(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3613362号
(P3613362)
(45)発行日　平成17年1月26日(2005.1.26)　(24)登録日　平成16年11月5日(2004.11.5)

(51)Int.Cl.[7]	F I	
C08J 3/22	C08J 3/22	CEZ
C08L 67/00	C08L 67/00	
C08L 77/00	C08L 77/00	
D01F 1/04	D01F 1/04	

請求項の数 12　(全 14 頁)

(21)出願番号　特願平8-128409
(22)出願日　平成8年5月23日(1996.5.23)
(65)公開番号　特開平9-310008
(43)公開日　平成9年12月2日(1997.12.2)
審査請求日　平成14年12月6日(2002.12.6)

(73)特許権者　000002886
大日本インキ化学工業株式会社
東京都板橋区坂下３丁目３５番５８号
(74)代理人　100088764
弁理士　高橋　勝利
(72)発明者　伊賀瀬　勉
大阪府吹田市岸辺北１－１１－４
(72)発明者　鈴木　治
大阪府和泉市鶴山台３－１０－１０１－２０３

審査官　森川　聡

(56)参考文献　特開平０６－３１３０９６（ＪＰ，Ａ）
特開昭６１－２５００３４（ＪＰ，Ａ）
最終頁に続く

(54)【発明の名称】熱可塑性樹脂用着色剤

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
融点が１００～２５０℃の固形ポリエステル（Ａ）と顔料（Ｂ）を含有する熱可塑性樹脂用着色剤であって、固形ポリエステル（Ａ）が芳香族系多価カルボン酸を含有するカルボン酸成分と、多価アルコールを含有するアルコール成分とから得られるポリエステル化合物であり、その酸価が１．０以下、水酸基価が５．０以下、揮発減量（３００℃）が３．０重量％以下であることを特徴とする熱可塑性樹脂用着色剤。
【請求項２】
固形ポリエステル（Ａ）のカルボン酸成分とアルコール成分とが、
（ａ）炭素数２～２５の二価アルコール、
（ｂ）炭素数８～１８の芳香族系二価カルボン酸及び
（ｃ）炭素数４～１８の一価アルコール
とからなる請求項１記載の熱可塑性樹脂用着色剤。
【請求項３】
固形ポリエステル（Ａ）と顔料（Ｂ）との重量比（Ａ）／（Ｂ）が　９９．９／０．１～１０／９０である請求項１又は２記載の着色剤。
【請求項４】
被着色熱可塑性樹脂（Ｃ）成分を含有する請求項１～３のいずれか１つに記載の着色剤。
【請求項５】
被着色熱可塑性樹脂（Ｃ）成分が、ポリエステル樹脂、ポリプチレン樹脂、ナイロン樹脂

よりなる群から選ばれるものである請求項４記載の着色剤。
【請求項６】
被着色熱可塑性樹脂（Ｃ）成分が固形ポリエステル（Ａ）１００重量部に対し、５～６０重量部である請求項４又は５記載の着色剤。
【請求項７】
ポリエステル樹脂、ポリブチレン樹脂、ポリアミド樹脂の着色用である請求項１～６のいずれか１つに記載の着色剤。
【請求項８】
製糸用樹脂の着色用である請求項１～７のいずれか１つに記載の着色剤。
【請求項９】
請求項１～７のいずれか１つに記載の着色剤で着色された熱可塑性樹脂組成物。
【請求項１０】
請求項１～７のいずれか１つに記載の着色剤で着色された熱可塑性樹脂成形品。
【請求項１１】
請求項１～７のいずれか１つに記載の着色剤で着色された熱可塑性樹脂フィルム。
【請求項１２】
請求項１～７のいずれか１つに記載の着色剤で着色された熱可塑性樹脂繊維。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【発明の属する技術分野】
本発明は、繊維、フィルム、立体成形物等の各種成形品の素材となる、ポリエチレンテレフタレート系樹脂又はポリブチレンテレフタレート系樹脂又はポリアミド系樹脂の着色に用いる着色剤に関し、更に詳しく言えば、優れた性能を有する特定の固形ポリエステル（Ａ）と顔料（Ｂ）を使用する事により、成形機のポリマー管又は押出口付近にあるフィルターにおける濾過性能と、発色性を改良した着色剤に関する。
【０００２】
【従来の技術】
熱可塑性樹脂を使用した合成繊維、又はフィルム等の押出工程では、材料中の顔料の粗大粒子や夾雑物を除去するためにフィルターを使用する。そのフィルターの交換頻度は着色物の生産性と製品収率に深く関係する。フィルターの交換周期を一般的にフィルターライフとして表し、その長短で着色剤の濾過性能が評価される。使用されるフィルターは、繊維の断面積やフィルムの厚さ、それらの延伸度合い等によりその孔眼寸法（メッシュ）の要求度は異なる。
【０００３】
近年、繊維は極細化、フィルムは極薄化の傾向にあり、フィルターは一層細かいメッシュが使用されている。それだけに顔料の粗大粒子の存在は敬遠される。また、着色物の品質および価格面より、顔料含有率が高い着色剤を微量添加で使用することが望ましいとされ、濾過性能とともに発色性に優れた着色剤の要求は強いものがある。
【０００４】
顔料の粗大粒子を除去する一般的な対策として、乾式や湿式粉砕法が実施されている。しかし乾式粉砕法では、粉砕工程を経る事により顔料の表面活性が変化し熱可塑性樹脂中への分散レベルの低下がしばしば発生することがある。一方、湿式粉砕法では、分散媒体（水、溶剤など）を使用するために、熱可塑性樹脂中へ処理した顔料を移行させる前にそれらの分散媒体を除去することが必要になり、工業的に生産コストは高くなる傾向にある。
【０００５】
そこで、要求される濾過性能に優れた着色剤を得るために、更に詳しく言えば、着色剤の中の顔料粗大粒子の含有量を少なくする為に、液状ポリエステルを分散媒体とした液状ポリエステル用着色剤（特開昭５８－１４９３１１、特開昭６０－４５６８９）、脂肪酸の金属塩を使用したポリアミド用着色剤（特開昭６３－１７９７３）、また、顔料の分散媒体としてポリエステルオリゴマーを使用し顔料分散体を得る処方（特開昭５８－１４５７

