



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

D04H 1/42 (2006.01)

D01F 6/62 (2006.01)

C08G 63/85 (2006.01)

D04H 1/54 (2006.01)

C08G 63/82 (2006.01)

C08K 5/5317 (2006.01)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2005125049/04, 25.12.2003

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
25.12.2003

(30) Конвенционный приоритет:
07.01.2003 (пп.1, 2, 5, 6) JP 2003-940
09.01.2003 (пп.1, 2, 5, 6) JP 2003-2881
09.01.2003 (пп.1, 2, 5, 6, 8-13) JP 2003-2880
07.03.2003 (пп.1-6) JP 2003-61287
11.03.2003 (пп.1-6) JP 2003-64813
11.03.2003 (пп.1-6, 8-13) JP 2003-64812

(43) Дата публикации заявки: 20.01.2006

(45) Опубликовано: 27.06.2007 Бюл. № 18

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: JP 2000319370 A, 21.11.2000. JP
53106751 A, 18.09.1978. JP 2001323054 A,
20.11.2001. RU 97109363 A, 10.05.1999. RU
2050376 C1, 20.12.1995. Приоритет по пунктам:
Пункты 1, 2, 5, 6 имеют приоритет по всем
заявленным конвенционным приоритетам: от
07.01.2003 по заявке 2003-940, от 09.01.2003
по заявкам 2003-2881 и 2003-2880, от
07.03.2003 по заявке (см. прод.)

(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную фазу:
08.08.2005

(86) Заявка РСТ:
JP 03/16752 (25.12.2003)

(87) Публикация РСТ:
WO 2004/061180 (22.07.2004)

Адрес для переписки:
103735, Москва, ул. Ильинка, 5/2, ООО
"Союзпатент", Н.Н.Высоцкой

(72) Автор(ы):

ИНАГАКИ Кэндзи (JP),

БАБА Кэндзи (JP),

СУЗУКИ Ацуси (JP)

(73) Патентообладатель(и):

ТЕЙДЗИН ФАЙБЕРЗ ЛИМИТЕД (JP)

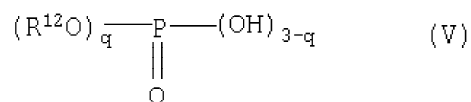
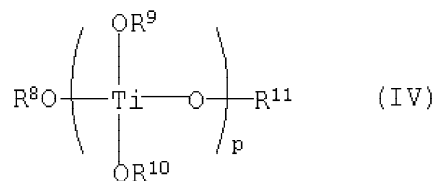
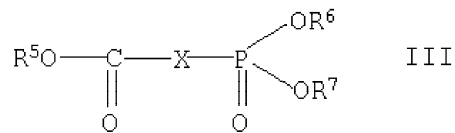
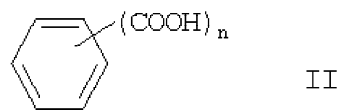
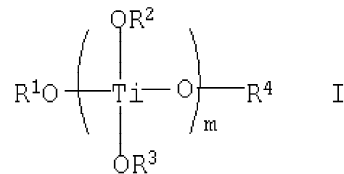
(54) ВОЛОКНИСТАЯ СТРУКТУРА ИЗ СЛОЖНОГО ПОЛИЭФИРА

(57) Реферат:

Изобретение относится к получению
волоконистых изделий, в частности волоконистых
структур из сложного полиэфира. Указанные
структуры изготавливают из волокна из сложного
полиэфира, получаемого в присутствии
катализатора, который включает (1) смесь,
состоящую из компонента в виде соединения Ti,

образованного из одного либо нескольких
представителей, выбираемых из числа алкоксидов
титана, описываемых общей формулой (I), и
продуктов реакции между данными алкоксидами и
карбоновыми кислотами, описываемыми общей
формулой (II), либо их ангидридами, и компонента
в виде соединения Р, состоящего из соединения,
имеющего общую формулу (III), и/или (2) продукт,

полученный в результате проведения реакции между компонентом в виде соединения Ti, образованным из одного либо нескольких представителей, выбираемых из числа алкоксидов титана, имеющих общую формулу (IV), и продуктов реакции между данными алкоксидами и карбоновыми кислотами, имеющими общую формулу (II), либо их ангидридами, и компонентом в виде соединения P, состоящим из соединения, имеющего общую формулу (V). Волокна характеризуются хорошими цветовыми тонами и превосходной формуемостью. 12 з.п. ф-лы, 6 табл.



(56) (продолжение):

2003-61287 и от 11.03.2003 по заявкам 2003-64813 и 2003-64812. Пункты 3 и 4 имеют приоритет от 07.01.2003 по заявке 2003-940 от 09.01.2003 по заявкам 2003-2880 и 2003-2881. Пункты 7 и 15 имеют приоритет по дате подачи заявки РСТ/JP2003/016752 от 25.12.2003. Пункты 8-13 имеют приоритет от 11.03.2003 по заявке 2003-64813 и от 09.01.2003 по заявке 2003-2881.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.

D04H 1/42 (2006.01)*D01F 6/62* (2006.01)*C08G 63/85* (2006.01)*D04H 1/54* (2006.01)*C08G 63/82* (2006.01)*C08K 5/5317* (2006.01)**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2005125049/04, 25.12.2003**(24) Effective date for property rights: **25.12.2003**

(30) Priority:

07.01.2003 (cl.1, 2, 5, 6) JP 2003-940**09.01.2003 (cl.1, 2, 5, 6) JP 2003-2881****09.01.2003 (cl.1, 2, 5, 6, 8-13) JP 2003-2880****07.03.2003 (cl.1-6) JP 2003-61287****11.03.2003 (cl.1-6) JP 2003-64813****11.03.2003 (cl.1-6, 8-13) JP 2003-64812**(43) Application published: **20.01.2006**(45) Date of publication: **27.06.2007 Bull. 18**(85) Commencement of national phase: **08.08.2005**

(86) PCT application:

JP 03/16752 (25.12.2003)

(87) PCT publication:

WO 2004/061180 (22.07.2004)

Mail address:

103735, Moskva, ul. Il'inka, 5/2, OOO**"Sojuzpatent", N.N.Vysotskoj**

(72) Inventor(s):

INAGAKI Kendzi (JP),**BABA Kendzi (JP),****SUZUKI Atsusi (JP)**

(73) Proprietor(s):

TEJDZIN FAJBERZ LIMITED (JP)**(54) FIBROUS POLYESTER STRUCTURE**

(57) Abstract:

FIELD: polymer fibers.

SUBSTANCE: invention relates to fabrication of fibrous articles, in particular fibrous structures from polyesters. These structures are obtained from polyester fiber prepared in presence of catalyst, which comprises (A) mixture consisting of (i) component in the form of Ti compound formed from one or several compounds selected from titanium alkoxides described by presented below general formula (I) and products of reaction between those alkoxides and carboxylic acids described by general formula (II) or their anhydrides and (ii) component in

the form of P compound consisting of compound having general formula (III) and/or (B) product obtained by reaction between component in the form of Ti compound formed from one or several compounds selected from titanium alkoxides described by general formula (IV) and product of reaction between those alkoxides and carboxylic acids described by general formula (II) or their anhydrides, and component in the form of P compound consisting of compound having general formula (V).

EFFECT: improved color tones and moldability.

13 cl, 6 tbl, 59 ex

Область техники, к которой относится изобретение

Настоящее изобретение относится к волокнистой структуре из сложного полиэфира. Говоря более конкретно, оно относится к волокнистой структуре из сложного полиэфира, получаемой при использовании смолы сложного полиэфира с удовлетворительным

5 цветovým тоном и превосходной формуемостью.

Предшествующий уровень техники

Смолы сложных полиэфиров, в особенности полиэтилентерефталатная, полиэтиленнафталатная, политриметилтерефталатная и

10 политетраметилтерефталатная смолы, демонстрируют превосходные механические, физические и химические эксплуатационные свойства, и поэтому они широко используются для изготовления волокон, пленок и других формованных продуктов. Как известно, они демонстрируют превосходную механическую прочность и стабильность размеров, в особенности, в случае их использования в волокнистых структурах.

Такие полимеры, предназначенные для изготовления волокнистых структур, например

15 полиэтилентерефталат, обычно получают в результате синтеза сначала этиленгликолевого сложного эфира терефталевой кислоты и/или его низшего полимера, а после этого его нагревания при пониженном давлении в присутствии катализатора полимеризации для проведения реакции до достижения желательной степени полимеризации. Другие сложные полиэфиры получают по сходным способам.

Известно, что тип используемого катализатора поликонденсации оказывает решающее влияние на качество получающегося в результате сложного полиэфира, и в качестве катализаторов поликонденсации, предназначенных для получения

20 полиэтилентерефталата, наиболее широко используются соединения сурьмы.

Однако с использованием соединений сурьмы связана проблема, обусловленная тем,

25 что продолжительное непрерывное формование волокон из расплава сложных полиэфиров в результате приводит к накоплению инородных материалов, налипающих в окрестности прядильного отверстия (здесь и далее в настоящем документе называемому просто «налипанием на фильере»), и к изменению направления потока расплавленного полимера (загибанию), что, в конечном счете, становится причиной ворсования и разрыва нитей

30 либо формирования неоднородных физических свойств волокна во время стадий формования волокон и вытяжки. В дополнение к этому, использование волокон из сложных полиэфиров, содержащих такие сложные полиэфиры, для получения волокнистых структур из сложных полиэфиров в результате привело к возникновению проблем, таких как ухудшенная технологическая стабильность и низкое качество полученных волокнистых

35 структур из сложных полиэфиров.

В качестве средства решения данных проблем было описано использование в качестве катализаторов получения сложных полиэфиров продуктов реакции между соединениями титана и тримеллитовой кислотой (например, в японской патентной публикации SHO №59-46258) и использование в качестве катализаторов получения сложных полиэфиров

40 продуктов реакции между соединениями титана и сложными эфирами фосфористой кислоты (например, в выкладке на выдачу патента в Японии SHO №58-38722). Несмотря на то, что данные способы, действительно, в некоторой степени улучшают термостойкость расплава сложных полиэфиров, эффект от улучшения недостаточен, и для полученных смол сложных полиэфиров требуется улучшение цветового тона.

В качестве катализаторов получения сложных полиэфиров также были предложены комплексы соединения титана/соединения фосфора (например, в выкладке на выдачу патента в Японии HEI №7-138354). Однако, несмотря на то, что данный способ в некоторой степени обеспечивает улучшение термостойкости расплава, данный эффект недостаточен, и для полученных сложных полиэфиров требуется улучшение цветового

50 тона.

Раскрытие сущности изобретения

Целью изобретения является решение упомянутых выше проблем предшествующего уровня техники в результате предложения волокнистой структуры из сложного полиэфира,

отличающейся удовлетворительным цветовым тоном (высокое значение L^* и низкое значение b^*), получаемой из высококачественного волокна из сложного полиэфира.

Волокнистая структура из сложного полиэфира изобретения представляет собой волокнистую структуру из сложного полиэфира, включающую волокно из сложного полиэфира, содержащее в качестве основного компонента полимерный сложный полиэфир, отличающуюся тем, что

волокнистая структура представляет собой, по меньшей мере, один тип волокнистой структуры, выбираемый из группы, состоящей из нетканых материалов, содержащих волокно из сложного полиэфира, ваты, содержащей волокно из сложного полиэфира, и волокнистых структур, имеющих толщины в диапазоне 5-100 мм, включающих основное волокно, образованное из штапельного волокна из сложного полиэфира, и получаемое по способу термосоединения сопряженное штапельное волокно, где полимерный сложный полиэфир присутствует либо в одном из двух, либо в обоих компонентах, образуемых основным волокном и получаемым по способу термосоединения многокомпонентным штапельным волокном,

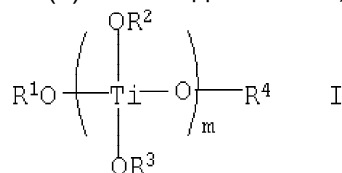
данный полимерный сложный полиэфир получают в результате проведения поликонденсации с участием сложного эфира ароматической двухосновной карбоновой кислоты в присутствии катализатора,

данный катализатор содержит, по меньшей мере, один ингредиент, выбираемый из приведенных ниже смеси (1) и продукта реакции (2),

смесь (1) представляет собой смесь следующих компонентов (A) и (B):

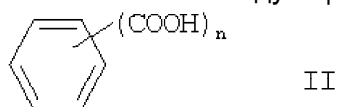
(A) компонент в виде соединения титана, состоящий, по меньшей мере, из одного соединения, выбираемого из группы, состоящей из

(a) алкоксидов титана, описываемых следующей общей формулой (I):



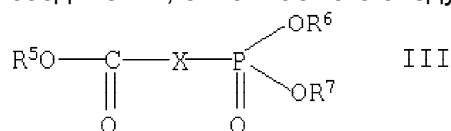
где каждый из R^1 , R^2 , R^3 и R^4 независимо представляет собой одно звено, выбираемое из числа C_{1-20} алкильных групп и фенильных групп, m представляет собой целое число в диапазоне 1-4, и если m представляет собой целое число, равное 2, 3 либо 4, то тогда две, три либо четыре группы R^2 и R^3 могут быть одинаковыми либо различными, и

(b) продуктов реакции между алкоксидами титана, описываемыми приведенной выше общей формулой (I), и ароматическими поливалентными карбоновыми кислотами, описываемыми следующей общей формулой (II):



где n представляет собой целое число в диапазоне 2-4, либо их ангидридами, и

(B) компонент в виде соединения фосфора, состоящий, по меньшей мере, из одного соединения, описываемого следующей общей формулой (III):



где каждый из R^5 , R^6 и R^7 независимо представляет собой C_{1-4} алкил, а X представляет собой, по меньшей мере, одно звено, выбираемое из $-\text{CH}_2-$ и $-\text{CH}_2(\text{Y})$ (где Y представляет собой фенил),

смесь (1) используют при таком соотношении концентраций компонентов в смеси, соотношение (%) M_{Ti} между миллимолями элемента титана в компоненте в виде

соединения титана (А) и количеством молей сложного эфира ароматической двухосновной карбоновой кислоты и соотношению (%) M_P между миллимолями элемента фосфора в компоненте в виде соединения фосфора (В) и количеством молей сложного эфира ароматической двухосновной карбоновой кислоты удовлетворяют следующим далее

5 соотносительным выражениям (i) и (ii):

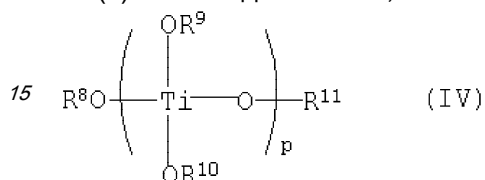
$$1 \leq M_P / M_{Ti} \leq 15 \quad (i)$$

$$10 \leq M_P + M_{Ti} \leq 100 \quad (ii),$$

а продукт реакции (2) представляет собой продукт реакции между следующими компонентами (С) и (D):

10 (С) компонент в виде соединения титана, состоящий, по меньшей мере, из одного соединения, выбираемого из группы, состоящей из

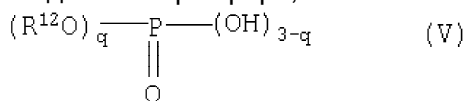
(с) алкоксидов титана, описываемых следующей общей формулой (IV):



где каждый из R^8 , R^9 , R^{10} и R^{11} независимо представляет собой C_{1-20} алкил, p представляет собой целое число в диапазоне 1-3, и если p равен 2 либо 3, то тогда две либо три группы R^9 и R^{10} могут быть одинаковыми либо различными, и

(d) продуктов реакции между алкоксидами титана, описываемыми приведенной выше общей формулой (IV), и ароматическими поливалентными карбоновыми кислотами, описываемыми приведенной выше общей формулой (II), либо их ангидридами, и

25 (D) компонент в виде соединения фосфора, состоящий, по меньшей мере, из одного соединения фосфора, описываемого следующей общей формулой (V):



30 где R^{12} представляет собой C_{1-20} алкил либо C_{6-20} арил, а q представляет собой целое число, равное 1 либо 2.

Компонент (А) смеси (1) катализатора и компонент (С) продукта реакции (2) катализатора в случае волокнистой структуры из сложного полиэфира изобретения предпочтительно содержат соответствующие алкоксид титана (а) и алкоксид титана (с),

35 каждый с молярным соотношением в реакции по отношению к ароматической поливалентной карбоновой кислоте либо ее ангидриду в диапазоне от 2:1 до 2:5.

В продукте реакции (2) катализатора в случае волокнистой структуры из сложного полиэфира изобретения соотношение в реакции между компонентом (D) и компонентом (С) предпочтительно находится в диапазоне от 1:1 до 3:1 при расчете через соотношение

40 между молями атомов фосфора в компоненте (D) и молями атомов титана в компоненте (С) (P/Ti).

Соединение фосфора, описываемое общей формулой (V), используемое в продукте реакции (2), в случае волокнистой структуры из сложного полиэфира изобретения предпочтительно выбирают из числа моноалкилфосфатов.

45 Сложный эфир ароматической двухосновной карбоновой кислоты в случае волокнистой структуры из сложного полиэфира изобретения предпочтительно получают в результате проведения переэтерификации между диалкиловым эфиром ароматической двухосновной карбоновой кислоты и алкиленгликолевым сложным эфиром.

Ароматическую двухосновную карбоновую кислоту в случае волокнистой структуры из сложного полиэфира изобретения предпочтительно выбирают из терефталевой кислоты, 1,2-нафталиндикарбоновой кислоты, фталевой кислоты, изофталевой кислоты, дифенилдикарбоновой кислоты и дифенокситандикарбоновой кислоты, а алкиленгликоль

50 предпочтительно выбирают из этиленгликоля, бутиленгликоля, триметиленгликоля,

пропиленгликоля, неопентилгликоля, гексанметиленгликоля и додеканметиленгликоля.

Полимерный сложный полиэфир волокнистой структуры из сложного полиэфира изобретения предпочтительно имеет значение L^* в диапазоне 77-85 и значение b^* в диапазоне 2-5, если исходить из колориметрической системы $L^*a^*b^*$ (JIS Z8729).

