

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

D06M 13/288 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200410056247.1

[45] 授权公告日 2008 年 2 月 20 日

[11] 授权公告号 CN 100370075C

[22] 申请日 2004.8.6

[21] 申请号 200410056247.1

[30] 优先权

[32] 2003.8.7 [33] JP [31] 288493/03

[73] 专利权人 竹本油脂株式会社

地址 日本爱知县蒲郡市

[72] 发明人 皆藤诚 佐原慎司 稻垣邦保

[56] 参考文献

CN1361325A 2002.1.31

US5545481A 1996.8.13

涤纶 FDY 油剂的组成及应用研究. 秦志忠. 合成纤维, 第 31 卷第 2 期. 2002

合成纤维纺丝油剂的研制进展. 郭建国, 朱诚身, 张漪聪, 杨静娴. 中原工学院学报, 第 13 卷第增刊期. 2002

烷基磷酸酯钾盐的质量探讨. 舒建生. 金山油化纤, 第 4 期. 1999

审查员 刘 丹

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 郭 煜 庞立志

权利要求书 4 页 说明书 27 页

[54] 发明名称

合成纤维处理剂的低浓度水性液的制备方法、该水性液及合成纤维的处理方法

[57] 摘要

本发明提供可以将低浓度水性液制备成为具有便宜且长期不产生浮游物和沉淀的优良的稳定性的低浓度水性液的方法, 该低浓度水性液是含有在常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的低浓度水性液, 还提供用该方法制备的该低浓度水性液及使用该低浓度水性液的合成纤维的处理方法。在制备含有常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的低浓度水性液时, 在搅拌下, 缓慢将常温下为固体的酸性烷基磷酸酯加入到含有部分中和该酸性烷基磷酸酯的量的氢氧化钾的水性液中, 制成含有常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的 0.1 ~ 10 重量%低浓度水性液。

1. 合成纤维处理剂的低浓度水性液的制备方法，其特征在于，在制备含有常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的低浓度水性液时，在搅拌下，缓慢将常温下为固体的酸性烷基磷酸酯加入到含有部分中和该酸性烷基磷酸酯的量的氢氧化钾的水性液中，制成含有常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的 0.1~10 重量%低浓度水性液。

2. 权利要求 1 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液的制备方法，在搅拌下，缓慢将常温下为固体的酸性烷基磷酸酯加入到含有部分中和该酸性烷基磷酸酯的量的氢氧化钾的水性液中后，进一步加入下述的 A 成分和/或 B 成分，制成含有常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的 0.1~10 重量%低浓度水性液，

A 成分：选自脂肪族一元醇的烯化氧加成物、取代芳香族一元醇的烯化氧加成物、脂肪族胺的烯化氧加成物、有机磺酸盐、高级脂肪酸盐、常温下为液状的酸性烷基磷酸酯的盐、烯基磷酸酯盐、氧化亚烷基烷基醚磷酸酯盐、聚氧化亚烷基烷基醚磷酸酯盐、氧化亚烷基烯基醚磷酸酯盐和聚氧化亚烷基烯基醚磷酸酯盐中的 1 种或更多，

B 成分：选自脂肪族酰胺的烯化氧加成物、聚氧化亚烷基多元醇脂肪酸酯、脂肪酸的烯化氧加成物、多元醇的脂肪酸部分酯、有机硫酸盐、两性表面活性剂、阳离子表面活性剂、合成酯化合物、聚醚化合物、聚醚酯化合物、聚醚聚酯化合物、动植物油、蜡、矿物油、聚硅氧烷化合物、脂肪族羧基化合物、低级脂肪酸和低级脂肪酸盐中的 1 种或更多。

3. 权利要求 1 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液的制备方法，其中，含有氢氧化钾的水性液进一步含有下述的 A 成分，

A 成分：选自脂肪族一元醇的烯化氧加成物、取代芳香族一元醇的烯化氧加成物、脂肪族胺的烯化氧加成物、有机磺酸盐、高级脂肪酸盐、常温下为液状的酸性烷基磷酸酯的盐、烯基磷酸酯盐、氧化亚烷基烷基醚磷酸酯盐、聚氧化亚烷基烷基醚磷酸酯盐、氧化亚烷基烯基醚磷酸酯盐和聚氧化亚烷基烯基醚磷酸酯盐中的 1 种或更多。

4. 权利要求 2 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液的制备方法，其中含有氢氧化钾的水性液进一步含有下述的 A 成分，

A 成分：选自脂肪族一元醇的烯化氧加成物、取代芳香族一元醇的烯化氧加成物、脂肪族胺的烯化氧加成物、有机磺酸盐、高级脂肪酸盐、常温下为液状的酸性烷基磷酸酯的盐、烯基磷酸酯盐、氧化亚烷基烷基醚磷酸酯盐、聚氧化亚烷基烷基醚磷酸酯盐、氧化亚烷基烯基醚磷酸酯盐和聚氧化亚烷基烯基醚磷酸酯盐中的 1 种或更多。

5. 权利要求 2 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液的制备方法，其中，常温下为固体的酸性烷基磷酸酯是烷基的碳原子数为 16~18 的酸性烷基磷酸酯。

6. 权利要求 3 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液的制备方法，其中，常温下为固体的酸性烷基磷酸酯是烷基的碳原子数为 16~18 的酸性烷基磷酸酯。

7. 权利要求 4 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液的制备方法，其中，常温下为固体的酸性烷基磷酸酯是烷基的碳原子数为 16~18 的酸性烷基磷酸酯。

8. 权利要求 5 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液的制备方法，其中，常温下为固体的酸性烷基磷酸酯是酸价为 100~300 KOHmg/g、磷酸化度为 0.6~1 的酸性烷基磷酸酯。

9. 权利要求 6 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液的制备方法，其中，常温下为固体的酸性烷基磷酸酯是酸价为 100~300KOHmg/g、磷酸化度为 0.6~1 的酸性烷基磷酸酯。

10. 权利要求 7 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液的制备方法，其中，常温下为固体的酸性烷基磷酸酯是酸价为 100~300KOHmg/g、磷酸化度为 0.6~1 的酸性烷基磷酸酯。

11. 权利要求 8 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液的制备方法，其中，部分中和酸性烷基磷酸酯的量的氢氧化钾是中和酸性烷基磷酸酯的酸价的 70~99% 的量的氢氧化钾。

12. 权利要求 9 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液的制备方法，其中，部分中和酸性烷基磷酸酯的量的氢氧化钾是中和酸性烷基磷酸酯的酸价的 70~99% 的量的氢氧化钾。

13. 权利要求 10 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液的制备方法，其中，部分中和酸性烷基磷酸酯的量的氢氧化钾是中和酸性烷基磷酸酯的酸价的 70~99% 的量的氢氧化钾。

14. 由权利要求 1 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液的制备方法得到的合成纤维处理剂的低浓度水性液。

15. 由权利要求 2 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液的制备方法得到的合成纤维处理剂的低浓度水性液。

16. 由权利要求 3 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液的制备方法得到的合成纤维处理剂的低浓度水性液。

17. 由权利要求 4 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液的制备方法得到的合成纤维处理剂的低浓度水性液。

18. 权利要求 15 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液, 合成纤维处理剂在整个 100 重量份中, 含有 55~85 重量份常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐、总计 15~45 重量份的 A 成分和/或 B 成分。

19. 权利要求 16 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液, 合成纤维处理剂在整个 100 重量份中, 含有 55~85 重量份常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐、总计 15~45 重量份的 A 成分和/或 B 成分。

20. 权利要求 17 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液, 合成纤维处理剂在整个 100 重量份中, 含有 55~85 重量份常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐、总计 15~45 重量份的 A 成分和/或 B 成分。

21. 合成纤维的处理方法, 对合成纤维附着权利要求 14 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液, 以合成纤维处理剂计, 使之为 0.1~1 重量%。

22. 合成纤维的处理方法, 对合成纤维附着权利要求 15 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液, 以合成纤维处理剂计, 使之为 0.1~1 重量%。

23. 合成纤维的处理方法, 对合成纤维附着权利要求 16 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液, 以合成纤维处理剂计, 使之为 0.1~1 重量%。

24. 合成纤维的处理方法, 对合成纤维附着权利要求 17 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液, 以合成纤维处理剂计, 使之为 0.1~1 重量%。

25. 合成纤维的处理方法, 对合成纤维附着权利要求 18 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液, 以合成纤维处理剂计, 使之为 0.1~1 重量%。

26. 合成纤维的处理方法，对合成纤维附着权利要求 19 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液，以合成纤维处理剂计，使之为 0.1~1 重量%。

27. 合成纤维的处理方法，对合成纤维附着权利要求 20 所述的合成纤维处理剂的低浓度水性液，以合成纤维处理剂计，使之为 0.1~1 重量%。

合成纤维处理剂的低浓度水性液的制备方法、 该水性液及合成纤维的处理方法

技术领域

本发明涉及制备合成纤维处理剂的低浓度水性液的方法，该低浓度水性液是含有在常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的低浓度水性液且长期稳定，因而可以长期按照要求使合成纤维处理剂附着到合成纤维上，本发明还涉及用该方法得到的合成纤维处理剂的低浓度水性液及使用该合成纤维处理剂的低浓度水性液的合成纤维的处理方法。

背景技术

在合成纤维的纺丝乃至加工工厂中，作为抗静电剂成分乃至润滑剂成分，常常使合成纤维处理剂附着到合成纤维上，该合成纤维处理剂含有常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐、通常为烷基的碳原子数 12 ~ 22 的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分。一般来说，在与合成纤维的制造乃至加工工厂不同的化学工厂，将这种合成纤维处理剂制成 20 ~ 60 重量 % 左右的高浓度水性液或浆液，在运输到合成纤维的纺丝乃至加工工厂后，在合成纤维的纺丝乃至加工工厂，将其制备成为 0.1 ~ 10 重量 % 左右的低浓度水性液后，使其附着到合成纤维上（例如参见专利文献 1）。

