

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6774467号
(P6774467)

(45) 発行日 令和2年10月21日(2020.10.21)

(24) 登録日 令和2年10月6日(2020.10.6)

(51) Int.CI.

D01F 6/90 (2006.01)

F 1

D01F 6/90 301

301

請求項の数 9 外国語出願 (全 15 頁)

(21) 出願番号 特願2018-169069 (P2018-169069)
 (22) 出願日 平成30年9月10日 (2018.9.10)
 (65) 公開番号 特開2019-52411 (P2019-52411A)
 (43) 公開日 平成31年4月4日 (2019.4.4)
 審査請求日 平成31年1月4日 (2019.1.4)
 (31) 優先権主張番号 106131051
 (32) 優先日 平成29年9月11日 (2017.9.11)
 (33) 優先権主張国・地域又は機関
 台湾 (TW)

(73) 特許権者 515143588
 展頌股▲ふん▼有限公司
 台灣台中市西屯區市政路386號19F
 (74) 代理人 100093779
 弁理士 服部 雅紀
 (72) 発明者 廖 駿鴻
 台灣雲林縣土庫鎮石廟里文仁街79號
 (72) 発明者 陳 ▲彦▼孝
 台灣雲林縣斗六市斗工十路156號
 (72) 発明者 林 傳▲クン▼
 台灣雲林縣斗六市崙峰里崙南二路56號
 (72) 発明者 ▲黃▼ 冠▲融▼
 台灣高雄市鳥松區松埔北巷2-163號

審査官 橋本 有佳

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】脱臭ナイロン6 繊維及びその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

多孔性珪酸塩粉体とカプロラクタム粉体を混合させて脱臭粒子原料を得、前記脱臭粒子原料の100重量百分率に対して、前記多孔性珪酸塩粉体の重量百分率は2%~6%であり、前記カプロラクタム粉体の重量百分率は94%~98%である混合工程と、

前記脱臭粒子原料を研磨して、脱臭ナイロン6分散液を得、前記脱臭ナイロン6分散液の平均粒子径は100nm~200nmであるナノ研磨工程と、

前記脱臭ナイロン6分散液を重合させて、複数の脱臭ナイロン6粒子を得る造粒重合工程と、

前記脱臭ナイロン6粒子の相対粘度を2.20~2.30に調整する粘度調整工程と、

前記脱臭ナイロン6粒子の含水率を350ppm~550ppmに調整する水分調整工程と、を含む脱臭ナイロン6粒子の調製工程と、

前記粘度調整工程と前記水分調整工程の行われた前記脱臭ナイロン6粒子を含む製糸原料を提供する工程と、前記製糸原料を255~265の温度で溶融・混練して、製糸し、脱臭ナイロン6 繊維を得る溶融・混練工程と、を含む製糸工程と、を備える脱臭ナイロン6 繊維の製造方法。

【請求項 2】

前記混合工程において、

前記脱臭粒子原料の100重量百分率に対して、

前記多孔性珪酸塩粉体の重量百分率は5%であり、

10

20

前記カプロラクタム粉体の重量百分率は 9.5 % である請求項 1 に記載の脱臭ナイロン 6 繊維の製造方法。

【請求項 3】

前記製糸原料は二酸化チタン粉体を更に含み、

前記脱臭ナイロン 6 粒子の 100 重量百分率に対して、

前記二酸化チタン粉体の添加量は、0 重量百分率より大きく 7.5 重量百分率以下である請求項 1 に記載の脱臭ナイロン 6 繊維の製造方法。

【請求項 4】

前記溶融・混練工程は、前記製糸原料を溶融・混練して、製糸液を形成し、

前記製糸工程は、前記製糸液を吐糸して、脱臭ナイロン 6 紡糸口糸を形成し、

前記脱臭ナイロン 6 紡糸口糸と前記粘度調整工程の行われた前記脱臭ナイロン 6 粒子との相対粘度の差値は RV であり、前記 RV の値は $0 < RV < 0.1$ という関係式を満たす吐糸工程を更に含む請求項 1 に記載の脱臭ナイロン 6 繊維の製造方法。

【請求項 5】

前記吐糸工程は、18 ~ 22 の温度で行われて、

前記脱臭ナイロン 6 紡糸口糸を硬化し定形させて脱臭ナイロン 6 硬化糸を形成する冷却工程を更に含む請求項 4 に記載の脱臭ナイロン 6 繊維の製造方法。

【請求項 6】

前記製糸工程は、1.2 % ~ 1.5 % の引伸比で前記脱臭ナイロン 6 硬化糸を延在させる引伸工程を更に含む請求項 5 に記載の脱臭ナイロン 6 繊維の製造方法。

【請求項 7】

前記引伸工程は、145 ~ 200 の温度で前記脱臭ナイロン 6 硬化糸の熱定形を行う加熱工程を更に含む請求項 6 に記載の脱臭ナイロン 6 繊維の製造方法。

【請求項 8】

前記製糸工程は、熱定形された前記脱臭ナイロン 6 硬化糸に対して 3200 m / min ~ 4800 m / min の回転速度で巻きつけて、前記脱臭ナイロン 6 硬化糸の物性を変えて、前記脱臭ナイロン 6 繊維にするために、前記引伸工程とともに用いられる巻取工程を更に含む請求項 7 に記載の脱臭ナイロン 6 繊維の製造方法。

【請求項 9】

前記脱臭ナイロン 6 硬化糸の物性で改善されるものは、強度又は延伸率である請求項 8 に記載の脱臭ナイロン 6 繊維の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ナイロン 6 繊維及びその製造方法に関し、特に、脱臭機能付きのナイロン 6 繊維及びその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

