

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4960908号
(P4960908)

(45) 発行日 平成24年6月27日(2012.6.27)

(24) 登録日 平成24年3月30日(2012.3.30)

(51) Int.Cl.

F I

D O 1 F 6/62 (2006.01)

D O 1 F 6/62 3 O 6 T

D O 4 H 1/435 (2012.01)

D O 4 H 1/42 T

D O 4 H 1/55 (2012.01)

D O 4 H 1/54 H

請求項の数 5 (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願2008-63922(P2008-63922)
 (22) 出願日 平成20年3月13日(2008.3.13)
 (65) 公開番号 特開2009-221611(P2009-221611A)
 (43) 公開日 平成21年10月1日(2009.10.1)
 審査請求日 平成23年2月1日(2011.2.1)

(73) 特許権者 302011711
 帝人ファイバー株式会社
 大阪府大阪市中央区南本町一丁目6番7号
 (74) 代理人 100169085
 弁理士 為山 太郎
 (72) 発明者 合田 裕憲
 愛媛県松山市北吉田町77番地 帝人ファ
 イバー株式会社 松山事業所内
 (72) 発明者 稲垣 健治
 大阪府茨木市耳原3丁目4番1号 帝人株
 式会社 大阪研究センター内
 (72) 発明者 鈴木 篤
 大阪府大阪市中央区南本町1丁目6番7号
 帝人ファイバー株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリエチレンナフタレート繊維及びそれからなる短繊維不織布

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

未延伸ポリエチレンナフタレート繊維であって、複屈折率が0.015～0.040で、固有粘度が0.35～0.47 dL/g、繊維度が1.0～5.0 デシテックスであることを特徴とする未延伸ポリエチレンナフタレート繊維。

【請求項 2】

繊維長が2～200 mmであることを特徴とする請求項1記載の未延伸ポリエチレンナフタレート繊維。

【請求項 3】

請求項1～2のいずれかに記載の未延伸ポリエチレンナフタレート繊維を延伸して得られる延伸ポリエチレンナフタレート繊維であって、複屈折率が0.30～0.40、180 乾熱収縮率が-5.0～5.0%で、固有粘度が0.35～0.47 dL/g、繊維度が0.5～4.0 デシテックスであることを特徴とする延伸ポリエチレンナフタレート繊維。

10

【請求項 4】

繊維長が2～200 mmであることを特徴とする請求項3記載の延伸ポリエチレンナフタレート繊維。

【請求項 5】

請求項1～2のいずれかに記載の未延伸ポリエチレンナフタレート繊維10～70質量%と請求項3～4のいずれかに記載の延伸ポリエチレンナフタレート繊維90～30質量

20

を混合して熱圧着させることを特徴とするポリエチレンナフタレート繊維不織布。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ポリエチレンナフタレート繊維及びそれからなる短繊維不織布に関し、更に詳しくは、改良された未延伸ポリエチレンナフタレート繊維と延伸ポリエチレンナフタレート繊維から構成される接着性能の改善されたポリエチレンナフタレート繊維及びそれからなる短繊維不織布に関する。

【背景技術】

【0002】

従来、耐熱性を有する不織布の開発が種々の分野で要望されている。例えば保温材料、電気絶縁材料、フィルター、医療材料、建築材料等の分野において、不織布は広く利用されているが、これらの分野の一部において耐熱性が必要とされ、そのため耐熱性を有する不織布の開発の要求が高まっている。

【0003】

耐熱性不織布を得るための1つの方向は、その素材として耐熱性のポリマーを使用することである。耐熱性のポリマーの1つであるポリエチレンナフタレートを使用した不織布が既に提案されている。具体的には、ポリエチレンナフタレート繊維と潜在的接着性を有する重合体からの繊維とを混合したウェブを加熱接着した不織布が提案されている（例えば、特許文献1参照。）。この不織布は、接着成分として使用されている繊維が、代表的にはポリエチレンテレフタレート共重合体からの繊維であって、その融点はかなり低いものである。そのため、この不織布は接着成分の融点の影響を受け、ポリエチレンナフタレートの有する本来の耐熱性が生かされていない。

【0004】

また、ポリエチレンナフタレート繊維から実質的になり、平均繊維径が $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ であり、縦横の引っ張り強さに優れた不織布が提案されている（例えば、特許文献2参照。）。しかしながら、この不織布は、具体的にはジェット紡糸（メルトブロー）法で製造されたものであり、繊維径が不均一で細く、極細であるが、その繊維の強度は充分高いとは云えず、これが不織布の引裂き強度にも影響している。しかも、この不織布は、ジェット紡糸によるために、種々のタイプの特性を有する不織布を提供することが困難である。