制备如前所述的合成纤维处理剂的高浓度水性液或浆液后，在实际使用前的期间，实际情况是，其保管和运输需长达数个月 ~ 半年左右，但是这样的话，原来合成纤维处理剂的高浓度水性液或浆液含有 40 ~ 80 重量 % 左右的水，当然其保管和运输所需的费用就会增多，特别是在需要保管和运输的期间，合成纤维处理剂的高浓度水性液或浆液的品质恶化，而且在其后制备的低浓度水性液中产生浮游物和沉淀，如此低浓度水溶液即使附着到合成纤维上，也存在不能赋予合成纤维所要求的性能的问题。

【专利文献 1】特开 2002 - 20971 号公报

发明内容

发明要解决的课题在于提供可以将低浓度水性液制备成为便宜且

具有长期不产生浮游物和沉淀的优良的稳定性的低浓度水性液的方法，该低浓度水性液是含有常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的低浓度水性液，在合成纤维的纺丝乃至加工工厂，使之附着到合成纤维上；本发明还提供用该方法制备的合成纤维处理剂的低浓度水性液及使用该合成纤维处理剂的低浓度水性液的合成纤维的处理方法。

于是，本发明人等为了解决上述课题，进行了研究，结果发现，在制备含有常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的低浓度水性液时，在搅拌下，缓慢将常温下为固体的酸性烷基磷酸酯加入到含有部分中和该酸性烷基磷酸酯的量的氢氧化钾的水性液中，制成含有常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的 0.1~10 重量% 低浓度水性液是很适用的。

即，本发明涉及合成纤维处理剂的低浓度水性液的制备方法，其特征在于，在制备含有常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的低浓度水性液时，在搅拌下，缓慢将常温下为固体的酸性烷基磷酸酯加入到含有部分中和该酸性烷基磷酸酯的量的氢氧化钾的水性液中，制成含有常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的 0.1~10 重量% 低浓度水性液。

本发明还涉及用如前所述的本发明的合成纤维处理剂的低浓度水性液的制备方法得到的合成纤维处理剂的低浓度水性液。

本发明进一步涉及使如前所述的本发明的合成纤维处理剂的低浓度水性液附着到合成纤维上，以合成纤维处理剂计，达到 0.1~1 重量%。

首先，就本发明的合成纤维处理剂的低浓度水性液的制备方法（以下仅称为本发明的制备方法）进行说明。本发明的制备方法是如下的方法，在制备含有常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的低浓度水性液时，在搅拌下，缓慢将常温下为固体的酸性烷基磷酸酯加入到含有部分中和该酸性烷基磷酸酯的量的氢氧化钾的水性液中，制成含有常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的 0.1~10 重量% 低浓度水性液。

在本发明的制备方法中，供部分中和用的酸性烷基磷酸酯在常温下是固体。作为该酸性烷基磷酸酯，通常适用烷基的碳原子数为 12~

22 的酸性烷基磷酸酯，优选烷基的碳原子数为 16~18 的酸性烷基磷酸酯。如果例示这些酸性烷基磷酸酯，可以举出酸性十二烷基磷酸酯、酸性十三烷基磷酸酯、酸性十四烷基磷酸酯、酸性十五烷基磷酸酯、酸性十六烷基磷酸酯、酸性十七烷基磷酸酯、酸性十八烷基磷酸酯、酸性十九烷基磷酸酯、酸性二十烷基磷酸酯、酸性二十二烷基磷酸酯等。这些酸性烷基磷酸酯包括单酯体的单独物、二酯体的单独物、单酯体和二酯体的混合物，二酯体包括具有相同的烷基的二酯体（对称形的二酯）和具有不同烷基的二酯体（非对称形的二酯体）。可以用公知的方法合成如以上的酸性烷基磷酸酯。例如，可以通过磷酸酐和碳原子数为 12~22 的饱和脂肪族醇的磷酸酯化反应合成。

在本发明的制备方法中，作为供部分中和用的如前所述的酸性烷基磷酸酯，优选酸价 100~300KOHmg/g、较优选酸价 160~210KOHmg/g 的酸性烷基磷酸酯。另外优选磷酸化度为 0.6~1、较优选 0.65~0.90 的酸性烷基磷酸酯。其中，磷酸化度是从用公知的磷的定量分析法即磷-钼酸比色法得到的磷的含量，算出相对于所用的脂肪族醇 1 摩尔结合了几摩尔磷的值。

在本发明的制备方法中，作为供部分中和用的酸性烷基磷酸酯，对其形状没有特别的限定，优选片状或者粉粒状，其中，较优选厚度 0.5~1.5mm 的片状或者粒径 0.7mm 或以下的粉粒状的酸性烷基磷酸酯。

在本发明的制备方法中，作为部分中和如以上说明的常温下为固体的酸性烷基磷酸酯的量的氢氧化钾，优选制成中和 70~99% 的该酸性烷基磷酸酯的酸价的量的氢氧化钾，较优选制成中和 70~95% 的该酸性烷基磷酸酯的酸价的量的氢氧化钾。

本发明的制备方法可以如以上说明的，在搅拌下，缓慢将常温下为固体的酸性烷基磷酸酯加入到含有部分中和该酸性烷基磷酸酯的量的氢氧化钾的水性液中，使之生成常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐，将其制成含有该常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的 0.1~10 重量%低浓度水性液。该低浓度水性液也可以仅含有常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为合成纤维处理剂的成分，也可进一步含有其它成分。作为该其它成分，可以举出下述的 A 成分和/或 B 成分。

A 成分：选自脂肪族一元醇的烯化氧加成物、取代芳香族一元醇的烯化氧加成物、脂肪族胺的烯化氧加成物、有机磺酸盐、高级脂肪酸盐、常温下为液状的酸性烷基磷酸酯的盐、烯基磷酸酯盐、(聚)氧化亚烷基烷基醚磷酸酯盐和(聚)氧化亚烷基烯基醚磷酸酯盐中的1种或更多。

B 成分：选自脂肪族酰胺的烯化氧加成物、聚氧化亚烷基多元醇脂肪酸酯、脂肪酸的烯化氧加成物、多元醇的脂肪酸部分酯、有机硫酸盐、两性表面活性剂、阳离子表面活性剂、合成酯化合物、聚醚化合物、聚醚(聚)酯化合物、动植物油、蜡、矿物油、聚硅氧烷化合物、脂肪族羟基化合物、低级脂肪酸和低级脂肪酸盐中的1种或更多。

作为 A 成分的脂肪族一元醇的烯化氧加成物，可以使用公知的加成物，其中优选碳原子数 8~22 的脂肪族一元醇的碳原子数 2 或 3 的烯化氧加成物。作为碳原子数 8~22 的脂肪族一元醇，可以举出辛醇、壬醇、癸醇、十一烷醇、十二烷醇、十三烷醇、十四烷醇、十五烷醇、十六烷醇、十七烷醇、十八烷醇、2-乙基己基醇、3, 5, 5-三甲基己基醇、辛烯基醇、十六碳烯醇、十八碳烯醇等，另外，作为碳原子数为 2 或 3 的烯化氧，可以举出环氧乙烷、环氧丙烷。作为烯化氧的加成摩尔数，优选 1~40 摩尔，另外，作为烯化氧的加成形式，可以举出无规状、嵌段状、无规·嵌段状。

作为 A 成分的取代芳香族一元醇的烯化氧加成物，可以使用公知的加成物，其中优选经碳原子数为 8~18 的烷基取代的取代芳香族一元醇的碳原子数为 2 或 3 的烯化氧加成物。作为经碳原子数为 8~18 的烷基取代的取代芳香族一元醇，可以举出辛基苯酚、壬基苯酚、十三烷基苯酚等。另外，作为碳原子数为 2 或 3 的烯化氧，可以举出环氧乙烷、环氧丙烷。作为烯化氧的加成摩尔数，优选 1~20 摩尔，另外，作为烯化氧的加成形式，与脂肪族一元醇的烯化氧加成物中所述的一样。

作为 A 成分的脂肪族胺的烯化氧加成物，可以使用公知的加成物，其中优选碳原子数为 8~18 的脂肪族胺的碳原子数为 2 或 3 的烯化氧加成物。作为碳原子数为 8~18 的脂肪族胺，可以举出 1) 辛胺、壬胺、月桂胺、肉豆蔻胺、鲸蜡胺、硬脂胺等碳原子数为 8~18 的脂肪族伯胺，2) 二辛基胺、二壬基胺、二月桂基胺、二肉豆蔻基胺、二

鲸蜡基胺、二硬脂基胺等碳原子数为 8~18 的脂肪族仲胺。另外，作为碳原子数为 2 或 3 的烯化氧，可以举出环氧乙烷、环氧丙烷。作为烯化氧的加成摩尔数，优选 1~20 摩尔，另外，作为烯化氧的加成形式，与脂肪族一元醇的烯化氧加成物中所述的一样。

作为 A 成分的有机磺酸盐，可以使用公知的磺酸盐，其中优选碳原子数为 6~22 的有机磺酸盐，较优选碳原子数为 6~22 的有机磺酸的碱金属盐、胺盐或者磷盐。作为碳原子数为 6~22 的有机磺酸盐，可以举出 1) 癸基磺酸、十二烷基磺酸、异十三烷基磺酸、十四烷基磺酸、十六烷基磺酸等烷基磺酸，2) 丁基苯磺酸、十二烷基苯磺酸、十八烷基苯磺酸、二丁基萘磺酸等烷芳基磺酸，3) 二辛基磺基琥珀酸酯、二丁基磺基琥珀酸酯、十二烷基磺基乙酸酯、壬基苯氧基聚乙二醇磺基乙酸酯等酯磺酸。另外，作为构成有机磺酸的碱金属盐的碱金属，可以举出钠、钾、锂等。作为构成有机磺酸的胺盐的胺，可以举出 1) 甲胺、二甲胺、三甲胺、乙胺、二乙胺、三乙胺、丁胺、二丁胺、三丁胺、辛胺等脂肪族胺，2) 苯胺、吡啶、吗啉、哌嗪或它们的衍生物等芳香族胺类或杂环胺，3) 一乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺、异丙醇胺、二异丙醇胺、三异丙醇胺、丁基二乙醇胺、辛基二乙醇胺、十二烷基二乙醇胺等烷醇胺等。作为构成有机磺酸的磷盐的有机磷基，可以举出 1) 四甲基磷、三乙基甲基磷、三丙基乙基磷、四丁基磷、二(2-羟乙基)·二甲基磷、二(3-羟丙基)·二甲基磷、三(2-羟乙基)·甲基磷等与磷原子结合的有机基是总碳原子数为 1~5 的脂肪族烃基或者碳原子数为 2~3 的羟烷基时的有机磷基，2) 三乙基辛基磷、三甲基月桂基磷、三甲基硬脂基磷、三(2-羟乙基)·辛基磷等与磷原子结合的有机基之一是碳原子数为 6~18 的脂肪族烃基且剩余的三个基团为碳原子数为 1~5 的脂肪族烃基或碳原子数为 2~3 的羟烷基时的有机磷盐，3) 二甲基·二辛基磷、二乙基·二月桂基磷、二(2-羟乙基)·二硬脂基磷、三辛基·甲基磷等与磷原子结合的任意 2 个或以上的有机基是碳原子数为 6~18 的脂肪族烃基且剩余的 2 个或以下的基团为碳原子数为 1~5 的脂肪族烃基或碳原子数为 2~3 的羟烷基时的有机磷基等。

