

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6032820号  
(P6032820)

(45) 発行日 平成28年11月30日 (2016.11.30)

(24) 登録日 平成28年11月4日 (2016.11.4)

(51) Int. Cl. F I  
**DO6M 15/53 (2006.01)** DO6M 15/53  
**CO9K 21/14 (2006.01)** CO9K 21/14

請求項の数 3 (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2014-501173 (P2014-501173)	(73) 特許権者	390023674
(86) (22) 出願日	平成24年3月19日 (2012.3.19)		イー・アイ・デュポン・ドウ・ヌムール・
(65) 公表番号	特表2014-514467 (P2014-514467A)		アンド・カンパニー
(43) 公表日	平成26年6月19日 (2014.6.19)		E. I. DU PONT DE NEMO
(86) 国際出願番号	PCT/US2012/029715		URS AND COMPANY
(87) 国際公開番号	W02012/129189		アメリカ合衆国デラウェア州19805.
(87) 国際公開日	平成24年9月27日 (2012.9.27)		ウィルミントン、センターロード974.
審査請求日	平成27年3月9日 (2015.3.9)		ピー・オー・ボックス2915、チェスナ
(31) 優先権主張番号	61/454,182	(74) 代理人	100092093
(32) 優先日	平成23年3月18日 (2011.3.18)		弁理士 辻居 幸一
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100082005
			弁理士 熊倉 禎男
		(74) 代理人	100084663
			弁理士 箱田 篤

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 本質的に耐燃性のポリマー系の耐燃仕上げ剤およびその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

過フッ素化アルキルエーテルオイルからなる表面仕上げ剤を有する本質的に耐燃性のポリマーの複数本の繊維を含む合成繊維系であって、前記過フッ素化アルキルエーテルが1000~4730の分子量を有し、かつ燃焼した場合に前記系が6cm以下の炭化長を有し、前記炭化長は、1.9cmの高さを有する炎を、炎の先端が系の端と同じ高さになった状態で炎が系試料の軸と同中心になるように、4秒間保持し、系を燃焼させることによりって測定される、系。

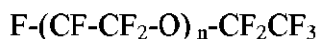
【請求項2】

前記過フッ素化アルキルエーテルが、フッ素でエンドキャップしたヘキサフルオロプロピレンエポキシドのホモポリマーである、請求項1に記載の系。

【請求項3】

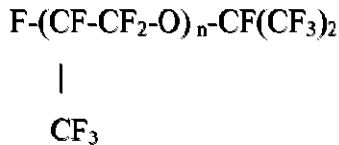
前記過フッ素化アルキルエーテルが、

【化1】



または

## 【化2】



の化学構造式を有するか、またはこれらの混合物であり、式中、Fはフッ素であり、Cは炭素であり、Oは酸素であり、かつ $n = 10 \sim 60$ である、請求項1に記載の系。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

10

## 【0001】

本発明は、仕上げオイルを施した系、具体的には耐燃性仕上げオイルを施した本質的に耐燃性のポリマーから作られた系に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

Chitrangad他の米国特許第5,266,076号明細書は、極性窒素基を含有し、繊維仕上げ剤として使用される幾つかのフッ素系化合物について述べている。

## 【0003】

本質的に耐燃性のポリマーから作られた合成繊維系は難燃性衣料に用途を有し、そのような系は繊維設備によるより良い加工を可能にするために一般に製造の間に紡糸仕上げ剤を施される。このような仕上げ剤は一般に炭化水素である。すなわちそれらは水素を含有し、炎に曝された場合に燃焼する恐れがある。

20

## 【発明の概要】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0004】

したがって、幾つかの高温用途では耐燃性を向上させた仕上げオイルを施した繊維がきわめて望ましい。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0005】

本発明は、過フッ素化アルキルエーテルオイルの表面仕上げ剤を有する本質的に耐燃性のポリマーの複数本の繊維を含む合成繊維系に関し、この過フッ素化アルキルエーテルは1000~4730の分子量を有し、かつこの系は燃焼した場合に6cm以下の炭化長を有する。

