

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 5 区分

【発行日】平成 21 年 7 月 16 日 (2009.7.16)

【公開番号】特開 2007-162203 (P2007-162203A)

【公開日】平成 19 年 6 月 28 日 (2007.6.28)

【年通号数】公開・登録公報 2007-024

【出願番号】特願 2006-180243 (P2006-180243)

【国際特許分類】

D 0 6 M 15/564 (2006.01)

C 0 8 L 75/04 (2006.01)

C 0 8 K 3/34 (2006.01)

D 0 6 C 23/00 (2006.01)

【F I】

D 0 6 M 15/564

C 0 8 L 75/04

C 0 8 K 3/34

D 0 6 C 23/00

【手続補正書】

【提出日】平成 21 年 5 月 29 日 (2009.5.29)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

a) 合成極細繊維から選択される極細繊維と、

b) エラストマー / 薄層状クレーのナノ複合材料マトリックスと

を含んでなる複合材料であって、

前記薄層状クレーが、親油性薄層状クレーおよび官能化された親油性薄層状クレーから選択されるものであることを特徴とする、複合材料。

【請求項 2】

前記極細繊維が、ポリエステル、ポリアミド、およびポリアクリロニトリルを基材とする極細繊維から選択される、請求項 1 に記載の複合材料。

【請求項 3】

前記エラストマーが、ポリウレタン、ポリウレタン - 尿素、およびそれらの混合物から選択されるものであり、

前記極細繊維がポリエステルから選択されるものである、請求項 1 に記載の複合材料。

【請求項 4】

前記極細繊維が、ポリエチレンテレフタレート、ポリプロピレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ナイロン 6、ナイロン 6 - 6、およびナイロン 12 を基材とする極細繊維から選択されるものである、請求項 2 に記載の複合材料。

【請求項 5】

前記極細繊維が、ポリエチレンテレフタレートを基材とする極細繊維から選択されるものである、請求項 4 に記載の複合材料。

【請求項 6】

前記親油性薄層状クレーまたは前記官能化された親油性薄層状クレーが、ポリウレタンに対して 1 ~ 12 重量 % である、請求項 1 に記載の複合材料。

【請求項 7】

前記親油性薄層状クレーまたは前記官能化された親油性薄層状クレーが、ポリウレタンに対して 1 ～ 6 重量 % である、請求項 6 に記載の複合材料。

【請求項 8】

前記薄層状クレーが、スメクチッククレー、例えばサボナイト、バイデライト、モンモリロン石、ノントロナイト、エクトライト、バーミキュル石、スチープンサイト、ベントナイト、ソーコナイト、マガダイト、ケニアタイト、および膨潤マイカ、から選択されるものである、請求項 1 に記載の複合材料。

【請求項 9】

前記薄層状クレーがモンモリロン石から選択されるものである、請求項 8 に記載の複合材料。

【請求項 10】

前記親油性薄層状クレーが、前記クレーの薄層間に「オニウム」イオンを含む薄層状クレーから選択されるものである、請求項 1 に記載の複合材料。

【請求項 11】

前記「オニウム」イオンが、アンモニウム化合物、ピリジニウム化合物、イミダゾリニウム化合物またはホスホニウム化合物から選択されるものである、請求項 10 に記載の複合材料。

【請求項 12】

前記「オニウム」イオンが、タロウベンジルジメチルアンモニウムイオンおよび（水素化タロウ）ベンジルジメチルアンモニウムイオンから選択されるものである、請求項 11 に記載の複合材料。

【請求項 13】

前記官能化された親油性薄層状クレーが、NHR、SH、エポキシド、アルコール、COOR、不飽和炭化水素、およびスルホン酸から選択される極性基を含む官能化された親油性薄層状クレーから選択されるものである（式中、R は、水素および 1 ～ 10 個、好ましくは 1 ～ 3 個の炭素原子を有するアルキル基から選択されるものである）、請求項 1 に記載の複合材料。

【請求項 14】

前記官能化された親油性薄層状クレーが、NH₂、SH、エポキシド、およびアルコールから選択される、染色可能な極性基を含む官能化された親油性薄層状クレーから選択されるものである、請求項 13 に記載の複合材料。

【請求項 15】

前記ポリウレタン / 親油性薄層状クレーナノ複合材料マトリックスが、カチオンまたはアニオン染料により染色できるものである、請求項 1 に記載の複合材料。

【請求項 16】

前記ポリウレタン / 官能化された親油性薄層状クレーナノ複合材料マトリックスが、カチオン染料、アニオン染料または反応性染料で染色できるものである、請求項 1 に記載の複合材料。

【請求項 17】

前記極細繊維状部分が、全体が染色されたポリエステル極細繊維を含む、請求項 1 に記載の複合材料。

【請求項 18】

前記官能化された親油性薄層状クレーが、酸化防止剤、ラジカル補足剤、および UV 安定剤の分子に由来する残基を含む官能化された親油性薄層状クレーから選択されるものである、請求項 1 に記載の複合材料。

【請求項 19】

請求項 1 に記載の複合材料の製造方法であって、

(a) 海島型構造を有する極細繊維を製造し、続いて、前記極細繊維から出発して極細繊維状フェルトを形成する工程、および

(b) 前記極細繊維状フェルトを、剥離した親油性薄層状クレ－／ポリウレタンナノ複合材料の非プロトン性溶剤分散液、または剥離した官能化された親油性薄層状クレ－／ポリウレタンナノ複合材料の非プロトン性溶剤分散液で含浸させ、続いて凝固させ工程を含んでなる、方法。

【請求項 20】

請求項 1～18 のいずれか一項に記載の複合材料から出発して製造される、染色されたスエード調不織布。

【請求項 21】

請求項 20 に記載の不織布の製造方法であって、

(i) 請求項 19 に記載の工程 (b) の最後で得られた生地から出発し、厚さ約 1 mm のシートを製造し、前記切断シートの表面全体を研磨する工程、

(ii) 前記工程 (i) において製造したシートを、極細繊維状成分および／またはエラストマー状成分を染色することにより、染色する工程、および

(iii) 所望により行なう最終仕上げ処理工程、
を含んでなる、方法。

【請求項 22】

前記極細繊維成分が、製品の使用分野に応じて、ヤーン番手 0.33～0.01 d t e x (0.3～0.011 デニール)、好ましくは 0.20～0.11 d t e x (0.18～0.1 デニール)、または 0.077～0.011 d t e x (0.07～0.01 デニール) を有する、請求項 20 に記載の染色されたスエード調不織布。