紡績プロセスで作られた紡績品は、多孔性材料であり、人体に装着される場合に人体の汗、皮脂及び汗に伴って排出された廃棄物を吸着する。これらの物質が更に細菌、真菌等の人体の表面に寄宿される他の微生物により分解され、利用される。微生物が廃棄物を分解し利用する途中で、数多くの副生物が発生し、それに伴って臭い匂いが発生する。

この状態は衛生的ではないだけでなく、不快な匂いで人間関係に影響を与えることもある。そのため、衛生健康意識や生活レベルが向上した社会では、市場において抗菌及び防臭機能を持つ織物材料に対する要求が迅速に向上する。

【0003】

現在、市販の抗菌防臭繊維の製造方法としては、主に、化学的又は物理的方法で繊維を変性させる、又は混紡、又は、捺染及び塗布を行うことにより繊維に抗菌剤を混入させて、微生物の生長を抑制し、更なる臭味の発生を防止する、などがある。

上記の製造方法では、抗菌成分を繊維母液に混入させて吐糸を行う製造方法が最も広く

10

20

30

40

50

適用され、その製造過程も比較的簡単である。

【0004】

抗菌剤の選択については、現在市販の抗菌防臭繊維としては、銀系抗菌剤の添加が主流であり、またナノ銀粒子が最も広く適用される。ナノ銀粒子は、高い安定性を有するので、当業者は繊維母液に添加して、吐糸等の工程によって抗菌繊維を製造することができる。

しかしながら、ナノ銀粒子の表面活性が大きく、紡績途中で高温の影響で人造繊維原料においてアグリゲート（凝集物）を形成しやすいので、ナノ銀粒子を抗菌防臭機能の添加物とする場合に、ナノ銀粒子の分散性を増えるために、別に分散剤を繊維母液に添加しなければならない。これにより、抗菌紡績品の製造コストが増加し、製造の困難性が増加する。10

【0005】

上記問題を解決するために、非銀系抗菌剤を抗菌防臭機能添加物とする抗菌防臭繊維が市販されるようになった。例えば、当業者は殺菌機能を持つジヨードメチル-p-トリルスルホン(p-[(diiodomethyl)sulphonyl]toluene)とマスター・バッチを混合させて、或いは、二酸化チタン、トルマリン粉末と炭素粉末を抗菌防臭機能の添加物として混合させて、抗菌繊維フィラメントを製造する。

しかしながら、現在市販の防臭機能を要求する紡績品は、殆どが抗菌によってその防臭効果を達成させるものであるが、微生物の種類や臭味の原因が様々であり、異なる抗菌剤の異なる微生物に対する殺滅作用もまちまちなため、それらの防臭効果もまちまちである。20

なお、抗菌効果を持つ紡績品は、細菌の生長を抑制できるが、防臭の効果を達成させることができるものであり、脱臭の効果はない。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

そのため、脱臭機能付きの抗菌繊維を開発して、抗菌脱臭繊維の適用効率及び利用範囲を広めることは、当業者の努力する目標となっている。

【課題を解決するための手段】

【0007】

上記目的を達成させるために、本発明の一実施形態は、脱臭ナイロン6粒子の調製工程と、製糸工程と、を備える脱臭ナイロン6繊維の製造方法を提供する。

【0008】

脱臭ナイロン6粒子の調製工程は、混合工程と、ナノ研磨工程と、造粒重合工程と、粘度調整工程と、水分調整工程と、を含む。

混合工程は、多孔性珪酸塩粉体とカプロラクタム粉体を混合させて脱臭粒子原料を得る。脱臭粒子原料の100重量百分率に対して、多孔性珪酸塩粉体の重量百分率が2%~6%であり、カプロラクタム粉体の重量百分率は94%~98%であってよい。

ナノ研磨工程としては、前記脱臭粒子原料を研磨し、脱臭ナイロン6分散液を得る。脱臭ナイロン6分散液の平均粒子径は100nm~200nmであってよい。40

造粒重合工程としては、前記脱臭ナイロン6分散液を重合させて、複数の脱臭ナイロン6粒子を得る。

粘度調整工程では、前記脱臭ナイロン6粒子の相対粘度を2.20~2.30に調整してよい。

また、水分調整工程としては、脱臭ナイロン6粒子の含水率を350ppm~550ppmに調整してよい。

【0009】

製糸工程は、製糸原料を提供する工程と、溶融・混練工程と、を含む。

製糸原料を提供する工程において、製糸原料は、粘度調整工程と水分調整工程の行われた脱臭ナイロン6粒子を含む。

10

20

30

40

50

溶融・混練工程としては、製糸原料を 255 ~ 265 の温度で溶融・混練して、製糸し、脱臭ナイロン 6 繊維を得てよい。

【0010】

前記脱臭ナイロン 6 繊維の製造方法によると、混合工程において、脱臭粒子原料の 100 重量百分率に対して、多孔性珪酸塩粉体の重量百分率は 5 % であってよく、カプロラクタム粉体の重量百分率は 95 % であってよい。

【0011】

前記脱臭ナイロン 6 繊維の製造方法によると、製糸原料は二酸化チタン粉体を更に含んでよく、脱臭ナイロン 6 粒子の 100 重量百分率に対して、二酸化チタン粉体の添加量は 0 重量百分率より大きく 7.5 重量百分率以下であってよい。

10

【0012】

前記脱臭ナイロン 6 繊維の製造方法によると、

溶融・混練工程としては、製糸原料を溶融・混練して製糸液を形成し、

前記製糸工程は、製糸液を吐糸して、脱臭ナイロン 6 紡糸口糸を形成し、

脱臭ナイロン 6 紡糸口糸と粘度調整工程の行われた脱臭ナイロン 6 粒子との相対粘度の差値は RV であり、 $0 < RV < 0.1$ という関係式を満たす吐糸工程を更に含んでよい。