【0005】

さらに、実質的にポリエチレンナフタレートのそれぞれ延伸短繊維と未延伸短繊維とを抄紙し、カレンダーで熱圧着してからなるポリエチレンナフタレート感熱孔版原紙用不織布が記載されている（例えば、特許文献3参照。）。しかし、本発明者の検討によれば、特許文献3にはポリエチレンナフタレートの繊維形成性に非常に大きな影響を及ぼす固有粘度に関する記載がなく、追試が不可能なばかりか、更にはポリエチレンナフタレート延伸繊維の繊維径が $3 \sim 8 \mu\text{m}$ （ $0.1 \sim 0.7$ デシテックス相当）及びポリエチレンナフタレート未延伸繊維の繊維径が $4 \sim 30 \mu\text{m}$ （ $0.17 \sim 1.0$ デシテックス相当）であることが例示されているが、実施例に記載のあるポリマー吐出温度 290°C では口金温度が低いことによる粘度斑が大きく、更には曳糸性に劣るため、実際にこのような細い繊維径のポリエチレンナフタレート繊維は得られていない。

【0006】

従って、実質的にポリエチレンナフタレート樹脂単独からなる 4.0 デシテックス以下の細繊維繊維及びポリエチレンナフタレート樹脂単独からなる未延伸系と延伸系の混合を混合し、加熱接着されてなる、十分な接着性を有する短繊維不織布については、これまで現存していないのが実情である。

【0007】

【特許文献1】特開昭50-18773号公報

【特許文献2】特開平4-146251号公報

10

20

30

40

50

【特許文献3】特開2000-118163号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

本発明は、上記従来技術を背景になされたもので、その目的は、実質的にポリエチレンナフタレート単独からなる耐熱性に優れ、かつ強度のつよい短繊維不織布を実現するために、優れたバインダー性能を持つ細繊維ポリエチレンナフタレート未延伸系と従来ないレベルの細繊維ポリエチレンナフタレート延伸系を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明者は、上記課題を解決するため鋭意検討を重ねた結果、特定の固有粘度のポリエチレンナフタレート樹脂を用いることにより、優れたバインダー性能を持つ細繊維未延伸系と従来ないレベルの細繊維延伸系、及びこれら未延伸系と延伸系を混綿して加熱圧着させることによる、接着強度と耐熱性の優れたポリエチレンナフタレート短繊維不織布が製造できることを見出し、本発明に到達した。

【0010】

すなわち本発明は、未延伸ポリエチレンナフタレート繊維であって、複屈折率が0.015～0.040で、固有粘度が0.35～0.47 dL/g、繊維度が1.0～5.0デシテックスであることを特徴とする未延伸ポリエチレンナフタレート繊維、その未延伸ポリエチレンナフタレート繊維を延伸して得られる延伸ポリエチレンナフタレート繊維であって、複屈折率が0.30～0.40、180 乾熱収縮率が-5.0～5.0%で、固有粘度が0.35～0.47 dL/g、繊維度が0.5～4.0デシテックスであることを特徴とする延伸ポリエチレンナフタレート繊維、及び繊維長が規定されたその未延伸ポリエチレンナフタレート繊維10～70質量%と繊維長が規定されたその延伸ポリエチレンナフタレート繊維90～30質量%を混合して熱圧着させることを特徴とするポリエチレンナフタレート繊維不織布である。

【発明の効果】

【0011】

本発明によれば、従来検討されてきたポリエチレンナフタレート不織布に比べ、強度が著しく向上し、実用に耐えうる耐熱性短繊維不織布の提供を可能とする。その用途は、バグフィルター、F種以上の電気絶縁材料、電池セパレーター、コンデンサー（スーパーキャパシター）用セパレーター、天井材やフロアマット、エンジン用フィルター、オイル用フィルター等の耐熱性、耐薬品性が要求される車輛用不織布素材など、幅広く適用されることが期待される。

【発明を実施するための最良の形態】

【0012】

以下本発明の実施形態について詳細に説明する。

本発明を構成する短繊維は実質的にエチレン-2,6-ナフタレート単位よりなるポリエチレンナフタレート繊維であることが必要である。ポリエチレンナフタレート繊維は、好ましくはエチレン-2,6-ナフタレート単位をポリエチレンナフタレート繊維を構成する繰り返し単位あたり90モル%以上含み、10モル%未満の割合で適当な第3成分を含む重合体からなる繊維であっても差し支えない。第3成分としては(a)1分子当たり2個のエステル形成性官能基を有する化合物、例えば、シュウ酸、コハク酸、アジピン酸、セバシン酸、ダイマー酸などの脂肪族ジカルボン酸；シクロプロパンジカルボン酸、シクロブタンジカルボン酸、ヘキサヒドロテレフタル酸などの脂環族ジカルボン酸；フタル酸、イソフタル酸、ナフタレン-2,7-ジカルボン酸、4,4'-ジフェニルジカルボン酸などの芳香族ジカルボン酸；ジフェニルエーテルジカルボン酸、ジフェニルスルホン酸、ジフェノキシエタンジカルボン酸、3,5-ジカルボキシベンゼンスルホン酸ナトリウムなどのその他のジカルボン酸；グリコール酸、p-オキシ安息香酸、p-オキシエトキシ安息香酸などのヒドロオキシカルボン酸；1,2-プロピレングリコール、トリメチ

