

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6430385号
(P6430385)

(45) 発行日 平成30年11月28日(2018.11.28)

(24) 登録日 平成30年11月9日(2018.11.9)

(51) Int.Cl.

F 1

D01F	6/90	(2006.01)	D01F	6/90	301
D04B	1/16	(2006.01)	D04B	1/16	
D04B	21/16	(2006.01)	D04B	21/16	
A41D	31/00	(2006.01)	A41D	31/00	C
D03D	15/00	(2006.01)	A41D	31/00	D

請求項の数 20 (全 25 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2015-536243 (P2015-536243)
(86) (22) 出願日	平成25年3月14日 (2013.3.14)
(65) 公表番号	特表2016-500764 (P2016-500764A)
(43) 公表日	平成28年1月14日 (2016.1.14)
(86) 國際出願番号	PCT/IB2013/052037
(87) 國際公開番号	W02014/057364
(87) 國際公開日	平成26年4月17日 (2014.4.17)
審査請求日	平成28年3月8日 (2016.3.8)
(31) 優先権主張番号	61/712,106
(32) 優先日	平成24年10月10日 (2012.10.10)
(33) 優先権主張国	米国(US)

(73) 特許権者	512007247 ゴールデン レディ カンパニー ソチエ タ ベル アチオーニ イタリア国 マントーヴァ, I-4604 3 カスティッリョーネ デレ スティヴ イエーレ, ヴィア ジイ. レオパルディ, 3/5
(74) 代理人	100064388 弁理士 浜野 孝雄
(74) 代理人	100194113 弁理士 八木田 智
(72) 発明者	ザルティエリ, マウロ イタリア国 マントヴァ, 46041 カ ステルオーボ ディ アソラ, ヴィア カ テリーナ アルベルティ 43 最終頁に続く

(54) 【発明の名称】ポリアミド衣料の織編用糸及び生地、並びにそれから作られた衣類

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

ポリアミドから成る衣料の織編用糸であつて、

前記ポリアミドは、ナイロン6.6並びにポリエーテルジアミンから成り、

前記ポリエーテルジアミンはおよそ1質量%乃至およそ20質量%の範囲の量で存在し

前記ポリアミドがおよそ10%乃至およそ30%の範囲の水分率を有し、

前記ポリエーテルジアミンは、脂肪族基を含有しており、且つ、少なくとも1500の質量平均分子量(MW)、及びポリエーテルジアミンについての理想のアミン水素当量(Amine Hydrogen Equivalent)(AHEW)よりも10%未満だけ高いAHEWを有し、1分子当りの有効アミン水素の数、即ちAHEWは、ISO 702に記載される手順を用いてアミン基水素含量を測定することにより算出する、前記衣料の織編用糸。

10

【請求項2】

前記ポリアミドはおよそ15%乃至およそ25%の範囲の水分率を有する、請求項1に記載の衣料の織編用糸。

【請求項3】

前記糸は、20%乃至90%の破断点伸びを有する、請求項1又は2に記載の衣料の織編用糸。

【請求項4】

20

前記ポリエーテルジアミンは、ポリエーテルジアミンについての理想化 A H E W よりも 8 % 未満だけ高い A H E W を、好ましくはポリエーテルジアミンについての理想化 A H E W よりも 5 % 未満だけ高い A H E W を、及びより好ましくは、ポリエーテルジアミンについての理想化 A H E W よりも 2 % 未満だけ高い A H E W を有する、請求項 1 乃至 3 のうちいずれか 1 項に記載の衣料の織編用糸。

【請求項 5】

前記ポリエーテルジアミンは、少なくとも 2500 の、好ましくは 5000 の質量平均分子量を有する、請求項 1 乃至 4 のうちいずれか 1 項に記載の衣料の織編用糸。

【請求項 6】

前記ポリエーテルジアミンは、およそ 5 質量 % 乃至およそ 15 質量 % の範囲の量で、又はおよそ 8 質量 % 乃至およそ 18 質量 % の範囲の量で、又はおよそ 10 質量 % 乃至およそ 15 質量 % の範囲の量で存在する、請求項 1 乃至 5 のうちいずれか 1 項に記載の衣料の織編用糸。 10

【請求項 7】

前記ポリアミドは、ポリマー 1000 kg 当り 25 乃至 130 のアミン末端基グラム当量を有する、請求項 1 乃至 6 のうちいずれか 1 項に記載の衣料の織編用糸。

【請求項 8】

前記ポリアミドは、およそ 25 乃至およそ 60 の範囲の相対粘度であって、ASTM D 789 - 86 に従うギ酸試験法に基づき算出される前記相対粘度を有する、請求項 1 乃至 7 のうちいずれか 1 項に記載の衣料の織編用糸。 20

【請求項 9】

前記ポリアミドは、およそ 30 乃至およそ 45 の黄色度指数を有する、請求項 1 乃至 8 のうちいずれか 1 項に記載の衣料の織編用糸。

【請求項 10】

前記ポリアミドは、およそ 75 乃至およそ 85 の L 色座標を有し、及び / 又はおよそ -5 乃至およそ 5 の a 色座標を有し、及び / 又はおよそ 5 乃至およそ 25 の b 色座標を有する、請求項 1 乃至 9 のうちいずれか 1 項に記載の衣料の織編用糸。

【請求項 11】

前記ポリアミドは、0.01 質量 % 乃至 1 質量 % の蛍光増白剤、0.01 質量 % 乃至 2 質量 % の二酸化チタン、1 質量 ppm 乃至 500 質量 ppm の消泡剤のうち 1 種以上をさらに含有する、請求項 1 乃至 10 のうちいずれか 1 項に記載の衣料の織編用糸。 30

【請求項 12】

前記ポリアミドは、触媒、好ましくはリン含有の触媒をさらに含有し、前記リン含有の触媒は、好ましくは前記ポリアミド中にリンとして 5 質量 ppm 乃至 1000 質量 ppm の範囲で存在する、請求項 1 乃至 11 のうちいずれか 1 項に記載の衣料の織編用糸。

【請求項 13】

前記触媒は、リン酸及びその塩、亜リン酸及びその塩、次亜リン酸アリールリン酸及びその塩、アリールホスフィン酸及びその塩、次亜リン酸ナトリウム、次亜リン酸マンガンフェニルホスフィン酸ナトリウム、フェニルホスホン酸ナトリウム、フェニルホスフィン酸カリウム、フェニルホスホン酸カリウム、ヘキサメチレンジアンモニウムビス - フェニルホスフィネート、トルイルホスフィン酸カリウム、及びそれらの混合物から成る群より選択される、請求項 12 に記載の衣料の織編用糸。 40

【請求項 14】

前記糸は、マルチフィラメント織維糸、好ましくは、低延伸糸 (L O Y) 、部分延伸糸 (P O Y) 又は延伸糸 (F D Y) のいずれかの形態にある、請求項 1 乃至 13 のうちいずれか 1 項に記載の衣料の織編用糸。

【請求項 15】

前記糸は、5 乃至 300 デシテックス (d t e x) の糸質量及び 0.5 乃至 7 デシテックスのフィラメント質量を有する、請求項 1 乃至 14 のうちいずれか 1 項に記載の衣料の織編用糸。 50

【請求項 16】

前記糸は、22%乃至およそ60%の伸度を有し、熱水収縮率が3%乃至およそ10%であり、糸強度が3乃至およそ7グラム/デニールであり、そして当該糸のR Vがおよそ40乃至およそ60の範囲にある、延伸糸である、請求項1乃至15のうちいずれか1項に記載の衣料の織編用糸。

【請求項 17】

前記糸は、多成分フィラメント又は多成分纖維であって、前記多成分フィラメント又は多成分纖維の少なくとも第一部分が前記ポリアミドにより形成され、及び前記多成分フィラメント又は多成分纖維の第二部分が前記ポリアミドとは異なるポリマーにより形成されている、請求項1乃至16のうちいずれか1項に記載の衣料の織編用糸。 10

【請求項 18】

請求項1乃至17のうちいずれか1項に記載の衣料の織編用糸から成る衣料用生地であって、当該生地は、好ましくは経編生地、丸編生地、不織布又は低デニールのテクニカル生地である、前記衣料用生地。

【請求項 19】

請求項18に記載の衣料用生地から成る衣類であって、前記衣類は、好ましくはシームレス編衣類又は靴下である、前記衣類。

【請求項 20】

ポリアミドから衣料の織編用糸を製造する方法であって、前記衣料の織編用糸は、請求項1乃至17のうちいずれか1項に定義されるとおりであり、及び、前記方法は、毛細開口部を備えた紡糸口金プレートを通して溶融ポリアミドを押し出し、そして前記紡糸口金プレートから出るフィラメントから糸を形成することを含む、方法。 20

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】****本発明の背景**

ここ何年にもわたり、ポリアミド等から作られた糸の特性を改良することを目的として、ポリエーテルセグメントをポリアミドに混入する多数の手段が存在している。衣料用途のナイロン糸の望ましい親水特性は、オキシエチレン(-OCH₂CH₂-)繰り返し単位の混入により頻繁に与えられている。ポリアミドポリマー主骨格中のオキシエチレン繰り返し単位の適切な平衡を見出すために、多くの研究が取り組まれている。結果として、そのような変性したポリマーは、改变された重合条件を必要とするだろうし、及び、紡糸条件はたやすく予測できるものでもなく、また慣用の紡糸の利点にたやすく適合してもいいない。 30

【背景技術】**【0002】**

1980年代において、Alliedは、ヒドロフィル(Hydrophil(登録商標))ナイロンの商品名のナイロン6(ポリカプロアミド)中の15wt%ジェファミン(Jeffamine(登録商標))ED-2001をベースとした親水性ナイロンを紹介した。当該ポリマーは、5%アミノカプロン酸(重合を誘発させるため)を有するカプロラクタムと、ジェファミン(登録商標)ED-2001とを、255にて加熱することにより作られる。ポリマーをペレットへ押し出した後、ポリマー組成物は、100にて5回、水で抽出し残存カプロラクタムを除去し、そしてその後、16時間の間乾燥される。そのような抽出及び乾燥は、ナイロン6,6ベースのポリマー以上に、いずれのナイロン6ベースのポリマーにとっても一般的に不利である。 40

【0003】

既知の手段において、アルケマ社(Arkema Inc.) (キングオブプラシャ, ペンシルバニア, USA)からの熱可塑性エラストマーの範囲にあるペバックス(PEBAX(登録商標))を用いて、ポリエーテルグリコール(ヒドロキシル末端基を有するポリエーテル)を(例えはアジピン酸)及びナイロンポリマーのモノマー(例えは、ナイロ 50

