를 갖는 섬유.

청구항 9

제1항에 있어서, 60분동안 100℃ 물에 침지시키기 전후의 30℃에서의 초기 모듈러스가 약 55g/d 이상이고, 측정주파수 110Hz에서의 역학적 손실정점($\tan \delta$)의 피이크온도 T_{\max} (℃)와 역학적 손실정점의 피이크값($\tan \delta$)_{max} 사이의 관계가식($\tan \delta$)_{max} $\geq 1 \times 10^{-2}(T_{\max} - 105)$ 로 나타내어지고, ($\tan \delta$)_{max} 가 0.14 이상인 섬유.

청구항 10

가연(假燃)되지 않은 폴리에틸렌테레프탈레이트 섬유를 제조하는 방법에 있어서, 적어도 약 4,000m/분의 방사속도로 얻어진 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유를, 그 섬유의 동적탄성률(E')의 값이 E' 의 대수온도곡선의 180℃에서의 접선으로부터 벗어나는 온도(T_{\min}) 보다 10℃ 높은 온도와, 시차 주사 열량계(DSC)에 의해 측정된 융해 곡선의 융해 종료온도(T_{m3})보다 10℃ 높은 온도와 범위내의 온도에서 열처리하는 것을 포함함을 특징으로 하는 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유의 제조방법.

청구항 11

제10항에 있어서 열처리가 약 -20% 내지 약 +5%의 연신율에서 수행되는 상기방법.

청구항 12

제10항에 있어서, 방사된 섬유가 권취없이 방사단계에서 $T_{\min} + 20^\circ\text{C}$ 보다 높은 온도에서 연속적으로 열처리되는 상기방법.

청구항 13

제11항 또는 제12항에 있어서, 열처리가 약 -5% 내지 약 0%의 연신율에서 수행되는 상기방법.

청구항 14

제10항에 있어서, 열처리온도가 약 235℃ 이상인 상기방법.

청구항 15

제10항에 있어서, 방사속도가 약 6,000m/분 내지 약 9,000m/분인 상기방법.

청구항 16

제10항에 있어서, 방사속도가 약 8,000m/분 내지 약 9,000m/분인 상기방법.

청구항 17

제10항에 있어서, 열처리 기간이 약 10초 이하인 상기방법.

청구항 18

제10항에 있어서, 방사된 섬유가 240℃ 이하 온도의 습열 분위기에서 열처리 되는 상기방법.

청구항 19

제18항에 있어서, 습열분위기가 과열 증기인 상기방법.

청구항 20

제19항에 있어서, 약 6,000m/분 내지 약 9,000m/분의 방사속도로 얻어진 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유를 약 235℃ 이하의 온도의 습열 분위기에서 열처리 시키는 상기방법.

청구항 21

제18항에 있어서, 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유를 약 8,000m/분 내지 약 9,000m/분의 방사속도로 방사, 권취하고, 연속적으로 240℃ 이하의 온도의 습열 분위기에서 열처리 시키는 상기방법.

청구항 22

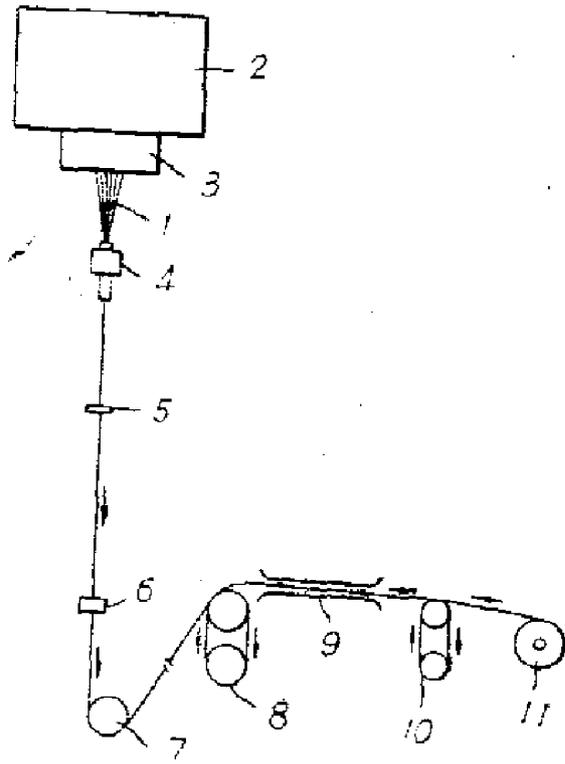
제18항에 있어서, 습열처리를 약 -20% 내지 약 +5% 연신율에서 실시하는 방법.

