

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6452683号
(P6452683)

(45) 発行日 平成31年1月16日(2019.1.16)

(24) 登録日 平成30年12月21日(2018.12.21)

(51) Int. Cl. F 1
D O 1 F 6/82 (2006.01) D O 1 F 6/82

請求項の数 28 (全 27 頁)

(21) 出願番号	特願2016-522951 (P2016-522951)	(73) 特許権者	512007247
(86) (22) 出願日	平成26年7月3日(2014.7.3)		ゴールドエン レダイ カンパニー ソチエ
(65) 公表番号	特表2016-526618 (P2016-526618A)		タ ベル アチオーニ
(43) 公表日	平成28年9月5日(2016.9.5)		イタリア国 マントーヴァ, 1-4604
(86) 国際出願番号	PCT/IB2014/062833		3 カスティッリオーネ デレ スティヴ
(87) 国際公開番号	W02015/001515		イエーレ, ヴィア ジィ. レオパルディ,
(87) 国際公開日	平成27年1月8日(2015.1.8)		3/5
審査請求日	平成29年6月29日(2017.6.29)	(74) 代理人	100064388
(31) 優先権主張番号	F12013A000162		弁理士 浜野 孝雄
(32) 優先日	平成25年7月4日(2013.7.4)	(74) 代理人	100194113
(33) 優先権主張国	イタリア (IT)		弁理士 八木田 智
		(72) 発明者	グラシ, ネリノ
			イタリア国 マントーヴァ 1-4604
			3 カスティッリオーネ デレ スティヴ
			イエーレ, ヴィア ソルフエリノ 55
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高水分率を有する合成糸の製造方法及び得られた糸

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ポリアミドの水分率 (moisture regain) を増加させるために、ポリアミド及び少なくとも 1500 の分子量を有するポリエーテルアミンを反応させて、ポリエーテルアミン含有の変性ポリアミドを得る工程であって、ここで前記変性ポリアミドはポリエーテルアミンで置換された少なくとも幾つかのカルボキシル基を有するものである、工程；及び

前記変性ポリアミドの熔融集合体 (molten mass) から糸を生成させる工程；及び

前記ポリアミド及び前記ポリエーテルアミンを、糸の製造用の紡糸口金に前記ポリマーが供給される少なくとも 1 つの押出し機中にて、前記ポリアミドのアミン基と及び前記ポリエーテルアミンのアミン基と反応し得る添加剤の存在下に、熔融状態で接触させる工程を含む、高い水分率能を有する、ポリアミドをベースとした合成糸の製造方法。

【請求項 2】

前記糸が、6%乃至15%の水分率を含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記ポリエーテルアミンが、前記ポリエーテルアミンの理想化 A H E W を 10% 以上越えない A H E W を有し、ここで A H E W は分子当りの活性アミン水素数であって、それ故に、A H E W は I S O 標準規格 9702 に記載される手順を用いてアミン基窒素含有量を決定することにより算出されるものである、請求項 1 に記載の方法。

10

20

【請求項 4】

前記ポリエーテルアミンがポリエーテルジアミンである、請求項 1 又は 2 に記載の方法。

【請求項 5】

前記ポリエーテルアミンが、2000 以上の分子量を有する、請求項 1 乃至 4 のうちいずれかに記載の方法。

【請求項 6】

前記ポリアミドが脂肪族ポリアミドである、請求項 1 乃至 5 のうちいずれかに記載の方法。

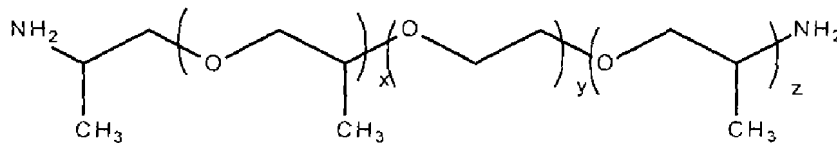
【請求項 7】

前記ポリアミドが、ナイロン 6, 6 及び / 又はナイロン 6 を含む、請求項 5 に記載の方法。

【請求項 8】

前記ポリエーテルアミンが、下記式：

【化 1】



を有するポリエーテルジアミンである、請求項 1 乃至 7 のうちいずれかに記載の方法。

【請求項 9】

前記ポリエーテルジアミンが、30 乃至 45 の、及び好ましくはおよそ 39 のエチレンオキシド分子数を有する、請求項 8 に記載の方法。

【請求項 10】

前記ポリエーテルジアミンが、5 乃至 8 の、及び好ましくはおよそ 6 のプロピレンオキシド分子数を有する、請求項 8 又は 9 に記載の方法。

【請求項 11】

前記ポリアミド及び前記ポリエーテルアミンを、220 乃至 350 の温度において接触させる、請求項 1 乃至 10 のうちいずれかに記載の方法。

【請求項 12】

前記添加剤が、グラフト化剤 (grafter) 及び / 又は鎖延長剤である、請求項 1 乃至 11 のうちいずれかに記載の方法。

【請求項 13】

前記ポリアミドが、5 乃至 60 meq / kg の、及び好ましくは 5 乃至 35 meq / kg のアミン末端基数を有する。請求項 1 乃至 12 のうちいずれかに記載の方法。

【請求項 14】

前記ポリアミドが、40 乃至 200 meq / kg の、及び好ましくは 80 乃至 100 meq / kg のカルボキシル末端基数を有する。請求項 1 乃至 13 のうちいずれかに記載の方法。

【請求項 15】

前記ポリアミド及び前記ポリエーテルアミンを、直列に配置した少なくとも 2 つの押し出し機中にて熔融状態で接触させ、そして、下流の押し出し機から出たポリマーを糸の製造用の紡糸口金へと供給する、請求項 1 乃至 14 のうちいずれかに記載の方法。

【請求項 16】

前記糸が、0.5 乃至 20 を含む DPF を有する、請求項 1 乃至 15 のうちいずれかに記載の方法。

【請求項 17】

10

20

30

40

50

前記ポリアミドが、 $8,000$ 乃至 $18,000$ AMUの、及び好ましくは $9,000$ 乃至 $15,000$ AMUの、及びより好ましくは $10,000$ 乃至 $14,000$ AMUの分子量を有する、請求項1乃至16のうちいずれかに記載の方法。

【請求項18】

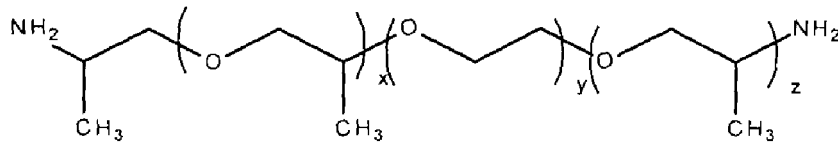
前記系が、多成分系であり、前記系の成分の少なくとも1種が前記変性ポリアミドにより形成されている、請求項1乃至17のうちいずれかに記載の方法。

【請求項19】

少なくとも 1500 の分子量を有するポリエーテルアミンを有する変性ポリアミドにより形成される少なくとも一部を有し、前記ポリアミドのカルボキシル基の少なくとも幾つかが前記ポリエーテルアミンに置換され、

前記ポリエーテルアミンが、下記式：

【化2】



を有するポリエーテルジアミンである、系。

【請求項20】

前記ポリエーテルアミンの質量百分率が、 1% 乃至 30% 、及び好ましくは 2% 乃至 20% 、及びさらに好ましくは 5% 乃至 15% 、及び特に 8% 乃至 13% である、請求項19に記載の系。

【請求項21】

6% 乃至 15% を含む水分率を有する、請求項19又は20に記載の系。

【請求項22】

前記成分の少なくとも1種が変性ポリアミドであり、前記少なくとも1種の成分が、前記系の表面の少なくとも一部を形成する、多成分構造を有する請求項19、20又は21に記載の系。

【請求項23】

前記ポリアミドが脂肪族ポリアミドである、請求項19乃至22のうちいずれかに記載の系。

【請求項24】

前記ポリアミドが、ナイロン6及び/又はナイロン6,6を含む、請求項19乃至23のうちいずれかに記載の系。

【請求項25】

0.5 乃至 20 のDPFを有する、請求項19乃至24のうちいずれかに記載の系。

【請求項26】

前記ポリエーテルジアミンのエチレンオキシド分子数が、 30 乃至 45 、及び好ましくはおよそ 39 である、請求項19乃至25のうちいずれかに記載の系。

【請求項27】

前記プロピレンオキシド分子数が、 5 乃至 8 、及び好ましくはおよそ 6 である、請求項26に記載の方法。

【請求項28】

請求項19乃至27のうちいずれかに記載の系を用いて、又は当該系から得られた繊維を用いて製造した、織物製品。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

10

20

30

40

50

技術分野

本発明は、織物製品の、及び特に、ニット織物の、織布の、不織布の、及び、糸、フィラメント又は繊維を使用するいずれの他の織物製品の製造の分野に関する。

より特に、本発明は、ポリアミドをベースとした合成織物製品の製造方法の改良に関する。

【背景技術】

【0002】

従来技術

合成繊維及び合成系の製造は、現在のポリマー産業の非常に重要な部門である。合成繊維及び合成系は、工業用途、例えば自動車及び家具産業の繊維の製造に使用されている。合成繊維はまた、アパレル部門、例えばソックス及びパンティストッキングのようなニット製品の製造に広く使用されている。織物部門において特に広く使用されている繊維は、ポリアミドをベースとした繊維、一般的にはナイロン6（以下“ポリアミド6”）及びナイロン6,6（以下“ポリアミド6,6”）である。これらの繊維は、より低い製造コスト、製造中及び加工中の両方における、及び最終消費における、より高い強度といった、天然繊維に対してもかなりの利点を有する。さらに、合成繊維の製造を起因とする環境への影響は、天然物由来の繊維の製造に起因する影響に対して低いため、合成繊維の製造工程は、より環境に優しいものである。特に、天然物由来の繊維の製造に対して、合成繊維の製造は、より低いエネルギー消費量及びより低い水消費量である。

10

【0003】

それにも関わらず、合成繊維は、天然繊維に対し幾つかの不都合を有しており、特に手触りがそれほど心地よくなく、このことは、多くの場合消費者が、体に直接接触するような製品の場合はとりわけ、天然物由来の繊維を選択することに繋がる。

20

【0004】

何年以上も、それらの水分率を高めることによって、合成繊維のこの特徴を改善するための、特に、それらの親水性を増す目的で、幾つかの努力が行われた。

【0005】

例えば、これらのポリマーの押出しによって得られた繊維の又は糸の品質を向上させる目的で、ポリアミド中にポリエーテルセグメントを取り込むための幾つかの試みが行われてきた。

30

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

衣類部門における使用用途のナイロン（ポリアミド）系中の親水性の望ましい特性は、現在のところ、ポリアミド中のオキシエチレン基（-OCH₂CH₂-）の導入を通じて付与される。この方法により変性されたポリアミドは、重合条件における変更を必要とし、そのため押出し及び紡糸工程における問題が提起され得る。