ン 6 6 “ 塩 ” 、カプロラクタム、アミノ酸) と反応させる。得られたナイロンポリマーはポリエーテルエステルアミドである。これらは、エステル基と共に結合したポリエーテルとポリアミドとのブロックコポリマーである。そのようなポリマーは、高真空 (< 10 ポール) の重縮合プロセスを用いて作られる。そのようなポリマー中に形成されるエステル結合は、加水分解を受けやすいことが既知であり、そしてそれ故、非常に低い水分含有量の真空乾燥が必要とされる。

【 0 0 0 4 】

さらには、改良された透湿性のために、ポリアミド処理剤を含有する合成繊維物から形成された処理された織編物が特許文献 1 に記載されている。ポリアミド処理剤は、疎水性成分及び親水性成分を含有している。特許文献 1 に記載される態様において、疎水性成分は、ポリアミド処理剤のおよそ 19 % 乃至 95 % (モルパーセント) である。さらには、ポリアミド処理剤は、オキシアルキレン誘導体、エーテル結合、並びにオキシアルキレン誘導体及びエーテル結合のいずれか 1 つの有効量を含有する可能性がある。

10

【先行技術文献】

【特許文献】

【 0 0 0 5 】

【特許文献 1 】国際公開第 2003 / 044263 号

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 6 】

20

別の手段においては、使用されるポリエーテルは、当該ポリエーテル鎖の各々の末端においてアミン末端基を有している。このポリエーテルジアミンが二塩基酸 (例えは、アジピン酸) 及びナイロンモノマー (ナイロン 6 6 塩又はカプロラクタム) と反応すると、得られるポリマーはポリエーテルアミドである。同様に、それらはポリエーテルとポリアミドとのブロックコポリマーであるが、アミド結合により結合されている。エステル基が存在しないため、当該重合は煩わしさがより少なく、且つ通常は高真空を使用しない。しかしながら、当該ポリエーテルを組み込むことは、困難性があり、一貫性のないポリマー組成を含み、加工特性に乏しい等となってしまう。例えは、そのようなポリエーテルアミドは、その後の糸への加工のための紡糸可能な組成を与えない。

したがって、合成ポリアミド組成物が調査され、そして開発され続けている。

30

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 7 】

本発明の概要

本発明は、ポリエーテルセグメント及びナイロンを含有するポリアミドから成る衣料の織編用糸であって、特に、前記ポリアミドはナイロン及びポリエーテルジアミンから成り、前記ポリエーテルジアミンは少なくとも 1500 の分子量、及びポリエーテルジアミンについての理想化アミン水素当量 (A m i n e H y d r o g e n E q u i v a l e n t) (A H E W) よりも 10 % 未満だけ高い A H E W を有し、且つ、前記ポリアミドは好ましくは、およそ 10 % 乃至およそ 30 % の範囲の水分率を有する、衣料の織編用糸に関する。

40

【 0 0 0 8 】

本発明はさらに、前記ポリアミド由来の前記衣料の織編用糸の製造方法であって、前記方法は、毛細開口部を備えた紡糸口金プレートを通して溶融ポリアミドを押し出し；そして前記紡糸口金プレートから出るフィラメントから糸を形成することを含む、方法にも関する。

【 0 0 0 9 】

本発明の衣料の織編用糸は、衣料用織編物若しくは衣料用生地、又はそれらから製造される衣料品若しくは衣類を作るのに適しており且つ限定された織編用糸である。

【 0 0 1 0 】

当該糸は、その少なくとも幾つかが上述のポリアミドによって部分的に又は完全に形成

50

された、1種以上の連続スパンフィラメントから成るモノ又はマルチ連続フィラメント糸として形成され得る。好ましい態様に従うと、糸を形成する全てのフィラメントは、部分的に又は完全に、ナイロン及びポリエーテルジアミンから成る上記のポリアミドから作られている。

【0011】

幾つかの態様において、当該糸は、紡糸プロセスによりステープルファイバーから製造され得る。

【0012】

幾つかの態様において、糸を形成するフィラメント又は纖維は単一の成分であり、即ち、完全にポリアミドにより形成される。他の態様においては、フィラメント又は纖維は、多成分フィラメント又は纖維であり、例えば、前記ポリアミドから作られた部分及び異なったポリマーから作られた少なくとも第二部分とから成る、2成分フィラメント又は纖維である。2成分纖維又はフィラメントは、異なった材料から作られたコアを部分的に又は完全に取り囲む前記ポリアミドから作られたスキンを包含する、コア - スキン構造を有し得る。さらなる態様に従うと、2成分纖維又はフィラメントは、サイド - バイ - サイド構造を有し得、ここで前記ポリアミドから作られた第一の長手方向への部分が、異なった材料から作られた第二の長手方向への部分に対して平行に延伸している。

10

【0013】

2成分纖維を形成する第二の成分は、ポリプロピレン；ポリエチレンテレフタレート；ポリブチレンテレフタレート；熱可塑性ポリウレタン及びそれらの組み合わせから成る群より選択され得る。

20

【0014】

幾つかの態様に従うと、2成分纖維及びフィラメントは、上記ポリアミドから作られた第一部分、及びナイロン、例えばナイロン6又はナイロン66から作られた第二部分を含有し得る。

【0015】

本発明はさらに、衣料用織編物、又は衣料用生地、又は衣料用不織布、及びそれらから製造された衣料品、又は衣類にも関する。

【図面の簡単な説明】

【0016】

30

【図1】図1は、本発明で用いられたポリアミドの示差走査熱量測定(DSC)プロットを示す図である。

【図2】図2は、本発明で用いられたポリアミドの示差走査熱量測定(DSC)プロットを示す図である。

【図3】図3は、本発明で用いられたポリアミドの示差走査熱量測定(DSC)プロットを示す図である。

【図4】図4は、本発明で用いられたポリアミドの示差走査熱量測定(DSC)プロットを示す図である。

【図5】図5は、本発明で用いられたポリアミドの示差走査熱量測定(DSC)プロットを示す図である。

40

【図6】図6は、本発明で用いられたポリアミドの示差走査熱量測定(DSC)プロットを示す図である。

【図7】図7は、本発明で用いられたポリアミドの示差走査熱量測定(DSC)プロットを示す図である。

【図8】図8は、本発明で用いられたポリアミドの吸湿を示すプロットである。

【0017】

これら図は、本発明の衣料の織編用糸が作られるポリアミドを例示しているにすぎないことに留意されるべきである。

【発明を実施するための形態】

【0018】

50

本発明の詳細な説明

以下の詳細な説明は、本発明における使用に適したポリアミドを詳細に記載している。

【0019】

以下の詳細な説明は、説明目的のために多くの特定を包含しているが、当業者であれば、以下の詳細に対する多くのバリエーション及び改変が、本願明細書に開示された態様の範囲内であることを理解するであろう。

【0020】

従って、以下の態様は、いずれの請求項に係る発明に対する如何なる普遍性の損失もなく、且つ限定されることもなく、説明されるものである。本開示をより詳細に記載する前に、この開示が、記載された特定の態様に限定されるものではないことが理解されるべきである。そのため、本開示の範囲は添付された特許請求の範囲によってのみ限定されるため、本願で用いられる用語は、特定の態様のみの記載を目的としたものであって、限定を意図したものではないことがまた理解されるべきである。定義されていない場合には、ここで用いられている全ての技術的及び科学的用語は、本開示が属する当業者により一般に理解されるのと同じ意味を有する。

【0021】

文脈が明らかに示すのでなければ、本明細書及び添付された特許請求の範囲に用いられているとおり、単数形 “a”、“a n” 及び “t h e” は多数の指示対象を包含する。例えば、“1つのポリアミド (a polymide)” は多数のポリアミドを包含する。

【0022】

本開示において、“comprises”、“comprising”、“containing” 及び “having” 等は、米国特許法においてはそれらに帰するという意味を有し得、そして “includes”、“including” 等を意味し得、そして制約が無いものとして一般に解釈されている。用語 “consisting of” は範疇が限られた用語であって、特に列挙された組成、構造、段階等のみを包含し、そして米国特許法に従っているものである。“Consisting essentially of” 又は “consists essentially” 等は、本発明により包含される方法及び組成物に適用される場合には、本願において開示されるものと同様の組成物に関するが、さらなる構造群、組成物成分又は方法段階を包含し得る。そのようなさらなる構造群、組成物成分又は方法段階等は、しかしながら例えば、本願に開示される組成物又は方法に対応するものと比較して、組成物又は方法の基礎及び新規特性に対し物質的に影響を与えない。さらに詳細には、“Consisting essentially of” 又は “consists essentially” 等は、列挙されているものの基礎及び新規な特性が、列挙されているが従来の態様を除外しているものよりも多くの存在により替えられていない限り、本発明により包含される方法及び組成物に適用される場合には、米国特許法に属する意味を有し、そして用語は制約が無く、列挙されているものよりも多くの存在を許容する（例えば、微量の汚染物質、ポリマーと反応し得ない成分、又は反応してポリマーを形成する成分等）。“comprising” 又は “including” のような制約が無い用語を用いる場合、明確に記載されているならば、“consisting essentially of”的用語並びに “consisting of”的用語にもまた直接のサポートがされるべきである。

【0023】

用語アミン水素当量 (Amine Hydrogen Equivalent Weight) (AHEW) とは、1分子当りの活性アミン水素の数で除されたポリエーテルアミンの分子量として定義される。例えば、2000の平均分子量を有する理想化ポリエーテルジアミンであって、ポリエーテルの全ての末端がアミン末端である場合に、即ち、1分子当り4.0の活性アミン水素を与えるため、1当量当り500gのAHEWを有する。ちなみに、末端の10パーセントがアミンではなくむしろ実際にはヒドロキシル基であった場合には、1分子当り3.6だけの活性アミン水素が存在し、そしてポリエーテルアミンは、1当量当り556gのAHEWを有するであろう。1分子当りの活性アミン水素

10

20

30

40

50

の数、及びそれ故与えられるポリエーテルアミンの A H E W は、当業者に既知の且つ従来の技術に従い算出されるが、好ましくは、I S O 9 7 0 2 に記載の手順を用いてアミン基窒素の含量を決定することにより算出される。用語“脂肪族基”とは、飽和の又は不飽和の、直鎖状又は枝分れ状の炭化水素基をいい、そして例えば、アルキル基、アルケニル基、及びアルキニル基を包含する。

