



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 120129720 A

(43) 申请公布日 2025.06.10

(21) 申请号 202380076133.4

佐藤祐介 岛田和将 井田浩介

(22) 申请日 2023.10.27

(74) 专利代理机构 北京林达刘知识产权代理事
务所(普通合伙) 11277

(30) 优先权数据

2022-175055 2022.10.31 JP

2022-175057 2022.10.31 JP

专利代理师 刘新宇 段然

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2025.04.28

(51) Int.Cl.

C08L 77/00 (2006.01)

B29B 17/00 (2006.01)

B29B 17/02 (2006.01)

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2023/038982 2023.10.27

C08G 69/46 (2006.01)

C08J 3/11 (2006.01)

(87) PCT国际申请的公布数据

W02024/095932 JA 2024.05.10

C08J 3/14 (2006.01)

(71) 申请人 旭化成株式会社

地址 日本

(72) 发明人 八木谷谦一 宫武令 大谷尚史

山田祐太郎 本田畅子 楠山直征

权利要求书1页 说明书22页

(54) 发明名称

含少量硅的聚酰胺组合物及其制造方法、以及纤维、织布、气囊

(57) 摘要

根据本发明,可提供在熔融纺丝等熔融加工时可使加工装置的过滤器、加工装置的过滤器等的流通路径不易堵塞,并可使加工装置能长时间连续运转的聚酰胺组合物。本发明提供一种聚酰胺组合物,其为含有硅化合物的再生聚酰胺组合物,其中通过X射线荧光分析定量的硅原子含量为1000ppm以下。

1. 一种聚酰胺组合物,其为含有硅化合物的聚酰胺组合物,其中,通过X射线荧光分析定量的硅原子含量为1000ppm以下。
2. 根据权利要求1所述的聚酰胺组合物,其为再生聚酰胺组合物。
3. 根据权利要求1或2所述的聚酰胺组合物,其中,通过X射线荧光分析定量的硅原子含量为30ppm以上且1000ppm以下。
4. 根据权利要求1或2所述的聚酰胺组合物,其中,硅化合物包含有机硅化合物。
5. 根据权利要求1或2所述的聚酰胺组合物,其中,聚合度5以下的聚酰胺成分的含量为10000ppm以下。
6. 根据权利要求1或2所述的聚酰胺组合物,其中,聚酰胺包含聚酰胺66。
7. 一种聚酰胺组合物的制造方法,其包括从有机硅覆盖的聚酰胺基布中溶解出聚酰胺的工序,所述工序使用容器来进行,该容器具有:溶解时因外部动力而旋转的部位与有机硅覆盖的聚酰胺基布不接触的机构。
8. 根据权利要求7所述的制造方法,其中,聚酰胺的溶解使用金属氯化物醇溶液来进行。
9. 一种聚酰胺纤维,其中,聚合度5以下的聚酰胺成分的含量为20000ppm以下,且通过X射线荧光分析定量的硅原子含量为50ppm以上且1000ppm以下。
10. 一种聚酰胺纤维,其由权利要求1所述的聚酰胺组合物而获得,所述聚酰胺纤维的聚合度5以下的聚酰胺成分的含量为20000ppm以下,且通过X射线荧光分析定量的硅原子含量为50ppm以上且1000ppm以下。
11. 根据权利要求9或10所述的聚酰胺纤维,其在动态粘弹性测定中,在-50°C至+50°C区域的 $\tan\delta$ 不具有峰,在+90°C至+130°C区域内 $\tan\delta$ 具有峰,该 $\tan\delta$ 峰值为0.1以上且0.15以下。
12. 根据权利要求9或10所述的聚酰胺纤维,其为具有以下物性(1)至(7)的复丝:
 - (1) 150dtex以上且2500dtex以下的总纤度;
 - (2) 6.0cN/dtex以上且11.0cN/dtex以下的强度;
 - (3) 15%以上且25%以下的伸长率;
 - (4) 4.0%以上且11.0%以下的沸腾水收缩率;
 - (5) 0.5重量%以上且1.5重量%以下的整理剂附着率;
 - (6) 30根以上且400根以下的单丝数;
 - (7) 12%以下的3个月收缩下降率。
13. 根据权利要求9或10所述的聚酰胺纤维,其中,聚酰胺纤维包含聚酰胺66纤维。
14. 一种气囊用基布,其包含权利要求9或10所述的聚酰胺纤维。
15. 一种气囊,其包含权利要求14所述的气囊用基布。

含少量硅的聚酰胺组合物及其制造方法、以及纤维、织布、气囊

技术领域

[0001] 本发明涉及一种由于熔融加工时的堵塞少而可长时间连续地防止加工装置的堵塞的聚酰胺组合物及其制造方法,以及纤维、织布、气囊。

背景技术

[0002] 以为代表性的工程塑料的聚酰胺6、聚酰胺66为首的聚酰胺,具有耐热性和良好的力学特性,而被广泛地使用在纤维或汽车部件、电气制品部件等,成为现代社会中无法替代的材料之一。其中,尤其是在要求严苛环境下的耐热性、耐久性的用途中所使用的聚酰胺66的重要性非常高。

[0003] 近年来,以节省资源、碳中和为目的而积极地进行关于塑料的再利用的技术开发,聚酰胺也不例外。

[0004] 再利用大致区分为:称为材料再利用(material recycle)的将经过一次成形的物质再次粒料化,以及称为化学再利用(chemical recycle)的通过解聚合而再利用单体。材料再利用中,由于成形品所含有的聚合物的劣化或添加成分会直接残留于再利用聚合物中,因此有质量无法稳定化的担心,但由于未伴随化学反应且需要的副原料也少,投入的资源、能量少也可完成,所以在固定用途下进行循环等的情况下会选择材料再利用。此外,在实施化学再利用前,在从工厂或市场回收的已加工、已使用的聚酰胺中去除添加物、涂层等的情况下,也会与材料再利用同样地经过回收清洁的聚酰胺的工序,所以,材料再利用技术在用以进行化学再利用的方面上也是有用的技术。

[0005] 如前述所说明,在已加工、已使用的聚酰胺中存在有各种夹杂物,因此有必要根据用途而改变回收方法。聚酰胺的用途有多种,聚酰胺66的用途之一可列举要求高安全性的汽车用途。例如,被使用在要求高耐热性的引擎周围的部件、或是要求破裂时耐久性的气囊的基布。当中,劣化少且适于材料再利用的为气囊的基布。不仅是已使用的气囊,在制造或缝制气囊用基布时裁切配件后产生的边角料等,也可成为再利用的对象。

[0006] 一般而言,气囊的基布可采用:在将聚酰胺66进行纺丝并进行织造而形成的织布上覆盖了有机硅(silicone)树脂而成者。因此,在将气囊基布进行材料再利用时需分离此涂层与聚酰胺66。

[0007] 作为从含有夹杂物的聚酰胺中去除该夹杂物而成为清洁状态的物理方法,可列举在切碎回收物后进行比重分离的方法等(专利文献1)。此方法虽能够以较少能量来进行分离,但在由夹杂物与聚酰胺因混合、接合、粘接等而强烈结合的气囊基布的情况下,会难以进行分离。

[0008] 此外,也存在一种方法,其通过溶剂来溶解并去除不必要的有机硅等夹杂物的一部分或全部(例如专利文献2)。所回收的聚酰胺是以被切碎的布状而回收。已使用的气囊、制造时的边角料呈现各种形状,在原先的形状或经裁切它们所得到的纤维屑那样的形状下难以直接再利用,必须进行熔融而粒料化等。

[0009] 与前述方法相反地,也可考虑一种方法,其先通过溶剂来溶解聚酰胺,然后将夹杂物作为不溶物去除后,通过某些方法使聚酰胺析出而回收。然而,溶解聚酰胺的溶剂为甲酸、硫酸等强酸或是HFIP那样的昂贵溶剂等,多数溶剂为不适合用于工业上的溶剂。作为工业上容易使用的溶剂的使用例,有通过乙二醇而进行溶解回收的方法(专利文献3)。但是,此方法中需进行极高温的处理,而有产生聚酰胺的糖酵解(Glycolysis)的担心,并且必须将所使用的溶剂从雪泥状的固体完全蒸馏除去・干燥,连同反应时的加热,可以认为必须耗费大量的能量。因此,作为在低温下进行且使用通用的原料的方法,也存在通过氯化钙的醇溶液的溶解方法。例如,专利文献4记载了一种方法,其使用氯化钙的甲醇溶液来处理涂布了有机硅的聚酰胺的布,溶解聚酰胺,并以大量的水或甲醇来进行稀释,从而以粉末形式得到目标的聚酰胺。

[0010] 关于如上述那样的从有机硅覆盖的聚酰胺中再生的聚酰胺,在实际取得时明确了问题点。作为问题明确了:实际使用此再生聚酰胺来进行纺丝等时,若为了去除异物而通过过滤器时,则会马上发生堵塞,因而无法连续运转。纺丝由于要求连续且稳定地制造制品,因此必须使用尽可能已排除限制连续运转的因素的原料。

[0011] 另一方面,在使用聚酰胺纤维作为气囊用纤维时,在气囊基布的生产工序中,一般而言,进行以下运用:尽可能地使同一基布内所使用的原丝的生产日期接近。这是由于若使用生产日期相间隔的原丝时,会造成以下问题:因纤维的经时性收缩下降的表现不均,由此产生基布的密度偏差,因而导致外观不良(以下也称为“横档”)。

[0012] 现有技术文献

[0013] 专利文献

[0014] 专利文献1:日本特许第5841598号公报

[0015] 专利文献2:日本特许第7024037号公报

[0016] 专利文献3:日本特开2018-172618号公报

[0017] 专利文献4:日本特许第5110704号公报

发明内容

[0018] 发明要解决的问题

[0019] 本发明的目的在于提供一种聚酰胺组合物,其在熔融纺丝等熔融加工时可使加工装置的过滤器等的流通路径不易堵塞且可使加工装置能长时间连续运转。进而,本发明优选提供一种聚酰胺原丝,其不限制原丝的生产日期间隔,抑制基布的横档不良情况。