30

## 【0006】

本発明はまた、耐火性仕上げ剤を有する合成繊維系を提供する方法に関し、この方法は、本質的に耐燃性のポリマーの複数本の繊維の系を準備するステップと、この系の表面に過フッ素化アルキルエーテルオイルを含む仕上げ剤を、仕上げ剤を有する系の重量を基準にして0.5~2重量%の量で塗布するステップとを含む。この過フッ素化アルキルエーテルは1000~4730の分子量と、20で $15 \times 10^6 \sim 522 \times 10^6 \text{ m}^2 / \text{秒}$  ( $15 \sim 522$ センチストークス)の粘度とを有する。

40

## 【発明を実施するための形態】

## 【0007】

本発明は、過フッ素化アルキルエーテルオイルの表面仕上げ剤を有する本質的に耐燃性のポリマーの複数本の繊維を含む合成繊維系に関し、この過フッ素化アルキルエーテルは1000~4730の分子量を有し、かつこの系は燃焼した場合に6cm以下の炭化長を有する。炭化長とは、本明細書中で述べるような4秒間炎に曝した後効果的に除去されるか、またはその系試料に十分に付着していない(すなわち、指で触れることによって容易に除去される)系の長さを意味する。

## 【0008】

仕上げ剤とは、ある種の望ましい特性、一般には低減された摩擦係数を付与するために

50

糸に塗布されて、金属、繊維、および/または他の接触面と接触した場合に糸の損傷を減らす物質または物質の混合物を意味する。表面仕上げとは、仕上げ剤が糸のフィラメントの表面に塗布されており、主としてフィラメントの表面に存在することを意味する。フィラメントの一部が仕上げ剤でほぼ被覆され、糸の表面に仕上げ剤の薄い膜を有する。しかしながら、必ずしも糸中のフィラメントの全てを完全に仕上げ剤で被覆する必要はなく、十分な数の糸のフィラメントのみが適切かつ望ましい特性を実現する量の仕上げ剤を有するべきである。

【0009】

幾つかの実施形態では表面仕上げを施した糸は、0.5以下、好ましくは0.4以下の繊維 - 金属間の流体力学的摩擦係数を有する。幾つかの実施形態では表面仕上げを施した糸は、0.4以下、好ましくは0.3以下の繊維 - 繊維間の境界摩擦係数を有する。

10

【0010】

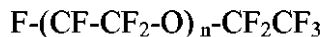
オイルとは、その過フッ素化アルキルエーテルが、好ましくは20で $15 \times 10^6 \sim 522 \times 10^6 \text{ m}^2 / \text{秒}$  (15 ~ 522センチストークス)の粘度を有する液体であることを意味する。幾つかの実施形態ではこの液体は、20で $15 \times 10^6 \sim 200 \times 10^6 \text{ m}^2 / \text{秒}$  (15 ~ 200センチストークス)の粘度を有する。これにより、そのオイルを糸の表面に容易に供給し、かつ液体として塗布することが可能となる。

【0011】

幾つかの実施形態では過フッ素化アルキルエーテルは、フッ素でエンドキャップしたヘキサフルオロプロピレンエポキシドのホモポリマーである。幾つかの実施形態では過フッ素化アルキルエーテルは、