【請求項 23】

前記ナノ複合材料エラストマー状マトリックスが、10～40 重量%の量で存在する、請求項 20 に記載の極細繊維不織布。

【請求項 24】

前記ナノ複合材料エラストマー状マトリックスが、18～35 重量%の量で存在する、請求項 23 に記載の極細繊維不織布。

【請求項 25】

前記工程 (i) の最後に得られたシートを、分散染料、アニオン染料、カチオン染料および反応性染料から選択される染料を使用して、ポリウレタンマトリックスの染色のみを行う、請求項 21 に記載の極細繊維不織布の製造方法。

【請求項 26】

前記工程 (i) の最後に得られたシートを、アニオン染料、カチオン染料または反応性染料を使用して、ナノ複合材料ポリウレタンマトリックスの染色のみを行い、前記極細繊維成分は、全体が染色されたポリエステル極細繊維からなる、請求項 21 に記載の極細繊維不織布の製造方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【発明の詳細な説明】

【発明の名称】弾性ナノ複合材料マトリックスを含むスエード調極細不織布の製造方法

【発明の分野】

【0001】

本発明は、極細繊維状部分とエラストマー／薄層状クレ－、好ましくはポリウレタン／薄層状クレ－のナノ複合材料マトリックスとを含んでなり、この薄層状クレ－が、親油性クレ－および官能化された親油性クレ－から選択される、複合材料に関する。

【0002】

本発明は、上記の複合材料を出発材料として得られるスエード調不織布および染色したスエード調不織布にも関する。また、本発明は、上記の複合材料および染色されたスエー

ド調不織布を出発材料として得られるUV安定剤を含むスエード調不織布にも関する。

【背景技術】

【0003】

上記極細繊維のポリウレタン成分は、布地用の他の重合体、例えばポリエステルやナイロン程容易に染色できないことが知られている。さらに、染色した後、これらのポリウレタン材料は、水洗および摩擦に対する染料の安定性が乏しい。

【0004】

ポリウレタンマトリックスの染色性を増加させるための試みがなされている。例えば、欧州特許第EP-A-0662981号および特公平6-207381号には、ポリエチレンテレフタレート(PET)またはポリアミド(ナイロン6またはナイロン6-6)および第3級アミン単位を鎖中に含むポリウレタン-尿素を基材とし、この第3級アミン単位が、ポリウレタンを形成するポリエステルポリオールの一部である、極細繊維を使用して製造された、スエード調不織布(以下、極細繊維不織布ともいう。)の製造が開示されている。従って、極細繊維不織布は、極細繊維状成分において(分散染料で)染色され、また、ポリウレタン成分においても、反応性染料(それ自体を、ポリウレタン鎖中に存在するアミンおよびアミド基に化学結合することができる)、酸性染料、予備含金属染料(それ自体を、イオン系および配位結合の形成により、結合させることができる)を使用して染色される。

【0005】

しかしながら、この技術には、ポリウレタンの処方による欠点がある。鎖中のアミン基が、実際、ポリウレタンの合成中に好ましくない塩基性触媒反応効果を引き起こすことがある。

【特許文献1】欧州特許第EP-A-0662981号

【特許文献2】特公平6-207381号

【発明の概要】

【0006】

ここで、合成に影響を及ぼさずに、染料分子を安定して固定することができるので、該欠点を解決する製法が見出された。

【0007】

最後に、本発明の製法は、先行技術の製法よりはるかに簡単であり、染料のみならず、他の種類の添加剤、例えばUV安定剤、難燃剤、防汚添加剤、も、より安定して固定することができる。

【0008】

そこで、本発明は、合成極細繊維から選択される極細繊維とエラストマー/薄層状クレーのナノ複合材料マトリックスとを含んでなり、前記薄層状クレーが、親油性薄層状クレーおよび官能化された親油性薄層状クレーから選択される、複合材料の製造方法であって、

(a) 海島型構造を有する極細繊維を製造し、続いて、該極細繊維から出発して極細繊維状フェルトを形成する工程、および

(b) 前記極細繊維状フェルトを、剥離した薄層状親油性クレー/ポリウレタンナノ複合材料の非プロトン性溶剤分散液、または剥離した官能化された親油性薄層状クレー/ポリウレタンナノ複合材料の非プロトン性溶剤分散液で含浸させ、続いて凝固させて、本発明の複合材料を得る工程、
を含んでなる方法に関する。

【0009】

極細繊維に関する限り、これらの材料は、ポリエステル系極細繊維(例えばポリエチレンテレフタレート、ポリプロピレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート)、ポリアミド(例えばナイロン6、ナイロン6-6およびナイロン12)、ポリアクリロニトリル、好ましくはポリエチレンテレフタレート(PET)およびポリアミド(ナイロン6およびナイロン6-6)、より好ましくはポリエチレンテレフタレートから選択される。

【 0 0 1 0 】

好ましい実施態様では、エラストマーはポリウレタン - ウレアである。

【 0 0 1 1 】

用語「ポリウレタン」および「ポリウレタン - ウレア」は、可撓性部分（軟質部分）および合成部分（硬質部分）からなる重合体を意味する。

【 0 0 1 2 】

軟質部分は、下記の物質を基剤とする重合体鎖でよい。

・ ポリエーテル、例えばポリテトラメチレングリコールジオール（PTMG）、ポリエチレングリコールジオール（PEG）、ポリプロピレングリコールジオール（PPG）から誘導されるポリエーテル。

・ ポリエステル、例えばアジピン酸のエステル、例えばポリヘキサメチレンアジペートジオール（PHA）、ポリ（3 - メチルペンタメチレン）アジペートジオール（PMPA）、またはポリネオペンチルアジペートジオール（PNA）。他のポリエステルは、環状分子、例えばカプロラク톤の開環により製造できる（これによってポリカプロラクトンジオール、略してPCL、を得る）。

・ ポリカーボネート、例えばポリヘキサメチレンカーボネートジオール（PHC）、ポリペンタメチレンカーボネートジオール（PPMC）、ポリ（3 - メチル - ペンタメチレンカーボネート）ジオール（MPMC）、ポリテトラメチレンカーボネートジオール（PTMC）、それらの混合物および共重合体。

【 0 0 1 3 】

上記のポリエーテルおよびポリエステルの共重合により形成されるポリエステル - コ - ポリエステル、ならびにポリエステルおよびポリカーボネートの共重合により得られるポリエステル - コ - ポリカーボネートも、可撓性部分として使用できる。