[0020] 用于解决问题的方案

[0021] 在对于纺丝等加工时的堵塞详细研究后,明确了原因之一在于混入聚酰胺中的有机硅树脂。

[0022] 有机硅树脂在覆盖聚酰胺的基布时,会渗透至基布的纤维的内部而硬化,因此即使想剥离有机硅,残留于聚酰胺纤维内部的有机硅树脂仍会残存于再生聚酰胺中。

[0023] 在使用了氯化钙甲醇溶液的聚酰胺的回收方法中,由于溶解聚酰胺,因此可减少聚酰胺纤维内部的有机硅树脂的残余量,但所覆盖的有机硅树脂薄且细,因而会混入被搅拌叶片等裁切为微小者,若仅去除大部分剥离的有机硅,仍无法充分减少有机硅树脂于再生聚酰胺中的残余量。

[0024] 为了解决此问题而进行深入研究,结果发现,可取得将有机硅覆盖的聚酰胺基布作为原料并在纺丝时不易堵塞的再生聚酰胺。

[0025] 此外,本发明人们深入探讨并进行多次实验,结果意外地发现为了抑制聚酰胺纤维的经时性收缩下降,纤维中的低聚物(聚合度5以下的聚酰胺成分)含量是重要的,从而完成了发明。

[0026] 即,本发明如下所述。

[0027] [1]

[0028] 一种聚酰胺组合物,其为含有硅化合物的聚酰胺组合物,其中,通过X射线荧光分析定量的硅原子含量为1000ppm以下。

[0029] [2]

[0030] 根据[1]所述的聚酰胺组合物,其为再生聚酰胺组合物。

[0031] [3]

[0032] 根据[1]或[2]所述的聚酰胺组合物,其中,通过X射线荧光分析定量的硅原子含量为30ppm以上且1000ppm以下。

[0033] [3a]

[0034] 根据[1]~[3]中任一项所述的聚酰胺组合物,其形状为粉末。

[0035] [3b]

[0036] 根据[1]~[3]中任一项所述的聚酰胺组合物,其为纤维用。

[0037] [4]

[0038] 根据[1]~[3b]中任一项所述的聚酰胺组合物,其中,硅化合物包含有机硅化合物。

[0039] [4a]

[0040] 根据[1]~[4]中任一项所述的再生聚酰胺组合物,其还包含钙化合物,通过X射线荧光分析定量的钙原子含量为1000ppm以下。

[0041] [4b]

[0042] 根据[1]~[4b]中任一项所述的再生聚酰胺组合物,其还包含锌化合物,通过X射线荧光分析定量的锌原子含量为1000ppm以下。

[0043] [5]

[0044] 根据[1]~[4]中任一项所述的聚酰胺组合物,其中,聚合度5以下的聚酰胺成分的含量为10000ppm以下。

[0045] [6]

[0046] 根据[1]~[5]中任一项所述的聚酰胺组合物,其中,聚酰胺包含聚酰胺66。

[0047] [7]

[0048] 一种聚酰胺组合物的制造方法,其包括从有机硅覆盖的聚酰胺基布中溶解出聚酰胺的工序,所述工序使用容器来进行,该容器具有:溶解时因外部动力而旋转的部位与有机硅覆盖的聚酰胺基布不接触的机构。

[0049] [7a]

[0050] 一种制造方法,其为[1]~[6]中任一项所述的聚酰胺组合物的制造方法,其包括从有机硅覆盖的聚酰胺基布中溶解出聚酰胺的工序,所述工序使用容器来进行,该器具

有:溶解时因外部动力而旋转的部位与有机硅覆盖的聚酰胺基布不接触的机构。

[0051] [7b]

[0052] 一种制造方法,其为[1]~[6]中任一项所述的聚酰胺组合物的制造方法,其包括从有机硅覆盖的聚酰胺基布中溶解出聚酰胺的工序,所述工序使用容器来进行,该容器具有将溶解时产生的有机硅树脂连续回收的机构。

[0053] [8]

[0054] 根据[7]~[7b]中任一项所述的聚酰胺组合物的制造方法,其中,聚酰胺的溶解使用金属氯化物醇溶液来进行。

[0055] [8a]

[0056] 根据[8]所述的聚酰胺组合物的制造方法,其中,所述金属氯化物为氯化锌或氯化钙。

[0057] [8b]

[0058] 根据[8a]所述的聚酰胺组合物的制造方法,其中,所述金属氯化物为氯化钙。

[0059] [8c]

[0060] 根据[8]~[8a]中任一项所述的聚酰胺组合物的制造方法,其中,所述醇为甲醇。

[0061] [9]

[0062] 一种聚酰胺纤维,其中,聚合度5以下的聚酰胺成分的含量为20000ppm以下,且通过X射线荧光分析定量的硅原子含量为50ppm以上且1000ppm以下。

[0063] [10]

[0064] 一种聚酰胺纤维,其由[1]~[6]中任一项所述的聚酰胺组合物而获得,所述聚酰胺纤维的聚合度5以下的聚酰胺成分的含量为20000ppm以下,且通过X射线荧光分析定量的硅原子含量为50ppm以上且1000ppm以下。

[0065] [11]

[0066] 根据[9]或[10]所述的聚酰胺纤维,其在动态粘弹性测定中,在-50°C至+50°C区域的 $\tan\delta$ 不具有峰,在+90°C至+130°C区域内 $\tan\delta$ 具有峰,该 $\tan\delta$ 峰值为0.1以上且0.15以下。

[0067] [12]

[0068] 根据[9]~[11]中任一项所述的聚酰胺纤维,其为具有以下物性(1)至(7)的复丝:

[0069] (1) 150dtex以上且2500dtex以下的总纤度;

[0070] (2) 6.0cN/dtex以上且11.0cN/dtex以下的强度;

[0071] (3) 15%以上且25%以下的伸长率;

[0072] (4) 4.0%以上且11.0%以下的沸腾水收缩率;

[0073] (5) 0.5重量%以上且1.5重量%以下的整理剂附着率;

[0074] (6) 30根以上且400根以下的单丝数;

[0075] (7) 12%以下的3个月收缩下降率。

[0076] [13]

[0077] 根据[9]~[12]中任一项所述的聚酰胺纤维,其中,聚酰胺纤维包含聚酰胺66纤维。

[0078] [14]

- [0079] 一种气囊用基布,其包含[9]~[13]中任一项所述的聚酰胺纤维。
- [0080] [15]
- [0081] 一种气囊,其包含[14]所述的气囊用基布。
- [0082] [16]
- [0083] 一种再生纤维,其为将[1]至[6]中任一项所述的聚酰胺组合物进行纺丝而成。
- [0084] [17]
- [0085] 一种再生基布,其为将[16]所述的再生纤维织造而成。
- [0086] [18]
- [0087] 一种再生气囊,其使用[17]所述的再生基布。
- [0088] [19]
- [0089] 一种聚酰胺溶液的制造方法,其特征在于,包含:
- [0090] 将含有对于金属氯化物醇溶液而言的不溶成分与聚酰胺的含聚酰胺的物质,装入由不溶树脂形成的具有通液孔的容器中,添加含有金属氯化物与醇的所述金属氯化物醇溶液,在120°C以下进行搅拌以溶解聚酰胺,而将前述不溶成分分离至所述容器内。
- [0091] [20]
- [0092] 根据[19]所述的聚酰胺溶液的制造方法,其中,所述不溶树脂为聚乙烯、聚丙烯、聚氨酯、聚苯乙烯、聚二甲基硅氧烷、聚酯中的任一种以上。
- [0093] [21]
- [0094] 根据[19]或[20]所述的聚酰胺溶液的制造方法,其中,所述金属氯化物醇溶液的聚酰胺溶解度在120°C以下时最大为1wt%以上。
- [0095] [22]
- [0096] 根据[19]至[21]中任一项所述的聚酰胺溶液的制造方法,其中,所述金属氯化物为氯化钙、氯化锌、氯化锂中的任一种。
- [0097] [23]
- [0098] 根据[19]至[22]中任一项所述的聚酰胺溶液的制造方法,其中,所述醇为甲醇。
- [0099] [24]
- [0100] 根据[19]至[23]中任一项所述的聚酰胺溶液的制造方法,其中,所述聚酰胺包含:聚己内酰胺和/或聚己二酰己二胺。
- [0101] [25]
- [0102] 一种聚酰胺的制造方法,其从[19]至[24]中任一项所述的聚酰胺溶液的制造方法所制造的聚酰胺溶液中析出聚酰胺。
- [0103] 发明的效果
- [0104] 根据本发明,可提供在熔融纺丝时可使过滤器不易堵塞而能够长时间连续运转的再生聚酰胺组合物。此外,可提供一种能够提升气囊基布的品质聚酰胺纤维。

具体实施方式

- [0105] 以下,详细说明用于实施本发明的方式(以下简称为“本实施方式”)。
- [0106] 本发明关于聚酰胺组合物及其制造方法等,该聚酰胺组合物在熔融纺丝等熔融加工时可使加工装置的过滤器等的流通路径不易堵塞且使加工装置可长时间连续运转。