６２）が挙げられる。
【０００６】
しかし、液状ポリエステルを使用した着色剤では、顔料の含有率が高濃度領域（例えば、３０～５０％以上）になると、粘度は高く流動性に乏しい着色剤となるため特殊な注入装置を必要とする。同方法で得た着色糸は、使用した分散媒体が糸中に存在することで糸強度を低下する傾向にあり、衣料用やカーペット用等の強力をさほど必要とされない用途に限定されているのが現状である。
【０００７】
一方、脂肪酸の金属塩を使用したナイロン樹脂用着色剤は、カーボンブラック以外の顔料では、カーボンブラックと同様の効果は得られなかった。
また、顔料の分散媒体としてポリエステルオリゴマーを使用した着色剤では、分散媒体のポリエステルオリゴマーの分散効果はなく、別に分散助剤を併用する必要がある。そして顔料の含有率が３０％を越える領域では、取り扱い性を改善するために、更に、有機溶剤の使用が必要であり、有機溶剤により劣化するポリエチレンテレフタレート系樹脂やポリブチレンテレフタレート系樹脂の着色には、そのままの有機溶剤を含有した着色剤では使用できず、前述の湿式粉砕法と同様に有機溶剤の除去が必要になる。
【０００８】
【発明が解決しようとする課題】
【０００９】
本発明は、着色堅牢度の低下なしに、しかも着色糸製糸及び成型工程でのフィルターライフを延長することにより、着色糸製品の収率を向上せしめるため、濾過性能に優れた着色剤を、しかもポリエチレンテレフタレート系樹脂、又はポリブチレンテレフタレート系樹脂、又はポリアミド系樹脂の各樹脂に共用可能な原液着色剤を提供せんとするものである。
【００１０】
【課題を解決するための手段】
【００１１】
本発明は、上記の課題を解決すべ鋭意検討を重ねた結果、着色剤に於ける顔料の分散媒体、即ち担体樹脂として特定の固形ポリエステルを使用することが分散効果をもたらすことを見出し、ポリエチレンテレフタレート樹脂、ポリブチレンテレフタレート樹脂、ポリアミド樹脂の着色糸を試作し、色相と糸の品質評価を実施した結果、着色堅牢度の低下なしに、色相鮮明な着色糸を得ることができた。
【００１２】
更に、顔料の含有率が高い着色剤を使用した紡糸試験で、製糸性及び着色糸の糸質ともに良好な結果を得、着色剤の濾過性能について溶融押し出し時の圧力の上昇の度合いを測定し、昇圧がないこと又は極めて微小な昇圧に止まることが確認され、着色剤の解膠性の改善が顕著に認められた。
【００１３】
即ち、本発明は、固形ポリエステル（Ａ）と顔料（Ｂ）とを含有する熱可塑性樹脂用着色剤であって、固形ポリエステル（Ａ）として特定のものを用いることを特徴とし、ポリエチレンテレフタレート系樹脂、ポリブチレンテレフタレート系樹脂、ポリアミド系樹脂の何れの熱可塑性樹脂の着色にも使用し得る着色剤である。
【００１４】
本発明に用いられる上記特定の固形ポリエステル（Ａ）としては、芳香族系多価カルボン酸を少なくとも１種含有し、併せて芳香族モノカルボン酸を１種以上含んでも良いカルボン酸成分と、１価アルコールを併せて含んでも良い多価アルコールを含有するアルコール成分とから得られるポリエステル化合物であり、酸価が１．０以下、水酸基価が５．０以下、揮発減量（３００℃）３．０重量％以下で、融点が１００～２５０℃であることを特徴とする常温で固形のポリエステルである。
【００１５】

好ましくは、酸成分とアルコール成分とが（ａ）炭素数２～２５の二価アルコール、（ｂ）炭素数８～１８の芳香族系二価カルボン酸、（ｃ）炭素数４～１８の一価アルコールとからなる融点が１００～２５０℃の固形ポリエステルである。