【 0 0 2 4 】

用語“a l k”又は“アルキル”は、1乃至12個の炭素原子、例えば、メチル基、エチル基、n - プロピル基、i - プロピル基、n - ブチル基、i - ブチル基、t - ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、n - オクチル基、ドデシル基、オクタデシル基、アミル基、2 - エチルヘキシル基等のような1乃至8個の炭素原子を有する直鎖状又は枝分れ状の炭化水素基をいう。アルキル基は、他に記載されていない限り、アリール基(置換されていてもよい)、ヘテロシクロ基(置換されていてもよい)、カルボシクロ基(置換されていてもよい)、ハロゲン原子、ヒドロキシ基、保護されたヒドロキシ基、アルコキシ基(例えばC 1乃至C 7)(置換されていてもよい)、アシリル基(例えばC 1乃至C 7)、アリールオキシ基(例えばC 1乃至C 7)(置換されていてもよい)アルキルエステル基(置換されていてもよい)、アリールエステル基(置換されていてもよい)、アルカノイル基(置換されていてもよい)、アロイル基(置換されていてもよい)、カルボキシ基、保護されたカルボキシ基、シアノ基、ニトロ基、アミノ基、置換されたアミノ基、(1置換された)アミノ基、(2置換された)アミノ基、保護されたアミノ基、アミド基、ラクタム基、尿素基、ウレタン基、スルホニル基等より選択される1つ以上の基により置換されていてもよい。10

【 0 0 2 5 】

用語“アルケニル基”は、2乃至12個の炭素原子、例えば、2乃至4個の炭素原子であってエテニル基のような少なくとも1つの炭素 - 炭素二重結合(シス又はトランスのいずれか)を有する直鎖状又は枝分れ状炭化水素基をいう。アルケニル基は、他に記載されていない限り、アリール基(置換されたアリール基を含む)、ヘテロシクロ基(置換されたヘテロシクロ基を含む)、カルボシクロ基(置換されたカルボシクロ基を含む)、ハロゲン原子、ヒドロキシ基、アルコキシ基(置換されていてもよい)、アリールオキシ基(置換されていてもよい)、アルキルエステル基(置換されていてもよい)、アリールエステル基(置換されていてもよい)、アルカノイル基(置換されていてもよい)、アロイル基(置換されていてもよい)、シアノ基、ニトロ基、アミノ基、置換されたアミノ基、アミド基、ラクタム基、尿素基、ウレタン基、スルホニル基等より選択される1つ以上の基により置換されていてもよい。20

【 0 0 2 6 】

用語“アルキニル基”とは、2乃至12個の炭素原子、例えば、2乃至4個の炭素原子であってエチニル基のような少なくとも1つの炭素 - 炭素三重結合を有する直鎖状又は枝分れ状の炭化水素基を言う。アルキニル基は、他に記載されていない限り、アリール基(置換されたアリール基を含む)、ヘテロシクロ基(置換されたヘテロシクロ基を含む)、カルボシクロ基(置換されたカルボシクロ基を含む)、ハロゲン原子、ヒドロキシ基、アルコキシ基(置換されていてもよい)、アリールオキシ基(置換されていてもよい)、アルキルエステル基(置換されていてもよい)、アリールエステル基(置換されていてもよい)、アルカノイル基(置換されていてもよい)、アロイル基(置換されていてもよい)、シアノ基、ニトロ基、アミノ基、置換されたアミノ基、アミド基、ラクタム基、尿素基、ウレタン基、スルホニル基等より選択される1つ以上の基により置換されていてもよい。30

【 0 0 2 7 】

“与えるのに適する(s u i t a b l e t o p r o v i d e)”、“引き起こすのに十分(s u f f i c i e n t t o c a u s e)”、又は“得るのに十分(s u f f i c i e n t t o y i e l d)”等のような用語は、合成法の観点において、反応生成物の有益な品質又は収率を提供することを変化させることが実験者にとって通常のスキ40

ルの範囲内にある、時間、温度、溶媒、反応物濃度等に関連した反応条件をいう。所望の反応生成物が単離され得るか、そうでなければさらに使用され得るならば、所望の反応生成物が単なる反応生成物であること、又は出発材料が完全に消費されていることは大切ではない。

【 0 0 2 8 】

比率、濃度、量及び他の数値データは、範囲の形式として本願に表現され得ることに留意されるべきである。そのような範囲の形式は、便宜及び簡潔のために用いられ、そのため、当該範囲の限定を明確にいう数値だけでなく、全ての個々の数値、又は各々の数値及びサブレンジが“およそ‘x’乃至およそ‘y’”を含む場合と同じ範囲内に含まれるサブレンジをも包含する柔軟な方式において解釈されるべきである。例えば、“およそ0.1%乃至およそ5%”の濃度範囲とは、およそ0.1質量%乃至およそ5質量%の明確に示された濃度だけでなく、示された範囲内の個々の濃度（例えば、1%、2%、3%及び4%）及びサブレンジ（例えば、0.5%、1.1%、2.2%、3.3%、及び4.4%）をも包含すると解釈されるべきである。一態様において、用語“およそ”とは、数値の有意な数字に従う従来の丸め方を包含し得る。さらには、用語“およそ‘x’乃至‘y’”とは、“およそ‘x’乃至およそ‘y’”を包含する。

【 0 0 2 9 】

本願で用いられる用語“およそ”とは、数値又は数値範囲に関する場合には、値又は範囲における変動度、例えば、記載された値の又は記載された範囲の限定の10%以内又は一局面においては5%以内を許容する。

【 0 0 3 0 】

さらには、開示物の特徴又は局面が一覧表又はマーカッシュ形式の群に関して記載されている場合に、当業者は、その開示物がマーカッシュ形式の群の要素の如何なる個々の要素又はサブグループにも関して記載されていることを認識する。例えば、Xが、臭素、塩素、及びヨウ素から成る群より選択されるものとして記載されている場合に、臭素であるXについての特許請求の範囲、並びに臭素及び塩素であるXについての特許請求の範囲は、個々に列举されるとおりに完全に記載される。例えば、開示物の特徴又は局面がそのような一覧表に関して記載されている場合に、当業者は、開示物が一覧表又はマーカッシュ形式の群のメンバーの個々のメンバー又はサブグループの如何なる組み合わせにも関して記載されていることを認識するであろう。従って、Xが、臭素、塩素、及びヨウ素から成る群より選択されると記載され、且つ、Yが、メチル基、エチル基、及びプロピル基から成る群より選択されると記載されている場合に、Xが臭素であり及びYはメチル基である特許請求の範囲は、完全に記載され且つ支持される。

【 0 0 3 1 】

本願で使用されるとおり、全ての百分率組成は、他に記載されていない限り、質量百分率として与えられる。他に示されていない限り、成分の溶液が百分率に関する場合には、溶媒（例えば、水）を含む組成物の質量%に関する。

【 0 0 3 2 】

本願で使用されているとおり、他に記載されていない限り、ポリマーの全ての分子量(Mw)は質量平均分子量である。

【 0 0 3 3 】

本願明細書において引用された全ての刊行物及び特許文献は、各々個々の刊行物又は特許文献が、参照により組み込まれていると特別に及び個々に示されており、且つ刊行物が引用されているものに関連した方法及び/又は材料を開示し及び記載するために参照により本願に組み込まれている場合には、参照によりここに組み込まれている。いずれの刊行物の引用も、出願日前のその開示のためであり、そして、本発明の開示が先行技術開示によるそのような公表に先行しないという承認として解釈されるべきではない。さらには、付与されている公表日は、独立して確認される必要があり得る実際の公表日とは異なり得る。

【 0 0 3 4 】

10

20

30

40

50

当該開示を解釈するに当たり当業者に明白となるように、本願において記載され且つ例示されている個々の態様の各々は、本発明の開示の目的又は精神から逸脱することなく他の幾つかの態様のいずれの特徴からもたやすく分離され得又は組み合わされ得る個別の要素及び特徴を有する。いずれの列挙された方法も、列挙された事象の規則において、又は理論的に可能ないずれの他の規則においても、実施され得る。

【0035】

他に示されていない限り、本発明の開示の態様は、当該技術分野の範囲内の化学の技術が採用される。そのような技術は文献に完全に説明されている。

【0036】

本発明における使用に適したポリアミドは、ポリエーテルセグメント及びナイロンを含有し、前記ポリアミドはナイロン及びポリエーテルジアミンから成り、前記ポリエーテルジアミンは少なくとも1500の分子量、そしてポリエーテルジアミンについての理想化アミン水素当量(Amine Hydrogen Equivalent Weight)(AHEW)よりも10%未満だけ高いAHEWを有し、そして前記ポリアミドは好ましくは、およそ10%乃至およそ30%の範囲の水分率を有する。10

【0037】

本願において開示されるポリアミドは、衣料の織編用糸中に紡績された場合に、特に有益な親水性ポリアミド組成物を作るのに良く適している。本発明は、そのような改良された合成ポリアミド(ナイロン)ポリマー組成物から紡績された衣料の織編用糸に関する。一般に、そのようなポリアミドは、ナイロン及びポリエーテルアミンから成り、そしておよそ10%乃至およそ30%、好ましくはおよそ10乃至およそ25%、好ましくはおよそ15乃至およそ25%の範囲の水分率(本願において測定される)を有し得る。そのような割合は、ポリアミド組成物のその後の加工中に改良された加工性を可能にし得る。例えば、糸へ紡績される場合、ポリアミドは20%乃至90%の破断点伸びを有し得る。ポリアミド組成物は、本願にて議論されるように、酸(アニオン性)染色性又は塩基(カチオン性)染色性のポリマーのいずれかであり得る。一態様において、ポリマー主骨格(アミド単位中)の少なくとも85%は脂肪族基から成り得る。本願で議論されるナイロンは、ポリヘキサメチレンジパミド(ナイロン6,6)、ポリカプロアミド(ナイロン6)、又はこれらのいずれかのコポリマーであり得る。一態様において、ナイロンはナイロン6,6であり得る。一般に、ナイロンは、ポリアミド中におよそ50質量%乃至95質量%の範囲の量で存在し得る。20

【0038】

ポリエーテルアミンは、およそ2000の分子量のポリエチレングリコールと、プロピレンオキシド4分子とを反応させて、一級末端ヒドロキシル基を二級ヒドロキシル末端基に転換することにより製造され得る。不完全な変換であると、残存ヒドロキシル末端基を含有するポリエーテルアミン生成物を生じ、そのようなヒドロキシル基は、ポリアミド重合プロセスの間にアミド基を形成することが出来ず、重合速度及び重合度を制限し、且つそれ故に望ましくない。そのような不完全な変換は、理想化値よりも高いAHEW値のポリエーテルアミンに反映される。エラスタミン(Elastamine(登録商標))RE-2000についての技術データシートは、分子量およそ2000のポリエーテルジアミンであるポリエーテルアミンを記載しており、それ故に、当該ポリエーテルアミンは、1当量当り500gの理想化AHEWを有しており、当該データシートはさらに、1当量当り505gである実際のAHEWを報告している。比較のため、ジェファミン(Jeffamine)ED-2003のデータシートは、分子量およそ2000のポリエーテルジアミンとして記載しており;それ故に、当該ポリエーテルジアミンはまた、1当量当り500gの理想化AHEWを有しており、当該データシートはさらに、1当量当り575gである実際のAHEWを報告している。40