【0007】

したがって、紡糸し易く、そして次いで様々な種類の織物製品の製造に変換される、改良された水分率を有する合成繊維又は合成糸を提供する必要がある。

40

【課題を解決するための手段】

【0008】

発明の概要

本発明は、高い水分率能、即ち、高い親水性を有するポリアミドをベースとした合成繊維、合成糸又は合成フィラメントの製造方法に関する。

【0009】

本明細書及び添付された特許請求の範囲の記載中において、用語“糸（yarn）”がしばしば使用される。該用語は、連続糸又は不連続糸、即ち、ステーブル繊維、又は、繊維、即ち不連続成分を紡糸することにより得られた連続糸を含み得る包括的な織物製品を指定することを目的としている。該ステーブル繊維は、押出しにより得られる連続糸の製

50

造からも同様に得られ得る。

【0010】

織物製品は、モノ - フィラメント又はマルチ - フィラメント、即ち、1種以上のフィラメントから形成される。

【0011】

織物製品は、単一成分、即ち、糸の交差する部分全部を形成する単一成分からなるものであり得る。織物製品はまた、多重成分、特に2成分であり得、即ち、2種類の異なる成分例えば、一方が他方の内側に配置され、そして1種の成分で作られたコアと、異なる成分で作られた皮膚層又は外側層との組み合わせからなるものであり得る。2成分糸はまた、一方が他方の内側であるよりも、並んで配置された2つの成分を含み得る。

10

【0012】

実質的には、高水分率能 (high moisture regain capacity) を有するポリアミドをベースとした合成糸を製造するために本明細書に記載された方法は、ポリアミドの水分率 (moisture regain) を増加させるために、ポリアミド及び少なくとも1500の分子量を有するポリエーテルアミンを反応させて、ポリエーテルアミン含有の変性ポリアミドを得る工程；及び、前記変性ポリアミドの溶融集合体 (molten mass) から糸を生成させる工程、を含む。実際には、変性ポリアミドは、ポリエーテルアミンで置換された少なくとも幾つかのカルボキシル基を有する。

【0013】

以下詳細に記載するように、変性ポリアミドの製造及び糸の製造の2つの段階は独立して行われ得、先ず、所望によりチップ形態にある変性ポリアミドを製造し、そしてその後、異なる操作段階において糸の押出しにおいてチップを使用する段階及び製造段階により行われ得る。その他の態様において、当該2つの段階は、所望により他の成分と組み合わせたポリアミド及びポリエーテルアミンを、合成糸を製造するための1以上のフィラメントが生成される紡糸口金付きの押出しシステムへと供給する、単一のシステム又はプラントにおいて組み合わせられそして行われ得る。

20

【0014】

反応は、鎖延長剤、グラフト化剤 (grafter) 等の1種以上の添加剤を使用することにより促進され得る。反応は、別個の製造段階において行われ得る。変性ポリアミドは、その後、例えば、織物用途の合成糸を製造するための技術から実質的に導き出された技術を用いて、チップ状の変性ポリアミドを溶融しそして適した紡糸口金を通して溶融材を押出すことにより、モノフィラメント糸又はマルチフィラメント糸へと変換される押出しプロセスへ供給される。

30

【0015】

この構造を有する変性ポリアミドは、従来技術のポリアミドよりも実質的に高い程度の水分率を有する。本明細書に記載された方法を用いて得られた変性ポリアミドを少なくとも部分的に含むモノフィラメント糸又はマルチフィラメント糸は、例えば、綿のような天然物繊維を用いて得られたものに匹敵するか又はそれよりも高い水分率、並びに、技術的、機械的な可染性、及び織物分野及びその他の家具、自動車産業等のような分野の両方において織物製品の製造のための使用に適合するようにするためのその他の特性を有する。

40

【0016】

幾つかの態様において、該方法は、押出し機中でポリアミド及びポリエーテルアミンを直接接触させるための方法を提供する。該押出し機は、1以上の連続した押出し機を含み得る。このようにして、2種の成分は押出し中に互いに反応し、成分間の反応から製造された変性ポリアミドの糸又は多数のフィラメントを押出し機の出口から得る。

【0017】

該ポリエーテルアミンは、好ましくは、ポリエーテルアミンの理想化 AHEW (Amine Hydrogen Equivalent Weight; アミン水素当量) が10%を越えないAHEWを有する。該用語 (AHEW) は、ポリエーテルアミンの分子量

50

を分子当りの活性アミン水素の数で除したもとして定義される。例えば、2000の平均分子量を有する理想化ポリエーテルアミンであり、ポリエーテルの全ての末端がアミン末端であって、分子当り4.0の活性アミン水素を与える場合、当量当り500gのAHEWを有することになる。末端の10%がアミンではなくヒドロキシル基である場合、分子当り僅か3.6の活性アミン水素であり、そしてポリエーテルアミンは当量当り556gのAHEWを有するであろう。

【0018】

分子当りの活性アミン水素の数、このようにして与えられたポリエーテルアミンのAHEWは、先行技術及び従来技術に基づき、例えば、ISO標準規格9702に記載された手順を用いてアミン基窒素含有量を算出することにより算出され得る。

10

【0019】

特に有利な態様において、該ポリエーテルアミンは、好ましくは、1500以上の分子量、及び当該ポリエーテルアミンの理想化AHEWの10%を越えないAHEWを有するポリエーテルジアミンである。

【0020】

該ポリアミドは、一般的には、可染性の酸（アニオン性）又は塩基（カチオン性）ポリマーであり得る。特に有利な態様において、該ポリアミドは、例えば、ナイロン6,6（ポリヘキサメチレンアジパミド）であり得る。その他の態様において、該ポリアミドはナイロン6、即ち、ポリ（ε-カプロラクタム）であり得る。またさらに他の態様において、該ポリアミドは、ナイロン6及びナイロン6,6のコポリマーであり得る。

20

【0021】

該ポリアミドは、例えば、ナイロンをベースとした合成系の製造に通常使用されるようなチップ形態で、押出し装置中に計量され得る。該ポリエーテルジアミンは、液体形態で計量され得る。

【0022】

有利には、前記の2種の成分の量が、ポリアミドの量が好ましくは50質量%乃至98質量%となるように計量される。その他の態様において、ポリアミドの百分率は、50質量%乃至95質量%、例えば、70質量%乃至95質量%であり得る。有利な態様において、ポリアミドの百分率は、85質量%乃至93質量%である。上記定義した範囲内の全ての値及び上記に定義した範囲に含まれる各々の従属する範囲は、本開示の中に含まれる理解されるべきである。

30

【0023】

理論的には、全てのポリアミドがポリエーテルアミンと反応した場合、類似した百分率が、最終生成品中に見出されるであろう。最終製品中の上記に示した計測された範囲からの逸脱は、ポリエーテルアミンの不完全な反応により、又は変性ポリアミドとは異なる副生成物の形成により、測定され得る。

【0024】

幾つかの態様において、該ポリエーテルアミンは、アルキルポリエーテルアミンであり得る。

【0025】

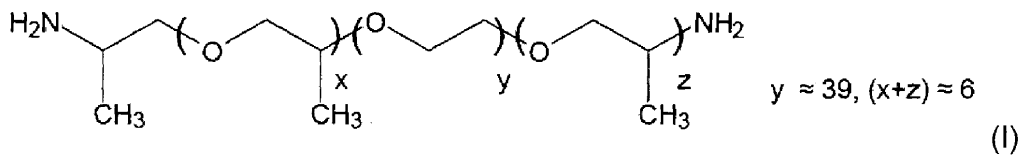
幾つかの態様において、該ポリエーテルアミンは、ハンツマン インターナショナル LLC (Huntsman International LLC) により製造販売されているエラストミン (Elastamine) (登録商標) RE-2000のような、ポリエーテルジアミンである。当該ポリエーテルアミンは、2000の平均分子量、及び当量当り505gのAHEWを有し、したがって理想化AHEWの10%を越えないものであり、この場合、当量当り500gである。

40

【0026】

幾つかの態様によれば、該ポリエーテルジアミンは、下記構造：

【化1】



(式中、 $y = 39$ はエチレンオキシド分子の数を表し、及び
 $y + z = 6$ は、プロピレンオキシド分子の数を表す。) 10
 を有するプロピレンオキシド及びエチレンオキシドのコポリマーである。

【0027】

他の態様において、該ポリエーテルアミンは、 γ -ジアミンポリ(オキシアルキレン-コ-オキシアルキレンエーテル)の、例えば、米国特許出願公開第2012/0065362号明細書に記載の種類であって、その内容が本開示に組み込まれているもののコポリマーであり得る。

【0028】

ポリエーテルアミンは、例えば、ポリアミドとポリエーテルアミンとの間の反応後の押出されたポリマー中に得られる望ましい特性に依存する分子量を有し得る。幾つかの態様において、ポリエーテルアミンの分子量は1500以上である。幾つかの態様において、 20
 ポリエーテルアミンの分子量は、1800、又は2000である。その他の態様において、分子量は、2000よりも大きく、例えば、2200以上、2500以上、そして少なくとも5000まで及ぶ。

【0029】

押し出しにより得られる最終的なポリマー中のポリエーテルアミンの量は、1質量%乃至30質量%、例えば2質量%乃至20質量%、好ましくは、5質量%乃至15質量%、例えば8質量%乃至12質量%含まれ得る。本開示は、上記定義の範囲内の全ての値及び、上記定義の範囲内に含まれる従属する範囲の各々もまた含まれることが理解されるべきである。

【0030】

記載された方法に使用可能なポリアミドは、例えば、8,000乃至18,000の分子量を有し得る。幾つかの態様において、該ポリアミドは、9,000乃至15,000、例えば10,000乃至14,000 AMUの分子量を有する。

【0031】

可能な態様において、該ポリアミドは、カルボキシル末端基(COOH)に等しいアミン末端基(NH₂)の数を、例えばどちらも47を有し得る。

【0032】

幾つかの態様によれば、記載された方法は、カルボキシル末端基数よりも少ないアミン末端基数を有するポリアミドを使用し得る。幾つかの態様において、アミン末端基(AEG)の量は、5乃至60 meq/kgである。好ましい態様において、該ポリアミドは、 40
 55未満のAEG、有利には、5乃至45 meq/kgである。幾つかの態様において、該ポリアミドは、5乃至35のAEGを特徴とする。幾つかの態様において、カルボキシル末端基(CEG)の数は、40乃至200 meq/kgである。幾つかの特別に有利な態様において、80乃至100のCEGを有するポリアミドが使用される。