- 5 Получаемое по способу термосоединения сопряженное штапельное волокно волокнистой структуры из сложного полиэфира изобретения может иметь структуру «бок о бок», либо получаемое по способу термосоединения сопряженное штапельное волокно может иметь концентрическую либо эксцентрическую структуру «ядро-оболочка», где концентрическое либо эксцентрическое ядро может образовывать волокнообразующий
- 10 термопластичный полимер, а концентрическую либо эксцентрическую оболочку может образовывать термосвариваемый полимер.

- В волокнистой структуре из сложного полиэфира изобретения волокнообразующий термопластичный полимер получаемого по способу термосоединения сопряженного штапельного волокна предпочтительно представляет собой полимерный сложный
- 15 полиэфир. Термосвариваемый полимер получаемого по способу термосоединения сопряженного штапельного волокна предпочтительно выбирают из числа полиуретановых эластомеров, эластомеров из сложных полиэфиров, неупругих гомополимеров и сополимеров сложных полиэфиров, полиолефиновых гомополимеров и сополимеров и полимерных поливиниловых спиртов.

- 20 Волокнистую структуру с толщиной в диапазоне 5-100 мм в волокнистой структуре из сложного полиэфира, соответствующей изобретению, предпочтительно подвергают термофиксации, по меньшей мере, по некоторым из точек контакта между получаемыми по способу термосоединения сопряженными штапельными волокнами и основными
- 25 волокнами и/или точек контакта между самими получаемыми по способу термосоединения сопряженными штапельными волокнами.

Волокнистую структуру из сложного полиэфира изобретения также можно использовать для целей, которые включают введение в контакт с продуктами питания.

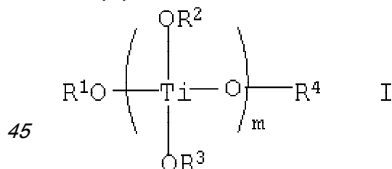
Наилучший способ реализации изобретения

- Волокнистую структуру из сложного полиэфира изобретения получают при
- 30 использовании волокна из сложного полиэфира, содержащего в качестве основного компонента полимерный сложный полиэфир.

- Полимерный сложный полиэфир получают в результате проведения поликонденсации с участием сложного эфира ароматической двухосновной карбоновой кислоты в присутствии катализатора. Катализатор поликонденсации содержит, по меньшей мере, один
- 35 представитель, выбираемый из числа (1) смесей компонента в виде соединения титана (А) и компонента в виде соединения фосфора (В), описанных далее, и (2) продуктов реакции между компонентом в виде соединения титана (С) и компонентом в виде соединения фосфора (D), описанными далее.

- Соединение титана (А) в смеси (1) катализатора поликонденсации состоит, по меньшей мере, из одного соединения, выбираемого из группы, состоящей из
- 40

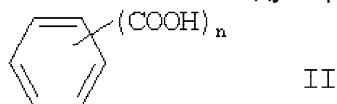
(а) алкоксидов титана, описываемых следующей общей формулой (I):



- где каждый из R^1 , R^2 , R^3 и R^4 независимо представляет собой одно звено, выбираемое из числа C_{1-20} , а предпочтительно C_{1-6} , алкильных групп и фенильных групп, m представляет собой целое число в диапазоне 1-4, а предпочтительно 2-4, и если m
- 50 представляет собой целое число, равное 2, 3 либо 4, то тогда две, три либо четыре группы R^2 и R^3 могут быть одинаковыми либо различными, и

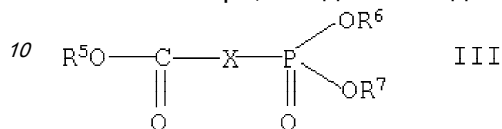
(b) продуктов реакции между алкоксидами титана, описываемыми приведенной выше общей формулой (I), и ароматическими поливалентными карбоновыми кислотами,

описываемыми следующей общей формулой (II):



где n представляет собой целое число в диапазоне 2-4, а предпочтительно 3-4, либо их ангидридами.

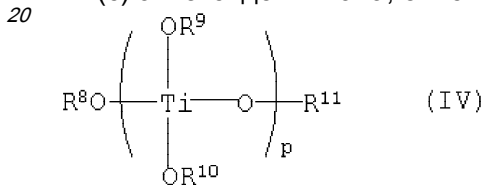
Соединение фосфора (B) в смеси (1) катализатора поликонденсации состоит, по меньшей мере, из одного соединения, описываемого следующей общей формулой (III):



где каждый из R^5 , R^6 и R^7 независимо представляет собой C_{1-4} алкил, а X представляет собой, по меньшей мере, одно звено, выбираемое из $-\text{CH}_2-$ и $-\text{CH}_2(\text{Y})$ (где Y представляет собой фенил).

Компонент в виде соединения титана (C) продукта реакции (2) катализатора поликонденсации состоит, по меньшей мере, из одного соединения, выбираемого из группы, состоящей из

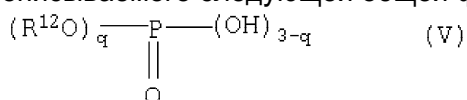
(с) алкоксидов титана, описываемых следующей общей формулой (IV):



где каждый из R^8 , R^9 , R^{10} и R^{11} независимо представляет собой C_{1-20} , а предпочтительно C_{1-6} , алкил, p представляет собой целое число в диапазоне 1-3, а предпочтительно 1-2, и если p равен 2 либо 3, то тогда две либо три группы R^9 и R^{10} могут быть одинаковыми либо различными, и

(d) продуктов реакции между алкоксидами титана, описываемыми приведенной выше общей формулой (IV), и ароматическими поливалентными карбоновыми кислотами, описываемыми приведенной выше общей формулой (II), либо их ангидридами.

Компонент в виде соединения фосфора (D) продукта реакции (2) катализатора поликонденсации состоит, по меньшей мере, из одного соединения фосфора, описываемого следующей общей формулой (V):



где R^{12} представляет собой C_{1-20} алкил либо C_{6-20} арил, а q представляет собой целое число, равное 1 либо 2.

Если в качестве катализатора поликонденсации использовать смесь (1) компонента в виде соединения титана (A) и компонента в виде соединения фосфора (B), то тогда алкоксид титана (а), описываемый общей формулой (I), либо продукт реакции (b) между алкоксидом титана (а) и ароматической карбоновой кислотой, описываемой общей формулой (II), либо ее ангидридом, используемые в качестве компонента в виде соединения титана (A), будут характеризоваться высокими растворимостью в полимерных сложных полиэфирах и совместимостью с ними, и поэтому, даже если остаток компонента в виде соединения титана (A) и останется в полимерном сложном полиэфире, получаемом в результате проведения поликонденсации, во время формования волокон из расплава в окрестности фильеры не произойдет никакого накопления инородного материала, так что при высокой эффективности формования волокон можно будет получить элементарную нить из сложного полиэфира с удовлетворительным качеством.

В качестве описываемых общей формулой (I) алкоксидов титана (а), используемых в

соответствующем изобретению компоненте в виде соединения титана (А) катализатора поликонденсации, предпочтительны тетраизопропоксититан, тетрапропоксититан, тетра-н-бутоксититан, тетраэтоксититан, тетрафеноксититан, октаалкилтртитанат и гексаалкилдтитанат.

- 5 В качестве описываемых общей формулой (IV) алкоксидов титана (с), используемых в соответствующем изобретению компоненте в виде соединения титана (С) катализатора поликонденсации, можно упомянуть тетраалкоксиды титана, такие как тетрабутоксид титана, тетраизопропоксид титана, тетрапропоксид титана и тетраэтоксид титана, и алкилтитанаты, такие как октаалкилтртитанат и гексаалкилдтитанат, но
10 предпочтительными для использования являются тетраалкоксиды титана, что обуславливается их удовлетворительной реакционной способностью по отношению к компонентам в виде соединений фосфора, используемым в изобретении, а в особенности предпочтительным для использования является тетрабутоксид титана.

- Ароматическую поливалентную карбоновую кислоту, описываемую общей формулой (II),
15 либо ее ангидрид, которые вводят в реакцию с алкоксидом титана (а) либо (с), предпочтительно выбирают из фталевой кислоты, тримеллитовой кислоты, гемимеллитовой кислоты, пиромеллитовой кислоты и их ангидридов. В частности, при использовании тримеллитового ангидрида будет получен продукт реакции, демонстрирующий высокое сродство к полимерному сложному полиэфиру, что обеспечит
20 эффективное предотвращение накопления инородного материала.

- Если алкоксид титана (а) либо (с) вводить в реакцию с ароматической поливалентной карбоновой кислотой, описываемой общей формулой (II), либо ее ангидридом, то тогда, например, ароматическую поливалентную карбоновую кислоту либо ее ангидрид предпочтительно растворять в растворителе, по каплям добавлять к раствору алкоксид
25 титана (а) либо (с) и нагревать смесь в течение, по меньшей мере, 30 минут при температуре 0-200°C. Растворитель, используемый в данном случае, в соответствии с необходимостью предпочтительно выбирают из этанола, этиленгликоля, триметиленгликоля, тетраметиленгликоля, бензола и ксилола.

- На молярное соотношение в реакции между алкоксидом титана (а) либо (с) и
30 ароматической поливалентной карбоновой кислотой, описываемой общей формулой (II), либо ее ангидридом никаких особых ограничений не накладывается, но если доля алкоксида титана будет чрезмерно высокой, то тогда цветовой тон получающегося в результате сложного полиэфира может быть ухудшен, либо может быть понижена температура размягчения, в то время как, если доля алкоксида титана будет чрезмерно
35 низкой, то тогда могут возникнуть трудности с прохождением реакции поликонденсации. Поэтому молярное соотношение в реакции между алкоксидом титана (а) либо (с) и ароматической поливалентной карбоновой кислотой, описываемой общей формулой (II), либо ее ангидридом предпочтительно находится в диапазоне от 2:1 до 2:5.

- Продукт реакции (b) либо (d), получаемый в результате проведения реакции, можно
40 использовать непосредственно, либо его можно использовать после проведения очистки в результате перекристаллизации при помощи ацетона, метилового спирта и/или этилацетата.

- Соединение фосфора (фосфонатное производное), описываемое общей формулой (III), используемое в компоненте в виде соединения фосфора (В) соответствующей
45 изобретению смеси (1) катализатора поликонденсации, предпочтительно выбирают из числа диметилловых сложных эфиров, диэтиловых сложных эфиров, дипропиловых сложных эфиров и дибутиловых сложных эфиров производных фосфоновой кислоты, таких как карбометоксиметанфосфоновая кислота, карбоэтоксиметанфосфоновая кислота, карбопропоксиметанфосфоновая кислота, карбобутоксиметанфосфоновая кислота,
50 карбометоксифенилметанфосфоновая кислота, карбоэтоксифенилметанфосфоновая кислота, карбопропоксифенилметанфосфоновая кислота, карбобутоксифенилметанфосфоновая кислота и тому подобное.

Если для реакции поликонденсации с участием сложного эфира ароматической

двухосновной карбоновой кислоты использовать компонент в виде соединения фосфора (В), состоящий из соединения фосфора (фосфонатного производного), описываемого общей формулой (III), то тогда реакция с компонентом в виде соединения титана (А) будет протекать более умеренно в сравнении с реакцией с использованием соединений фосфора, применяемых в качестве стабилизаторов реакции обычно, и поэтому эксплуатационный срок службы в качестве катализатора у компонента в виде соединения титана (А) в способе проведения реакции поликонденсации будет более продолжительным, и в результате может быть использована меньшая доля компонента в виде соединения титана (А) по отношению к количеству сложного эфира ароматической двухосновной карбоновой кислоты в системе реакции поликонденсации. Кроме того, если даже в систему реакции поликонденсации, содержащую компонент в виде соединения фосфора (В), состоящий из соединения фосфора, описываемого общей формулой (III), добавить большое количество стабилизатора, то у полученного полимерного сложного полиэфира не произойдет никакого ухудшения термостойкости, и его цветовой тон также будет удовлетворительным.

Если в качестве катализатора поликонденсации, соответствующего изобретению, использовать смесь (1), то тогда смесь (1) будут использовать при таком соотношении концентраций компонентов в смеси, что соотношение (%) M_{Ti} между миллимолями элемента титана в компоненте в виде соединения титана (А) и количеством молей сложного эфира ароматической двухосновной карбоновой кислоты и соотношение (%) M_P между миллимолями элемента фосфора в компоненте в виде соединения фосфора (В) и количеством молей сложного эфира ароматической двухосновной карбоновой кислоты будут удовлетворять следующим далее соотносительным выражениям (i) и (ii):

$$1 \leq M_P / M_{Ti} \leq 15 \quad (i)$$

$$10 \leq M_P + M_{Ti} \leq 100 \quad (ii).$$

Соотношение M_P / M_{Ti} находится в диапазоне от 1 до 15, а предпочтительно от 2 до 10. Если соотношение M_P / M_{Ti} будет меньше 1, то тогда цветовой тон полученного полимерного сложного полиэфира может быть желтоватым, в то время как, если оно будет больше 15, то тогда реакционная способность в поликонденсации у катализатора поликонденсации с таким составом будет недостаточной, что сделает получение целевого полимерного сложного полиэфира затруднительным. Диапазон для соотношения M_P / M_{Ti} , соответствующий изобретению, относительно узок в сравнении с диапазоном, используемым для обычных катализаторов Ti-P, но выдерживание такого диапазона позволяет добиться превосходного результата, который не получали в случае обычно используемых катализаторов Ti-P.

Значение суммы ($M_P + M_{Ti}$) находится в диапазоне от 10 до 100, а предпочтительно от 20 до 70. Если значение ($M_P + M_{Ti}$) будет меньше 10, то тогда волокнообразующие свойства у полученного полимерного сложного полиэфира, производительность способа формования волокон из расплава и эксплуатационные характеристики полученных волокон будут неудовлетворительными. Если значение ($M_P + M_{Ti}$) будет больше 100, то тогда при использовании полученного полимерного сложного полиэфира для формования волокон из расплава в окрестности фильеры будет наблюдаться накопление инородного материала в небольшой, но существенной степени. Значение M_{Ti} в общем случае предпочтается иметь в диапазоне 2-15%, а более предпочтительно 3-10%.

Если в качестве катализатора поликонденсации, соответствующего изобретению, использовать продукт реакции (2), то тогда соединением фосфора, описываемым общей формулой (V), используемым в качестве соединения фосфора (D), могут быть, например, моноалкилфосфат, такой как моно-н-бутилфосфат, моногексилфосфат, монододецилфосфат, монолаурилфосфат либо моноолеилфосфат; моноарилфосфат, такой как монофенилфосфат, монобензилфосфат, моно(4-этилфенил)фосфат, монобифенилфосфат, мононафтилфосфат либо моноантрилфосфат; диалкилфосфат, такой как диэтилфосфат, дипропилфосфат, дибутилфосфат, дилаурилфосфат либо диолеилфосфат, или же диарилфосфат, такой как дифенилфосфат. Из их числа

предпочтительными являются моноалкилфосфаты либо моноарилфосфаты, где q в формуле (V) равен 1.

Компонент в виде соединения фосфора (D), используемый в изобретении, может представлять собой смесь двух либо более чем двух соединений фосфора, описываемых общей формулой (V), и в качестве примеров предпочтительных комбинаций могут быть упомянуты смеси моноалкилфосфатов и диалкилфосфатов либо смеси монофенилфосфатов и дифенилфосфатов. В особенности предпочтительными являются композиции, где моноалкилфосфат составляет, по меньшей мере, 50%, а в особенности, по меньшей мере, 90% смеси в расчете на полную массу смеси.

Способ получения продукта реакции между компонентом в виде соединения титана (C) и компонентом в виде соединения фосфора (D) может включать, например, объединение компонентов (C) и (D) и нагревание их в гликоле. Говоря конкретно, нагревание раствора в гликоле, содержащего компонент в виде соединения титана (C) и компонент в виде соединения фосфора (D), будет приводить к помутнению раствора в гликоле с выпадением компонентов (C) и (D) в осадок в виде продуктов реакции. Осадок можно собирать для использования в качестве катализатора для получения полимерного сложного полиэфира.

Гликоль, используемый в данном случае, предпочтительно представляет собой тот же самый гликолевый компонент, что и используемый при получении сложного полиэфира с применением полученного катализатора. Например, этиленгликоль предпочтителен, если сложный полиэфир представляет собой полиэтилентерефталат, 1,3-пропандиол предпочтителен, если сложный полиэфир представляет собой политриметилентерефталат, и тетраметиленгликоль предпочтителен, если сложный полиэфир представляет собой политетраметилентерефталат.

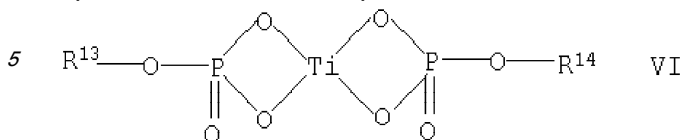
Продукт реакции поликонденсации (2), соответствующий изобретению, можно получать по способу с одновременным объединением компонента в виде соединения титана (C) и соединения фосфора (D) и гликоля и их нагреванием. Однако, поскольку нагревание вызывает протекание реакции между компонентом в виде соединения титана (C) и компонентом в виде соединения фосфора (D) с получением выпавшего в осадок продукта реакции, который нерастворим в гликоле, предпочтается, чтобы реакция вплоть до выпадения осадка протекала бы гомогенно. Поэтому, для того чтобы эффективно получать в реакции осадок, предпочтительным способом получения является способ, в котором предварительно получают обособленные растворы в гликоле компонента в виде соединения титана (C) и компонента в виде соединения фосфора (D), а после этого растворы объединяют и нагревают.

Температура реакции между компонентами (C) и (D) предпочтительно находится в диапазоне от 50 до 200°C, а время реакции предпочтительно находится в диапазоне от 1 минуты до 4 часов. Если температура реакции будет чрезмерно низкой, то тогда реакция может пройти в недостаточной степени, либо может оказаться необходимым избыточное время реакции, что сделает невозможным эффективное получение осадка продуктов реакции в ходе гомогенной реакции.