作为 A 成分的高级脂肪酸盐，可以使用公知的高级脂肪酸盐，优选碳原子数为 8~22 的脂肪族一羧酸的碱金属盐或胺盐。作为碳原子

数为 8~22 的有机羧酸,可以举出己酸、辛酸、癸酸、十一烷酸、月桂酸、十三烷酸、肉豆蔻酸、十五烷酸、棕榈酸、硬脂酸、十九烷酸、花生酸、山萮酸等饱和脂肪族一羧酸,2)5-十二碳烯酸、十六碳烯酸、油酸、反油酸、异油酸等脂肪族单烯一羧酸,3)亚油酸、亚麻酸、花生四烯酸等脂肪族非共轭多烯一羧酸等。构成该脂肪族一羧酸的盐的碱金属或胺,与有机磺酸盐中所述的一样。

作为 A 成分的常温下为液体的酸性烷基磷酸酯的盐,可以使用公知的盐,其中,优选烷基的碳原子数为 4~11 的酸性烷基磷酸酯的碱金属盐。其中可以举出丁基磷酸酯、戊基磷酸酯、己基磷酸酯、庚基磷酸酯、辛基磷酸酯、异辛基磷酸酯、2-乙基己基磷酸酯、癸基磷酸酯等的碱金属盐。这些酸性烷基磷酸酯的碱金属盐包括单酯体的单独物、二酯体的单独物、单酯体和二酯体的混合物,二酯体包括具有相同烷基的二酯体(对称形的二酯)和具有不同烷基的二酯体(非对称形的二酯)。

作为 A 成分的烯基磷酸酯盐,可以使用公知的盐,其中优选烯基的碳原子数为 14~18 的烯基磷酸酯碱金属盐。其中可以举出十四碳烯基磷酸酯碱金属盐、十六碳烯基磷酸酯碱金属盐、十八碳烯基磷酸酯碱金属盐等。这些烯基磷酸酯碱金属盐包括单酯体的单独物、二酯体的单独物、单酯体和二酯体的混合物,二酯体包括具有相同烯基的二酯体(对称形的二酯)和具有不同烯基的二酯体(非对称形的二酯)。

作为 A 成分的(聚)氧化亚烷基烷基(或者烯基)醚磷酸酯盐,可以使用公知的酯盐,其中优选烷基的碳原子数为 4~22 且构成(聚)氧化亚烷基的氧化亚烷基单元数是 1~10 个的(聚)氧化亚烷基烷基醚磷酸酯碱金属盐。其中可以举出(聚)氧化亚烷基丁基醚磷酸酯碱金属盐、(聚)氧化亚烷基戊基醚磷酸酯碱金属盐、(聚)氧化亚烷基己基醚磷酸酯碱金属盐、(聚)氧化亚烷基庚基醚磷酸酯碱金属盐、(聚)氧化亚烷基辛基醚磷酸酯碱金属盐、(聚)氧化亚烷基异辛基醚磷酸酯碱金属盐、(聚)氧化亚烷基-2-乙基己基醚磷酸酯碱金属盐、(聚)氧化亚烷基癸基醚磷酸酯碱金属盐、(聚)氧化亚烷基月桂基醚磷酸酯碱金属盐、(聚)氧化亚烷基十三烷基醚磷酸酯碱金属盐、(聚)氧化亚烷基肉豆蔻基醚磷酸酯碱金属盐、(聚)氧化亚烷基鲸蜡基醚磷酸酯碱金属盐、(聚)氧化亚烷基硬脂基醚磷酸酯碱金属盐、

(聚)氧化亚烷基二十烷基醚磷酸酯碱金属盐、(聚)氧化亚烷基二十二烷基醚磷酸酯碱金属盐、(聚)氧化亚烷基十四碳烯基醚磷酸酯碱金属盐、(聚)氧化亚烷基十六碳烯基醚磷酸酯碱金属盐、(聚)氧化亚烷基十八碳烯基醚磷酸酯碱金属盐、(聚)氧化亚烷基二十二碳烯基醚磷酸酯碱金属盐等。另外,在该(聚)氧化亚烷基烷基醚磷酸酯碱金属盐中,作为(聚)氧化亚烷基,可以举出(聚)氧化乙烯、(聚)氧化丙烯、(聚)氧化乙烯氧化丙烯基等。这些(聚)氧化亚烷基烷基醚磷酸酯碱金属盐包括单酯体的单独物、二酯体的单独物、单酯体和二酯体的混合物,二酯体包括具有相同烷基的二酯体(对称形的二酯)和具有不同烷基的二酯体(非对称形的二酯)。

作为B成分的脂肪族酰胺的烯化氧加成物,可以使用公知的加成物,其中优选碳原子数为2或3的烯化氧和碳原子数为8~22的脂肪族酰胺的加成物。作为碳原子数为8~22脂肪族酰胺,可以举出辛酰胺、壬酰胺、癸酰胺、十一烷酰胺、十二烷酰胺、十三烷酰胺、十四烷酰胺、十六烷酰胺、十八烷酰胺等。碳原子数为2或3的烯化氧加成物,与作为A成分的脂肪族一元醇的烯化氧加成物中所述的一样。

作为B成分的聚氧化亚烷基多元醇脂肪酸酯,可以使用公知的酯,优选1)碳原子数为2或3的烯化氧与3~6元醇和脂肪族一羧酸的部分酯的加成物、2)与碳原子数为2或3的烯化氧加成的3~6元醇和脂肪族一羧酸的部分酯或完全酯、3)碳原子数为2或3的烯化氧与3~6元醇和羟基脂肪族一羧酸的酯的加成物。作为3~6元醇,可以举出甘油、双甘油、三羟甲基丙烷、三羟甲基乙烷、季戊四醇、山梨糖醇、脱水山梨糖醇。另外,作为脂肪族一羧酸,可以举出乙酸、丁酸、己酸、辛酸、癸酸、十一烷酸、月桂酸、十三烷酸、肉豆蔻酸、十五烷酸、棕榈酸、硬脂酸、十九烷酸、花生酸、山萘酸、蜡酸、褐煤酸、三十烷酸等饱和脂肪族一羧酸,2)5-十二碳烯酸、十六碳烯酸、油酸、反油酸、异油酸等脂肪族单烯一羧酸,3)亚油酸、亚麻酸、花生四烯酸等脂肪族非共轭多烯一羧酸等。另外,作为羟基脂肪族一羧酸,可以举出乳酸、酒石酸、羟基硬脂酸等羟基脂肪族一羧酸。另外,对于碳原子数为2或3的烯化氧,与作为A成分的脂肪族一元醇的烯化氧加成物中所述的一样。

作为B成分的脂肪酸的烯化氧加成物,可以使用公知的加成物,

可以举出碳原子数为 2 或 3 的烯化氧与脂肪酸加成的单酯和二酯。对于脂肪酸,与聚氧化亚烷基多元醇脂肪酸酯中所述的一样,对于碳原子数为 2 或 3 的烯化氧,与作为 A 成分的脂肪族一元醇的烯化氧加成物中所述的一样。

作为 B 成分的多元醇的脂肪酸部分酯,可以使用公知的酯,优选由 4~6 元多元醇和脂肪族一羧酸衍生得到的酯。作为该 4~6 元多元醇,可以举出 1) 季戊四醇、山梨糖醇、葡萄糖等多元醇, 2) 脱水山梨糖醇、山梨醇等通过山梨糖醇的脱水得到的环状醚多元醇, 3) 双甘油、乙二醇二甘油醚等(聚)醚四醇, 4) 三甘油、三羟甲基丙烷二甘油醚等(聚)醚五醇, 5) 四甘油、双季戊四醇等(聚)醚六醇。另外,作为脂肪族一羧酸,可以举出碳原子数为 8~22 的脂肪族一羧酸,具体地可以举出 1) 己酸、辛酸、癸酸、十一烷酸、月桂酸、十三烷酸、肉豆蔻酸、十五烷酸、棕榈酸、硬脂酸、十九烷酸、花生酸、山萘酸等饱和脂肪族一羧酸, 2) 5-十二碳烯酸、十六碳烯酸、油酸、反油酸、异油酸等脂肪族单烯一羧酸, 3) 亚油酸、亚麻酸、花生四烯酸等脂肪族非共轭多烯一羧酸等。在多元醇的脂肪酸部分酯中,优选分子中具有 3 个或 4 个游离羟基、还有具有 1 个或者 2 个脂肪族一羧酸酯基的酯,其中可以举出脱水山梨糖醇单酯、双甘油单酯、三甘油单酯、三甘油二酯、四甘油二酯等。

作为 B 成分的有机硫酸盐,可以使用公知的硫酸盐,其中可以举出 1) 硫酸癸基钠、硫酸十二烷基钠、硫酸十四烷基锂、硫酸十六烷基钾等硫酸烷基碱金属盐, 2) 牛脂硫酸化油、蓖麻油硫酸化油等天然油脂的硫酸化物的碱金属盐等,其中优选硫酸十二烷基钠。