【 0 0 1 4 】

例でポリウレタンの合成に使用するポリオールは、通常、数平均分子量が1000 ~ 3000、好ましくは1750 ~ 2250である。

【 0 0 1 5 】

硬質部分とは、重合体鎖の、有機ジイソシアネート、例えばメチレン - ビス - （4 - フェニルイソシアネート）（MDI）またはトルエンジイソシアネート（TDI）と、ジアミンもしくはグリコール鎖との反応から誘導される部分を意味する。実際、ポリウレタン合成の完了を、ジアミンで行い、ポリウレタン - 尿素が得られるか、またはグリコールで行い、ポリウレタンが得られることは良く知られている。

【 0 0 1 6 】

ポリウレタン - 尿素の製造における連鎖延長剤(chain extender)として使用できるジアミンは、脂肪族物質の中では、エチレンジアミン（EDA）、1, 3 - シクロヘキサジアミン（1, 3 - CHDA）、1, 4 - シクロヘキサジアミン（1, 4 - CHDA）、イソホロンジアミン（IPDA）、1, 3 - プロピレンジアミン（1, 3 - PDA）、2 - メチルペンタメチレンジアミン（MPDA）、1, 2 - プロピレンジアミン（1, 2 - PDA）、およびそれらの混合物である。連鎖延長剤として使用する芳香族ジアミンの典型的な例は、3, 3' - ジクロロ - 4, 4' - ジアミノジフェニルメタン、メチレン - ビス（4 - フェニルアミン）（MPA）、2, 4 - ジアミノ - 3, 5 - ジエチルトルエン、2, 4 - ジアミノ - 3, 5 - ジ（メチルチオ）トルエンである。該脂肪族および/または芳香族ジアミンは、反応容器に直接加えるか、または対応するイソシアネートと水との連鎖反応により、インサイチューで発生させることができる。ポリウレタンの連鎖延長は、ジオール、例えばエチレングリコール、ジエチレングリコール、テトラメチレングリコールおよびその混合物の添加によって得ることができる。最後に、連鎖延長は、ジカルボン酸、例えばマロン酸、コハク酸およびアジピン酸で行うこともできる。

【 0 0 1 7 】

ポリウレタンおよびポリウレタン尿素の合成に使用される反応は、通常、非プロトン性極性溶剤、例えばN, N - ジメチルアセトアミド（DMAc）、N, N - ジメチルホルム

アミド (DMF)、N-メチルピロリドン (NMP)、の中で行われる。上記の製造は、当業者には良く知られている。

【0018】

用語「剥離した親油性の薄層状クレーノポリウレタンナノ複合材料」は、ポリウレタンまたはポリウレタン-尿素（以下、特に指示がない限り、一般的な用語「ポリウレタン」とも呼ぶ）と、挿入された、または薄片状に剥離された構造が得られるまで緊密に混合した、親油性の薄層状クレーの分散物に関する。

【0019】

用語「剥離した官能化された親油性の薄層状クレーノポリウレタンナノ複合材料」は、インターカレートまたは剥脱された (exfoliated) 剥離構造が得られるまでポリウレタンとしっかりと混合された、官能化親油性薄層状クレーの分散液に関する。「親油性の薄層状クレー」は、薄層上に陰電荷および層間空間に無機陽イオンを有し、層間の間隔およびこれらの化学種中に挿入される重合体の相容性を増大させるために、該陽イオンが有機「オニウム」イオンで置換されている、薄層状ケイ酸塩（フィロケイ酸塩）を意味する。

【0020】

薄層状ケイ酸塩は、層間に、水分子、アルコール、ケトン、脂肪族、環状または芳香族アミン、もしくは他の極性物質を取り込み、その結果、膨潤することもできる。

【0021】

薄層状ケイ酸塩は、三重層構造を有することもでき、その際、各薄層は、シリカを基剤とする二つの四面体シート間に位置する、酸化ノ水酸化マグネシウムまたは酸化ノ水酸化アルミニウムを基剤とする八面体シートからなる。

【0022】

薄層状ケイ酸塩の例は、スメクチッククレー、例えばモンモリロン石、サボナイト、バイデライト、ノントロナイト、エクトライト、スチープンサイト、ベントナイト、パーミキュル石、ソーコナイト、マガダイト (magadite)、ケニアタイト (keniatite)、または上記クレーの置換体または誘導体、および関連する混合物である。好ましい薄層状クレーは、モンモリロン石、ベントナイトおよび関連する混合物から選択される。

【0023】

薄層状親油性クレー中に存在する「オニウム」イオンは、第1級、第2級、第3級または第4級アンモニウム化合物、ピリジニウム化合物、イミダゾリニウム化合物、ホスホニウム化合物、スルホニウム化合物、から選択される。「オニウム」化合物の好ましい例は、タロウ-アルキル-ビス(ヒドロキシエチル)メチルアンモニウムイオン、タロウ-アルキル-ビス(ヒドロキシメチル)メチルアンモニウムイオン、(水素化タロウアルキル)2-エチルヘキシルジメチルアンモニウムイオン、ビス(水素化タロウアルキル)ジメチルアンモニウムイオン、ビス(水素化タロウアルキル)メチルアンモニウムイオン、および(水素化タロウアルキル)ベンジルジメチルアンモニウムイオンである。

【0024】

用語「タロウ」は、ウシおよび/またはヒツジの脂肪組織に由来する脂肪物質を意味する。タロウは、グリセリドの形態で、オレイン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ミリスチン酸、およびリノール酸を、少量の他の脂肪酸およびコレステロールと共に含む。タロウの最も知られている特徴は、その凝固点が40~46であることである。用語タロウ-アルキルまたは水素化タロウ-アルキルは、商業的用語であり、通常、タロウに由来するC16~C18アルキル基の混合物を意味する。

【0025】

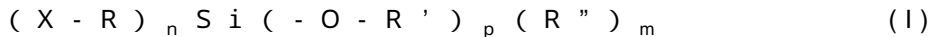
市場から入手可能な親油性薄層状クレー（従って、有機「オニウム」イオンを含む）の典型的な例は、タロウ-ベンジルジメチルアンモニウム陽イオンまたは(水素化タロウ)ベンジルジメチルアンモニウム陽イオンを含む親油性モンモリロン石である。

【0026】

薄層状親油性クレー層間距離が少なくとも17である。該距離は、X線回折により効率的に測定することができる。

【0027】

官能化された親油性薄層状クレーに関する限り、これらの物質は、一般式(1)を有する化合物から選択された一種以上の化合物との反応により、官能化を行った上記の親油性薄層状クレーである。