Соотношение концентраций компонентов в смеси для компонента в виде соединения титана (C) и компонента в виде соединения фосфора (D), нагреваемых до протекания реакции в гликоле, предпочтительно находится в диапазоне от 1,0 до 3,0, а более предпочтительно от 1,5 до 2,5 при расчете в виде молярного соотношения между атомами фосфора и атомами титана. В пределах данного диапазона компонент в виде соединения фосфора (D) и компонент в виде соединения титана (C) будут вступать в реакцию почти что полностью, что позволит избежать присутствия продукта неполного протекания реакции, и поэтому продукт реакции может быть использован непосредственно для получения полимерного сложного полиэфира с удовлетворительным цветовым тоном. В дополнение к этому, практическое отсутствие избыточного соединения фосфора (V), не вступившего в реакцию, в результате обеспечивает достижение высокой производительности без ухудшения реакционной способности при полимеризации с

получением сложного полиэфира.

Продукт реакции (2) катализатора поликонденсации, используемого в изобретении, предпочтительно содержит соединение, описываемое следующей общей формулой (VI):



10 где каждый из R^{13} и R^{14} независимо представляет собой, по меньшей мере, одно звено, выбираемое из числа C_{1-10} алкильных групп, образуемых из R^8 , R^9 , R^{10} и R^{11} в общей формуле (IV), описывающей алкоксид титана компонента в виде соединения титана (C), и R^{12} в общей формуле (V), описывающей соединение фосфора компонента в виде соединения фосфора (D), и C_{6-12} арильных групп, образуемых из R^{12} в соединении фосфора (V).

15 Поскольку продукт реакции между соединением титана и соединением фосфора (V), описываемый формулой (VI), обладает высокой каталитической активностью, полимерные сложные полиэфиры, получаемые с его использованием, характеризуются удовлетворительным цветовым тоном (низким значением b) и демонстрируют удовлетворительные практические эксплуатационные характеристики полимера при уровне содержания ацетальдегидов, остаточных металлов и циклических тримеров, достаточно низком для использования на практике. Продукт реакции, описываемый формулой (VI), предпочтительно присутствует при уровне содержания 50 мас.% либо более, а более предпочтительно 70 мас.% либо более.

25 Если сложный эфир ароматической двухосновной карбоновой кислоты подвергать поликонденсации в присутствии продукта реакции (2), то тогда его можно использовать в качестве катализатора получения сложного полиэфира непосредственно, без разделения гликоля и выпавшего в осадок продукта реакции (2), получаемого по упомянутому выше способу. Кроме того, после отделения осадка от раствора в гликоле, содержащего выпавший в осадок продукт реакции (2), при использовании таких способов, как осаднение на центрифуге либо фильтрование, выпавший в осадок продукт реакции (2) для очистки можно подвергнуть перекристаллизации при использовании, например, ацетона, метилового спирта и/или воды и в качестве катализатора использовать продукт, подвергнутый очистке. Структуру катализатора можно подтвердить при использовании метода твердофазного ЯМР и метода количественного анализа содержания металла РМА.

35 Полимерный сложный полиэфир, используемый в изобретении, получают в результате проведения поликонденсации с участием сложного эфира ароматической двухосновной карбоновой кислоты в присутствии катализатора, содержащего упомянутую выше смесь (1) компонента в виде соединения титана (A) и соединения фосфора (фосфонатного производного) (B) и/или продукт реакции (2) между компонентом в виде соединения титана (C) с компонентом в виде соединения фосфора (D). В соответствии с изобретением сложным эфиром ароматической двухосновной карбоновой кислоты предпочтительно является сложный диэфир, образованный из компонента в виде ароматической двухосновной карбоновой кислоты и компонента в виде алифатического гликоля.

45 Ароматическая двухосновная карбоновая кислота предпочтительно в основном состоит из терефталевой кислоты. Говоря более конкретно, терефталевая кислота предпочтительно составляет, по меньшей мере, 70 мол.% в расчете на полное количество компонента в виде ароматической двухосновной карбоновой кислоты. В качестве примеров предпочтительных ароматических двухосновных карбоновых кислот, отличных от терефталевой кислоты, можно упомянуть фталевую кислоту, изофталевую кислоту, нафталиндикарбоновую кислоту, дифенилдикарбоновую кислоту и дифеноксидандикарбоновую кислоту.

50 Компонент в виде алифатического гликоля предпочтительно представляет собой алкиленгликоль, из числа которых могут быть использованы, например, этиленгликоль,

триметиленгликоль, пропиленгликоль, тетраметиленгликоль, неопентилгликоль, гексанметиленгликоль и додекаметиленгликоль, при этом в особенности предпочтительным является этиленгликоль.

В соответствии с изобретением полимерный сложный полиэфир предпочтительно представляет собой сложный полиэфир, содержащий в качестве своего основного повторяющегося звена этилентерефталат, образованный из терефталевой кислоты и этиленгликоля. «Основной» обозначает то, что этилентерефталатное повторяющееся звено составляет, по меньшей мере, 70 мол. % в расчете на полное количество повторяющихся звеньев в сложном полиэфире.

Полимерный сложный полиэфир, используемый в изобретении, также может представлять собой и смешанный сложный полиэфир, получаемый в результате проведения сополимеризации между компонентами, образующими сложный полиэфир, такими как кислотный компонент либо диольный компонент.

Что касается смешанных компонентов в виде карбоновых кислот, то в качестве исходных веществ, само собой разумеется, возможно использование упомянутых выше ароматических двухосновных карбоновых кислот, а также и компонентов в виде бифункциональных карбоновых кислот, включающих алифатические двухосновные карбоновые кислоты, такие как адипиновая кислота, себациновая кислота, азелаиновая кислота и декандикарбоновая кислота, и алициклические двухосновные карбоновые кислоты, такие как циклогександикарбоновая кислота, либо их производных, образующих сложные эфиры. Что касается смешанных диольных компонентов, то в качестве исходных веществ, само собой разумеется, возможно использование упомянутых выше алифатических диолов, а также и алициклических гликолей, таких как циклогександиметанол, и ароматических диолов, таких как бисфенол, гидрохинон и 2,2-бис(4-(3-гидроксиэтоксифенил)пропан).

В дополнение к этому также возможно использование и смешанных полимерных сложных полиэфиров, получаемых в результате проведения сополимеризации в качестве смешанных компонентов полифункциональных соединений, таких как тримезиновая кислота, триметилполэтан, триметилполпропан, триметилполметан и пентаэритрит.

Такие полимерные сложные полиэфиры и смешанные полимерные сложные полиэфиры можно использовать индивидуально либо в комбинации из двух либо более чем двух полимеров.

В соответствии с изобретением используемый полимерный сложный полиэфир предпочтительно представляет собой продукт поликонденсации с участием сложного эфира ароматической двухосновной карбоновой кислоты, образованного из ароматической двухосновной карбоновой кислоты и алифатического гликоля, описанных ранее. Сложный эфир ароматической двухосновной карбоновой кислоты также можно получить в результате проведения реакции диэтерификации между ароматической двухосновной карбоновой кислотой и алифатическим гликолем либо его можно получить в результате проведения переэтерификации между диалкиловым эфиром ароматической двухосновной карбоновой кислоты и алифатическим гликолем. Однако способы, включающие проведение переэтерификации с использованием в качестве исходных веществ диалкиловых эфиров ароматических двухосновных карбоновых кислот, более предпочтительны по сравнению со способами диэтерификации с использованием в качестве исходных веществ ароматических двухосновных карбоновых кислот, поскольку первые приводят к получению меньшего количества мелких частиц соединения фосфора, добавляемого во время проведения реакции поликонденсации в качестве фосфорсодержащего стабилизатора.

Кроме того, все количество либо часть компонента в виде соединения титана (А) либо (С) предпочтительно добавлять до инициирования реакции переэтерификации с целью его использования в качестве катализатора двух реакций, то есть катализатора реакции переэтерификации и катализатора реакции поликонденсации. Это сделает возможным уменьшение уровня содержания соединения титана в конечном сложном полиэфире. Говоря более конкретно, в случае полиэтилентерефталата, например, реакцию

перезэтерификации между диалкиловым эфиром ароматической двухосновной карбоновой кислоты (образованным в основном из терефталевой кислоты) и этиленгликолем предпочтительно проводить в присутствии компонента в виде соединения титана (А), содержащего (а) по меньшей мере, одно соединение, выбираемое из группы, состоящей из алкоксидов титана, описываемых приведенной выше общей формулой (I), и (b) продукты реакции между алкоксидами титана, описываемыми общей формулой (I), и ароматическими поливалентными карбоновыми кислотами, описываемыми приведенной выше общей формулой (II), либо их ангидридами. В реакционную смесь, содержащую сложный диэфир, получаемый из ароматической двухосновной карбоновой кислоты и этиленгликоля в результате проведения реакции перезэтерификации, предпочтительно дополнительно добавляют соединение фосфора (фосфонатное производное), описываемое приведенной выше общей формулой (III), либо продукт реакции между компонентом в виде соединения титана (С) и упомянутым выше компонентом в виде соединения фосфора (D) и реакцию поликонденсации проводят в их присутствии.

Реакцию перезэтерификации обычно будут проводить при обычном давлении, но проведение ее при давлении в диапазоне 0,05-0,20 МПа будет дополнительно стимулировать прохождение реакции, катализируемой действием компонента в виде соединения титана (А), при одновременном, наряду с этим, предотвращении образования больших количеств побочного продукта диэтиленгликоля, так что можно будет добиться получения более благоприятных термостойкости и других свойств. Температура предпочтительно находится в диапазоне 160-260°C.

Если ароматической двухосновной карбоновой кислотой, используемой в изобретении, является терефталевая кислота, то тогда исходными веществами, используемыми для получения сложного полиэфира, будут терефталевая кислота и диметилтерефталат. В данном случае возможно использование рекуперируемого диметилтерефталата, получаемого в результате деполимеризации полиалкилентерефталата, либо рекуперируемой терефталевой кислоты, получаемой в результате его гидролиза. С точки зрения эффективного использования ресурсов предпочтительно использование подвергаемых переработке для вторичного использования сложных полиэфиров, получаемых из утилизируемых бутылок из ПЭТФ, изделий из волокна, пленочной продукции из сложных полиэфиров и тому подобного.

Реакцию поликонденсации можно проводить в одной емкости либо в нескольких отдельных емкостях. Полученным продуктом является сложный полиэфир, соответствующий изобретению, и сложный полиэфир, получаемый по способу поликонденсации, обычно экструдировать в расплавленном состоянии и охлаждают с получением частиц (гранул).

Сложный полиэфир, используемый в изобретении, который получают по способу поликонденсации, описанному выше, при желании можно дополнительно подвергнуть твердофазной поликонденсации. Твердофазная поликонденсация состоит из одной либо нескольких стадий, и ее проводят при температуре в диапазоне 190-230°C при давлении в диапазоне от 1 до 200 кПа в атмосфере инертного газа, такого как азот, аргон либо газообразный диоксид углерода.

Частицы сложного полиэфира, получаемые в результате реализации способа твердофазной поликонденсации, после этого по мере надобности подвергают водной обработке в результате введения в контакт с водой, водяным паром, инертным газом, обогащенным водяным паром, либо воздухом, обогащенным водяным паром, для дезактивации катализатора, остающегося в гранулах.

Описанный выше способ получения сложного полиэфира, включающий стадии этерификации и поликонденсации, можно реализовать в периодической, полунепрерывной либо непрерывной системе.

Полимерный сложный полиэфир, используемый в изобретении, предпочтительно выбирают из полиэтилентерефталата, политриметилентерефталата и политетраметилентерефталата.

Полимерный сложный полиэфир, используемый в изобретении, предпочтительно также характеризуется значением L^* в диапазоне 77-85 и значением b^* в диапазоне 2-5, если исходить из колориметрической системы $L^*a^*b^*$ (JIS Z8729).

5 Предельная вязкость сложного полиэфира, используемого в изобретении и получаемого по способу, описанному выше, предпочтительно находится в диапазоне 0,40-0,80, более предпочтительно 0,45-0,75, а еще более предпочтительно 0,50-0,70. Предельная вязкость предпочтительно не уступает по величине 0,40, потому что прочность волокон может оказаться недостаточной. С другой стороны, предельная вязкость, превышающая 0,80, нерациональна с экономической точки зрения, потому что для этого требуется избыточное
10 увеличение предельной вязкости исходных полимеров.

Сложный полиэфир, используемый в изобретении, при необходимости может содержать небольшие количества добавок, таких как антиоксиданты, поглотители ультрафиолетовых лучей, антипирены, флуоресцентные осветлители, матирующие средства, цветокорректоры, пеногасители, антистатика, противомикробные средства,
15 светостабилизаторы, термостабилизаторы, средства защиты от действия света и тому подобное, а предпочтительно добавляют диоксид титана в качестве матирующего средства и антиоксиданты в качестве стабилизаторов.

Используемый диоксид титана предпочтительно характеризуется средним размером частиц в диапазоне 0,01-2 мкм, и его предпочтительно включают в полимерный сложный
20 полиэфир в количестве в диапазоне 0,01-10 мас. %.

Между прочим, уровень содержания в полимерном сложном полиэфире титана, входящего в состав катализатора, не включает титан, входящий в состав любого типа диоксида титана, добавляемого в качестве матирующего средства.

Если полимерный сложный полиэфир содержит в качестве матирующего средства
25 диоксид титана, то тогда из образца полимерного сложного полиэфира для проведения измерений диоксид титана матирующего средства можно удалить в результате растворения полимерного сложного полиэфира в гексафторизопропанол, подачи раствора на центрифугирование для выделения и осаждения частиц диоксида титана из раствора, отделения и сбора жидкого супернатанта по градиентному способу и выпаривания
30 растворителя из собранной фракции для получения образца для испытаний.

В качестве антиоксидантов предпочтительно используют антиоксиданты на основе пространственно затрудненных фенолов. Антиоксидант предпочтительно добавляют в количестве, не превышающем 1 мас. %, а более предпочтительно в диапазоне 0,005-0,5 мас. %. Добавление в количестве, превышающем 1 мас. %, в результате будет приводить к
35 возникновению эффекта насыщения и может стать причиной образования шлака во время формования волокон из расплава. Антиоксиданты на основе пространственно-затрудненных фенолов также можно использовать и в комбинации со вторичными антиоксидантами на основе простых тиоэфиров.

На способ добавления таких антиоксидантов в сложный полиэфир никаких особенных
40 ограничений не накладывается, и их можно добавлять на любой желательной стадии, начиная от инициирования реакции переэтерификации и заканчивая завершением реакции поликонденсации.

В соответствии с изобретением на способ получения волокон из полимерного сложного полиэфира никаких особенных ограничений не накладывается, и может быть использован
45 любой обычный широко известный способ формования волокон из расплава сложного полиэфира. Например, полимерный сложный полиэфир можно расплавить и провести формование волокон из него в температурном диапазоне 270-300°C, где скорость формования волокон из расплава предпочтительно находится в диапазоне 400-5000 м/мин. Скорость формования волокон в данном диапазоне будет приводить к получению волокон,
50 обладающих достаточной прочностью, и делать возможным проведение стабильной намотки. Вытяжку можно проводить после намотки не подвергнутых вытяжке волокон из сложного полиэфира либо непрерывно без намотки.

По форме на отверстие фильеры, используемой для получения волокна из сложного

полиэфира, также ограничений не накладывается, и оно может иметь круглую либо неправильную форму (треугольную либо другую многоугольную форму, плоскую и тому подобное) и позволять получать волокна либо сплошные, либо полые.

Никаких ограничений не накладывается на форму волокон из сложных полиэфиров, используемых в изобретении, и они могут быть длинными волокнами либо штапельным волокном. Волокна из сложного полиэфира, используемые в изобретении, также могут быть подвергнуты либо не подвергнуты крутке. В дополнение к этому для волокон из сложного полиэфира, используемых в изобретении, можно провести операции ложной крутки/придания извитости, переработки по технологии Taslan, образования сетчатой структуры и тому подобного.

Волокнистая структура из сложного полиэфира изобретения представляет собой волокнистую структуру, включающую волокно из сложного полиэфира, содержащее в качестве основного компонента упомянутый выше полимерный сложный полиэфир, и его варианты представляют собой одну либо несколько волокнистых структур, выбираемых из числа (1) нетканых материалов, включающих волокно из сложного полиэфира, (2) ваты, включающей волокно из сложного полиэфира, и (3) волокнистых структур, имеющих толщины в диапазоне 5-100 мм, включающих основное волокно, образованное из штапельного волокна из сложного полиэфира, и получаемое по способу термосоединения сопряженное штапельное волокно, где упомянутый выше полимерный сложный полиэфир присутствует либо в одном из двух, либо в обоих компонентах, образуемых основным волокном и получаемым по способу термосоединения многокомпонентным штапельным волокном.

Разъяснения в отношении нетканого материала как первого варианта изобретения будут даны первыми. Такой нетканый материал сначала формуют, используя волокна из сложного полиэфира, получаемого с использованием, по меньшей мере, упомянутого выше катализатора, по сухому способу (способ кардочесания), где относительно длинные штапельные волокна разрыхляются и перемешиваются при использовании валика, снабженного иглами, по мокрому способу (способ листования), где относительно короткие штапельные волокна диспергируют в воде и накапливают на проволоочной сетке, либо по пневматическому способу холстообразования (также называемому способом пневматического холстообразования либо способом сухой волокнистой массы), где относительно короткие штапельные волокна подают в перфорированный барабан и диспергируют, подавая воздух, с получением полотна, после чего структуру соединяют в единое целое, используя стадию перепутывания/термообработки.

Поскольку оптимальные условия будут различаться в зависимости от способа получения нетканого материала, они будут разъяснены по отдельности.

<Сухие способы>

Нетканые материалы, получаемые по сухому способу, характеризуются тем, что существует возможность их получения в широком диапазоне основных масс от низкой до высокой.

В случае использования для получения нетканого материала сухого способа основная масса предпочтительно равна 15-2000 г/м², а более предпочтительно 20-1200 г/м². При значениях, меньших 15 г/м², непрерывное получение однородного полотна становится очень затруднительным, в то время как при значениях, превышающих 2000 г/м², нежелательно низкой становится производительность.