【0013】

前記脱臭ナイロン 6 繊維の製造方法によると、製糸工程は、18 ~ 22 の温度で行われてよく、脱臭ナイロン 6 紡糸口糸を硬化させて定形して、脱臭ナイロン 6 硬化糸を形成する冷却工程を更に含んでよい。

20

【0014】

前記脱臭ナイロン 6 繊維の製造方法によると、製糸工程は、1.2 % ~ 1.5 % の引伸比 (Draw Ratio、DR) で脱臭ナイロン 6 硬化糸を延在させる引伸工程を更に含んでよい。

【0015】

前記脱臭ナイロン 6 繊維の製造方法によると、引伸工程は、145 ~ 200 の温度で脱臭ナイロン 6 硬化糸の熱定形を行われる加熱工程を更に含んでよい。

【0016】

前記脱臭ナイロン 6 繊維の製造方法によると、製糸工程は、熱定形された脱臭ナイロン 6 硬化糸に対して $3200 \text{ m/m in} \sim 4800 \text{ m/m in}$ の回転速度で巻きつけて、脱臭ナイロン 6 硬化糸の物性を改善して、脱臭ナイロン 6 繊維にするために引伸工程とともに用いられる巻取工程を更に含んでよい。

30

脱臭ナイロン 6 硬化糸の物性で改善されるものは、強度又は延伸率であってよい。

【0017】

これにより、本発明の脱臭ナイロン 6 繊維の製造方法は、脱臭機能性添加物として多孔性珪酸塩粉体を利用し、脱臭ナイロン 6 粒子を製造する。

また脱臭ナイロン 6 粒子を後の製糸工程の原料として、脱臭機能付きのナイロン 6 繊維を製造する。

製造された脱臭ナイロン 6 繊維は、良好な脱臭効果を有し、その紡ぎ糸の強度と延伸率も優れ、産業発展の潜在力が高い。

40

【発明の効果】

【0019】

これにより、本発明の脱臭ナイロン 6 繊維の製造方法により製造された脱臭ナイロン 6 繊維は、单纖維デニール数の範囲が広く、その纖維の強度も良いので、異なる分野の要求に対応することができ、幅広い分野への適用性を持つ。

【0020】

上記の発明の内容は、本発明で開示された内容の簡単な要約を提供し、読者に本発明の開示内容の基本を理解させるためのものである。

よって、本発明の開示された内容を完璧に説明するものではなく、本発明の重要な肝

50

心な構成要件を指示する意図もなく、本発明の範囲を制限又は限定するためのものでもない。

【図面の簡単な説明】

【0021】

下記の添付図面の説明は、本発明の上記及び他の目的、特徴、メリットならびに実施例をより分かりやすくするためのものである。

【図1】本発明の一実施形態に係る脱臭ナイロン6繊維の製造方法100を示す工程流れ図である。

【図2】本発明の別の実施形態による製糸工程300を示す工程流れ図である。

【図3】図2における製糸工程300の製糸設備500を示す模式図である。

10

【発明を実施するための形態】

【0022】

以下、当業者が解説と実験をしきりに本発明を完璧に利用し実践することができるよう、図面を参照して本発明の具体的な試験例を例示的に説明する。

しかしながら、読者は、これらの実際の細部は本発明を制限するものではないこと、つまり、本発明の一部の試験例において、これらの実際の細部は不必要的ものでありながら、本発明の材料や方法を如何に実施するかを説明するために示されるものであることを、理解すべきである。

【0023】

(脱臭ナイロン6繊維の製造方法)

20

図1を参照されたい。図1は、本発明の一実施形態に係る脱臭ナイロン6繊維の製造方法100を示す工程流れ図である。

脱臭ナイロン6繊維の製造方法100は、脱臭ナイロン6粒子の調製工程200と、製糸工程300と、を備える。

【0024】

脱臭ナイロン6粒子の調製工程200は、混合工程210、ナノ研磨工程220、造粒重合工程230、粘度調整工程240及び水分調整工程250を含む。

【0025】

混合工程210としては、多孔性珪酸塩粉体とカプロラクタム粉体を混合させて脱臭粒子原料を得る。

30

脱臭粒子原料の100重量百分率に対して、多孔性珪酸塩粉体の重量百分率が2%~6%、カプロラクタム粉体の重量百分率が94%~98%であってよい。

好ましくは、前記多孔性珪酸塩粉体の重量百分率が5%であり、前記カプロラクタム粉体の重量百分率が95%である。

前記カプロラクタム粉体は、市販の製品であってよい。

【0026】

ナノ研磨工程220としては、前記脱臭粒子原料を研磨し、脱臭ナイロン6分散液を得る。

脱臭ナイロン6分散液の平均粒子径が100nm~200nmである。

ナノ研磨を行う場合、多孔性珪酸塩粉体のカプロラクタム粉体への分散性を強め、更に、製造された脱臭ナイロン6繊維の脱臭効率を向上させるために、前記脱臭粒子原料における多孔性珪酸塩粉体とカプロラクタム粉体をナノオーダーの分散液に精製してよい。