【0033】

末端基の総量(TEG)は、有利には5乃至155 meq/kgである。

【0034】

幾つかの態様によれば、該ポリアミドは、2乃至3、そして好ましくは2.2乃至2.8の相対粘度(95.7%硫酸中で測定)を有し得る。

【0035】

後述するように、アミン末端基の数よりも大きいカルボキシル末端基の数によって、最終的なポリマー中におけるより大きい量のポリエーテルアミン分子の結合が可能となり得る。

【0036】

有利な態様において、ポリエーテルアミン及びポリアミドの間の反応は、220乃至350の温度において、所望により加圧反応容器内において行われ得る。反応が、1つ以上の押出し機中で直接行われる場合、これらは、ポリエーテルアミンとポリアミドとを接触させ且つ反応させる領域において上記に示された値の範囲の内部温度を発展させ得る。

【0037】

ここに記載された方法によるポリマーの押出しから得られた糸は、LOY（低延伸系）、POY（半延伸系）、又はFDY（延伸系）型のマルチフィラメント織物糸であり得る。

10

【0038】

既に述べたように、該フィラメントは、連続的であり得、そしてそのように使用されるか、又は、例えば、10乃至100mmの長さのステーブル繊維へ分けられる。

【0039】

該ステーブル繊維は、既知の紡糸工程を用いて連続系へ変換され得る。

【0040】

更なる局面によれば、該ステーブル繊維は不織布を製造するために使用され得、形成する繊維ウェブはその後、機械的、油圧式、化学的若しくは熱接合工程、又はこれらの組み合わせを受ける。

20

【0041】

該糸は、製織工程、編成工程又はその他の用途に使用され得る。

【0042】

本明細書に記載された手順を用いて製造された糸は、その後、その物理学的及び機械的特性を改良するために処理され得る。幾つかの態様において、該糸は、その他の糸と組み合わせられ得、複合品を得る。幾つかの態様において、紡糸口金から得られた該糸は、質感を与えられるか、又はtaslanizedされ、伸延され、例えば交絡処理又は被覆ノズル、又はその他の適した装置によって弾性糸と結合され得る。

【0043】

上記に示されたように、該糸は、1成分であり得る。この場合、フィラメント又はそれが形成される複数のフィラメントは同一の原料からなる。その他の態様において、該糸は、多成分、例えば2成分であり得る。一つには、糸を形成する幾つかの又は各々のフィラメントは、この場合、2種の異なるポリマーにより形成された2種の部分を含む。幾つかの態様において、該フィラメントは、異なるポリマーにおいて製造された内部コア及び外側コーティング（“コア-スキン”2成分繊維）を含む。可能な態様によれば、内部コアを取り囲む外側部分又はスキンは、ポリアミド及びポリエーテルアミンを含む高水分率を有するポリマーで製造され得る一方で、コアは、異なるポリマー、例えばポリエーテルアミン分子の無いポリアミドで製造され得る。幾つかの態様において、ナイロン6又はナイロン6,6のコアは、本明細書に記載されたとおりに製造されたポリアミン及びポリエーテルアミンのスキンを用いて押出され得る。

30

40

【0044】

幾つかの態様において、2成分繊維は、熱可塑性ポリプロピレン又はポリウレタン、又はポリエステル、例えばポリエチレンテレフタレート又はポリブチレンテレフタレートから成るか又はこれらを含む第2の成分を有し得る。

【0045】

その他の態様において、各々フィラメントを形成する2種の成分は、一つを他に挿入されるよりもむしろ、互いに隣り合って（“サイドバイサイド”2成分繊維）配置され得る。

【0046】

50

多成分繊維、特に2成分繊維を製造するための押出しヘッドは既知であり、そして本方法の状況下において有利に使用される。

【0047】

幾つかの態様において、2成分系が、それらを構成するポリマーの、10質量%乃至95質量%、好ましくは50質量%乃至80質量%がポリアミド及びポリエーテルアミンを含むポリマーである系である一方で、残留部分が、ポリアミド、又はその他の種類のポリマー、例えばポリプロピレンからなる系である。

【0048】

幾つかの態様において、該系は、1乃至300の数のフィラメントで押出しされる。

【0049】

幾つかの態様によれば、該系は、5乃至6000 dtexを含む線密度を有する。有利な態様において、該系は、0.5乃至20のDPF(フィラメント当りのdtex)値を有する。

【0050】

幾つかの特に有利な態様において、該系は、1(単一フィラメント)乃至100の、好ましくは30乃至60のフィラメント数、及び、7乃至140 dtexの、好ましくは40乃至60 dtexの線密度を有する。幾つかの態様において、該ポリマーは20乃至80 cm/sの押出し速度において押出される。紡糸口金から押出されるフィラメントは、有利には、既知の方法、例えば気流中で冷却され得る。

【0051】

この段階において、単一フィラメントは、空気の側方流動で冷却され、マルチフィラメント系を形成するために組み合されるように、油井へと向かいそして通して合流される。下流において、該系は1つ以上の延伸及び/又は弛緩及び/又は安定ローラーの周りに供給され得、必要かつ所望の度合の延伸及び/又は配向の糸を与えるために、互いに異なり得る周辺速度において運転及び制御され得る。

【0052】

幾つかの態様において、該系は、20%乃至60%の伸長を受ける。

【0053】

最後に、該系は、巻き取られて巻き枠又は容器を形成する。巻き取り速度は、例えば1,000乃至5,500 m/分が含まれる。

【0054】

本発明の更に有利な特徴及び態様は、下記に記載され、そして本明細書の不可欠な部分として形成される添付の特許請求の範囲に示される。上記に提供される簡単な説明は、以下の詳細な説明がより良く理解し得るように、そして、当該技術分野への本発明の貢献がより良く評価され得るように、本発明の種々の態様の特徴を特定する。当然ながら、ここに以下に記載されるであろう、そして添付の特許請求の範囲において画定されるであろう本発明のその他の特徴がある。これに関連して、本発明の種々の態様を詳細に説明する前に、本発明の様々な態様が、下記明細書に記載され又は図面に表された要素の詳細及び構成の改変に対するそれらの適用において限定されるものではないことが、理解されるべきである。本発明は、その他の態様に実施され得、そして組み込まれ得、そして種々の方法において実現され得る。さらに、ここに採用された表現及び用語は、単に便宜的なものであり、そして限定と看做されないことが、理解されるべきである。

【0055】

したがって、当業者は、本記載に基づく概念は、本発明の種々の目的を実施するためのその他の構成、その他の方法及び/又はその他のシステムの策定に基づくように容易に用いられ得ることが理解されるであろう。それ故、本特許請求の範囲は、本発明の精神及び範囲を逸脱しないそれらに相当する構成を含めるものとして考えられることが重要である。

【図面の簡単な説明】

【0056】

本発明は、本発明による設備一式の限定されない実際の態様を示す、以下の記載及び添付の図面によりより良く理解されるであろう。

より詳細には：

図1乃至6は、6つの態様における本明細書の方法を用いた糸の製造のためのシステムの概略図を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0057】

本態様の実施例の下記詳細な説明は、添付された図面を参照する。種々の図面中の同一の参照番号は、同一又は同様の要素と特定するものである。さらに、該図面は原寸に比例する必要はない。さらに、下記詳細な説明は本発明を限定するものではない。正確には、本発明の範囲は、添付された特許請求の範囲により限定されるものである。

10

【0058】

“1つの態様(an embodiment)”又は“その態様(the embodiment)”又は“幾つかの態様(some embodiments)”に対する全明細書中の言及は、態様に関して記載される特別な特性、構成又は成分は、記載された対象物の少なくとも1つの態様において含まれることを意味する。したがって、明細書を通して様々な点における“1つの態様において”又は“その態様において”又は“幾つかの態様において”の表現は、必ずしも幾つかの態様又は複数の態様を指すものではない。さらに、特別な特性、構成又は成分は、1つ以上の態様のいかなる好適な方法においても組み合わせられ得る。

20

【0059】

図1の概略図は、本発明の方法の1つの態様による合成糸の製造システム又は装置を示す図である。符号1は該システムの全体を示す。それは、供給ライン4に沿いタンク5から来るポリマーが供給される第1の押出し機3を含む。

【0060】

該ポリマーは、ポリアミド(ナイロン)6, 6、ポリアミド6又は上記に定義されたようなその他のポリマーであり得る。以後、4に供給されるポリマーを、単に、ナイロン又はポリアミド6, 6と示し、その他の態様においてその他のポリマーが使用されることが理解されるものとする。

【0061】

幾つかの態様において、押出し機3は、一軸スクリュウを備え得る。その他の態様において、二軸スクリュウ押出し機3が使用され得る。

30

【0062】

ポリエーテルアミン、例えば式(I)で表されるポリエーテルジアミンは、ポリマーの供給経路に沿って供給される。符号6は、一般的に、ポリエーテルアミンのタンクを示し、ポンプ7を経て計量され、そしてライン8、8A、8B、8Cに沿って押出し機に供給される。

【0063】

有利には、ポリエーテルジアミンは、押出し機中のポリマーの供給方向に対してポリマー供給地点の下流の領域において、押出し機へ注入される。幾つかの態様において、該ポリエーテルアミンは、押出し機の単一の場所へ注入される。改良された態様において、ポリエーテルアミンは、押出し経路に沿って順に配置される複数の地点又は位置において押出し機中へ注入される。このようにして、ポリマーは、ポリエーテルアミンと接触する前に少なくとも部分的に溶解される。図1の概略図は、押出し成形室へのポリエーテルアミンの3つの注入場所を有するシステムを示すが、これは1つの可能な典型的な態様にすぎず、そしてポリエーテルアミンの注入場所の数は変化し得ることが理解されるべきである。

40

【0064】

押出し機3の末端領域において、ポリアミドはポリエーテルアミンと混合される。

【0065】

50

該混合物は、ライン 9 に沿って第 2 の押し機 1 1 へ供給される。幾つかの態様において、第 1 の押し機 3 から来るポリエーテルアミン及びポリアミドの混合物は、図 1 の 9 A、9 B、9 C に概略的に示されるように、第 2 の押し機の供給経路に沿って、1 つ又は好ましくは複数の場所又は位置に注入される。第 2 の押し機へのポリアミド及びポリエーテルアミンの注入場所又は経路の数は、変化させ得る。概略的に示された例において、3 つの注入位置があるが、これは、該システムの可能な配置の 1 つに過ぎないことが理解されるべきである。

【 0 0 6 6 】

更に計量されるポリアミドの量は、第 2 のタンク 1 3 から計量システム 1 5 を介して第 2 の押し機 1 1 へ供給される。

10

【 0 0 6 7 】

幾つかの態様において、タンク 1 3 から第 2 の押し機 1 1 へ供給されるポリアミドは、タンク 5 のポリアミドと同じものである。この場合において、1 つのタンクが備えられ得、そして、所望により、2 つの押し機 3、1 1 への二重の計量システムが備えられ得る。