На долю волокна из сложного полиэфира, используемого в нетканом материале, особенных ограничений не накладывается, но с точки зрения демонстрации влияния на технологические свойства она предпочтительно составляет 50 мас.% либо более. В большинстве случаев в качестве дополнительных примешанных материалов также возможно использование волокон, подходящих для применения в нетканых материалах, получаемых по сухому способу (например, натуральных волокон, таких как хлопок, полусинтетических волокон, таких как искусственный шелк и ацетатный шелк, синтетических волокон, таких как волокно ПВА, полиолефиновое волокно, нейлоновое

волокно, арамидное волокно, акриловое волокно и углеродное волокно, либо сопряженных волокон, состоящих из нескольких полимеров с различающимися температурами плавления).

Может быть использован подходящий способ соединения волокна в единое целое, такой как перепутывание волокон с использованием иглы (способ иглопробивания), перепутывание волокон под действием воды, подаваемой под высоким давлением (способ инъекционного формования с образованием сетчатой структуры), скрепление при помощи волокон связующего (способ с пневмопродувкой), перепутывание в результате усадки либо сжатия под действием обогреваемого валика.

В случае использования для получения нетканого материала сухого способа длины волокон предпочтительно равны 30-150 мм, а более предпочтительно 5-100 мм. При значениях, меньших 30 мм, сцепление полотна в ходе разрыхления волокон ослабляется, и имеют место более значительные потери волокна, в то время как при значениях, превышающих 150 мм, перепутывание имеет тенденцию проходить в большей степени, что в результате приводит к появлению узелков на волокнах и тому подобному.

В случае использования для получения нетканого материала сухого способа массовый номер используемого волокна из сложного полиэфира предпочтительно находится в диапазоне от 0,5 до 120 дтекс. Более предпочтительно иметь диапазон от 1 до 50 дтекс. При значениях, меньших 0,5 дтекс, способность волокон к разрыхлению

неудовлетворительна, так что скорость функционирования технологической линии должна быть уменьшена, и производительность значительно ухудшается, в то время как при значениях, превышающих 120 дтекс, становится затруднительным получение однородного полотна.

При применении сухого способа для получения нетканого материала волокнам из сложного полиэфира предпочтительно придают извитость. Используемой извитостью могут являться усиленная извитость, зубчатая извитость либо трехмерная извитость, получаемая в результате использования анизотропии в ходе формования волокон.

<Мокрые способы>

Нетканые материалы, получаемые по мокрым способам, характеризуются наличием превосходной текстуры, способностью обеспечивать получение тканей с низкой основной массой, равной нескольким граммам, и высокой производительностью.

В случае использования для получения нетканого материала мокрого способа основная масса предпочтительно равна 5-200 г/м², а более предпочтительно 20-100 г/м². При значениях, меньших 5 г/м², получение становится очень затруднительным, в то время как при значениях, превышающих 100 г/м², нежелательно низкой является производительность при получении нетканого материала.

На долю волокна из сложного полиэфира, используемого в нетканом материале, особых ограничений не накладывается, но с точки зрения демонстрации влияния на технологические свойства она предпочтительно составляет 50 мас.% либо более. В большинстве случаев в качестве дополнительных примешанных материалов также возможно использование волокон, подходящих для применения в нетканых материалах, получаемых по мокрому способу, (например, натуральных волокон, таких как древесная целлюлоза и недревесная целлюлоза, полусинтетических волокон, таких как искусственный шелк и ацетатный шелк, синтетических волокон, таких как волокно ПВА, полиолефиновое волокно, нейлоновое волокно, арамидное волокно, акриловое волокно и углеродное волокно, либо сопряженных волокон, состоящих из нескольких полимеров с различающимися температурами плавления).

Доля связующего в нетканом материале, получаемом по мокрому способу, предпочтительно находится в диапазоне 5-60%, а более предпочтительно 10-50% при расчете на массу. При значениях, меньших 5%, недостаток точек связывания может в результате привести к получению неудовлетворительной прочности, в то время как доля, превышающая 60%, в результате приводит к достижению прочного связывания, но она нежелательна с точки зрения технологических свойств, таких как усадка и сцепление во

время термообработки.

На состояние связующего особенных ограничений не накладывается до тех пор, пока оно представляет собой обычно используемое состояние. Материал в жидком состоянии можно даже подавать, осуществляя его введение в жидкую среду формования нетканого материала по мокрому способу, но волокнистое связующее предпочтительно, принимая во внимание удобство в обращении. Примером такого связующего является не подвергнутое вытяжке волокно из сложных полиэфиров.

В случае использования для получения нетканого материала мокрого способа длины волокон предпочтительно равны 0,1-25 мм, а более предпочтительно 3-20 мм. При значениях, меньших 0,1 мм, перепутывание между волокнами будет происходить в меньшей степени, что сделает затруднительным получение прочного нетканого материала, в то время как при значениях, превышающих 25 мм, становится очень затруднительным обеспечение однородного диспергирования.

В случае использования для получения нетканого материала мокрого способа массовый номер используемого волокна из сложного полиэфира предпочтительно находится в диапазоне от 0,05 до 10 дтекс, а более предпочтительно от 0,1 до 7 дтекс. При значениях, меньших 0,05 дтекс, становится затруднительным обеспечение прочности, в то время как при значениях, превышающих 10 дтекс, становится затруднительным обеспечение однородного диспергирования.

В случае использования для получения нетканого материала мокрого способа на степень извитости используемого волокна из сложного полиэфира никаких особенных ограничений не накладывается, но для того, чтобы придать объемность, предпочитается зигзагообразная извитость, достигаемая в результате механической обработки, либо спиральная трехмерная извитость, или же в тех случаях, когда объемность не требуется, волокнами могут быть прямые волокна без извитости.

В случае использования для получения нетканого материала мокрого способа технологический способ будет в основном состоять из (1) стадии листования и (2) стадии термообработки. На стадии листования можно использовать короткосеточную бумагоделательную машину, цилиндровую бумагоделательную машину и тому подобное, или же это может быть многослойное листование с комбинированием подобных систем либо с комбинированием различных систем. Стадию термообработки можно провести с использованием барабанной сушилки, многоцилиндровой сушилки, каландра и тому подобного либо индивидуально, либо в комбинациях в зависимости от условий использования. Также можно провести и последующую обработку, такую как переработка смолы либо перепутывание волокон с использованием струи высокого давления.

<Нетканые материалы, получаемые по пневматическому способу холстообразования>

Нетканые материалы, получаемые по пневматическому способу холстообразования имеют текстуру, подобную текстуре нетканых материалов, получаемых по мокрому способу, характеризуясь наличием структуры (объемностью) с низкой плотностью.

В случае использования для получения нетканого материала пневматического способа холстообразования основная масса предпочтительно равна 10-400 г/м², а более предпочтительно 20-300 г/м². Основная масса, меньшая 10 г/м², делает получение очень затруднительным, в то время как основная масса, превышающая 300 г/м², ухудшает производительность при получении нетканого материала.

На долю волокна из сложного полиэфира, используемого в нетканом материале, особенных ограничений не накладывается, но с точки зрения демонстрации влияния на технологические свойства она предпочтительно составляет 50 мас.% либо более. В большинстве случаев в качестве дополнительных примешанных материалов также возможно использование волокон, подходящих для применения в нетканых материалах, получаемых по пневматическому способу холстообразования, (например, натуральных волокон, таких как древесная целлюлоза и недревесная целлюлоза, полусинтетических волокон, таких как искусственный шелк и ацетатный шелк, синтетических волокон, таких как волокно ПВА, полиолефиновое волокно, нейлоновое волокно, арамидное волокно,

акриловое волокно и углеродное волокно, либо сопряженных волокон, состоящих из нескольких полимеров с различающимися температурами плавления).

Доля связующего в нетканом материале, получаемом по пневматическому способу холстообразования, предпочтительно находится в диапазоне 5-60%, а более

5 предпочтительно 10-55% при расчете на массу. При значениях, меньших 5%, недостаток точек связывания может в результате привести к получению неудовлетворительной прочности, в то время как доля, превышающая 60%, в результате приводит к достижению прочного связывания, но она нежелательна с точки зрения технологических свойств, таких как усадка и сцепление во время термообработки. Примером предпочтительного
10 связующего является получаемое по способу термосоединения сопряженное штапельное волокно, описанное в настоящем документе далее.

В случае использования для получения нетканого материала пневматического способа холстообразования длины используемых волокон из сложного полиэфира предпочтительно равны 1-15 мм, а более предпочтительно 3-7 мм. При значениях, меньших 1 мм,
15 перепутывание между волокнами будет происходить в меньшей степени, что сделает затруднительным получение прочного нетканого материала, в то время как при значениях, превышающих 15 мм, становится очень затруднительным обеспечение однородного диспергирования.

В случае использования для получения нетканого материала пневматического способа холстообразования массовый номер используемого волокна из сложного полиэфира
20 предпочтительно находится в диапазоне от 0,3 до 100 дтекс, а более предпочтительно от 1 до 20 дтекс. При значениях, меньших 0,3 дтекс, становится затруднительным обеспечение прочности, в то время как при значениях, превышающих 100 дтекс, становится затруднительным обеспечение однородного диспергирования.

В случае использования для получения нетканого материала пневматического способа холстообразования на степень извитости используемого волокна из сложного полиэфира
25 никаких особенных ограничений не накладывается, но для того чтобы придать объемность, предпочитают зигзагообразная извитость, придаваемая в результате механической обработки, либо спиральная трехмерная извитость, или же в тех случаях, когда
30 объемность не требуется, волокнами могут быть прямые волокна без извитости.

Технологический способ получения нетканого материала по пневматическому способу холстообразования изобретения будет в основном состоять из (1) стадии холстообразования и (2) стадии термообработки. Стадия холстообразования может быть
35 хорошо известным способом формования под действием центробежных сил и разрежения, возникающих в результате вращения двух перфорированных барабанов (известных под наименованием «насадки») (пневматическое холстообразование Dan-Web). В результате последовательного размещения нескольких насадок можно непосредственно
изготавливать нетканый материал, включающий стопку слоев с различными составами ваты. Стадию термообработки можно осуществить, проведя обработку с использованием
40 горячего воздуха и разрежения, каландрование, тиснение и тому подобное либо индивидуально, либо в комбинациях в зависимости от условий использования. Также можно провести и последующую обработку, такую как переработка смолы либо перепутывание волокон с использованием струи высокого давления.

Толщина нетканого материала предпочтительно находится в диапазоне от 0,05 до 5 мм
45 вне зависимости от того, какой способ используется, мокрый, сухой либо с пневматическим холстообразованием.

Далее будут даны разъяснения в отношении ваты как второго варианта реализации изобретения. С точки зрения демонстрации влияния на технологические свойства вата
50 предпочтительно состоит исключительно из волокна из сложного полиэфира, получаемого с использованием упомянутого выше катализатора. Однако по мере надобности в комбинации с ним обычно можно использовать и другие примешанные материалы, такие как натуральные волокна, не содержащие катализатора поликонденсации, либо различные синтетические волокна, не содержащие катализатора на основе сурьмы, в той мере, в

которой волокна будут подходить для получения ваты. Однако также и в таких случаях для того, чтобы надлежащим образом продемонстрировать влияние на технологические свойства, доля волокон, используемых в комбинации с данными материалами, предпочтительно не превышает 50%.

5 Оптимальная длина волокна у волокон из сложных полиэфиров, используемых в вате, будет разниться в зависимости от приложения, в котором их используют, и, например, предпочтительно иметь 20-60 мм для вдувания в изделия с набивкой либо 30-120 мм для
10 целей, требующих изготовления с использованием обычной машины для разрыхления волокна, таких как в случае диванов-кроватей со съемным матрасом на металлическом каркасе и полимерной ваты. В случае вдувания получение объемности продукта
15 обеспечить нелегко, и долговечность объемности неудовлетворительна при длинах, равных 20 мм и менее, в то время как способность к разрыхлению волокон во время вдувания недостаточна, и получение объемности также трудно обеспечить при длинах, равных 60 мм и более. Для целей, когда волокна пропускают через машину для
20 разрыхления волокон, длины, равные 30 мм и менее, в результате приводят к меньшему перепутыванию волокон и поэтому к возникновению на стадиях более значительных неудобств, таких как потеря ваты либо возникновение разрывов на кардном полотне, в то время как длины, равные 120 мм и более, имеют тенденцию приводить к возникновению проблем, таких как неудовлетворительное разрыхление волокон и неудовлетворительное
25 извлечение полотна.

Массовый номер волокна из сложного полиэфира, используемого для изготовления ваты, предпочтительно находится в диапазоне от 1,0 до 40 дтекс, а более предпочтительно от 3,3 до 20 дтекс. При значениях, меньших 1,0 дтекс, добиться
30 получения продукта, отличающегося наличием объемности, затруднительно, и также ухудшается прохождение кардной ленты, в то время как при значениях, превышающих 40 дтекс, ухудшаются текстура продукта и прохождение кардной ленты.

На форму извитости волокна из сложного полиэфира, используемого для изготовления ваты, никаких особых ограничений не накладывается, но для того чтобы придать более
35 значительную объемность, в сравнении с зигзагообразной усиленной извитостью более предпочтительна спиралевидная трехмерная извитость. В качестве способа получения ваты можно воспользоваться обычно используемым способом.

Термин «вата» в соответствии с изобретением обозначает набивочный материал, используемый для набивки масс разрыхленных штапельных волокон непосредственно в
40 ткани обшивки так, как в случае диванов-кроватей со съемным матрасом на металлическом каркасе либо изделий с набивкой, или же полимерную вату, используемую в качестве материала подушек для мягкой мебели, изоляционного набивочного материала для одежды и тому подобного, и он не включает получаемые по способу термосоединения нетканые материалы, изготавливаемые в результате проведения перемешивания и термообработки получаемых по способу термосоединения сопряженных волокон, либо
45 жесткую вату.

Далее будут приведены разъяснения в отношении третьего варианта изобретения, а именно волокнистых структур, имеющих толщины в диапазоне 5-100 мм, включающих
50 основное волокно, образованное из штапельного волокна из сложного полиэфира, и получаемое по способу термосоединения сопряженное штапельное волокно, где полимерный сложный полиэфир либо в одном из двух, либо в обоих компонентах, образуемых основным волокном и получаемым по способу термосоединения многокомпонентным штапельным волокном, получают при использовании упомянутого выше катализатора.

Такие волокнистые структуры состоят из получаемого по способу термосоединения
55 сопряженного штапельного волокна и штапельного волокна из сложного полиэфира (основного волокна) и предпочтительно имеют точки термофиксации, созданные в результате проведения термообработки, по меньшей мере, в некоторых точках контакта между обоими типами волокна и/или точках контакта между самими получаемыми по

способу термосоединения сопряженными штапельными волокнами.

В ходе проведения данной стадии полимерный сложный полиэфир должен присутствовать либо в одном из двух, либо в обоих компонентах, образуемых штапельным волокном из сложного полиэфира (основным волокном) и получаемым по способу

5 термосоединения сопряженным штапельным волокном.

Упомянутое выше получаемое по способу термосоединения сопряженное штапельное волокно состоит из штапельных волокон, содержащих термосвариваемый полимер и волокнообразующий термопластичный полимер, при этом, по меньшей мере, термосвариваемый полимер выходит на поверхность волокна.

10 В качестве термосвариваемых полимеров можно упомянуть полиуретановые эластомеры, эластомеры из сложных полиэфиров, неупругие полимеры и сополимеры сложных полиэфиров, полиолефиновые полимеры и сополимеры и полимерные поливинилловые спирты. Предпочтительны полимерные сложные полиэфиры и их сополимеры и эластомеры из сложных полиэфиров, получаемые с использованием

15 упомянутого выше катализатора.

В качестве сополимеризованных полимерных сложных полиэфиров можно упомянуть сополимерные сложные эфиры, содержащие заданное количество звеньев алифатических двухосновных карбоновых кислот, таких как адипиновая кислота и себациновая кислота, ароматических двухосновных карбоновых кислот, таких как фталевая кислота, изофталевая

20 кислота и нафталиндикарбоновая кислота, и/или алициклических двухосновных карбоновых кислот, таких как гексагидротерефталевая кислота и гексагидроизофталевая кислота, и звеньев алифатических либо алициклических диолов, таких как диэтиленгликоль, полиэтиленгликоль, пропиленгликоль и параксилонгликоль, при необходимости при добавлении оксикислот, таких как парагидроксibenзойная кислота, а предпочтительным

25 примером является сложный полиэфир, получаемый в результате проведения аддитивной сополимеризации изофталевой кислоты и 1,6-гександиола вместе с терефталевой кислотой и этиленгликолем.

В качестве примеров полиолефиновых полимеров можно упомянуть полиэтилен низкой плотности, полиэтилен высокой плотности, полипропилен и тому подобное.

30 Примеры волокнообразующих термопластичных полимеров, используемых в комбинации с термосвариваемым полимером, включают сложные полиэфиры, такие как полиэтилентерефталат, полипропилентерефталат и полибутилентерефталат, и полиолефиновые полимеры. В особенности предпочтительны упомянутые выше полимерные сложные полиэфиры, получаемые с использованием упомянутого выше

35 катализатора.

В комбинации термосвариваемого полимера и волокнообразующего термопластичного полимера в качестве термосвариваемого полимера наиболее предпочтительно использовать эластомер на основе сложного полиэфира с температурой плавления в диапазоне 70-210°C (более предпочтительно 100-180°C) и в качестве волокнообразующего

40 термопластичного полимера - полимерный сложный полиэфир с температурой плавления, на 10°C превышающей температуру плавления эластомера на основе сложного полиэфира.

Получаемое по способу термосоединения сопряженное штапельное волокно предпочтительно является таким сопряженным волоконном, что термосвариваемый

45 полимер (Е) и волокнообразующий термопластичный полимер (Р) характеризуются соотношением площадей в поперечном сечении волокна $E : P =$ от 20:80 до 80:20. Формой сопряжения компонентов (Е) и (Р) может быть любая широко известная форма сопряжения, такая как концентрическая структура «ядро-оболочка», эксцентрическая структура «ядро-оболочка», структура «бок о бок», сопряженное волокно со структурой «острова в море»

50 либо смешанное волокно со структурой «острова в море», (перевивочное) волокно, ориентированное в структуре «сечение апельсина», и тому подобное, но распределение должно быть таким, чтобы часть компонента (Е) выходила бы на поверхности волокна, а предпочтительно компонент (Е) составлял бы, по меньшей мере, 30% длины окружности

поперечного сечения волокна. В особенности подходящими являются волокна со структурой «бок о бок» либо волокна с эксцентрической структурой «ядро-оболочка» благодаря тому, что в данном случае легко может быть придана функция скрытой способности к образованию извитости для развития незначительной извитости во время термообработки, когда проводят формование волокнистой структуры, так что для

5 повышения связующей способности перепутывание между волокнами может быть улучшено.