【0039】

ポリアミドは、一般にポリエーテルアミンについての理想化AHEWよりも10%未満だけ高いAHEWを有するポリエーテルアミンから成る。ポリエーテルアミンは、好まし50

くはポリエーテルジアミンである。一態様として、ポリエーテルアミンは、アルキルポリエーテルアミンであり得る。一態様において、ポリエーテルアミンは脂肪族基を含有する。さらに別の局面においては、ポリエーテルアミンはエラスタミン（登録商標）R E - 2000 (ハンツマン インターナショナル L L C (Huntsman International L L C)) であり得る。一態様において、ポリエーテルアミンは下記構造を有し得る。

【化1】



10

【0040】

さらなる態様においては、ポリエーテルアミンは、-, -ジアミノポリ（オキシアルキレン - コ - オキシアルキレンエーテル）コポリマーであり得る。一態様において、-, -ジアミノポリ（オキシアルキレン - コ - オキシアルキレンエーテル）コポリマーは、米国特許出願第20120065362A1号に開示されるように、-, -ジアミノポリ（オキシエチレン - コ - オキシテトラメチレンエーテル）コポリマーであり得る。そのようなポリエーテルアミンは、およそ2000の分子量のポリエチレングリコールをポリエチレンオキシドの3乃至4分子と反応させて、一級末端ヒドロキシル基を二級ヒドロキシル末端基に変換することにより製造され得る。

20

【0041】

本願において議論されているように、ポリエーテルジアミンは、ナイロンモノマーの重合において使用され得、良好な親水性を示すナイロン糸中に紡績され得るポリアミドを形成する。そのような特性は、これらの糸から製造される衣料品において非常に望ましい接触美学及び快適さを与え得る。

【0042】

さらには、ポリエーテルアミンはポリアミド中に存在し得、そして本願にて議論されている加工性を含む得られるポリマーの望ましい特性に応じた、種々の分子量を有し得る。一態様において、ポリエーテルアミンは少なくとも1500の分子量を有し得る。他の局面において、ポリエーテルアミンは、少なくとも2500の、又は少なくとも5000の分子量を有し得る。さらには、ポリエーテルアミンは、ポリアミドのおよそ1質量%乃至およそ20質量%の範囲の量で存在し得る。一局面において、ポリエーテルアミンは、およそ5wt%乃至およそ15wt%、好ましくはおよそ10質量%乃至およそ15質量%の範囲の量で存在し得る。別の好ましい態様において、ポリエーテルアミンは、およそ8質量%乃至およそ18質量%の量で存在し得る。

30

【0043】

本願で記載されるポリアミドは、二塩基酸をさらに含有し得る。一例においては、二塩基酸は、6乃至12個の炭素原子を含有する脂肪族二酸、テレフタル酸、イソフタル酸、及びそれらの混合物であり得る。一局面において、二塩基酸はアジピン酸である。二塩基酸は、ポリエーテルアミンのアミン基に対する酸基の実質的に等モル比を与える量でポリマー中に存在し得る。本願に記載されるポリアミドは、種々の物理学的性質を有している。一態様において、ポリアミドはポリマー1000kg当り42乃至49のアミン末端基グラム当量を有し得る。さらには、ポリアミドは、およそ35乃至およそ45の範囲の相対粘度を有する。別の態様において、相対粘度は、米国特許商標庁における本願の出願時において既知であるASTM D789-86に従うギ酸試験法に基づき算出され得る。ポリアミドは、およそ30乃至およそ45の黄色度指数を有し得る。より詳細な局面において、ポリアミドは、およそ75乃至およそ85のL色座標を有し得る。別の局面において、ポリアミドは、およそ-5乃至およそ5のa色座標を有し得る。さらに別の局面

40

50

において、ポリアミドは、およそ5ないしあよそ25のb 色座標を有し得る。

【0044】

各々の試料についてCIE白色度を確認する試験法を用いて、白色度が決定され得る。試料は、GRETAG MACBETH "COLOR EYE" 反射分光光度計を用いた、白色度(W)及び黄色度(Y)について個々に測定される。最初に、CIE LAB色座標L、a 及びb を決定し；そしてその後、当業者に既知の手段によりW及びYを算出する(ASTM Method E313-1996 Standard Practice for Calculating Whiteness and yellowness Indices from Instrumentally Measured Color Coordinates参照)。この測定の詳細は、Committee RA36により発行されている、Color Technology in the Textile Industry 第2版, Committee RA36 ATCC発行(1997年)(Special Scales for White Colors by Harold and Hunter, 第140 - 第146頁を参照のこと)で見ることが出来、そしてその参照及びその全てが本願にとり込まれている。
10

【0045】

さらには、本発明で用いられるポリアミドは、触媒をさらに含有し得る。一態様において、当該触媒は、10質量ppm乃至1000質量ppmの範囲の量でポリアミド中に存在し得る。他の局面において、当該触媒は、10質量ppm乃至100質量ppmの範囲の量で存在し得る。当該触媒は、リン酸、亜リン酸、次亜リン酸アリールリン酸、アリールホスフィン酸及びその塩、並びにそれらの混合物を包含するが、これらに限定されない。一態様において、当該触媒は、次亜リン酸ナトリウム、次亜リン酸マグネシウムフェニルホスフィン酸ナトリウム、フェニルホスホン酸ナトリウム、フェニルホスフィン酸カリウム、フェニルホスホン酸カリウム、ヘキサメチレンジアンモニウムビス・フェニルホスフィネート、トルイルホスフィン酸カリウム、又はそれらの混合物であり得る。一態様において、当該触媒は、次亜リン酸ナトリウムであり得る。
20

【0046】

本願において開示されるポリアミド及びポリアミド組成物は、“蛍光増白剤”を含有していてもよい。そのような蛍光増白剤は、INVISTA NORTH AMERICA s. a. r. l. の米国特許出願第20080090945 A1; POLYAMIDE COMPOSITION WITH IMPROVED HEAT STABILITY AND WHITENESSの開示に従い与えられ得る。
30

【0047】

本発明における使用に適したポリアミド及びポリアミド組成物は、蛍光増白剤の添加によって白色感の点で改良され得る。そのようなポリアミドは、永久的な白色の改良性を示し、そして熱処理のような操作によりこの白色の改良性を保持し得る。一態様において、蛍光増白剤は、0.01質量%乃至1質量%の範囲の量でポリアミド中に存在し得る。

【0048】

他の一態様において、白色感の改良は、艶消し剤の添加により達成され得、当該艶消し剤は二酸化チタンであり得る。
40

【0049】

さらには、これらポリアミド組成物は、抗酸化安定剤又は抗菌剤添加物を含有していてもよい。さらには、ポリアミド組成物は、消泡剤を含有していてもよい。一態様において、消泡剤は、1質量ppm乃至500質量ppmの範囲の量でポリアミド中に存在し得る。

【0050】

本発明における使用に適したポリアミドは、本質的に染色性の酸性(アニオン性)であるが、これらポリマーを、又はポリマー中に共重合されるカチオン性の染料受容性のモノマーとのコポリマーを変性することによって、塩基性(カチオン性)染色性としてもよい。当該変性は、組成物を、特に塩基性(カチオン性)染料による着色に対し受容可能にさ
50

せる。5-スルホイソフタル酸ナトリウムは、そのようなカチオン性染料受容性モノマーの一例である。

【0051】

本願に記載されるポリアミドは、二塩基酸、ポリエーテルアミン、及びナイロン塩を接触させ；混合物を形成し；密閉した容器中で、当該混合物の重合が起きるのに十分な温度及び自然圧まで加熱し；そしてポリアミドを生成させることから成るプロセスにより製造されてもよい。

【0052】

ポリアミドの製造方法は、本願で議論されているものを包含する触媒を混合物に与えることをさらに包含する。ポリアミドの製造方法は、当該混合物へ消泡剤を与えることをさらに包含し得る。ポリアミドの製造方法は、当該混合物に蛍光増白剤を与えることをさらに包含し得る。

10

【0053】

一般的に、ポリアミドのナイロンモノマーは、塩、アミノ酸又はラクタムとして添加され得る。ナイロンモノマーはナイロン6,6塩であり得、そしておよそ50質量%乃至95質量%の範囲の量でポリアミド中に存在し得る。

【0054】

ポリアミドの重合において、温度及び圧力を含む、種々の処理パラメータが用いられ得る。温度はおよそ190乃至およそ290の範囲であり得、そして自然圧は、1平方インチ当たりおよそ250ポンド(p s i a)乃至1平方インチ当たりおよそ300ポンド(p s i a)であり得る。加熱は部分真空下で実施され得る。達成された部分真空は、当該プロセスについてオートクレーブの設計及び経済的考慮を受ける。

20

【0055】

一般的に、重合は、種々の一連の加熱サイクルを包含し得る。そのようなサイクルは、加熱温度プロファイル及び圧力プロファイルを個々に包含し得る。一般的に、その目的は、十分な溶融のための温度と十分な溶解性のための水分量の組み合わせによってシステム流を保持することである。一連の加熱サイクルは、130乃至300 p s i aの圧力下での20乃至40分に亘る、170乃至215で開始し、そして190乃至230で終了する温度を有する第一加熱サイクル(C1)；130乃至300 p s i aの圧力下で20乃至45分に亘る、190乃至230で開始し、そして240乃至260で終了する温度を有する第二加熱サイクル(C2)；300 p s i aの圧力下で15乃至45分に亘る、240乃至260で開始し、及び250乃至320で終了する温度を有する第三加熱サイクル(C3)；そして、大気圧ないしおよそ200 mBarの絶対真空の圧力下での15乃至80分に亘る、250乃至320で開始し、及び250乃至320で終了する温度を有する第四加熱サイクル(C4)から成る。最終的に、ポリマーは、当業者に良く既知の方法を用いて押出しされる。一般的に、ポリアミド組成物は、本質的に酸性染色性であり、及び所望により、カチオン性の染色性ポリマーを含有していてもよい。ポリアミド組成物は、ポリヘキサメチレンアジパミド(ナイロン6,6)、又はポリカブロアミド(ナイロン6)、又はこれらのいずれかのコポリマーを含有し得る。