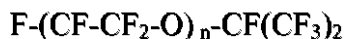
20

【化1】



または

【化2】



30

の化学構造式を有するか、またはこれらの混合物である。式中、Fはフッ素であり、Cは炭素であり、Oは酸素であり、また $n = 10 \sim 60$ である。幾つかの実施形態ではエチル( $\text{CF}_2\text{CF}_3$ )末端基対イソプロピル( $\text{CF}(\text{CF}_3)_2$ )末端基の比率は、20:11~50:1の範囲に及ぶ。例えば、Moore (米国特許第3,322,826号明細書) およびHowell他 (米国特許第6,753,301号明細書) に記載されているような過フッ素化アルキルエーテルを得ることができる。有用かつ好ましい過フッ素化アルキルエーテルオイルには、Krytox (登録商標) GPL 100、GPL 101、GPL 102、GPL 103、GPL 104、およびGPL 105などのオイルが挙げられ、すべてE. I. du Pont de Nemours & Company, Wilmington DEから市販されている。これらの好ましいオイルに関する特定の情報は、DuPontのパフレットH-58510-2(07/08)「DuPont (商標) Krytox (登録商標) Performance Lubricants」中に見出される。Krytox (登録商標) 滑剤ファミリーについての全般的情報は、DuPontのパフレットH-58505-3(04/10)「DuPont (商標)

40

50

Krytox (登録商標) Performance Lubricants: Products Overview」中に見出される。

【0012】

この過フッ素化アルキルエーテルオイルは、フッ素 - 19 NMRによって測定される約1000～4730の分子量を有する。約1000未満の分子量はあまりに揮発性すぎると考えられ、一方、約4730よりも高い分子量は繊維に塗布するのにあまりに粘性すぎると考えられる。幾つかの好ましい実施形態では分子量の範囲は、約1100～2300である。このオイルは生のまま繊維に塗布することができるが、必要に応じて添加物を、それらがオイルの燃焼性を増大させない限りオイルと一緒に施すこともできる。

【0013】

糸上の仕上げオイルの量は、通常「糸上の仕上げ剤%」または「FOY%」として表され、好ましくは0.5～2重量%である。これは、仕上げ剤を有する糸の総重量で除し100を乗じた抽出仕上げ剤の重量を基準にする。幾つかの実施形態では糸上の仕上げ剤は0.5～1.2%である。幾つかの実施形態ではFOY%は1.0%以下である。幾つかの実施形態ではFOY%は0.5%以上である。

【0014】

本質的に耐燃性のポリマーとは、ポリマーが追加の化学系難燃剤または塗料なしに空気中での燃焼に抵抗し、少なくとも26の限界酸素指数を有することを意味する。同様に、本質的に耐燃性のポリマーから作られる繊維は、いかなる難燃性化学薬品の添加もなしに26以上の限界酸素指数(LOI)を有する。LOIは、酸素と窒素の流動混合気中での火炎燃焼をちょうど持続させることになる最小酸素濃度であり、ASTM D2863中で指定されるような手法によって測定される。

【0015】

有用な本質的に耐燃性のポリマーには、ポリベンザゾール、ポリピリダゾール、ポリオキサゾール、ポリイミダゾール、ポリチアゾール、アラミド、あるいはこれらのいずれかの混合物またはコポリマーが挙げられる。幾つかの好ましい実施形態ではそのアラミドはポリ(パラフェニレンテレフタルアミド)である。幾つかの実施形態ではそのアラミドはポリ(メタフェニレンイソフタルアミド)である。

【0016】

アラミドポリマーには、とりわけパラ-アラミドポリマーが挙げられる。パラ-アラミドポリマーとは、2つの環またはラジカルが分子鎖に沿って互いにパラ配向したアラミドポリマー、例えば上記ポリ(p-フェニレンテレフタルアミド)(PPD-T)を意味し、これは一つの好ましいパラ-アラミドポリマーである。PPD-Tとは、p-フェニレンジアミンとテレフタロイルクロリドのモル対モル重合から得られるホモポリマーを意味し、またp-フェニレンジアミンと共に少量の他のジアミンを組み込むことにより、またテレフタロイルクロリドと共に少量の他のジカルボン酸塩化物を組み込むことにより得られるコポリマーも意味する。原則として、他のジアミンおよび他のジカルボン酸塩化物は、p-フェニレンジアミンまたはテレフタロイルクロリドの約10モル%ほどまでの量で、またはそれら他のジアミンおよびジカルボン酸塩化物が重合反応に干渉する反応性基を有しないことのみを条件として恐らくこれよりわずかに高い量で使用することができる。PPD-Tはまた、他の芳香族ジアミンと、例えば2,6-ナフトロイルクロリドあるいはクロロまたはジクロロテレフタロイルクロリドなど他の芳香族ジカルボン酸塩化物とを、それら他の芳香族ジアミンおよび芳香族ジカルボン酸塩化物がパラ-アラミドの特性に悪影響を与えない量で存在することのみを条件として組み込むことにより得られるコポリマーも意味する。

