



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년12월09일
 (11) 등록번호 10-1684234
 (24) 등록일자 2016년12월02일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
 C08G 63/12 (2006.01) C08G 63/183 (2006.01)
 C08G 63/60 (2006.01) C08L 67/02 (2006.01)
 D01D 5/00 (2006.01) D01F 6/62 (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2014-0110778
 (22) 출원일자 2014년08월25일
 심사청구일자 2014년08월25일
 (65) 공개번호 10-2016-0024218
 (43) 공개일자 2016년03월04일
 (56) 선행기술조사문헌
 JP2001220434 A*
 JP2007002126 A*
 JP2009084348 A
 KR1020110057363 A
 *는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
 주식회사 휴비스
 서울특별시 강남구 학동로 343 (논현동)
 (72) 발명자
 장부경
 대전광역시 유성구 테크노3로 66 디티비안 W 213호
 신현욱
 경기도 안양시 동안구 안양판교로 42 인덕원삼성
 아파트 102동 2506호
 (뒷면에 계속)
 (74) 대리인
 최덕규

전체 청구항 수 : 총 2 항

심사관 : 이명선

(54) 발명의 명칭 **형태 안정성이 우수한 저융점 바인더용 공중합 폴리에스테르 및 이를 이용한 폴리에스테르 바인더 복합섬유**

(57) 요약

본 발명에 따른 저융점 바인더용 공중합 폴리에스테르 수지는 테레프탈산 또는 그 에스테르 형성성 유도체로 이루어진 산성분, 및 2-메틸-1,3-프로판다이올과 에틸렌글리콜로 이루어진 디올 성분을 공중합시켜 제조되는 것을 그 특징으로 한다. 상기 2-메틸-1,3-프로판다이올은 상기 공중합 폴리에스테르의 물을 기준으로 20~50몰% 범위로 투입되는 것이 바람직하다. 또한, 분자간 결합을 강화하기 위해 상기 공중합 폴리에스테르에 대하여 50~10,000ppm 범위의 다관능 성분을 더 첨가할 수 있다.

(72) 발명자

박성윤

대전광역시 유성구 송림로 20 송림마을2단지아파트
203-403

호요승

대전광역시 유성구 배울1로 35 (쌍용스윗닷홈
410/1403)

명세서

청구범위

청구항 1

테레프탈산 또는 그 에스테르 형성성 유도체로 이루어진 산성분;

2-메틸-1,3-프로판다이올과 에틸렌글리콜로 이루어진 디올 성분; 및

1000 ppm 범위의 트리메틸올프로판(TMP)으로 이루어진 다관능 성분;

을 공중합시켜 제조된 폴리에스테르에서, 상기 디올성분은 상기 공중합 폴리에스테르 중의 에스테르의 몰을 기준으로 2-메틸-1,3-프로판다이올이 20~50몰% 함유하는 것을 특징으로 하는 형태안정성이 우수한 저융점 공중합 폴리에스테르계 바인더.

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

코어 성분으로 일반 폴리에스테르; 및

슈스 성분으로 테레프탈산 또는 그 에스테르 형성성 유도체로 이루어진 산성분;

2-메틸-1,3-프로판다이올과 에틸렌글리콜로 이루어진 디올 성분;

1000 ppm 범위의 트리메틸올프로판(TMP)으로 이루어진 다관능 성분;

을 공중합시켜 제조된 폴리에스테르에서, 상기 디올성분은 상기 공중합 폴리에스테르 중의 에스테르의 몰을 기준으로 2-메틸-1,3-프로판다이올이 20~50몰% 함유하는 것을 특징으로 하는 형태안정성이 우수한 저융점 공중합 폴리에스테르계 바인더;

를 복합방사하여 제조하는 것을 특징으로 하는 형태안정성이 우수한 폴리에스테르계 바인더 복합섬유.