【 0 0 6 8 】

一つの態様において、第 2 の押し機 1 1 へ供給されるポリアミドは、第 1 の押し機 3 へ供給されるポリアミドと異なる。例えば、第 1 の押し機 3 へ供給されるポリアミドは、アミン末端基に対するカルボキシル末端基の比が 1 より大きい、好ましくは 1 . 5 以上、さらにより好ましくは 1 . 8 より大きい、例えばおよそ 2 のものを有し得る。したがって、このポリアミドは、カルボキシル末端基はアミン末端基の数よりも大きい数を有する。幾つかの態様において、カルボキシル末端基の数は、8 0 乃至 1 0 0 であり、そしてアミン末端基の数は 4 0 乃至 5 0 である。

20

【 0 0 6 9 】

第 1 の押し機 3 に供給されるポリアミドは、1 0 乃至 1 0 0 P a * s の粘度を有し得る。幾つかの態様において、押し機 3 へ供給されるポリアミドは、1 5 乃至 7 0 P a * s、そして特に 2 0 乃至 5 0 P a * s の粘度を有し得る。

【 0 0 7 0 】

溶融物の粘度 (P a * s) は、2 9 0 の温度、そして一般的に 1 0 乃至 1 0 , 0 0 0 s ⁻¹ を含む種々の速度勾配 (s ⁻¹) において毛管レオメーターを用いて測定される。

30

【 0 0 7 1 】

第 2 の押し機 1 1 に供給されるポリアミドは、およそ 1 の、アミン末端基に対するカルボキシル末端基の比を有し得る。幾つかの態様において、第 2 の押し機 1 1 に供給されるポリアミドは、カルボキシル末端基の数及びアミン末端基の数が、3 0 乃至 6 0 m e q / k g、例えば 4 0 乃至 5 0 m e q / k g を有し得る。

【 0 0 7 2 】

幾つかの態様において、第 2 の押し機 1 1 に供給されるポリアミドの粘度は、押し機 3 に供給されるポリアミドの粘度よりも大きいものであり得る。例えば、押し機 1 1 に供給されるポリアミドの粘度は、3 0 乃至 1 5 0 P a * s、たとえば 5 0 乃至 1 0 0 P a * s であり得る。

40

【 0 0 7 3 】

幾つかの態様においては、第 2 の押し機 1 1 とともに、添加剤を計量しそしてタンク 1 3 から来るポリアミドとともにこれを押し機 1 1 中で混合するための、添加剤の容器 1 7 及び計量システム 1 9 を有し得る。幾つかの態様において、2 つの計量システム 1 9 及び 1 5 は、それぞれ添加剤及びポリアミドを、押し機 1 1 に供給する前に混合するホッパーに供給する。

【 0 0 7 4 】

タンク 1 7 の添加剤は、カルボキシル基及びアミン基の反応に適合する、熱可塑性ポリマー、そして特にポリアミドのための鎖延長剤又はグラフト化剤を含み得る。幾つかの態様において、該添加剤は、ビーエーエスエフ (B A S F) 社により製造される鎖延長剤ジ

50

ヨンクリル (Joncryl) (登録商標) ADR - 3400 であり得る。その他の好適な添加剤は、デュポン (DuPont) 社により製造されるフサボンド (Fusabond) N493、アトケム (Athochem) 社により製造されるオルガロイ (Orgalloy) R6000 - 6600、チバスペシャルティケミカルズ (Ciba Specialty Chemicals) 社により製造されるイルガロッド (Irgarod) RA20 であり得る。

【0075】

押出し機 11 は、動的ミキサー 21 及び脱気システム 23 を備え得、押出し機 11 の内部で化学反応の結果として形成される蒸気を除去する。得られたポリマーは、ポンプ 31 を経由し紡糸口金 33 に供給され、フィラメント F が製造され、リール B に巻き取られる系 Y が集められる。

10

【0076】

幾つかの態様において、紡糸口金 33 により生成するフィラメント F1 は、冷却エリア 35 中で、例えば冷氣ジェット的手段により冷却される。冷却エリア 35 の下流に、油井 37 が配置され得、収集される前にここでフィラメント F1 を通過させて単一系 F を形成する。

【0077】

油井 37 及び巻き取りリールの間に、1 個以上のゴデットローラー又は対のゴデットローラー B が配置され得、系 F へ一定の伸縮性を付与する。図 1 の概略図は、その夫々に対のローラーを有する 3 個のゴデット 39、41 及び 43 を示す。系は、それがゴデットを形成している各々の対のローラーの周りで 1 回転以上を形成する経路に続いている。該ゴデットローラーの速度は、所望の度合の伸縮性を系に付与するように、そして結果として所望により方向を合わせるように、制御される。

20

【0078】

幾つかの態様において、ゴデットは、10 を越えない伸縮性を生じるように、そして、 0.5 g / DPF ($\text{DPF} = \text{フィラメント当りの dtex}$) を越えない系の張力を採れるように制御される。例えば、線密度 54 dtex 及び 40 フィラメントを有し、 1.35 ($54 / 40 = 1.35$) の DPF を有する系において、巻き張力は、 10 g 以下である。

【0079】

ゴデットは、段階的に上昇する供給速度を有し得る。幾つかの態様において、図示されたように 3 個のゴデットを用いて、周囲回転速度は、ゴデット 39 において $3,600 \text{ m / 分}$ から、ゴデット 41 において $3,800 \text{ m / 分}$ から、そしてゴデット 43 において $4,000 \text{ m / 分}$ から上昇させ得、これにより、リール B における巻き取り速度と同じとなる。

30

【0080】

幾つかの態様において、系の進路に沿って交絡ノズル 45 が配置され得る。

【0081】

図示されていないさらなる態様において、ポリエーテルアミン、特に例えばポリエーテルジアミン、及びグラフト化剤及び / 又は鎖延長剤又はポリエーテルアミン及びポリアミドの間の反応を促進するその他の添加剤が、押出し機 3 へ供給され得る。該添加剤は、容器を介して、又は容器 5 の代わりにタンクを経て押出し機へ供給される。グラフト化剤又はその他の添加剤及びポリエーテルアミンの注入場所の位置は、逆転させ得る。該ポリアミドは、第 2 の押出し機 11 へのみ供給され得る。さらなる態様において、ポリアミドはまた、ポリエーテルアミンと、及びグラフト化剤又はその他の添加剤とともに、第 1 の押出し機へ供給され得る。

40

【0082】

改良された態様において、ポリエーテルアミン及び / 又はポリアミドは、個々に又は組み合わせて、グラフト化剤、鎖延長剤又はその他の添加剤無しで、第 1 の押出し機及び / 又は第 2 の押出し機へ供給され得る。

50

【 0 0 8 3 】

図 2 は、ここに記載される方法による糸の製造のためのシステムの第 2 の典型的な態様を概略的に示す図である。同様の参照番号は、図 1 を参照して記載されたものと同じ又は同等の部分を示し、そして、再度説明されない。この態様において、単一の押し機 1 0 1 が備えられる。幾つかの態様において、該押し機 1 0 1 は、一軸スクリュウの押し機であり得る。その他の態様において、該押し機 1 0 1 は、二軸スクリュウの押し機であり得る。

【 0 0 8 4 】

例えば、タンク 1 1 3 から与えられたポリアミドは、押し機 1 0 1 へ供給される。例えば、タンク 1 1 3 は、ポリアミド 6 , 6 又はポリアミド 6 をチップの形態で含み得る。該ポリアミドは、計量システム 1 1 5 を介して押し機 1 0 1 へ供給され得る。幾つかの態様において、グラフト化剤、鎖延長剤又は最終ポリマーの生成を促進するその他の添加剤は、押し機 1 0 1 へ供給される。グラフト化剤又はその他の添加剤は、容器又はタンク 1 1 7 中に含まれ得る。計量システム 1 1 9 が配置され得、グラフト化剤又はその他の添加剤を押し機 1 0 1 へ供給する。その他の態様において、グラフト化剤は省略され得る。

【 0 0 8 5 】

幾つかの態様において、該システムは、例えばポンプ 1 0 7 を介して、押し機 1 0 1 に供給され得るポリエーテルアミンを含むタンク 1 0 6 を備え得る。該ポリエーテルアミンは、好ましくは、ポリアミド及び使用される場合にはグラフト化剤の供給地点の下流の、1 個以上の地点又は位置の押し機に供給される。図示された態様は、単に例示の目的で、4 個のポリエーテルアミン供給地点又は位置を示すものである。

【 0 0 8 6 】

脱気システム、紡糸口金及びフィラメント及びこれらのフィラメントで形成された糸 F の冷却及び巻き取りシステムは、図 1 を参照して記載されたものと実質的に同様であり得る。

【 0 0 8 7 】

図 3 は、本明細書に記載された方法の実施のためのシステムの更なる態様を示す図である。同様の参照番号は、図 1 の態様に準拠して図示されたものと同様又は対応する部分を示す。図 3 の実施例において、第 1 の押し機 3 及び第 2 の押し機 1 1 が、押し機 3 から押し出されたポリマーが複数の供給地点 9 A、9 B、9 C において第 2 の押し機 1 1 に供給されるような配置で、順に又は段階的に備えられる。

【 0 0 8 8 】

第 1 の押し機 3 とともに、容器 1 7 が備え付けられ、添加剤、例えばグラフト化剤又は鎖延長剤を第 1 の押し機 3 に対して計量するための計量装置 1 9 とともに提供され得る。該添加剤は、顆粒状又は粉末状であり得、そして、計量システム 1 5 が備え付けられた容器 1 3 中に含まれるポリアミド顆粒、例えばポリアミド 6 又はポリアミド 6 , 6 と組み合わせて供給され得る。幾つかの態様において、容器 1 3 から来るポリアミド及び容器 1 7 から来る添加剤は、押し機 3 の単一の場所において供給される。その他の態様において、該 2 種の成分は、押し機 3 のスクリュウ又は複数のスクリュウにより特定される押し経路に沿って異なる場所において供給され得る。

【 0 0 8 9 】

押し機 3 中の熔融ポリマーは、ライン 9 を介して 1 つ以上の地点 9 A、9 B、9 C において第 2 の押し機 1 1 へ供給される。幾つかの態様において、ポリエーテルアミンは第 2 の押し機 1 1 に対して計量され得る。例えば、該ポリエーテルアミンは、ライン 8 を介して第 2 の押し機 1 1 へ連結される容器 6 に含まれ得る。

【 0 0 9 0 】

幾つかの態様において、該ポリエーテルアミンは、第 1 の押し機から来るポリマーの連続注入地点の間の中間地点へ供給され得る。

【 0 0 9 1 】

図示されない幾つかの態様において、容器 6 から来る該ポリエーテルアミンは、第 2 の押し出し機の延長の 1 つ以上の注入地点において供給され得る。

【 0 0 9 2 】

更なる実施態様において、容器 6 から来るポリエーテルアミンの供給地点又は複数の供給地点は、ライン 9 から来る溶融ポリマーの 1 つ以上の供給地点に対し、全て下流側であり得る。