作为 B 成分的两性表面活性剂,可以使用公知的表面活性剂,其中可以举出辛基二甲基铵乙酸盐、癸基二甲基铵乙酸盐、十六烷基二甲基铵乙酸盐、十八烷基二甲基铵乙酸盐、十九烷基二甲基铵乙酸盐、十八碳烯基二甲基铵乙酸盐等。

作为 B 成分的阳离子表面活性剂,可以使用公知的表面活性剂,其中优选季铵盐型阳离子表面活性剂。作为该季铵盐型阳离子表面活性剂,可以举出四甲基铵盐、三乙基甲基铵盐、三丙基乙基铵盐、三丁基甲基铵盐、四丁基铵盐、三异辛基乙基铵盐、三甲基辛基铵盐、二月桂基二甲基铵盐、三甲基硬脂基铵盐、二丁烯基二乙基铵盐、二

甲基二油基铵盐、三甲基油基铵盐、三丁基羟基乙基铵盐、二（羟基乙基）二丙基铵盐、三（羟基乙基）辛基铵盐、三（羟基丙基）甲基铵盐等。

作为 B 成分的合成酯化合物，可以使用公知的化合物，其中优选碳原子数为 17~60 的脂肪族酯。碳原子数为 17~60 的脂肪族酯包括由脂肪族羟基化合物和脂肪酸得到的各种酯，可以举出脂肪族羟基化合物的烃基和脂肪酸的烃基的碳原子数的总和均为 17~60 的酯，较优选 22~36 的酯。作为该脂肪族羟基化合物，可以举出 1) 甲醇、乙醇、丁醇、辛醇、2-乙基己基醇、月桂醇、棕榈醇、棕榈油醇、硬脂醇、异硬脂醇、油醇、山箭醇等脂肪族一羟基化合物，2) 乙二醇、丙二醇、丁二醇、己二醇、甘油、三羟甲基丙烷、山梨糖醇、季戊四醇等脂肪族多羟基化合物。另外，作为脂肪酸，可以举出 1) 乙酸、丁酸、己酸、辛酸、癸酸、十一烷酸、月桂酸、十三烷酸、肉豆蔻酸、十五烷酸、棕榈酸、硬脂酸、十九烷酸、花生酸、山箭酸、蜡酸、褐煤酸、三十烷酸等饱和脂肪族一羧酸，2) 5-十二碳烯酸、棕榈油酸、油酸、反油酸、异油酸等脂肪族单烯一羧酸，3) 亚油酸、亚麻酸、花生四烯酸等脂肪族非共轭多烯一羧酸，4) 琥珀酸、戊二酸、己二酸、庚二酸、辛二酸、壬二酸、癸二酸等脂肪族二羧酸等。由这些脂肪族羟基化合物和脂肪酸得到的脂肪族酯有多种，其中优选油酸十二烷酯、硬脂酸辛酯、甘油三（12-羟基硬脂酸酯）、脱水山梨糖醇四油酸酯、己二酸双十六烷基酯。

作为 B 成分的聚醚化合物，可以使用公知的聚醚化合物，其中优选以总计 21~250 个碳原子数为 2~4 的氧化烯单元构成的具有聚氧化亚烷基的聚醚（多）醇，较优选平均分子量为 500~10000 的聚醚（多）醇。该聚醚（多）醇通过碳原子数为 2~4 的烯化氧与 1~4 元的羟基化合物以嵌段状或者无规状加成得到。作为供聚醚（多）醇的合成用的羟基化合物，可以举出 1) 甲醇、丁醇、戊醇、己醇、庚醇、辛醇、月桂醇、硬脂醇、蜡醇、异丁醇、2-乙基己基醇、异十二烷醇、异十六烷醇、异硬脂醇、异二十四烷醇、2-丙基醇、12-二十烷醇、乙烯基醇、丁烯基醇、十六碳烯基醇、油醇、二十碳烯基醇、2-甲基-2-丙烯-1-醇、6-乙基-2-十一碳烯-1-醇、2-辛烯-5-醇、15-十六碳烯-2-醇等碳原子数为 1~40 的一元脂肪族

羟基化合物, 2) 苯酚、丙基苯酚、辛基苯酚、十三烷基苯酚等具有芳香环的一元羟基化合物, 3) 乙二醇、丙二醇、丁二醇、己二醇、新戊二醇、甘油、三羟甲基丙烷、季戊四醇等 2~4 元脂肪族羟基化合物, 其中优选碳原子数为 3~16 的 1 元脂肪族羟基化合物, 较优选丙醇、丁醇、辛醇、十四烷醇。

作为 B 成分的聚醚(聚)酯化合物, 可以使用公知的聚醚(聚)酯化合物, 其中可以举出 1) 具有将聚醚部分导入到前述合成酯化合物的结构的聚醚(聚)酯化合物, 2) 具有将(聚)酯部分导入到前述的聚醚化合物的结构的聚醚(聚)酯化合物, 3) 多元有机酸和聚醚多醇缩合反应得到的聚醚聚酯化合物等, 均优选分子量为 1000~20000 的聚醚聚酯化合物。

作为 B 成分的动植物油, 可以使用公知的动植物油, 其中优选以具有碳原子数为 12~22 的脂肪酸残基的甘油酯为主要成分的动植物油。其中可以举出 1) 亚麻籽油、桐油、椰子油、核桃油、大豆油、罂粟子油、向日葵油、棉籽油、玉米油、芝麻油、菜籽油、米糠油、花生油、橄榄油、山茶油、蓖麻油、棕榈油、棕榈仁油、椰子油、可可脂、树蜡(木口ウ)等植物油脂, 2) 牛脂、猪脂、羊脂等动物油脂, 其中较优选蓖麻油。

作为 B 成分的蜡, 可以使用公知的蜡, 其中优选熔点为 50~120℃的蜡。其中可以举出 1) 棕榈酸十八烷酯、硬脂酸十八烷酯、山萘酸二十二烷酯、山萘酸十八烷酯、棕榈酸十六烷酯、棕榈酸三十烷酯、蜡酸二十六烷酯等由脂肪族一羧酸和脂肪族一元醇得到的酯化合物, 2) 一肉豆蔻酸甘油酯、一棕榈酸甘油酯、一硬脂酸甘油酯、二肉豆蔻酸甘油酯、二棕榈酸甘油酯、二硬脂酸甘油酯、一硬脂酸一棕榈酸甘油酯、三棕榈酸甘油酯、三硬脂酸甘油酯、一棕榈酸二硬脂酸甘油酯、二棕榈酸一硬脂酸甘油酯等甘油酯, 3) 巴西棕榈蜡、蜂蜡、虫白蜡等天然蜡, 4) 矿物系的褐煤蜡、石油系的石蜡等天然蜡, 5) 以乙烯为原料合成的聚乙烯蜡、氧化聚乙烯等合成蜡等。其中较优选由碳原子数为 16~22 的脂肪族一元醇和碳原子数为 16~22 的脂肪族一羧酸得到的酯化合物、石蜡, 特别优选棕榈酸十八烷酯、硬脂酸十八烷酯、山萘酸十八烷酯、山萘酸二十二烷酯、熔点为 50~60℃的石蜡。

作为 B 成分的矿物油, 可以使用公知的任何矿物油, 其中优选 30

℃的粘度为 $2 \times 10^{-6} \sim 2 \times 10^{-4} \text{m}^2/\text{s}$ 的矿物油, 较优选 30℃的粘度为 $2 \times 10^{-6} \sim 5 \times 10^{-5} \text{m}^2/\text{s}$ 的矿物油, 作为该较优选的矿物油, 可以有利地使用液体石蜡油。

作为 B 成分的聚硅氧烷化合物, 会使用公知的聚硅氧烷化合物, 其中优选 30℃的粘度为 $5 \times 10^{-3} \sim 3 \times 10^{-1} \text{m}^2/\text{s}$ 的线形聚有机硅氧烷。其中可以举出线形聚二甲基硅氧烷、具有改性基团的线形聚二甲基硅氧烷等, 作为此时的改性基团, 可以举出乙基、苯基、氟丙基、氨基丙基、羧辛基、聚氧化乙烯氧化丙烯基、 ω -甲氧基聚乙氧基·聚丙氧基丙基等, 其中优选线形聚二甲基硅氧烷。

对于作为 B 成分的脂肪族羟基化合物, 会使用公知的脂肪族羟基化合物, 其中优选碳原子数为 1~18 的脂肪族羟基化合物。其中可以举出甲醇、乙醇、丙醇、异丁醇、戊醇、己醇、庚醇、辛醇、月桂醇、十三烷醇、肉豆蔻醇、鲸蜡醇、硬脂醇、油醇、乙二醇、丙二醇、丁二醇、己二醇、新戊二醇、甘油、三羟甲基丙烷、季戊四醇等。

对于作为 B 成分的低级脂肪酸及其盐, 可以使用公知的低级脂肪酸及其盐, 其中优选碳原子数为 2~6 的低级脂肪酸及其盐。可以举出 1) 乙酸、丁酸、葡萄糖酸、乳酸、羟基丙烯酸、 α -羟基丁酸、甘油酸、羟基丙二酸、苹果酸、酒石酸、柠檬酸等低级脂肪酸, 2) 醋酸钠、丁酸钠、葡萄糖酸钠、乳酸钠、羟基丙烯酸钠、 α -羟基丁酸钠、甘油酸钠、羟基丙二酸钠、苹果酸钠、酒石酸钠、柠檬酸钠等低级脂肪酸盐。

在本发明的制备方法中, 作为该合成纤维处理剂的成分, 除了常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐之外, 制备的合成纤维处理剂的 0.1~10 重量%低浓度水性液还有含有如以上说明的 A 成分和/或 B 成分的情况, 可以在生成常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐后的阶段, 添加该 A 成分和/或 B 成分, 此外, 两成分中 A 成分也可以在生成常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐前的阶段添加。

因此, 作为该合成纤维处理剂的成分, 除了常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐之外, 制备的合成纤维处理剂的 0.1~10 重量%低浓度水性液还含有如以上说明的 A 成分和/或 B 成分的情况下, 作为本发明的制备方法, 可以举出如下的 1)~7)。

1) 在搅拌下, 缓慢将常温下为固体的酸性烷基磷酸酯加入到含

有部分中和该酸性烷基磷酸酯的量的氢氧化钾和 A 成分的水性液中，制成含有常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的 0.1~10 重量%低浓度水性液的方法。