【００１６】

そしてこの様な両成分の配合割合は、固形ポリエステル（Ａ）と顔料（Ｂ）との使用割合（重量比）（Ａ）／（Ｂ）が、通常は９９．９／０．１～１０／９０であるのが適当で、更に好ましくは、９９／１～２０／８０、とりわけ９５／５～３０／７０の範囲である。

【００１７】

またこの様な着色剤は、着色対象となる特定の熱可塑性樹脂用に特化させるため、更に付加成分を追加することも好適である。その意味で前記の着色剤に被着色熱可塑性樹脂（Ｃ）成分を含有させる事が有効である。

【００１８】

被着色熱可塑性樹脂（Ｃ）成分としては、ポリエステル樹脂、ポリブチレン樹脂、ポリアミド樹脂などが本発明の着色剤によって効果的に着色されるので、追加成分としてはこれらの樹脂からなる群より選ばれるものが適当である。

【００１９】

該樹脂（Ｃ）成分の配合割合は、固形ポリエステル（Ａ）１００重量部対し、５～６０重量部の範囲とすることが好適である。そして前記の事から自ずと明らかであるが、本発明の着色剤は、ポリエステル樹脂、ポリブチレン樹脂、またはポリアミド樹脂の着色に用いた場合に特に効果的である。

【００２０】

また、本発明の着色剤は、各種の樹脂成形品の着色に用いて効果的であるが、とりわけ原液着色繊維の着色に利用するのが好適である。即ち、原液着色繊維の成形に当たって、本発明の着色剤を原料樹脂に混合して着色するか、あらかじめ本発明の着色剤を混合して着色された着色済みの原料樹脂を成形紡糸する場合に効果的である。

【００２１】

また更に、本発明は、以上に記載された着色剤により着色された熱可塑性樹脂組成物であり、各種成形品の成形材料として優れた性能を有し、また該着色剤で着色された成形品、特にフィルム又は繊維でもあり、優れた外観とその他の優れた物理的特性を有する。

【００２２】

更にまた、被着色熱可塑性樹脂（Ｃ）成分を含有する着色剤は、ペレット状、チップ状などの顆粒状をなすことが好適である。

【００２３】

【発明の実施の形態】

本発明の実施形態の典型的なもの及び最良な状態は、後記に示される実施例に具体的に示されるが、本発明を実施する上で選択可能な各構成要件等について以下に詳細に説明する。

【００２４】

本発明に用いられる固形ポリエステル（Ａ）は、融点が１００℃より低いと吸湿性の熱可塑性樹脂を成形の前処理段階で乾燥する場合に溶融して被着色用の熱可塑性樹脂との混合が不均一になり、分散不良を発生する場合がある。また、融点が２５０℃より高くなると被着色用の熱可塑性樹脂の溶融温度下で着色剤が溶融せず着色剤の分散効果を阻害することがある。

【００２５】

酸価が１．０を越えたり、水酸基価が５．０を越す程に残存酸基や水酸基がポリエステル分子内にあると被着色用熱可塑性樹脂の溶融混合中にエステル交換反応や熱分解反応を発生し易く被着色用熱可塑性樹脂本来の特性を損なうことがある。

【００２６】

この固形ポリエステル（Ａ）を構成するために使用されるアルコール成分としては、好ましくは炭素数２～２５の二価アルコール、より好ましくは、炭素数２～２３の二価アルコ

ールで、例えば、エチレングリコール、１，２－プロピレングリコール、１，３－プロピレングリコール、１，２－ブタンジオール、１，３－ブタンジオール、２－メチル１，３－プロパンジオール、１，４－ブダンジオール、ネオペンチルグリコール、１，５－ペンタンジオール、３－メチル１，５－ペンタンジオール、１，６－ヘキサンジオール、２，２，４－トリメチル１，３－ペンタンジオール、２－エチル１，３－ヘキサンジオール、２－メチル１，８－オクタンジオール、１，９－ノナンジオール、１，１０－デカンジオール、１，１２－オクタデカンジオールなどの脂肪酸グリコール及びジエチレングリコール、ジプロピレングリコールなどのポリアルキレングリコール及び水添ビスフェノールＡ、ビスフェノールＡ又は、ビスフェノールＳのエチレンオキサイド付加物、１，４－シクロヘキサンジメタノール、１，４－シクロヘキサンジオール、１，２－シクロヘキサンジオール、ビスヒドロキシエトキシベンゼンなどの環状または芳香環含有二価アルコールが挙げられる。これらのアルコールは、１種または２種以上の混合物として使用できる。

【００２７】

また、酸成分としては、炭素数８～１８の芳香族系二価カルボン酸またはカルボン酸基が３個以上の芳香族系多価カルボン酸が好ましい。炭素数８～１８の芳香族系二価カルボン酸としては、例えば、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、２，６－ナフタレンジカルボン酸、α，β－ビス（４－カルボキシフェノキシ）エタン、４，４－ビフェニルジカルボン酸等が挙げられる。

【００２８】

また、カルボン酸基が３個以上の芳香族系多価カルボン酸としては、例えば、トリメリット酸、トリメシン酸、ピロメリット酸、ビフェニルテトラカルボン酸等の３価、またはそれ以上の多塩基酸が挙げられる。なお、芳香族系二価カルボン酸や芳香族多塩基酸に脂肪族系多塩基酸を併用することができる。