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

발명의 설명

기술 분야

본 발명은 저융점 바인더용 공중합 폴리에스테르에 관한 것이다. 보다 구체적으로, 본 발명은 형태 안정성이 우수하고 수지 내에 고리형 화합물의 함량이 적은 저융점 바인더용 공중합 폴리에스테르에 관한 것이다. 본 발명

[0001]

은 본 발명의 바인더용 공중합 폴리에스테르로 제조된 폴리에스테르 바인더용 복합섬유도 포함한다.

배경 기술

- [0002] 부직포의 웹(Web) 또는 시이트(sheet)를 구성하고 있는 필라멘트 또는 단섬유들을 접착시키기 위하여 열융착 바인더 섬유가 사용된다. 이 바인더 섬유는 열접착 가공온도가 140~150℃이면서 일반 폴리에틸렌테레프탈레이트 섬유에 근사한 유리전이온도를 가져야 하는데, 이렇게 하려면 고분자 내의 결정구조를 없애고 고분자구조를 비정질 형태로 만들어주어야 한다.
- [0003] 폴리에스테르는 우수한 기계적 성질, 내열성 및 내약품성을 지니고 있어 섬유 및 엔지니어링 플라스틱 소재로 사용되고 있지만, 분자 구조상 반결정성의 특성을 지니고 있어 용점이 높아 바인더 용도로 어렵다. 폴리에스테르를 바인더 섬유로 사용하기 위해서는 제조공정에서 높은 온도와 압력이 필요하기 때문에 공정상의 어려움이 많다. 따라서 바인더용 폴리에스테르의 개발을 위하여 많은 연구가 계속되어 왔다.
- [0004] 그 중의 한 방법으로, 폴리에스테르 수지를 합성함에 있어서, 이소프탈산과 테레프탈산을 공중합하는 방법이 있는데, 이 방법에서는 이소프탈산이 에스테르 몰 기준으로 20~45몰%로 첨가된다. 이렇게 합성된 폴리에스테르 수지는 비결정질 형태의 분자구조를 가지게 되어서 최종 용점이 145~180℃의 범위를 나타내어 바인더용 폴리에스테르 섬유로 사용될 수 있다.
- [0005] 하지만 이소프탈산을 사용한 바인더용 폴리에스테르 수지는 합성할 때 중합도가 2 내지 3인 고리형 화합물이 형성된다. 이 고리형 화합물은 용점이 325℃ 정도로 폴리에스테르 방사온도에서 용융되지 않아 방사시에 이물질로 작용하여 팩(pack) 교환주기를 짧게 하는 단점이 있으며, 또한 통상 이소프탈산의 가격도 고가이기 때문에 원가 상승의 요인이 된다.
- [0006] 테레프탈산과의 공중합 성분으로 이소프탈 대신에 디에틸렌글리콜을 사용할 수 있는데, 디에틸렌글리콜을 공중합시켜 합성된 폴리에스테르 수지는 유리전이온도의 강하현상이 커서 연신공정이 원활하지 않고, 제품온반이나 적하시 섬유간 융착이 발생하며, 고온에서 접착강력이 떨어지는 문제가 있다.