2) 在搅拌下，缓慢将常温下为固体的酸性烷基磷酸酯加入到含有部分中和该酸性烷基磷酸酯的量的氢氧化钾和 A 成分的水性液中后，进一步添加 A 成分，制成含有在常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的 0.1~10 重量%低浓度水性液的方法。

3) 在搅拌下，缓慢将常温下为固体的酸性烷基磷酸酯加入到含有部分中和该酸性烷基磷酸酯的量的氢氧化钾和 A 成分的水性液中后，进一步添加 B 成分，制成含有在常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的 0.1~10 重量%低浓度水性液的方法。

4) 在搅拌下，缓慢将常温下为固体的酸性烷基磷酸酯加入到含有部分中和该酸性烷基磷酸酯的量的氢氧化钾和 A 成分的水性液中后，进一步添加 A 成分和 B 成分，制成含有在常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的 0.1~10 重量%低浓度水性液的方法。

5) 在搅拌下，缓慢将常温下为固体的酸性烷基磷酸酯加入到含有部分中和该酸性烷基磷酸酯的量的氢氧化钾的水性液中后，进一步添加 A 成分，制成含有在常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的 0.1~10 重量%低浓度水性液的方法。

6) 在搅拌下，缓慢将常温下为固体的酸性烷基磷酸酯加入到含有部分中和该酸性烷基磷酸酯的量的氢氧化钾的水性液中后，进一步添加 B 成分，制成含有在常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的 0.1~10 重量%低浓度水性液的方法。

7) 在搅拌下，缓慢将常温下为固体的酸性烷基磷酸酯加入到含有部分中和该酸性烷基磷酸酯的量的氢氧化钾的水性液中后，进一步添加 A 成分和 B 成分，制成含有在常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的 0.1~10 重量%低浓度水性液的方法。

在以上的 1)~7) 的制备方法中，既可以原样添加 A 成分和/或

B 成分，也可以以将它们制成水性液的形式添加。另外，添加 A 成分和/或 B 成分时，优选将水性液加热至 30~90℃，添加后立刻冷却至 15~25℃。进一步根据需要，除了 A 成分和/或 B 成分之外的其它成分，例如抗氧化剂成分、防腐剂成分、防锈剂成分等，还可以合乎目的地和 A 成分和/或 B 成分一起加入。

接着，就本发明的合成纤维处理剂的低浓度水性液（以下简称称为本发明的低浓度水性液）进行说明。本发明的低浓度水性液由如以上说明的本发明的制备方法获得。因此，本发明的低浓度水性液是含有常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的 0.1~10 重量%低浓度水性液，当然包括以下两种情况，即该合成纤维处理剂仅含有常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为其成分的情况和进一步含有如前所述的 A 成分和/或 B 成分的情况。

在本发明的低浓度水性液中，合成纤维处理剂的浓度是 0.1~10 重量%，作为该合成纤维处理剂，在整个 100 重量份中，优选含有 20~100 重量份常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐、总计为 0~80 重量份的 A 成分和/或 B 成分，较优选含有 55~85 重量份常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐、总计为 15~45 重量份的 A 成分和/或 B 成分。

最后，就本发明的合成纤维的处理方法（以下简称称为本发明的处理方法）进行说明。用本发明的处理方法使如上说明的本发明的低浓度水性液附着到合成纤维上。该附着工序在合成纤维的纺丝工序、拉伸工序、卷曲工序等、合成纤维的纺丝乃至加工工序的任意工序前或后附着均可，但优选在纺丝工序或卷曲工序前或后附着。另外，该附着方法可以是浸渍加油法、喷雾加油法、辊加油法、使用计量泵的导向加油等，优选浸渍加油法或者喷雾加油法。而且，对于合成纤维，其附着量以合成纤维处理剂计，使之为 0.1~1 重量%，优选为 0.1~0.5 重量%。

作为适用于本发明的处理方法的合成纤维，可以举出 1) 以对苯二甲酸乙二醇酯为主材料的聚酯系纤维、2) 聚丙烯腈、改性聚丙烯腈系纤维（モダアクリル）等聚丙烯酸系纤维、3) 聚乙烯、聚丙烯等聚烯烃系纤维等，其中应用于聚酯系纤维的场合，显示出的效果高。

发明的效果

根据本发明的制备方法，可以制备低浓度水性液，该低浓度水性

液是含有常温下为固体的烷基磷酸酯钾盐作为必须成分的合成纤维处理剂的低浓度水性液，在合成纤维的纺丝乃至加工工厂中，可以附着到合成纤维上，便宜且具有长期不产生浮游物或沉淀的优良的稳定性，因此一旦由该制备方法得到的本发明的低浓度水性液附着到合成纤维上，就可以赋予该合成纤维所要求的性能。

实施发明的最佳方式

作为本发明的制备方法的最佳方式，可以举出如下的1)~10)。

1) 使用下述酸性硬脂基磷酸酯(T-1)作为常温下为固体的酸性烷基磷酸酯和使用下述成分(A-1)作为A成分，在搅拌下，往含有中和该酸性硬脂基磷酸酯(T-1)的酸价的89%的量的氢氧化钾0.54重量份和成分(A-1)1.5重量份的水性液中缓慢加入酸性硬脂基磷酸酯(T-1)3.1重量份，制成含有常温下为固体的硬脂基磷酸酯钾盐作为必须成分且进一步含有成分(A-1)的合成纤维处理剂的5重量%低浓度水性液的方法。

酸性硬脂基磷酸酯(T-1): 含有硬脂基作为烷基、酸价为195KOHmg/g、磷酸化度为0.80、形状为厚度0.9mm的片状。

成分(A-1): α -月桂基- ω -羟基-聚氧化乙烯(氧化乙烯单元的重复数为10, 以下为 $n=10$)/ α -硬脂基- ω -羟基-聚(氧化乙烯)=50/50(重量比)的混合物。

2) 使用下述酸性硬脂基磷酸酯(T-2)作为常温下为固体的酸性烷基磷酸酯和使用下述成分(A-2)作为A成分，在搅拌下，往含有中和该酸性硬脂基磷酸酯(T-2)的酸价的86%的量的氢氧化钾0.48重量份和成分(A-2)1.5重量份的水性液中缓慢加入酸性硬脂基磷酸酯(T-2)3.2重量份，制成含有常温下为固体的硬脂基磷酸酯钾盐作为必须成分且进一步含有成分(A-2)的合成纤维处理剂的5重量%低浓度水性液的方法。

酸性硬脂基磷酸酯(T-2): 含有硬脂基作为烷基、酸价为175KOHmg/g、磷酸化度为0.67、形状为厚度1.2mm的片状。

成分(A-2): α -月桂基- ω -羟基-聚(氧化乙烯)/ α -月桂基氨基- ω -羟基-聚(氧化乙烯)=50/50(重量比)的混合物。

3) 使用下述酸性鲸蜡基硬脂基磷酸酯(T-3)作为常温下为固

体的酸性烷基磷酸酯和使用下述成分(A-3)作为A成分,在搅拌下,往含有中和该酸性鲸蜡基硬脂基磷酸酯(T-3)的酸价的91%的量的氢氧化钾0.44重量份和成分(A-3)2.0重量份的水性液中缓慢加入酸性鲸蜡基硬脂基磷酸酯(T-3)2.7重量份,制成含有常温下为固体的鲸蜡基硬脂基磷酸酯钾盐作为必须成分且进一步含有成分(A-3)的合成纤维处理剂的5重量%低浓度水性液的方法。

酸性鲸蜡基硬脂基磷酸酯(T-3): 含有鲸蜡基/硬脂基作为烷基=25/75(摩尔比),酸价为180KOHmg/g,磷酸化度为0.85,形状为厚度1.0mm的片状。

成分(A-3): α -月桂基氨基- ω -羟基-聚($n=10$)氧化乙烯。

4) 使用下述酸性鲸蜡基磷酸酯(T-4)作为常温下为固体的酸性烷基磷酸酯和使用下述成分(A-4)作为A成分,在搅拌下,往含有中和该酸性鲸蜡基磷酸酯(T-4)的酸价的93%的量的氢氧化钾0.49重量份和成分(A-4)2.0重量份的水性液中缓慢加入酸性鲸蜡基磷酸酯(T-4)2.7重量份,制成含有常温下为固体的鲸蜡基磷酸酯钾盐作为必须成分且进一步含有成分(A-4)的合成纤维处理剂的5重量%低浓度水性液的方法。

酸性鲸蜡基磷酸酯(T-4): 含有鲸蜡基作为烷基,酸价为195KOHmg/g,磷酸化度为0.69,形状为厚度1.0mm的片状。

成分(A-4): α -壬基苯基- ω -羟基-聚($n=10$)氧化乙烯/ α -月桂基氨基- ω -羟基-聚($n=20$)氧化乙烯=50/50(重量比)的混合物。

5) 使用前述酸性硬脂基磷酸酯(T-1)作为常温下为固体的酸性烷基磷酸酯、前述成分(A-2)作为A成分和下述成分(B-1)作为B成分,在搅拌下,往含有中和该酸性硬脂基磷酸酯(T-1)的酸价的79%的量的氢氧化钾0.20重量份和成分(A-2)0.5重量份的水性液中缓慢加入酸性硬脂基磷酸酯(T-1)1.30重量份后,进一步缓慢加入成分(B-1)0.1重量份,制成含有常温下为固体的硬脂基磷酸酯钾盐作为必须成分且进一步含有成分(A-2)和成分(B-1)的合成纤维处理剂的2重量%低浓度水性液的方法。

成分(B-1): α -硬脂基酰氨基- ω -羟基-聚($n=7$)氧化乙

烯/聚($n=10$)氧化乙烯聚氧化丙烯(氧化丙烯单元的重复数为10, 以下为 $m=10$)的硬化蓖麻油/熔点为 50°C 的石蜡/ 30°C 的粘度为 $1 \times 10^{-3} \text{m}^2/\text{s}$ 的线形聚二甲基硅氧烷=40/40/10/10(重量比)的混合物。