[0107] 〈聚酰胺组合物〉

[0108] 本发明中,聚酰胺组合物是指:像将二胺化合物与二羧酸化合物进行缩聚而成的物质、将环状内酰胺进行开环聚合而成的物质这样的,通过酰胺键聚合而成的聚合物。

[0109] 关于二胺化合物,并无特别限定,可列举:乙二胺、三亚甲基二胺、四亚甲基二胺、五亚甲基二胺、六亚甲基二胺、壬二胺、甲基戊二胺、对苯二胺等。

[0110] 作为二羧酸化合物,并无特别限定,可列举:草酸、戊二酸、己二酸、癸二酸、对苯二甲酸、间苯二甲酸等。

[0111] 作为环状内酰胺,并无特别限定,可列举: ϵ -己内酰胺、十一内酰胺、月桂内酰胺等。

[0112] 关于二胺化合物、二羧酸化合物及环状内酰胺化合物的组合,并无特别限定,对于各自的种类也可组合使用多种化合物。作为聚酰胺,并无特别限定,可列举:聚酰胺66、聚酰胺6、聚酰胺11、聚酰胺12、聚酰胺610、聚酰胺612、聚酰胺46、聚酰胺6T、聚酰胺6I、它们的共聚物及它们的混合物等含有脂肪族聚酰胺者,优选含有脂肪族聚酰胺者,最优选含有聚酰胺66者。若为含有聚酰胺66者,则可进行熔融纺丝,熔点高且耐热性优异,并且富有柔软性且吸水率不会过高而容易处理。

[0113] 本发明的聚酰胺组合物含有硅化合物。作为硅化合物的例子,包括用于聚酰胺的覆盖的有机硅化合物。即,包括有机硅树脂本身的微小物或作为有机硅树脂的填充增强材料的有机物处理二氧化硅。

[0114] 作为聚酰胺组合物所含有的硅化合物的定量方法,优选采用不分无机硅化合物、有机硅化合物均可分析的X射线荧光分析法。详细的分析条件并无限定,只要是使用可正确地定量出聚酰胺组合物所含有的微量杂质的条件即可。

[0115] 以通过X射线荧光分析定量的硅原子含量计,聚酰胺组合物所含有的硅化合物的量为1000ppm以下,优选为700ppm以下,更优选为500ppm以下。硅化合物的量较多时,容易堵塞而无法实施连续运转。此外,优选为30ppm以上,当聚合度5以下的聚酰胺成分较少时,纤维会失去可塑性而阻碍拉伸性,但通过含有30ppm以上的硅原子,从而能够在制造纤维时以硅化合物为支点来进行均匀拉伸,弥补因低聚物成分减少所造成的拉伸性降低。

[0116] 作为本发明的聚酰胺组合物含有的、不源自硅及聚酰胺的元素,并无特别限定,可列举钙及锌(例如钙化合物、锌化合物的形式)。以通过X射线荧光分析定量的钙原子含量计,聚酰胺组合物含有的钙的量优选为1000ppm以下,更优选为700ppm以下,进一步优选为500ppm以下。关于聚酰胺组合物含有的锌的量,以通过X射线荧光分析定量的锌原子含量计,优选为1000ppm以下,更优选为700ppm以下,进一步优选为500ppm以下。关于钙及锌,虽然在纺丝时对堵塞的影响小,但这些的化合物容易吸水,通过保持含水状态将聚酰胺组合物熔融,会发生水解并使分子量降低而使成形物的耐久性降低。

[0117] 关于聚酰胺组合物中的聚合度5以下的聚酰胺成分(以下有时称为“低聚物”)的含量,以通过GPC分析定量的聚合度5以下的聚酰胺成分的含量计,优选为10000ppm以下,更优选为5000ppm以下,进一步优选为2500ppm以下,进一步优选为2000ppm以下。本实施方式中,所谓聚合度是表示构成聚酰胺的最小重复单元结构的数目,单元结构可呈直链状重复、也可呈环状重复。聚合度5以下的聚酰胺成分多时,成形后的机械强度会降低,所以优选聚酰胺组合物中的聚合度5以下的聚酰胺成分的含量少。

[0118] 关于聚酰胺组合物的着色的评价方法并无特别限定,从着色的倾向来看,可使用黄色指数(以下记载为YI;ASTM E313)等。当着色淡且接近白色时,也可使用白色指数(以下记载为WI;CIE Whiteness)等。关于聚酰胺组合物的着色,例如若以YI来记载,则优选为20以下,更优选为17以下,最优选为13以下。若以WI来记载,则优选为40以上,更优选为50以上,最优选为60以上。

[0119] 聚酰胺组合物的形状并无特别限定,可列举:在制造(例如再生)时将聚酰胺熔融而形成粒料者,或是先溶解于溶剂后再析出而形成粉末状者等。

[0120] 本实施方式的聚酰胺纤维中的聚合度5以下的聚酰胺成分为20000ppm以下,优选为10000ppm以下,更优选为5000ppm以下。纤维中的聚合度5以下的聚酰胺成分为20000ppm以下时,可抑制低温至常温区域中的分子的运动性,而抑制后述原丝的3个月收缩下降率。通过将聚酰胺组合物进行熔融纺丝,虽然聚酰胺纤维中的聚合度5以下的聚酰胺成分量增加,但若为20000ppm以下,则纤维收缩率的经时稳定性增加。由此,即使生产日期相间隔,也能得到品质优良的织物制品,而能够抑制与纤维的经时性收缩下降的表现不均相关联的基布密度偏差造成的外观不良(横档)。关于由熔融纺丝所得到的纤维,由于受到熔融时的热的影响,而使聚合度5以下的聚酰胺成分量会因熔融时的热的影响而有难以避免的增量,以绝对值计为100ppm以上。

[0121] 作为实施方式的聚酰胺纤维含有的硅化合物的量,以通过X射线荧光分析定量的硅原子含量计,为30ppm以上且1000ppm以下,优选为50ppm以上且700ppm以下,更优选为100ppm以上且500ppm以下。通过硅化合物以硅原子计含有30ppm以上,以硅化合物为支点进行均匀拉伸而能够弥补因低聚物成分减少导致的拉伸性降低。另一方面,硅化合物的含量以硅原子计为1000ppm以下时,不易引起纺丝堵塞而能够进行连续运转。硅化合物基本上源自用于覆盖聚酰胺制品的有机硅化合物。即,可以认为:其为有机硅树脂本身的微小物或作为有机硅树脂的填充增强材料的有机物处理二氧化硅,一方面与聚酰胺的亲性好,另一方面,以极微小的固形物的形式而作为薄且均等分散的拉伸支点来发挥作用,提升拉伸性。

[0122] 本实施方式的聚酰胺纤维优选在动态粘弹性测定中在 $-50^{\circ}\text{C} \sim +50^{\circ}\text{C}$ 区域的 $\tan\delta$ 不具有峰。此外,在动态粘弹性测定中,在 $-50^{\circ}\text{C} \sim +50^{\circ}\text{C}$ 区域的 $\tan\delta$ 的值优选为0.05以下。进而,在 $+90^{\circ}\text{C} \sim +130^{\circ}\text{C}$ 区域内 $\tan\delta$ 具有峰,且该 $\tan\delta$ 峰值优选为0.100以上且0.150以下,更优选为0.105以上且0.140以下,进一步优选为0.110以上且0.130以下。动态粘弹性测定可通过后述实施例所述的方法测定。通过使在 $-50^{\circ}\text{C} \sim +50^{\circ}\text{C}$ 区域的 $\tan\delta$ 不具有峰,抑制了低温至常温区域中的分子的运动性,能够抑制后述原丝的3个月收缩下降率。通过使在 $+90^{\circ}\text{C}$ 至 $+130^{\circ}\text{C}$ 区域内 $\tan\delta$ 具有峰值且该 $\tan\delta$ 峰值的值为0.100以上且0.150以下,在气囊用途中得到充分的机械特性。

[0123] 本实施方式的聚酰胺纤维优选为具有以下物性(1)至(7)的复丝:

[0124] (1) 150dtex以上且2500dtex以下的总纤度;

[0125] (2) 6.0cN/dtex以上且11.0cN/dtex以下的强度;

[0126] (3) 15%以上且25%以下的伸长率;

[0127] (4) 4.0%以上且11.0%以下的沸腾水收缩率;

[0128] (5) 0.5重量%以上且1.5重量%以下的整理剂附着率;

[0129] (6) 30根以上且400根以下的单丝数;

[0130] (7)12%以下的3个月收缩下降率。

[0131] 在制成气囊及气囊用基布的情况下,从具有充分的机械物性的观点来看,本实施方式的聚酰胺纤维的总纤度优选为150dtex以上,更优选为175dtex以上,进一步优选为200dtex以上。另一方面,从轻量化的观点来看,聚酰胺纤维的总纤度优选为2500dtex以下,更优选为1500dtex以下,进一步优选为1000dtex以下。

[0132] 本实施方式的聚酰胺纤维的拉伸强度优选为6.0cN/dtex以上,更优选为7.0cN/dtex以上,进一步优选为8.0cN/dtex以上,优选为11.0cN/dtex以下,更优选为10.0cN/dtex以下,进一步优选为9.0cN/dtex以下。在拉伸强度为上述下限以上时,拉伸强力优异,可在气囊用途中得到充分的机械特性。另一方面,在拉伸强度为上述上限以下时,可在不会发生因起毛或断头增加导致的工序稳定性降低的情况下进行生产。

[0133] 本实施方式的聚酰胺纤维的伸长率优选为15%以上,更优选为16%以上,进一步优选为17%以上,优选为30%以下,更优选为28%以下,进一步优选为25%以下。若伸长率为上述下限以上,则可在气囊用途中得到充分的韧度(强度的指标)。此外,伸长率与强度为背反(trade-off)关系,为了达到与强度的均衡,伸长率优选为上述上限以下。

[0134] 本实施方式的聚酰胺纤维的沸腾水收缩率优选为4.0%以上,更优选为5.0%以上,进一步优选为6.0%以上,优选为11.0%以下,更优选为10.0%以下,进一步优选为9.0%以下。若沸腾水收缩率为上述下限以上,则在织造后的加工工序中可使织物进行收缩,而有利于使织物的成品达到高密度。另一方面,若考虑到其他特性及制造成本等,则优选实质上为上述上限以下。

[0135] 本实施方式的聚酰胺纤维的单丝数优选为30根以上,更优选为50根以上,进一步优选为70根以上,优选为400根以下,更优选为300根以下,进一步优选为200根以下。通过使复丝的单丝数为上述下限以上,从而增加比表面积或可柔软地对应于来自外部的应力,所以基布的透气性或耐撕裂性会提升。另一方面,通过使复丝的单丝数为上述上限以下,可避免熔融纺丝时的单丝彼此熔接。