10

20

30

40

50

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、ネオペンチレングリコール、ヘキサメチレングリコール、p - キシレングリコール、1, 4 - シクロヘキサンジメタノール、p, p' - ビス(ヒドロキシエトキシ)ジフェニルスルホン、1, 4 - ビス(- ヒドロキシエトキシ)ベンゼン、2, 2 - ビス(p - - ヒドロキシエトキシフェニル)プロパン、ポリアルキレングリコールなどのジヒドロキシ化合物；それらの機能的誘導体、すなわち前記カルボン酸、オキシカルボン酸、オキシ化合物又はそれらの低級(ジ)アルキルエステル、低級(ジ)アリールエステル、低級(ビス)アルキルアリールエステル等から誘導される高重合度化合物や、(b) 1分子当たり1個のエステル形成性官能基を有する化合物、たとえば、安息香酸、ベンジルオキシ安息香酸、メトキシポリアルキレングリコールなどが挙げられる。さらに(c) 3個以上のエステル形成性官能基を有する化合物、たとえば、グリセリン、ペンタエリスリトール、トリメチロールプロパン、トリメシン酸、トリメリット酸なども、重合体を実質的に線状である範囲内で使用可能である。

10

【0013】

また、前述の樹脂には必要に応じて、触媒のほか、各種の添加剤、例えば、艶消し剤、熱安定剤、光安定剤、中和剤、造核剤、滑剤、減粘剤、抗菌剤、難燃剤、帯電防止剤、可塑剤、消泡剤、整色剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、蛍光増白剤、染料又は顔料などが添加されていてもよい。また、改質のためにポリエチレンテレフタレートやポリトリメチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリアルキレンオキシド共重合ポリエステルなどのポリエステル樹脂やナイロン - 6、ナイロン - 6, 6、ナイロン - 6, 10、ナイロン - 12などのポリアミド類が少量共重合されていてもよい。

20

【0014】

本発明のポリエチレンナフタレート繊維の適正な固有粘度の範囲は、未延伸繊維及び延伸繊維を問わず、0.35 ~ 0.47 dL / gであり、好ましくは0.40 ~ 0.46 dL / gの範囲が好適に用いられる。但し、これは溶融前のペレットではなく、口金から吐出された時点での真の繊維としての固有粘度を表す。なぜなら、ポリエチレンナフタレート(以下、PENとよぶ)はエクストルーダー等でペレットを溶融する際に、せん断発熱が非常に大きいため、熱分解による固有粘度低下がポリエチレンテレフタレートと対比した場合に、その低下の程度が比較的大きいためである。本発明でいう固有粘度は繊維をフェノールとオルトジクロロベンゼンとの混合溶媒(容積比6:4)に溶解し、35 で測定した粘度から求めた値である。極限粘度が0.35 dL / g未満では、溶融粘度の割に分子量が小さいため、吐出後固化するまでに紡糸ドラフトにより溶融状態のまま破断するため、目標とする細繊維のPEN繊維が得られない。固有粘度が0.47 dL / gを越えると、紡糸張力が高くなるため、複屈折率(n)が大きくなる傾向にあり、未延伸系のバインダー性能が十分に得られない。また、固有粘度が大きくなればなるほど、曳糸性及び延伸性が劣化し、目標とする細繊維を得ることができない。

30

【0015】

本発明における未延伸短繊維は、複屈折率(n)が0.015 ~ 0.040の範囲であることが必要である。nが0.040を超えると、未延伸系の熱接着性能が低下し、不織布において目標とする十分な強力が得られない。nが0.015より小さいものは、PENの屈折率が高いため、実質的に得ることは難しい。PENは紡糸張力が高い傾向にあるので、前述の固有粘度を低目にするには、溶融張力を小さくし、結果としてnを下げることに繋がるので、未延伸系の接着性能が大きくなると考えられる。更に、密度が小さいほど、バインダー性能が大きくなる傾向、かつ延伸性が向上する傾向にあるが、これは固有粘度の差によって大きな変化はない。一般的に密度は1.328 ~ 1.340 g / cm³の範囲にあることが好ましい。

40

【0016】

他方、本発明における延伸短繊維は、複屈折率(n)が0.30 ~ 0.40の高配向の繊維となることが好ましい。nが0.30を下回ると、主体繊維の強度が小さくなる傾向であるため、結果として目標とする不織布強度が得られない傾向にある。不織布強度

50

は、未延伸系の接着強度のみならず、骨材となる延伸系の強度が大きくないと十分に高めることができない。一方、延伸倍率を上げて n が 0.40 以上とすることは、強度面では望ましいが、PEN の延伸張力が高いため設備上の負荷が大きく、実際は困難である。密度が大きいほど、結晶化度が高いことを示し、繊維強度が大きくなるが、密度は $1.340 \sim 1.365 \text{ g/cm}^3$ の範囲であることが好ましい。延伸繊維の n は熔融紡糸時のポリエチレンナフタレートの熔融温度、紡糸速度、紡糸ドラフト、延伸倍率などを設定することにより適宜調整することができる。