【 0 0 9 3 】

既に図 1 を参照して記載されたものに相当する第 2 の押し出し機 1 1 とともに備え付けられる残りの構成は、同様の参照番号で付され、そのため再度記載しない。

【 0 0 9 4 】

図 4 は、本明細書に記載された方法を実施するためのシステムの修正変更された態様を示す図である。同様の参照番号は、図 1 及び 3 を参照して説明されたものと同様又は同等の部分を示す。また、この場合、第 1 の押し出し機 3 及び第 2 の押し出し機 1 1 は、順に又は段階的に配置される。第 1 の押し出し機 3 とともに、計量装置 1 5 を介して該押し出し機 3 に対して計量され得るポリアミドの第 1 の容器 1 3 が備え付けられ得る。該ポリアミドは、顆粒形態であり得る。

【 0 0 9 5 】

特定の操作条件及び技術的な設計上の選択に従い、容器 1 3 のポリアミドとともに計量装置 1 9 を介して、又は異なる地点において、例えばタンク 1 3 から来るポリアミドの供給地点の下流又はその上流において計量され得る、鎖延長剤、グラフト化剤又はその他の添加剤の容器が、押し出し機 3 とともに備え付けられ得る。

【 0 0 9 6 】

第 1 の押し出し機 3 及び第 2 の押し出し機 1 1 の間の連結ライン 9 は、第 1 の押し出し機 3 から来る溶融ポリマーを第 2 の押し出し機 1 1 へ運搬する。必要に応じて、ポリアミドの更なるタンク又は容器 1 3 A がこの後に備え付けられ得る。計量装置 1 5 A は、例えばホッパーへ、容器 1 3 A から来る第 2 のポリアミドを計量する。該ポリアミドは、顆粒形態であり得る。

【 0 0 9 7 】

この典型的な態様において、2 個の押し出し機が連続して備え付けられた、本明細書に記載された方法及びシステムの実施例のその他の形態と全く同様に、第 1 の押し出し機 3 に供給されるポリアミド及び第 2 の押し出し機 1 1 に供給されるポリアミドは、例えば、種々の比重又は種々の分子量、種々のアミン基及びカルボキシル基の数、種々の粘度等を有し得る 1 つ以上の特徴又は特性によって、他と異なり得る。

【 0 0 9 8 】

幾つかの態様において、容器 1 3 A のポリアミドは、第 1 の押し出し機 3 から来る溶融ポリマーの注入地点に対して上流で供給される。第 1 の押し出し機 3 からライン 9 を経て来る溶融原料は、単一の場合又は互いに間隔を介した複数の位置において注入され得る。幾つかの態様において、第 1 の押し出し機 3 から来る溶融材料は、容器 1 3 A から来るポリアミドの供給地点に対して幾つかは上流であり且つ他は下流の複数の供給場所において第 2 の押し出し機 1 1 へ供給され得る。

【 0 0 9 9 】

可能な態様において、容器又はタンク 6 に含まれる該ポリエーテルアミンは、好ましくは第 1 の押し出し機 3 から来る溶融ポリマーの注入地点の下流の 1 つ以上の位置、例えば 8 A、8 B 及び 8 C で示された 3 つの位置において、ライン 8 を通って第 2 の押し出し機 1 1 へ供給され得る。図示されないその他の態様において、該ポリエーテルアミンは、第 1 の押し出し機 3 へ供給され得る。

【 0 1 0 0 】

該システムは、同じ参照番号で図 4 において付された、前述の図面に関して既に記載され、及び記載されていないものと同様の構成をもまた有し得る。

【 0 1 0 1 】

10

20

30

40

50

図5は、本明細書に記載された方法の実施のためのシステムのさらなる態様を示す図である。同様の参照番号は、前述の図面中に示されたものと同様又は相当する部分を示す。

【0102】

図5において、第1の押し機3及び第2の押し機11が備えられる。第1の押し機とともに、例えば計量装置15を介して、計量され得る例えば顆粒形態にあるポリアミド用の第1の容器13が備え付けられ得る。別個の位置において又は容器13から来るポリアミドの同様の供給位置において、容器又はタンク17に含まれ、そして例えば、計量装置19を介して計測されるグラフト化剤又は鎖延長剤又はその他の同等の添加剤が、押し機3へ供給され得る。幾つかの態様において、ポリエーテルアミンが多数の位置8A、8B、8Cにおいて又は選択的に単一の位置において供給され得る押し機3へと、ライン8を介して連結される、ポリエーテルアミン6の第1の容器又はタンクが備え付けられ得る。

10

【0103】

第1の押し機3から来るポリマーは、ライン9を介して第2の押し機11へ供給され得る。ライン9は、更なる上流の位置(実線)又は更なる下流の位置(9Xで示される破線)において、又は複数の位置において、押し機11に連結され得る。それぞれ計量装置15A及び19Aを有する更なる添加剤用の容器17A、及び更なるポリアミド用の容器13Aが、第2の押し機11とともに備え付けられ得る。タンク13Aから来るポリアミドの及び容器17Aから来る添加剤の供給地点が、同じ場所であり得るか又は間隔を空けられ得る。さらに、容器13Aから来るポリアミドの及び容器17Aから来る添加剤の供給地点が、第1の押し機3から来るポリマーの供給地点又は地点群の上流及び/又は下流、又は場所であり得る。

20

【0104】

いくつかの態様において、タンク6Xから来るポリエーテルアミンが、単一の位置において、又は図5の8A、8B、8Cに概略的に示されるように複数の明確な位置において供給され得る、ライン8Xを介して第2の押し機11に連結される、第2のポリエーテルアミンの容器6Xがまた、備え付けられる。

【0105】

また、図5のシステムにおいて、同様の参照番号で示され且つ再度記載されていない、前述の図面に関して既に記載された構成と同様の又は同等のさらなる構成が、押し機11に備え付けられる。

30

【0106】

その他の実施態様において、ポリエーテルアミンとの反応によって変性されたポリアミドが、例えば顆粒形態で、押し機工程とは別の工程において得られ得る。この場合において、ポリアミド及びポリエーテルアミンは、適した温度及び圧力において、適したグラフト化剤又は鎖延長剤のような相溶化剤とともに又はこれら無しに、容器中で接触される。下記に記載した、容器中に配された成分の間の反応は、ポリエーテルアミン分子によるポリアミドのカルボキシル基の置換を生じさせる。最終生成物は、顆粒に変換される。その後、該顆粒は、糸の製造用の押し機へ供給される。幾つかの態様においては、ポリマーの物理的、化学的、又はレオロジー特性を変更するために、押し機段階において更なる成分又は添加剤が添加され得る。

40

【0107】

その他の態様において、ポリマー及びポリエーテルアミン(反応を促進するためのグラフト化剤又は鎖延長剤のような添加剤とともに、又はこれら無しで)は、押し機と別個の容器中で接触され得、反応され得、熔融状態の変性ポリアミドを得、そしてこの後者は、押し機へ直接供給され得る。

【0108】

図6は、本明細書に記載された方法を実施するためのシステムの態様を示す図であり、ポリエーテルアミンで変性されたポリアミドが供給される1つの押し機101が図2の態様と同様に使用される。

50

【 0 1 0 9 】

幾つかの態様において、計量装置 1 2 3 を備える容器 1 2 1 は、押し出し機 1 0 1 に備え付けられる。容器 1 2 1 は、ポリエーテルアミンとの反応によって変性されたポリアミドを含む。容器 1 2 1 の変性ポリアミドは、顆粒形態であり得、そして例えば、グラフト化剤又はその他の相溶化添加剤とともに又はこれら無しで、ポリアミド 6, 6 又はポリアミド 6 がポリエーテルアミンと反応する温度及び圧力にて、タンク中で事前の変換段階で得られ得る。

【 0 1 1 0 】

押し出し機 1 0 1 内に計量された容器 1 2 1 からの顆粒形態のポリアミドは、溶融され、そしてフィラメント F 1 の製造用の紡糸口金 3 3 に供給するポンプ 3 1 へ押し出され、そしてこれはその後、図 6 に示され且つ前述の図面に関して既に記載され、そして同様の参照番号を用いて示された部材を介して収集される。

10

【 0 1 1 1 】

幾つかの態様において、その他の成分は、タンク 1 2 1 から来る変性ポリアミドの上流又は下流の、一緒に又は別個の位置において押し出し機 1 0 1 へ供給され得る。

【 0 1 1 2 】

その他の態様において、変性ポリアミドは、例えば、ポリアミドが送達される単一の容器である代わりに、容器 1 2 1 が、グラフト化剤又はその他の適した添加剤とともに又はそれ無しで、ポリアミドをポリエーテルアミンと反応させるために接触させる反応タンクからなる場合には、顆粒形態よりもむしろ溶融形態で存在し得る。

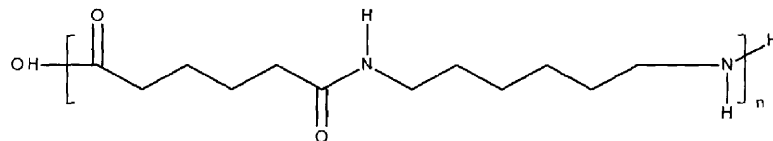
20

【 0 1 1 3 】

実施例 1 :

式 (I) で表されるポリエーテルジアミンの付加を用いるポリアミド 6, 6 の製造
グラフト化剤又は鎖延長剤の使用無しのポリエーテルジアミンの付加によるポリアミド 6, 6 の製造のために、2 種の成分を押し出し機に供給し、以下の反応を押し出し段階において得た :

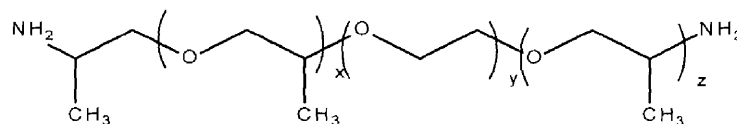
【 化 2 】



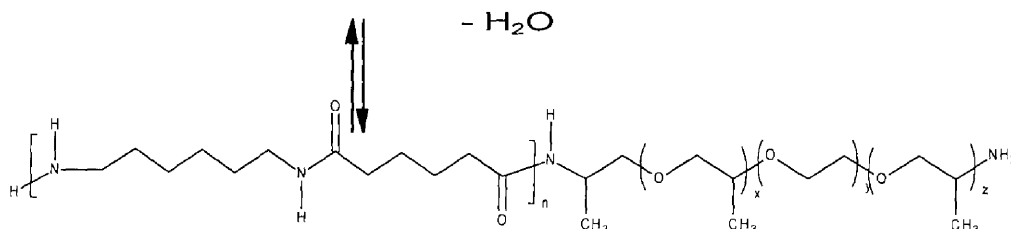
30

(ポリアミド6,6)