[0136] 本实施方式的聚酰胺纤维的3个月收缩下降率优选为12%以下。更优选为11%以下,进一步优选为10%以下。所谓3个月收缩下降率,是指:对于制品卷取的经时性的沸腾水收缩率,将刚卷取后与保管3个月后进行比较,测定其变化率而得的值。在使用生产日期相间隔的原丝(尤其是作为纬丝)时,由于供丝卷装的交接处前后的收缩率差,而导致产生组织松弛,有时会产生密度偏差。通过使3个月收缩下降率为12%以下,而可成为长期的尺寸稳定性良好的原丝,并可抑制由基布制作时的密度偏差所导致的外观不良(横档)。

[0137] 总纤度、强度、伸长率、沸腾水收缩率、整理剂附着率、3个月收缩下降率可通过例如实施例所述的方法来测定。

[0138] 此外,本实施方式的聚酰胺纤维在制丝时的断头次数的抑制性(断头性)优异。断头性可通过例如实施例所述的方法来评价。

[0139] 本实施方式的聚酰胺纤维的聚酰胺的例子,与在“聚酰胺组合物”中所例示的聚酰胺的例子相同。本实施方式的聚酰胺纤维可列举例如:由聚酰胺6、聚酰胺66、聚酰胺11、聚酰胺12、聚酰胺610、聚酰胺612、聚酰胺46、聚酰胺6T、聚酰胺6I、这些的共聚物及这些的混合物所形成的聚酰胺的纤维。其中,优选主要由聚己二酰己二胺纤维所构成的聚酰胺66纤维。所谓聚己二酰己二胺是指由100%的六亚甲基二胺与己二酸所构成的熔点为250°C以上

的聚酰胺纤维。本发明的聚酰胺66纤维,在熔点不会成为小于250°C的范围内,也可为:由将聚酰胺8、聚酰胺6I、聚酰胺10、聚酰胺6T等与聚己二酰己二胺共聚或掺合而成的聚合物所形成的纤维。

[0140] 〈聚酰胺纤维的纺丝〉

[0141] 熔融纺丝中的纺丝温度优选为290°C以上且310°C以下。通过将纺丝温度设定在310°C以下从而使聚酰胺的热分解受到抑制,故优选,更优选为300°C以下,进一步优选为295°C以下。另一方面,通过使纺丝温度成为290°C以上,而使聚酰胺会显现充分的熔融流动性,并使吐出孔间的吐出量达到均匀化,而能够进行高倍率拉伸,故优选。

[0142] 熔融纺丝工序中的滞留时间(聚酰胺树脂被熔融、从纺丝头吐出为止的时间)越短越优选。滞留时间优选为30分钟以下,更优选为15分钟以下,进一步优选为0.5分钟以上且7分钟以下。在熔融温度下,聚合物中的聚合度5以下的聚酰胺成分增加,因此优选为短时间。

[0143] 为了实现高温、高湿环境下的热稳定性,优选以使铜浓度相对于聚酰胺而成为1~500ppm的方式来添加铜化合物,更优选为30~500ppm。由此,即使本发明制品长时间放置在高温、高湿环境下或长期间暴露在含有大量臭氧的环境下,也可使机械性能下降受到极有效的抑制。在前述含铜率小于30ppm时,耐热强度保持率降低,在超过500ppm的添加量时,强度降低。

[0144] 关于铜化合物,并未特别限制其种类,例如,可优选地使用乙酸铜等有机铜盐或氯化亚铜、氯化铜等卤化铜等。铜化合物更优选与金属卤化合物组合使用。金属卤化合物可列举例如碘化钾、溴化钾、氯化钾等。本实施方式中优选的组合为碘化亚铜与碘化钾、以及乙酸铜与碘化钾。需要说明的是,聚酰胺中的铜含量可通过原子吸光法或比色法等来测定。

[0145] 虽未限制为以下,作为稳定剂,也可添加受阻酚系抗氧化剂、硫系抗氧化剂、磷系抗氧化剂等有机系抗氧化剂或热稳定剂、受阻胺系、二苯甲酮系、咪唑系等的光稳定剂或紫外线吸收剂等。添加量只需选择适合量即可,相对于聚酰胺可添加1~1000ppm。这些添加剂可仅单独使用1种或组合多种而使用。

[0146] 此外,在熔融纺丝工序中,熔融部优选采用单螺杆或双螺杆的挤出机。通过该挤出机,可一边对聚酰胺树脂施加适度的压力,一边引导至聚合物配管、齿轮泵、纺丝组件。

[0147] 此外,在从纺丝头吐出前的阶段中,通过以金属纤维无纺布过滤器或砂滤器等来过滤聚酰胺树脂而使纺丝作业达到稳定化,故优选。在制造高强度纤维时,必须以可承受高拉伸倍率的方式来进行精密过滤以去除粗的硅化合物等夹杂物,但夹杂物较多时,会导致过滤器堵塞而无法进行连续生产。精密过滤的网眼优选为50 μ m以下,更优选为30 μ m以下。

[0148] 纺丝头中的喷丝孔的形状,只要根据构成要制造的长丝的单纤维的截面形状来选择即可。通过冷却风使来自纺丝头的纺出丝进行固化,赋予工序油剂,在牵引后进行拉伸并热处理,从而得到本发明所使用的聚酰胺纤维。

[0149] 此外,在制丝工序中赋予至丝条的整理剂附着率优选为0.5重量%以上且1.5重量%以下的范围。具有1.5重量%以下的整理剂附着率的丝条,几乎不会有纬丝因粘腻(粘性)而难以飞行的情况。若为0.5重量%以上的整理剂附着率,则可抑制在制丝工序的拉伸中的单丝起毛的产生。

[0150] 〈聚酰胺基布〉

[0151] 在织造中,织机可使用喷水织机、喷气织机、剑杆(rapier)织机等。气囊用基布为

高密度织物,在整经工序及织造工序中,优选提高经丝张力并以工序通过性良好的方式来制造。在织造中将经丝张力设定得高,纬丝以无梭方式插入,并创造有效的打纬条件,由此形成高密度织物。纬丝的无梭插入通过织机并以水、空气、剑杆来进行,纬丝以高速而瞬间被搬运于织物的宽度方向。

[0152] 织造而成的织物在精练工序中可洗去聚酰胺纤维的工序油剂。

[0153] 精练工序可选择温水或加压热水等,处理工序可为1阶段或2阶段以上的多阶段处理。此外,优选赋予以往公知的精练剂来实施精练。

[0154] 织物优选在热定型工序中进行热固定。热定型温度优选为110°C以上且200°C以下,热定型时间可在0.1分钟以上且30分钟以下的范围内适当选择。此外,在热定型工序中,优选一边以使织物收缩力保持为规定的力的方式使其保持紧绷一边进行干燥。若将织物进行热固定,则可实现后续树脂涂布工序的工序稳定化。

[0155] 精练工序后的织物在热定型工序之前也可根据需要而实施干燥处理。干燥温度优选在80°C以上且130°C以下的范围,更优选为100°C以上且120°C以下。此外,处理时间优选适当选自0.1分钟以上且30分钟以下。干燥可在使织物为松弛状态下或紧绷状态下进行。

[0156] 聚酰胺基布可在使聚酰胺织物经过热定型工序后用于非涂布基布。进而,也可对聚酰胺织物涂布有机硅或聚氨酯等涂布剂,或将薄的薄膜进行热层压等并进行加工,而形成涂层气囊基布。

[0157] 对于织物表面进行涂布的方法可采用以下方法:将织物浸渍在树脂溶液槽后,使用轧液机(mangle)、真空机以及涂布刮刀等来去除多余的树脂而形成并达到均匀化的方法;逗点涂布机等的棒涂法;使用喷雾装置或成型装置来吹附树脂的方法等。这些之中,从将树脂以均匀且少量的方式涂布的观点来看,优选为刮刀涂布的方法。

[0158] 涂布量为5g/m²以上且100g/m²以下,更优选为10g/m²以上且70g/m²以下,进一步优选为15g/m²以上且30g/m²以下,若以5g/m²以上的涂布量则会得到所需的气密性。另一方面,若以100g/m²以下的涂布量,则使涂布织物具有柔软性且收纳性优良,而抑制气囊整体的重量。

[0159] 在涂布后,优选在150°C以上且190°C以下进行硫化处理。处理时间优选适当地选自0.5分钟以上且3.0分钟以下。此外,优选一边以使基布收缩力保持为规定的力的方式使其保持紧绷一边进行处理。若将基布进行热固定,则可实现制品的尺寸稳定化。

[0160] 〈气囊〉

[0161] 气囊可从驾驶座、副驾驶座、侧边(包括帘式气囊(inflatable curtain))、后座等通常使用的气囊中适当选定,气囊的袋体的裁切形状可为圆形、长圆形、椭圆形、矩形、多边形、或是这些的组合等中的任意种,满足所期望的展开形状即可。

[0162] 作为线迹形状,有单一直线或多条并列直线、锯齿状、直线与锯齿的组合使用、直线与斜线等。缝纫方式可为平缝(lock stitch)、双线锁缝等通常使用者,缝制间距从20~60次/10cm的范围选定即可。此外,缝纫线粗度也从420d~3000d中选定即可,线的材质可使用聚酰胺纤维、聚酯纤维、维尼纶系纤维、聚芳酰胺系纤维、玻璃纤维等市售的缝纫线。