【００２９】

脂肪族系多塩基酸としては、例えば、アジピン酸、セバチン酸、アゼライン酸、ドデカンジカルボン酸、等が挙げられる。また、１，４－シクロヘキサンジカルボン酸、１，３－シクロヘキサンジカルボン酸、ヘキサヒドロ無水フタル酸等の脂環式多塩基酸も使用できる。これらの多塩基酸は１種または２種以上の混合物として使用できる。

【００３０】

また、酸成分としては前記の多塩基酸に加えて芳香族系モノカルボン酸を併用することもできる。併用し得るその様な酸成分としては、安息香酸、トルイル酸（ｏ－，ｍ－，ｐ－）、ｐ－ターシャリー安息香酸、イソプルピル安息香酸、サリチル酸、ヒドロキシメチル安息香酸、モノクロロメチル安息香酸等が挙げられる。

【００３１】

また、一価アルコール成分としては、好ましくは、炭素数４～１８の１価アルコールであり、例えば、ブタノール、ヘキサノール、イソヘキサノール、ヘプタノール、オクタノール、イソオクタノール、２－エチルヘキサノール、ノナノール、イソノナノール、２－メチルオクタノール、デカノール、イソデカノール、ウンデカノール、ドデカノール、トリデカノール、テトラデカノール、オクタデカノール等の脂肪族アルコール、シクロヘキサノール等の脂環式アルコール、ベンジルアルコール、２－フェニルエタノール、１－フェニルエタノール、２－フェノキシエタノール、３－フェニル－１－プロパノール、２－ヒドロキシエチルベンジルエーテルなどの芳香族アルコールが挙げられる。これらは１種または２種以上の混合物として使用できる。

【００３２】

また、かかる前記特定の固形ポリエステル（Ａ）は、公知の種々のエステル化方法で製造することができる。例えば、前記特定の固形ポリエステル構成成分を一括もしくは、２種ないし３種を反応させて後、次いで残りの成分を反応させて目標とするエステルを得ることができる。エステル反応は、例えば、パラトルエンスルホン酸、リン酸等の酸触媒、テトライソプロピルチタネート、テトラブチル錫オキサイド、ジオクチル錫オキサイド、塩化亜鉛などの金属触媒により促進されるので通常これらの触媒の存在下で反応させるのが

良い。また、通常その反応は１００～２５０℃、好ましくは、１３０～２５０℃に加熱して得られる。

【００３３】

本発明に用いられる顔料（Ｂ）とは、熱可塑性樹脂の着色に用いる染顔料であり、カーボンブラックをはじめとして酸化チタン系、酸化鉄系、酸化クロム系、黄鉛系等の無機顔料、フタロシアニン系、アゾ系、キナクリドン系、イソインドリノン系、ペリノン系、ペリレン系、アントラキノン系等の有機顔料である。

【００３４】

また、カオリン、沈殿性バリュウム、炭酸カルシュウム、酸化珪素、酸化アルミニュウム、リン酸ゲルマニュウム、アルミナシリケートなども使用できる。

【００３５】

そしてこの様な両成分の配合割合は、記述の通り固形ポリエステル（Ａ）と顔料（Ｂ）との重量比（Ａ）／（Ｂ）が９９．９／０．１～１０／９０の範囲にあるのが適当で、更に好ましくは、該重量比（Ａ）／（Ｂ）が９５／５～３０／７０の範囲である。

【００３６】

またこの様な着色剤は、着色対象となる特定の熱可塑性樹脂用に特化させるため、更に付加成分を追加することが好適なのは前述した通りである。その意味で前記の着色剤に被着色熱可塑性樹脂（Ｃ）成分を含有させることが有効である。

【００３７】

被着色熱可塑性樹脂（Ｃ）成分としては、ポリエステル樹脂、ポリブチレン樹脂、ポリアミド樹脂等が本発明の着色剤によって効果的に着色されるので、追加成分としてはこれらの樹脂よりなる群から選ばれるものが適当である。

【００３８】

該樹脂（Ｃ）成分の配合割合は、固形ポリエステル（Ａ）１００重量部に対し、５～６０重量部の範囲とすることが好適である。

【００３９】

また繰返しになるが、本発明は以上に記載された着色剤により着色された熱可塑性樹脂組成物であり、各種成形品の成形材料として優れた性能を有し、また該着色剤で着色されたフィルム又は繊維等の成形品で、優れた外観とその他の優れた物理的特性を有する。

【００４０】

更にまた、被着色熱可塑性樹脂（Ｃ）成分を含有する着色剤は、ペレット状、チップ状等の顆粒状をなすことが好適である。

【００４１】

本発明の着色剤組成物は、本発明の効果を阻害しない範囲で酸化防止剤、紫外線吸収剤、帯電防止剤、無機充填剤、難燃剤等を含有し得ることは勿論である。

【００４２】

本発明の着色剤は、種々の熱可塑性樹脂に利用可能であるが、利用可能な被着色樹脂としては、ポリエチレンテレフタレート樹脂、ポリブチレンテレフタレート樹脂、ポリアミド樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリスチレン樹脂、ポリカーボネート樹脂などが挙げられる。とりわけ、ポリエチレンテレフタレート樹脂、ポリブチレンテレフタレート樹脂、ポリアミド樹脂において好適に用いられる。