- [0007] 미국특허 제4,129,675호에는 테레프탈산과 이소프탈산을 이용하여 공중합된 저융점 공중합 폴리에스테르를 개시한다. 그러나 이 특허의 공중합 폴리에스테르는 190℃ 이상의 고온에서 열융착이 가능하여 공정에 많은 에너지를 소모하는 단점이 있다.
- [0008] 미국특허 제4,166,896호는 폴리에스테르를 해중합한 저분자물에 불포화 디카르본산 등을 공중합시켜 불포화 폴리에스테르를 제조하는 방법을 개시하고 있지만, 이 또한 경제성이 낮을 뿐만 아니라 바인더로 사용하기에는 지나치게 고용점 및 고결정성인 단점이 있다.
- [0009] 한편, 미국특허 제4,065,439호에는 테레프탈산/이소프탈산/아디핀산(또는 세바신산) 및 에틸렌글리콜/네오펜틸글리콜을 사용하여 공중합된 저융점 공중합 폴리에스테르를 개시하고 있다. 이 미국특허에 따른 공중합 폴리에스테르는 유리전이온도가 45~60℃로 너무 낮아 의류용 심지어는 사용하기 어려울 뿐만 아니라 고온 조건에서의 형태안정성 또한 약하다.
- [0010] 한국공개특허 제2001-11548호는 테레프탈산과 무수프탈산의 디카르본산 성분 및 에틸렌글리콜과 디에틸렌글리콜의 디올성분을 축중합하여 폴리에스테르와의 접착력이 우수하고, 접착후 황변현상을 일으키지 않는 폴리에스테르계 섬유용 바인더를 제공하고 있지만, 이 바인더는 무수프탈산을 직접 사용하므로써 반응 메커니즘이 복잡하고, 이에 따라 공중합 폴리에스테르의 색상이 불량해지는 문제점을 막기 위해 축중합 온도를 낮추어야 하는 단점이 있다. 또한, 이와 같은 저온의 축중합 반응은 조업 생산성을 떨어뜨리는 문제점이 있다.
- [0011] 위 한국공개특허 제2001-11548호의 무수프탈산을 사용하여 합성한 공중합 폴리에스테르는 통상의 1mmHg 이하의 감압하에서 270℃ ~ 290℃로 가열시키는 폴리에틸렌테레프탈레이트 축중합 공정과 같은 조건하에서는 얻어진 고분자의 색상이 불량해지는 단점이 있다. 이는 고온, 고진공의 중합 조건에서 반응계의 조성물 중 투입된 무수프탈산이 반응 공정중 개환반응과 직접에스테르화 반응 및 에스테르 교환반응이 혼조된 상태로 반응에 참여함으로써 열분해 및 부반응이 발생되어 착색 물질이 생성되기 때문이다.
- [0012] 본 발명에서는 상기와 같은 종래기술의 문제점을 해결하기 위하여, 저융점 바인더용 공중합 폴리에스테르 수지에 있어서, 이물질로 작용하는 고리형 화합물의 함량이 적고, 180℃ 이하의 저온에서도 우수한 접착력과 형태안정성을 갖는 본 발명의 저융점 바인더용 공중합 폴리에스테르 수지를 개발하고, 이 수지를 이용하여 저온에서