청구항 23

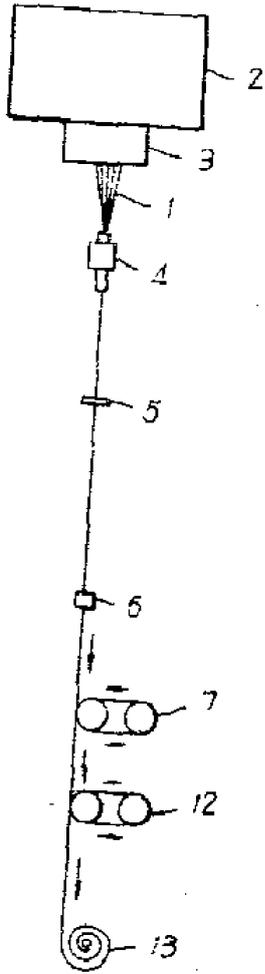
제22항에 있어서, 연신율이 약 -5% 내지 약 0%인 상기방법.

도면

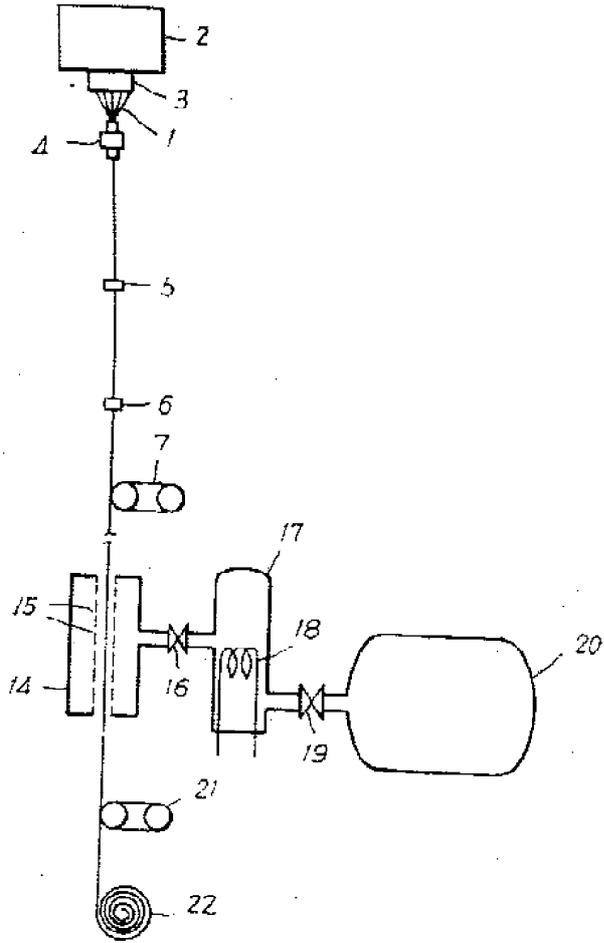