6) 使用前述酸性硬脂基磷酸酯(T-2)作为常温下为固体的酸性烷基磷酸酯、前述成分(A-3)和下述成分(A-7)作为A成分以及下述成分(B-2)作为B成分,在搅拌下,往含有中和该酸性硬脂基磷酸酯(T-2)的酸价的80%的量的氢氧化钾0.38重量份和成分(A-3)1.5重量份的水性液中缓慢加入酸性硬脂基磷酸酯(T-2)2.7重量份后,进一步缓慢加入成分(A-7)0.3重量份和成分(B-2)0.2重量份,制成含有常温下为固体的硬脂基磷酸酯钾盐作为必须成分且进一步含有成分(A-3)、成分(A-7)和成分(B-2)的合成纤维处理剂的5重量%低浓度水性液的方法。

成分(A-7): 辛基磷酸酯钾盐

成分(B-2): 聚($n=20$)氧化乙烯脱水山梨糖醇单硬脂酸酯/脱水山梨糖醇单硬脂酸酯/二甲基辛基铵三甲基磷酸盐/硬脂酸硬脂基酯=40/30/10/20(重量比)的混合物。

7) 使用前述酸性硬脂基磷酸酯(T-2)作为常温下为固体的酸性烷基磷酸酯、前述成分(A-4)作为A成分和下述成分(B-3)作为B成分,在搅拌下,往含有中和该酸性硬脂基磷酸酯(T-2)的酸价的91%的量的氢氧化钾0.43重量份和成分(A-4)1.75重量份的水性液中缓慢加入酸性硬脂基磷酸酯(T-2)2.7重量份后,进一步缓慢加入成分(B-3)0.25重量份,制成含有常温下为固体的硬脂基磷酸酯钾盐作为必须成分且进一步含有成分(A-4)和成分(B-3)的合成纤维处理剂的5重量%低浓度水性液的方法。

成分(B-3): {丙二醇/乙二醇/己二酸二甲酯/5-磺基间苯二甲酸二甲基钠盐=30/20/45/5(摩尔比)进行缩聚反应的平均分子量为6000的含有磺酸盐基的聚酯}/ 30°C 的粘度为 $3 \times 10^{-6} \text{m}^2/\text{s}$ 的矿物油/油酸/醋酸钾盐=80/10/5/5(重量比)的混合物。

8) 使用前述酸性鲸蜡基硬脂基磷酸酯(T-3)作为常温下为固体的酸性烷基磷酸酯、下述成分(A-5)作为A成分和前述成分(B-1)作为B成分,在搅拌下,往含有中和该酸性鲸蜡基硬脂基磷酸酯(T-3)的酸价的80%的量的氢氧化钾0.49重量份和成分(A-5)

1.0 重量份的水性液中缓慢加入酸性鲸蜡基硬脂基磷酸酯 (T-3) 3.4 重量份后, 进一步缓慢加入成分 (B-1) 0.25 重量份, 制成含有常温下为固体的鲸蜡基硬脂基磷酸酯钾盐作为必须成分且进一步含有成分 (A-5) 和成分 (B-1) 的合成纤维处理剂的 5 重量%低浓度水性液的方法。

成分 (A-5): α -油基- ω -羟基-聚 ($n=8$) 氧化乙烯/辛基磷酸酯钾盐 = 80/20 (重量比) 的混合物。

9) 使用前述酸性鲸蜡基磷酸酯 (T-4) 作为常温下为固体的酸性烷基磷酸酯、前述成分 (A-3) 和下述成分 (A-6) 作为 A 成分, 在搅拌下, 往含有中和该酸性鲸蜡基磷酸酯 (T-4) 的酸价的 85% 的量的氢氧化钾 0.38 重量份和成分 (A-6) 0.6 重量份的水性液中缓慢加入酸性鲸蜡基磷酸酯 (T-4) 2.3 重量份后, 进一步缓慢加入成分 (A-3) 0.3 重量份, 制成含有常温下为固体的鲸蜡基磷酸酯钾盐作为必须成分且进一步含有成分 (A-3) 和成分 (A-6) 的合成纤维处理剂的 3 重量%低浓度水性液的方法。

成分 (A-6): α -油基- ω -羟基-聚 ($n=8$) 氧化乙烯。

10) 使用前述酸性鲸蜡基磷酸酯 (T-4) 作为常温下为固体的酸性烷基磷酸酯、前述成分 (A-1) 和前述成分 (A-7) 作为 A 成分以及下述成分 (B-4) 作为 B 成分, 在搅拌下, 往含有中和该酸性鲸蜡基磷酸酯 (T-4) 的酸价的 93% 的量的氢氧化钾 0.49 重量份和成分 (A-7) 1.0 重量份的水性液中缓慢加入酸性鲸蜡基磷酸酯 (T-4) 2.7 重量份后, 进一步缓慢加入成分 (A-1) 0.7 重量份和成分 (B-4) 0.3 重量份, 制成含有常温下为固体的鲸蜡基磷酸酯钾盐作为必须成分且进一步含有成分 (A-1)、成分 (A-7) 和成分 (B-4) 的合成纤维处理剂的 5 重量%低浓度水性液的方法。

成分 (B-4): 月桂基硫酸酯钾盐/N, N-二甲基-N-月桂基-N-羧基亚乙基铵甜菜碱/分子量为 400 的聚乙二醇/蓖麻油/水 = 55/12/8/5/20 (重量比) 的混合物。

作为本发明的低浓度水性液的最佳实施方式, 可以举出如下的 11)。

11) 由前述 1) ~ 10) 中的任意一种本发明的制备方法得到的合成纤维处理剂的 2~5 重量%低浓度水性液。

作为本发明的处理方法的最佳方式可以举出如下的 12)。

12) 对合成纤维附着前述 11) 的本发明的低浓度水性液，以合成纤维处理剂计，使之成为 0.13~0.17 重量%的合成纤维的处理方法。

实施例

下面，为了更具体地显示本发明的构成和效果，列举实施例等，但本发明不受该实施例的限定。另外，在下面的实施例等中，除非另外记载，否则份为重量份，%为重量%。

试验第 1 段（酸性烷基磷酸酯的制备）

· 酸性烷基磷酸酯（T-1）的制备

往反应容器中加入硬脂醇 789 份，保持在 75℃，在搅拌下，一点一点地经 90 分钟投入磷酸酐 165 份，进行反应。进一步在 80℃下继续反应 3 小时，得到酸性烷基磷酸酯 954 份。对所得酸性烷基磷酸酯进行分析，酸价为 195KOHmg/g，磷酸化度为 0.80。将该酸性烷基磷酸酯保持在 80℃，供给转鼓式冷却器（三菱化学工程社制），得到厚度为 0.9mm 的片状酸性烷基磷酸酯（T-1）。

· 酸性烷基磷酸酯（T-2）~（T-9）的制备

和制备酸性烷基磷酸酯（T-1）一样，制备酸性烷基磷酸酯（T-2）~（T-9）。但是，对于酸性烷基磷酸酯（T-5）和（T-6），供给到喷雾冷却器（パウダリングジャパン社制）中制成粉粒状，另外，对于酸性烷基磷酸酯（T-7）~（T-9），供给 Drymeister（ホソカワミクロン社制）中制成粉末状。以上制备的各酸性磷酸酯的内容归纳显示在表 1 中。

【表 1】

种类	形状	厚度或粒径	烷基	酸价 (KOH/g)	磷酸化度
T-1	片状	0.9mm 厚	硬脂基	195	0.80
T-2	片状	1.2mm 厚	硬脂基	175	0.67
T-3	片状	1.0mm 厚	鲸蜡基/硬脂基 = 25/75 (摩尔比)	180	0.85
T-4	片状	1.0mm 厚	鲸蜡基	195	0.69
T-5	粉粒状	0.5mm 以下	硬脂基	175	0.67
T-6	粉粒状	0.6mm 以下	鲸蜡基	190	0.68
T-7	粉末状	0.1mm 以下	鲸蜡基	165	0.85
T-8	粉末状	0.1mm 以下	山萘基	140	0.9
T-9	粉末状	0.1mm 以下	月桂基/山萘基 = 50/50 (摩尔比)	250	1.0

试验第 2 段 (合成纤维处理剂的低浓度水性液的制备)

· 实施例 1 {合成纤维处理剂的低浓度水性液 (P-1) 的制备}

往带有螺杆式桨叶的搅拌装置中装入氢氧化钾 0.54 份、成分 (A-1) { α -月桂基- ω -羟基-聚 (n=10) 氧化乙烯/ α -硬脂基- ω -羟基-聚 (n=20) 氧化乙烯 = 50/50 (重量比) 的混合物} 1.5 份和水 94.86 份, 在螺杆式搅拌桨叶的转数 550rpm 下, 一边搅拌一边加温至 60℃。在该旋转速度下, 一边搅拌含有氢氧化钾和成分 (A-1) 的加温的水性液, 一边往其中缓慢投入在试验第 1 段中制备的酸性烷基磷酸酯 (T-1) 3.1 份, 投入后, 进一步继续搅拌 10 分钟。此间, 将反应装置内的水性液的温度维持在 60~80℃。之后, 冷却至 30℃, 得到合成纤维处理剂的 5% 低浓度水性液 (P-1)。

· 实施例 2~4 和 25~28 {合成纤维处理剂的低浓度水性液 (P-2) ~ (P-4) 和 (P-25) ~ (P-28) 的制备}

和实施例 1 的合成纤维处理剂的低浓度水性液 (P-1) 一样, 得到实施例 2~4 和 25~28 的合成纤维处理剂的低浓度水性液 (P-2) ~ (P-4) 和 (P-25) ~ (P-28)。