40

脱臭ナイロン6分散液の平均粒子径を100nm~200nmまで研磨すると、昇圧状況を効果的に安定させることができる。

【0027】

造粒重合工程230としては、前記脱臭ナイロン6分散液を重合させて、複数の脱臭ナイロン6粒子を得る。

製造された脱臭ナイロン6粒子に対しては、後の吐糸等の紡績プロセスに用いられるよう、更に物理的改質をしてよい。

【0028】

50

粘度調整工程 240 としては、脱臭ナイロン 6 粒子の相対粘度を 2.20 ~ 2.30 に調整してよい。

脱臭ナイロン 6 粒子の相対粘度が 3.0 よりも大きくなると、製糸液の製糸液管路内の滞在時間が長すぎるので製糸に不利であるが、

脱臭ナイロン 6 粒子の相対粘度が 2.2 よりも小さくなると、製造された脱臭ナイロン 6 の纖維強度が低すぎるので、

脱臭ナイロン 6 粒子の相対粘度を 2.20 ~ 2.30 の間に調整すれば、わりに安定した製糸効果を得ることができる。

【0029】

水分調整工程 250 としては、脱臭ナイロン 6 粒子の含水率を 350 ppm ~ 550 ppm に調整してよい。 10

水分の調整によって脱臭ナイロン 6 粒子の含水率を丁度良くして、好適な製糸の物性を得、製糸の途中での糸切れや脱臭ナイロン 6 粒子の自然分解の可能性を低下させることができる。

【0030】

製糸工程 300 は、製糸原料を提供する工程 310 及び溶融・混練工程 320 を含む。

【0031】

製糸原料を提供する工程 310 としては、粘度調整工程 240 と水分調整工程 250 の行われた前記脱臭ナイロン 6 粒子を提供する。

製糸原料は、二酸化チタン粉体を更に含んでよい。 20

脱臭ナイロン 6 粒子の 100 重量百分率に対して、二酸化チタン粉体の添加量は、0 重量百分率より大きく 7.5 重量百分率以下である。

前記二酸化チタン粉体が従来のつや消し剤であるので、製糸原料に二酸化チタンを添加すれば、本発明の脱臭ナイロン 6 粒子で作られた脱臭ナイロン 6 纖維にセミダル又はフルダルの光沢を与え、その適用範囲をより広くすることができる。

【0032】

溶融・混練工程 320 としては、前記製糸原料に対して 255 ~ 265 の温度で溶融、混練、製糸を行って、脱臭ナイロン 6 纖維を得る。

【0033】

図 2 を参照されたい。図 2 は、本発明の別の実施形態による製糸工程 300 を示す工程流れ図である。 30

製糸工程 300 は、製糸原料を提供する工程 310 及び溶融・混練工程 320 に加え、吐糸工程 330、冷却工程 340、引伸工程 350 及び巻取工程 360 を更に含む。

【0034】

吐糸工程 330 としては、溶融・混練工程 320 で製糸原料に対して溶融・混練を行って形成された製糸液を吐糸して、脱臭ナイロン 6 紡糸口糸を形成する。

脱臭ナイロン 6 紡糸口糸と粘度調整工程 240 の行われた脱臭ナイロン 6 粒子との相対粘度差値は R V であり、

脱臭ナイロン 6 紡糸口糸の相対粘度値は R V 1 であり、

粘度調整工程 240 の行われた脱臭ナイロン 6 粒子の相対粘度は R V 2 である。 40

R V は R V 1 と R V 2 との差値であり ($R V = R V 1 - R V 2$)、 $0 < R V < 0.1$ という関係式を満たす。

これにより、後の脱臭ナイロン 6 纖維が高速な製糸で最高の紡績状況に達成することに寄与する。

【0035】

脱臭ナイロン 6 紡糸口糸を硬化させて定形して、脱臭ナイロン 6 硬化糸を形成するよう に、冷却工程 340 は 18 ~ 22 の温度で行われてよい。

冷却温度が 18 よりも低くなると、脱臭ナイロン 6 紡糸口糸の冷却速度が高すぎ、更にカプロラクタム単体の配列状態に影響を与えて、製造された脱臭ナイロン 6 の纖維強度が予想どおりにならない。 50

冷却温度が 22 よりも高くなると、冷却不足により後の調製の途中で引き伸ばされにくいこと等の影響が発生し、製糸の効率が保証されない。

【0036】

引伸工程 350 としては、脱臭ナイロン 6 硬化糸を延在させる。

引伸工程 350 の引伸比は 1.2% ~ 1.5% であってよい。引伸比は出力速度と入力速度との比率であり、

引伸比が 1.2% よりも低くなると、製糸の途中で糸切れ等の現象が発生しやすく、

引伸比が 1.5% よりも高くなると、引き伸ばされすぎて、脱臭ナイロン 6 硬化糸が切れやすい。

引伸工程 350 は、145 ~ 200 の温度で脱臭ナイロン 6 硬化糸の熱定形を行う
加熱工程 351 を更に含んでよい。145 ~ 200 の温度で加熱工程 351 を行うと
、脱臭ナイロン 6 硬化糸を熱定形させることができる。 10

温度が高すぎると、硬化糸が引伸輪において激しく揺れ、張力が小さすぎるので糸として紡績されないが、

温度が低すぎると、硬化糸に対する熱定形が不足であり、分子鎖の内応力が増やし、円盤状糸の成形が容易に制御されない。

【0037】

巻取工程 360 としては、熱定形された脱臭ナイロン 6 硬化糸に対して 3200 m/m in ~ 4800 m/min の回転速度で巻きつけて、引伸工程 350 と巻取工程 360 によって脱臭ナイロン 6 硬化糸の強度や延伸率等の物性を改善することで、後の紡績プロセスに適合な脱臭ナイロン 6 繊維にする。 20

【0038】

図 3 を参照されたい。図 3 は、図 2 における製糸工程 300 の製糸設備 500 を示す模式図である。

図 3 中、製糸設備 500 は、給料溝 510、押出機サーバモータ 520、押出機 530、製糸液管路 540、製糸箱 550、冷却設備 560、延在装置 570 及び巻取装置 580 を含む。

【0039】

製糸原料を提供する工程 310 を行う場合、まず粘度調整工程 240 と水分調整工程 250 の行われた前記脱臭ナイロン 6 粒子及び二酸化チタン粉体を給料溝 510 に投入して、給料溝 510 を介して押出機 530 に入れる。 30