도면1



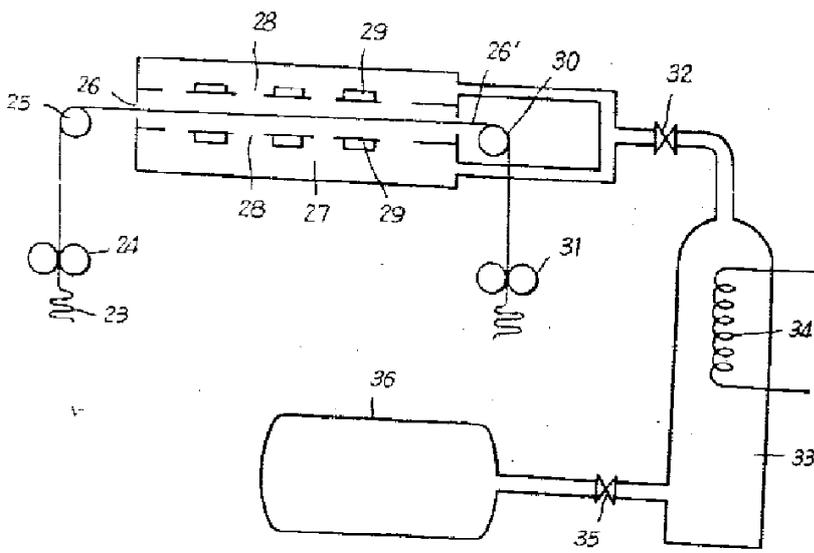
도면2



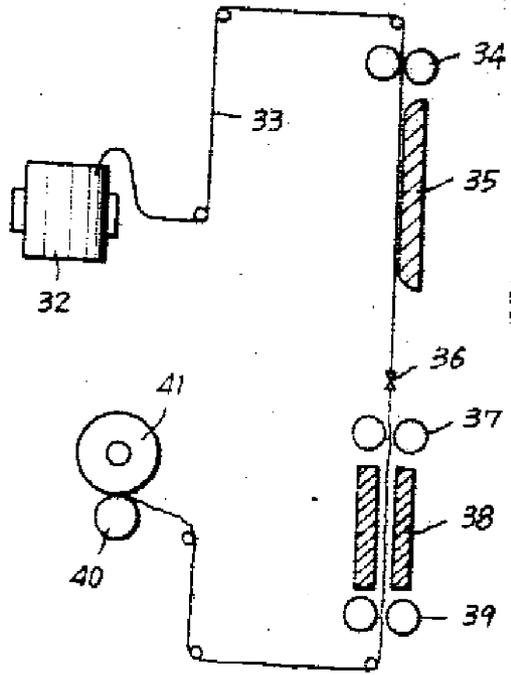
도면3



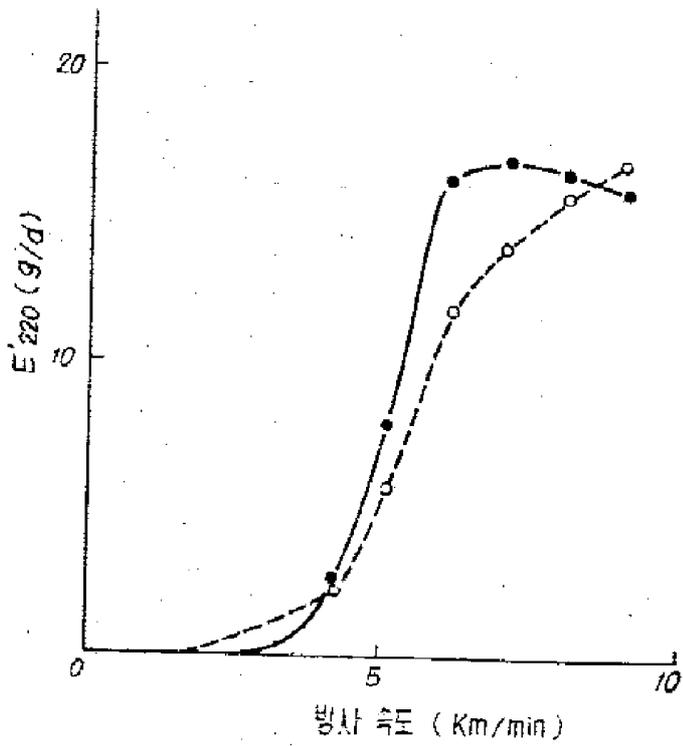