열융착과 형태안정성이 우수한 폴리에스테르계 바인더 복합섬유를 개발하기에 이른 것이다.

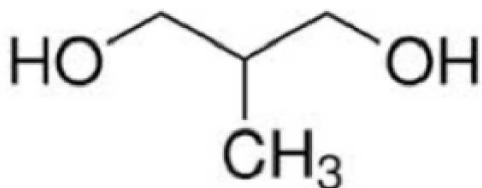
발명의 내용

해결하려는 과제

- [0013] 본 발명의 목적은, 저융점 바인더용 공중합 폴리에스테르 수지에 있어서, 이물질로 작용하는 고리형 화합물 함량이 적고, 140~160℃의 낮은 공정온도에서 열접착력이 우수하며, 고온에서도 접착강력이 유지되어 형태안정성이 우수한 새로운 바인더용 폴리에스테르계 수지를 제공하기 위한 것이다.
- [0014] 본 발명의 다른 목적은, 공중합 성분으로 이소프탈산을 사용하는 바인더용 폴리에스테르 수지에 있어서 중합도 2 내지 3의 고리형 화합물이 형성되어 방사시에 이물질로 작용하여 팩 교환주기가 짧은 것에 반하여, 이물질로 작용하는 고리형 화합물이 형성되지 않아 팩(pack) 교환주기를 늘려줄 수 있는 새로운 바인더용 폴리에스테르계 수지를 제공하기 위한 것이다.
- [0015] 본 발명의 다른 목적은 기존에 폴리에스테르를 중합시 공중합 성분으로 무수프탈산을 이용하여 중합하는 경우 열분해 및 부반응으로 인해 착색물질이 축적되어 색상이 불량해지는 문제가 있는데 반하여, 선형의 지방족 화합물인 2-메틸-1,3-프로판다이올을 사용함으로써 부반응으로 인한 색갈이 불량해지는 문제가 적고, 따라서 황변도를 나타내는 수치인 Color-b 값이 낮게 나타나는 새로운 바인더용 폴리에스테르계 수지를 제공하기 위한 것이다.
- [0016] 본 발명의 또다른 목적은 상기 본 발명의 바인더용 폴리에스테르계 수지를 이용하여 저온에서 열융착이 우수하고, 고온에서도 접착강력이 유지되어 형태안정성이 우수한 폴리에스테르계 바인더 복합섬유를 제공하기 위한 것이다.
- [0017] 본 발명의 또다른 목적은 유리전이온도를 65℃ 이상이 되도록 하는 공중합 성분을 사용함으로써 바인더 섬유의 방사후 연신공정에 있어서 낮은 유리전이온도에 기인하는 섬유의 경시변화 속도를 지연시켜 연신공정 중 인접한 섬유간 밀착 발생등에 따른 생산성 저하가 거의 없는 폴리에스테르계 바인더 복합섬유를 제공하기 위한 것이다.
- [0018] 본 발명의 상기 및 기타의 목적들은 하기 상세히 설명되는 본 발명에 의하여 모두 달성될 수 있다.

과제의 해결 수단

- [0019] 본 발명에 따른 저융점 바인더용 공중합 폴리에스테르 수지는 테레프탈산 또는 그 에스테르 형성성 유도체로 이루어진 산성분, 및 2-메틸-1,3-프로판다이올과 에틸렌글리콜로 이루어진 디올 성분을 공중합시켜 제조되는 것을 그 특징으로 한다.
- [0020] 본 발명의 상기 목적을 달성하기 위해 비결정질의 분자구조를 구현할 수 있는 공중합 물질로서 2-메틸-1,3-프로판다이올을 사용하는데, 이는 통상적인 1,3-프로판다이올의 두번째 탄소에 메틸기가 추가로 결합된 것이다. 2-메틸-1,3-프로판다이올의 경우 두번째 탄소의 메틸기로 인해 고분자 주쇄가 회전을 하는데 용이하게 하고 고분자의 말단 부분인 것처럼 작용하여 주쇄 사이의 자유공간을 넓힌다. 이는 이소프탈산의 메타-구조가 고분자 주쇄에 꺾임 구조를 형성하여 결정성 고분자가 되는 것을 방해하고 비정형 분자구조를 갖도록 하는 것과 동일한 효과를 나타낸다. 또한, 이소프탈산에 의해 형성되는 고리형 화합물의 형성에는 관여하지 않는 장점이 있어, 팩(pack) 교환주기를 늘릴 수 있어 훨씬 생산적이다. 2-메틸-1,3-프로판다이올의 구조는 하기와 같다.



- [0021]
- [0022] 상기 2-메틸-1,3-프로판다이올은 상기 공중합 폴리에스테르의 몰을 기준으로 20~50몰% 범위로 투입되는 것이 바

람직하다.

- [0023] 또한, 분자간 결합을 강화하기 위해 상기 공중합 폴리에스테르에 대하여 50~10,000ppm 범위의 다관능 성분을 더 첨가할 수 있다.
- [0024] 본 발명의 형태안정성이 우수한 폴리에스테르계 바인더 복합섬유는 코어 성분으로 일반 폴리에스테르; 및 쉬스 성분으로 테레프탈산 또는 그 에스테르 형성성 유도체로 이루어진 산성분, 및 2-메틸-1,3-프로판다이올과 에틸렌글리콜로 이루어진 디올 성분을 공중합시켜 제조된 바인더용 공중합 폴리에스테르 수지를 복합방사하여 제조한다.
- [0025] 이하 본 발명의 구체적인 내용을 하기에 상세히 설명한다.