式中、 n は1～3の整数であり、 m は0～2の整数であり、 $p=4-n-m$ であり、

R は、アルキル、アルキルアリール、アリールアルキル、アルコキシアルキル、アルコキシアリール、アミノアルキル、アミノアリール基および対応するハロゲン化された物質から選択され、2～30個の炭素原子、好ましくは2～6個の炭素原子を有し、その際、少なくとも一個の水素原子が X により置換されているか、または RX は、UV安定化剤、ラジカル補足剤または酸化防止剤に由来する残基であり、該残基は、一般式(1)の化合物中に存在するケイ素原子に、好ましくはウレック($-NHCONH-$)またはウレタン($-OCONH-$)結合を通して、結合しており、

R' は、1～6、好ましくは1～3個の炭素原子を有するアルキル基であり、

R'' は、 H および1～6個の炭素原子を有するアルキル、アルコキシアルキル、アルキルアミノ-アルキル基から選択され、

X は、 $-OH$ 、 $-SH$ 、 $-S-M^+$ 、 $-O-M^+$ 、 $-NHR^1$ 、エポキシド生成物、 $-N=C=O$ 、 $-COOR^1$ 、ハロゲン、不飽和炭化水素、から選択され、 M^+ は、 Li^+ 、 Na^+ 、 K^+ から選択された金属陽イオンであり、 R^1 は、水素原子、または1～6個の炭素原子を有するアルキル基であり、 X は、好ましくは $-NH_2$ 、エポキシド生成物およびアルコールから選択され、上記の基は染色可能である。

【0028】

上記の化合物(1)の官能化により、クレーに結合した官能基 X によって親油性クレーを官能化された親油性クレーに変換することができる。化合物(1)中に存在する $O-R'$ 基のために、事実、化合物(1)の $R'-O-$ アルコキシ-シラン基と薄層の表面上の OH 基との間の反応により、特に安定なシロキサン共有結合($X-R-Si-O-$ 層)を形成し、 $-R-X$ 基をケイ酸塩薄層に固定することができる。該官能化は、非プロトン性極性溶剤、例えばDMF、中、温度60～90℃で、8～12時間で行うことができる。

【0029】

この官能化ならびにポリウレタン/親油性クレーおよびポリウレタン/官能化された親油性クレーナノ複合材料に関しては、Polytechnico di MilanoおよびAlcantara SpAの連名による同時係属特許出願中に、より詳細に記載されている。

【0030】

いずれの場合も、親油性クレー自体または官能化された親油性クレーの量は、ポリウレタン単独に対して1～12重量%、好ましくはポリウレタンに対して1～6重量%である。

【0031】

海島型構造を有する極細繊維の製造およびそれに続く、該極細繊維から出発して極細繊維状フェルトの製造に関する本発明の第一工程は、当業者には周知の技術、例えば欧州特許第EP-A-0584511号、米国特許第US-A-3,716,614号および第US-A-3,531,368号に記載されている技術により行う。本発明で使用する極細繊維の島成分は、ヤーン番手が、起毛織布-不織布を、例えば外被表面に使用する場合0.03～0.01 dtex (0.3～0.01 デニール)、好ましくは0.19～0.11 dtex (0.18～0.1 デニール)であり、極細繊維不織布を、例えば材料の軽さがより高いことを必要とする服地に使用する場合0.77～0.011 dtex (0.07～0.01 デニール)である。極細繊維状フェルトに、熱水に可溶な結合剤、例えばポリビニルアルコール、を先ず含浸させ、続いてそこから海洋成分を上記特許中に記載の公知の方法の一つにより抽出する。

【0032】

工程 (b) は、工程 (a) の後に得られた極細繊維状フェルトに、剥離した親油性薄層状クレーノポリウレタンナノ複合材料または剥離した官能化親油性薄層状クレーノポリウレタンナノ複合材料のいずれかの溶液もしくは分散液を含浸させ、続いてこれを凝固させることからなる。一実施態様では、工程 (a) で製造された極細繊維状フェルトを、剥離した親油性薄層状クレーノポリウレタンナノ複合材料または剥離した官能化親油性薄層状クレーノポリウレタンナノ複合材料のいずれかの溶液もしくは分散液中への一連の浸漬により、含浸させる。次いで、水中または水と非プロトン性溶剤、例えば D M F 溶液中で、例えば 2 0 ~ 5 0 の温度で凝固させる。本発明のこの工程の目的は、ポリウレタンナノ複合材料マトリックスを極細繊維状フェルトに固定することである。都合上、我々は、工程 (b) の最後で得られる製品を「生地」と呼ぶ。

【 0 0 3 3 】

本発明は、染色した起毛織布 - 不織布の製造方法であって、

(i) 上記工程 (b) の最後で得られた「生地」から出発し、厚さ約 1 m m のシートを製造し、前記切断シートの表面全体を研磨する工程、

(i i) 工程 (i) において製造したシートを、極細繊維状成分および / またはエラストマー状成分を染色することにより、染色する工程、および

(i i i) 所望により続いて行なう最終仕上げ処理

を含んでなる方法にも関する。

【 0 0 3 4 】

上記の極細繊維不織布は、ナノ複合材料エラストマー状マトリックスの量が 1 0 ~ 4 0 重量 %、好ましくは 1 8 ~ 3 5 重量 % である。

【 0 0 3 5 】

工程 (i) では、上記の工程 (b) に記載するようにして製造した生地を、厚さ約 1 m m のシートに切断し、続いて前記切断シートの表面全体を研磨し、極細繊維状のふさを立てる。工程 (i) は、公知の方法、例えば上記の特許に記載されている方法により行う。

【 0 0 3 6 】

工程 (i i) では、工程 (i) で製造したシートを染色する。親油性薄層状クレーをポリウレタンマトリックス中に取り入れる (親油性薄層状クレーノポリウレタンナノ複合材料を形成する) 場合、染色工程 (工程 i i) は、負に帯電した薄層とイオン系結合を形成し得る特殊な染料 (塩基性染料) またはクレーの層間空間中に存在する「オニウム」イオンとイオン系結合を形成し得る特殊な染料 (酸性染料) を使用して行うのが好ましい。

