

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 3 区分

【発行日】平成 28 年 2 月 12 日 (2016.2.12)

【公開番号】特開 2015-17204 (P2015-17204A)

【公開日】平成 27 年 1 月 29 日 (2015.1.29)

【年通号数】公開・登録公報 2015-006

【出願番号】特願 2013-146226 (P2013-146226)

【国際特許分類】

C 0 8 F 2/18 (2006.01)

D 0 1 F 6/54 (2006.01)

D 0 1 F 6/18 (2006.01)

D 0 1 F 9/22 (2006.01)

C 0 8 F 20/44 (2006.01)

C 0 8 F 8/30 (2006.01)

C 0 8 F 4/40 (2006.01)

【 F I 】

C 0 8 F 2/18

D 0 1 F 6/54 C

D 0 1 F 6/18 E

D 0 1 F 9/22

C 0 8 F 20/44

C 0 8 F 8/30

C 0 8 F 4/40

【手続補正書】

【提出日】平成 27 年 12 月 18 日 (2015.12.18)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 1 0 1

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 1 0 1 】

・ P A N 溶液 (h) の作製方法

アクリロニトリル 1 0 0 重量部、D M S O 3 7 5 重量部、アゾビスイソブチロニトリル 0 . 4 重量部、オクチルメルカプタン 1 重量部を反応容器に仕込み、窒素置換後に 6 5 で 5 時間、7 5 で 7 時間加熱し重合し、D M S O を溶媒とするアクリロニトリル 1 0 0 モル % を重合してなる P A N を含む溶液を調製した。系全体をポンプで排気して 3 0 h P a まで減圧することで脱モノマーした。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 1 2 0

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 1 2 0 】

(実施例 6)

P A N (a) 1 0 質量部、ニトロ化合物としてニトロ化合物をニトロベンゼンを 1 . 3 質量部、アミン系化合物として N - アミノエチルエタノールアミン 0 . 7 質量部とモノエタノールアミン 0 . 7 質量部、および極性溶媒として D M S O 8 7 質量部、以外は、実施例 1 と同様に実験を行った。得られた耐炎ポリマーの S 成分濃度は 1 4 0 0 μ g / g であ

った。

ポリマー濃度を 10 wt % と低くしたが、紡糸の結果、製糸性は A と判定され、得られた繊維の毛羽数は 40 個、耐炎性試験の結果は 38 % であり、十分な耐炎性であり、実施例 1 と同等の結果となった。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0124

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0124】

(実施例 10)

PAN (e) 12 質量部用いた以外は、実施例 4 と同様に実験を行った。PAN：ニトロ化合物：アミン系化合物 = 15 : 2 : 2 の比率である。得られた耐炎ポリマーの S 成分濃度は $150 \mu\text{g} / \text{g}$ であった。

紡糸の結果、製糸性は A と判定され、得られた繊維の毛羽数は 49 個であった。PAN 中の硫黄成分が $200 \mu\text{g} / \text{g}$ とごく微量であるので、繊維の耐炎性試験の結果は 54 % にまで向上し、耐炎性良好であった。製糸性、毛羽数、および耐炎性が実施例 4 より向上した。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0127

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0127】

(比較例 1)

PAN 溶液 (h) 75 質量部用いた以外は、実施例 1 と同様に実験を行った。PAN：ニトロ化合物：アミン系化合物 = 15 : 2 : 2 の比率である。得られた耐炎ポリマーの S 成分濃度は $1700 \mu\text{g} / \text{g}$ であった。

PAN 中の硫黄成分が $1800 \mu\text{g} / \text{g}$ であるが、溶液重合した PAN 溶液をそのまま用いているために、製糸性は C、得られた繊維の毛羽数は 178 個、耐炎性試験の結果は 23 % であり、不良であり、製糸性、毛羽数、および耐炎性が実施例 1 より悪化した。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0134

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0134】

【表 2】

		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8	実施例9	実施例10	実施例11	実施例12
ポリアクリロニ トリル	PAN(a)	15	15	15	15	15	10	15					
	PAN(b)							15					
	PAN(c)								15				
	PAN(d)									13			
	PAN(e)										12		
	PAN(f)											15	
	PAN(g)												8
ニトロ化合物	重量部数	2.0											
	オルトニトロフェノール		2.0										
	メタニトロフェノール												
アミン	オルトニトロトルエン												
	ニトロベンゼン			2.0									
	N-アミノエチルエタノールアミン	1	1	1	1	1	0.7	1	1	0.9	0.8	1	0.5
	モノエタノールアミン	1	1	1	1	2	0.7	1	1	0.9	0.8	1	0.5
	ジメチルスルホキシド	81	81	81	81	80	87	81	81	84	85	81	90
極性溶媒	S成分濃度	1600	1600	1600	1600	1600	1600	800	200	300	200	2800	40
	各ポリアクリロ ニトリルの性質	64000	64000	64000	64000	64000	64000	64000	75000	160000	200000	50000	310000
	数平均分子量Mn	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	4.0	4	2	4	3.3	3.3
	分子量分布Mw/Mn	1400	1400	1400	1500	1400	1400	700	150	200	150	2500	20
耐炎ポリマー	S成分濃度	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	B	B
製糸性													
毛羽数	個数/Km	54	50	59	55	67	40	51	50	32	49	81	121
耐炎性	%	40	41	41	40	39	38	44	46	52	54	36	51