【0017】

未延伸系の繊維は、特に限定はされず、バインダー繊維としてもちいる不織布の目的に応じて適切に選定される。例えば、車輦内装用のバインダー繊維としては、比較的繊維が 10
大きくてもよいので、2.2 ~ 11.0 デシテックスの範囲から選択されることが多い。本発明の未延伸系はこれらの繊維範囲だけでなく、従来検討されていた固有粘度では達成できなかった、1.0 ~ 4.0 デシテックスの未延伸系を得ることを可能とした。これは、固有粘度を低目に調整することによる n の低減と曳糸性の向上の効果が大きい。更には、熔融樹脂温度は口金面で 300、好ましくは 320 以上とすることが、細繊維化には必要である。口金面温度が 300 を下回ると熔融粘度が大きすぎて曳糸性に劣るばかりか、口金面で部分的に生じる温度差の影響を受け、太さ斑が助長されるため均一な繊維が得られないので注意が必要である。本手段によっても、1.0 デシテックス未満の未延伸系を得ることはできなかった。

【0018】

延伸系の繊維は、前述のような車輦内装用不織布の主体繊維としては大きくてもよいが、逆浸透膜支持体や感熱孔版印刷用原紙に用いるような未延伸短繊維と延伸短繊維を混抄して加熱圧着させることにより得られる湿式不織布用途においては、地合いの向上、薄葉化、ポアサイズの低減のため、ある程度の細繊維度の未延伸短繊維及び延伸短繊維が必要であり、具体的には、未延伸系で 1.0 ~ 5.0 デシテックス、延伸系で 0.5 ~ 4.0 デシテックスが必要となる。未延伸系で 5.0 デシテックス、延伸系で 4.0 デシテックスを超えると、地合いの悪化、薄葉化が困難である。未延伸系で 1.0 デシテックス、延伸系で 0.5 デシテックス未満とすることは、本発明の手段によっても達成困難である。本発明においては、未延伸系で 3.5 ~ 4.8 デシテックス、延伸系で 1.0 ~ 1.7 デシテックスの繊維が好ましく、未延伸系で 4.0 ~ 4.6 デシテックス、延伸系で 1.2 ~ 30
1.5 デシテックスの繊維がより好ましい。

【0019】

繊維の断面形状は特に限定されないが、円形であっても異型断面であってもよく、忠実であっても中空断面であってもよい。異型断面の例としては、扁平型、楕円型、長円型、ダンベル形、C 字形、三角形や四角形などの多角形や三葉型、十字型、星型などの多葉体などが挙げられる。中空形状にあっても、円形その他、三角形、楕円形、長円形、十字型などの異型断面でもよく、中空数も 1 個以上あれば数は制限されない。

【0020】

延伸系の熱収縮率は低い方が耐熱性すなわち高温下での寸法安定性を実現するために必須であり、180 乾熱収縮率で -5.0 ~ 5.0 % の範囲にあることが肝要である。ここで、乾熱収縮率は、JIS L 1015:2005 8.15 b) 法に記載の方法により、180 で測定したものである。乾熱収縮率が 5.0 % を上回ると、高温雰囲気下で繊維が熱収縮し、バインダー繊維の熱接着などの加工工程や不織布において熱変形する、あるいは風合いが硬化する不具合があり、好ましくない。乾熱収縮率が 0 % を下回る分には特に問題を生じることはないが、特に大きな自己伸長を起こす例は観測されなかった。しかし -5.0 % を超える場合には、繊維の自己伸長性が上がりすぎて好ましくない。より好ましくは 0 ~ 4.0 % であり、更に好ましくは 2.0 ~ 3.5 % である。

【0021】

このように熱収縮率を小さくする手段としては、延伸後又は未延伸状態で、120 以上の温度で定長熱処理することにある。定長熱処理は基本的には 1.0 倍であるが、熱処 50

理に伴う繊維の収縮や伸長変化などに伴い、0.85～1.15倍などのドラフトもとり得るものとする。120以上の温度で熱セットする意味は、ポリエチレンナフタレート未延伸糸あるいは延伸糸のガラス転移温度は113であるため、ガラス転移温度以上で定長熱処理することで非晶部分に残留する微小な歪をとることにより、高温下での熱収縮率を下げるができる。繊維及び不織布の強度を高める面では、ポリエチレンナフタレート未延伸糸あるいは延伸糸の低温結晶化温度は220（DSCピーク温度）～260（DSCの融点未満の温度）で熱処理すれば、結晶化度及び結晶厚化が促進されるため好ましい。なお、繊維の要求特性に応じて、乾燥あるいは弛緩熱処理工程を施さなくてもよく、また、温度をかけずに常温の循環風による自然乾燥を行っても良い。捲縮を付与する場合は弛緩熱処理温度の温度を高くすると捲縮がへたる方向であるが、抄紙用に主に用いられる無捲縮短繊維の場合は、130～260の間で弛緩熱処理を行っても差し支えない。

10

【0022】

本発明の繊維は、捲縮付与を要求される長繊維であってもよいが、カードにより成型される紡績糸や詰綿、繊維構造体、乾式不織布、湿式不織布の用途に適用するためには、短繊維の形態で使用される。繊維長は未延伸繊維・延伸繊維を問わず、特に限定されないが、2～200mmであることが好ましい。詳細には湿式不織布やエアレイド不織布の場合であれば繊維長は2～25mm未満、その他の用途では25～200mmが一般的である。