【００４３】

本発明の着色剤の使用は、熱可塑性樹脂に対するドライカラー、又はマスターチップの使用方法で良い。例えば、繊維の着色の場合、被着色用の樹脂１００重量部に対し本発明にかかる着色剤を１～１０重量部をブレンドした後、常法に従って、溶融押し出しを行い紡糸する方法で繊維にすることにより、着色繊維が得られる。この繊維は、鮮明度に優れた色相を有し、衣料用をはじめカーペット、漁網、ロープや不織布などの産業資材用、その他に使用できる。

【００４４】

本発明にかかる成形品即ち本発明の着色剤により着色された成形品が優れた鮮明度を有す

るのは、固形ポリエステル（Ａ）の分散効果により、顔料が微細化して分散していること、着色剤の解膠性が良いことから、被着色用樹脂中への顔料分散が容易で、とりわけポリエチレンテレフタレート樹脂、ポリブチレンテレフタレート樹脂、ポリアミド樹脂で良好な結果がもたらされたものと考える。

【００４５】

【実施例】

以下に実施例、比較例および測定例を挙げて本発明を更に具体的に説明するが、本発明は、これらの実施例に限定されたものではない。以下において、部及び％は特に断りのないかぎり全て重量基準であるものとする。

【００４６】

実施例１

アルコール成分としてブタンジオール、オクタノール、酸成分としてテレフタル酸、触媒として塩化亜鉛を用いてエステル反応を行い、融点１９５℃、酸価０．５、水酸基価２．２、揮発減量（３００℃）が２．１％の固形ポリエステルを得た（以下固形ポリエステルと称する）。

【００４７】

その固形ポリエステル５０部とフタロシアニングリーン５０部を転動流動式タンブラー（以下タンブラーと称する）にて１０分間混合した後、１５０℃の熱風乾燥機にて５時間乾燥し、二軸押し出し機にて溶融押し出しを行い円筒状の直径２．５～３．０mm長さ２．５mm～３．０mmのチップ（以下円筒状チップと称する）の着色剤を得た（以下着色剤１と称する）。

【００４８】

着色剤１を１部と被着色用のポリエチレンテレフタレート樹脂、極限粘度ＩＶ＝０．６５（フェノール／四塩化エタン、重量比５０／５０の混合溶媒、３０℃での測定値）、直径２．５mm～３．０mm長さ２．５mm～３．０mmのチップ（以下ＰＥＴと称する）９９部をタンブラーにて１０分間混合した後、１５０℃の熱風乾燥機にて５時間乾燥し、常法に従って紡糸を行い３倍の延伸を経て２４０ｄ／４８ｆ（単糸５デニール）の着色糸を得た（以下着色糸ａと称する）。

【００４９】

更に、着色剤１を１０部とＰＥＴ　９０部をタンブラーにて１０分間混合した後、１５０℃の熱風乾燥機にて５時間乾燥し、２０μmの焼結フィルターを装填した２０ミリ押し出し機にて溶融押し出しを行い、その時の圧力の上昇の程度を測定した。

【００５０】

実施例２

固形ポリエステルを９０部とフタロシアニングリーン１０部をタンブラーで１０分間混合した後、１５０℃の熱風乾燥機にて５時間乾燥し、二軸押し出し機にて溶融押し出しを行い円筒状チップの着色剤を得た（以下着色剤２と称する）。

【００５１】

着色剤２を５部とＰＥＴ　９５部をタンブラーにて１０分間混合した後、１５０℃の熱風乾燥機にて５時間乾燥し、常法に従って紡糸を行い３倍の延伸を経て、２４０ｄ／４８ｆの着色糸を得た（以下着色糸ｂと称する）。

【００５２】

更に着色剤２を５０部とＰＥＴ　５０部をタンブラーにて１０分間混合した後、１５０℃の熱風乾燥機にて５時間乾燥し、２０μmの焼結フィルターを装填した２０ミリ押し出し機にて溶融押し出しを行い、その時の圧力の上昇の程度を測定した。

【００５３】

比較例１

フタロシアニングリーン１０部とＰＥＴ　９０部をタンブラーで１０分間混合した後、１５０℃の熱風乾燥機にて５時間乾燥し、二軸押し出し機にて溶融押し出しを行い円筒状チップの着色剤を得た（以下着色剤３と称する）。