30

【0056】

一般的に、ポリアミド組成物の製造方法は、オートクレーブプロセスによって為され得る。当該プロセスは、ナイロン塩、アミノ酸又はラクタム又は例えばナイロン6,6塩の混合物の水溶液から調製された濃縮スラリー(用語「スラリー」もまた、溶液の概念に組み込まれる)から出発してもよく、それをオートクレーブ容器に供される。所望により、当該スラリーは、希釈され得及び蒸発段階を用いてより濃縮され得る。当該スラリーは、当業者に既知の手段において、ヘキサメチレンジアミン及びアジピン酸のようなモノマーの水溶液から調製され得る。他の特別の態様において、スラリーは、カブロラクタム水溶液の形態にあるナイロン6,6モノマー水溶液と共に少量のナイロン6モノマーを含有していてもよい。所望により添加されたカブロラクタム水溶液は、およそ0.5質量%乃至およそ10質量%のナイロン6含有量が供される量で、ナイロン塩と混合されていてもよ

40

50

い。他の特別の態様において、スラリーは、ポリエーテルアミンのアミン基と実質的に等モル比率の酸基を与える量の二塩基酸と共に、ポリエーテルアミンを含有していても良い。オートクレープ容器はその後、内部(自然)圧を上げ得るおよそ230(又はいくらかのその他の機能的な温度)まで加熱され得る。艶消し剤である二酸化チタン(TiO₂)は所望により、オートクレープへ、そして水性分散液としてのモノマー混合物中へ注入されてもよい。

【0057】

一態様において、ポリエーテルアミンの水性分散液は、当該ポリエーテルアミンのアミン基と実質的に等モル比率の酸基を与える量の二塩基酸、例えばアジピン酸と共に、オートクレープ容器中の混合物に注入されてもよい。当該混合物はその後、およそ245(又はいくらかのその他の機能的な温度)までオートクレープ中で加熱されてもよい。当該温度においては、オートクレープ圧は、大気圧にまで降下され得、そして既知の手法において真空圧の適用によって圧力をさらに降下させて、ポリアミド組成物を形成してもよい。ポリアミド組成物を含有するオートクレープは、およそ30分間、当該温度にて維持される。当該段階に続いて、オートクレープ中のポリアミドポリマー組成物を、例えばおよそ285にまで加熱し、そして乾燥窒素を当該オートクレープ容器に導入し、そしておよそ4bar乃至5barの絶対圧にまで乾燥窒素を導入することによりオートクレープを加圧する。ポリマー組成物は、オートクレープ容器の一部を開口して、そして溶融ポリアミド組成物がレース状の形態で容器から流れることを可能にすることによって、当該オートクレープから放出され得る。これらのレースは水流中で冷却及び急冷され得る。次に、ポリアミドポリマーのレースは、既知の手段により顆粒化され、そしてさらに水で冷却され得る。

10

20

【0058】

上記のオートクレーププロセスは、ギ酸法のRVおよそ25乃至およそ60を有するポリアミド組成物を与え得る。他の態様において、上記のオートクレーププロセスは、ギ酸法RVおよそ38乃至およそ45を有するポリアミド組成物を与え得る。

【0059】

所望により、当該プロセスは、ポリマー1000kg当りおよそ25乃至およそ130グラム当量のアミン末端を有するポリアミド組成物を作るために改変されてもよく、ナイロン塩水溶液へのヘキサメチレンジアミンの過剰量の添加により与えられる。

30

【0060】

本願に記載されるナイロンポリマー及びコポリアミドは、本質的に酸染色性であり得る。一態様において、これらポリマー中の遊離アミン末端基(AEG)の量は、ナイロンポリマー1000kg当り少なくとも25グラム当量である。ポリマーをより深く酸染色させるために、高水準の遊離アミン末端基が用いられ得る。より深い酸染色のため、ナイロンポリマーは、高いAEG、例えばナイロンポリマー1000kg当り少なくとも35グラム当量を有するか、又はナイロンポリマー1000kg当り60乃至130グラム当量のAEGが使用され得る。

【0061】

さらには、適した二塩基酸、例えばアジピン酸と等価のアミン末端を含むポリエーテルアミンのマスター・バッチが作られ得ることが注目される。当該マスター・バッチはその後、オートクレーププロセスに与えられ得る。他の態様において、ポリアミド組成物は、ナイロン、つまりナイロン6,6又はナイロン6のいずれか中に分散されたポリエーテルアミンを含有するフレーク形態又は溶融形態が用いられるマスター・バッチプロセスにより作られ得る。フレーク形態又は溶融形態はその後、ナイロンを含有するマスター・バッチとして添加される。一態様において、フレーク形態にあるポリエーテルアミン及びナイロンを含有する当該マスター・バッチナイロンフレークは、双方溶融される。一態様において、ポリエーテルアミンを含有するナイロンフレークは溶融され、そしてナイロン溶融物に添加される。別の場合において、当該溶融物は、本発明の押出機から、衣料の織編用糸を作るためにパック及び紡糸口金にポリアミド組成物を送り込むポンプへと送られる。

40

50

【0062】

本願に記載されるナイロンポリマー及びコポリアミドは、塩基性染色性の形態になり得、即ち、カチオン性染料ともよばれる塩基性染料を用いた着色に対し受容性がある。そのような塩基性の染色性組成物は、ポリマー中に共重合されたカチオン性染色変性剤を用いて当該ポリアミドポリマーから作られる。Windleyによる米国特許第5,164,261号は、そのようなカチオン性染色変性されたポリアミドの製造を記載している。一態様において、当該ポリマーは、0.5質量%乃至4質量%のカチオン性染色変性剤、例えば5-スルホイソフタル酸を用いて、重合中に変性され得る。典型的に、測定量の5-スルホイソフタル酸のナトリウム塩は、当業者に既知の標準的な重合手順を用い、オートクレーブ中の既知量のポリアミド前駆体塩と組み合わされ得る。一態様において、ポリマー中のカチオン性染色変性剤の量は、当該ポリマーの総硫黄分析により決定される、およそ0.75質量%乃至およそ3質量%であり得る。カチオン性染色変性剤の量は、等価のスルホネート基として報告される。スルホネート基濃度は、ポリマー1000kg当たり少なくとも25グラム当量乃至ポリマー1000kg当たりおよそ150グラム当量であり得る。

【0063】

一態様において、ポリエーテルアミンはポリアミド組成物に与えられ得、そしてそれ故に、生地に適用されるのに対して、生地中に形成される場合は、衣料の織編用糸それ自体に固有のものとなる。一態様において、本発明の衣料の織編用糸は、種々の、水のウイッキング現象及び水分率試験により測定されるように、改良された親水性を示す。

【0064】

典型的に、本願における糸は、低延伸糸(LOY)、部分延伸糸(PLOY)又は延伸糸(FDY)のいずれかの形態にある、マルチフィラメント織編用糸であり得る。当該糸は、部分延伸糸から作られた加工糸であり得る。さらには、当該糸は、実質的に連続であり得、例えば、1本以上の連続フィラメントにより形成され得る。一態様において、連続フィラメントはステープル纖維へと切断され得、そして当該纖維は、紡糸プロセスにより連続糸条へと転換され得、製品の連続品又は短纖維から成る連続品をもたらす。そのような糸は、製品の生地、織物、不織布又はニット製品を作るために用いられ得、衣類を作るためにもまた用いられ得る。

【0065】

一態様において、糸を紡績する装置及び方法は、米国特許第6,855,425号において開示されており、及び同様の技術が本願において製造され且つ記載されているポリアミドについて同様に開示されている。

【0066】

調製される糸は、衣料用生地用途の衣料の織編用糸である。即ち、5乃至300デシテックス(dtex)の糸質量、そして0.5乃至7dtexのフィラメント質量を有する糸が望ましい。ある態様において、当該糸は、1乃至300本のフィラメントから成る。幾つかの態様において、当該糸は、3乃至150本のフィラメントから成る。

【0067】

幾つかの態様に従うと、当該糸は、0.5乃至2.5の、例えば0.5乃至2.5のDPF(dtex/フィラメント)を有する。

【0068】

一態様において、当該糸は、1.5%以下の、より典型的には1%以下のウスター(Uster)百分率(U%)のフィラメント均一性を有し得る。そのような均一性は、糸が衣料用途に必要とされる高い外観均一性を持たせるのに、且つ、テクスチャリング、製織及び編成操作中の糸の破断を低下させるのに望ましい。

【0069】

他の態様において、当該糸は、20%乃至120%の破断点伸びを有する。幾つかの態様に従うと、当該糸は、20%乃至90%の破断点伸びを有する。典型的に、当該糸は、25乃至65cN/テクス、例えば30乃至45cN/テクスの強度を有する。これ

10

20

30

40

50

ら引張特性は、衣料の織編用途について全て望ましい。

【0070】

ある態様において、ポリアミドの糸は、当該糸に鮮やかな明るい光沢を与える、0.1質量%未満の、及び典型的に、0.01質量%未満の二酸化チタン含有量を有する。他の態様において、ポリアミドの糸は、当該糸に艶消し又はくすみを持たせるために、0.3質量%より多くの、及び又は2質量%以上の二酸化チタン含有量を有し得る。これら範囲の間の二酸化チタン含有量はまた、例えば0.1質量%乃至0.3質量%で、使用され得る。

【0071】

本発明の衣料の織編用糸は、既知の溶融紡糸プロセス技術を用いることにより調製され得る。そのような技術を用いて、オートクレーブプロセスを用いることにより作られた顆粒化ポリアミド組成物、又はマスター・バッチプロセスにより作られた溶融物は、上記した蛍光増白剤をその中に有し得、且つ紡績機に与えられ得る。溶融ポリマーは、定量ポンプによってフィルターパックへと送られ、そして紡糸温度において望ましいフィラメント断面を与えるように選択された形状の毛細開口部を備えた紡糸口金プレートを通して押出される。当業者に既知のこれら断面形状は、円形、非円形、三面形、中空及びディアボロ形(diabolo shape)を包含し得る。典型的な中空フィラメントは、米国特許第6,855,425号に開示されるとおりに製造され得る。紡糸温度は、例えば、270乃至300の範囲であり得る。紡糸口金から出るフィラメントの束は、調節した冷却エアにより冷却し、紡糸仕上げ剤(油/水エマルジョン)を用いて処理し、そして所望により、インターレース用エア噴射を用いてインターレース加工する。

【0072】

幾つかの態様において、こうして得られた連続糸は切断され、そして、紡糸により纖維又は糸を製造するために、又は、水流交絡、ニードルパンチ、超音波結合、化学結合、熱結合等により不織布を製造するためにその後用いられるステープル纖維へと転換される。

【0073】

F D Yの場合において、紡糸機におけるインライン加工は、典型的に、1組のゴデットロール(Godet roll)(供給ロール)を、これらロールがずれることを防止するのに十分な回転数で複数回回転させ、その後、予め決めた量(延伸速度)により糸を延伸するのに十分な速度で回転する一方のロール組(延伸ロール)に当該糸を通す。最後に、当該プロセスを、蒸気室を用いて当該糸を熱処理し且つ伸ばし、その後少なくとも3000m/min、好ましくは少なくとも4000m/min、例えば4800m/min、又はそれ以上の速度で巻き上げることによって、続けられる。所望により、加熱ロールのような別の加熱処理(又は伸ばし)法が使用され得、そして、糸が処理されるか伸ばされる間の引張りを制御するために、延伸ロール及びワインダーの間に、追加の組のゴデットロールが組み込まれてもよい。また、所望により、最終の巻き上げ段階に先立ち、ろくろ研磨及び/又はさらなるインターレーシングが適用されても良い。