발명의 효과

- [0026] 진술한 바와 같이, 본 발명에 따르면 저융착성이 우수하고 고온에서도 접착 강력이 유지되는 바인더용 섬유를 제공할 수 있다. 또한, 바인더 성분의 수지의 색깔과 물성이 양호하며, 유리전이온도가 65℃ 이상으로 통상의 폴리에스테르와 그 공중합체가 65~80℃ 수준인 것과 비교했을 때 차이가 적다. 이것은 고분자의 공정 중, 이송 중, 사용 중에 있어 매우 유리한 조건이다. 유리전이온도가 낮으면 바인더 섬유의 방사 후 연신공정에 있어 섬유의 경시변화 속도를 앞당겨 공정 중 인접한 섬유간 밀착 발생 등에 따른 생산성 저하를 야기시키며, 고온에서의 부직포의 접착 강도와 형태안정성이 떨어지는데, 상기의 공중합 폴리에스테르는 이러한 문제점을 거의 발생시키지 않는다는 장점이 있다. 한편, 이소프탈산과 열적 특성이 매우 유사하면서도, 이소프탈산에 의해 형성되는 중합도 2 내지 3을 갖는 고리형 화합물의 생성에는 관여를 하지 않아 방사시에 껍교환 주기를 늘릴 수 있다.
- [0027] 한편, 분자간 결합을 강화하기 위해서 가교작용을 하는 다관능 성분을 50~10,000ppm 첨가할 수 있다. 이렇게 함으로써 축중합 반응시간을 단축시키고, 섬유상으로 방사 및 연신하는 경우 사절률을 감소시키는 등 공정성을 향상시킬 수 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0028] 본 발명은 저융점 바인더용 공중합 폴리에스테르에 관한 것으로, 형태 안정성이 우수하고 수지 내에 고리형 화합물의 함량이 적은 저융점 바인더용 공중합 폴리에스테르에 관한 것이다. 본 발명은 본 발명의 바인더용 공중합 폴리에스테르로 제조된 폴리에스테르 바인더용 복합섬유도 포함한다.
- [0029] 본 발명에 따른 저융점 바인더용 공중합 폴리에스테르 수지는 테레프탈산 또는 그 에스테르 형성성 유도체로 이루어진 산성분, 및 2-메틸-1,3-프로판다이올과 에틸렌글리콜로 이루어진 디올 성분을 공중합시켜 제조되는 것을 그 특징으로 한다.
- [0030] 본 발명에 따르면 2-메틸-1,3-프로판다이올을 이용하여 수지를 제조하는 경우 부반응 생성물인 고리형 화합물의 생성에 관여하지 않아, 이소프탈산을 사용하는 경우 보다 방사공정시 껍 교환주기를 늘릴 수 있어 생산성 향상을 도모할 수 있다.
- [0031] 또한, 2-메틸-1,3-프로판다이올의 두번째 탄소의 메틸기는 고분자 주쇄가 회전을 하는데 용이하게 하고 고분자의 말단 부분인 것처럼 작용하여 주쇄 사이의 자유공간을 넓힌다. 이는 이소프탈산의 메타-구조가 고분자 주쇄에 끼임 구조를 형성하여 결정성 고분자가 되는 것을 방해하고 비정형 분자구조를 갖도록 하는 것과 동일한 효과를 나타낸다. 따라서 고분자의 용융온도를 저하시키고 결정성을 파괴하는 데 있어 매우 효과적으로 기능한다. 한편, 투입량 대비 용융온도를 많이 떨어뜨릴수록, 유리전이온도를 적게 떨어뜨릴수록 효과적인 공중합 성분이라 할 수 있는데, 2-메틸-1,3-프로판다이올의 경우 용융온도를 떨어뜨리는 효과는 크지만 유리전이온도를 크게 떨어뜨리지 않아 고함량을 투입하여 비정형 고분자가 된 상태에서도 65℃ 이상의 유리전이온도를 나타낸다. 따라서, 낮은 공정 온도에서도 섬유간 열접착을 가능하게 할뿐 아니라, 부직포 제조 후 100~130℃의 고온에서도 형태안정성이 우수하다. 또한, 열적 특성이 이소프탈산과 매우 유사한데 상대적으로 고가인 이소프탈산을 대체하여 사용시 생산원가를 낮출 수 있다.
- [0032] 본 발명에 따른 공중합 폴리에스테르계 바인더 섬유는 코어 성분으로서 일반 폴리에스테르와 쉬스 성분으로서 공중합 폴리에스테르가 복합된 바인더 섬유로서, 상기 공중합 폴리에스테르가 테레프탈산 또는 그 에스테르 형