+



40

(ポリエーテルジアミン-RE2000 $y \approx 39$; $(x+z) \approx 6$)

50

【0114】

ポリアミド6, 6のカルボキシル末端部分を、ポリエーテルジアミンのアミン末端と結合させ、脱水しそして変性ポリアミドを得た。

【0115】

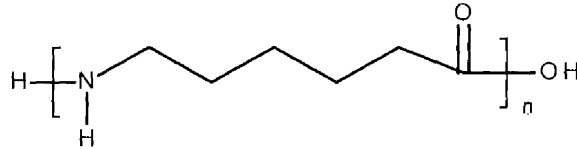
実施例2

式(I)で表されるポリエーテルジアミンの付加によるポリアミド6の製造。

グラフト化剤又は鎖延長剤の使用無しのポリエーテルジアミンの付加によるポリアミド6の製造のために、2種の成分を押出し機に供給し、以下の反応を押出し段階において得た：

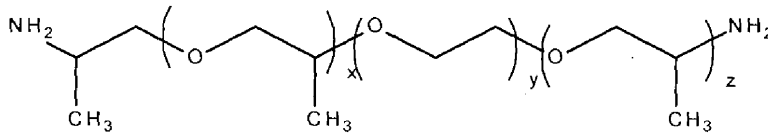
【化3】

10

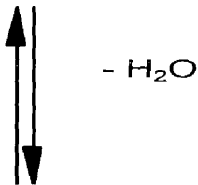


(ポリアミド6)

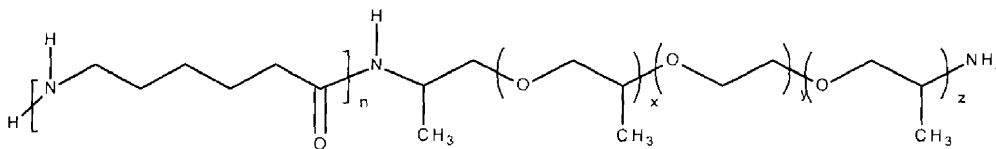
+

(ポリエーテルジアミン-RE2000 $y \approx 39$; $(x+z) \approx 6$)

20



30



【0116】

ポリアミド6のカルボキシル末端部分を、ポリエーテルジアミンのアミン末端と結合させ、脱水しそして変性ポリアミドを得た。

40

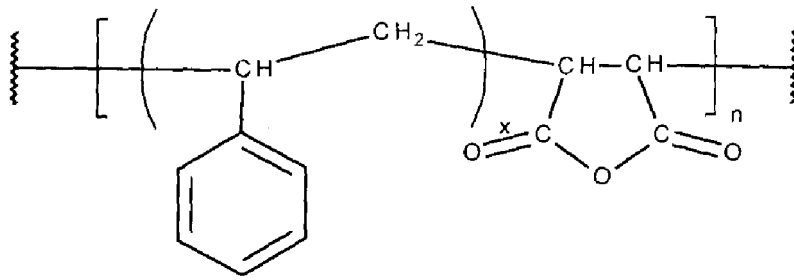
【0117】

実施例3

鎖延長剤の存在下でのポリエーテルジアミンで変性されたポリアミド6, 6の製造。

変性ポリアミドに基づくポリマー鎖の生成を促進するために、図1又は図2のシステムを用いて、ポリエーテルジアミン分子とポリアミド分子の間の結合の生成を促進する鎖延長剤又はグラフト化剤を押出し段階中に添加した。鎖延長剤として、式：

【化4】

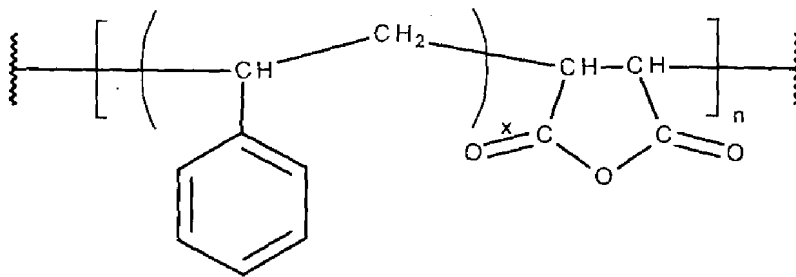


10

で表されるBASFパフォーマンスケミカル社によるジョンクリル (Joncryl) FA11_010鎖延長剤のような、スチレンベースのコポリマーが使用され得る。

第1の工程において、鎖延長剤は、以下の反応：

【化5】

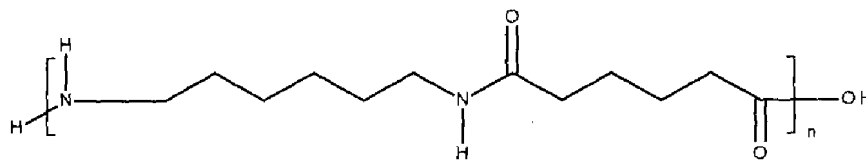


20

(FA11_010 ジョンクリル鎖延長剤)

30

+

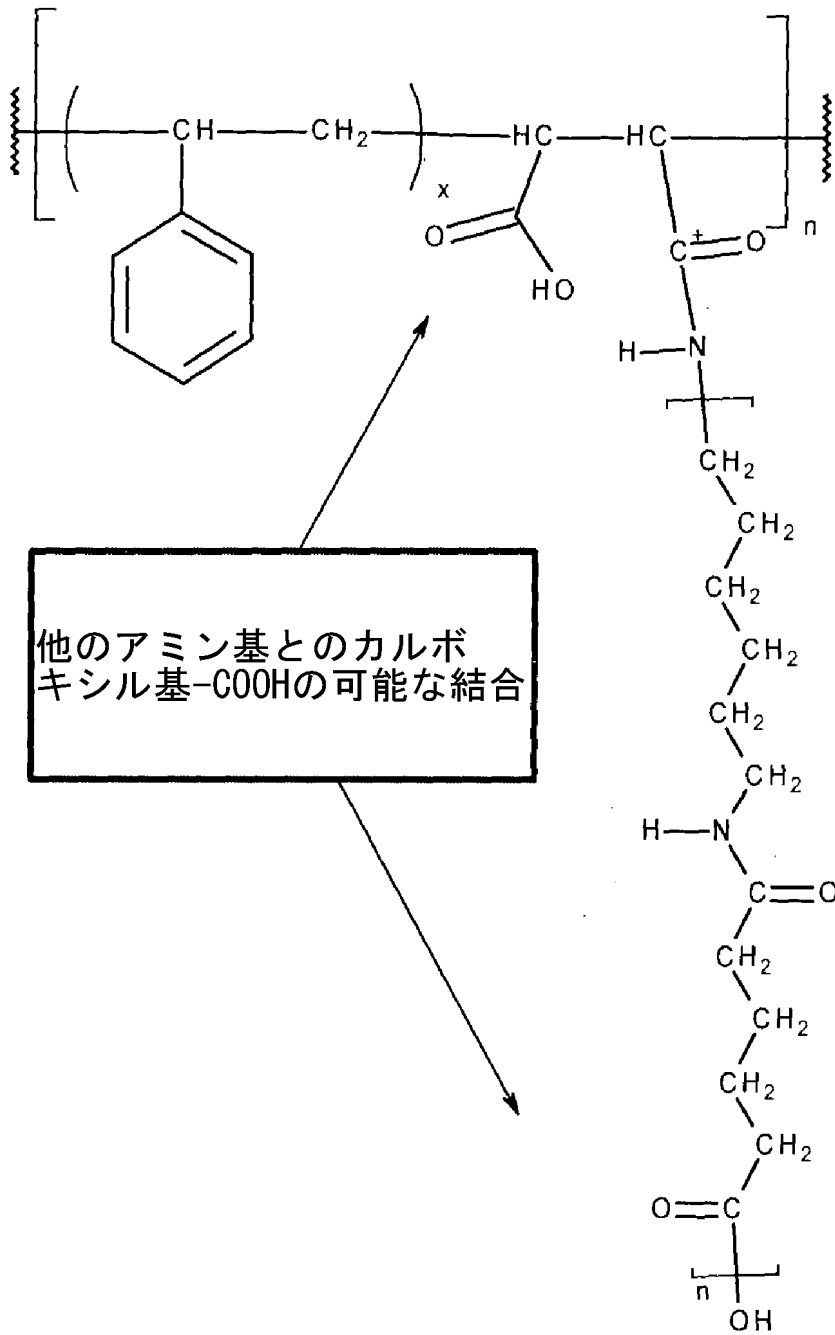


(ポリアミド6,6)