[0163] 〈聚酰胺组合物的制造方法〉

[0164] 以下,具体说明聚酰胺组合物的制造方法的例子,但以下例示并非限定聚酰胺组合物的制造方法。

[0165] 〈工序1溶解工序〉

[0166] 历经从有机硅覆盖的聚酰胺基布中,通过金属氯化物醇溶液,将聚酰胺进行溶解提取的工序。

[0167] 用于溶解的聚酰胺基布的形状并无特别限定。能够以基布制造时的边角料或已使用的气囊的形状来直接添加,也可根据溶解所用的装置的大小来裁切。

[0168] 进行溶解时的温度并无特别限定,优选为40~90℃,更优选为40~60℃以下。小于40℃时会溶解变慢,超过90℃时则成为高于沸点的温度,从腐蚀性或分解性的观点来看不优选。

[0169] 溶解可为间歇式、连续式中的任意者。

[0170] 在间歇式的情况下,关于有无搅拌并无特别限定,但优选进行搅拌。通过进行搅拌,使聚酰胺固体的溶解速度提升。

[0171] 在连续式的情况下,对于固体,可使溶剂连续地流通,也可使溶液循环。由于可减少所使用的溶剂,故优选进行循环。

[0172] 容器的形状并无特别限定,可使用槽型和循环型等任意种形状。容器可具有:溶解时因外部动力而旋转的部位与有机硅覆盖的聚酰胺基布不接触的机构。此外,容器也可具有将溶解时产生的有机硅树脂连续回收的机构。

[0173] 溶解时间并无特别限定,优选为5分钟至100小时。

[0174] 针对溶解有聚酰胺的溶液,使其成为未混入微小的有机硅树脂的状态的方法无特别限定,可列举多种方法。

[0175] 1)以不会生成微小的有机硅片的方式,使用具有搅拌时旋转的部位与聚酰胺基布不会直接碰触的机构的装置。

[0176] 例如,使用以不溶于溶剂的树脂或金属等来包围聚酰胺基布而不会碰触到搅拌叶片的结构。

[0177] 2)使用具有溶解时预先吊挂具有微小的通液部的网状袋而在内部累积有机硅片的结构的设备。

[0178] 关于聚酰胺组合物的其他覆盖物,优选与有机硅树脂同时去除。

[0179] 关于分离后的有机硅树脂及其他覆盖物,由于附着有聚酰胺溶液,故优选系进行清洗并回收聚酰胺。进行清洗的溶剂并无特别限定,优选为金属氯化物醇溶液。金属氯化物醇的金属氯化物可列举例如氯化锌、氯化钙,优选为氯化钙。金属氯化物醇的醇可使用为良溶剂的醇,可列举例如甲醇、乙醇、异丙醇,优选为甲醇。清洗方法并无特别限定,可列举在槽型反应器内的搅拌清洗、或在过滤器内的流通清洗等。

[0180] 已去除有机硅树脂及其他覆盖物后的聚酰胺溶液,优选使用不锈钢网过滤器或膜过滤器来进行过滤。此时的过滤器的网眼,可配合前述使微小的有机硅树脂不混入的多种方法来适当选择。过滤器的网眼优选为30μm以下,更优选为10μm以下。

[0181] 〈工序2聚酰胺回收工序〉

[0182] 工序2为从工序1所得到的已去除有机硅树脂的聚酰胺溶液中回收聚酰胺的工序。

[0183] 从前述溶液中析出已溶解的聚酰胺的方法并无特别限定,可应溶解的状态而有多种析出方法。

[0184] 在通过加热而溶解的情况下,可考虑利用聚酰胺的溶解度的温度依赖性而通过冷

却进行析出。在此情况下,在对于含有已溶解的聚酰胺的溶液不添加追加的溶剂的条件下,从该溶液中使已溶解的聚酰胺析出,而得到析出的聚酰胺。

[0185] 在溶解时的溶解度的温度依赖性小的情况下,可将聚酰胺与聚酰胺的不良溶剂进行混合以降低溶解度而使其析出。在此情况下,对于含有已溶解的聚酰胺的溶液添加不良溶剂后,从该溶液中使已溶解的聚酰胺析出,而得到析出的聚酰胺。不良溶剂并无特别限定,可列举例如水以及乙醇、正丙醇及异丙醇等醇。作为将不良溶剂添加于聚酰胺的方法,可为将聚酰胺溶液加入不良溶剂中的方法、或是将不良溶剂加入聚酰胺溶液中的方法中的任意种,添加时的添加速度、温度及搅拌速度等并无特别限定。

[0186] 不良溶剂的添加量并无特别限定,相对于聚酰胺溶液的重量,优选为0.5~50倍的重量的重量,更优选为1~10倍的重量的重量。添加量越少则回收率变得越低,添加量越多则溶液量变得越多,使处理需要时间与能量。

[0187] 在溶解时的溶解度的温度依赖性小的情况下,也可通过降低氯化钙的浓度来降低聚酰胺的溶解度。为了降低氯化钙的浓度而添加甲醇的方法并无特别限定,可为将聚酰胺溶液加入甲醇中的方法、或是将甲醇加入聚酰胺溶液中的方法中的任意种,添加时的添加速度、温度及搅拌速度等并无特别限定。

[0188] 容器的形状并无特别限定,可使用槽型和循环型等任意种形状。

[0189] 析出的聚酰胺优选通过固液分离来回收。固液分离的方法可列举例如过滤、离心分离及沉降分离等。针对任意方法皆可采用间歇式及连续式中任意者。

[0190] 对于由固液分离所得到的聚酰胺,优选以溶剂进行清洗。清洗液并无特别限定,例如可使用析出时的液体部分的组成的溶液、良溶剂、以及可溶解氯化钙等的溶剂。在此使用的追加的清洗液例如为水以及甲醇、乙醇、正丙醇及异丙醇等醇。追加的清洗液优选为甲醇。清洗可根据需要进行多次。

[0191] 清洗方法并无特别限定,可列举:进行间歇(batch)清洗的方法;在将固体装入过滤器或离心分离装置等固液分离装置中的状态下,使水流通以进行连续清洗的方法;以及组合这些的方法等。

[0192] 对于回收后的聚酰胺,也可在溶液的状态下添加前述铜化合物、金属卤素化合物、作为稳定剂的受阻酚系抗氧化剂、硫系抗氧化剂、磷系抗氧化剂等有机系抗氧化剂或热稳定剂、受阻胺系、二苯甲酮系、咪唑系等的光稳定剂或紫外线吸收剂等。添加量可选择适合的量,相对于聚酰胺可添加1~1000ppm。这些添加剂可仅单独使用1种或组合多种而使用。

[0193] 清洗后的聚酰胺通过加热和/或减压来蒸馏除去清洗溶剂而制成干燥固体,由此可得到粉末聚酰胺。

[0194] 如以上所说明,本发明可提供一种从用有机硅覆盖作为工程塑料有用的聚酰胺而成的组合物中以高收率来制造聚酰胺组合物的方法。

[0195] 〈聚酰胺组合物的用途〉

[0196] 通过将本实施方式的聚酰胺组合物进行纺丝,可得到纤维。通过织造本实施方式的纤维,可得到织布。本实施方式的织布可使用于气囊。

[0197] (聚酰胺溶液的制造方法)

[0198] 进而,本说明书公开关于聚酰胺溶液的制造方法的发明。本公开的聚酰胺溶液的制造方法可为例如从含聚酰胺的物质中高效地溶解聚酰胺的聚酰胺溶液的制造方法。

[0199] 本公开的实施方式的聚酰胺溶液的制造方法包含以下工序(在本说明书中有时称为“分离工序”)：将含有对于金属氯化物醇溶液而言的不溶成分与聚酰胺的含聚酰胺的物质，装入由不溶树脂形成的具有通液孔的容器中，添加含有金属氯化物与醇的上述金属氯化物醇溶液，在120°C以下进行搅拌来溶解聚酰胺，而将上述不溶成分分离至上述容器内。也可还包含其他工序。

[0200] 〈含聚酰胺的物质〉

[0201] 于本公开的实施方式的制造方法中，从含聚酰胺的物质中溶解出聚酰胺。

[0202] 含聚酰胺的物质为聚酰胺的再利用原料，可列举：使用聚酰胺作为原料的纤维，或汽车部件、电气制品部件之类的成形品的工艺边角料或废弃物。具体而言，可列举：衣物品类、气囊、轮胎帘线、引擎室内或是吸气系统、燃料系部件、连接器、渔网、UD胶带等工艺边角料或废弃物，但并不限定于这些。

[0203] 上述含聚酰胺的物质中，至少含有对于金属氯化物醇溶液而言的不溶成分与聚酰胺。相对于上述含聚酰胺的物质100质量%，对于金属氯化物醇溶液而言的不溶成分及聚酰胺的合计质量的比率优选为50~100质量%，更优选为60质量%以上，进一步优选为70质量%以上，特别优选为80质量%以上。

[0204] 此外，相对于上述含聚酰胺的物质100质量%，聚酰胺的质量比率优选为10~100质量%，更优选为20~99质量%，进一步优选为70~98质量%。

[0205] 上述对于金属氯化物醇溶液而言的不溶成分可列举：有机硅、碳纤维、玻璃纤维、聚乙烯、聚丙烯等聚烯烃、聚酯、氟树脂等。上述不溶成分可为：相对于样品，混入10倍质量的金属氯化物醇溶液(例如20wt%氯化钙甲醇溶液)，在温度60°C搅拌24小时后所残留的成分。

[0206] 〈金属氯化物醇溶液〉

[0207] 在本公开的实施方式的制造方法中，聚酰胺的溶解使用金属氯化物醇溶液。

[0208] 上述金属氯化物醇溶液含有金属氯化物与醇，可还含有其他成分。其中，相对于金属氯化物醇溶液100质量%，上述金属氯化物与上述醇的合计质量比率优选为80质量%以上，更优选为90质量%以上，进一步优选为100质量%。

[0209] 作为上述金属氯化物，可溶解于所使用的上述醇就无特别限定，从聚酰胺的溶解性高来看，优选为氯化钙、氯化锌、氯化锂中任意种。可使用单一种或多种。水合物、无水物皆可使用，但从聚酰胺的溶解性的观点来看，优选使用无水物。