· 实施例 5 {合成纤维处理剂的低浓度水性液 (P-5) 的制备}

往带有螺杆式桨叶的搅拌装置中装入氢氧化钾 0.2 份、成分 (A-2) { α -月桂基- ω -羟基-聚($n=10$) 氧化乙烯/ α -月桂基氨基- ω -羟基-聚($n=10$) 氧化乙烯 = 50/50 (重量比) 的混合物} 0.5 份和水 97.9 份, 在螺杆式搅拌桨叶的转数 550rpm 下, 一边搅拌一边加温至 60℃。在该转数下, 一边搅拌含有氢氧化钾和成分 (A-2) 的加温的水性液, 一边往其中缓慢投入在试验第 1 段中制备的酸性烷基磷酸酯 (T-1) 1.30 份, 投入后, 进一步在该转数下继续搅拌 10 分钟。此间, 将反应装置内的水性液的温度维持在 60~80℃。接着, 在该转数的搅拌下, 加入成分 (B-1) { α -硬脂基酰氨基- ω -羟基-聚($n=7$) 氧化乙烯/聚($n=10$) 氧化乙烯聚($m=10$) 氧化丙烯硬化蓖麻油/熔点 50℃的石蜡/30℃的粘度为 $1 \times 10^{-3} \text{m}^2/\text{s}$ 的线形聚二甲基硅氧烷 = 40/40/10/10 (重量比) 的混合物} 0.1 份, 在该转数下, 搅拌 10 分钟后, 一边搅拌一边使反应装置内的水性液的温度冷却至 30℃, 得到合成纤维处理剂的 2% 低浓度水性液 (P-5)。

· 实施例 6~15 {合成纤维处理剂的低浓度水性液 (P-6) ~ (P-15) 的制备}

和实施例 5 的合成纤维处理剂的低浓度水性液 (P-5) 一样, 得到实施例 6~15 的合成纤维处理剂的低浓度水性液 (P-6) ~ (P-15)。

· 实施例 16 {合成纤维处理剂的低浓度水性液 (P-16) 的制备}

往带有螺杆式桨叶的搅拌装置中装入氢氧化钾 0.54 份和水 94.86 份, 在螺杆式搅拌桨叶的转数 550rpm 下, 一边搅拌一边加温至 60℃。在该转数下, 一边搅拌含有氢氧化钾的加温的水性液, 一边往其中缓慢投入在试验第 1 段中制备的酸性烷基磷酸酯 (T-1) 3.1 份, 投入后, 进一步在该转数下继续搅拌 10 分钟。此间, 将反应装置内的水性液的温度维持在 60~80℃。接着, 在该转数搅拌下, 加入成分 (A-2) { α -月桂基- ω -羟基-聚($n=10$) 氧化乙烯/ α -月桂基氨基- ω -羟基-聚($n=10$) 氧化乙烯 = 50/50 (重量比) 的混合物} 1.5 份, 在该转数下, 搅拌 10 分钟后, 一边搅拌一边使反应装置内的水性液的温度冷却至 30℃, 得到合成纤维处理剂的 5% 低浓度水性液 (P-16)。

· 实施例 17~24 {合成纤维处理剂的低浓度水性液 (P-17) ~ (P-24) 的制备}

和实施例 16 的合成纤维处理剂的低浓度水性液 (P-16) 一样, 得到实施例 17~24 的合成纤维处理剂的低浓度水性液 (P-17)~(P-24)。以上制备的各实施例的合成纤维处理剂的低浓度水性液的内容归纳示于表 2 中。

【表 2】

划分	酸性烷基磷酸酯		氢氧化钾		部分中和前加入的A成分		水	部分中和后加入的A成分/或B成分		合成纤维处理剂的低浓度水性液		
	种类	使用量(份)	使用量(份)	*1	种类	使用量(份)	使用量(份)	种类	使用量(份)	*2	*3	种类
实施例1	T-1	3.1	0.54	89	A-1	1.5	94.86			5	70	P-1
2	T-2	3.2	0.48	86	A-2	1.5	94.82			5	70	P-2
3	T-3	2.7	0.44	91	A-3	2.0	94.86			5	60	P-3
4	T-4	2.7	0.49	93	A-4	2.0	94.81			5	60	P-4
5	T-1	1.3	0.20	79	A-2	0.5	97.90	B-1	0.1	2	70	P-5
6	T-2	2.7	0.38	80	A-3	1.5	94.92	A-7	0.3	5	60	P-6
								B-2	0.2			
7	T-2	2.7	0.43	91	A-4	1.75	94.87	B-3	0.25	5	60	P-7
8	T-3	3.4	0.49	80	A-5	1.0	94.86	B-1	0.25	5	75	P-8
9	T-4	2.3	0.38	85	A-6	0.6	96.42	A-3	0.3	3	70	P-9
10	T-4	2.7	0.49	93	A-7	1.0	94.81	A-1	0.7	5	60	P-10
								B-4	0.3			
11	T-5	4.3	0.71	94	A-5	0.9	93.79	B-3	0.3	6	80	P-11
12	T-5	5.0	0.86	98	A-8	2.0	91.74	A-4	0.2	8	70	P-12
								B-2	0.2			
13	T-5	7.5	0.98	75	A-9	0.5	90.52	B-4	0.5	9	90	P-13
14	T-6	3.8	0.54	75	A-10	4.0	90.71	B-1	0.95	9	45	P-14
15	T-6	3.6	0.51	75	A-11	3.2	91.89	A-8	0.8	8	50	P-15
16	T-1	3.1	0.54	90			94.86	A-2	1.5	5	70	P-16
17	T-2	1.6	0.26	93			96.94	A-2	1.2	3	60	P-17
18	T-3	4.3	0.66	85			93.84	A-2	1.2	6	80	P-18
19	T-4	1.1	0.17	79			97.93	A-2	0.8	2	60	P-19
20	T-5	3.4	0.58	97			94.77	A-2	1.25	5	75	P-20
21	T-6	6.6	0.94	75			91.66	A-2	0.8	8	90	P-21
22	T-7	4.4	0.65	90			93.75	A-2	1.2	6	80	P-22
23	T-8	0.8	0.08	71			99.02	A-1	0.1	1	90	P-23
24	T-9	0.4	0.08	80			99.02	A-3	0.5	1	50	P-24
25	T-1	8.0	1.51	97			90.49			9	100	P-25
26	T-2	8.1	1.37	97			90.53			9	100	P-26
27	T-3	8.0	1.41	98			90.59			9	100	P-27
28	T-4	8.0	1.53	98			90.47			9	100	P-28

*1: 用氢氧化钾部分中和酸性烷基磷酸酯的酸价的比例 (%)

*2: 低浓度水性液中的合成纤维处理剂的浓度 (%)

*3: 低浓度水性液中的合成纤维处理剂中的烷基磷酸酯钾盐的比例 (%)

A-1: α -月桂基- ω -羟基-聚($n=10$)氧化乙烯/ α -硬脂基- ω -羟基-聚($n=20$)氧化乙烯=50/50(重量比)的混合物

A-2: α -月桂基- ω -羟基-聚($n=10$)氧化乙烯/ α -月桂基氨基- ω -羟基-聚($n=10$)氧化乙烯=50/50(重量比)的混合物

A-3: α -月桂基氨基- ω -羟基-聚($n=10$)氧化乙烯

A-4: α -壬基苯基- ω -羟基-聚($n=10$)氧化乙烯/ α -月桂基氨基- ω -羟基-聚($n=10$)氧化乙烯=50/50(重量比)的混合物

A-5: α -油基- ω -羟基-聚($n=8$)氧化乙烯/辛基磷酸酯钾盐=80/20(重量比)的混合物

A-6: α -油基- ω -羟基-聚($n=8$)氧化乙烯

A-7: 辛基磷酸酯钾盐

A-8: 十四碳烯磺酸钠盐

A-9: 月桂酸钾盐

A-10: 油基磷酸酯钾盐

A-11: α -月桂基- ω -羟基-聚($n=8$)氧化乙烯磷酸酯钾盐

B-1: α -硬脂基酰氨基- ω -羟基-聚($n=7$)氧化乙烯/聚($n=10$)氧化乙烯聚($m=10$)氧化丙烯硬化蓖麻油/熔点 50°C 的石蜡/ 30°C 的粘度为 $1 \times 10^{-3} \text{m}^2/\text{s}$ 的线形聚二甲基硅氧烷=40/40/10/10(重量比)的混合物

B-2: 聚($n=20$)氧化乙烯脱水山梨糖醇单硬脂酸酯/脱水山梨糖醇单硬脂酸酯/二甲基辛基铵三甲基磷酸盐/硬脂酸硬脂基酯=40/30/10/20(重量比)的混合物

B-3: {丙二醇/乙二醇/己二酸二甲酯/5-磺基间苯二甲酸二甲基钠盐=30/20/45/5(摩尔比)进行缩聚反应的平均分子量为6000的含有磺酸盐基的聚酯}/ 30°C 的粘度为 $3 \times 10^{-6} \text{m}^2/\text{s}$ 的矿物油/油酸/醋酸钾盐=80/10/5/5(重量比)的混合物

B-4: 月桂基硫酸酯钾盐/N,N-二甲基-N-月桂基-N-羧基亚乙基铵甜菜碱/分子量为400的聚乙二醇/蓖麻油/水=55/12/8/5/20(重量比)的混合物

· 比较例 1 {合成纤维处理剂的低浓度水性液 (r-1) 的制备}

往带有螺杆式桨叶的搅拌装置中装入含有氢氧化钾 3.1 份的水性液 82.1 份, 在螺杆式搅拌桨叶的转数 550rpm 下, 一边搅拌一边加温至 60℃。在该转数下, 一边搅拌含有氢氧化钾的加温的水性液, 一边往其中缓慢投入在试验第 1 段中制备的酸性烷基磷酸酯 (T-1) 17.9 份, 投入后, 进一步在该转数下继续搅拌 10 分钟。此间, 将反应装置内的水性液的温度维持在 60~80℃。之后冷却至 30℃, 制备合成纤维处理剂的 20% 高浓度水性液 (R-1)。将制备的合成纤维处理剂的 20% 高浓度水性液 (R-1) 在 30 天中、每 24 小时在 20℃和 70℃的保温库中交替保管后, 投入到 60℃的温水 300 份中, 得到合成纤维处理剂的 5% 低浓度水性液 (r-1)。