【0017】

添加物をポリマー中でパラ-アラミドと一緒に使用することができ、10重量%ほどまでの他の高分子材料をアラミドとブレンドすることができること、あるいはそのアラミドのジアミンと置き換えた10%ほどまでの他のジアミン、またはそのアラミドのジカルボン酸塩化物と置き換えた10%ほどまでの他のジカルボン酸塩化物を有するコポリマーを

10

20

30

40

50

使用することができることが分かっている。

【0018】

パラ-アラミド繊維およびフィラメントは、一般にはパラ-アラミドポリマー溶液を1個または複数個の毛細管を通して凝固浴中に押し出すことによって紡糸される。ポリ(p-フェニレンテレフタルアミド)の場合、その溶液の溶媒は一般には濃硫酸であり、また押出は一般には空隙を介して水性凝固浴中に押し出すものである。このような方法はよく知られており、全般的には米国特許第3,063,966号、第3,767,756号、第3,869,429号、および第3,869,430号各明細書中に開示されている。パラ-アラミド繊維は、E. I. du Pont de Nemours & Companyから入手できるKevlar(登録商標)銘柄の繊維として、またTeijin, Ltd.から入手できるTwaron(登録商標)銘柄の繊維として市販されている。本明細書中で開示する他のポリマーは、必要に応じて他の方法および他の溶媒を用いて紡糸して繊維およびフィラメントにすることもできる。

10

【0019】

糸とは、編み、織り、または別の方法で撚り合せて繊維布を形成するのに適した形態の、あるいはあらゆる種類の一方向性または多方向性の布に適した形態の、あるいは補強材として光ファイバーケーブルおよび他の製品に適した形態の繊維、フィラメント、または材料の連続ストランドを意味する。糸には、例えば(1)加撚すなわち意図的な撚りの無い、合わされまたは束にされた複数本のフィラメント(ゼロ撚り糸または無撚糸と呼ばれることもある)、(2)合わされまたは束にされ、かつ絡み合わされるか、仮撚りを有するか、または何らかの方法でかさ高化またはテクスチャード加工された複数本のフィラメント、(3)ある程度の撚りを有する、合わされまたは束にされた複数本のフィラメント(撚糸と呼ばれることもある)、(4)撚りが有っても無くてもよい単フィラメント(モノフィラメントまたはモノフィラメント糸と呼ばれることもある)、(5)撚り合わされた複数本のスフまたは牽切繊維(stretch broken fiber)(それぞれ紡績糸(またはスフ糸)または牽切糸と呼ばれることもある)、および(6)繊維布を形成するまたは製品の補強材として使用するのに適した撚りが有っても無くてもよいスリットフィルムなどの細いストリップ材料が挙げられる。糸にはまた、一般に複数本のフィラメントから作られる糸である俗にマルチフィラメント糸と呼ばれているものが挙げられ、また前述の糸の2本または複数本を撚り合わせることによって作られる上撚りをかけた糸が挙げられる。

20

30

【0020】

幾つかの実施形態では好ましくは糸は、200~3000デニール(220~3300 dtex)の線密度を有する連続マルチフィラメント糸である。糸中の個々のフィラメントは、0.1~6.0デニール(0.1~6.6 dtex)またはそれ以上の線密度を有することができる。好ましくは個々のフィラメントは、0.1~2.25デニール(0.1~2.5 dtex)の線密度を有する。