【0040】

溶融・混練工程 320 としては、押出機 530 における脱臭ナイロン 6 粒子及び二酸化チタン粉体を 255 ~ 265 の温度で溶融・混練して、製糸液を形成する。そして押出機サーバモータ 520 によって前記製糸液を押出機 530 から押し出して製糸液管路 540 に入れる。

製糸液が製糸箱 550 に入る前に温度が低下して製糸液管路 540 の中に凝固しないように、製糸液管路 540 の温度を 260 ~ 270 に制御する。

【0041】

吐糸工程 330 としては、製糸箱 550 に入った製糸液を計量ポンプ（未図示）によって分配して、配置管路を介して各紡績口（未図示）に分配して脱臭ナイロン 6 紡糸口糸 A を形成する。製糸箱 550 の温度を 260 ~ 270 に制御する。 40

また、製糸箱 550 と冷却設備 560 との間に無風帶（未図示）を更に含む。無風帶を設ければ、脱臭ナイロン 6 紡糸口糸 A をゆっくり冷却させ、気流等の外力の纖維の結晶に対する影響を避け、更に脱臭ナイロン 6 紡糸口糸 A の強度を向上させることができる。

【0042】

冷却工程 340 としては、冷却設備 560 によって脱臭ナイロン 6 紡糸口糸 A を冷却させる。

冷却設備 560 は、温度 18 ~ 22 の冷却ガスを提供し、脱臭ナイロン 6 紡糸口糸 A を冷却し定形させて、脱臭ナイロン 6 硬化糸を形成する。また、ノズル又は油差し（未 50

図示)によって脱臭ナイロン6 紡糸口糸Aを定形させ油をさして、糸束を収束させ潤滑にする。

【0043】

引伸工程350としては、延在装置570によって脱臭ナイロン6 硬化糸を延在させて加熱工程351を行って、脱臭ナイロン6 硬化糸に対して熱定形を行う。

図3に示すように、延在装置570は、第1の引伸輪571、第2の引伸輪572及び第3の引伸輪573を含む。

少なくとも1つの引伸輪が加熱機能を提供して、硬化糸を加熱して定形させることができる。脱臭ナイロン6 硬化糸に対して多段延在を行うことで、製造された脱臭ナイロン6 繊維の強度や延伸率等の物性を改善する。

10

【0044】

巻取工程360を行う場合、引伸工程350の行われた脱臭ナイロン6 硬化糸に対して巻取装置580によって3200m/min~4800m/minの回転速度で巻きつけて、紙チューブに巻取って円盤状糸を形成する。

引伸工程350と巻取工程360を経て、脱臭ナイロン6 硬化糸の物性が既に変わり、更に、後の紡績プロセスに適合な脱臭ナイロン6 繊維になる。

【0045】

(脱臭ナイロン6 繊維)

本発明の脱臭ナイロン6 繊維は、前記脱臭ナイロン6 繊維の製造方法100により製造される。脱臭ナイロン6 繊維の単纖維デニール数は0.5dpf~6dpfであり、脱臭ナイロン6 繊維の強度は3.0g/d~6.8g/dである。脱臭ナイロン6 繊維の延伸率は40%~50%であってよい。本発明の脱臭ナイロン6 繊維は、良好な脱臭効果を有し、優れた紡績特性を有し、当業者が関連分野に幅広く適用することができる。

20

【0046】

(実施例及び比較例)

(1. 脱臭ナイロン6 分散液の分散性テスト)

本試験では、脱臭ナイロン6 分散液における多孔性珪酸塩粉体とカプロラクタム粉体のナノ研磨された後の粒子径分布を分析して、更にそのナノ粒子の分散性を分析するために、昇圧テストを行った。

【0047】

30

粒子径の分析は、レザー粒子径分析装置によって脱臭ナイロン6 分散液の平均粒子径及び粒子径分布を分析した。

昇圧テストの点で、実験的に、脱臭ナイロン6 粒子を溶融させ、脱臭ナイロン6 粒子の溶融液を25μのフィルターの入れた1軸式篩分昇圧装置に注入してその圧力の変化を観察した。

【0048】

下記表1は、異なる比率の多孔性珪酸塩粉体とカプロラクタム粉体とを混合させてナノ研磨を行った後の粒子平均粒子径及び分散性の結果である。

脱臭粒子原料の100重量百分率に対して、

実施例1の多孔性珪酸塩粉体の重量百分率は3%であり、カプロラクタム粉体の重量百分率は97%であり、

40

実施例2の多孔性珪酸塩粉体の重量百分率は5%であり、カプロラクタム粉体の重量百分率は95%であった。

本試験では比較例1と比較例2を更に行つた。

比較例1では、7%の多孔性珪酸塩類と93%のカプロラクタム粉体を混合させた。

比較例2では、9%の多孔性珪酸塩類と91%のカプロラクタム粉体を混合させた。

上記の実施例と比較例において、ナノ研磨の脱臭ナイロン6 分散液の平均粒子径及び分散性に対する効果を更に比較するために、実施例1、及び2と比較例1により製造された脱臭ナイロン6 分散液の何れもがナノ研磨工程で研磨されたが、比較例2ではナノ研磨工程を行わなかった。

50

また、沈殿の状況が発生したかを観察するために、実施例1、実施例2、比較例1と比較例2により得られた脱臭ナイロン6分散液を5分間静置した。

【表1】

| | 多孔性珪酸塩 粉体 (%) | カプロラクタム 粉体 (%) | 平均粒子径 (nm) | 分散性 | 沈殿状況 |
|------|------------------|-------------------|---------------|-----|------|
| 実施例1 | 3 | 97 | 199 | 良い | なし |
| 実施例2 | 5 | 95 | 187 | 優秀 | なし |
| 比較例1 | 7 | 93 | 3635 | 悪い | あり |
| 比較例2 | 9 | 91 | 5338 | 最低 | あり |