【 0 0 3 7 】

官能化された親油性薄層状クレーをポリウレタンマトリックス中に取り入れる (官能化された親油性薄層状クレーノポリウレタンナノ複合材料を形成する) 場合、染色工程 (工程 i i) は、反応性染料と呼ばれる、官能化された親油性クレー上に存在する官能基と共有結合を形成できる特殊な染料を使用して行うのが好ましい。このように結合された反応性染料は、極細繊維不織布をそのナノ複合材料マトリックス成分中で染色し、染色された極細繊維不織布に、水洗浄および石鹼 - 水洗浄の際の染料脱色に対する特に高い耐性を与えることができる。

【 0 0 3 8 】

極細繊維がポリエステル系 (例えばポリエチレンテレフタレート (P E T)、ポリプロピレンテレフタレート (P P T)、ポリブチレンテレフタレート (P B T)) である場合、工程 (i i) は、一つ以上の工程で行うことができる。極細繊維状成分用としては分散染料、エラストマー状成分用としては酸性染料または塩基性染料 (親油性薄層状クレーノポリウレタンナノ複合材料エラストマー状マトリックスが「オニウム」イオンを含み、クレーの薄層が最終的に負電荷を有する場合) または反応染料 (エラストマー状マトリックスが官能化された親油性クレーノポリウレタンナノ複合材料を含む場合) 等の染料を使用することができる。

【 0 0 3 9 】

バッチ染色されたポリエステル極細繊維を使用して極細繊維成分を作る場合、ナノ複合

材料エラストマー状成分単独の染色に対応して、単一工程における極細繊維不織布の染色も可能である。

【 0 0 4 0 】

極細繊維がポリアミド（例えばナイロン 6、ナイロン 6 - 6 またはナイロン 1 2）系である場合、単一染色工程を行うことができ、この場合、反応染料または酸性染料のいずれも使用できる（極細繊維およびポリウレタンナノ複合材料マトリックスの両方がともに染色される）。反対に、極細繊維の染色に分散染料を使用するには、2 工程製法（極細繊維およびポリウレタンナノ複合材料マトリックスの染色による）が必要である。

【 0 0 4 1 】

染色した製品の光に対する高い安定性を確保するための、分散染料に好ましい化学構造はアントラキノン型である。

【 0 0 4 2 】

該染色した製品の安定性は、染色工程の際に UV 安定剤を使用することにより、さらに増加させることができ、UV 安定剤は、染料と共に極細繊維に浸透することにより、染料自体の光分解に対する高い耐性を確保することができる。UV 安定剤による同様の処理は、完成した製品に対しても、仕上げ処理により行うことができる（工程 iii）。

【 0 0 4 3 】

ポリエステル極細繊維の染色サイクルの第一染色工程では、繊維を、低水溶性の染料（分散染料）、および染料を分散させ、繊維中への浸透性を促進する界面活性剤を含み、染料を繊維自体の内側に容易に浸透させるのに好適な pH 条件を有する水分散液と接触させる。ポリエステルをそのガラス転移温度より上に加熱し、染料が極細繊維の内側に拡散し易くするために、通常は 1 0 0 ~ 1 4 0 の温度を選択する。

【 0 0 4 4 】

他方、ナノ複合材料マトリックスを染色するサイクルは、クレ－上および分散染料上の両方に存在する反応基の性質に応じて、該極細繊維状複合材料を 2 0 ~ 1 0 0 の範囲の温度および 4 ~ 1 0 の pH 値に合わせることにより、行うことができる。染色工程の持続時間も、染料の種類、および（官能化されている場合、）クレ－上に存在する官能基、およびマトリックスの形態（高または低多孔度）によって異なる。持続時間は、通常、2 0 分から 1 ~ 2 時間である。

【 0 0 4 5 】

染色処理に加えて、その後に仕上げ処理を行い、さらに特殊な特性、例えば柔らかな感触、を与えることができる。仕上げ処理の種類の中で、完成した製品の処理、例えば、他の基材との結合、印刷、エンボス加工、張り合わせ、射出成形および熱成形、を、温度 2 5 0 までの加熱下で、該処理を加熱下で行うのに厳密に必要な時間、行う可能性も考えられる。

【 0 0 4 6 】

官能基を有するまたは有さない親油性クレ－を使用することにより、他の様々な利点を得ることもできる。本発明の方法は、例えば、染料のみならず、他の種類の添加剤、例えば UV 安定剤、難燃剤、防汚添加剤、も、これらの材料が、使用する官能化された親油性薄層クレ－上に存在する反応性官能基に、または親油性クレ－中に変性して存在する「オニウム」イオンに結合し得る、という条件下で、より安定なクレ－中に（すなわち共有結合の形成により）固定することができる。

【 0 0 4 7 】

本発明の方法には、極細繊維状複合材料の剛性をあまり増加させないという特徴を示す。この特性は、全く予期せぬことであり、最終製品が変化していないという感覚的特性、すなわちこの種の製品に特に高く評価される特性を維持するために、特に重要であると思われる。

【 0 0 4 8 】

本発明の方法により、官能化された親油性薄層クレ－/ポリウレタンナノ複合材料を形

成する前に式(1)を有する化合物に、あるいは、複合材料のエラストマー状マトリックスがポリウレタン／親油性薄層クレナノ複合材料またはポリウレタン／官能化された親油性薄層クレナノ複合材料のいずれかからなるという条件で、染色していない、またはすでに染色した複合材料極細繊維不織布に、直接固定することにより、極細繊維状複合材料上に添加剤（例えば、UV安定剤および防汚剤）を導入することができる。

【実施例】

【0049】

下記の例は、本発明をより深く理解するために記載する。

【0050】

材料の説明

下記の例では、極細繊維の製造にポリエチレンテレフタレート（以下、PET）、エラストマー状マトリックスとして、ポリウレタン（以下、PU）、およびアンモニウム陽イオンで変性したクレナ、または反応性官能基を含む懸垂鎖で官能化された形態（本発明）のいずれかで、使用する。

【0051】

PET極細繊維は、海島型の2成分複合紡糸により製造し、その際、本方法の(a)項の説明に記載した特許に広範囲に例示した方法により、PET（島成分）をポリスチレン（海洋成分）の存在下で紡糸する。これらの例で使用するPUは、4,4'-メチレン-ビス-(フェニルイソシアネート)（以下、MDI）から出発し、N,N-ジメチルホルムアミド（以下、DMF）中での合成により、製造した芳香族ポリウレタンであり、その際、MDIとジオール重合体（以下、ポリオール）の反応により得たプレポリマーを、上記特許（欧州特許第EP-A-0584511号、第EP-A-1323859号）にすでに記載したように、水を加えて延長する。使用するポリオールは、PU1として定義するポリウレタンにはPHC(MW2,000)およびPNA(MW2,000)、PU2として定義するポリウレタンにはPTMG(MW2,000)およびPCL(MW2,000)である。