[0210] 从聚酰胺的溶解性的观点来看，金属氯化物醇溶液中的含水量优选为15wt%以下。更优选为10wt%以下，进一步优选为7wt%以下。金属氯化物醇溶液中的含水量可通过已知的方法(例如卡尔-费休(Karl Fischer)水分计)来测定。

[0211] 从上述金属氯化物的溶解性高来看，上述醇优选为碳数1~4的低级醇，特别优选为甲醇、乙醇，最优选为甲醇。

[0212] 从量产性的观点来看，金属氯化物醇溶液的聚酰胺溶解度在120°C以下时，优选为最大1wt%以上。更优选为最大3wt%以上，进一步优选为最大5wt%以上。此外，从成为适度的粘度且处理性佳的观点来看，优选为最大20wt%以下，更优选为最大18wt%以下，进一步优选为最大15wt%以下。

[0213] 〈容器〉

[0214] 本公开的实施方式的制造方法中,使用由不溶树脂形成且具有通液孔的容器。

[0215] 在以往的方法中,为夹杂物的有机硅的分离去除可能会耗费非常多的时间。其理由为因在搅拌中被微小地切断的有机硅片会引发过滤机的过滤器的堵塞而导致难以分离,此情况在规模扩大(scale-up)时会成为致命性问题。此外,根据夹杂物硬度的不同,也有损坏反应器的内壁或搅拌叶片的担心,从保护装置的观点来看,从含聚酰胺的物质中分离出夹杂物的分离方法也被认为是技术问题。

[0216] 因此,在聚酰胺溶液的制造方法中,通过使用由不溶树脂形成且具有通液孔的容器,可提供一种制造聚酰胺溶液的方法,其使用了工业上适合的原料,在使聚酰胺不会低分子量化的情况下,在短时间内从含聚酰胺的物质中以不溶物的形式分离出夹杂物,并且装置被夹杂物损坏的担忧小,操作性良好且具备量产性。

[0217] 上述容器可仅由不溶树脂形成,也还含有其他成分。

[0218] 所谓不溶树脂,是表示不溶于金属氯化物醇溶液中的树脂。此处,所谓不溶,是表示在120°C的金属氯化物醇溶液中浸渍24小时后的重量减少量为1wt%以下。

[0219] 上述不溶树脂并无特别限定,从容易加工、柔软且容易投入反应器并且装置损坏的担忧小的观点来看,优选可列举如聚乙烯、聚丙烯、聚氨酯、聚苯乙烯、聚二甲基硅氧烷、聚酯。可使用单一种或多种。

[0220] 上述通液孔将对于金属氯化物醇溶液而言的不溶成分等夹杂物以不溶物的形式而分离至容器内,并且使溶液选择性地通过。关于通液孔的大小或数目,若可将夹杂物以不溶物的形式而分离至容器内就无特别限定,从使金属氯化物醇溶液容易在容器内外进出且提高聚酰胺的溶解性的方面来看,网眼优选为0.05cm至10cm。通液孔可为冲孔或网格状。

[0221] 通过将上述含聚酰胺的物质装入具有通液孔的上述容器中,就算在夹杂物脆弱的情况下也不易因搅拌、混合而过度切断,因此可与搅拌机组合使用。

[0222] 关于具有通液孔的容器,由于可使用能够从反应器的人孔(manhole)投入的大小,故无需特别的设备或操作。此外,由于可使用多个,可增加投入量。

[0223] 就具有通液孔的容器而言,也可不经固定并从反应器投入而使用。通过搅拌使容器旋转,以防止通液孔被夹杂物封闭。此外,通液孔只要不是成为单向而被固定,则也可吊挂使用。

[0224] 说明本公开的实施方式的制造方法中的各工序。

[0225] 〈分离工序〉

[0226] 在上述金属氯化物醇溶液中搅拌含聚酰胺的物质的温度为120°C以下。若为120°C以下,则可抑制因聚酰胺的醇解造成的分解。优选为100°C以下,更优选为80°C以下,此外,优选为0°C以上,更优选为10°C以上,进一步优选为20°C以上。

[0227] 上述金属氯化物醇溶液的添加量优选为上述含聚酰胺的物质的质量的2倍以上,从聚酰胺的溶解效率的观点来看,更优选为3~100倍,进一步优选为5~50倍,特别优选为10~20倍。

[0228] 上述含聚酰胺的物质也可切细成使对于金属氯化物醇溶液而言的不溶成分等残渣物不会通过上述通液孔的大小而投入上述容器中。

[0229] 〈其他工序〉

[0230] 在本公开的实施方式的制造方法中,以去除上述分离工序后的聚酰胺溶液内含有

的从通液孔往容器外排出的夹杂物的不溶成分为目的,可进一步将聚酰胺溶液进行固液分离。由于大部分的夹杂物在分离工序中被分离至容器内,所以过滤性良好。固液分离的方法可列举过滤、离心分离等。在任意方法中均可采用间歇式及连续式。

[0231] 通过从以本公开的实施方式的制造方法所制得的聚酰胺溶液中析出聚酰胺,可制造聚酰胺。析出方法并无特别限定,可考虑利用聚酰胺的溶解度的温度依赖性而通过冷却来进行析晶、或通过与聚酰胺的不良溶剂进行混合而降低溶解度并析出的方法。不良溶剂并无特别限定。也可通过降低金属氯化物(例如氯化钙)的浓度来降低聚酰胺的溶解度。不良溶剂的添加方法可为将聚酰胺溶液加入不良溶剂中的方法、或将不良溶剂加入聚酰胺溶液中的方法中任意种,添加时的添加速度、温度及搅拌速度等并无特别限定。

[0232] 也可从溶液中分离所析出的固体。固液分离的方法可列举过滤、离心分离、沉降分离等。在任意方法中均可采用间歇式及连续式。

[0233] 对于固液分离所得到的固体,也可通过溶剂来清洗。溶剂并无特别限定,优选使用:在析出时的液体部分的组成的溶液、良溶剂、可溶解金属氯化物的溶剂。

[0234] 在分离了聚酰胺后的聚酰胺溶液中所含有的金属氯化物醇溶液可进行浓缩及纯化而再利用。

[0235] 通过本公开的实施方式的制造方法,可有高效率地得到对于金属氯化物醇溶液而言的不溶成分等夹杂物的质量比率低的聚酰胺溶液。

[0236] 由本公开的实施方式的制造方法所得到的聚酰胺溶液可作为析出聚酰胺并再生的原料来使用。所析出的聚酰胺可作为聚酰胺纤维、聚酰胺基布、气囊等的原料来使用。

[0237] 〈产业上的可利用性〉

[0238] 通过本公开的实施方式的制造方法可在不使用特殊的设备或反应器的情况下从含聚酰胺的物质中高效率地分离出夹杂物,所以,可期待能适用于聚酰胺溶液或聚酰胺再利用的批量制造。

[0239] 实施例

[0240] 以下,使用本发明的实施例来更详细地进行说明,但本发明并不限于这些实施例。

[0241] 在本实施例中,X射线荧光分析的方法如下所示。

[0242] 〈X射线荧光分析装置〉

[0243] 测定装置:ZSX Primus II(Rigaku株式会社)

[0244] 通过聚酰胺作为均衡成分的半定量法,将各成分进行定量。

[0245] 在本实施例中,GPC分析的方法如下所示。

[0246] 〈GPC装置〉

[0247] 测定装置:HPLC-8420GPC(Tosoh株式会社)

[0248] 柱:TSKgel Super HM-N(Tosoh株式会社)

[0249] 洗脱液:HFIP-5mmol/L TFA-Na

[0250] 流量:样本0.2ml/min、参考物0.2ml/min

[0251] 温度:40°C

[0252] 注入量:10 μ L

[0253] 样本浓度:1mg/mL

- [0254] GPC标准:Eas1VialPM
- [0255] (Agilent PL2020-0201)
- [0256] 从在分子量1,148以下的检测值来读取聚合度5以下的积分分布数据,算出聚酰胺成分。
- [0257] 在本实施例中,动态粘弹性的测定方法如下所示。
- [0258] 〈动态粘弹性测定〉
- [0259] 测定装置:RSA-G2(TAIInstrument公司制)
- [0260] 样品形状:长度20mm(夹具间距离)
- [0261] 截面积为量取样品10cm的重量并以比重1.14换算而算出
- [0262] 测定频率:1Hz
- [0263] 测定应变:0.05%
- [0264] 升温速度:5°C/min
- [0265] 气氛:氮气
- [0266] 利用在-50°C至+50°C区域划出的 $\tan\delta$ 的基线,将 $\tan\delta$ 的值为高于基线的值且可被视为峰形状者判定为峰,并且,利用在+90°C至+130°C区域划出的 $\tan\delta$ 的基线,将 $\tan\delta$ 的值为高于基线的值且可被视为峰值形状者判定为峰。
- [0267] 在本实施例中,纤度的测定方法如下所示。
- [0268] 〈纤度〉
- [0269] 根据JIS L 1013 8.3来测定。
- [0270] 在本实施例中,拉伸强力、拉伸强度、伸长率的测定方法如下所示。
- [0271] 〈拉伸强力、拉伸强度、伸长率〉
- [0272] 根据JIS L 1013 8.5,以拉伸速度300mm/分钟来测定150mm的纤维样品。
- [0273] 在本实施例中,整理剂附着率的评价方法如下所示。
- [0274] 〈整理剂附着率〉
- [0275] 根据JIS L 1013 8.27并以环己烷为溶剂来测定。
- [0276] 在本实施例中,沸腾水收缩率、3个月收缩下降率的测定方法如下所示。
- [0277] 〈沸腾水收缩率、3个月收缩下降率〉
- [0278] 根据JIS L 1013 8.18来测定。
- [0279] 分别测定原丝生产日及原丝生产后经过90日后的沸腾水收缩率,并将该变化率(%)作为3个月收缩下降率。
- [0280] 在本实施例中,制丝时的断头性的评价方法如下所示。
- [0281] 〈断头性〉
- [0282] 计数进行8小时生产后的断头次数,通过以下基准来进行判定。
- [0283] A:8小时生产中的断头小于3次
- [0284] C:8小时生产中的断头为3次以上
- [0285] 在本实施例中,织造缺陷的评价方法如下所示。
- [0286] 〈织造缺陷〉
- [0287] 横档:所谓横档,是指主要由于基布的密度偏差而在基布的纬丝方向、宽度方向产生皱褶图案的外观不良的缺陷。作为评价方法,将织物展开于验查台来进行检查,并由具有