Массовый номер одиночного волокна в случае получаемого по способу термосоединения сопряженного штапельного волокна предпочтительно находится в

10 диапазоне 0,5-200 дтекс, а более предпочтительно 2-100 дтекс. Данные диапазоны предпочтительны для получения оптимального количества точек термосоединения, образованных в волокнистой структуре в результате проведения обработки в виде термосоединения, используемой для получения волокнистой структуры, с обеспечением, тем самым, получения достаточной прочности и при сведении к минимуму склеивания во

15 время изготовления получаемого по способу термосоединения сопряженного штапельного волокна.

Формы поперечного сечения волокна не обязательно должны быть круговыми, и вместо этого они могут быть многоугольными, представлять собой форму ребра, сферическую форму и тому подобное, хотя с точки зрения формования штапельных волокон и

20 пропускания через стадию кардочесания они предпочтительно являются круговыми. Волокна также могут иметь один либо несколько полых участков.

Получаемые по способу термосоединения сопряженные штапельные волокна можно изготавливать по обычно используемому широко известному способу.

Когда получаемое по способу термосоединения сопряженное волокно режут с

25 получением штапельного волокна, длины резки предпочтительно находятся в диапазоне 5-100 мм, в особенности в диапазоне 15-95 мм. Данный диапазон позволяет добиться получения в особенности благоприятных характеристик кардочесания и связующих свойств волокнистой структуры.

Получаемому по способу термосоединения сопряженному штапельному волокну также

30 может быть придана извитость в той мере, в которой это не приведет к возникновению проблем во время технологического процесса, и в таком случае количество извитков предпочтительно находится в диапазоне 8-20 на 25 мм при степени извитости в диапазоне 6-18%.

Штапельное волокно из сложного полиэфира, используемое в качестве основного

35 волокна, может состоять из широко известного сложного полиэфира, но предпочтительно оно состоит из упомянутого выше полимерного сложного полиэфира, получаемого с использованием описанного выше катализатора. С точки зрения объемности, демпфирующей способности и эластичности, а также текстуры волокнистой структуры

массовый номер одиночного волокна в случае штапельного волокна из сложного

40 полиэфира предпочтительно находится в диапазоне 0,5-150 дтекс, а более предпочтительно 2-50 дтекс. С точки зрения объемности и демпфирующей способности волокнистой структуры количество извитков у штапельного волокна из сложного полиэфира предпочтительно находится в диапазоне 3-30 на 25 мм, а более предпочтительно в диапазоне 5-20 на 25 мм, и степень извитости предпочтительно находится в диапазоне 6-

45 50%, а более предпочтительно в диапазоне 12-40%. Длины резки предпочтительно находятся в диапазоне 5-100 мм, в особенности в диапазоне 15-90 мм.

Формы поперечного сечения у штапельного волокна из сложного полиэфира предпочтительно являются круговыми, плоскими, треугольными, шестигранными либо

50 пустотелыми в соответствии с тем, что надлежащим образом будет выбрано для предполагаемого варианта использования.

Штапельное волокно из сложного полиэфира можно получить при использовании обычного широко известного способа намотки либо вытяжки волокна, образованного из индивидуального компонента, либо сопряженного волокна, получаемого в результате

сопряжения двух либо более чем двух компонентов.

Пропорция при перемешивании обоих типов штапельных волокон упомянутой выше волокнистой структуры, соответствующей третьему варианту изобретения, предпочтительно находится в диапазоне получаемое по способу термосоединения

- 5 сопряженное штапельное волокно : штапельное волокно из сложного полиэфира = от 5:95 до 70:30, а более предпочтительно от 10:90 до 60:40 в расчете на массу. Если в пропорции при перемешивании доля получаемого по способу термосоединения сопряженного штапельного волокна будет чрезмерно высокой, то тогда чрезмерно большое количество точек термофиксации, образованное в волокнистой структуре, может в результате привести к получению избыточной твердости структуры, в то время как, если она будет чрезмерно низкой, то тогда небольшое количество точек термофиксации в результате может привести к ухудшению эластичности и долговечности структуры.

Толщина волокнистой структуры должна находиться в диапазоне 5-100 мм. Плотность в подходящем случае находится в диапазоне 0,01-0,10 г/см³.

- 15 Способ изготовления волокнистой структуры может быть любым широко известным способом в той мере, в которой он допускает формирование точек термофиксации, по меньшей мере, в некоторых точках контакта между получаемыми по способу термосоединения сопряженными штапельными волокнами и штапельными волокнами из сложного полиэфира и/или точках контакта между самими получаемыми по способу термофиксации сопряженными штапельными волокнами.

Температура термообработки предпочтительно составляет приблизительно 100-215°C, а время термообработки предпочтительно составляет приблизительно 10-30 минут.

Примеры

- 25 Далее настоящее изобретение будет дополнительно разъяснено при использовании нижеследующих примеров при том понимании, что примеры не ограничивают объема изобретения.

Для примеров 1-21 и сравнительных примеров 1-12 при использовании описанных далее методов измеряли предельную вязкость, цветовой тон, содержание металлов, прочность/относительное удлинение нетканого материала, колебание качества нетканого материала, образование угара во время разрыхления волокна, колебание качества ваты, твердость (эластичность) волокнистой структуры, остаточную деформацию волокнистой структуры при неоднократном сжатии (долговечность), наличие твердых масс в волокнистой структуре, толщину волокнистой структуры, плотность волокнистой структуры и налипание на фильтре для каждого из полимерных сложных полиэфиров.

- 35 (1) Предельная вязкость

Вычисляли после нагревания 0,6 г сложного полиэфира до растворения в 50 куб. см о-хлорфенола, охлаждения раствора и использования капиллярного вискозиметра Оствальда для измерения вязкости раствора в соответствии с обычным методом при температуре 35°C.

- 40 (2) Цветовой тон (значение L* цвета/значение b* цвета)

Измеряли с использованием CM-7500 Color Machine от компании Color Machines Co. после проведения термообработки образца в виде частиц полимера в сушильном шкафу при 160°C×90 мин и перекристаллизации.

- 45 (3) Содержание металлов

Для определения содержания атома титана и содержания атома фосфора в каталитической системе, имеющейся в виде раствора катализатора, раствором катализатора заполняли жидкостную ячейку, в то время как для проведения определения в полимерном сложном полиэфире образец полимерного сложного полиэфира нагревали до плавления на алюминиевой плоской чашке, а после этого помещали в пресс для прямого прессования и формовали с получением плоского формованного изделия. Образец помещали во флуоресцентный рентгенорадиометрический анализатор (Model 3270 от компании Rigaku Corp.) для количественного анализа содержания металла.

- (4) Прочность/относительное удлинение нетканого материала

В соответствии с методом из JIS P8113 для измерения использовали работающую при постоянной скорости машину для испытания на растяжение и определения ударной вязкости.

(5) Колебание качества нетканого материала

5 В основе определения колебания качества лежало стандартное отклонение на $n=30$ для предела прочности при растяжении нетканого материала. (Меньшее значение указывает на меньшую величину колебания и, таким образом, на большую стабильность качества).

(6) Образование угара во время разрыхления волокна

10 Массу угара, образуемого за один час в обычных условиях работы валичной чесальной машины при изготовлении ваты для диванов-кроватьей со съемным матрасом на металлическом каркасе, измеряли в области 1 м^2 в окрестности кардочесальной машины.

(7) Колебание качества ваты

15 В основе определения колебания качества лежало стандартное отклонение на $n=10$ для измерения массы угара, образуемого за один час. (Меньшее значение указывает на меньшую величину колебания и, таким образом, на большую стабильность качества).

(8) Твердость волокнистой структуры (эластичность)

Данную характеристику измеряли на основе твердости при сжатии на 25% в соответствии с JIS-K6401.

20 (9) Остаточная деформация волокнистой структуры при неоднократном сжатии (долговечность)

Данную характеристику измеряли в соответствии с методом JIS-K6401.

(10) Твердые массы в волокнистой структуре

25 Случайным образом были отобраны десять специалистов для исследования поверхности волокнистой структуры в результате контакта с ней рукой, и состояние твердых масс получало органолептическую оценку в соответствии с нижеследующей шкалой:

5 - в высшей степени удовлетворительное (очень высокая однородность при отсутствии осязаемых количеств масс),

30 4 - довольно удовлетворительное (большой частью однородность практически при отсутствии масс),

3 - удовлетворительное (частичное, но незначительное присутствие масс),

2 - несколько неудовлетворительное (ощутимое присутствие масс),

1 - очень неудовлетворительное (определено присутствие больших количеств масс).

(11) Толщина волокнистой структуры

35 Толщину (мм) измеряли в соответствии с JISL1096.

(12) Плотность волокнистой структуры

Плотность (г/см^3) измеряли в соответствии с JISL1097.

(13) Содержание диэтиленгликоля (DEG)

40 Для разложения полимера использовали гидрат гидразина и для проведения измерения в соответствии с обычным способом использовали газовую хроматографию (Model 263-70 от компании Hitachi Laboratories).

(14) Адгезионный слой, образованный на фильере

45 Сложный полиэфир превращали в гранулы, расплавляли при 290°C , а после выпускали из фильеры, имеющей 12 отверстий, каждое с размером отверстия $0,15 \text{ мм } \varnothing$, для формирования волокна со скоростью 600 м/мин в течение 2 дней, после чего проводили измерения высоты адгезионного слоя, полученного на наружной кромке выпускного отверстия мундштука. Более значительная высота адгезионного слоя имеет тенденцию в результате приводить к более значительному загибанию образующей элементарную нить потока расплава сложного полиэфира через выпускное отверстие и, таким образом, 50 уменьшает формуемость сложного полиэфира. То есть высоту адгезионного слоя, полученного на фильере, использовали в качестве показателя формуемости сложного полиэфира.

Пример 1

После загрузки 0,009 части тетра-н-бутилтитаната в смесь 100 массовых частей диметилтерефталата и 70 массовых частей этиленгликоля в пригодном для проведения реакции под давлением реакторе из нержавеющей стали для проведения реакции переэтерификации создавали давление 0,07 МПа при увеличении температуры от 140 до 240°C, а после этого для завершения реакции переэтерификации добавляли 0,04 массовой части триэтилфосфоноацетата.

Затем продукт реакции переводили в полимеризационный реактор, температуру увеличивали до 290°C и в высоком вакууме при давлении, не превышающем 26,67 Па, проводили реакцию поликонденсации с получением сложного (не содержащего матирующего средства) полиэфира с предельной вязкостью 0,60, уровнем содержания диэтиленгликоля 1,5 мас.% и температурой плавления 254°C.

Полученный сложный полиэфир превращали в гранулы и высушивали в соответствии с обычными методиками. Высушенные гранулы использовали для формования волокон, вытяжки, резки и тому подобного в соответствии с обычными способами и получали подвергнутую вытяжке нить из сложного полиэфира (массовый номер 1,7 дтекс, длина волокна 5 мм, количество извитков 0) и в качестве связующего не подвергнутую вытяжке нить из сложного полиэфира (массовый номер 1,2 дтекс, длина волокна 5 мм, количество извитков 0). Подвергнутую вытяжке нить из сложного полиэфира и не подвергнутую вытяжке нить из сложного полиэфира перемешивали в пропорции 60/40 и по способу листования формовали полотно с основной массой 50 г/м² с использованием обычной цилиндровой бумагоделательной машины, а после этого высушивали при помощи сушилки Yankee и дополнительно подвергали обработке на каландрах. Свойства полученного по мокрому способу нетканого материала продемонстрированы в таблице 1.

Справочный пример

Способ синтеза тримеллитата титана

К раствору тримеллитового ангидрида в этиленгликоле (0,2%) при 1/2-мольном соотношении с тримеллитовым ангидридом добавляли тетрабутоксититан и реакцию проводили в течение 60 минут на воздухе при нормальном давлении, выдерживая температуру, равную 80°C, после чего систему охлаждали до обычной температуры, а полученный катализатор перекристаллизовывали при помощи 10-кратного количества ацетона, а затем осадок отфильтровывали с использованием фильтровальной бумаги и высушивали при 100°C в течение 2 часов до получения целевого соединения.

Пример 2

Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 1, за исключением того, что в качестве соединения титана использовали 0,016 части тримеллитата титана, синтезированного по способу, описанному в справочном примере. Результаты продемонстрированы в таблице 1.

Примеры 3-5, сравнительные примеры 1-3

Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 1, за исключением добавления в указанных количествах соединений титана и соединений фосфора, перечисленных в таблице 1. Результаты продемонстрированы в таблице 1.

Пример 6

Гранулы из сложного полиэфира, полученные в примере 1, использовали для формования волокон, вытяжки, резки и тому подобного в соответствии с обычными способами и получали подвергнутую вытяжке нить из сложного полиэфира (массовый номер 1,7 дтекс, длина волокна 51 мм, количество извитков 12/дюйм). Из подвергнутой вытяжке нити из сложного полиэфира формовали полотно с основной массой 100 г/м² с использованием обычной валичной чесальной машины, а после этого для перепутывания волокон использовали прошивочный станок и получали нетканый материал, изготовленный по сухому способу. Его свойства продемонстрированы в таблице 1.

Пример 7

Формование волокон, вытяжку, резку и тому подобное проводили в соответствии с обычными способами при использовании в качестве компонента ядра гранул из сложного

полиэфира, полученных в примере 1, а в качестве компонента оболочки гранул, состоящих из сополимерного сложного полиэфира, содержащего звенья кислотного компонента, полученные в результате перемешивания звеньев терефталевой кислоты и изофталевой кислоты с соотношением 60/40 (в мольных процентах), и звенья диольного компонента,

- 5 полученные в результате перемешивания звеньев этиленгликоля и 1,6-гександиола с соотношением 85/15 (в мольных процентах) (предельная вязкость 0,36, температура размягчения 70°C), полученного при использовании подобного катализатора, и получали сопряженное волокно из сложного полиэфира со структурой «ядро-оболочка» (соотношение ядро/оболочка 50/50, массовый номер 2,2 дтекс, длина волокна 5 мм).
- 10 Сопряженное волокно из сложного полиэфира со структурой «ядро-оболочка» перемешивали с рафинированной древесной целлюлозой в пропорции 60/40 и использовали для холстообразования с получением полотна с характеристикой 50 г/м² при помощи машины для пневматического холстообразования, а после этого подвергали термообработке с использованием сушилки с пневмопродувкой. Свойства полученного по
- 15 пневматическому способу холстообразования нетканого материала продемонстрированы в таблице 1.

Сравнительный пример 4

- После загрузки 0,064 массовой части моногидрата ацетата кальция в смесь 100 массовых частей диметилтерефталата и 70 массовых частей этиленгликоля в пригодном
- 20 для проведения реакции под давлением реакторе из нержавеющей стали, для проведения реакции переэтерификации создавали давление 0,07 МПа при увеличении температуры от 140 до 240°C, а после этого для завершения реакции переэтерификации добавляли 0,044 части водного раствора фосфорной кислоты с концентрацией 56 мас. %.

- Затем продукт реакции переводили в полимеризационный реактор, в количестве,
- 25 указанном в таблице, добавляли триоксид дисурьмы, температуру увеличивали до 290°C и в высоком вакууме при давлении, не превышающем 26,67 Па, проводили реакцию поликонденсации с получением сложного полиэфира. Полученный сложный полиэфир превращали в волокно, а после этого использовали для получения нетканого материала по тому же самому способу, что и в примере 1. Результаты продемонстрированы в таблице 1.

30

35

40

45

50

Таблица 1

	Соединение титана		Соединение фосфора		Соединение сурьмы (Sb_2O_3) (%) (моль%)	M_p/M_{Ti}	Ti + P		Пределная вязкость	Цвет		Свойства нетканого материала			
	Тип	M_{Ti}	Тип	M_p						Значение L^*	Значение b^*	Способ	Длина нити, разрывающей-ся под собственным весом, (км)	Относительное удлинение при разрыве	Колесование в отходах образ-ца
Пример 1	ТБТ	5	ТЭФА	30	-	6	35		0,620	79,0	3,0	Мокрый	0,12	1,5	0,06
Пример 2	ТМТ	5	ТЭФА	30	-	6	35		0,620	80,0	2,8	Мокрый	0,13	1,6	0,04
Пример 3	ТМТ	5	ЭЭФ	30	-	6	35		0,620	78,0	3,0	Мокрый	0,11	1,5	0,05
Пример 4	ТМТ	3	ТЭФА	15	-	5	18		0,600	80,0	2,3	Мокрый	0,12	1,7	0,06
Пример 5	ТМТ	7	ТЭФА	50	-	7	57		0,600	80,0	3,3	Мокрый	0,13	1,9	0,05
Пример 6	ТБТ	5	ТЭФА	30	-	6	35		0,620	79,0	3,0	Сухой	1,21	89,1	0,11
Пример 7	ТБТ	5	ТЭФА	30	-	6	35		0,620	79,0	3,0	Пневматическое холстообразование	0,45	22,1	0,09
Сравнитель-ный пример 1	ТМТ	5	ТЭФА	90	-	18	95		0,520	83,0	0,0	Мокрый	0,13	1,9	0,3
Сравнитель-ный пример 2	ТМТ	9	ТЭФА	100	-	11,1	109		0,600	78,0	3,0	Мокрый	0,11	2,4	0,3
Сравнитель-ный пример 3	ТМТ	2	ТЭФА	7	-	3,5	9		0,600	80,0	2,0	Мокрый	0,12	2,1	0,2
Сравнитель-ный пример 4	-	-	-	-	31	-	-		0,620	78,0	3,0	Мокрый	0,13	2,3	0,3

ТБТ: тетра-н-бутоксититан.

ТМТ: тримеллитат титана.

ТЭФА: триэтилфосфоноацетат.

ЭЭФ: диэтиловый эфир карбоэтоксиметанфосфоновой кислоты.