【００５４】
着色剤３を５部とＰＥＴ　９５部をタンブラーにて１０分間混合した後、１５０℃の熱風乾燥機にて５時間乾燥し、常法に従って紡糸を行い３倍の延伸を経て、２４０ｄ／４８ｆの着色糸を得た（以下着色糸ｃと称する）。
【００５５】
更に着色剤３を５０部とＰＥＴ　５０部をタンブラーにて１０分間混合した後、１５０℃の熱風乾燥機にて５時間乾燥し、２０μｍの焼結フィルターを装填した２０ミリ押し出し機にて溶融押し出しを行い、その時の圧力の上昇の程度を測定した。
【００５６】
比較例２
アルコール成分としてブダンジオール、酸成分としてイソフタル酸とアジピン酸、触媒として塩化亜鉛を使用しエステル反応を行い、融点６５℃、酸価１．５、水酸基価１９．５、揮発減量（３００℃）５．８％の固形状のポリエステルを得た。その固形状のポリエステル５０部とフタロシアニングリーン５０部をタンブラーにて１０分間混合した後、１５０℃の熱風乾燥機で５時間乾燥、その後、三井三池製のヘンセルミキサー（１８００ｒｐｍ）にて２分間撹拌して乾燥品中の融着物の粗砕を行った後、二軸押し出し機にて溶融押し出しを行い円筒状のチップの着色剤を得た（以下着色剤４と称する）。
【００５７】
着色剤４を１部とＰＥＴ　９９部をタンブにて１０分間混合した後、１５０℃の乾燥機にて５時間乾燥し、常法に従って紡糸を行い３倍の延伸を経て２４０ｄ／４８ｆの着色糸を得た（以下着色糸ｄと称する）。
【００５８】
更に、着色剤４を１０部とＰＥＴ　９０部をタンブラーにて１０分間混合した後、１５０℃の乾燥機にて５時間乾燥し、２０μｍの焼結フィルターを装填した２０ミリ押し出し機にて溶融押し出しを行い、その時の圧力の上昇の程度を測定した。
【００５９】
測定例１
それらの着色糸ａ，ｂ，ｃ，ｄ　の色相比較のためハンター色差計で測色を行い、その結果をＬ値，ａ値，ｂ値で表し表１に示す。また、それらの着色剤１，２，３，　４の溶融押し出し時の圧力の上昇の程度の測定結果をｄＰとして示し、表２に示す。色相は、Ｌ値の数字の小さいものが色相が鮮明でかつ着色力が優れており、優位にあることを示し、ｄＰは数字の小さいものが圧力の上昇の程度が少なくフィルターの目詰まりがなくフィルターライフが長いことを意味する。
【００６０】
実施例３
固形ポリエステルを６０部とカーボンブラック４０部をタンブラーで１０分間混合した後、１５０℃の熱風乾燥機にて５時間乾燥し、二軸押し出し機にて溶融押し出しを行い円筒状チップの着色剤を得た（以下着色剤５と称する）。
着色剤５を５部とＰＥＴ　９５部をタンブラーにて１０分間混合した後、１５０℃の熱風乾燥機にて５時間乾燥し、常法に従って紡糸を行い３倍の延伸を経て、２４０ｄ／４８ｆの着色糸を得た（以下着色糸ｆと称する）。
【００６１】
更に着色剤４を１２．５部とＰＥＴ　８７．５部をタンブラーにて１０分間混合した後、１５０℃の熱風乾燥機にて５時間乾燥し、２０μｍの焼結フィルターを装填した２０ミリ押し出し機にて溶融押し出しを行い、その時の圧力の上昇の程度を測定した。
【００６２】
比較例３
カーボンブラック４０部とＰＥＴ　６０部をタンブラーで１０分間混合した後、１５０℃の熱風乾燥機にて５時間乾燥し、二軸押し出し機にて溶融押し出しを行い円筒状チップの着色剤を得た（以下着色剤６と称する）。