【0021】

糸は、燃焼した場合に、塗布した表面仕上げ剤が繊維の固有の難燃性に悪影響を与えないことを意味する6cm以下の平均炭化長を有する。繊維仕上げ剤として一般に使用される炭化水素含有オイルは燃焼性の傾向があり、燃焼性オイルの添加は、そうしなければ本質的に難燃性の繊維の使用を幾つかの用途に制限する可能性がある。本発明者等は、過フッ素化アルキルエーテル仕上げオイルが、炎に曝された場合にすぐれた性能を有することを見出した。過フッ素化アルキルエーテル仕上げオイル(炭素、酸素、およびフッ素のみを含有し、炭化水素のように水素を含有しない)中に水素が存在しないことは、仕上げ剤の大部分(50重量%以上)が過フッ素化アルキルエーテルオイルである任意の仕上げ剤の熱安定性を大きく向上させると考えられる。幾つかの実施形態では仕上げ剤の少なくとも75重量%が過フッ素化アルキルエーテルオイルである。幾つかの実施形態では仕上げ剤の全部または実質上全部が過フッ素化アルキルエーテルオイルであり、それはこの仕上げ剤を本質的に不燃性にする。幾つかの実施形態では仕上げ剤は、炭素、酸素、およびフ

40

50

ッ素のみを含有する過フッ素化アルキルエーテルオイルである。

【0022】

その加工系は、不燃性繊維仕上げ剤が役立つ任意の用途で使用される。これらに限定されないがこの糸は、光ファイバーケーブルおよびエレクトロメカニカルケーブルに使用され、例えば引き綱としてまたは一次ケーブル補強材としてのいずれかとして、またはケーブルのクリープを減らすために使用することができる。この糸は、複数端部を有するサーバー (multi-ended server)、組み構造、編み構造、螺旋状に巻いた構造、並列構造、およびワイヤ撚り (wire-lay) 構造を含めた多種多様なケーブル設計に使用することができる。

【0023】

本発明はまた、耐火性仕上げ剤を有する合成繊維糸を提供する方法に関し、この方法は本質的に耐燃性のポリマーの複数本の繊維の糸を準備するステップと、この糸の表面に過フッ素化アルキルエーテルオイルの仕上げ剤を、仕上げ剤を有する糸の重量を基準にして0.5~2重量%の量で塗布するステップとを含む。この過フッ素化アルキルエーテルは1000~4730の分子量および20で $15 \times 10^6 \sim 522 \times 10^6 \text{ m}^2 / \text{秒}$  (15~522センチストークス)の粘度を有する。幾つかの実施形態ではその液体は、20で $15 \times 10^6 \sim 200 \times 10^6 \text{ m}^2 / \text{秒}$  (15~200センチストークス)の粘度を有する。幾つかの好ましい実施形態では仕上げ剤は、本明細書中で以前に述べたFOY%の量を得るのに必要な量で糸に塗布される。幾つかの好ましい実施形態では仕上げ剤は、本明細書中で以前に述べた粘度を有する。

【0024】

仕上げ剤は、糸が紡糸され、中和および/または洗浄され、乾燥され、かつ加熱処理された直後、その糸をポビンに巻き取る直前にオンライン処理として標準的に糸に塗布されていてもよい。一般には仕上げオイルを塗布した後に糸のさらなる処理は必要でない。必要に応じて仕上げ剤は、セラミックまたは他の仕上げ剤アプリアケーター、あるいは所望のFOY%を達成するのに必要な量の仕上げ剤を付けた回転ローラーにより塗布することができる。仕上げ剤は、糸の速度に応じて様々な流量で糸に塗布することができる。代表的な流量は0.1mL/時~5mL/時である。幾つかの好ましい実施形態ではオイルは、1kgの糸に対して仕上げ剤を5~10mLの量で糸に塗布される。