3年以上的气囊基布检查业务经验的技术人员以目视检查来进行判断,然后,在纬丝的供丝卷装的交接处前后,评价在基布的纬丝方向、宽度方向是否有皱褶图案。在确认基布的纬丝的供丝卷装的交接处部分10处后,通过以下基准来进行缺陷判定。

[0288] A:未确认到皱褶图案

[0289] B:观察到皱褶图案,但密度偏差小于 $\pm 5\%$

[0290] C:有皱褶图案,密度偏差为 $\pm 5\%$ 以上

[0291] [实施例1]

[0292] 将由聚酰胺66 90wt%、有机硅树脂10wt%所构成的聚酰胺66基布(以下称为“涂布基布”)50kg切断为约20cm见方后,均等地填充至20个由聚乙烯网制作的直径20cm、高度20cm、网眼5mm的圆柱型容器中。接着,将甲醇(和光纯药公司制)480kg与无水氯化钙(和光纯药公司制)120kg装入1m³的玻璃衬里制反应釜中,通过搅拌叶片进行混合,调制20wt%氯化钙甲醇溶液。使填充了聚酰胺66基布的圆柱型容器浸渍,在60°C搅拌24小时以使聚酰胺溶解。溶解后,为夹杂物的有机硅树脂被分离至圆柱型容器内。所得到的聚酰胺溶液使用网眼10 μ m的聚乙烯制过滤器来进行加压过滤,去除少量遗漏的有机硅树脂。过滤性为良好。接着,将滤液滴加至甲醇600kg以析出固体。通过加压过滤将析出固体分离后,与水300kg混合并进行减压过滤来清洗。重复进行5次通过水的清洗后,在80°C进行减压干燥,而回收聚酰胺(再生聚酰胺组合物)40kg。

[0293] 对于所得到的再生聚酰胺组合物,通过X射线荧光分析来分析,结果含有硅原子300ppm。此外,聚合度5以下的聚酰胺成分(低聚物)的含量为1230ppm。

[0294] 重复进行多次此操作以取得粉末,将所得的粉末在温度300°C使用挤出式挤出机来熔解,以290°C的滞留时间180秒并通过熔融纺丝法来进行纺丝。纺出的聚合物通过冷风而冷却固化,以形成丝条。将脂肪族合成酯系纺丝油剂赋予至固化的丝条后,进行拉伸及热处理,而得到总纤度233dtex、单丝数36的再生聚酰胺66纤维长丝。通过X射线荧光分析来分析再生聚酰胺66纤维,结果含有硅原子320ppm。此外,聚合度5以下的聚酰胺成分(低聚物)的含量为4850ppm。

[0295] 将此纤维以无捻无糊方式进行整经,纬丝也使用同一种丝,通过喷水式织机,以2.0m宽、650rpm转数以平织方式进行织造,制作再生聚酰胺66基布。

[0296] 将所得到的再生聚酰胺66纤维及再生聚酰胺66基布的评价结果表示于表1。

[0297] [实施例2]

[0298] 在纺丝工序中,制成总纤度490dtex、单丝数136的再生聚酰胺66纤维长丝,除此之外,与实施例1同样地实施。将结果表示于以下表1。

[0299] [实施例3]

[0300] 在聚酰胺组合物的制造工序中,使用涂布基布25kg、聚酰胺66 100wt%的聚酰胺66基布(以下称为“非涂布基布”)25kg,除此之外,与实施例2同样地实施。将结果表示于以下表1。

[0301] [实施例4]

[0302] 在聚酰胺组合物的制造工序中,使用涂布基布10kg、非涂布基布40kg,除此之外,与实施例2同样地实施。将结果表示于以下表1。

[0303] [实施例5]

[0304] 在溶解工序中,将20个圆柱型容器的网眼设为10mm,除此之外,与实施例2同样地实施。将结果表示于以下表1。

[0305] [比较例1]

[0306] 作为现有的聚酰胺66组成树脂,在含有六亚甲基二胺与己二酸的中和盐的水溶液中添加聚合催化剂的次磷酸钠,在连续聚合装置中进行缩聚,然后添加作为热稳定剂的碘化铜/碘化钾水溶液并进行后期聚合后,制成树脂粒料。接着,进行固相聚合,得到相对粘度 η_r 为3.1的聚酰胺66聚合物。需要说明的是,相对粘度 η_r 为将样品2.5g溶解于浓硫酸(98%)25cc,在恒温槽(25°C)的固定温度下,使用奥斯特瓦尔德粘度计进行测定而求得。

[0307] 对所得到的聚合物,实施与实施例2相同的熔融纺丝工序、织造工序。将结果表示于以下表1。虽可纺丝出高强度丝,但在气囊织造中,因生产日期相间隔的供丝而产生横档不良。

[0308] [实施例6]

[0309] 将比较例1所得到的粒料与实施例1所得到的粉末逐次等量地送入挤出式挤出机中,实施与实施例2相同的熔融纺丝工序、织造工序。将结果表示于以下表1。

[0310] [实施例7]

[0311] 将比较例1所得到的粒料与实施例5所得到的粉末逐次等量地送入挤出式挤出机中,实施与实施例2相同的熔融纺丝工序、织造工序。将结果表示于以下表1。

[0312] [比较例2]

[0313] 在聚酰胺组合物的制造工序中,使用非涂布基布50kg,除此之外,与实施例2同样地实施。将结果表示于以下表1。高强度丝的纺丝不顺利。可认为是因失去低分子量聚酰胺的可塑性的原因。

[0314] [比较例3]

[0315] 在将涂布基布50kg切断为约20cm见方后,在相对于布的重量为4倍重量的pH10的NaOH水溶液中进行搅拌并浸渍24小时后,将基布进行离心脱水。接着,在旋转容器内将脱水后的基布搅拌,使涂布剂剥离。然后,在流水中水洗基布,进行离心脱水及干燥。在温度280°C下在单螺杆挤出机中进行再熔融,制成再生粒料。使用所得到的粒料,实施与实施例2相同的熔融纺丝工序、织造工序。将结果表示于以下表1。纺丝过滤压有上升的倾向,拉伸强度也提升不足。此外,在气囊织造中,因生产日期相间隔的供丝而产生横档不良。

[0316] [比较例4]

[0317] 在聚酰胺组合物的制造工序中,除了使用涂布基布3kg、非涂布基布47kg之外,其他与实施例2同样地实施。将结果表示于以下表1。聚酰胺中的硅化合物少,拉伸性差。

[0318] [比较例5]

[0319] 在溶解工序中,以未使用圆柱型容器的方式进行溶解,除此之外,其他与实施例2同样地实施。将结果表示于以下表1。纺丝过滤压急剧上升而无法进行纺丝。

[0320] [表1]

[0321]

	实施例1	实施例2	实施例3	实施例4	实施例5	实施例6	实施例7	比较例1	比较例2	比较例3	比较例4	比较例5
总纤度	233	490	490	490	490	490	490	490	490	490	490	490
单丝数	36	136	136	136	136	136	136	136	136	136	136	136
低聚物含量PPC (蔗糖组合物)	1230	1560	2330	2110	1480	1970	1280	22070	1180	18700	1380	1280
硅原子含量ppm (蔗糖组合物)	A	A	A	A	A	A	A	C	A	C	A	A
硅原子含量ppm (蔗糖组合物)	300	320	140	30	900	390	780	ND	ND	60	10	1100
低聚物含量PPC (蔗糖组合物)	A	A	A	B	A	A	A	C	C	A	C	C
低聚物含量ppm (蔗糖组合物)	4850	6820	7230	9910	5720	14540	17470	26560	4650	22200	5080	4740
硅原子含量ppm (蔗糖组合物)	A	A	A	B	A	B	B	C	A	C	A	A
硅原子含量ppm (蔗糖组合物)	320	350	170	35	990	450	890	ND	ND	90	20	1230
tanδ (-50~+50°C)	A	A	A	B	B	A	B	C	C	A	C	C
tanδ (+90~+130°C)	0.12	0.13	0.12	0.14	0.12	0.11	0.13	0.12	0.13	0.12	0.14	0.14
tanδ-Tmax (有峰)	106	101	104	106	102	110	105	106	104	106	101	101
强力	19.0	40.0	39.1	40.6	32.1	39.8	36.0	40.0	39.2	32.8	38.1	38.1
弹性	8.15	8.16	7.98	8.29	6.55	8.12	7.35	8.16	8.00	6.69	7.78	7.78
伸长率	20.0	20.5	20.9	20.2	20.9	19.9	20.4	20.5	19.8	20.6	19.2	19.2
整理剂附着率	1.00	0.70	0.70	0.70	0.70	0.70	0.70	0.70	0.70	0.70	0.70	0.70
沸騰水收縮率	6.0	7.8	7.7	7.5	7.8	7.2	7.6	7.8	7.8	7.6	7.8	7.8
3个月收縮下降率	10.0	10.3	11.5	11.2	10.0	11.8	11.5	18.0	10.3	13.8	10.0	10.0
带有织造标记	A	A	B	A	A	B	B	C	A	C	A	A
耐水性	A	A	A	A	A	A	A	A	C	A	A	C

无法采集

[0322] 实施例8、比较例6、7中所使用的有机硅覆盖的聚酰胺66基布(以下称为聚酰胺66基布),使用其重量的10%是由有机硅树脂所构成的基布。将聚酰胺66基布浸渍在甲醇中,