【0023】

本発明の繊維は、必要に応じて捲縮を付与しても無捲縮であってもよい。捲縮を付与する方法は通常のポリエステル（ポリエチレンテレフタレート）短繊維製造工程で行われている条件を、PENに合うように適宜調整した条件で実施可能である。

20

【0024】

本発明で提供される不織布の製法としては、カード又はエアレイド不織布製造装置、あるいは円網、短網、あるいは長網抄紙機によってウェブを形成後、ニードルパンチ法、スパンレース法による繊維の絡合、あるいはケミカルボンド、ヤンキードライヤーによる仮接着を行った後、加熱金属ローラーによるカレンダー圧着を行うことで、未延伸糸が延伸糸に熱圧着され、結果として未延伸糸と延伸糸を接着させる方法が適用される。

【0025】

本発明において、延伸短繊維の混合比率が低すぎると強度が低くなり、一方、未延伸繊維の混合比率が低く過ぎると、接着性が不十分であり、表面平滑性に欠ける。したがって、本発明の不織布においては、未延伸短繊維と延伸短繊維との混合比率は重量比率で10：90～70：30の範囲が好ましく、20：80～50：50の範囲がより好ましい。

30

【0026】

本発明の不織布の目付量は、あまり大きすぎても取り扱いが困難であり、逆に目付けが小さすぎても、強度が不十分となり問題である。したがって、本発明の不織布の目付量は、好ましくは10～300g/m²あり、より好ましくは20～200g/m²ある。

【0027】

以上に説明した本発明の繊維は、例えば次のように製造することができる。ポリエチレンナフタレート樹脂ペレットを溶融押出機等で溶融するか、若しくは連続重合装置から溶融状態にて口金を装着したスピンパックに供給し、ストランド状で吐出して、口金下5～200mmの位置で、紡出糸条に10～40の空気を送風して冷却固化させた後、紡糸速度100～2000m/minで引き取って本発明の未延伸糸を得る。得られた未延伸糸は、紡糸装置に直結していない公知の短繊維製造用延伸機を用いて、延伸及び熱処理、油剤付与、カットを行う。具体的には、収缶した未延伸糸を束ねてトウとし、95以上の温水中で1～数ステップに分けて延伸する。その後、120～260の温度で定長熱処理（例えば、スーパーヒート蒸気加熱ローラーに接触）を行い、油剤を付着させ、ロータリーカッター等で所定の繊維長にカットし、目的となる本発明の延伸繊維を得る。捲縮を付与する場合は、未延伸又は延伸トウを65以上に加熱して押込みクリンパーに供給

40

50

すればよい。加熱温度が65未満であるとPENの剛性が高いため、捲縮付与の背圧を極度に大きくする必要があり、クリンパーが不安定（ガタツキ）になりやすい。また、カッター前の油剤乾燥及び弛緩熱処理は必要に応じて実施することができる。乾燥のみを実施し、弛緩熱処理を実施しない場合は、常温空気を循環させることによってトウの風乾してやればよい。

【0028】

本発明により得られる不織布は、ガラス転移温度が113、融点が265以上のものであり、耐熱性に極めて優れたポリエステル不織布であり、リサイクル製にも優れたものである。

【実施例】

10

【0029】

以下、実施例により、本発明を更に具体的に説明するが、本発明は実施例によって何ら限定を受けるものではない。なお、実施例における各項目は次の方法で測定した。

(1) 固有粘度〔 η 〕

フェノールとオルトジクロロベンゼンとの混合溶媒（重量比6：4）を溶媒として、35で測定した。

(2) ガラス転移温度（ T_g ）、融点（ T_m ）

JIS K 7121記載の示差走査熱量測定（DSC）に従って、昇温速度20 / 分の条件で測定した。

(3) 単糸織度

20

JIS L 1015：2005 8.5.1 A法に記載の方法により測定した。

(4) 繊維長

JIS L 1015：2005 8.4.1 C法に記載の方法により測定した。

(5) 繊維強度、繊維伸度

JIS L 1015：2005 8.7.1 に記載の方法により測定した。

(6) 捲縮数、捲縮率

JIS L 1015：2005 8.12に記載の方法により測定した。

(7) 油剤付着率

JIS L 1015：2005 8.22 c)法において、試料量を9g、溶媒であるメタノールをメタノール：アセトン混合液（容量比1：1）に変更した以外は同様の方法により測定した。

30

(8) 180 乾熱収縮率

JIS L 1015：2005 8.15 b)法に記載の方法により、180で測定した。

(9) 複屈折率

複屈折（ n ）：偏光顕微鏡によって光源にナトリウムランプを用い、試料を - ブロムナフタリン浸漬下Berekコンペンセーター法でレターデーションを求めて算出した。

(10) 目付量（坪量、単位面積当たりの質量）

JIS L 1913：1998 6.2に記載の方法により測定した。

40

(11) 湿式不織布裂断長（ k_m ）

JIS P 8113：1994の7.（2）に記載の方法により測定した。当該測定評価は湿式不織布について、どれだけの長さを垂らしたら破断するかを示す項目である。

(12) 乾式不織布剛性

図1に示す剛性測定装置（3点支持法圧縮試験）により測定した。

【0030】

[実施例 1 - 1]