10

【0049】

表1に示すように、ナノ研磨工程を経た後、実施例1～2の何れの平均粒子径も100nm～200nmの間になった。

一方、ナノ研磨工程を行わなかった比較例1と比較例2の平均粒子径がそれぞれ3635nm及び5338nmであった。

よって、ナノ研磨工程で処理された後で、当業者が多孔性珪酸塩粉体とカプロラクタム粉体を効果的に研磨して、脱臭ナイロン6分散液の平均粒子径を100nm～200nmの間にすることで、多孔性珪酸塩粉体とカプロラクタム粉体の分散効果を大幅に向上させることができることが判明した。

20

【0050】

分散性は、

実施例2の脱臭ナイロン6分散液の分散性は最高であり、

実施例1の比率で多孔性珪酸塩粉体とカプロラクタム粉体を混合させて製造された脱臭ナイロン6分散液も良好な分散性を有し、

また上記の実施例1と実施例2の脱臭ナイロン6分散液が5分間静置された後、如何なる凝集や沈殿の現象も目視されなかった。

しかしながら、比較例1と比較例2の脱臭ナイロン6分散液の場合、分散性が悪く、5分間静置された後、何れも凝集や沈殿の現象が目視された。

よって、本発明の比率で混合させれば、概ね、脱臭機能付きの多孔性珪酸塩粉体を、カプロラクタム粉体の中に、効果的に均一に加えて好適な分散性を与えることができ、後のナイロン6脱臭繊維の調製に寄与することが判明した。

30

【0051】

(2. 脱臭ナイロン6粒子の性質分析)

本試験では、脱臭ナイロン6粒子の粘度、含水率、アミン濃度及び灰分等の性質を検出することで、本発明の脱臭ナイロン6粒子の製糸の物性を更に分析した。

【0052】

相対粘度の測定は、0.25gの脱臭ナイロン6粒子を、100mlの濃度98重量百分率の硫酸に対して1gであるようにして溶解させて、オストワルド型粘度計で、25でその流下時間(T1)を測定し、98重量百分率の硫酸の流下時間(T2)を測定して、T1とT2との比率を相対粘度の数値とした。

40

【0053】

含水率の測定は、カールフィッシャー(Karl Fisher's)電量滴定法水分計(平沼産業株式会社製の微量水分測定装置AQ-2000及び同社製の水分気化装置EV-200)で含水率の測定を行い、水分気化温度180°の、乾燥室素気流下で、脱臭ナイロン6粒子の含水率を間接に測定した。

【0054】

アミン濃度の測定は、実験的に、まず、1gの試料をはかって40mlのフェノール(Phenol)とメタノール(Methanol)との混合水溶液に加え、試料含有の水溶液を振動して試料を完全に溶解させて、酸塩基滴定(titration)によってアミン濃度を検出した。

50

上記の酸塩基滴定検出形態としては、塩酸水溶液 (HCl) で滴定して、プロモチモールブルー水溶液 (Bromothymol Blue, BTB) を指示剤 (指示薬) として、試料の当量点を検出し、それに基づいて試料におけるアミン濃度を推算した。

【0055】

灰分の含有量の測定は、実験的に、まず 5 g の試料をはかって坩堝 (るつぼ) に置き、試料含有の坩堝を高温炉に入れ、800 で 2 時間加熱した後で、取り出して乾燥装置内に置いて 30 分間冷却させ、試料における灰分の含有量を間接に推算するために、更に坩堝の重量を量った。灰分の含有量の算出公式は、下記の通りである。

【数1】

(焼いた坩堝の重量 - 空き坩堝の重量)

$$\frac{\text{焼いた坩堝の重量} - \text{空き坩堝の重量}}{\text{空き坩堝の重量} + \text{試料の重量}} \times 100\%$$

10

【0056】

本試験では、実施例 3 と比較例 3 によって分析した。

実施例 3 の脱臭ナイロン 6 粒子は、本発明の脱臭ナイロン 6 繊維の製造方法による脱臭ナイロン 6 粒子の調製工程により製造され、

比較例 3 の脱臭ナイロン 6 粒子は市販の従来のナイロン 6 粒子であった。

従来のナイロン 6 粒子の製造方法は慣用の技術であるので、ここで詳しく説明しない。

20

【0057】

表 2 は、本試験における実施例 3 と比較例 3 のナイロン 6 粒子の性質分析の結果である。

表 2 から分かるように、実施例 3 の相対粘度は 2.23 であり、比較例 3 の 2.45 と比べるとわずかに異なった。

含水率は、粒子の含水率が 500 ppm よりも低くなると、製糸の効率の向上に有利である。実施例 3 の含水率は 440 ppm であり、比較例 3 の含水率は 480 ppm であった。

アミン濃度と灰分は、実施例 3 の数値も比較例 3 の数値と同等であるので、本発明の脱臭ナイロン 6 繊維の製造方法で製造された脱臭ナイロン 6 粒子が、製糸の物性において従来のナイロン 6 粒子と類似しており、後の紡績と織物製造プロセスを効果的に行うことができることが判明された。

30

【表 2】

| | 相対粘度 (RV) | 含水率 (ppm) | アミン濃度 (meq/kg) | 灰分 (%) |
|-------|--------------|--------------|-------------------|-----------|
| 実施例 3 | 2.45 | 440 | 66.22 | 0.9 |
| 比較例 3 | 2.23 | 480 | 44 | 0 |