【0052】

使用するクレナは、層間金属陽イオンを第4級アンモニウム塩で置換することにより変性したモンモリロン石である。特に、市販のモンモリロン石Dellite（登録商標）43B（Laviosa Chimica Mineraria SpA）を使用した。Dellite（登録商標）43Bは、タロウベンジルジメチルアンモニウムイオンを含む親油性モンモリロン石である。

【0053】

分散染料Rosso Dianix（登録商標）EFB(Disperse Red 60)、Dystar（登録商標）から市販、およびGiallo Terasil（登録商標）4G(Disperse Yellow 211)、Ciba（登録商標）から市販、を極細繊維の染色に使用し、酸性染料Rosso Telon（登録商標）FI(Acid Red 337)および塩基性染料Rosa Astrazon（登録商標）FG(Basic Red 13)、Dystarから市販、および反応性染料Cibacron（登録商標）Navy FN-B(Reactive Blue 238)およびBlue Lanazol（登録商標）3R(Reactive Blue 50)、Ciba（登録商標）から市販、をナノ複合材料マトリックスの染色に使用した。例6,12,13で使用した反応性安定化剤はCiba製のTinuvin（登録商標）213である。非含浸溶液を調整するために用いた安定化添加剤Irganox（登録商標）1010およびTinuvin（登録商標）326もCiba製である。

【0054】

例1 ポリエステル系ポリウレタン-尿素PU1の製造（塊状重合したもの）

共に分子量が2,000であるPHC266gおよびPNA114gを、窒素加圧した2.5リットル反応器中、65℃で、攪拌しながら、MDI139.4gと、イソシアネート/ジオールのモル比2.9/1で反応させた。反応開始から3時間後、こうして得られたプレポリマーを温度45℃に冷却し、含水量0.03%のDMFで、遊離NCO含有量1.46%で25重量%プレポリマーの溶液が得られるまで希釈した。温度を45℃に維持し、DBA3.1gおよび水5.9gをDMF117.5gに溶解させた液を5分間かけて徐々に加え、分子量43,000のポリウレタン-ポリ尿素を形成した。次いで、

温度を65 に上げ、反応器をさらに8時間攪拌し、最後に、経時的に安定した、20における粘度21,000 mPa・secのポリウレタン-尿素溶液が得られた。

【0055】

例2 ポリエステル系ポリウレタン-尿素系PU1の製造（重合は溶液中で行う）

予備重合反応をDMFの存在下で行う以外は、例1と同じ手順に従った。共に分子量が2,000であるPHC266gおよびPNA114gを、窒素加圧した2.5リットル反応器中、45 で、攪拌しながら、MDI139.6gと、イソシアネート/ジオールのモル比2.9/1で、含水量0.03%のDMFの存在下で反応させ、プレポリマーの30%溶液を得た。試薬接触から3時間後、NCO含有量1.66%の希釈されたプレポリマーが得られた。次いで、DBA3.1gおよび水5.9gをDMF305gに溶解させた液を10分間かけて徐々に加え、分子量43,000のポリウレタン-ポリ尿素を形成した。次いで、温度を65 に上げ、反応器をさらに8時間攪拌し、最後に、経時的に安定した、20における粘度20,000 mPa・secの25重量%ポリウレタン-尿素溶液が得られた。

例3 ポリエーテル/ポリエステル系ポリウレタン-尿素PU2の製造

共に分子量が2,000であるPTMG285gおよびPCL95gを、窒素加圧した2.5リットル反応器中、65 で、攪拌しながら、MDI134gと、イソシアネート/ジオールのモル比2.8/1で反応させた。反応開始から3時間後、こうして得られたプレポリマーを温度45 に冷却し、含水量0.03%のDMFで、遊離NCO含有量1.39%で25重量%プレポリマーの溶液が得られるまで希釈した。温度をなお45 に維持し、DBA8.6gおよび水5.1gをDMF119gに溶解させた液を5分間かけて徐々に加え、分子量15,000のポリウレタン-ポリ尿素を形成した。次いで、温度を65 に上げ、反応器をさらに8時間攪拌し、最後に、経時的に安定した、20における粘度23,000 mPa・secのポリウレタン-尿素溶液が得られた。

【0056】

例4 ポリウレタン/親油性薄層クレーナノ複合材料の溶液挿入方法による製造

磁気攪拌機を備えた2リットルビーカー中にDellite（登録商標）43Bを7g秤量して採り、DMF150gを加えた。この分散液を2～3時間攪拌し、次いで、ポリウレタンPU1またはPU2843gのDMF溶液、重合体16.6重量%（例1～3参照）、を加えた。溶液をさらに12～14時間攪拌してから使用した。こうして形成された分散液は、重合体14重量%および重合体に対してクレー5重量%を含み、総乾燥分含有量が14.74%であった。

【0057】

例5 ナノ複合材料ポリウレタン/アミノ基、エポキシ基、UV安定剤、または他の種類の官能基で官能化された親油性薄層クレーの製造、溶液挿入方法を使用する

例4に記載する手順と同じ手順を採用するが、今回は、市販の親油性クレー自体の代わりに、官能化されたDellite（登録商標）43Bクレーを使用し、官能化されたクレーを、DMF中に分散させる前に、およびいずれの場合も、ポリウレタンのDMF溶液を分散したクレーに加える前に、細かく粉末化させるように注意した。こうして得られた分散液は、生地の製造に使用するまで、攪拌していなければならない。Ciba（登録商標）製のUV安定剤Tinuvin（登録商標）213から出発して、UV安定剤を含む官能化されたDellite（登録商標）43Bクレーを製造した。官能化されたクレーの製造方法は、AlcantaraおよびPolytechnico di Milanoの連名による同時係属特許出願中に記載されている。

【0058】

例6 極細繊維不織布の製造

ポリスチレンマトリックス中のPET極細繊維（0.11～0.12 dtex（0.10～0.11デニール））からなる、下記の特性、すなわち4.2 dtex（3.8デニール）、長さ51mm、5捲縮/cm、伸張比2.5/1、を有するフロック繊維を製造する。特に、この繊維は、ポリエチレンテレフタレート極細繊維57重量部、ポリスチレンマトリックス40重量部およびポリスチレンマトリックス中に含まれるポリエチレン