融点264、 $[\eta] = 0.46 \text{ dL/g}$ のポリエチレンナフタレート樹脂のペレットを170で5時間乾燥して溶融押出機に供給し、孔径0.5mmの丸孔キャピラリーを1305孔有する公知のポリエステル用口金を用いて、溶融吐出させた。溶融後の樹脂温

50

度は320、吐出量は700g/分であった。これを口金下50mmで紡出糸条を25の冷風で冷却した後、紡糸速度1300m/分でケンスに収缶して未延伸糸条を得た。

【0031】

次いで、公知の短繊維延伸機に供給するが、延伸や定長熱処理、捲縮付与は行わず、ドラフト1.0倍のまま、ポリエーテルポリエステル油剤（高松油脂（株）製YM-80）のエマルジョンを油剤純分付着率0.5質量%となるように付着し、ロータリーカッターにて繊維長5mmにカットし、目的とする未延伸ポリエチレンナフタレート短繊維を得た。得られた物性を表1に示す。得られた繊維の固有粘度は $[\eta] = 0.425 \text{ dL/g}$ であり、これは吐出直後に採取したポリマーの固有粘度とほぼ同一であった。

【0032】

[実施例1-2]

実施例1-1により得た未延伸糸条を束ねてトウとし、98℃温水中で2.9倍、更に98℃温水中で1.2倍に2段延伸し、セットローラー（スーパーヒート蒸気加熱ローラー）によりトウ温度190℃に定長熱処理（ドラフト1.00倍）し、ポリエーテルポリエステル系油剤（高松油脂（株）製YM-80）のエマルジョンを油剤純分付着率0.5質量%となるように付着し、ロータリーカッターにて繊維長5mmにカットし、目的とする延伸ポリエチレンナフタレート短繊維を得た。得られた物性を表1に示す。得られた繊維の固有粘度は $[\eta] = 0.425 \text{ dL/g}$ であり、これは吐出直後に採取したポリマーの固有粘度とほぼ同一であった。

【0033】

[実施例1-3]（抄紙）

実施例1-1の未延伸短繊維と実施例1-2の延伸短繊維を40：60の質量比率でミキサーにて攪拌した後、手漉き抄紙を行い、ロータリー乾燥機で140℃×2分間乾燥し、目付け50g/m²の抄上げ紙を得た。抄上げ紙を金属/ペーパーロール系カレンダー加工機で、金属ロール表面温度200℃、線圧120kg/cmの条件下で圧着し、厚さ0.1mmの不織布を得た。抄上げ紙裂断長及びカレンダー後の裂断長を表2に示す。

【0034】

[実施例2-1]

融点265℃、 $[\eta] = 0.484 \text{ dL/g}$ のポリエチレンナフタレート樹脂のペレットを用いたほかは、実施例1-1と同様に実施した。得られた物性を表1に示す。なお、得られた未延伸繊維の固有粘度は $[\eta] = 0.448 \text{ dL/g}$ であり、これは吐出直後に採取したポリマーの固有粘度とほぼ同一であった。

【0035】

[実施例2-2]

実施例2-1で採取した未延伸糸条を用いたほかは、実施例1-2と同様に実施した。得られた物性を表1に示す。なお、得られた延伸繊維の固有粘度は $[\eta] = 0.448 \text{ dL/g}$ であり、これは吐出直後に採取したポリマーの固有粘度とほぼ同一であった。

【0036】

[実施例2-3]

実施例2-1の未延伸短繊維と実施例2-2の延伸短繊維を40：60の質量比率で用いたほかは、実施例1-3と同様に実施した。抄上げ紙裂断長及びカレンダー後の裂断長を表2に示す。

【0037】

[実施例3-1]

融点267℃、 $[\eta] = 0.512 \text{ dL/g}$ のポリエチレンナフタレート樹脂のペレットを用いたほかは、実施例1-1と同様に実施した。得られた物性を表1に示す。なお、得られた未延伸繊維の固有粘度は $[\eta] = 0.466 \text{ dL/g}$ であり、これは吐出直後に採取したポリマーの固有粘度とほぼ同一であった。

【0038】

[実施例3-2]

実施例 3 - 1 で採取した未延伸糸を用いたほかは、実施例 1 - 2 と同様に実施した。得られた物性を表 1 に示す。なお、得られた延伸繊維の固有粘度は $[\eta] = 0.466 \text{ dL/g}$ であり、これは吐出直後に採取したポリマーの固有粘度とほぼ同一であった。

【 0 0 3 9 】

[実施例 3 - 3]

実施例 3 - 1 の未延伸短繊維と実施例 3 - 2 の延伸短繊維を 40 : 60 の質量比率で用いたほかは、実施例 1 - 3 と同様に実施した。抄上げ紙裂断長及びカレンダー後の裂断長を表 2 に示す。

【 0 0 4 0 】

[比較例 1 - 1]