도면4



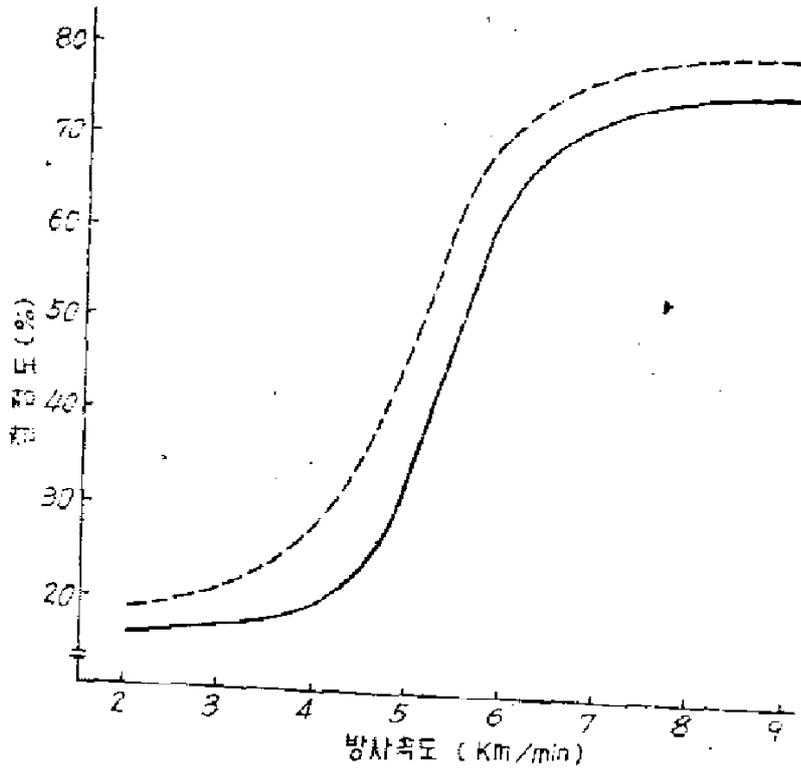
도면5



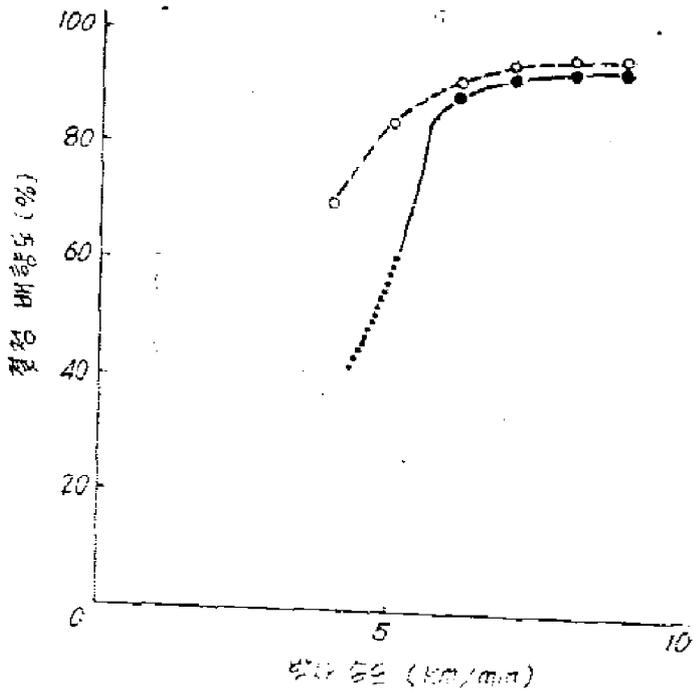
도면6