성성 유도체로 이루어진 산 성분, 및 2-메틸-1,3-프로판다이올과 에틸렌글리콜로 이루어진 디올 성분을 공중합시켜 된 공중합 폴리에스테르이고, 상기 공중합 폴리에스테르 중의 에스테르의 물을 기준으로 상기 2-메틸-1,3-프로판다이올이 20~50몰%인 것이 좋고 상기 함량이 20몰% 미만이면 용점이 충분히 저하되지 않아 목적하는 폴리에스테르 수지를 얻을 수 없고, 50몰% 이상에서는 충분히 결정성이 저하되어 그 이상의 효과를 얻을 수 없으며, 오히려 과도하게 투입시 디올 성분중의 주성분으로 작용하여 결정성을 증대시키는 역효과를 가져올 수 있다.

[0033] 한편, 본 발명의 공중합 폴리에스테르 제조시 사용되는 다관능 성분은 폴리카르본산, 폴리올 및 폴리옥시카르본산으로 이루어진 군으로부터 선택되며, 특히, 트리멜리트산, 트리메신산, 3,3', 4,4'-벤조페논테트라카르본산, 1,2,3,4-부탄테트라카르본산 및 이들의 산에스테르, 산무수물 등의 유도체, 글리세린, 펜타에리스리톨 및 솔비톨로 이루어진 군으로부터 선택되는 것이 바람직하다. 이 때, 다관능 성분은 본 발명에 따른 바인더의 축중합시 반응온도를 낮추고, 반응시간을 단축하여 색상 불량을 개선시키고, 섬유상으로 방사 및 연신하는 경우 작업성을 향상시키도록 각각의 공중합 폴리에스테르 성분에 대하여 50~10,000ppm, 더욱 바람직하게는 50~1,000ppm이 첨가된다. 이 때, 상기 다관능 성분의 첨가량이 10ppm 미만이면, 목적하는 가교제의 역할을 달성할 수 없으며, 상기 첨가량이 10,000ppm을 초과하면 급격한 가교 현상에 의하여 중합, 방사 및 연신시 문제를 일으킨다.

[0034] 상술한 디올성분 및 다관능 성분이 포함된 공중합 폴리에스테르를 쉬스-코어(sheath-core)형 바인더 섬유의 쉬스 성분으로 사용하는 경우, 기존의 바인더 섬유에 적용되는 온도와 유사한 범위의 저온에서 열접착시킬 수 있을 뿐만 아니라, 유리전이온도가 65℃이상으로 자동차 내장용 헤드라이너 제품과 같이 야외에서 오랫동안 태양에 노출된 고온의 분위기에서 내구성 및 형태안정성을 필요로 하는 경우에도 강력이 유지되며 몰딩용 부직포에서도 고온 분위기하에서 처짐현상을 예방할 수 있다.

[0035] 이하, 본 발명은 하기 실시예를 통하여 보다 구체적으로 설명되지만, 이 실시예는 본 발명의 예시에 불과한 것으로 본 발명의 보호범위를 한정하거나 제한하고자 하는 것이 아니다.