Пример 8

Высушивали гранулы из того же самого полиэтилентерефталата, что и в примере 1. Высушенные гранулы использовали для формования волокон, вытяжки, резки и тому подобного в соответствии с обычными способами и получали подвергнутую вытяжке нить

из сложного полиэфира (массовый номер 6,6 дтекс, длина волокна 51 мм, количество спиралевидных трехмерных извитков 9,0/25 мм). Подвергнутую вытяжке пряжу из сложного полиэфира подвергали разрыхлению с использованием обычной валичной чесальной машины и формовали кардное полотно для диванов-кроватьей со съемным матрасом на металлическом каркасе. Количество образованного угара продемонстрировано в таблице 2.

Пример 9

Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 8, за исключением того, что в качестве соединения титана использовали 0,016 части тримеллитата титана, синтезированного по способу, описанному в справочном примере. Результаты продемонстрированы в таблице 2.

Примеры 10-14, сравнительные примеры 5-7

Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 8, за исключением добавления в указанных количествах соединений титана и соединений фосфора, перечисленных в таблице 2. Результаты продемонстрированы в таблице 2.

Сравнительный пример 8

После загрузки 0,064 массовой части моногидрата ацетата кальция в смесь 100 массовых частей диметилтерефталата и 70 массовых частей этиленгликоля в пригодном для проведения реакции под давлением реакторе из нержавеющей стали для проведения реакции переэтерификации создавали давление 0,07 МПа при увеличении температуры от 140 до 240°C, а после этого для завершения реакции переэтерификации добавляли 0,044 части водного раствора фосфорной кислоты с концентрацией 56 мас.%.

Затем продукт реакции переводили в полимеризационный реактор, в количестве, указанном в таблице, добавляли триоксид дисурьмы, температуру увеличивали до 290°C и в высоком вакууме при давлении, не превышающем 26,67 Па, проводили реакцию поликонденсации с получением сложного полиэфира. Полученный сложный полиэфир превращали в волокно, а после этого использовали для получения ваты по тому же самому способу, что и в примере 8. Результаты продемонстрированы в таблице 2.

Таблица 2

	Соединение титана		Соединение фосфора		Соедине- ние сурьмы (Sb ₂ O ₃) (% (моль.))	M _P /M _{Ti}	M _{Ti} +M _P		Предел- ная вязкость	Цвет		Свойства элементарной нити		Технологические свойства ваты	
	Тип	M _{Ti}	Тип	M _P						Значение L*	Значение b*	Предел прочности на растя- жение, сN/дтекс	Относи- тельное удлине- ние при разрыве, %	Среднее количес- тво воло- кна (г)	Колебание качества
Пример 8	ТБТ	5	ТЭФА	30	-	6	35	0,620	79,0	3,0	3,7	27	8	0,07	
Пример 9	ТМТ	5	ТЭФА	30	-	6	35	0,620	80,0	2,8	3,8	26	11	0,06	
Пример 10	ТМТ	5	ЭЭФ	30	-	6	35	0,620	78,0	3,0	3,6	28	12	0,06	
Пример 11	ТМТ	3	ТЭФА	15	-	5	18	0,600	80,0	2,3	3,7	27	6	0,03	
Пример 12	ТМТ	7	ТЭФА	50	-	7	57	0,600	80,0	3,3	3,6	25	11	0,12	
Пример 13	ТМТ	5	ТМФ	30	-	6	35	0,600	77,0	4,0	3,6	26	9	0,11	
Пример 14	Ацетат титана	5	ТЭФА	30	-	6	35	0,600	78,0	4,5	3,6	29	13	0,10	
Сравни- тельный пример 5	ТМТ	5	ТЭФА	90	-	18	95	0,520	83,0	0,0	3,2	22	12	0,18	
Сравни- тельный пример 6	ТМТ	9	ТЭФА	100	-	11,1	109	0,600	78,0	3,0	3,7	29	11	0,26	
Сравни- тельный пример 7	ТМТ	2	ТЭФА	7	-	3,5	9	0,600	80,0	2,0	3,6	27	15	0,22	
Сравни- тельный пример 8	-	-	-	-	31	-	-	0,620	78,0	3,0	3,9	28	55	0,42	

ТБТ: тетра-н-бутоксититан.

ТМТ: тримеллитат титана.

ТЭФА: триэтилфосфоноацетат.

ЭЭФ: диэтиловый эфир карбоэтоксиметанфосфоновой кислоты.

ТМФ: триметилфосфат.

Пример 15

Гранулы из того же самого полиэтилентерефталата, что и в примере 1, по общепринятому способу высушивали и использовали для получения штапельных волокон из сложного полиэфира с массовым номером одиночного волокна 12 дтекс, 8 извитками/25

мм и степенью извитости 30%. Те же самые гранулы также использовали в качестве компонента ядра, в то время как тот же самый катализатор использовали для полимеризации смешанного кислотного компонента, включающего терефталевую кислоту и изофталевую кислоту с соотношением 80/20 (в мольных процентах), и бутиленгликоля, и

5 получаемый терефталат на основе полибутилена дополнительно подвергали реакции при нагревании с полибутиленгликолем (молекулярная масса 2000) при соотношении количеств

10 обоих реагентов 38 мас.% : 62 мас.% и получали блок-сополимерный эластомерный полиэфирэфир на основе простых и сложных эфиров (термопластичный эластомер) с предельной вязкостью 1,0 и температурой плавления 155°C. Полученный термопластичный

15 эластомер использовали в качестве компонента оболочки и при соотношении площадей в поперечном сечении волокна со структурой «ядро/оболочка» 60/40 проводили формование волокна, вытяжку, резку и тому подобное и формировали получаемое по способу термосоединения сопряженное штапельное волокно (соотношение ядро/оболочка 60/40, массовый номер волокна 6 дтекс, 11 завитков/25 мм, степень извитости 8%).

15 Штапельное волокно из сложного полиэфира и получаемое по способу термосоединения сопряженное штапельное волокно перемешивали с массовой пропорцией 70:30 и два раза пропускали через валичную чесальную машину с получением смешанного полотна. Полотно помещали в формующую рамку при установленной плотности и подвергали термообработке при 180°C×15 мин при использовании сушилки с обогревом

20 циркулирующим горячим воздухом и получали волокнистую структуру с плотностью 0,04 г/см³ и толщиной 5 см. Проводили оценку свойств получаемой волокнистой структуры, и результаты продемонстрированы в таблице 3.

Пример 16

25 Для получения волокнистой структуры реализовывали ту же самую методику, что и в примере 15, за исключением того, что в качестве соединения титана использовали 0,016 части тримеллитата титана, синтезированного по способу, описанному в справочном примере. Результаты продемонстрированы в таблице 3.

Примеры 17-21, сравнительные примеры 9-11

30 Для получения волокнистой структуры реализовывали ту же самую методику, что и в примере 15, за исключением добавления в указанных количествах соединений титана и соединений фосфора, перечисленных в таблице 3. Результаты продемонстрированы в таблице 3.

Сравнительный пример 12

35 После загрузки 0,064 массовой части моногидрата ацетата кальция в смесь 100 массовых частей диметилтерефталата и 70 массовых частей этиленгликоля в пригодном для проведения реакции под давлением реакторе из нержавеющей стали, для проведения реакции переэтерификации создавали давление 0,07 МПа при увеличении температуры от 140 до 240°C, а после этого для завершения реакции переэтерификации добавляли 0,044

40 части водного раствора фосфорной кислоты с концентрацией 56 мас.%. Затем продукт реакции переводили в полимеризационный реактор в количестве, указанном в таблице, добавляли триоксид дисульфуры, температуру увеличивали до 290°C и в высоком вакууме при давлении, не превышающем 26,67 Па, проводили реакцию поликонденсации с получением сложного полиэфира. Полученный сложный полиэфир превращали в волокно, а после этого использовали для получения волокнистой структуры

45 по тому же самому способу, что и в примере 15. Результаты продемонстрированы в таблице 3.

Таблица 3

	Соединение титана			Соединение фосфора			Соединение сурьмы (Sb ₂ O ₃) % (ммоль.)	M _P /M _{Ti}	M _{Ti} +M _P	Пределная вязкость	Цвет		Свойства элементарной нити		Качество волокнистой структуры		
	Тип	M _{Ti}	Тип	M _P	M _P	Значение L*					Значение b*	Предел прочности на растяжение, сН/текс	Относительное удлинение при разрыве, %	Твердость, н	Остаточная деформация при неоднократном сжатии, %	Твердые массы	
Пример 15	ТБТ	5	ТЭФА	30	-	6	35	0,620	79,0	3,0	3,7	27	370	8,8	5		
Пример 16	ТМТ	5	ТЭФА	30	-	6	35	0,620	80,0	2,8	3,8	26	380	7,1	5		
Пример 17	ТМТ	5	ЭЭФ	30	-	6	35	0,620	78,0	3,0	3,8	28	385	8,4	5		
Пример 18	ТМТ	3	ТЭФА	15	-	5	18	0,600	80,0	2,3	3,6	27	360	10,2	5		
Пример 19	ТМТ	7	ТЭФА	50	-	7	57	0,600	80,0	3,3	3,7	25	374	9,3	5		
Пример 20	ТМТ	5	ТМФ	30	-	6	35	0,600	77,0	4,0	3,6	26	363	11,3	5		
Пример 21	Ацетат титана	5	ТЭФА	30	-	6	35	0,600	78,0	4,5	3,6	29	360	10,9	5		
Сравнительный пример 9	ТМТ	5	ТЭФА	90	-	18	95	0,520	83,0	0,0	3,2	22	340	14,0	2		
Сравнительный пример 10	ТМТ	9	ТЭФА	100	-	11,1	109	0,600	78,0	3,0	3,7	29	378	9,0	3		
Сравнительный пример 11	ТМТ	2	ТЭФА	7	-	3,5	9	0,600	80,0	2,0	3,6	27	358	11,0	3		
Сравнительный пример 12	-	-	-	-	31	-	-	0,620	78,0	3,0	3,9	28	415	7,0	3		

ТБТ: тетра-н-бутоксититан, ТМТ: тримеллитат титана, ТЭФА: триэтилфосфоноацетат, ЭЭФ: диэтиловый эфир карбоэтоксиметанфосфоновой кислоты, ТМФ: триметилфосфат.

Для примеров 22-36 и сравнительных примеров 13-23 при использовании описанных далее методов измеряли предельную вязкость, цветовой тон, содержание металлов, прочность/относительное удлинение нетканого материала, колебание качества нетканого материала, образование угара во время разрыхления волокна, колебание качества ваты,

твёрдость (эластичность) волокнистой структуры, остаточную деформацию волокнистой структуры при неоднократном сжатии (долговечность), наличие твёрдых масс в волокнистой структуре, толщину волокнистой структуры, плотность волокнистой структуры и налипание на фильтре для каждого из полимерных сложных полиэфиров.

5 (1) Предельная вязкость

Вычисляли после нагревания 0,6 г сложного полиэфира до растворения в 50 куб. см о-хлорфенола, охлаждения раствора и использования капиллярного вискозиметра Оствальда для измерения вязкости раствора в соответствии с обычным методом при температуре 35°C.

10 (2) Цветовой тон (значение L цвета/значение b цвета)

Измеряли с использованием CM-7500 Color Machine от компании Color Machines Co. после проведения термообработки образца в виде частиц полимера в сушильном шкафу при 160°C×90 мин и перекристаллизации.

(3) Анализ содержания металлов

15 Количественный анализ концентраций атомов титана и фосфора в осажденном в реакции катализаторе проводили в результате помещения высушенного образца в сканирующий электронный микроскоп (СЭМ, S570 от компании Hitachi Instruments Service) и использования соединенного с ним рентгеноспектрального микроанализатора на основе метода энергетической дисперсии (PMA, EMAX-7000 от компании Horiba Co., Ltd.).

20 Количественный анализ концентрации металлов катализатора в сложном полиэфире проводили в результате нагревания образца в виде частиц до плавления на алюминиевой плоской чашке, а после этого формования из него плоского формованного изделия при помощи пресса для прямого прессования и использования флуоресцентного рентгенорадиометрического анализатора (Model 3270 от компании Rigaku Corp.).

25 (4) Прочность/относительное удлинение нетканого материала

В соответствии с методом из JIS P8113 для измерения использовали работающую при постоянной скорости машину для испытания на растяжение и определения ударной вязкости.

(5) Колебание качества нетканого материала

30 В основе определения колебания качества лежало стандартное отклонение на $n=30$ для предела прочности при растяжении нетканого материала. (Меньшее значение указывает на меньшую величину колебания и, таким образом, на большую стабильность качества).

(6) Образование угара во время разрыхления волокна

35 Массу угара, образуемого за один час в обычных условиях работы валичной чесальной машины при изготовлении ваты для диванов-кроватей со съемным матрасом на металлическом каркасе, измеряли в области 1 м² в окрестности кардочесальной машины.

(7) Колебание в отходах образующегося волокна

40 В основе определения колебания качества лежало стандартное отклонение на $n=10$ для измерения массы угара, образуемого за один час. (Меньшее значение указывает на меньшую величину колебания и, таким образом, на большую стабильность качества).

(8) Твёрдость волокнистой структуры (эластичность)

Данную характеристику измеряли на основе твёрдости при сжатии на 25% в соответствии с JIS-K6401.

45 (9) Остаточная деформация волокнистой структуры при неоднократном сжатии (долговечность)

Данную характеристику измеряли в соответствии с методом JIS-K6401.

(10) Твёрдые массы в волокнистой структуре

50 Случайным образом были отобраны десять специалистов для исследования поверхности волокнистой структуры в результате контакта с ней рукой, и состояние твёрдых масс получало органолептическую оценку в соответствии с нижеследующей шкалой:

5 - в высшей степени удовлетворительное (очень высокая однородность при отсутствии ощутимых количеств масс),

4 - довольно удовлетворительное (большой частью однородность практически при отсутствии масс),

3 - удовлетворительное (частичное, но незначительное присутствие масс),

2 - несколько неудовлетворительное (ощутимое присутствие масс),

5 1 - очень неудовлетворительное (определенно присутствие больших количеств масс).

(11) Толщина волокнистой структуры

Толщину (мм) измеряли в соответствии с JISL1096.

(12) Плотность волокнистой структуры

Плотность (г/см³) измеряли в соответствии с JISL1097.

10 Пример 22

Получение соединения титана

Подготавливали трехгорлую колбу объемом 2 л, обладающую функцией, позволяющей смешивать и перемешивать содержимое, в нее помещали 919 г этиленгликоля и 10 г уксусной кислоты, а после смешивания и перемешивания медленно добавляли 71 г

15 тетрабутоксид титана и получали (прозрачный) раствор соединения титана в этиленгликоле. Данный раствор здесь и далее в настоящем документе будет сокращенно называться «раствором ТВ». Концентрация атома титана в растворе составляла 1,02%.

Получение соединения фосфора

Подготавливали трехгорлую колбу объемом 2 л, обладающую функцией, позволяющей 20 нагревать, смешивать и перемешивать содержимое, и в нее помещали и нагревали до 100°C при перемешивании 656 г этиленгликоля. После достижения 100°C добавляли 34,5 г монолаурилфосфата, смесь нагревали, смешивали и перемешивали до растворения и получали прозрачный раствор. Данный раствор здесь и далее в настоящем документе будет сокращенно называться «раствором Р1».

25 Получение катализатора

После этого 310 г полученного раствора ТВ медленно добавляли к раствору Р1 (приблизительно 690 г) при установке регулятора нагревания на 100°C и перемешивании и после добавления полного количества перемешивание продолжали в течение 1 часа при 30 температуре 100°C до завершения реакции между соединением титана и соединением фосфора. Соотношение концентраций компонентов в смеси для раствора ТВ и раствора Р1 составляло 2,0, представляя собой молярное соотношение между атомами фосфора и атомами титана. Продукт, полученный в результате проведения реакции, был нерастворим в этиленгликоле и поэтому присутствовал в виде мутного, мелкодисперсного осадка.

35 Данный раствор здесь и далее в настоящем документе будут сокращенно называть «катализатором TP1-2,0».

Для того чтобы проанализировать полученный в реакции осадок, часть раствора реакционной смеси отфильтровывали при использовании фильтра с порами 5 мкм и получали выпавший в осадок продукт реакции в виде твердой фазы, а после этого его промывали при помощи воды и высушивали. Концентрацию элементов в полученном 40 выпавшем в осадок продукте реакции анализировали при использовании РМА, получая в результате 12,0% титана, 16,4% фосфора и молярное соотношение между атомами фосфора и атомами титана, равное 2,0. Твердофазный анализ по методу ЯМР позволил получить следующие результаты. Измерения, проведенные по методу C-13 CP/MAS (ЯМР с кросс-поляризацией и вращением под магическим углом) (частота 75,5 Гц), выявили 45 исчезновение обусловленных присутствием буюксида пиков химического сдвига в областях 14 м.д., 20 м.д. и 36 м.д., как у тетрабутоксид титана, в то время как измерение по методу P-31 DD/MAS (ЯМР с дипольной развязкой и вращением под магическим углом) (частота 121,5 Гц) подтвердили наличие нового пика химического сдвига в области 22 м.д., не обнаруженного у обычного монолаурилфосфата. Эти данные 50 четко свидетельствуют о том, что осадком, полученным при данных условиях, было новое соединение, получающееся в результате прохождения реакции между соединением титана и соединением фосфора.

Независимо в реактор, уже вмещающий 225 частей олигомера (олигомера сложного

диэфира этиленгликольтерефталата), при перемешивании в атмосфере азота в условиях выдерживания 255°C и обычного давления при постоянной скорости подавали суспензию, полученную в результате перемешивания 179 частей высокочистой терефталевой кислоты и 95 частей этиленгликоля, и реакцию этерификации проводили в течение 4 часов до

5 завершения при удалении из системы образующихся в ходе реакции воды и этиленгликоля. Степень этерификации составляла >98%, а степень полимеризации у полученного олигомера была равна приблизительно 5-7.

После переноса 225 частей олигомера, полученного в результате проведения реакции этерификации, в реактор поликонденсации в качестве катализатора поликонденсации

10 производили загрузку полученных ранее 3,34 массовых частей катализатора TP1-2,0. Для прохождения реакции поликонденсации температуру реакции в системе увеличивали от 255 до 280°C, а давление в реакции постадийно уменьшали от атмосферного давления до 60 Па при удалении из системы воды и этиленгликоля, образованных в ходе реакции.