【0074】

P O Yの場合において、インライン加工は典型的に、同速度で回転する2つのゴデットロール上にS-ラップを作り、そしてその後、少なくとも3000m/minの、好ましくは4000m/minの、例えば4800m/minの速度で巻き上げる高速度のワインダーに糸を通すことのみを含む。S-ラップの使用は、必須ではないが、引張りを制御するのに有利である。そのようなP O Yは、製織又は編成のための扁平糸として、又はテクスチャリング用の原料として、直接に使用され得る。

【0075】

L O Y紡糸プロセスは、1000m/min以下の巻き上げ速度が用いられる点を除き、P O Yと同様である。これら低延伸糸は一般に、第二段階、例えば慣用の延伸撚糸機又は延伸巻き上げ機によりさらに加工される。

【0076】

一態様において、本願に開示されるポリアミドポリマーは、マルチフィラメント糸を形

10

20

30

40

50

成するために変換され得る連続フィラメントへと紡糸するのに非常に適している。連続フィラメントとしての合成ポリマーの紡糸プロセス及びマルチフィラメント糸の形成プロセスは、当業者に既知である。一般に、上首尾なフィラメントの紡糸は、少なくとも単一の毛細開口部を備えた紡糸口金を使用する。当該毛細開口部は、糸を含有するそれぞれ個々のフィラメントに対応する。円形及び非円形の断面の紡糸口金の毛細開口部（又は押し出し開口部）は、フィラメントに求められる断面形状に依存して用いられる。一般に、キャビラリー当りの、あるポリマー処理量 G（例えば、1分当りのグラム）について、下記式が適用される。

$$G = p \text{ (溶融物) } D^2 \text{ (毛細管) } (/ 4) v \text{ (押出し) } \quad \text{式 1 .}$$

10

当該式中、p はポリマー溶融物密度を表し（例えば、290 における溶融したナイロン 6, 6 について、1 cm³ 当り 1.0 グラム）、D は、円形の開口部を想定した毛細管の直径を表し（半径の 2 倍に匹敵する）、そして v はフィラメントの速度を表す。

押し出し速度は下記式：

$$v \text{ (押出し) } = G (4 /) D^2 \text{ (毛細管) } p \text{ (溶融物) } \quad \text{式 2 .}$$

により与えられる。

【 0 0 7 7 】

20

一態様において、ポリマーは、1秒当り 20 センチメートル乃至 1秒当り 80 センチメータの範囲の押し出し速度で押出される。他の態様において、新しく押出されたフィラメントは、既知の手法で調節した空気により冷却され得る。当該段階において、個々のフィラメントは、調節した空気の側部ドラフト付きの冷却キャビネット内で冷却され、そして当業者に既知のとおりに第一仕上げ剤を用いて糸へと収束され且つ脂塗される。当該糸は、供給ロールによって延伸ロール対へと誘導され、当該延伸ロール対においては、糸が伸長及び延伸されて、そしてロールによって糸安定化装置へと誘導される延伸糸が形成される。そのような安定化装置は、従来共通であり、且つ糸の後処理段階として本願で所望により使用される。最終的に、糸は、1分当り 1000 乃至 6500 メートルの範囲内の糸速度で糸パッケージとして巻き上げられる。糸 RV（又はギ酸試験法による相対粘度）は、およそ 51 乃至およそ 54 である。

30

【 0 0 7 8 】

一態様において、当該糸は、22% 乃至およそ 60% の伸度、熱水収縮率が 3% 乃至およそ 10% であり、糸強度が 3 乃至およそ 7 グラム / デニールであり、及び当該糸の RV がおよそ 40 乃至およそ 60 の範囲にある、延伸糸である。当該糸は、鈍光沢のマルチフィラメントポリアミド糸である。

【 0 0 7 9 】

当該糸の優れた特性を同定するのに誘導されるパラメータは、式 3 のとおり、ヤーンクオリティ（Yarn Quality）と呼ばれ、及び糸引張り強さ（グラム / デニール）及び伸度 % の二乗根の積により見出される。

40

$$Y A R N \text{ Q U A L I T Y } = \text{引張り強さ} \times (\text{伸度})^{1/2} \quad \text{式 3}$$

【 0 0 8 0 】

ヤーンクオリティは、糸の“韌性”の尺度に近い。当業者に既知のとおり、糸の荷重伸長曲線の面積は、糸を伸長するのに要した仕事量に正比例する。引張り強さが、単位デニール当りの力に関して表される場合、例えば、長さ単位当りの % 变化率として表される伸長度である場合、荷重伸長曲線は、応力 - 歪み曲線である。この場合、応力 - 歪み曲線の面積は、糸を延伸するための仕事量又は糸の韌性である。ヤーンクオリティの改良は、種々の用途においてさらに許容し得る衣料用のポリアミド糸を与える。これらの用途は、絹編生地、丸編生地、シームレス編衣類、靴下、不織布及び低デニールのテクニカル生地を

50

含むがこれらに限定されない。

【0081】

幾つかの態様において、当該糸は、各々のフィラメントが、異なった材料から作られた2以上の部分から成る、多成分糸である。これらの部分の少なくとも1つは、ナイロン及びポリエーテルジアミンから成るポリアミドから作られる。各々のフィラメントの第二の又はさらなる部分は、前記ポリエーテルジアミン含有のポリアミドとは異なったポリマーから作られ得る。例えば、ナイロン6又はナイロン6,6から作られたコアは、ポリエーテルジアミン含有のポリアミドから作られたスキンにより完全に又は部分的に取り囲まれ得るか又は当該スキン中に埋め込まれ得て、スキン-コア構造を有する2成分フィラメントを形成する。2成分纖維のスキン部分は、好ましくは、親水性ポリエーテルジアミン含有ポリアミドである。10

【0082】

他の態様において、2成分は、フィラメントの断面においてサイドバイサイドに配列され得、サイドバイサイド構造を有する2成分フィラメントを形成する。2成分フィラメントの第二成分は、ポリエーテルジアミン含有のポリアミドよりも低い水分率を有し得る。2成分纖維糸の総水分率は、この場合、1成分糸よりも低くなるが、より低い坪量のような、他の価値ある及び望ましい特徴が得られ得る。幾つかの態様に従うと、2成分纖維は、本願で開示するように、ポリエーテルジアミン含有のポリアミドの10質量%乃至95質量%、及び第二成分、例えばポリプロピレンの90質量%乃至5質量%を含有し得る。さらに他の態様に従うと、2成分纖維は、本願で開示するように、ポリエーテルジアミン含有のポリアミドの50質量%乃至80質量%、及び第二成分、例えばポリプロピレンの50質量%乃至20質量%を含有し得る。20

【0083】

ある態様において、ポリアミド糸は、アニオン染料又はカチオン染料によって異なった染色性を有する。これら染色性は、異なった数のアミン末端基から生じる。アミン末端基(AEG)の濃度は、アニオン性染料によってどれだけ深くポリアミドが染色されるかに影響する。択一的に又はさらに、ポリアミドは、ポリアミドをカチオン染色性にするスルホネート又はカルボキシレート末端基のようなアニオン性末端基を含有し得る。

【0084】

ある態様において、ポリアミド糸は、ビニルスルホニル基及び/又は-スルファトエチルスルホニル基を組み込んだ纖維反応性染料を用いて染色される。そのような纖維反応性染料は、米国特許第5,810,890号から既知である。30

【0085】

ある態様において、ポリアミド糸は、トリアジン、ピリミジン及びキノキサリンのような窒素ヘテロ環基のハロゲン誘導体を組み込んだ纖維反応性染料を用いて染色される。そのような纖維反応性染料は、例えば、米国特許第6,869,453号に記載されている。

【0086】

他の態様において、フィラメントは、ヘキサメチレンジアミンのアミン部分を含有する。40

【0087】

他の態様において、フィラメントは、ヘキサメチレンジアミンと、ジアミンの総質量に基づき、少なくとも20質量%のメチルペントメチレンジアミンの混合物であるアミン部分を含有する。

【0088】

さらに他の態様において、ポリアミドは、ナイロン6を包含し得る。

【0089】

下記の試験議論は、本願で議論されている種々のパラメータを同定するのに用いられ得る。糸強度及び糸伸度は、INSTRON強度試験装置(インストロン社(Instruction Corp.) , カントン, マサチューセッツ州, 米国 02021)及びクロスヘッ50

ド速度を用いて、ASTM法 D 2 2 5 6 - 8 0 (米国特許商標局に出願時において既知である)に従い、決定され得る。強度は、センチニュートン / グラム応力 / 1 デニールとして表され、及び伸度百分率は、破断荷重時の、元の長さの百分率に対する試験片の長さの増加分である。

【0090】

糸ウスター (U s t e r) 百分率 (U %) としてもまた既知である、糸の線密度均一性は、当業者に既知であるウスター均一性試験機 3 C 型を用いて決定され得る。

【0091】

ポリマーのアミン末端は、不溶性の艶消し顔料を除去するために、濾過後に溶液中で引き上げられる秤量されたポリマー試料の標準化過塩素酸溶液を用いて方向力価により測定され得る。10

【0092】

ポリマーの水分率は下記方法により測定される。ポリマーの試料 (100 g) は、真空中、80 °C にて 18 時間乾燥される。当該乾燥ポリマー試料の最初の水分率は、好ましくは、およそ 1.9 g のポリマーに設置した 160 °C のアクアトラック (Aqua track) (PET 版 (4 ディジット); ブラベンダー メステクニック (Brabender Messtechnik)) を用いて測定される。当該方法を用いて測定された 0.5 質量 % 未満の水分率が、ポリマーが十分に乾燥されたことを示すのに採用された。

【0093】

乾燥した試料はその後、いかなる搅拌もすることなく、周囲温度 (20 °C) にて脱塩水 (500 g) 中に浸される。48 時間後、試料をとり除き (およそ 10 g)、そして吸着ティッシュを用いて叩いて乾燥させた。一部の試料 (湿った試料のおよそ 5 g) をホイル皿に正確に秤量し、そして真空中で 80 °C のオープン中に 18 時間置いた。当該皿を取り出し、そしてデシケータ中に置いて冷却し、そしてその後、再秤量される (乾燥後残った質量)。当該手順は、その後に間隔を置いて (例えば、72、144、190 及び 220 時間後)、220 時間まで繰り返した。取り込まれた水分率は、下記の計算により決定した。20

$$\frac{\text{湿った試料の質量} - \text{乾燥後の質量}}{\text{乾燥後の試料の質量}} \times 100 = \text{取り込み率\%}$$