40

に従いポリアミド6,6と反応し、各々のポリエーテルジアミン分子と順に反応し得る2個のOH基を有する分子：

【化6】



10

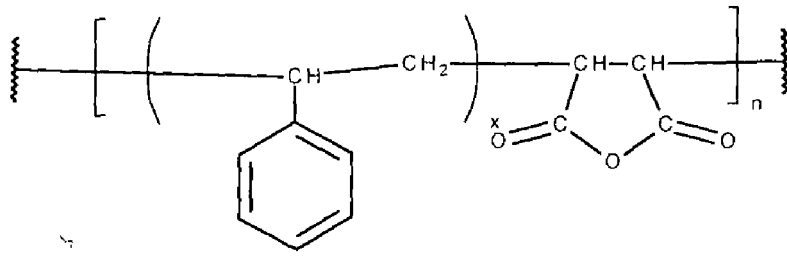
20

30

を生じて、脱水し以下の反応生成物：

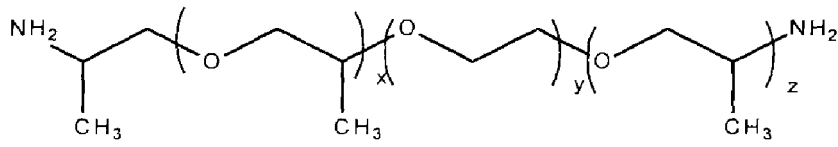
40

【化8】



10

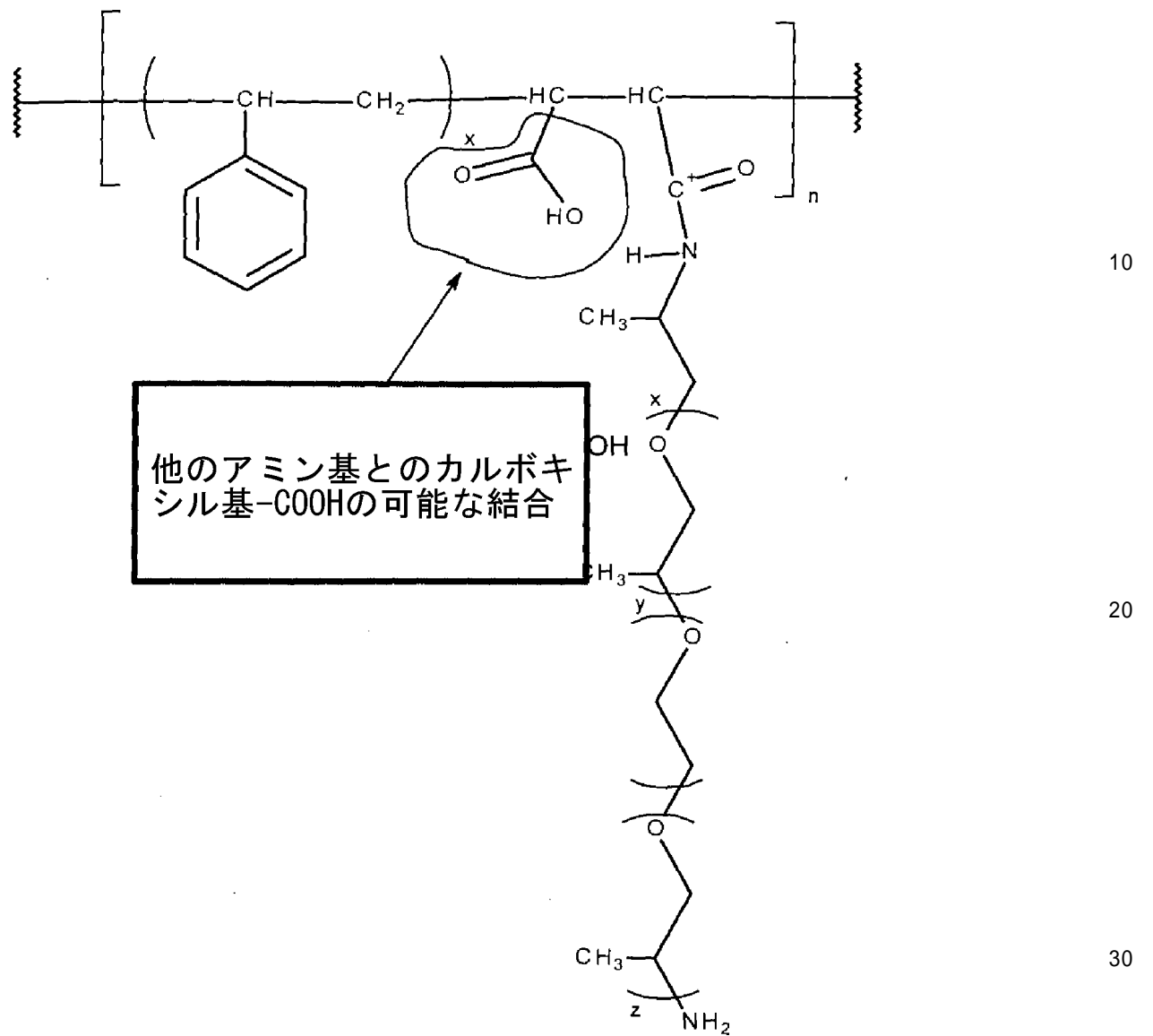
+



によって、

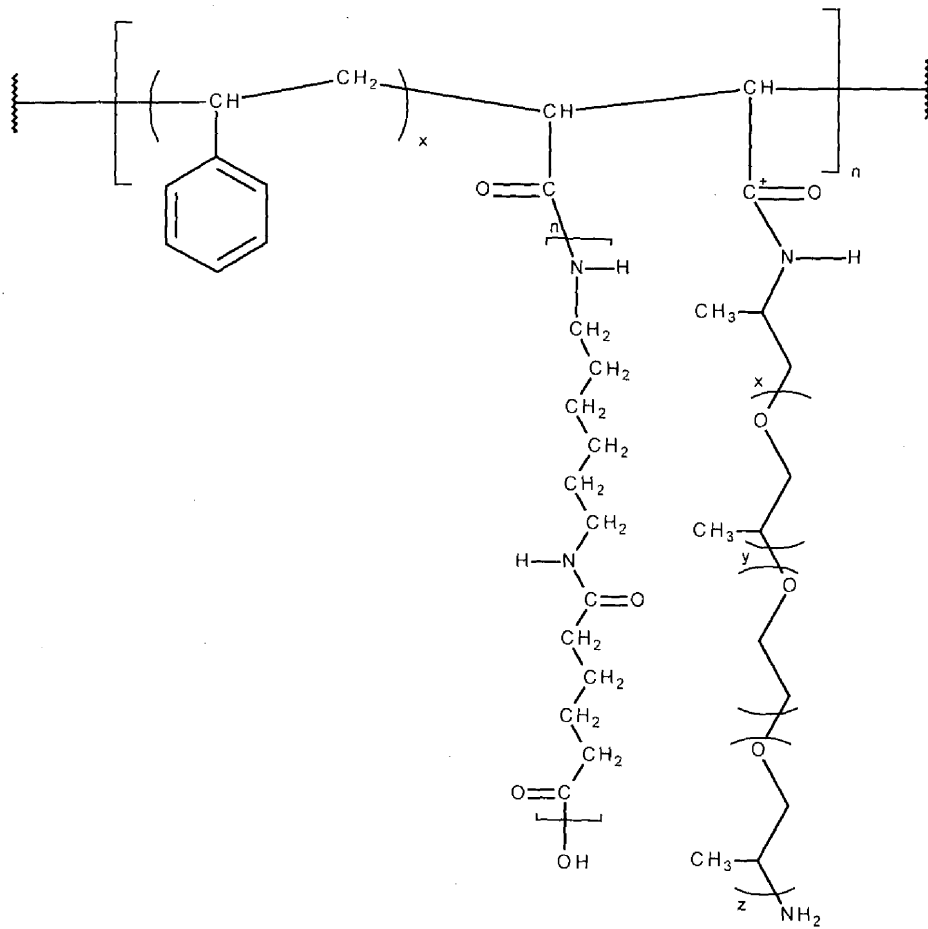
20

【化9】



が得られ、ポリアミド6,6と反応して、水とともに下記反応生成物：

【化10】



10

20

を生成する。

30

【0119】

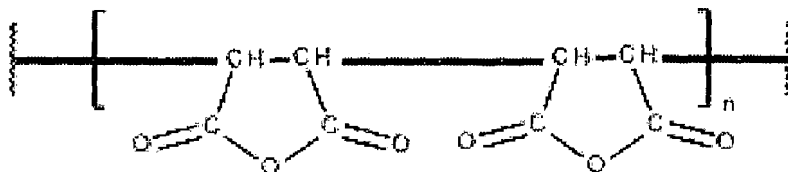
双方の反応順が、特定の操作条件に応じて第1の又は第2の発生とともに起こり得る。上記の方法を用いたマルチフィラメント系について行われた試験は、ポリエーテルアミンを用いて変性されたポリアミドが、現行技術によるポリアミドよりもずっと高く、綿糸とほぼ同じか又はそれよりも高い水分率を有することを示した。織物製造のためのその他の関連する特性は、従来のポリアミド系のものと匹敵するものであった。

【0120】

使用された鎖延長剤は、実施例により単に上記に示されたものとは異なり得る。例えば、幾つかの態様において、変性ポリアミドの生成において上記に示されたものと同様の反応を生じさせる下記式：

40

【化11】



を有する、BASF社により製造された鎖延長剤ジオンクリル (Joncryl) 34

50

00が使用され得る。

【0121】

下記の表は、2種の対照試料（試料A及びH）及び本発明の方法を用いて得られた6種の系の試料（試料B乃至G）について行われた試験結果を要約する。より詳細には、試料Aは、下記特性：

分子量 PA66：14,000 - 15,000 AMU

相対粘度 RV 2.49（硫酸中で測定）

アミンNH₂ = 45（AEG）及びカルボキシルCOOH = 84.5末端基を有するインビスタ（Invista）社により製造され流通されたポリアミド6,6の試料である。

【0122】

試料Hは、線密度132Ne（44.7dtexに相当する）を有する綿糸である。

【0123】

試料B乃至Gは、下記組み合わせにより得られた：

ポリアミド6,6、インビスタCE 硫酸中の粘度 2.49、TEG 129.5 ポリエーテルアミン：ハンツマン（Huntsman）社により製造された式（I）のエラストミン（Elastamine）（登録商標）RE2000

鎖延長剤：ジョンクリル（Joncryl）（BASF社）

【表1】

試験番号	ポリアミド6,6 質量%	RE2000 質量%	鎖延長剤 質量%	dtex/N. フィラメント	相対粘度	伸び率 %	引張応力 (cN/Tex)	水分率
					95.7%硫酸 で測定した			16°C、相対 湿度90% における%
A	100	0	0	56/40	2.48	73.0	38.0	5.42
B	96	4	0	56/40	2.7	69.1	36.2	6.69
C	92	8	0	56/40	2.16	66.2	33.8	11.04
D	88	12	0	56/40	2.03	64.1	31.7	13.15
E	91.5	8	0.5	56/40	2.10	71.0	27.0	10.88
F	91	8	1	56/40	2.03	103.0	17.0	11.42
G	87.5	12	0.5	56/40	1.95	67.0	26.0	13.16
H	綿			132Ne(*)				10.16

(*) 44.7dtex. に相当する。

【0124】

上記表から認められるとおり、本明細書に記載された方法を用いて得られた系（試料B、C、D、E、F、G）は、従来のポリアミド6,6（試料A）よりもわずかに高い乃至非常に高い水分率、即ち水分を吸収する能力を有する。水分吸収能力は、最終ポリマーに添加されたポリエーテルアミンの量が増加するに従い増加し、そして鎖延長剤又はグラフト化剤の存在に対して実質的に不変である。8乃至12質量%のポリエーテルアミンの場合に、ポリエーテルアミン無しのポリアミドよりも2倍よりも大きい水分率が得られ、そしてある場合においては3倍高いものであった。ポリエーテルアミンの8質量%の添加の場合には既に、綿繊維（試料H）と同等か又はわずかに高い水分率の値が得られた。より大量のポリエーテルアミンを用いた場合は、水分率は天然物繊維（試料H）よりも明らかに良好なものであった。上記に示した水分率の値は、以下の試験を用いて得られた：

- 石油エーテル（40 - 60）を用いた系試料の全抽出
- マノメーターを用いた湿度の測定

- 無水条件において15分間試料を冷却
- 第1の秤量の実施(W1)
- 16及び相対湿度90%において3時間コンディショニング
- 第2の秤量の実施(W2)