リコール 3 重量部から製造されている。

【 0 0 5 9 】

断面で観察すると、この繊維は、ポリスチレンマトリックス中に包み込まれた P E T 極細繊維 1 6 本が存在することを示している。原料フェルトは、フロック繊維を使用して製造し、これを針 - 打ち抜き加工にかけ、密度 0.185 g/cm^3 を有する針 - 打ち抜き加工されたフェルトを形成する。この針 - 打ち抜き加工されたフェルトをポリビニルアルコール 2 0 重量 % 水溶液中に浸漬し、次いで乾燥させる。続いて、このように処理した針 - 打ち抜き加工されたフェルトを、トリクロロエチレン中に、繊維のポリスチレンマトリックスが完全に溶解するまで浸漬し、P E T 極細繊維製の不織布を形成する。次いで、こうして形成された極細繊維不織布を乾燥させ、「D フェルト」と呼ばれる中間製品を得る。

【 0 0 6 0 】

例 1 ~ 5 で製造したエラストマー溶液を、Irganox (登録商標) 1010 を 5 . 1 g および Tinuvin (登録商標) 326 を 1 5 . 4 g 含む D M F で希釈し、1 4 重量 % 溶液を形成した。こうして製造した溶液のフィルムを水中凝固させることにより、高多孔度を有する重合体を得られる。

【 0 0 6 1 】

D フェルトを例 1 ~ 5 のエラストマー溶液中に浸漬し、このように含浸させた極細繊維不織布を、先ず一對のロール間に通して絞り、続いて温度 4 0 に維持した水浴中に 1 時間浸漬する。こうして得られた凝固したシートを 8 0 に加熱した水浴中を通し、残留溶剤およびポリビニルアルコールを抽出する。乾燥後、ナノ複合エラストマー状マトリックス 3 2 % を含む複合材料極細繊維状シートが得られるので、これを厚さ 1 mm のシートに切断し、極細繊維のふさを立てるようになるため、全体を研磨にかける。その後の染色処理に即かけられる厚さ 0 . 8 mm のバフ生地が得られる。

【 0 0 6 2 】

例 7 分散染料による極細繊維不織布の染色

例 6 で製造したバフ生地を、分散染料 Rosso Dianix (登録商標) EFB を バフ生地 に対して 0 . 3 重量 % の量で含む水性染料浴中、1 2 0 で 1 時間操作することにより、染色にかけられる。処理の後、仕上がった、染色されたスエード調合成レザーが得られ、過剰の固定されていない染料を除去するために、これを塩基性環境中、ハイドロサルファイトでさらに還元洗浄処理した後、染料の、湿式摩擦 (A A T C C 8 - 2 0 0 1)、石鹼洗浄 (A A T C C 6 1 - 2 0 0 1) およびドライクリーニングに対する耐性の評価試験にかけられる。

【 0 0 6 3 】

下記の表に示す、染色した極細繊維不織布に関する評価は、下記のように行った。

- a) 試験試料 (洗浄用の多繊維フェルトおよび摩擦用の布地) に対する染料の放出において、汚れ度合いをグレー尺度 I S O 1 0 5 A 0 3 / グレースケールとの比較で評価する。
- b) 試験前後の試料の色合い変化において、I S O 1 0 5 A 0 2 グレー尺度を使用する。
- c) 適切なグレー尺度を使用する標準的なコントラストにより、評価 5 は色合いまたは色移りに変化が無いことに対応し、1 の評価は、使用するグレー尺度に現れる最大コントラストに対応する。

【 0 0 6 4 】

【表 1】

試験	評価
湿式摩擦	3 / 4
乾式摩擦	4
石鹼洗浄（色合い変化）	5
石鹼洗浄（多繊維上の脱色）	4
ドライクリーニング（色合い変化）	5
ドライクリーニング（多繊維上の脱色）	4 / 5

【0065】

【表 2】

試験	評価
湿式摩擦	4
乾式摩擦	4 / 5
石鹼洗浄（色合い変化）	5
石鹼洗浄（多繊維上の脱色）	5
ドライクリーニング（色合い変化）	5
ドライクリーニング（多繊維上の脱色）	5

【0066】

例 8 酸性染料による、極細繊維不織布（ポリウレタン／親油性薄層クレナノ複合材料で含浸）のエラストマー状成分の染色

最初のものの代わりに、バフ生地を、例 6 に記載するように、全体染色した PET から出発し、例 4 で製造したポリウレタン／クレナノ複合材料を使用して製造した。ポリウレタンナノ複合材料マトリックスの染色は、酸性染料 Rosso FL Telon をバフ生地に対して 3 重量 % の量で含む pH 7 の水性染色浴中、80 で 45 分間操作することにより行う。

【0067】

処理の最後に、過剰の固定されていない染料を除去するために界面活性剤を使用して、65 で 20 分間洗浄し、ポリウレタン部分が染色された極細繊維不織布が得られ、それを湿式摩擦（AATCC 8 - 2001）、石鹼洗浄（AATCC 61 - 2001）およびドライクリーニングに対する染料耐性の評価試験にかけ、その値を下記の表に示す。

【0068】

【表 3】

試験	評価
湿式摩擦	4
乾式摩擦	4
石鹼洗浄（色合い変化）	5
石鹼洗浄（多繊維上の脱色）	4 / 5
ドライクリーニング（色合い変化）	5
ドライクリーニング（多繊維上の脱色）	4 / 5

【0069】

例 9 塩基性染料による、極細繊維不織布（ポリウレタン／親油性薄層クレナノ複合材料で含浸）のエラストマー状成分の染色

バフ原料を、例 6 に記載するように、全体染色した PET から出発し、例 4 で製造したポリウレタン／親油性薄層クレナノ複合材料を使用して製造した。ポリウレタンナノ複合材料マトリックスの染色は、塩基性染料 Astrazon Rosa（登録商標）FG をバフ生地の合

成極細繊維状織 - 不織布に対して3重量%の量で含むpH4.5の水性染色浴中、80で1時間操作することにより行う。

【0070】

処理の最後に、過剰の固定されていない染料を除去するために界面活性剤を使用して、65で20分間洗浄し、ポリウレタン部分が染色された極細繊維不織布が得られ、それを湿式摩擦(AATCC8-2001)、石鹼洗浄(AATCC61-2001)およびドライクリーニングに対する染料耐性の評価試験にかけ、その値を下記の表に示す。

【0071】

【表4】

試験	評価
湿式摩擦	2 / 3
乾式摩擦	3 / 4
石鹼洗浄 (色合い変化)	5
石鹼洗浄 (多繊維上の脱色)	4 / 5
ドライクリーニング (色合い変化)	5
ドライクリーニング (多繊維上の脱色)	4 / 5