【実施例】

【0025】

試験方法

糸の炭化長は、布燃焼性試験に関するASTM D6413-99を次のように修正することによって求めた。試験のための約18インチ(46cm)の長さを有する糸の試料を得た。布に使用された1.5インチ(3.8cm)の高さに対し、炎の高さを0.75インチ(1.9cm)に設定した。同じASTMチャンバーおよび2つの折り畳み部半体を有するUフレームを使用して、布と同様の方法で糸試料を吊るし試験したが、糸試験試料を所定の位置に保持して、炎を当てている間の試験試料の動きを少なくするのに助けるために特別な対策が講じられた。(a)Uフレームの折り畳まれていない半体の一方の対の脚部の端から端まで張られた一片のKapton(登録商標)テープ(このテープの下端の縁はフレームの脚部の下端(開いた)部から6インチになるようにされる)と、(b)2本の脚部のちょうど下端部でUフレームの下端(開いた)の部分の周りにぴんと張られた状態で縛り付けた200デニール(220d tex)パラ-アラミド糸のループとの組合せによって糸を所定の位置に保持した。次いで試験される糸の試料を、2本のUフレーム脚部間の中ほどで200デニール糸のループに縛り付け、小さな結び目を形成した。次いで試料系上の余剰の尾部を結び目から切り取り、その結び目を脚部の端と同じ高さで2本のUフレーム脚部間の中央に置いた。次いで試料系の残りの端を真っ直ぐにし、フレームの端の6インチ上に位置するKapton(登録商標)テープの粘着面に押し付け、また糸のこの残りの端をフレームの上側(閉じた)の部分まで張り渡した。次いで、Uフレームのもう一方の半体が試料を有する半体をしっかり掴み、金属クリップを適用して

10

20

30

40

50

Uフレームの2つの半体が離ればなれにならないようにした。

【0026】

次いで、200デニール(220dtex)系のループに結び付けられた試料を有する開口部が下側に位置決めされた状態で試料を有するUフレームを、試験チャンパー中に垂直に吊るした。次いで、炎の端の先端が結び付けた系の端と同じ高さになった状態で炎が系試料の軸と同中心になるように、バーナーの炎を開いたフレームの中心の真下に直接滑り込ませた。次いで、炎をこの位置に4秒間しっかり保持し、次いで移動した。次いで、結果として起こる試料の残炎および/または残光が止まった後に試料をフレームから取り出した。次いで系試料を平面の上に置き、系の長さに沿って指を滑らせて、系に十分に付着していないまたは糸と共に残るほどには丈夫でない任意の炭化物質を除去することによってその炭化物質を取り除いた。次いで残りの系の長さを測定し、その試料について炭化長を元の系試料長に対する試験された系試料長の減損(差)として計算した。

10

【0027】

糸上の仕上げ剤%(FOY%)は、溶媒を使用するDionex Accelerated Solvent Extractor(ASE)を用いて求めた。塗布された仕上げ剤付きの系の試料を計量し、次いで糸から仕上げ剤を抽出した。次いで溶媒を蒸発させ、次いで抽出されたオイルを計量した。次いで、FOY%を式、

$$FOY\% = (\text{抽出されたオイルのグラム数} / \text{塗布された仕上げ剤付きの系のグラム数}) \times 100$$

を使用して計算した。

20

【0028】

繊維-金属間の流体力学的摩擦試験は、4~6μmの粗さを有する滑らかなクロームの摩擦面と、50m/分の糸速度と、30gの糸投入張力と、180度の全巻き角とを用いてASTM D3108.07によって行った。試料をコンディショニングし、72°F(22)および相対湿度65%で測定した。

【0029】

繊維-繊維間の境界摩擦試験は、3回の糸の撚りと、20gの投入張力と、0.1m/分の糸速度とを用いてASTM D3412.07に記載の撚糸方法によって行った。試料をコンディショニングし、72°F(22)および相対湿度65%で測定した。

【0030】

ポリマー繊維の限界酸素指数(LOI)は、ASTM D2863に指定されている手法により求められる。

30

【0031】

実施例1

20で38センチストークス(38×10<sup>6</sup>m<sup>2</sup>/秒)の粘度を有する過フッ素化アルキルエーテルオイル(E.I. du Pont de Nemours & Company, Wilmington DEからKrytox(登録商標)GPL 102オイルとして入手できる)を、シリンジポンプに取り付けたセラミックアプリケーションの末口を用いて、仕上げ剤の付いていない600デニール(680dtex)ポリ(パラフェニレンテレフタルアミド)糸に塗布し、次いでポピン上に巻き取った。