【0125】

水分率度は、試料の第1の秤量(W1)及び第2の秤量の2つの値より決定した。

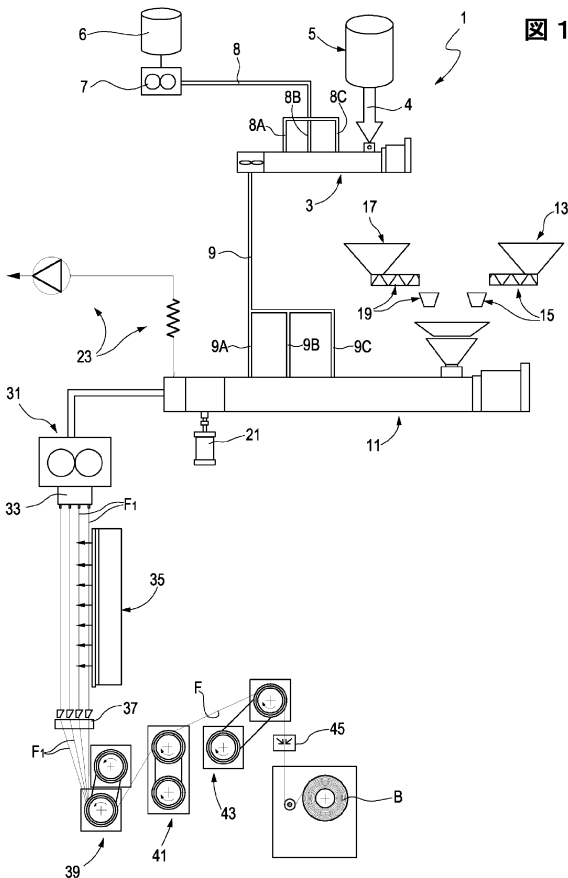
$$M.R.\% = [(W2 - W1) / W1] * 100$$

【0126】

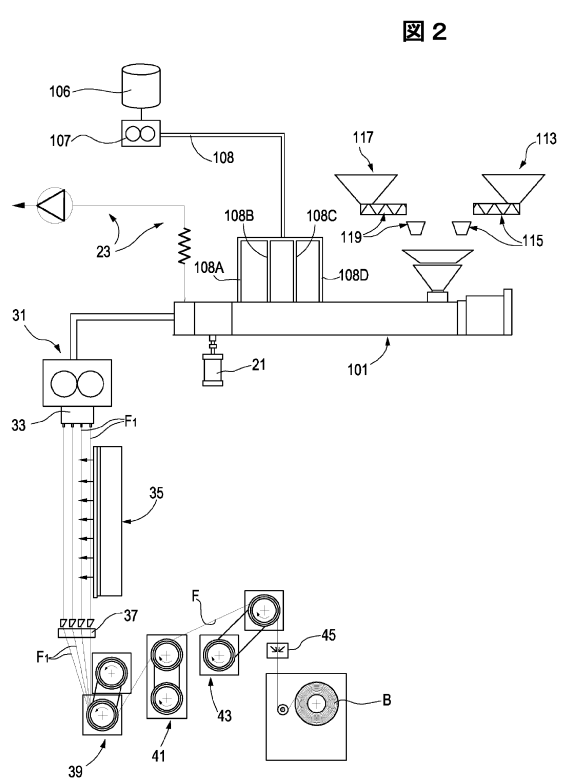
本発明の特別な態様を添付の図面を参照しながら上記に説明してきたが、当業者は、上記の革新的な教示、原理及び概念、そして添付された特許請求の範囲に限定された対象から実質的に離れることなく、多くの改良、変更及び省略が可能であることを理解するであろう。それ故、記載された革新の効果的な範囲は、全ての改良、変更及び省略を含むように、添付された特許請求の範囲の最も広い解釈に基づいてのみ決定されるべきものである。さらに、該方法又は工程のいかなる順番、配置又はいかなる段階も、代替的な態様に基づき変化又は再配置され得る。本特許請求の範囲に添付されたいかなる参照番号も、本明細書及び本図面を参照して本特許請求の範囲の解釈を容易にするために提供されるものであり、そして本特許請求の範囲に表された保護の範囲を限定するものではない。

10

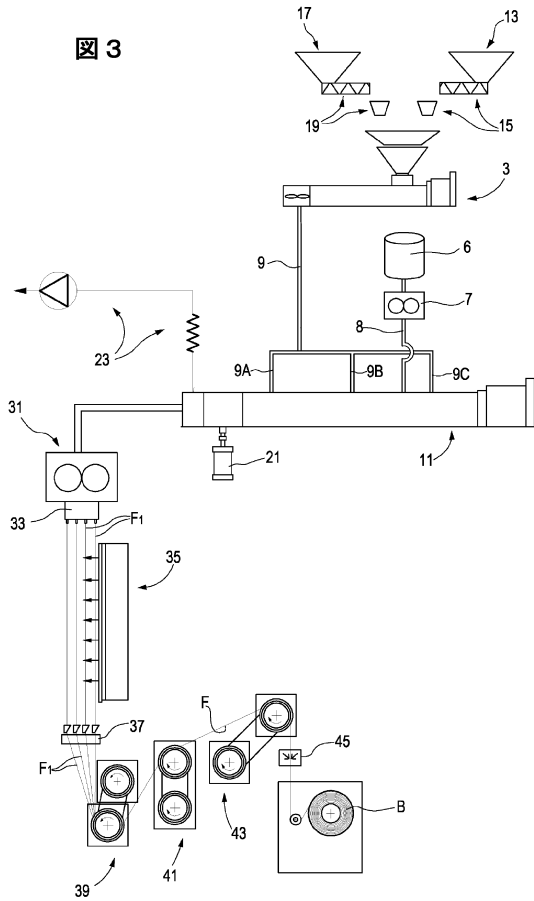
【図1】



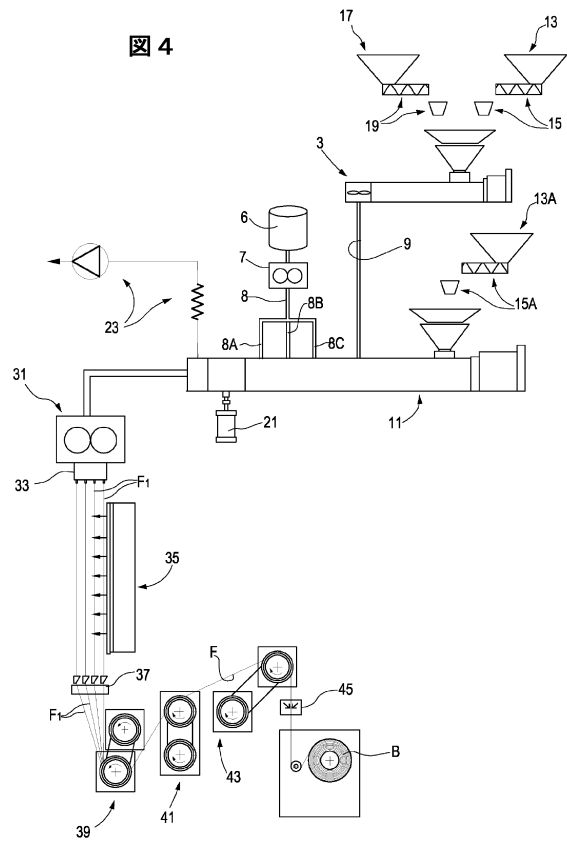
【図2】



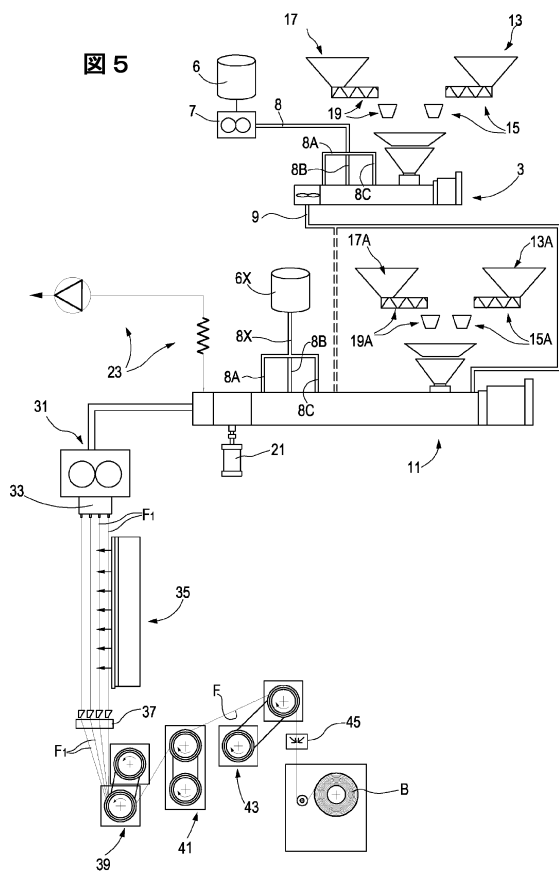
【 図 3 】



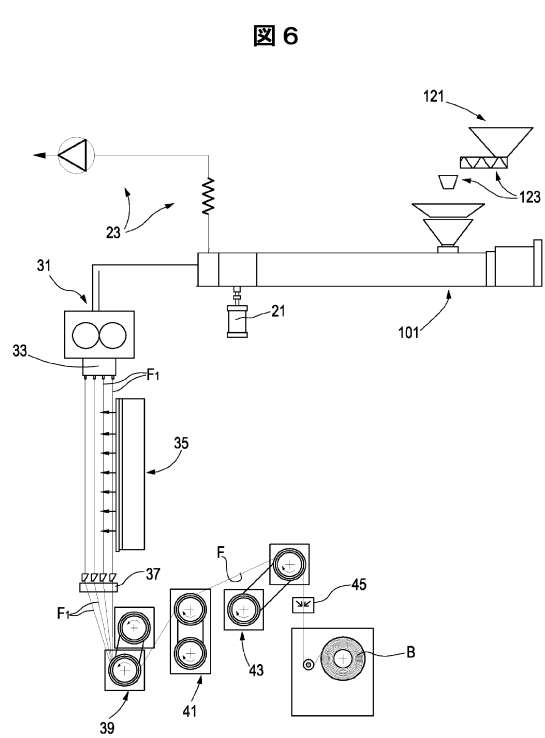
【 図 4 】



【 図 5 】



【 図 6 】



フロントページの続き

(72)発明者 ザルティエリ, マウロ
イタリア国 マントーヴァ I - 46041 カステルオーボ ディ アソラ, ヴィア カテリー
ナ アルベルティ 3 / 5

審査官 斎藤 克也

(56)参考文献 特公昭48 - 038339 (JP, B1)
特公昭58 - 044765 (JP, B2)
特公昭45 - 008237 (JP, B1)
特公昭45 - 007559 (JP, B1)
特公昭48 - 037999 (JP, B1)
特表2009 - 507109 (JP, A)
特公昭63 - 020254 (JP, B2)
特表2015 - 537070 (JP, A)
特表2016 - 500764 (JP, A)
特表2004 - 530788 (JP, A)
米国特許第03454534 (US, A)
欧州特許出願公開第156035 (EP, A2)
特開平04 - 327254 (JP, A)
特開平05 - 247722 (JP, A)
特開2007 - 126657 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

D01F 6 / 82
D01F 6 / 90
C08G 69 / 00 - 69 / 50