【００６３】
着色剤６を５部とＰＥＴ　９５部をタンブラーにて１０分間混合した後、１５０℃の熱風乾燥機にて５時間乾燥し、常法に従って紡糸を行ったが糸切れが多発して正常な紡糸はできず、着色糸の表面は目視にて凹凸が確認され糸として評価できない状態にあった。糸中のカーボンブラックの分散を顕微鏡（倍率１００バイ）で観察すると着色剤の未解膠物が数多く見られ、着色剤が均一に希釈されていないことが確認された。
【００６４】
更に着色剤６を１２．５部とＰＥＴ　８７．５部をタンブラーにて１０分間混合した後、１５０℃の熱風乾燥機にて５時間乾燥し、２０μｍの焼結フィルターを装填した２０ミリ押し出し機にて溶融押し出しを行い、その時の圧力の上昇の程度を測定した。
【００６５】
比較例４
カーボンブラック１０部と熱安定剤（イルガノックス１０１０）１部を三井三池製のヘンセルミキサー（１８００ｒｐｍ）で３分間混合した後、その混合物１１部とＰＥＴ　８９部をタンブラーで１０分間混合後、１５０℃の熱風乾燥機にて５時間乾燥し、二軸押し出し機にて溶融押し出しを行い、円筒状チツプの着色剤を得た（以下着色剤７と称する）。
【００６６】
着色剤７を２０部とＰＥＴ８０部をタンブラーにて１０分間混合した後、１５０℃の熱風乾燥機にて５時間乾燥し、常法に従って紡糸し延伸を経て２４０ｄ／４８ｆの着色糸を得た（以下）着色糸ｇと称する）。
【００６７】
更に、着色剤７を５０部とＰＥＴ　５０部をタンブラーにて混合した後、１５０℃の熱風乾燥機にて５時間乾燥し、２０μｍの焼結フィルターを装填した２０ミリ押し出し機にて溶融押し出しを行い、その時の圧力の上昇の程度を測定した。
【００６８】
測定例２
それらの着色糸ｆ，ｇの色相比較のためハンター色差計で測色を行い、その結果をＬ値，ａ値，ｂ値で表し表１に示す。またそれらの着色剤５，６，７の溶融押し出し時の圧力の上昇の程度の測定結果をｄＰとして示し、表２に示す。色相は、Ｌ値の数字の小さいものが色相が鮮明でかつ着色力が優れており優位にあることを示し、ｄＰは数字の小さいものが圧力の上昇の程度が少なく、フィルターの目詰まりがなくフィルターライフが長いことを意味する。
【００６９】
実施例４
実施例１で得た着色剤１を１部と被着色用のナイロン－６、相対粘度ＲＶ＝２．３（９８％硫酸溶液，２０℃での測定値）直径１．５ｍｍ～２．２ｍｍ、長さ２．０ｍｍ～２．５ｍｍのチップ（以下ナイロン６と称する）９９部をタンブラで１０分間混合した後、１０５℃の熱風乾燥機にて３時間乾燥し、常法に従って溶融紡糸を行い延伸を経て２４０ｄ／４８ｆ（単糸５デニール）の着色糸を得た（以下着色糸ｈと称する）。
【００７０】
更に着色剤１を１０部とナイロン－６　９０部をタンブラーにて１０分間混合した後、１０５℃の熱風乾燥機にて３時間乾燥し、２０μｍの焼結フィルターを装填した２０ミリ押し出し機にて溶融押し出しを行い、その時の圧力の上昇の程度を測定した。
【００７１】
比較例５
フタロシアニングリーン１０部とナイロン－６　８９．５部とエチレンビスステアリルアミド０．５部をタンブラーで１０分間混合した後、二軸押し出し機にて溶融押し出しを行い円筒状チップの着色剤を得た（以下着色剤８と称する）。
【００７２】
着色剤８を５部とナイロン６　９５部をタンブラーで１０分間混合した後、１０５℃の熱

風乾燥機にて３時間乾燥し、常法に従って紡糸を行い延伸を経て２４０ｄ／４８ｆの着色糸を得た（以下着色糸ｉと称する）。

【００７３】

更に、着色剤６を５０部とナイロン６　５０部をタンブラーで１０分間混合した後、１０５℃の熱風乾燥機にて３時間乾燥し、２０μｍの焼結フィルターを装填した２０ミリ押し出し機にて溶融押し出しを行い、その時の圧力の上昇の程度を測定した。

【００７４】

実施例５

実施例３で得た着色剤４を５部とナイロン６　９５部をタンブラで１０分間混合した後、１０５℃の熱風乾燥機にて３時間乾燥し、常法に従って溶融紡糸を行い延伸を経て２４０ｄ／４８の着色糸を得た（以下着色糸ｊと称する）。

【００７５】

更に着色剤４を１２．５部とナイロン６　８７．５部をタンブラーにて１０分間混合した後、１０５℃の熱風乾燥機にて３時間乾燥し、２０μｍの焼結フィルターを装填した２０ミリ押し出し機にて溶融押し出しを行い、その時の圧力の上昇の程度を測定した。

【００７６】

比較例６

カーボンブラック１０部とナイロン６　８９．５部とエチレンビスステアリルアマイド０．５部をタンブラーにて混合した後、１０５℃の熱風乾燥機にて３時間乾燥し、二軸押し出し機にて溶融押し出しを行い、円筒状チップの着色剤を得た（以下着色剤９と称する）。

【００７７】

着色剤９を２０部とナイロン６　８０部をタンブラーにて１０分間混合した後、１０５℃の熱風乾燥機にて３時間乾燥し、常法に従って溶融紡糸を行い延伸を経て２４０ｄ／４８の着色糸を得た（以下着色糸ｋと称する）。

【００７８】

更に着色剤－７を５０部とナイロン－６　５０部をタンブラーにて１０分間混合した後、１０５℃の熱風乾燥機にて３時間乾燥し、２０μｍの焼結フィルターを装填した２０ミリ押し出し機にて溶融押し出しを行い、その時の圧力の上昇の程度を測定した。

【００７９】

測定例３

それらの着色糸ｈ，ｉ及びｊ，ｋ色相比較のためハンター色差計で測色を行い、その結果をＬ値，ａ値，ｂ値で表し表１に示す。また、それらの着色剤１，８及び５，９の溶融押し出し時の圧力の上昇の程度の測定結果をｄＰとして示し表　２に示す。色相は、Ｌ値の数字の小さいものが色相が鮮明でかつ着色力が優　れており優位にあることを示し、ｄＰは数字の小さいものが圧力の上昇の程度　が少なくフィルターの目詰まりがなくフィルターライフが長いことを意味する。

【００８０】

実施例６

実施例１で得た着色剤１を１部と被着色用のポリブチレンテレフタレート樹脂、極限粘度ＩＶ＝０．８０（フェノール／四塩化エタン、重量比５０／５０の混合溶媒、３０℃での測定値）、直径２．５ｍｍ～３．０ｍｍ長さ２．５ｍｍ～３．０ｍｍのチップ（以下ＰＢＴと称する）９９部をタンブラーにて１０分間混合した後、１５０℃の熱風乾燥機にて５時間乾燥し、常法に従って溶融紡糸を行い延伸を経て２４０ｄ／４８の着色糸を得た（以下着色糸ｌと称する）。