40

【0032】

この糸の試料1は、糸に生のまま(100%)のオイルを0.035mL/分(2.1mL/時)の公称流量で、糸1kg当たりオイル7.6mLの量を塗布することによって作製した。仕上げ剤抽出は、溶媒としてヘキサンを用いて行った。この糸の試料2は、生のままのオイルを0.22mL/時の流量で、糸1kg当たりオイル3.4mLの量を塗布したことを除いて同様の方法で作製し、溶媒としてトリクロロエタンとアセトンの50/50混合物を用いて仕上げ剤抽出を行った。この糸の試料3は、生のままのオイルを0.44mL/時の流量で、糸1kg当たりオイル8.7mLの量を塗布したことを除いて試料2と同じ方法で作製し、この場合もやはり抽出溶媒はトリクロロエタンとアセトンの50/50混合物であった。

50

## 【 0 0 3 3 】

次いで試料 2 および 3 を試験して、それらの繊維 - 金属間の流体力学的摩擦性能および繊維 - 繊維間の境界摩擦性能と、それらの平均炭化長とを求めた。これら試料に関するデータを表に示す。

## 【 0 0 3 4 】

## 【表 1】

表

試料	抽出 % FOY	金属との 摩擦係数	繊維との 摩擦係数	炭化長 (5 試料の平均、cm)
1	1.4	0.31	0.29	---
2	0.65	0.40	0.28	≤ 6
3	1.65	---	--	≤ 6

10

## 【 0 0 3 5 】

## 実施例 2

水素を含有せず、かつ仕上げ剤の燃焼性を増大させない添加物を 2.5% まで過フッ化アルキルエーテルオイルに加えることを除いて実施例 1 を繰り返し、同様の予想された結果を得た。

20

## 【 0 0 3 6 】

## 実施例 3

600 デニール (680 dtex) のポリ (パラフェニレンテレフタルアミド) 系の代わりに、ポリベンザゾール、ポリピリダゾール、ポリオキサゾール、ポリイミダゾール、ポリチアゾール、アラミド (ポリ (メタフェニレンイソフタルアミド) を含めた)、あるいはこれらの混合物またはコポリマーの仕上げ剤を含まない系を用いることを除いて実施例 1 を繰り返し、同様の予想された結果を得た。

30

## 【 0 0 3 7 】

## 実施例 4

600 デニール (680 dtex) のポリ (パラフェニレンテレフタルアミド) 系の代わりに、200 デニール (200 dtex) のポリ (パラフェニレンテレフタルアミド) 系で 1 回、および 3000 デニール (3300 dtex) のポリ (パラフェニレンテレフタルアミド) 系で 1 回、実施例 1 を繰り返し、同様の予想された結果を得た。

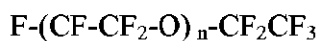
本発明のまた別の態様は、以下のとおりであってもよい。

〔1〕過フッ素化アルキルエーテルオイルの表面仕上げ剤を有する本質的に耐燃性のポリマーの複数本の繊維を含む合成繊維系であって、前記過フッ素化アルキルエーテルが 1000 ~ 4730 の分子量を有し、かつ燃焼した場合に前記系が 6 cm 以下の炭化長を有する、系。

40

〔2〕前記過フッ素化アルキルエーテルが、フッ素でエンドキャップしたヘキサフルオロプロピレンエポキシドのホモポリマーである、前記〔1〕に記載の系。

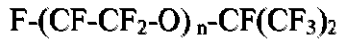
〔3〕前記過フッ素化アルキルエーテルが、



|



または



の化学構造式を有するか、またはこれらの混合物であり、式中、Fはフッ素であり、Cは炭素であり、Oは酸素であり、かつn = 10 ~ 60である、前記〔1〕に記載の糸。