40

【0058】

(3. 脱臭ナイロン 6 繊維の性質分析)

本試験では、本発明の脱臭ナイロン 6 繊維の後の織物製造の効率を説明するように、本発明の脱臭ナイロン 6 繊維の単纖維デニール数、強度、延伸率及び熱湯収縮率を測定することで、その纖維の性質を更に評価した。

【0059】

物性の測定方法は、単纖維デニール数 (Denier) は紡績産業総合研究所 (台湾) により、試験方法 ASTM D1907-2010 に基づいて検出し、強度は試験方法 ASTM2256 に基づいて検出し、延伸率は試験方法 ASTM2256 に基づいて検出し、熱湯収縮率は試験方法 ASTM D2259-2002 に基づいて検出した。

50

【0060】

本試験では、実施例4と比較例4の従来のナイロン6繊維によって繊維の性質方面の比較を行った。

実施例4は、本発明の脱臭ナイロン6繊維の製造方法によって製造されたものを用いた。

実施例4の脱臭ナイロン6繊維は脱臭ナイロン6粒子の100重量百分率に対して0.9重量百分率の二酸化チタン粉体を更に添加し、図3に示す製糸設備500によって後の製糸工程を行った。

製糸の途中で、押出機530は4つの領域に分かれ、第1の領域の温度T1が257に、第2の領域の温度T2が259に、第3の領域の温度T3が261に、第4の領域の温度T4が263に設定された。 10

延在装置570において、脱臭ナイロン6硬化糸に対して熱定形を行うために、

第1の引伸輪571の回転速度GR1が3550m/minに、

第2の引伸輪572の回転速度GR2が4225m/minに、

第2の引伸輪の温度GRT2が145に設定された。

第3の引伸輪573の回転速度GR3が4215m/minに設定された。

引伸比としては、第3の引伸輪573の回転速度GR3を出力速度とし、第1の引伸輪571の回転速度GR1を入力速度として算出するので、本発明の脱臭ナイロン6繊維の引伸比は(GR3/GR1)約1.19であった。

これにより、規格50/34SDのセミダル脱臭ナイロン6繊維を生産した。 20

【0061】

表3は、本試験における実施例4と比較例4のナイロン6繊維の性質分析の結果である。

実施例4と比較例4との製造時の押出機温度T1～T4の設定が同じであるが、

比較例4の引伸輪回転速度GR1～GR3の設定は実施例4と異なった。

表3に示すように、実施例4の脱臭ナイロン6繊維の単繊維デニール数が50.7であり、比較例4の50.8単繊維デニール数と相当であるので、本発明の脱臭ナイロン6繊維と従来のナイロン6繊維が相当な繊維のコンパクトを持つことが判明した。

強度は、実施例4の強度は3.96g/dであり、比較例4の強度は5.6g/dであった。 30

延伸率と熱湯収縮率は、

実施例4の延伸率は43.4%であり、熱湯収縮率は6.8%であるが、

比較例4の延伸率は47.0%であり、熱湯収縮率は8.0%であるので、

本発明の脱臭ナイロン6繊維の製造方法で製造された脱臭ナイロン6繊維は、高温溶融及び後の製糸工程を経た後でも、後の製糸加工及び織物製造作業に好適に使用でき、潜在的な適用可能性があることが判明した。

【表3】

| | 実施例4 | 比較例4 |
|----------------|------------------|------------------|
| 纖維規格 | 50/34 SD セミダル | 50/24 BR フルダル |
| G R 1 (m/m in) | 3550 | 3600 |
| G R 2 (m/m in) | 4225 | 4560 |
| G R 3 (m/m in) | 4215 | 4550 |
| G R T 2 (°C) | 145 | 140 |
| 単纖維デニール数 | 50.7 | 50.8 |
| 引伸比 (%) | 1.19 | 1.26 |
| 強度 (g/d) | 3.96 | 5.6 |
| 延伸率 (%) | 43.4 | 47.0 |
| 熱湯収縮率 (%) | 6.8 | 8.0 |

【0062】

(4. 脱臭ナイロン6纖維の消臭能力テスト)

本試験では、その脱臭能力を確認するために、本発明の脱臭ナイロン6纖維の酢酸及びアンモニア分子に対する除去率をテストした。

実験は、本試験も、また前記実施例4と比較例4の従来のナイロン6纖維とを比較し、前記実施例4及び比較例4のナイロン6纖維を靴下に編み込んで、後の脱臭能力のテストをした。

酢酸の除去率については消臭加工紡績品検証規範試験方法における番号FTTS-FA-018の検出方法を参照して検出し、アンモニア分子の除去率についても前記検出方法を参照して検出した。

【0063】

表4は、本試験における実施例4と比較例4のナイロン6纖維の脱臭能力の分析結果である。表4から分かるように、比較例4の82%の酢酸除去率及び44.3%のアンモニア分子除去率に対して、実施例4の酢酸除去率は94%であり、アンモニア分子除去率は88%である。

よって、本発明の脱臭ナイロン6纖維の製造方法で製造された脱臭ナイロン6纖維は、優れた脱臭性質を有し、従来のナイロン6纖維の脱臭効果を大幅に改善し、脱臭と防臭の効果を達成させると共に、脱臭ナイロン6纖維の適用レベルと範囲を広げることができる事が判明した。

【表4】

| | 酢酸除去率 (%) | アンモニア分子除去率 (%) |
|------|-----------|----------------|
| 実施例4 | 94 | 88 |
| 比較例4 | 82 | 44.3 |