[0036] 실시예 1~4: 폴리에스테르 수지 제조

[0037] 하기 표1에 나타난 바와 같은 조성으로 각 성분의 사용량을 결정하였다. 에스테르 반응조에 테레프탈산 및 에틸렌글리콜을 투입한 후 258℃의 온도에서 통상적인 방법으로 반응시켜 반응율이 96% 진행된 올리고머를 제조하였다. 이로부터 얻은 올리고머에 폴리에틸렌테레프탈산의 물을 기준으로 2-메틸-1,3-프로판다이올을 함량별로 투입하고, 다관능 성분으로 트리메틸올프로판(이하 'TMP')을 1000ppm 및 통상의 에스테르 교환반응 촉매의 존재하에서 250℃에서 에스테르 교환반응을 시켰다. 이렇게 해서 얻어진 에스테르화 올리고머에 통상의 축중합 반응촉매를 투입한 후, 최종 감압도가 0.1mmHg가 되도록 서서히 감압하면서 280℃까지 승온시켜 축중합반응을 실시하였다. 이와 같이 제조된 폴리에스테르 수지의 성능은 상술한 바와 같이 평가하여 그 결과를 하기 표 2에 나타내었다.

[0038] 실시예 5: 폴리에스테르 수지 제조

[0039] 다관능 성분인 트리메틸올 프로판을 사용하지 않은 것을 제외하고는 실시예 4와 동일한 조성으로 실시하여 공중합 폴리에스테르를 얻은 후, 이의 물성을 상술한 바와 같이 측정하여 그 결과를 하기 표 2에 나타내었다.

[0040] 비교예 1~4: 공중합 성분으로 이소프탈산 사용

[0041] 하기 표 1에 나타난 것과 같이, 2-메틸-1,3-프로판다이올이 아닌 이소프탈산을 함량별로 투입하고, 다관능 성분을 투입하지 않았다. 그 외에는 실시예 1~4와 동일한 조건에서 중합하였다. 이와 같이 제조된 폴리에스테르 수지의 성능은 상술한 바와 같이 평가하여 그 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

[0042] 비교예 5~6: 2-메틸-1,3-프로판다이올 대신에 디에틸렌글리콜 사용

[0043] 하기 표1에 나타난 것과 같이, 2-메틸-1,3-프로판다이올이 아닌 디에틸렌글리콜을 투입하고, 다관능 성분을 투입하지 않았다. 그 외에는 실시예 1~4와 동일한 조건에서 중합하였다. 이와 같이 제조된 폴리에스테르 수지의 성능은 상술한 바와 같이 평가하여 그 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

표 1

	구분	MePDO	IPA	DEG	TMP
	단위	mol%	mol%	mol%	ppm
실시에	1	10	-	-	1000
	2	20	-	-	1000
	3	30	-	-	1000
	4	40	-	-	1000
	5	40	-	-	-
비교예	1	-	10	-	-
	2	-	20	-	-
	3	-	30	-	-
	4	-	40	-	-
	5	-	-	30	-
	6	-	30	15	-

[0044]

[0045] MePDO: 2-메틸-1,3-프로판다이올, TMP: 트리메틸올프로판

[0046] IPA: 이소프탈산, DEG: 디에틸렌글리콜

표 2

	구분	IV	용점	연화온도	유리전이온도	Color-b	반응시간	상온접착력	고온접착력	고리형 화합물
	단위	dl/g	°C	°C	°C	-	hr	kg	kg	wt%
실시에	1	0.68	235.3	-	76.5	2.5	1.8	-	-	-
	2	0.67	210.5	-	74.6	2.8	2.3	-	-	-
	3	0.65	196.3	-	72.1	3.5	2.7	63	3.7	-
	4	0.66	-	120	70.4	3.1	2.5	71	4.1	-
	5	0.60	196.1	120	70.3	4.9	3.1	67	3.6	-
비교예	1	0.69	232.5	-	74.2	2.9	2.3	-	-	0.25
	2	0.65	208.6	-	71.6	4.7	2.6	-	-	0.41
	3	0.68	195.2	-	71.0	5.8	3.4	61	3.4	0.73
	4	0.68	-	128	70.1	7.2	3.9	69	3.7	0.86
	5	0.59	194.7	-	57.7	4.1	2.5	56	1.8	-
	6	0.66	-	135	61.3	6.2	3.6	68	2.2	0.53

[0047]

[0048] 상기 실시예 및 비교예에 나타난 평가 항목의 측정은 다음과 같이 실시하였다.