〔4〕前記オイルが、20 で  $1.5 \times 10^6 \sim 5.22 \times 10^6 \text{ m}^2 / \text{秒}$  (15 ~ 522センチストークス)の粘度を有する、前記〔3〕に記載の糸。

〔5〕表面仕上げ剤の量が、仕上げ剤を有する前記糸の総重量で除し100を乗じた前記仕上げ剤の重量を基準にして0.5 ~ 2重量%である、前記〔1〕に記載の糸。

〔6〕前記本質的に耐燃性のポリマーが、ポリベンザゾール、ポリピリダゾール、ポリオキサゾール、ポリイミダゾール、ポリチアゾール、アラミド、あるいはこれらのいずれかの混合物またはコポリマーである、前記〔1〕に記載の糸。

〔7〕前記アラミドが、ポリパラフェニレンテレフタルアミドである、前記〔6〕に記載の糸。

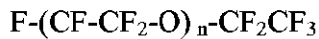
〔8〕前記アラミドが、ポリメタフェニレンイソフタルアミドである、前記〔6〕に記載の糸。

〔9〕200 ~ 3000デニール(220 ~ 3300 dtex)の線密度を有する、前記〔6〕に記載の糸。

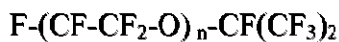
〔10〕a)本質的に耐燃性のポリマーの複数本の繊維の糸を準備するステップと、  
b)前記糸の表面に過フッ素化アルキルエーテルオイルを含む仕上げ剤を、仕上げ剤を有する前記糸の重量を基準にして0.5 ~ 2重量%の量で塗布するステップであって、前記過フッ素化アルキルエーテルが1000 ~ 4730の分子量および20 で  $1.5 \times 10^6 \sim 5.22 \times 10^6 \text{ m}^2 / \text{秒}$  (15 ~ 522センチストークス)の粘度を有する、ステップと  
を含む耐火性仕上げ剤を有する合成繊維糸を得る方法。

〔11〕前記過フッ素化アルキルエーテルが、フッ素でエンドキャップしたヘキサフルオロプロピレンエポキシドのホモポリマーである、前記〔10〕に記載の方法。

〔12〕前記過フッ素化アルキルエーテルが、



または



の化学構造式を有するか、またはこれらの混合物であり、式中、Fはフッ素であり、Cは炭素であり、Oは酸素であり、またn = 10 ~ 60である、前記〔10〕に記載の方法。

〔13〕前記本質的に耐燃性のポリマーが、ポリベンザゾール、ポリピリダゾール、ポリオキサゾール、ポリイミダゾール、ポリチアゾール、アラミド、あるいはこれらのいずれかの混合物またはコポリマーである、前記〔10〕に記載の方法。

〔14〕前記アラミドが、ポリパラフェニレンテレフタルアミドである、前記〔13〕に記載の方法。

〔15〕前記アラミドが、ポリメタフェニレンイソフタルアミドである、前記〔13〕に記載の方法。

## フロントページの続き

- (74)代理人 100093300  
弁理士 浅井 賢治
- (74)代理人 100119013  
弁理士 山崎 一夫
- (74)代理人 100123777  
弁理士 市川 さつき
- (74)代理人 100147588  
弁理士 渡辺 浩司
- (72)発明者 チットランガド バトネイガー  
アメリカ合衆国 バージニア州 23236 リッチモンド アッシュクラフト ウェイ 900  
2
- (72)発明者 マドレーヌ テレサ シー  
アメリカ合衆国 デラウェア州 19803 ウィルミントン ウェルウィン ロード 212

審査官 細井 龍史

- (56)参考文献 国際公開第95/018194(WO, A1)  
特開平08-031685(JP, A)  
特開2008-184705(JP, A)  
特開平06-210804(JP, A)  
米国特許第05965659(US, A)  
国際公開第94/011456(WO, A1)  
米国特許第05637142(US, A)  
特公昭63-045616(JP, B1)  
特表2013-534574(JP, A)  
国際公開第2012/009404(WO, A1)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
D06M 13/00-15/715  
C09K 21/14