【0072】

例10 反応性染料による、極細繊維不織布(ポリウレタン/官能化された親油性薄層クレイナノ複合材料)中のエラストマー成分の染色

パフ生地を、例6に記載するように、全体染色したPETから出発し、例5で製造した、ナノ複合材料ポリウレタン/アミノ基で官能化された親油性薄層クレイを使用して製造した。

【0073】

エラストマー状ナノ複合材料マトリックスの染色は、反応性染料Cibacron(登録商標) Navy FN-Bを使用し、下記の条件下で行う。

1. マトリックス中から染料の取りだしを行うため、パフ生地を、3%の染料を含むNaCl 60g/l食塩水溶液を使用し、80で30分間処理、および
2. 染料を反応性の形態にし得るNa₂CO₃ 18g/lの溶液を加えた後、60で1時間のパフ生地の染色を行う。

【0074】

処理の後、ポリウレタン部分で染色された極細繊維不織布が得られ、これを、界面活性剤を使用し、80で20分間洗浄し、過剰の固定されていない染料を除去した後、湿式摩擦(AATCC8-2001)、石鹼洗浄(AATCC61-2001)およびドライクリーニングに対する染料耐性の評価試験にかけ、その値を下記の表に示す。

【0075】

【表5】

試験	評価
湿式摩擦	3 / 4
乾式摩擦	4
石鹼洗浄 (色合い変化)	5
石鹼洗浄 (多繊維上の脱色)	5
ドライクリーニング (色合い変化)	5
ドライクリーニング (多繊維上の脱色)	5

【0076】

同様に、パフ生地の別の部分を、ナノ複合エラストマー状マトリックスで、反応性染料Lanasol(登録商標)Blue 3Rで、pH8.5の3%染料水溶液ヲ使用し、80で1時間

染色した。

【 0 0 7 7 】

処理の後、ポリウレタン部分が染色された極細繊維不織布が得られ、これを、界面活性剤を使用し、80 で20分間洗浄し、過剰の固定されていない染料を除去した後、湿式摩擦（AATCC 8 - 2001）、石鹼洗浄（AATCC 61 - 2001）およびドライクリーニングに対する染料耐性の評価試験にかけ、その値を下記の表に示す。

【 0 0 7 8 】

【表 6】

試験	評価
湿式摩擦	3 / 4
乾式摩擦	4
石鹼洗浄（色合い変化）	5
石鹼洗浄（多繊維上の脱色）	5
ドライクリーニング（色合い変化）	5
ドライクリーニング（多繊維上の脱色）	5

【 0 0 7 9 】

反応性染料による染色は、全体染色したPETから出発し、例6に記載するようにして、ただし、ポリウレタン/アミド基の代わりにエポキシド基を有する官能化された親油性薄層クレーのナノ複合材料マトリックス（例5に記載するようにして製造した）を使用して製造した極細繊維不織布にも行った。反応性染料で染色処理する前に、水性アルカリ性環境で行うエポキシ環を開くための処理（pH 10、温度80 で20分間）を行い、染料の洗浄および摩擦に対する耐性に関して、前の結果と類似の結果を得た。

【 0 0 8 0 】

例 1 1 極細繊維不織布の、（官能化されたナノ複合材料マトリックスにおける）反応性染料および（繊維における）分散染料による染色

例5に記載するようにして製造したエラストマー状ナノ複合材料ポリウレタン/アミノ基で官能化された親油性薄層クレーを使用し、例6に記載するようにして製造したバフ生地を、そのナノ複合材料エラストマー状マトリックスで、Cibacron（登録商標）Navy FN-Bを使用し、前の例ですでに説明したのと同様にして染色した。

【 0 0 8 1 】

染色されたバフ生地を、界面活性剤を使用し、80 で20分間洗浄し、固定されていない染料を除去した後、次いで、その繊維成分を、分散染料Rosso Dianix（登録商標）E-FBを使用し、例7ですでに説明した条件で染色した。ナノ複合材料エラストマー状マトリックスを反応性染料で、および繊維成分を分散染料で染色した後、得られたバフ生地は、繊維の色とエラストマー状マトリックスの色の間の中間色を有する（バイオレット色が得られる）。次いで、染色した極細繊維不織布を、湿式摩擦（AATCC 8 - 2001）、石鹼洗浄（AATCC 61 - 2001）およびドライクリーニングに対する染料耐性の評価試験にかけ、その値を下記の表に示す。

【 0 0 8 2 】

【表 7】

試験	評価
湿式摩擦	3 / 4
乾式摩擦	4
石鹼洗浄（色合い変化）	5
石鹼洗浄（多繊維上の脱色）	4
ドライクリーニング（色合い変化）	5
ドライクリーニング（多繊維上の脱色）	4 / 5

【0083】

例 1 2 ナノ複合材料 P U 2 / U V 安定剤で官能化された親油性薄層クレーを使用する、極細繊維不織布のパフ生地の製造

例 5 に記載するようにして製造されたエラストマー状ナノ複合材料 P U 2 / U V 安定剤で官能化された親油性薄層クレーで、例 6 に記載するようにして、パフ生地を製造したが、この場合、含浸溶液で添加剤 Tinuvin' 326 (U V 安定剤) の添加を省略した。

【0084】

例 1 3 ポリウレタン / U V 安定剤で官能化された親油性薄層クレーのナノ複合材料を含む極細繊維不織布生地の促進 U V エージング試験

クレーに結合した添加剤の効果を評価するために、比較試料として、U V 安定剤 Tinuvin (登録商標) 326 を添加せずに製造した もとのパフ生地である P U 2 を使用し、例 1 2 で得られた極細繊維不織布の試料を U V 促進エージング試験にかけた。採用した条件は、規格 D I N 7 5 2 0 2 (P V 1 3 0 3) に規定される条件、特に

- ・チャンバーの相対湿度 = $20 \pm 10\%$
- ・照射 = $60 \text{ W} / \text{m}^2$ (積算 $300 \sim 400 \text{ nm}$)
- ・黒色パネル温度 = 100 ± 3
- ・チャンバー温度 = 65 ± 3
- ・露出持続時間 = 1 Fakra ($10 \text{ MJ} / \text{m}^2$)

である。

【0085】

クレーに結合した U V 安定剤を含むパフ生地は、もとのパフ生地よりも耐性がはるかに高く、添加剤を含まない比較試料よりも黄変度が低く、より優れた物理的 - 機械的特性を有することが示された。