融点 267、 $[\eta] = 0.62 \text{ dL/g}$ のポリエチレンナフタレート樹脂のペレットを用いたほかは、実施例 1 - 1 と同様に実施した。得られた物性を表 1 に示す。なお、得られた未延伸繊維の固有粘度は $[\eta] = 0.532 \text{ dL/g}$ であり、これは吐出直後に採取したポリマーの固有粘度とほぼ同一であった。

【 0 0 4 1 】

[比較例 1 - 2]

比較例 1 - 1 で採取した未延伸糸を用いたほかは、実施例 1 - 2 と同様に実施した。得られた物性を表 1 に示す。なお、得られた延伸繊維の固有粘度は $[\eta] = 0.532 \text{ dL/g}$ であり、これは吐出直後に採取したポリマーの固有粘度とほぼ同一であった。

【 0 0 4 2 】

[比較例 1 - 3]

比較例 1 - 1 の未延伸短繊維と比較例 1 - 2 の延伸短繊維を 40 : 60 の質量比率で用いたほかは、実施例 1 - 3 と同様に実施した。抄上げ紙裂断長及びカレンダー後の裂断長を表 2 に示す。

【 0 0 4 3 】

【表 1】

	実施例 1 - 1	実施例 2 - 1	実施例 3 - 1	比較例 1 - 1	実施例 1 - 2	実施例 2 - 2	実施例 3 - 2	比較例 1 - 2
固有粘度 (dL/g)	0.425	0.448	0.466	0.532	0.425	0.448	0.466	0.532
融点(°C)	265	265	265	268	269	271	270	276
複屈折率	0.03160	0.03346	0.03750	0.05492	0.32580	0.31550	0.32302	0.31078
比重	1.32911	1.32900	1.32894	1.33059	1.35839	1.35921	1.35735	1.35545
単糸繊度 (dtex)	4.30	4.31	4.29	4.39	1.21	1.27	1.32	1.83
繊維強度 (cN/dtex)	1.25	1.40	1.50	2.56	4.32	4.78	4.85	4.64
繊維伸度 (%)	240.2	230.2	218.6	104.7	6.77	8.53	9.06	14.8
180°C乾熱 収縮率(%)	溶断	溶断	溶断	溶断	2.7	2.9	3.2	3.2

【 0 0 4 4 】

【表 2】

	実施例 1 - 3	実施例 2 - 3	実施例 3 - 3	比較例 1 - 3
未延伸短繊維	実施例 1 - 1	実施例 2 - 1	実施例 3 - 1	比較例 1 - 1
延伸短繊維	実施例 1 - 2	実施例 2 - 2	実施例 3 - 2	比較例 1 - 2
抄上げ紙 裂断長 (k m)	0. 0 9	0. 0 9	0. 0 7	0. 0 2
カレンダー後 不織布 裂断長 (k m)	3. 8 0	3. 3 0	2. 4 0	1. 2 5

10

【 0 0 4 5 】

[実施例 4 - 1]

融点 2 6 4 、[] = 0 . 4 0 0 d L / g のポリエチレンナフタレート樹脂のペレットを 1 7 0 で 5 時間乾燥して溶融押出機に供給し、孔径 0 . 5 mm の丸孔キャピラリーを 1 3 0 5 孔有する公知のポリエステル用口金を用いて、溶融吐出させた。溶融後の樹脂温度は 3 2 0 、吐出量は 7 3 0 g / 分であった。これを口金下 5 0 mm で紡出糸条を 2 5 の冷風で冷却した後、紡糸速度 1 3 0 0 m / 分でケンスに収缶して未延伸糸条を得た。

20

【 0 0 4 6 】

次いで、公知の短繊維延伸機に供給するが、延伸や定長熱処理を行わず、ドラフト 1 . 0 倍のまま、ポリエーテルポリエステル系油剤（高松油脂（株）製 Y M - 8 0 ）のエマルジョンを油剤純分付着率 0 . 5 質量 % となるように付着し、続いてスタッピングボックスを用いてトウ温度 8 5 で捲縮を付与し、常温循環空気による乾燥を実施後、ロータリーカッターにて繊維長 5 1 mm にカットし、目的とする未延伸ポリエチレンナフタレート短繊維を得た。得られた物性を表 3 に示す。得られた繊維の固有粘度は [] = 0 . 3 6 0 d L / g であり、これは吐出直後に採取したポリマーの固有粘度とほぼ同一であった。

【 0 0 4 7 】

[比較例 2 - 1]

融点 2 6 7 、[] = 0 . 6 2 0 d L / g のポリエチレンナフタレート樹脂のペレットを用いるほかは、実施例 4 - 1 と同様に実施した。得られた物性を表 3 に示す。得られた繊維の固有粘度は [] = 0 . 5 4 6 d L / g であり、これは吐出直後に採取したポリマーの固有粘度とほぼ同一であった。

30

【 0 0 4 8 】

[比較例 2 - 2]

融点 2 6 7 、[] = 0 . 6 2 0 d L / g のポリエチレンナフタレート樹脂のペレットを 1 7 0 で 5 時間乾燥して溶融押出機に供給し、孔径 0 . 6 mm の丸孔キャピラリーを 4 0 0 孔有する公知のポリエステル用口金を用いて、溶融吐出させた。溶融後の樹脂温度は 3 2 0 、吐出量は 4 7 0 g / 分であった。これを口金下 3 0 mm で紡出糸条を 2 5 の冷風で冷却した後、紡糸速度 1 3 0 0 m / 分でケンスに収缶して未延伸糸条を得た。