【0064】

以上をまとめると、本発明は下記メリットを持つ。

【0065】

一. 本発明の脱臭ナイロン6纖維の製造方法は、多孔性珪酸塩粉体を添加することでナイロン6纖維の脱臭機能を達成し、ナノ研磨によって多孔性珪酸塩粉体を脱臭ナイロン6分散液に均一に分散させ、後の製糸の途中でその脱臭特性を保持し、脱臭ナイロン6纖維の製造をより効率的にすることができる。

【0066】

二. 本発明の脱臭ナイロン6纖維は、酢酸及びアンモニア分子を効果的に除去すること

10

20

30

40

50

ができ、良好な脱臭効果を有し、なお、その強度、延伸率等の物性も良く、潜在的な適用可能性がある。

【0067】

本発明を実施形態により、前記の通りに開示したが、これは本発明を限定するものではなく、当業者なら誰でも、本発明の精神と領域から逸脱しない限り、多様な変更や修正を加えることができる。従って、本発明の保護範囲は、特許請求の範囲で指定した内容を基準とするものである。

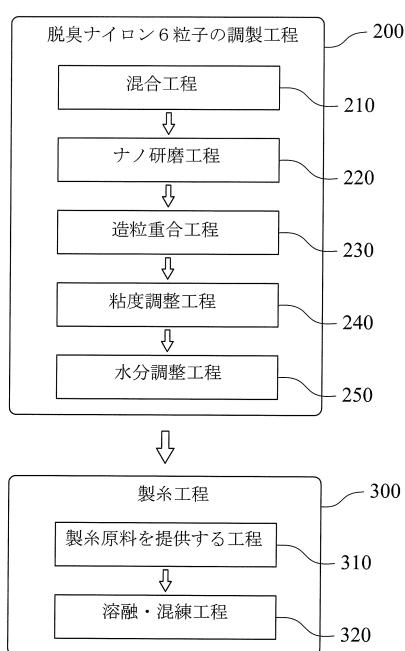
【符号の説明】

【0068】

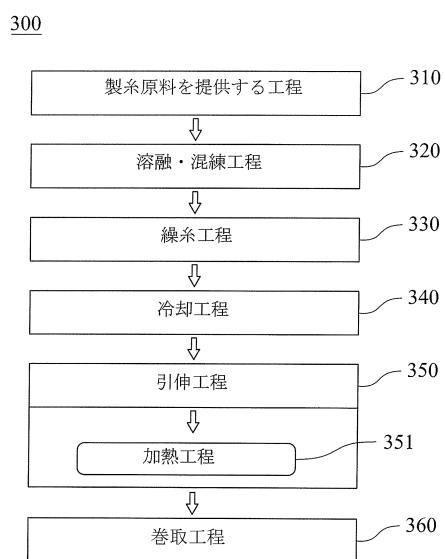
| | | |
|-----|---------------------|----|
| 100 | 脱臭ナイロン6 繊維の製造方法 | 10 |
| 200 | 脱臭ナイロン6 粒子の調製工程 | |
| 210 | 混合工程 | |
| 220 | ナノ研磨工程 | |
| 230 | 造粒重合工程 | |
| 240 | 粘度調整工程 | |
| 250 | 水分調整工程 | |
| 300 | 製糸工程 | |
| 310 | 製糸原料を提供する工程 | |
| 320 | 溶融・混練工程 | |
| 330 | <u>吐糸工程</u> | 20 |
| 340 | 冷却工程 | |
| 350 | 引伸工程 | |
| 351 | 加熱工程 | |
| 360 | 巻取工程 | |
| 500 | 製糸設備 | |
| 510 | 供給溝 | |
| 520 | 押出機サーバモータ | |
| 530 | 押出機 | |
| 540 | 製糸液管路 | |
| 550 | 製糸箱 | 30 |
| 560 | 冷却設備 | |
| 570 | 引伸装置 | |
| 571 | 第1の引伸輪 | |
| 572 | 第2の引伸輪 | |
| 573 | 第3の引伸輪 | |
| 580 | 巻取装置 | |
| A | <u>脱臭ナイロン6 紡糸口糸</u> | |

【図1】

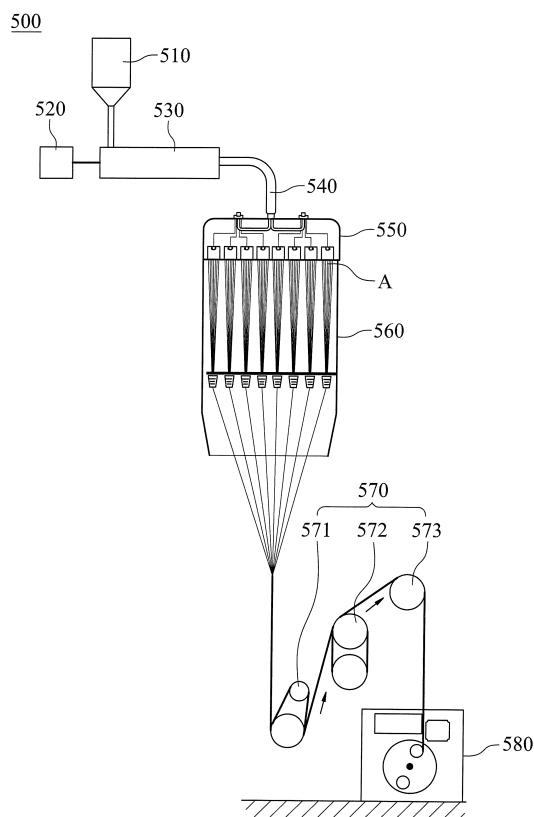
100



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開2007-126758(JP, A)
特開昭61-097473(JP, A)
中国特許出願公開第103774271(CN, A)
特開2016-117978(JP, A)
特開2008-255518(JP, A)
特表2012-531537(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , DB名)

D 01 F 1 / 00 - 6 / 96
9 / 00 - 9 / 04