Степень прохождения реакции поликонденсации подтверждали, проводя в системе

15 мониторинг нагрузки на перемешивающую лопасть, и тогда, когда достигали желательной степени полимеризации, реакционную смесь суспендировали. После этого продукт реакции в системе непрерывно экструдировали из выпускного отверстия с получением одиночной нити, а затем охлаждали и резали с получением гранулированных частиц с размером, приблизительно равным 3 мм. Качество получаемого полиэтилентерефталата

20 продемонстрировано в таблице 4.

Гранулы высушивали и использовали для формования волокон, вытяжки, резки и тому подобного в соответствии с обычными способами и получали подвергнутую вытяжке нить из сложного полиэфира (массовый номер 1,7 дтекс, длина волокна 5 мм, количество

25 извитков 0) и в качестве связующего не подвергнутую вытяжке нить из сложного полиэфира (массовый номер 1,2 дтекс, длина волокна 5 мм, количество извитков 0). Подвергнутую вытяжке нить из сложного полиэфира и не подвергнутую вытяжке нить из сложного полиэфира перемешивали в пропорции 60/40 и по способу листования формовали полотно с основной массой 50 г/м² с использованием обычной цилиндровой бумагоделательной машины, а после этого высушивали при помощи сушилки Yankee и

30 дополнительно подвергали обработке на каландрах. Свойства полученного по мокрому способу нетканого материала продемонстрированы в таблице 4.

Пример 23

Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 22, за исключением того, что вместо монолаурилфосфата использовали монобутилфосфат. Добавляемое количество и

35 условия также изменили следующим образом.

После нагревания и растворения 28,3 г монобутилфосфата в 537 г этиленгликоля (что здесь и далее в настоящем документе сокращенно называется «раствором P2») сюда помещали 435 г раствора ТВ и получали продукт реакции. Соотношение концентраций

40 компонентов в смеси для раствора ТВ и раствора P2 составляло 2,0, представляя собой молярное соотношение между атомами фосфора и атомами титана. Данный раствор здесь и далее в настоящем документе будут сокращенно называть «катализатором TP2-2,0». Температура нагревания была равна 70°C, а время реакции составляло 1 час.

Для того чтобы проанализировать полученный в реакции осадок, часть раствора реакционной смеси отфильтровывали при использовании фильтра с порами 5 мкм и

45 получали выпавший в осадок продукт реакции в виде твердой фазы, а после этого его промывали при помощи воды и высушивали. Концентрацию элементов в полученном выпавшем в осадок продукте реакции анализировали тем же самым образом, что и ранее, получая в результате 17,0% титана, 21,2% фосфора и молярное соотношение между атомами фосфора и атомами титана, равное 1,9. Катализатор использовали для получения

50 волокна из сложного полиэфира тем же самым образом, что и в примере 1, после чего для получения нетканого материала по мокрому способу проводили листование и высушивание. Результаты продемонстрированы в таблице 4.

Пример 24

Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 22, за исключением того, что изменили количество полученного раствора TP1 и количество добавленного раствора ТВ. Полученные и добавленные количества представляли собой нижеследующее.

После нагревания и растворения 31,3 г монолаурилфосфата в 594 г этиленгликоля (что
 5 здесь и далее в настоящем документе сокращенно называется «раствором Р3») сюда помещали 375 г раствора ТВ и получали продукт реакции. Соотношение концентраций компонентов в смеси для раствора ТВ и раствора Р3 составляло 1,5, представляя собой молярное соотношение между атомами фосфора и атомами титана. Данный раствор здесь и далее в настоящем документе будут сокращенно называть «катализатором TP3-1,5».
 10 Катализатор использовали для получения волокна из сложного полиэфира тем же самым образом, что и в примере 22, после чего для получения нетканого материала по мокрому способу проводили листование и высушивание. Результаты продемонстрированы в таблице 4.

Пример 25

15 Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 23, за исключением того, что изменили количество полученного раствора TP2 и количество добавленного раствора ТВ. Полученные и добавленные количества представляли собой нижеследующее.

После нагревания и растворения 33,0 г монобутилфосфата в 627 г этиленгликоля (что
 20 здесь и далее в настоящем документе сокращенно называется «раствором Р4») сюда помещали 340 г раствора ТВ и получали продукт реакции. Соотношение концентраций компонентов в смеси для раствора ТВ и раствора Р4 составляло 3,0, представляя собой молярное соотношение между атомами фосфора и атомами титана. Данный раствор здесь и далее в настоящем документе будут сокращенно называть «катализатором TP4-3,0».
 25 Катализатор использовали для получения волокна из сложного полиэфира тем же самым образом, что и в примере 22, после чего для получения нетканого материала по мокрому способу проводили листование и высушивание. Результаты продемонстрированы в таблице 4.

Пример 26

Гранулы из сложного полиэфира, полученные в примере 22, использовали для
 30 формования волокон, вытяжки, резки и тому подобного в соответствии с обычными способами и получали подвергнутую вытяжке нить из сложного полиэфира (массовый номер 1,7 дтекс, длина волокна 51 мм, количество извитков 12/дюйм). Из подвергнутой вытяжке нити из сложного полиэфира формовали полотно с основной массой 100 г/м² с использованием обычной валичной чесальной машины, а после этого для перепутывания
 35 волокон использовали прошивочный станок и получали нетканый материал, изготовленный по сухому способу. Его свойства продемонстрированы в таблице 4.

Пример 27

Формование волокон, вытяжку, резку и тому подобное проводили в соответствии с
 обычными способами при использовании в качестве компонента ядра гранул из сложного
 40 полиэфира, полученных в примере 22, а в качестве компонента оболочки гранул, состоящих из сополимерного сложного полиэфира, содержащего звенья кислотного компонента, полученные в результате перемешивания звеньев терефталевой кислоты и изофталевой кислоты с соотношением 60/40 (в мольных процентах), и звенья диольного компонента, полученные в результате перемешивания звеньев этиленгликоля и 1,6-
 45 гександиола с соотношением 85/15 (в мольных процентах) (предельная вязкость 0,36, температура размягчения 70°C), полученного при использовании подобного катализатора, и получали сопряженное волокно из сложного полиэфира со структурой «ядро-оболочка» (соотношение ядро/оболочка 50/50, массовый номер 2,2 дтекс, длина волокна 5 мм).
 50 Сопряженное волокно из сложного полиэфира со структурой «ядро-оболочка» перемешивали с рафинированной древесной целлюлозой в пропорции 60/40 и использовали для холстообразования с получением полотна с характеристикой 50 г/м² при помощи машины для пневматического холстообразования, а после этого подвергали термообработке с использованием сушилки с пневмопродувкой. Свойства полученного по

пневматическому способу холстообразования нетканого материала продемонстрированы в таблице 4.

Сравнительный пример 13

Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 22, за исключением того, что катализатор поликонденсации заменяли на раствор триоксида сурьмы в этиленгликоле с концентрацией 1,3%, загружаемое количество составляло 4,83 части, и в качестве стабилизатора дополнительно проводили загрузку 0,121 части раствора триметилфосфата в этиленгликоле с концентрацией 25%. Результаты продемонстрированы в таблице 4.

Сравнительный пример 14

Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 22, за исключением того, что в качестве катализатора поликонденсации использовали один только раствор ТВ, полученный в примере 1, и загружаемое количество составляло 1,03 части. Время реакции поликонденсации составляло 95 минут. Результаты продемонстрированы в таблице 4.

Сравнительный пример 15

Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 22, за исключением того, что катализатор поликонденсации формировали, проводя в ходе получения сложного полиэфира отдельную загрузку в систему реакции поликонденсации каждого представителя, выбираемого из 1,03 части раствора ТВ и 2,30 части раствора Р1, без проведения реакции между раствором ТВ и раствором Р1. Результаты продемонстрированы в таблице 4.

Сравнительный пример 16

Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 23, за исключением того, что катализатор поликонденсации формировали, проводя в ходе получения сложного полиэфира отдельную загрузку в систему реакции поликонденсации каждого представителя, выбираемого из 1,03 части раствора ТВ и 2,3 части раствора Р2, без проведения реакции между раствором ТВ и раствором Р2. Результаты продемонстрированы в таблице 4.

Таблица 4									
	Качество полимера					Свойства нетканого материала			
	Катализатор	Содержание катализатора	Реакционное молярное соотношение между атомами Р и атомами Тi	Предельная вязкость	Цвет	Способ	Длина нити, разрывающейся под собственным весом (в продольном направлении)	Относительное удлинение при разрыве	Колебание качества
							(км)	(%)	
Пример 22	TP 1-2,0	52/64	2,0	0,64	81/2,0	Мокрый	0,12	1,5	0,06
Пример 23	TP2-2,0	48/60	1,9	0,64	81/2,2	Мокрый	0,13	1,6	0,03
Пример 24	TP3-1,5	32/28	1,5	0,64	81/3,0	Мокрый	0,11	1,5	0,05
Пример 25	TP4-3,0	152/260	3,0	0,64	81/2,4	Мокрый	0,14	1,7	0,05
Пример 26	TP1-2,0	52/64	2,0	0,64	81/2,0	Сухой	1,21	89,1	0,11
Пример 27	TP1-2,0	52/64	2,0	0,64	81/2,0	Пневматическое холстообразование	0,43	22,1	0,09
Сравнительный пример 13	Sb ₂ O ₃	250 (Sb)	-	0,64	75/2,5	Мокрый	0,11	2,4	0,3
Сравнительный пример 14	Раствор ТВ	52/-	-	0,64	81/8,0	Мокрый	0,12	2,1	0,2
Сравнительный пример 15	Раствор ТВ+Р1	52/56	-	0,64	81/7,6	Мокрый	0,14	2,5	0,13
Сравнительный пример 16	Раствор ТВ+Р2	52/56	-	0,64	81/7,9	Мокрый	0,13	1,9	0,13

Пример 28

Гранулы из того же самого полиэтилентерефталата, что и в примере 22, в соответствии с обычными способами высушивали и использовали для формования волокон, вытяжки, резки и тому подобного и получали подвергнутую вытяжке нить из сложного полиэфира (массовый номер 6,6 дтекс, длина волокна 51 мм, количество спиралевидных трехмерных извитков 9,0/25 мм). Подвергнутую вытяжке пряжу из сложного полиэфира подвергали

разрыхлению с использованием обычной валичной чесальной машины и формовали кардное полотно для диванов-кроватьей со съемным матрасом на металлическом каркасе. Количество образованного угара продемонстрировано в таблице 5.

Пример 29

5 Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 28, за исключением того, что вместо монолаурилфосфата использовали монобутилфосфат. Добавляемое количество и условия также изменили следующим образом.

10 После нагревания и растворения 28,3 г монобутилфосфата в 537 г этиленгликоля (что здесь и далее в настоящем документе сокращенно называется «раствором Р2») сюда помещали 435 г раствора ТВ и получали продукт реакции. Соотношение концентраций компонентов в смеси для раствора ТВ и раствора Р2 составляло 2,0, представляя собой молярное соотношение между атомами фосфора и атомами титана. Данный раствор здесь и далее в настоящем документе будут сокращенно называть «катализатором TP2-2,0». Температура нагревания была равна 70°C, а время реакции составляло 1 час.

15 Для того чтобы проанализировать полученный в реакции осадок, часть раствора реакционной смеси отфильтровывали при использовании фильтра с порами 5 мкм и получали выпавший в осадок продукт реакции в виде твердой фазы, а после этого его промывали при помощи воды и высушивали. Концентрацию элементов в полученном выпавшем в осадок продукте реакции анализировали тем же самым образом, что и ранее, 20 получая в результате 17,0% титана, 21,2% фосфора и молярное соотношение между атомами фосфора и атомами титана, равное 1,9. Катализатор использовали для получения волокна из сложного полиэфира тем же самым образом, что и в примере 7, после чего волокна подвергали разрыхлению с использованием обычной валичной чесальной машины и формовали кардное полотно для диванов-кроватьей со съемным матрасом на 25 металлическом каркасе. Результаты продемонстрированы в таблице 5.

Пример 30

Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 28, за исключением того, что изменили количество полученного раствора TP1 и количество добавленного раствора ТВ. Полученные и добавленные количества представляли собой нижеследующее.

30 После нагревания и растворения 31,3 г монолаурилфосфата в 594 г этиленгликоля (что здесь и далее в настоящем документе сокращенно называется «раствором Р3») сюда помещали 375 г раствора ТВ и получали продукт реакции. Соотношение концентраций компонентов в смеси для раствора ТВ и раствора Р3 составляло 1,5, представляя собой молярное соотношение между атомами фосфора и атомами титана. Данный раствор здесь 35 и далее в настоящем документе будут сокращенно называть «катализатором TP3-1,5». Катализатор использовали для получения волокна из сложного полиэфира тем же самым образом, что и в примере 1, после чего волокна подвергали разрыхлению с использованием обычной валичной чесальной машины и формовали кардное полотно для диванов-кроватьей со съемным матрасом на металлическом каркасе. Результаты 40 продемонстрированы в таблице 5.

Пример 31

Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 29, за исключением того, что изменили количество полученного раствора TP2 и количество добавленного раствора ТВ. Полученные и добавленные количества представляли собой нижеследующее.

45 После нагревания и растворения 33,0 г монобутилфосфата в 627 г этиленгликоля (что здесь и далее в настоящем документе сокращенно называется «раствором Р4») сюда помещали 340 г раствора ТВ и получали продукт реакции. Соотношение концентраций компонентов в смеси для раствора ТВ и раствора Р4 составляло 3,0, представляя собой молярное соотношение между атомами фосфора и атомами титана. Данный раствор здесь 50 и далее в настоящем документе будут сокращенно называть «катализатором TP4-3,0». Катализатор использовали для получения волокна из сложного полиэфира тем же самым образом, что и в примере 1, после чего волокна подвергали разрыхлению с использованием обычной валичной чесальной машины и формовали кардное полотно для

диванов-кровать со съемным матрасом на металлическом каркасе. Результаты продемонстрированы в таблице 5.

Сравнительный пример 17

Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 28, за исключением того, что катализатор поликонденсации заменяли на раствор триоксида сурьмы в этиленгликоле с концентрацией 1,3%, загружаемое количество составляло 4,83 части, и в качестве стабилизатора дополнительно проводили загрузку 0,121 части раствора триметилфосфата в этиленгликоле с концентрацией 25%. Результаты продемонстрированы в таблице 5.

Сравнительный пример 18

Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 28, за исключением того, что в качестве катализатора поликонденсации использовали один только раствор ТВ, полученный в примере 7, и загружаемое количество составляло 1,03 части. Время реакции поликонденсации составляло 95 минут. Результаты продемонстрированы в таблице 5.

Сравнительный пример 19

Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 28, за исключением того, что катализатор поликонденсации формировали, проводя в ходе получения сложного полиэфира отдельную загрузку в систему реакции поликонденсации каждого представителя, выбираемого из 1,03 части раствора ТВ и 2,30 части раствора Р1, без проведения реакции между раствором ТВ и раствором Р1. Результаты продемонстрированы в таблице 5.

Сравнительный пример 20

Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 29, за исключением того, что катализатор поликонденсации формировали, проводя в ходе получения сложного полиэфира отдельную загрузку в систему реакции поликонденсации каждого представителя, выбираемого из 1,03 части раствора ТВ и 2,3 части раствора Р2, без проведения реакции между раствором ТВ и раствором Р2. Результаты продемонстрированы в таблице 5.

		Таблица 5						
30		Качество полимера					Технологические свойства ваты	
		Катализатор	Содержание катализатора Ti (м.д.)/P (м.д.)	Реакционное молярное соотношение между атомами Р и атомами Ti	Предельная вязкость	Цвет	Среднее количество отходов волокна (г/час)	Колебание качества
						Значение L*/значение b*		
35	Пример 28	TP1-2,0	52/64	2,0	0,64	81/2,0	11	0,06
	Пример 29	TP2-2,0	48/60	1,9	0,64	81/2,2	6	0,03
	Пример 30	TP3-1,5	32/28	1,5	0,64	81/3,0	9	0,05
	Пример 31	TP4-3,0	152/260	3,0	0,64	81/2,4	10	0,05
	Сравнительный пример 17	Sb ₂ O ₃	250 (Sb)	-	0,64	75/2,5	28	0,3
40	Сравнительный пример 18	Раствор ТВ	52/-	-	0,64	81/8,0	25	0,2
	Сравнительный пример 19	Раствор ТВ+ P1	52/56	-	0,64	81/7,6	18	0,13
	Сравнительный пример 20	Раствор ТВ+ P2	52/56	-	0,64	81/7,9	19	0,13

Пример 32

Гранулы из того же самого полиэтилентерефталата, что и в примере 22, по обычному способу высушивали и использовали для получения штапельных волокон из сложного полиэфира с массовым номером одиночного волокна 12 дтекс, 8 извитками/25 мм и степенью извитости 30%. Те же самые гранулы также использовали в качестве компонента ядра, в то время как тот же самый катализатор использовали для полимеризации смешанного кислотного компонента, включающего терефталевую кислоту и изофталевую кислоту с соотношением 80/20 (в мольных процентах), и бутиленгликоля, и получаемый терефталат на основе полибутилена дополнительно подвергали реакции при нагревании с полибутиленгликолем (молекулярная масса 2000) при соотношении количеств обоих реагентов 38 мас. %: 62 мас. % и получали блок-сополимерный эластомерный

полиэфирозфир на основе простых и сложных эфиров (термопластичный эластомер) с предельной вязкостью 1,0 и температурой плавления 155°C, который использовали в качестве компонента оболочки. При соотношении площадей в поперечном сечении волокна со структурой «ядро/оболочка» 60/40 проводили формование волокна, вытяжку, резку и

5 тому подобное и получали сопряженное штапельное волокно из сложных полиэфиров (соотношение ядро/оболочка 60/40, массовый номер волокна 6 дтекс, 11 завитков/25 мм, степень извитости 8%).