40

【 0 0 4 9 】

次いで、いくつかのトウを束ねて、9 8 温水中で 1 . 3 8 倍、更に 9 8 温水中で 1 . 1 5 倍に 2 段延伸し、セットローラー（スーパーヒート蒸気加熱ローラー）によりトウ温度 1 8 0 に定長熱処理（ドラフト 1 . 0 0 倍）し、ポリエーテルポリエステル系油剤（高松油脂（株）製 Y M - 8 0 ）のエマルジョンを油剤純分付着率 0 . 5 質量 % となるように付着し、スタッピングボックスを用いてトウ温度 8 5 で捲縮を付与し、常温循環空気による乾燥を実施後、ロータリーカッターにて繊維長 5 1 mm にカットし、目的とする延伸ポリエチレンナフタレート短繊維を得た。得られた物性を表 3 に示す。得られた繊維の固有粘度は [] = 0 . 5 4 9 d L / g であり、これは吐出直後に採取したポリマー

50

の固有粘度とほぼ同一であった。

【 0 0 5 0 】

[実施例 4 - 3]

実施例 4 - 1 の未延伸短繊維と実施例 2 - 2 の延伸短繊維を 5 0 : 5 0 の質量比率で混綿後、ローラーカードを通過させ得たウェブを積層し、目付けを 850 g/m^2 として、ロータリー乾燥機で 140×2 分間仮圧着後、金属ノーパーロール系カレンダー加工機で、金属ロール表面温度 180 、線圧 100 kg/cm の条件下で圧着し、厚さ 5 mm の不織布を得た。不織布の剛性について、表 4 に示す。

【 0 0 5 1 】

[比較例 2 - 3]

比較例 2 - 1 の未延伸短繊維と比較例 2 - 2 の延伸短繊維を 5 0 : 5 0 の質量比率で混綿した他は実施例 4 - 3 と同様に実施した。接着が弱く、不織布剛性は測定不可であった。

【 0 0 5 2 】

【表 3】

	実施例 4 - 1	比較例 2 - 1	比較例 2 - 2
固有粘度 (dL/g)	0. 3 6 0	0. 5 4 6	0. 5 4 9
融点 ($^{\circ}\text{C}$)	2 6 3	2 6 9	2 7 4
複屈折率	0. 01982	0. 11380	0. 19935
比重	1. 32894	1. 33120	1. 35357
単糸繊維度 (dtex)	4. 5 0	4. 1 8	5. 9 2
繊維強度 (cN/dtex)	1. 0 9	2. 3 6	3. 8 0
繊維伸度 (%)	2 6 0. 1	9 1. 7	4 7. 6
180°C 乾熱 収縮率 (%)	溶断	溶断	2. 8
捲縮数 (山/ 25 mm)	1 3. 1	1 1. 9	7. 4
捲縮率 (%)	2 0. 2	2 1. 5	1 2. 3

【 0 0 5 3 】

【表 4】

	実施例 4 - 3	比較例 2 - 3
未延伸短繊維	実施例 4 - 1	比較例 2 - 1
延伸短繊維	実施例 2 - 2	比較例 2 - 2
カレンダー後不織布剛性 (タテ/ヨコ)	1 3. 7 / 1 2. 5	接着不良で測定不可

【産業上の利用可能性】

【 0 0 5 4 】

本発明によれば、従来検討されてきたポリエチレンナフタレート不織布に比べ、強度が著しく向上し、実用に耐えうる耐熱性短繊維不織布の提供を可能とする。その用途は、バグフィルター、F 種以上の電気絶縁材料、電池セパレーター、コンデンサー（スーパーキャパシター）用セパレーター、天井材やフロアマット、エンジン用フィルター、オイル用

フィルター等の耐熱性、耐薬品性が要求される車輛用不織布素材など、幅広く適用されることが期待され、産業上の意義は大きい。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 5 5 】

【図 1】本発明の実施例及び比較例で測定を行った乾式不織布剛性の測定装置の概念図である。

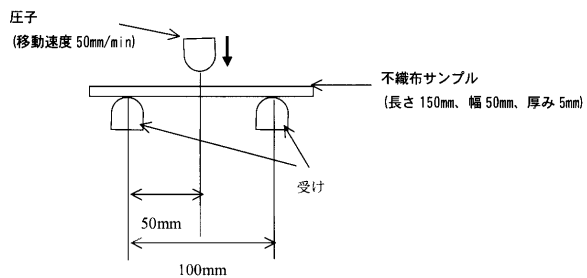
【符号の説明】

【 0 0 5 6 】

- 1 圧子（下方への移動速度 5 0 m m / m i n ）
- 2 不織布サンプル
- 3 受け

10

【図 1】



フロントページの続き

審査官 加賀 直人

(56)参考文献 特開2006-207085(JP,A)
特開2004-027377(JP,A)
特開平04-352811(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
D01F