· 比较例 2 {合成纤维处理剂的低浓度水性液 (r-2) 的制备}

往带有螺杆式桨叶的搅拌装置中装入氢氧化钾 2.2 份、成分 (A-1) { α -月桂基- ω -羟基-聚 (n=10) 氧化乙烯/ α -硬脂基- ω -羟基-聚 (n=20) 氧化乙烯=50/50 (重量比) 的混合物} 6 份和水 79.3 份, 在螺杆式搅拌桨叶的转数 550rpm 下, 一边搅拌一边加温至 60℃。在该旋转速度下, 一边搅拌含有氢氧化钾和成分 (A-1) 的加温的水性液, 一边往其中缓慢投入在试验第 1 段中制备的酸性烷基磷酸酯 (T-1) 12.5 份, 投入后, 进一步继续搅拌 10 分钟。此间, 将反应装置内的水性液的温度维持在 60~80℃。之后, 冷却至 30℃, 得到合成纤维处理剂的 20% 高浓度水性液 (R-2)。将制备的合成纤维处理剂的 20% 高浓度水性液 (R-2) 在 30 天中、每 24 小时在 20℃和 70℃的保温库中交替保管后, 投入到 60℃的温水 300 份中, 得到合成纤维处理剂的 5% 低浓度水性液 (r-2)。

· 比较例 3 {合成纤维处理剂的低浓度水性液 (r-3) 的制备}

往带有螺杆式桨叶的搅拌装置中装入含有氢氧化钾 6.2 份的水性液 64.2 份, 在螺杆式搅拌桨叶的转数 550rpm 下, 一边搅拌一边加温至 60℃。在该旋转速度下, 一边搅拌含有氢氧化钾的加温的水性液, 一边往其中缓慢投入在试验第 1 段中制备的酸性烷基磷酸酯 (T-1) 35.8 份, 投入后, 进一步在该转数下继续搅拌 10 分钟。此间, 将反应装置内的水性液的温度维持在 60~80℃。之后冷却至 30℃, 制备合成纤维处理剂的 40% 高浓度水性液 (R-3)。将制备的合成纤维处

理剂的 40% 高浓度水性液 (R-3) 在 30 天中、每 24 小时在 20℃ 和 70℃ 的保温库中交替保管后, 投入到 60℃ 的温水 700 份中, 得到合成纤维处理剂的 5% 低浓度水性液 (r-3)。

· 比较例 4 {合成纤维处理剂的低浓度水性液 (r-4) 的制备}

往带有螺杆式桨叶的搅拌装置中装入氢氧化钾 4.4 份、成分 (A-1) { α -月桂基- ω -羟基-聚 (n=10) 氧化乙烯/ α -硬脂基- ω -羟基-聚 (n=20) 氧化乙烯=50/50 (重量比) 的混合物} 12 份和水 58.6 份, 在螺杆式搅拌桨叶的转数 550rpm 下, 一边搅拌一边加温至 60℃。在该旋转速度下, 一边搅拌含有氢氧化钾和成分 (A-1) 的加温的水性液, 一边往其中缓慢投入在试验第 1 段中制备的酸性烷基磷酸酯 (T-1) 25 份, 投入后, 进一步继续搅拌 10 分钟。此间, 将反应装置内的水性液的温度维持在 60~80℃。之后, 冷却至 30℃, 制备合成纤维处理剂的 40% 高浓度水性液 (R-4)。将制备的合成纤维处理剂的 40% 高浓度水性液 (R-4) 在 30 天中、每 24 小时在 20℃ 和 70℃ 的保温库中交替保管后, 投入到 60℃ 的温水 700 份中, 得到合成纤维处理剂的 5% 低浓度水性液 (r-4)。

· 比较例 5 {合成纤维处理剂的低浓度水性液 (r-5) 的制备}

往带有螺杆式桨叶的搅拌装置中装入含有氢氧化钾 9.3 份的水性液 46.3 份, 在螺杆式搅拌桨叶的转数 550rpm 下, 一边搅拌一边加温至 60℃。在该旋转速度下, 一边搅拌含有氢氧化钾的加温的水性液, 一边往其中缓慢投入在试验第 1 段中制备的酸性烷基磷酸酯 (T-1) 53.7 份, 投入后, 进一步在该转数下继续搅拌 10 分钟。此间, 将反应装置内的水性液的温度维持在 60~80℃。之后冷却至 30℃, 制备合成纤维处理剂的 60% 高浓度水性液 (R-5)。将制备的合成纤维处理剂的 60% 高浓度水性液 (R-5) 在 30 天中、每 24 小时在 20℃ 和 70℃ 的保温库中交替保管后, 投入到 60℃ 的温水 1100 份中, 得到合成纤维处理剂的 5% 低浓度水性液 (r-5)。

· 比较例 6 {合成纤维处理剂的低浓度水性液 (r-6) 的制备}

往带有螺杆式桨叶的搅拌装置中装入氢氧化钾 6.6 份、成分 (A-1) { α -月桂基- ω -羟基-聚 (n=10) 氧化乙烯/ α -硬脂基- ω -羟基-聚 (n=20) 氧化乙烯=50/50 (重量比) 的混合物} 18 份和水 37.9 份, 在螺杆式搅拌桨叶的转数 550rpm 下, 一边搅拌一边加温

至 60℃。在该旋转速度下，一边搅拌含有氢氧化钾和成分(A-1)的加温的水性液，一边往其中缓慢投入在试验第1段中制备的酸性烷基磷酸酯(T-1) 37.5份，投入后，进一步继续搅拌10分钟。此间，将反应装置内的水性液的温度维持在60~80℃。之后，冷却至30℃，制备合成纤维处理剂的60%高浓度水性液(R-4)。将制备的合成纤维处理剂的60%高浓度水性液(R-6)在30天中、每24小时在20℃和70℃的保温库中交替保管后，投入到60℃的温水1100份中，得到合成纤维处理剂的5%低浓度水性液(r-6)。

试验第3段(合成纤维处理剂的低浓度水性液的评价)

就在试验第2段中制备的合成纤维处理剂的低浓度水性液(P-1~P-28和r-1~r-6)，按照下述的评价方法，评价其稳定性。结果归纳示于表3中。

· 评价方法1

将合成纤维处理剂的低浓度水性液在50℃放置7天后，用目视观察该水性液的外观，同时用离子交换水将该水性液稀释到浓度1%后，调温至25℃，用分光光度计(日立制作所社制的紫外线分光光度计U-2000)，测定750nm处的透过率。此外，按照下述的评价基准进行评价。

评价基准

- ：和制备时没有差别，稳定
- ：和制备时没有差别，稳定，透过率的降低低于5%
- △：稍微产生沉淀物和浮游物，透过率降低5~20%
- ×：明显产生沉淀物和浮游物，透过率降低20%以上

· 评价方法2

将合成纤维处理剂的低浓度水性液在20℃放置12小时，然后在70℃放置12小时，重复这样的操作总计120小时后，和评价方法1一样，对该水性液的稳定性进行评价。

· 评价方法3

将合成纤维处理剂的低浓度水性液在50℃保温，同时用均相混合机在转数2000rpm的条件下，搅拌5天后，和评价方法1一样，对该水性液的稳定性进行评价。

试验第4段(附着在聚酯常产纤维上时，对其的评价)

· 附着在聚酯常产纤维上

将在试验第2段中制备的合成纤维处理剂的低浓度水性液(P-1~P-28和r-1~r-6)在50℃放置7天后,将该合成纤维处理剂的低浓度水性液以喷雾方式附着到在制棉工序中得到的纤度为 1.3×10^{-4} g/m(1.2旦尼尔)且纤维长38mm的半无光的聚酯常产纤维上,使之达到表3所记载的附着量,用80℃的热风干燥机干燥2小时后,在30℃×70%RH的氛围气下,进行一夜的调湿,得到附着了合成纤维处理剂的进行了处理的聚酯常产纤维。

梳理工序的纤维网均匀性的评价

使用前述得到的经处理的聚酯短纤维10kg,在30℃×70%RH的氛围气下,提供给盖板式梳理机(丰和工业社制),在纺出速度=140m/分的条件下使之通过。按照以下的基准对纺出的纤维网的均匀性进行评价。结果归纳示于表3中。

纤维网均匀性的评价基准

- : 完全没有斑点, 均匀
- : 可以看见稍稍一点斑点, 不成问题
- △: 可以确认一些斑点, 稍有点问题
- ×: 可以确认许多斑点, 有问题

【表 3】

划分	合成纤维 处理剂的 低浓度水 性液的种类	合成纤维处理剂的 低浓度水性液的稳定性			附着量 (%)	纤维网 均匀性
		评价方法 1	评价方法 2	评价方法 3		
实施例 29	P-1	◎	◎	◎	0.15	◎
30	P-2	◎	◎	◎	0.15	◎
31	P-3	◎	◎	◎	0.15	◎
32	P-4	◎	◎	◎	0.15	◎
33	P-5	◎	◎	◎	0.17	◎
34	P-6	◎	◎	◎	0.17	◎
35	P-7	◎	◎	◎	0.13	◎
36	P-8	◎	◎	◎	0.13	◎
37	P-9	◎	◎	◎	0.15	◎
38	P-10	◎	◎	◎	0.15	◎
39	P-11	◎	◎—○	◎—○	0.15	◎—○
40	P-12	◎	◎—○	◎—○	0.17	◎—○
41	P-13	◎	◎—○	◎—○	0.14	◎—○
42	P-14	◎	◎—○	○	0.11	◎—○
43	P-15	◎	○	◎—○	0.12	◎—○
44	P-16	◎—○	○	○	0.15	○
45	P-17	◎—○	○	○	0.15	○
46	P-18	◎—○	○	○	0.13	○
47	P-19	◎—○	○	○	0.17	○
48	P-20	○	○	○	0.17	○
49	P-21	○	○	○	0.17	○
50	P-22	○	○	○	0.15	○
51	P-23	○	○	○	0.17	○
52	P-24	○	○	○	0.17	○
53	P-25	○	○	○	0.17	○
54	P-26	○	○	○	0.17	○
55	P-27	○	○	○	0.17	○
56	P-28	○	○	○	0.17	○
比较例 1	r-1	×	×	×	0.15	×
2	r-2	△	×	×	0.16	×
3	r-3	×	×	×	0.15	×
4	r-4	△	×	×	0.16	×
5	r-5	×	×	×	0.16	×
6	r-6	×	×	×	0.16	×

在表 3 中，附着量（%）：合成纤维处理剂对聚酯常产纤维的附着量（%）。