30

【0094】

ポリマーの水分率は、220 時間後の、又は、試料が水分取り込みの平衡に達するまで (24 時間単位での 1 % 以下の質量変化として定義される) の、いずれか早い方の水分取り込み率として定義される。従って、水分取り込みの平衡が 220 時間で達しない場合、水分率は 220 時間時の水分取り込み率である。水分取り込みの平衡が 220 時間に達した場合、水分率は、平衡時における最初の 2 つの連続した測定についての水分取り込み率の平均である。

【0095】

本発明の糸から構成された生地の水によるウィッキング速度は、洗浄された生地の 1 インチ (2.5 cm) 幅の一片の底部 1.8 インチ (4.6 cm) を脱イオン水中に垂直に浸し、当該生地を湿らせていく水の高さを決定し、そして、時間の関数としての当該高さを記録することにより、測定され得る。“初期ウィッキング速度 (Initial wicking rate)” は、ウィッキング試験の最初の 2 分間の間の平均ウィッキング速度を意味する。40

【0096】

生地の又は衣類の“パーセント乾燥時間 (Percent Dry Time)” が、本願における親水性ポリアミド糸、生地及び衣類を同定するのに用いられ得る。パーセント乾燥時間試験又は“水平ウィッキング (horizontal wicking)” 測定50

定としてもまた既知である。パーセント乾燥時間試験は、秤及びコンピュータ、例えばメットラー バランス AE 163 (Mettler balance AE 163) 及びメットラーバランスリンク 3.0 プログラムを実行するコンピュータを用いて行われる。直径 2 インチ (5.1 cm) の円形の生地試料の質量が測定され且つ記録される。自動ピベットを用いて、0.10 グラムの水道水が秤に置かれ、その質量が記録される。円形の生地試料は、直ちに、その中心が当該水の上に置かれる。生地及び水の総質量がその時に記録され (時間 = 0 分)、その後の 30 分間に 2 分毎に記録される。与えられた時間での乾燥百分率の結果は、下記式：

$$\% \text{乾燥度} = 100 - [(W_{\text{総量}} - W_{\text{生地}}) / W_{H_2O}] \times 100$$

に従い算出される。

10

【0097】

ポリアミドの合成

本発明に従う衣料の織編用糸を得るために、本発明に従う方法をどのように実施するか及び本願に開示された組成物及び化合物をどのように使用するかについて、完全な開示及び記載を当業者に提供するために、下記合成を行った。数に関する正確性 (例えば、量、温度等) を確実にするための努力が行われたが、幾つかの誤り及び偏差も説明されるべきである。他に示されない限り、「部」は「質量部」であり、温度は °C であり、そして圧力は気圧である。標準温度及び標準圧力は、25 °C 及び 1 気圧である。

【0098】

合成 1 5 質量 % のポリエーテルアミンを有するポリアミド

20

塩調製 (Salt Prep)

8380 g の脱塩水をフラスコに入れ、そして 35 °C に加温した。アジピン酸 27 g (0.185 mol) を入れ、そして攪拌して溶解した。80% エラスタミン (Elastamine (登録商標)) RE 2000 水溶液の 460 g を、続いて、ナイロン 6, 6 塩の 8077 g を入れた。溶解するまでフラスコを攪拌し続けた。試料を取りそして希釈し、そして 9.5% 固形物 (およそ) の pH を確認し、さらに、HMD (又はアジピン酸) を用いて所望の pH に、即ち、最初に pH 8.3 に、その後に、ポリマー上の AEG (アミン末端基) の結果のフィードバックが少し高すぎることを示したため、8.1 に低下させて、調節した。IR ヒーター水分秤を用いて固体を確認した。混合物を 35 °C で一晩攪拌し続けた。

30

【0099】

重合

塩調製 (Salt Prep) 溶液を 24 L のオートクレープに加え、そして 48% の水性のシルウェット (Silwet) L7605 消泡剤 0.3 g (最終ポリマーに対し、~20 ppm) を加えた。連続加熱サイクル 2 (C2) の間に 40 質量 % のスラリーとしてのホムビタン (Hombitan) M 二酸化チタン 0.17% もまた加えた。RV 40; AEG 45; 0.17% TiO₂ を有し、且つ 5 質量 % エラスタミン (登録商標) RE 2000 を含有するポリマーを目的とした。

【0100】

重合について、エバボレータは使用しなかったが、エバボレータバッチと類似の塩濃度の位置を与えるため、連続加熱サイクル 0 (C0) を開発した。“C0”において原則的に、混合物を、連続加熱サイクル (C1) に行く前に温度が 197 °C まで上昇する間に、87 分間の間、185 °C あたりまで加熱し、且つ 137 psi にて通気した。

40

【0101】

連続加熱サイクルのプロセスは下記のとおりであった。C1-T をおよそ 197 °C で開始し、220 °C で終了し、およそ 18 分間かけて 265 psi に到達した圧力を C1 の終了と定義した。C2 - 265 psi を 22 分間保持し、T を 242 °C まで上げた。連続加熱サイクル 3 (C3) - 35 分以上で圧力を 14.5 psi (atm) まで低下させ、温度を 275 °C の最終温度まで上げた。連続加熱サイクル 4 (C4) - 手動で設定した真空系の間に大気圧で 6 分間、30 分間で 400 mbar の真空を適用し、その後、室

50

素を放出して大気圧に戻し、そして5分間保持した。その後、ポリマーを成型した。あるサイクルにおいては、RVにより証明されるように、重合度が僅かに多かったために、ポリマー真空を25分間保持しただけであった。4つのポリマーを製造し、そして表1に与えられる結果により同定した。

【表1】

表1

バッチ番号	RV (目標40 +/-3)	AEG (目標45 +/-3)	L*	a*	b*	YI 黄色度指数
1	42.22	48.25	80.65	-0.25	11.13	25.84
2	42.92	46.55	79.78	0.56	14.63	31.25
3	39.65	45.82	80.56	0.18	12.43	28.1
4	39.42	45.65	80.77	0.04	12.69	28.54

バッチ番号1のDSCトレースを図1に提供する。再加熱後のバッチ番号1のDSCトレースを図2に提供する。

【0102】

合成2 10質量%のポリエーテルアミンを有するポリアミド
塩調製(Salt Prep)

8223gの脱塩水をフラスコに入れ、そして35に加温し、アジピン酸54g(0.37mol)を入れ、そして搅拌して溶解し、80%エラスタミン(Elastamine(登録商標))RE2000水溶液の920gを、続いて、ナイロン6,6塩の7627gを入れた。溶解するまでフラスコを搅拌し続けた。試料を取りそして希釈し、そして9.5%固体物(およそ)のpHを確認し、さらに、HMD(又はアジピン酸)を用いてpH8.1-8.3に調節した。IRヒーター水分秤を用いて固体物を確認した。混合物を35で一晩搅拌し続けた。

【0103】

重合

塩調製(Salt Prep)溶液を24Lのオートクレープに加えた。次亜リン酸ナトリウム1水和物2.51gを添加し(最終ポリマー中に100ppmのPを得た)、そして48%の水性のシルウェット(Silwett)L7605消泡剤0.3g(最終ポリマーに対し、~20ppm)を加えた。連續加熱サイクル2(C2)の間に40質量%のスラリーとしてのホムビタン(Hombitan)M二酸化チタン0.17%もまた加えた。RV40; AEG45; 0.17%TiO₂を有し、且つ10質量%エラスタミン(登録商標)RE2000を含有するポリマーを目的とした。

【0104】

重合について、エバボレータは使用しなかったが、エバボレータバッチと類似の塩濃度の位置を与えるため、連續加熱サイクル0(C0)を開発した。原則的に“C0”において、混合物を、連續加熱サイクル(C1)に行く前に温度が197まで上昇する間に、90分間の間、185あたりまで加熱し、且つ137psiaにて通気した。

【0105】

連續加熱サイクルのプロセスは下記のとおりであった。C1-Tをおよそ202で開始し、221で終了し、265psiaに到達した圧力をC1の終了と定義した。C2-265psiaを24分間保持し、Tを244まで上げた。連續加熱サイクル3(C3)-25分以上で圧力を14.5psia(atm)まで低下させ、温度を274の最終温度まで上げた。そして、連續加熱サイクル4(C4)-手動で設定した真空系の間に大気圧で11分間、30分間で400mbarの真空を適用し、その後、窒素を放出して大気圧に戻し、そして5分間保持した。その後、ポリマーを成型した。表2中のバッチ

10

20

30

40

50

番号 2 - 10において消泡剤は 40 ppm であった。表 2 中のバッチ番号 6 - 9において、圧力は、C 3 にゆく前に C 2 の終了において 218 まで下降した。製造したポリマーは、そして表 2 に提供する結果により同定された。

【表 2】

表 2

バッチ番号	RV (目標40 +/-3)	AEG (目標45 +/-3)	L*	a*	b*	YI (黄色度指数)
5	36.62	44.39	75.41	2.56	21.59	41.5
6	42.0	45.2	75.43	3.38	22.12	42.8
7	41.1	44.6	77.46	2.78	22.05	41.78
8	42.2	46.6	76.70	3.41	21.97	42.65
9	41.1	45.5	75.62	3.22	22.11	42.85
10	43.2	46.0	74.92	2.89	23.52	45.46

バッチ番号 5 の DSC トレースを図 3 に提供する。再加熱後のバッチ番号 5 の DSC トレースを図 4 に提供する。バッチ番号 6 の DSC トレースを図 5 に提供する。

【0106】

合成 3 15 質量 % のポリエーテルアミンを有するポリアミド
塩調製 (Salt Prep)

8362 g の脱塩水をフラスコに入れ、そして 35 に加温し、アジピン酸 81 g (0.555 mol) を入れ、そして搅拌して溶解し、80% エラスタミン (Elastamine (登録商標)) RE2000 水溶液の 1380 g を、続いて、ナイロン 6, 6 塩の 7177 g を入れた。溶解するまでフラスコを搅拌し続けた。試料を取りそして希釈し、そして 9.5% 固形物 (およそ) の pH を確認し、さらに、HMD (又はアジピン酸) を用いて pH に 8.1 に調節した。IR ヒーター水分秤を用いて固体物を確認した。混合物を 35 で一晩搅拌し続けた。