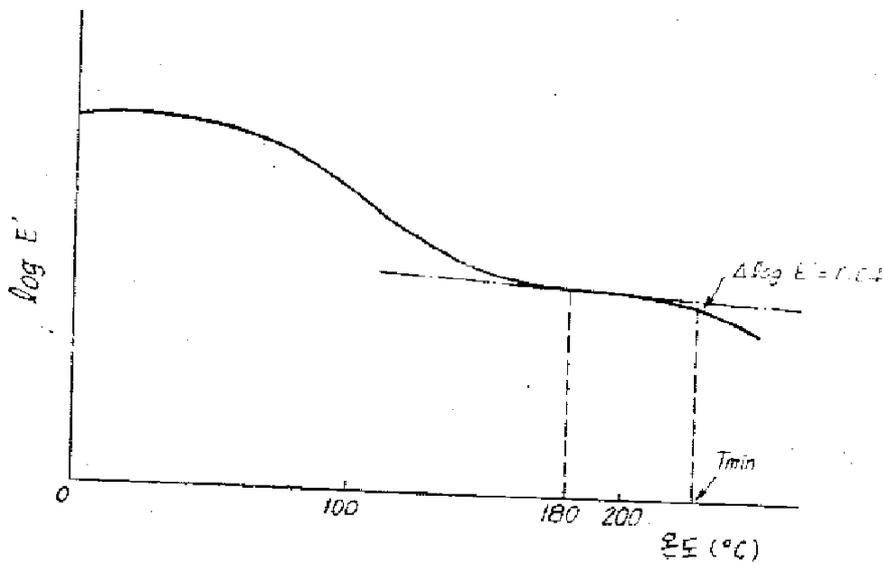
도면7



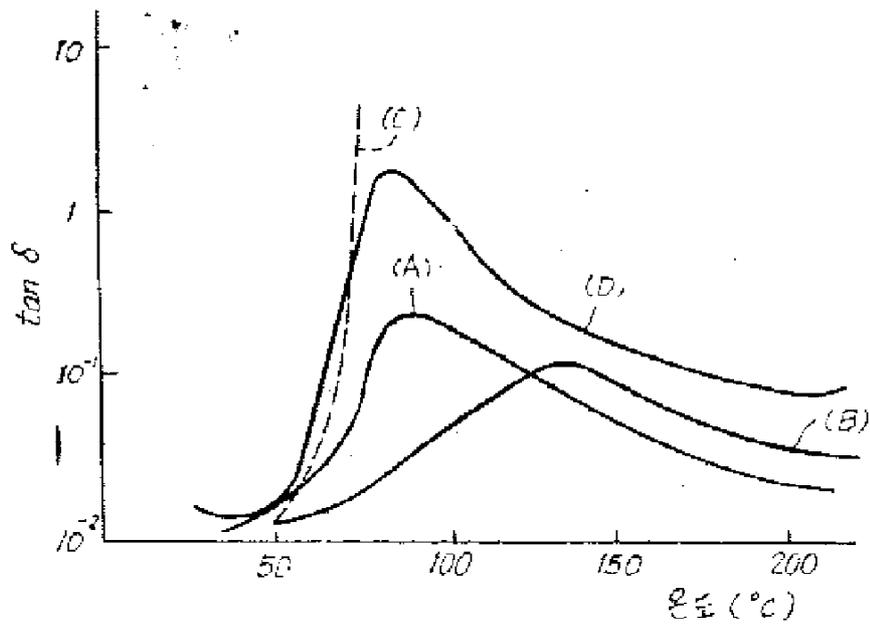
도면9



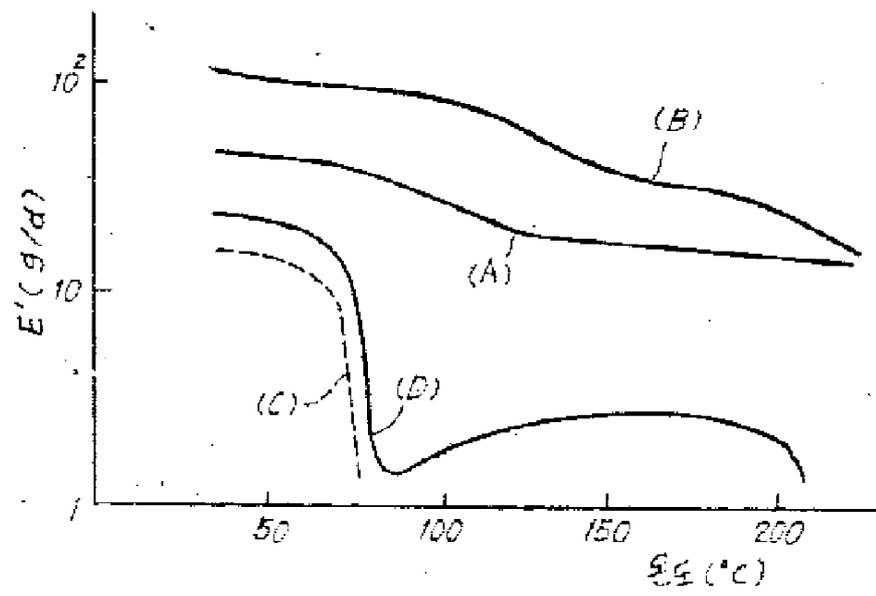