提取并定量聚合度5以下的聚酰胺成分,结果为0.9wt%。

[0323] 在实施例8、比较例6、7中,关于再生聚酰胺组合物的着色,采用YI (ASTME313) 的值。将具体的分析方法表示如下。

[0324] 〈分光色彩仪〉

[0325] 测定装置:SD5000 (日本电色工业株式会社)

[0326] 光源:D65/10

[0327] 数值的导出按照ASTME313

[0328] [实施例8]

[0329] 在装入了搅拌子的300mL玻璃瓶中,添加已装入聚乙烯制网眼袋中的聚酰胺66基布10g及20wt%氯化钙甲醇溶液100g,放置于60°C的水浴,一边通过磁力搅拌器搅拌12小时一边使聚酰胺66基布所含有的聚酰胺(聚酰胺66)溶解,而得到聚酰胺溶液(聚酰胺66溶液)与有机硅树脂的混合物。使聚酰胺溶液与有机硅树脂的混合物通过网眼1mm的不锈钢网及网眼500 μ m的不锈钢网,以去除有机硅树脂。所去除的有机硅树脂送回至原先的300mL玻璃瓶,以20wt%氯化钙甲醇溶液5g进行清洗,并再次通过不锈钢网而进行从聚酰胺溶液(清洗后的清洗液)中的分离。将所回收的全部聚酰胺溶液移至1000mL烧杯中,一边搅拌一边添加500g的甲醇,而得到聚酰胺(聚酰胺66)固体析出物。将所生成的固体析出物以1 μ m膜过滤器来进行过滤回收。过滤后的固体析出物用水充分清洗。将清洗后的固体析出物在40°C的真空干燥器中进行加热干燥,而得到再生聚酰胺组合物(再生聚酰胺66组合物)8.8g(收率97.8%)。

[0330] 对于所得到的再生聚酰胺组合物,通过X射线荧光分析来分析,结果含有硅原子400ppm、钙原子300ppm。此外,聚合度5以下的聚酰胺成分的含量为120ppm。

[0331] 所得到的再生聚酰胺组合物的YI为6.8。

[0332] [比较例6]

[0333] 不使用聚乙烯制网眼袋,与实施例1同样地取得再生聚酰胺。结果为硅原子1500ppm、钙原子300ppm、聚合度5以下的聚酰胺成分的含量130ppm。

[0334] 所得到的再生聚酰胺组合物的YI为20。

[0335] [比较例7]

[0336] 在装入了搅拌子的300mL玻璃瓶中,添加聚酰胺66基布5g、十二烷143.5g及十二烷基苯磺酸7.5g,通过磁力搅拌器搅拌12小时。在聚酰胺66基布与有机硅分离后,从上部捞起取出有机硅树脂。将剥离后的聚酰胺基布通过1 μ m膜过滤器来过滤回收。将过滤后的聚酰胺基布用十二烷充分清洗。将清洗后的聚酰胺基布以40°C的真空干燥器进行加热干燥,而得到再生聚酰胺组合物(再生聚酰胺66组合物)4.3g(收率95.5%)。

[0337] 对于所得到的再生聚酰胺组合物,通过X射线荧光分析来分析,结果含有硅原子20000ppm,并未检测到钙原子。此外,聚合度5以下的聚酰胺成分的含量为7000ppm。

[0338] 由于所得到的再生聚酰胺组合物的着色不均一,所以先在280°C熔融后进行粒料化。所得到的粒料的YI为37.5。

[0339] [实施例9]

[0340] 将由聚酰胺6,6 90wt%、有机硅树脂10wt%构成的气囊的工艺边角料1kg切断为约10cm见方后,均等填充至3个由聚乙烯网制作的直径10cm、高度10cm、网眼5mm的圆柱型容

器中。接着,将甲醇(和光纯药公司制)12kg与无水氯化钙(和光纯药公司制)3kg装入20L可分离式烧瓶中,通过机械搅拌机进行混合,而调制20wt%氯化钙甲醇溶液。使填充了气囊的工艺边角料的圆柱型容器浸渍,在60°C搅拌24小时,以使聚酰胺溶解。溶解后,为夹杂物的有机硅树脂被分离至圆柱型容器内。所得到的聚酰胺溶液通过其自身重量从网眼500 μm 的聚乙烯制网通过,而去除少量遗漏的有机硅树脂,然后,滴入甲醇30kg中以析出固体。通过加压过滤将析出固体分离后,与水20kg混合并进行减压过滤来清洗。重复进行5次通过水的清洗后,在80°C进行减压干燥,回收聚酰胺800g。

[0341] [实施例10]

[0342] 将由聚酰胺6,6 90wt%、有机硅树脂10wt%所构成的气囊的工艺边角料50kg切断为约20cm见方后,均等地填充至20个由聚乙烯网制作的直径20cm、高度20cm、网眼5mm的圆柱型容器中。接着,将甲醇(和光纯药公司制)480kg与无水氯化钙(和光纯药公司制)120kg装入1m³的玻璃衬里制反应釜中,通过搅拌叶片来进行混合,而调制20wt%氯化钙甲醇溶液。使填充了气囊的工艺边角料的圆柱型容器浸渍,在60°C搅拌24小时,以使聚酰胺溶解。溶解后,为夹杂物的有机硅树脂被分离至圆柱型容器内。所得到的聚酰胺溶液使用网眼10 μm 的聚乙烯制过滤器来进行加压过滤,以去除少量遗漏的有机硅树脂。过滤性为良好。接着,将滤液滴入甲醇600kg中以析出固体。通过加压过滤将析出固体分离后,与水300kg混合并进行减压过滤来清洗。重复进行5次通过水的清洗后,在80°C进行减压干燥,而回收聚酰胺40kg。

[0343] [实施例11]

[0344] 将由聚酰胺6,6与聚酰胺6I的无规共聚物30wt%以及碳纤维70wt%所构成的UD胶带的工艺边角料50g切断为约5cm见方后,填充至1个由网眼1.5mm的聚酯筛网制作的直径5cm、高度5cm的圆柱型容器中。接着,将甲醇(和光纯药公司制)400g与无水氯化钙(和光纯药公司制)100g装入可分离式烧瓶中,通过机械搅拌机进行混合,而调制20wt%氯化钙甲醇溶液。使填充了UD胶带的工艺边角料的圆柱型容器浸渍,在60°C搅拌24小时,使聚酰胺溶解。溶解后,为夹杂物的碳纤维系被分离至圆柱型容器内,未目视观察到容器外的遗漏。将聚酰胺溶液滴入甲醇50wt%与水50wt%的混合溶液1.5kg中以析出固体,并通过减压过滤将析出固体分离。进而与水1kg混合并进行减压过滤来清洗。重复进行5次通过水的清洗后,在80°C进行减压干燥,而回收聚酰胺10g。

[0345] [实施例12]

[0346] 将由聚酰胺为95wt%以上所构成的轮胎帘线50g切断为长度约10cm后,填充至1个由网眼0.5mm的聚酯筛网制作的直径5cm、高度5cm的圆柱型容器中。接着,将甲醇(和光纯药公司制)400g与无水氯化钙(和光纯药公司制)100g装入可分离式烧瓶中,通过机械搅拌机进行混合,而调制20wt%氯化钙甲醇溶液。使填充了轮胎帘线的圆柱型容器浸渍,在60°C搅拌24小时,使聚酰胺溶解。溶解后,夹杂物被分离至圆柱型容器内。所得到的聚酰胺溶液使用网眼10 μm 的聚乙烯制过滤器来进行加压过滤,去除所遗漏的夹杂物。过滤性为良好。接着,将滤液滴入甲醇600g中以析出固体。通过加压过滤将析出固体分离后,与水1kg混合并进行减压过滤来清洗。重复进行5次通过水的清洗后,在80°C进行减压干燥,而回收聚酰胺45g。

[0347] [实施例13]

[0348] 使用氯化锌来取代氯化钙,除此之外,与实施例1进行同样操作,由气囊的工艺边角料来调制聚酰胺溶液,回收聚酰胺800g。

[0349] [比较例8]

[0350] 将由聚酰胺6,6 90wt%、有机硅树脂10wt%构成的气囊的工艺边角料1kg切断为约10cm见方。接着,将甲醇(和光纯药公司制)12kg与无水氯化钙(和光纯药公司制)3kg装入20L可分离式烧瓶中,通过机械搅拌机进行混合,而调制20wt%氯化钙甲醇溶液。使所切断的气囊的工艺边角料浸渍,在60°C搅拌24小时,使聚酰胺溶解。溶解后,为夹杂物的有机硅树脂被微小地切碎,虽想要通过其自身重量来从网眼5mm的聚乙烯制网通过,但产生堵塞而无法分离。

[0351] [比较例9]

[0352] 将由聚酰胺6,6 90wt%、有机硅树脂10wt%构成的气囊的工艺边角料1kg切断为约10cm见方后,均等地填充至3个直径10cm、高度10cm、网眼5mm的金属丝网圆筒型容器中。接着,将甲醇(和光纯药公司制)12kg与无水氯化钙(和光纯药公司制)3kg装入20L可分离式烧瓶中,通过机械搅拌机进行混合,而调制20wt%氯化钙甲醇溶液。使填充了气囊的工艺边角料浸渍,并使机械搅拌机旋转,结果产生金属丝网与装置内壁的接触声,因此,以未进行搅拌的方式在60°C浸渍了24小时。然后,通过实施例1所记载的方法来使已溶解的聚酰胺析出,并进行清洗及干燥,但所得到的聚酰胺为90g。

[0353] 产业上的可利用性

[0354] 通过本发明,可提供在熔融纺丝等熔融加工时,可使加工装置的过滤器等的流通过程不易堵塞,且可使加工装置能长时间连续运转的聚酰胺组合物。此外,可提供能够提升气囊基布的品质聚酰胺纤维。