[0049] 1. 고리형 화합물 함량 측정: 공중합 폴리에스테르의 첨가물 몰%는 공중합 폴리에스테르를 트리플로로아세트산에 용해하여 브루커(Bruker)사의 DRX-300 프로톤 핵 자기공명장치(1H NMR)를 이용하여 측정하였다.

[0050] 2. 용점/유리전이온도 및 연화거동 측정: 열시차 주사 열량계(Perkin Elmer, DSC-7)를 이용하여 측정하였으며, 열 흡수 피크가 존재하지 않는 경우, 즉 용점이 존재하지 않는 경우 동적 열특성 측정기(Perkin Elmer, DMA-7; TMA 모드)를 이용하여 연화 거동을 측정하였다.

[0051] 3. 극한 점도(IV) 측정: 공중합 폴리에스테르를 페놀/테트라클로로에탄(중량비 50/50)에 녹여 0.5중량%의 용액을 만든 후, 우베로드 점도계로 35°C에서 측정하였다.

[0052] 4. 상온 접착력 및 고온 접착력: 제조된 열융착 부직포를 밀도 2g/100cm²로 고정하고, ASTM D1424의 방법으로 상온접착력은 분위기 온도를 25°C에서, 고온접착력은 분위기 온도를 100°C(건열)에서 측정하였다.

[0053] 상기 표 1에 나타난 바와 같이, 2-메틸-1,3-프로판다이올을 사용한 실시예 1~4와 이소프탈산을 사용한 비교예 1~4를 비교해 봤을 때 적어도 동등한 정도의 극한 점도를 가지며, 용융 온도를 떨어뜨리는 효과가 유사할 뿐 아니라 65°C 이상의 유리전이온도를 가진다. 상온접착력과 고온접착력 결과에서 볼 수 있듯이 2-메틸-1,3-프로판다이올과 다관능 성분을 사용한 실시예 1~4에서 접착 강력이 우수함을 알 수 있다. 디에틸렌글리콜을 이용하여

공중합하는 경우 유리전이온도의 강하현상이 커서 상온접착력 및 특히 고온접착력이 상대적으로 떨어지는 것을 알 수 있어, 디에틸렌글리콜을 이용할 경우에는 분자간 결합력을 증가시켜주는 첨가제 투입이 필요하다. 또한 이소프탈산을 이용하여 공중합된 비교예 1~5에 반해 2-메틸-1,3-프로판다이올은 고리형 이합체 생성에 관여하지 않아 폴리에스테르 내에 이물질 함량을 낮추고 팩 교환주기를 늘리는데 기여할 수 있다. 한편, 실시예 4와 5를 비교해봤을 때 다관능 성분 중의 하나인 트리메틸올프로판올을 넣음으로써 얻을 수 있는 효과를 알 수 있다. 다관능 성분을 투입한 실시예 4의 경우 실시예 5보다 중축합 반응시간이 단축되었으며, 그에 따라 황변도(Color-b값)가 낮게 나왔다. 전반적으로 실시예 1~4는 실시예 5, 비교예 1~6에 비해 반응시간이 단축되고 황변도도 낮게 나온 것으로 알 수 있듯이 2-메틸-1,3-프로판다이올을 공중합 성분으로 사용하는 것과 다관능 성분의 첨가는 바인더용 폴리에스테르 수지의 물성과 생산성을 향상시키는 효과를 갖는다.

[0054]

본 발명의 단순한 변형 내지 변경은 이 분야의 통상의 지식을 가진 자에 의하여 용이하게 실시될 수 있으며, 이러한 변형이나 변경은 모두 본 발명의 영역에 포함되는 것으로 볼 수 있다.