【００８１】

更に着色剤１を１０部とＰＢＴ　９０部をタンブラーにて１０分間混合した後、１５０℃の熱風乾燥機にて５時間乾燥し、２０μｍの焼結フィルターを装填した２０ミリ押し出し機にて溶融押し出しを行い、その時の圧力の上昇の程度を測定した。

【００８２】

比較例７
フタロシアニングリーンを１０部とＰＢＴ　９０部をタンブラーで１０分間混合した後１５０℃の熱風乾燥機にて５時間乾燥し、二軸押し出し機にて溶融押し出しを行い円筒状チップの着色剤を得た（以下着色剤１０と称する）。
【００８３】
着色剤１０を５部とＰＢＴ　９５部をタンブラーにて１０分間混合した後、１５０℃の熱風乾燥機にて５時間乾燥し、常法に従って紡糸を行い３倍の延伸を経て、２４０ｄ／４８ｆの着色糸を得た（以下着色糸ｍと称する）。　更に着色剤８を５０部とＰＢＴ　５０部をタンブラーにて１０分間混合した後、１５０℃の熱風乾燥機にて５時間乾燥し、２０μｍの焼結フィルターを装填した２０ミリ押し出し機にて溶融押し出しを行い、その時の圧力の上昇の程度を測定した。
【００８４】
測定例４
それらの着色糸ｌ，ｍを色相比較のためハンター色差計で測色を行い、その結果をＬ値，ａ値，ｂ値で表し表－１に示す。また、それらの着色剤１，１０の溶融押し出し時の圧力の上昇の程度の測定結果をｄＰとして示し表－２に示す。色相は、Ｌ値の数字の小さいものが色相が鮮明でかつ着色力が優れており優位にあることを示し、ｄＰは数字の小さいものが圧力の上昇の程度が少なくフィルターの目詰まりがなくフィルターライフが長いことを意味する。
【００８５】
【表１】

例　番号	着色糸名	着色剤の解膠性	製糸性	着色糸の測色結果		
				Ｌ値	ａ値	ｂ値
実施例１	ａ	良好	良好	59.72	-50.69	6.42
実施例２	ｂ	良好	良好	59.85	-50.48	6.45
比較例１	ｃ	良好	良好	62.63	-54.84	4.58
比較例２	ｄ	不良	不良	67.02	-60.01	3.22
実施例３	ｆ	良好	良好	13.82	0.56	0.66
比較例３	－	不良	不可能	-	-	-
比較例４	ｇ	良好	良好	15.88	0.82	0.98
実施例４	ｈ	良好	良好	54.89	-45.48	3.51
比較例５	ｉ	良好	良好	55.65	-50.69	6.03
実施例５	ｊ	良好	良好	14.98	0.32	0.78
比較例６	ｋ	良好	良好	15.51	0.32	1.00
実施例６	ｌ	良好	良好	58.02	-49.70	5.88
比較例７	ｍ	ﾔﾔ不良	ﾔﾔ不良	60.43	-53.81	4.33

【００８６】
【表２】

例　番号	着色剤名	溶融押し出し結果	
		希釈樹脂名	昇圧 dP(kg/cm^2)
実施例１	着色剤１	ＰＥＴ	1
実施例２	着色剤２	ＰＥＴ	0
比較例１	着色剤３	ＰＥＴ	58
比較例２	着色剤４	ＰＥＴ	278
実施例３	着色剤５	ＰＥＴ	0
比較例３	着色剤６	ＰＥＴ	昇圧激しく測定不可能
比較例４	着色剤７	ＰＥＴ	35
実施例４	着色剤１	ナイロン６	2
比較例５	着色剤８	ナイロン６	121
実施例５	着色剤５	ナイロン６	0
比較例６	着色剤９	ナイロン６	12
実施例６	着色剤１	ＰＢＴ	0
比較例７	着色剤１０	ＰＢＴ	99

【００８７】

【発明の効果】

本発明の着色剤は、ポリエチレンテレフタレート樹脂、ポリブチレンテレフタレート樹脂、ポリアミド樹脂繊維及び成形品用途に使用できる。代表的には、婦人服や紳士服、学生服等の衣料用途、漁網やロープ、シートベルト、カーペット、不織布等の産業資材用途、遮光性シート等の用途に使用できる。

【００８８】

従来の技術による着色剤と本発明の着色剤を比較すると、同濃度を得る為の濃度を比較すると、本発明の着色剤が少量で済む。また着色剤の濾過性能が良い事から着色物の成形工程に於けるフィルターの交換頻度が少なくなる。それによって生産性と着色成形品の収率が向上、材料ロスの減少によって産業廃棄物の削減に寄与できる。

フロントページの続き

(58)調査した分野(Int.Cl.[7], ＤＢ名)
C08J 3/22
C08L 67/00- 67/04
C08L 77/00- 77/12