도면10



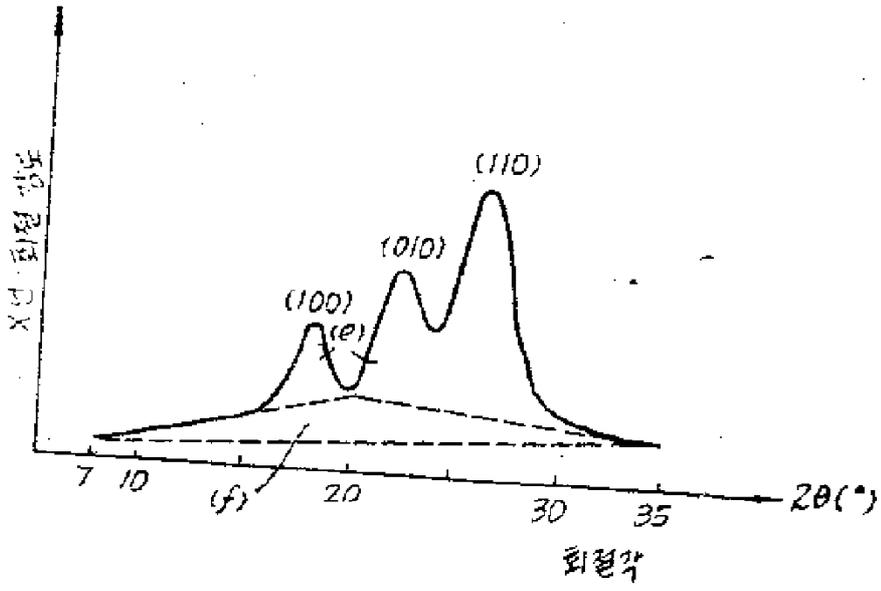
도면11a



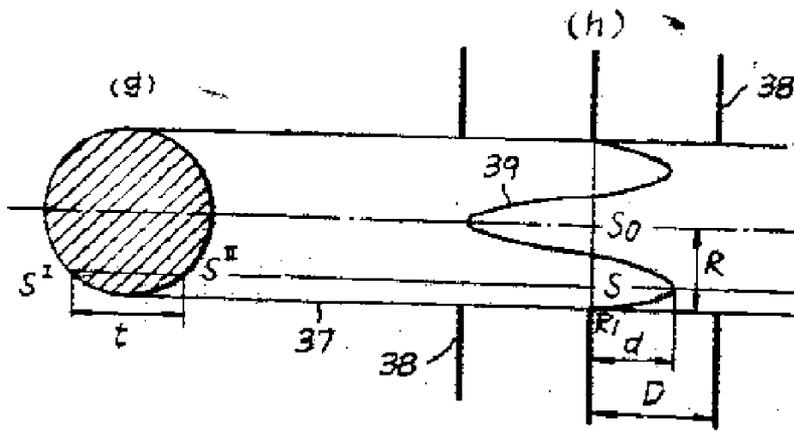
도면11b



도면12



도면13



도면 14