【0107】

重合

塩調製 (Salt Prep) 溶液を 24 L のオートクレーブに加えた。次亜リン酸ナトリウム 1 水和物 2.51 g を添加し (最終ポリマー中に 100 ppm の P を得た)、そして 48% の水性のシルウェット (Silwet) L7605 消泡剤 0.62 g (最終ポリマーに対し、~40 ppm) を加えた。連続加熱サイクル 2 (C2) の間に 40 質量 % のスラリーとしてのホムビタン (Hombitan) M 二酸化チタン 0.17% もまた加えた。RV40; AEG45; 0.17% TiO₂ を有し、且つ 15 質量 % エラスタミン (登録商標) RE2000 を含有するポリマーを目的とした。

【0108】

重合について、エバポレータは使用しなかった。エバポレータバッチと類似の塩濃度の位置を与えるため、連続加熱サイクル 0 (C0) を開発した。原則的に “C0” において、混合物を、連続加熱サイクル (C1) に行く前に温度が 197 まで上昇する間に、87 分間の間、185 あたりまで加熱し、且つ 137 psi にて通気した。

【0109】

連続加熱サイクルのプロセスは下記のとおりであった。C1-T をおよそ 192 で開始し、220 で終了し、およそ 18 分間かけて 265 psi に到達した圧力を C1 の終了と定義した。C2-265 psi を 25 分間保持し、T を 243 まで上げた。連続加熱サイクル 3 (C3) - 36 分以上で圧力を 14.5 psi (atm) まで低下させ、温度を 275 の最終温度まで上げた。連続加熱サイクル 4 (C4) - 手動で設定した真空系の間に大気圧で 5 分間、30 分間で 350 mbar の真空を適用し、その後、室

10

20

30

40

50

素を放出して大気圧に戻し、そして 10 分間保持した。その後、ポリマーを成型した。製造したポリマーは、そして表 3 に提供する結果により同定された。

【表 3】

表 3

バッチ番号	RV (目標40 +/-3)	AEG (目標45 +/-3)	L*	a*	b*	YI (黄色度指数)
11	30.32	53.82	75.13	4.21	25.5	47.23

10

バッチ番号 11 の DSC トレースを図 6 に提供する。再加熱後のバッチ番号 11 の DSC トレースを図 7 に提供する。

【0110】

方法 1 水分率

合成 1 乃至 3 で得られたポリマーのそれぞれの試料 (100 g) を、真空下、80 にて 18 時間乾燥させた。当該乾燥ポリマー試料の最初の水分率を、およそ 1.9 g のポリマーに設置した 160 のアクアトラック (Aqua track) (PET 版 (4 ディジット)；プラベンダー メステクニック (Brabender Messtechnik)) を用いて測定した。当該方法を用いて測定された 0.5 質量 % 未満の水分率は、ポリマーが十分に乾燥されたことを示した。

20

【0111】

乾燥したサンプルを、室温 (20) においていかなる攪拌もせずに、脱塩水 (500 g) 中に浸した。48 時間後、サンプルを取り除き (およそ 10 g)、そして吸湿性のあるティッシュペーパーを用いて叩いて乾燥させた。一部の試料 (湿った試料のおよそ 5 g) をホイル皿に正確に秤量し、そして真空下で 80 のオーブン中に 18 時間置いた。皿を取り除き、そして、デシケーター中に置き冷却させ、そして次に再度秤量した (乾燥後に残る重量)。この方法を、その後間隔を空けて (例えば、72、144、190 及び 220 時間) 220 時間まで繰り返した。吸湿を、以下の計算により測定した。

20

$$\frac{\text{湿った試料の質量} - \text{乾燥後の質量}}{\text{乾燥後の試料の質量}} \times 100 = \text{取り込み率\%}$$

30

【0112】

結果を表 4 に纏めた。

【表 4】

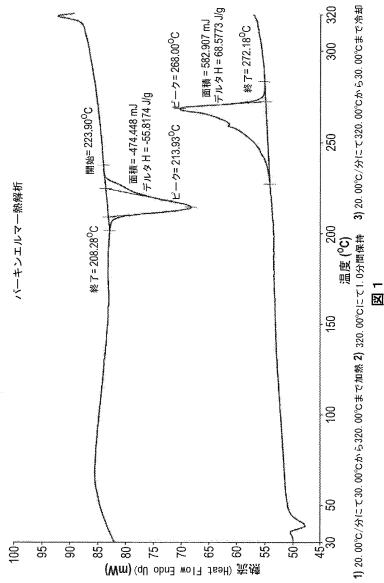
表 4

バッチ番号	水分取り込み率 (48時間後)	水分取り込み率 (72時間後)	水分取り込み率 (144時間後)	水分取り込み率 (190時間後)	水分取り込み率 (220時間後)	水分率
対照	2.19	2.545	1.85	2.23	2.05	2.37
実施例1	7.06	9.06	11.30	12.76	12.95	12.86
実施例2	10.6	13.39	16.99	18.20	17.90	18.05
実施例3	16.18	19.7	23.60	23.70	24.25	23.65

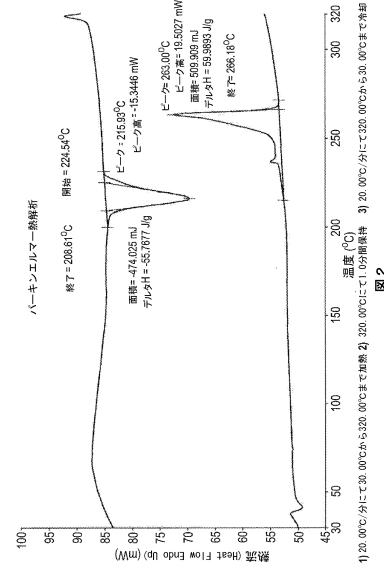
40

表 4 に纏めた結果を示すプロットのグラフを図 8 に提供する。

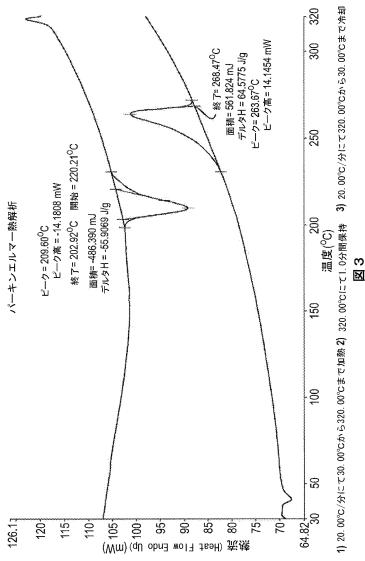
【 四 1 】



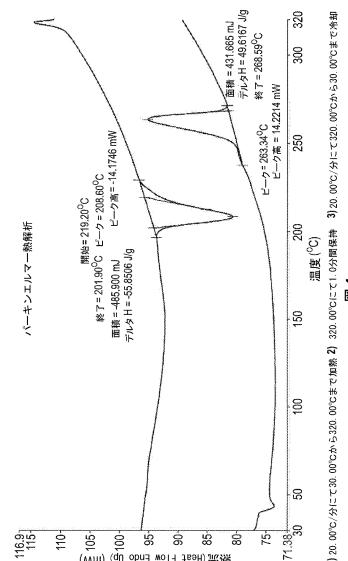
【 四 2 】



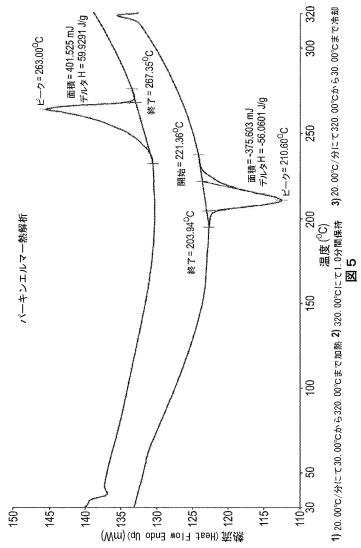
【 义 3 】



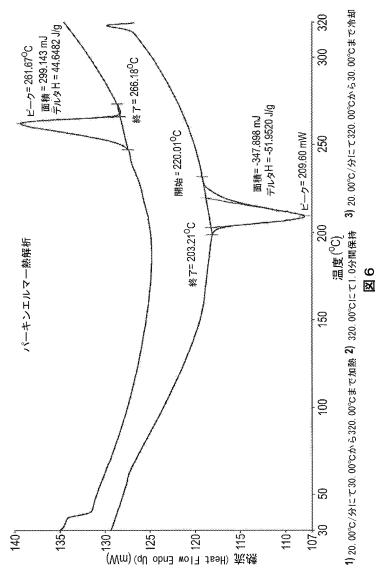
【 义 4 】



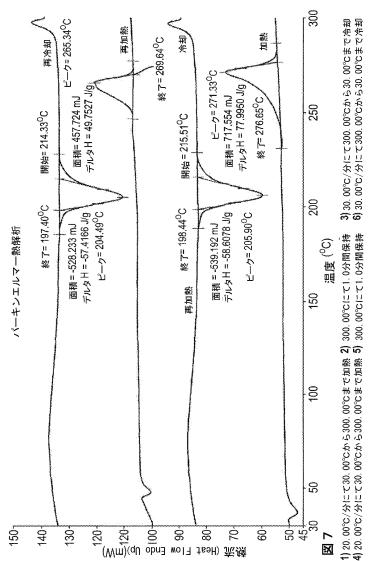
【図5】



【図6】



【図7】



【図8】

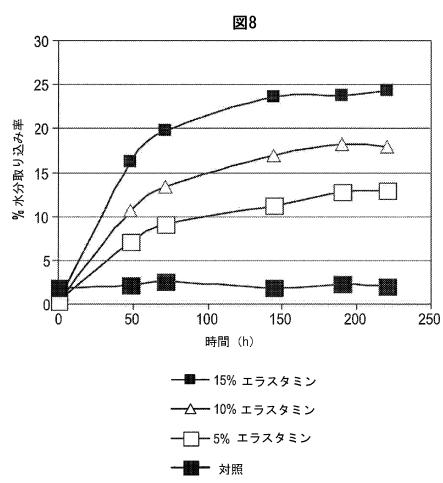


図8

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

A 4 1 D	31/00	5 0 1 A
A 4 1 D	31/00	5 0 2 B
A 4 1 D	31/00	5 0 2 C
A 4 1 D	31/00	5 0 3 F
D 0 3 D	15/00	A

(72)発明者 ラングリック , チャールズ , リチャード

イギリス国 ミドルズブラ ディーエス7 0ジーイ , ナンソープ , ナンソープ ガーデンズ
39

審査官 加賀 直人

(56)参考文献 特公昭62-050495 (JP, B1)

特開昭61-258019 (JP, A)

特表2009-524747 (JP, A)

国際公開第2011/134883 (WO, A1)

特開2004-161964 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

D 0 1 F	6 / 9 0
A 4 1 D	3 1 / 0 0
D 0 4 B	1 / 1 6
D 0 4 B	2 1 / 1 6
D 0 3 D	1 5 / 0 0