Штапельное волокно из сложного полиэфира и получаемое по способу термосоединения сопряженное штапельное волокно из сложных полиэфиров перемешивали с массовой

10 пропорцией 70:30 и два раза пропускали через валичную чесальную машину с получением смешанного полотна. Полотно помещали в формующую рамку при установленной плотности и подвергали термообработке при 180°C×15 мин при использовании сушилки с обогревом циркулирующим горячим воздухом, получали волокнистую структуру с

15 плотностью 0,04 г/см³ и толщиной 5 см. Проводили оценку свойств получаемой волокнистой структуры, и результаты продемонстрированы в таблице 6.

Пример 33

Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 32, за исключением того, что вместо монолаурилфосфата использовали монобутилфосфат. Добавляемое количество и условия также изменили следующим образом.

После нагревания и растворения 28,3 г монобутилфосфата в 537 г этиленгликоля (что здесь и далее в настоящем документе сокращенно называется «раствором Р2») сюда помещали 435 г раствора ТВ и получали продукт реакции. Соотношение концентраций

20 компонентов в смеси для раствора ТВ и раствора Р2 составляло 2,0, представляя собой молярное соотношение между атомами фосфора и атомами титана. Данный раствор здесь

25 и далее в настоящем документе будут сокращенно называть «катализатором TP2-2,0». Температура нагревания была равна 70°C, а время реакции составляло 1 час.

Для того чтобы проанализировать полученный в реакции осадок, часть раствора реакционной смеси отфильтровывали при использовании фильтра с порами 5 мкм и получали выпавший в осадок продукт реакции в виде твердой фазы, а после этого его

30 промывали при помощи воды и высушивали. Концентрацию элементов в полученном выпавшем в осадок продукте реакции анализировали тем же самым образом, что и ранее, получая в результате 17,0% титана, 21,2% фосфора и молярное соотношение между атомами фосфора и атомами титана, равное 1,9. Катализатор использовали для получения

35 волокна из сложного полиэфира тем же самым образом, что и в примере 11, после чего для получения волокнистой структуры проводили холстообразование, термообработку и тому подобное. Результаты продемонстрированы в таблице 6.

Пример 34

Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 32, за исключением того, что изменили количество полученного раствора TP1 и количество добавленного раствора ТВ.

40 Полученные и добавленные количества представляли собой нижеследующее.

После нагревания и растворения 31,3 г монолаурилфосфата в 594 г этиленгликоля (что здесь и далее в настоящем документе сокращенно называется «раствором Р3») сюда помещали 375 г раствора ТВ и получали продукт реакции. Соотношение концентраций

45 компонентов в смеси для раствора ТВ и раствора Р3 составляло 1,5, представляя собой молярное соотношение между атомами фосфора и атомами титана. Данный раствор здесь

и далее в настоящем документе будут сокращенно называть «катализатором TP3-1,5». Катализатор использовали для получения волокна из сложного полиэфира тем же самым образом, что и в примере 1, после чего для получения волокнистой структуры проводили холстообразование, термообработку и тому подобное. Результаты продемонстрированы в

50 таблице 6.

Пример 35

Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 33, за исключением того, что изменили количество полученного раствора TP2 и количество добавленного раствора ТВ.

Полученные и добавленные количества представляли собой нижеследующее.

После нагревания и растворения 33,0 г монобутилфосфата в 627 г этиленгликоля (что здесь и далее в настоящем документе сокращенно называется «раствором Р4») сюда помещали 340 г раствора ТВ и получали продукт реакции. Соотношение концентраций

5 компонентов в смеси для раствора ТВ и раствора Р4 составляло 3,0, представляя собой молярное соотношение между атомами фосфора и атомами титана. Данный раствор здесь и далее в настоящем документе будут сокращенно называть «катализатором TP4-3,0». Катализатор использовали для получения волокна из сложного полиэфира тем же самым

10 образом, что и в примере 11, после чего для получения волокнистой структуры проводили холстообразование, термообработку и тому подобное. Результаты продемонстрированы в таблице 6.

Пример 36

В соответствии с обычными способами проводили формование волокна, вытяжку, резку и тому подобное при использовании гранул, полученных в результате проведения

15 аддитивной сополимеризации изофталевой кислоты и 1,6-гександиола при помощи того же самого катализатора, что и использованный для гранул из сложного полиэфира, полученных в примере 32, и получали сопряженное волокно из сложных полиэфиров со структурой «ядро-оболочка» (соотношение ядро/оболочка 50/50, массовый номер 4,4 дтекс, длина волокна 51 мм). Во всех других отношениях следовали методике из примера

20 11 и получали штапельное волокно из сложного полиэфира, после чего для получения волокнистой структуры проводили холстообразование, термообработку и тому подобное. Однако температура термообработки была равна 150°C. Результаты продемонстрированы в таблице 6.

Сравнительный пример 21

25 Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 32, за исключением того, что катализатор поликонденсации заменяли на раствор триоксида сурьмы в этиленгликоле с концентрацией 1,3%, загружаемое количество составляло 4,83 части, и в качестве стабилизатора дополнительно проводили загрузку 0,121 части раствора триметилфосфата в этиленгликоле с концентрацией 25%. Результаты продемонстрированы в таблице 6.

Сравнительный пример 22

30 Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 32, за исключением того, что в качестве катализатора поликонденсации использовали один только раствор ТВ, полученный в примере 1, и загружаемое количество составляло 1,03 части. Время реакции поликонденсации составляло 95 минут. Результаты продемонстрированы в таблице 6.

Сравнительный пример 23

35 Реализовывали ту же самую методику, что и в примере 32, за исключением того, что катализатор поликонденсации формировали, проводя в ходе получения сложного полиэфира отдельную загрузку в систему реакции поликонденсации каждого представителя, выбираемого из 1,03 части раствора ТВ и 2,30 части раствора Р1, без

40 проведения реакции между раствором ТВ и раствором Р1. Результаты продемонстрированы в таблице 6.

	Таблица 6							
	Качество полимера					Качество волокнистой структуры		
	Катализатор	Содержание катализатора	Реакционное молярное соотношение между атомами Р и атомами Ti	Предельная вязкость	Цвет	Твердость	Остаточная деформация при неоднократном сжатии	Твердые массы
		Ti (м.д.)/P (м.д.)			Значение L*/значение b*	н	%	Уровень
Пример 32	TP 1-2,0	52/64	2,0	0,64	81/2,0	361	7,1	5
Пример 33	TP2-2,0	48/60	1,9	0,64	81/2,2	363	8,4	5
Пример 34	TP3-1,5	32/28	1,5	0,64	81/3,0	360	6,9	5
Пример 35	TP4-3,0	152/260	3,0	0,64	81/2,4	374	9,3	5
Пример 36	TP 1-2,0	52/64	2,0	0,64	81/2,0	420	12,6	5
Сравнительный пример 21	Sb ₂ O ₃	250 (Sb)	-	0,64	75/2,5	397	12,4	3

Сравнительный пример 22	Раствор ТВ	52/-	-	0,64	81/8,0	393	12	2
Сравнительный пример 23	Раствор ТВ+ Р1	52/56	-	0,64	81/7,6	309	11,1	3

Применимость в промышленности

Волокнистая структура из сложного полиэфира настоящего изобретения характеризуется удовлетворительным цветовым тоном (значение b^* цвета) и превосходным качеством, и поэтому тогда, когда волокнистая структура из сложного полиэфира представляет собой нетканый материал, она отличается в особенности высокой пригодностью для целей, которые включают введение в контакт с продуктами питания, таких как упаковочные материалы для продуктов питания, фильтры для продуктов питания, такие как пакетики для черного чая, пакетики для зеленого чая и фильтры для кофе, листы для удаления шероховатости, листы для фильтрования масла, листы для вытирания на кухне, несущие слои мембран для обратного осмоса, санитарно-гигиенические материалы и материалы для фильтрования напитков. Ее также можно использовать и для таких целей, как различные типы фильтров, обоев, бумаги для оконных переплетов, визитных карточек, документов, бытового/производственного обтирочного материала, бумаги-основы для печати, основы для электротехнических материалов, ковров, пластин технического назначения, звуконепроницаемых/изолирующих материалов, листов сельскохозяйственного/садоводческого назначения и тому подобного.

Тогда, когда волокнистая структура из сложного полиэфира представляет собой вату, она может быть применена в качестве различных типов ваты, в том числе набивочного материала общего назначения для имеющих в своем составе волокно предметов постельных принадлежностей, таких как покрывала, простыни, наматрасники, подушки и диванные подушки, либо для изделий с набивкой и тому подобного, набивочного материала бытового назначения для спинок диванов и стульев и одежды, либо промышленной полимерной ваты, предназначенной для обеспечения теплоизоляции, звукопоглощения либо звуконепроницаемости.

Тогда, когда волокнистая структура из сложного полиэфира представляет собой волокнистую структуру, включающую основное волокно, образованное из штапельного волокна из сложного полиэфира, и получаемое по способу термосоединения сопряженное штапельное волокно, она может быть использована для таких целей, как арматура кроватей, мебель, материалы для автомобилестроения (амортизирующие материалы, материалы для обшивки потолка салона, защитные материалы и тому подобное), одежда, фильтрующие материалы, материалы строительного/технического назначения (звуконепроницаемые либо изолирующие материалы), материалы сельскохозяйственного назначения, санитарно-гигиенические материалы (примочки, подгузники, салфетки и тому подобное) и тому подобное.

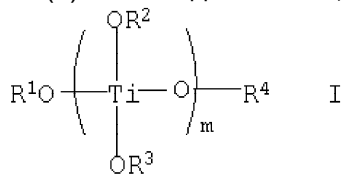
Формула изобретения

1. Волокнистая структура из сложного полиэфира, включающая волокно из сложного полиэфира, содержащее в качестве основного компонента полимерный сложный полиэфир, которая представляет собой, по меньшей мере, один тип волокнистой структуры, выбираемый из группы, состоящей из нетканых материалов, содержащих упомянутое волокно из сложного полиэфира, ваты, содержащей упомянутое волокно из сложного полиэфира, и волокнистых структур, имеющих толщины в диапазоне 5-100 мм, включающих основное волокно, образованное из штапельного волокна из сложного полиэфира, термосоединенное сопряженное штапельное волокно, где упомянутый полимерный сложный полиэфир присутствует либо в одном из двух, либо в обоих компонентах, образуемых упомянутым основным волокном и получаемым по способу термосоединения многокомпонентным штапельным волокном, упомянутый полимерный сложный полиэфир получают в результате проведения поликонденсации с участием сложного эфира ароматической двухосновной карбоновой кислоты в присутствии катализатора, упомянутый катализатор содержит, по меньшей мере, один ингредиент,

выбираемый из приведенных ниже смеси (1) и продукта реакции (2), смесь (1) представляет собой смесь следующих компонентов (А) и (В):

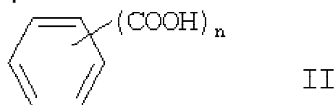
(А) компонент в виде соединения титана, состоящий, по меньшей мере, из одного соединения, выбираемого из группы, состоящей из

5 (а) алкоксидов титана, имеющих общую формулу (I)



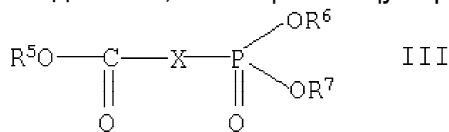
10 где каждый из R^1 , R^2 , R^3 и R^4 независимо представляет собой одно звено, выбираемое из числа C_{1-20} алкильных групп и фенильных групп, m представляет собой целое число в диапазоне 1-4, и если m представляет собой целое число, равное 2, 3 либо 4, то тогда две, три либо четыре группы R^2 и R^3 могут быть одинаковыми либо различными,

15 (b) продуктов реакции между алкоксидами титана, имеющими общую формулу (I), и ароматическими поливалентными карбоновыми кислотами, имеющими общую формулу (II)



20 где n представляет собой целое число в диапазоне 2-4, либо их ангидридами, причем молярное соотношение алкоксидов титана к ароматическим поливалентным карбоновым кислотам или их ангидридам находится в диапазоне от 2:1 до 2:5;

25 (В) компонент в виде соединения фосфора, состоящий, по меньшей мере, из одного соединения, имеющего общую формулу (III)



30 где каждый из R^5 , R^6 и R^7 независимо представляет собой C_{1-4} алкил, а X представляет собой, по меньшей мере, одно звено, выбираемое из $-\text{CH}_2-$ и $-\text{CH}_2(\text{Y})$, где Y представляет собой фенил,

35 смесь (1) для катализатора поликонденсации используют в количестве, удовлетворяющем следующим далее соотносительным выражениям (i) и (ii):

$$1 < M_p/M_{Ti} < 15 \quad (i)$$

$$10 < M_p + M_{Ti} < 100 \quad (ii)$$

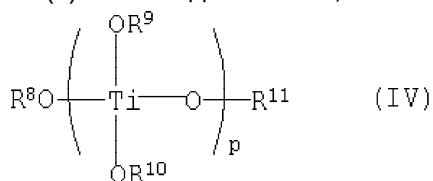
где M_{Ti} представляет собой соотношение (%) между величиной в миллимолях элемента титана в упомянутом компоненте в виде соединения титана (А) к количеству молей

40 упомянутого сложного эфира ароматической двухосновной карбоновой кислоты и M_p представляет собой соотношение (%) между величиной в миллимолях элемента фосфора в компоненте в виде соединения фосфора (В) и количеством молей упомянутого сложного эфира ароматической двухосновной карбоновой кислоты,

45 а продукт реакции (2) представляет собой продукт реакции между следующими компонентами (С) и (D):

(С) компонент в виде соединения титана, состоящий, по меньшей мере, из одного соединения, выбираемого из группы, состоящей из

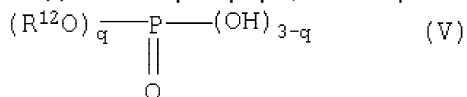
(с) алкоксидов титана, имеющих общую формулу (IV)



где каждый из R^8 , R^9 , R^{10} и R^{11} независимо представляет собой C_{1-20} алкил, p представляет собой целое число в диапазоне 1-3, и если p равен 2 либо 3, то тогда две либо три группы R^9 и R^{10} могут быть одинаковыми либо различными, и

(d) продуктов реакции между алкоксидами титана, имеющих общую формулу (IV), и ароматическими поливалентными карбоновыми кислотами, имеющими общую формулу (II), либо их ангидридами, причем молярное соотношение алкоксидов титана к ароматическим поливалентным карбоновым кислотам или их ангидридам составляет от 2:1 до 2:5,

(D) компонент в виде соединения фосфора, состоящий, по меньшей мере, из одного соединения фосфора, имеющего общую формулу (V)



где R^{12} представляет собой C_{1-20} алкил либо C_{6-20} арил, а q представляет собой целое число, равное 1 либо 2, причем молярное соотношение в реакции между компонентом (D) и компонентом (C) находится в диапазоне от 1:1 до 3:1 при расчете через соотношение между молями атомов фосфора в компоненте (D) и молями атомов титана в компоненте (C) (P/Ti).

2. Волокнистая структура из сложного полиэфира по п.1, в которой соединение фосфора, имеющее общую формулу (V), упомянутого продукта реакции (2) выбирают из числа моноалкилфосфатов.

3. Волокнистая структура из сложного полиэфира по п.1, в которой сложный эфир ароматической двухосновной карбоновой кислоты получают в результате проведения переэтерификации между диалкиловым эфиром ароматической двухосновной карбоновой кислоты и алкиленгликолем сложным эфиром.

4. Волокнистая структура из сложного полиэфира по п.1, в которой ароматическую двухосновную карбоновую кислоту выбирают из терефталевой кислоты, 1,2-нафталиндикарбоновой кислоты, фталевой кислоты, изофталевой кислоты, дифенилдикарбоновой кислоты и дифеноксизандикарбоновой кислоты либо их производных, образующих сложный эфир, а упомянутый алкиленгликоль предпочтительно выбирают из группы, состоящей из этиленгликоля, бутиленгликоля, триметиленгликоля, пропиленгликоля, неопентилгликоля, гексанметиленгликоля и додеканметиленгликоля.

5. Волокнистая структура из сложного полиэфира по п.1, в которой полимерный сложный полиэфир имеет значение L^* в диапазоне 77-85 и значение b^* в диапазоне 2-5, если исходить из колориметрической системы $L^*a^*b^*$ (JIS Z8729).

6. Волокнистая структура из сложного полиэфира по п.1, в которой получаемое по способу термосоединения сопряженное штапельное волокно содержит термосвариваемый полимер и волокнообразующий термопластичный полимер, при этом термосвариваемый полимер выходит на поверхность волокна.

7. Волокнистая структура из сложного полиэфира по п.1, в которой получаемое по способу термосоединения сопряженное штапельное волокно имеет структуру «бок о бок».

8. Волокнистая структура из сложного полиэфира по п.1, где упомянутое получаемое по способу термосоединения сопряженное штапельное волокно имеет концентрическую либо эксцентрическую структуру «ядро-оболочка», где концентрическое либо эксцентрическое ядро образует упомянутый волокнообразующий термопластичный полимер, а концентрическую либо эксцентрическую оболочку образует термосвариваемый полимер.

9. Волокнистая структура из сложного полиэфира по п.1, в которой волокнообразующий термопластичный полимер представляет собой упомянутый полимерный сложный полиэфир.

10. Волокнистая структура из сложного полиэфира по п.1, в которой термосвариваемый полимер выбирают из числа полиуретановых эластомеров, эластомеров из сложных полиэфиров, неупругих гомополимеров и сополимеров сложных полиэфиров, полиолефиновых гомополимеров и сополимеров и полимерных поливиниловых спиртов.

11. Волокнистая структура из сложного полиэфира по п.1, в которой основное волокно

содержит упомянутый полимерный сложный полиэфир.

12. Волокнистая структура из сложного полиэфира по п.1, в которой волокнистую структуру с толщиной в диапазоне 5-100 мм подвергают термофиксации, по меньшей мере, по некоторым из точек контакта между получаемыми по способу термосоединения

5 сопряженными штапельными волокнами и основными волокнами и/или точек контакта между самими получаемыми по способу термосоединения сопряженными штапельными волокнами в упомянутой волоконной структуре.

13. Волокнистая структура из сложного полиэфира по п.1, которую используют для целей, которые включают введение в контакт с продуктами питания.

10

15

20

25

30

35

40

45

50