

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2005-530939

(P2005-530939A)

(43) 公表日 平成17年10月13日(2005.10.13)

(51) Int.Cl.⁷
D01F 6/92
D03D 15/00
// **D01F 6/62**

F 1
D01F 6/92 307D
D03D 15/00 A
D03D 15/00 E
D01F 6/62 306P

テーマコード(参考)

4 L035

4 L048

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 29 頁)

(21) 出願番号 特願2004-517775 (P2004-517775)
(86) (22) 出願日 平成15年6月23日 (2003.6.23)
(85) 翻訳文提出日 平成16年12月22日 (2004.12.22)
(86) 國際出願番号 PCT/US2003/019910
(87) 國際公開番号 WO2004/003270
(87) 國際公開日 平成16年1月8日 (2004.1.8)
(31) 優先権主張番号 10/183,710
(32) 優先日 平成14年6月27日 (2002.6.27)
(33) 優先権主張国 米国(US)

(71) 出願人 390023674
イー・アイ・デュポン・ドウ・ヌムール・
アンド・カンパニー
E. I. DU PONT DE NEMO
URS AND COMPANY
アメリカ合衆国、デラウェア州、ウイルミ
ントン、マーケット・ストリート 100
7
(74) 代理人 100077481
弁理士 谷 義一
(74) 代理人 100088915
弁理士 阿部 和夫

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】ポリ(トリメチレンジカルボキシレート)纖維、それらの製造および使用

(57) 【要約】

糸、ならびに該糸で製造される布およびカーペットだけでなく、ポリスチレンを含むポリ(トリメチレンジカルボキシレート)マルチフィラメント糸およびモノフィラメントの製造方法。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(a) ポリ(トリメチレンジカルボキシレート)およびポリマーブレンド中のポリマーの約0.1～約10重量%のスチレンポリマーを含むポリマーブレンドを提供する工程と、(b) 該ポリマーブレンドを紡糸して分散されたスチレンポリマーを含有するポリ(トリメチレンジカルボキシレート)多成分フィラメントを形成する工程と、(c) 該多成分フィラメントを、フィラメントの全体にわたって分散されたスチレンポリマーを含有するポリ(トリメチレンジカルボキシレート)多成分フィラメントを含むポリ(トリメチレンジカルボキシレート)マルチフィラメント糸へと加工する工程とを含むことを特徴とするポリ(トリメチレンジカルボキシレート)マルチフィラメント糸の製造方法。

10

【請求項 2】

多成分フィラメントの全体にわたって分散されたスチレンポリマーを含有するポリ(トリメチレンテレフタレート)多成分フィラメントを含むことを特徴とするポリ(トリメチレンテレフタレート)糸。

【請求項 3】

請求項2に記載の糸を含むことを特徴とする布。

【請求項 4】

請求項2に記載の糸から製造されることを特徴とするカーペット。

【請求項 5】

(a) ポリ(トリメチレンジカルボキシレート)およびポリマーブレンド中のポリマーの約0.1～約10重量%のスチレンポリマーを含むポリマーブレンドを提供する工程と、(b) 該ポリマーブレンドを紡糸して分散されたスチレンポリマーを含有するポリ(トリメチレンジカルボキシレート)モノフィラメントを形成する工程と、(c) 該フィラメントを、全体にわたって分散されたスチレンポリマーを含有するポリ(トリメチレンジカルボキシレート)を含むポリ(トリメチレンジカルボキシレート)多成分モノフィラメントへと加工する工程とを含むことを特徴とするポリ(トリメチレンジカルボキシレート)モノフィラメントの製造方法。

20

【請求項 6】

前記ポリ(トリメチレンジカルボキシレート)がポリ(トリメチレンテレフタレート)であることを特徴とする請求項1～5のいずれか1項に記載の方法、糸、布またはカーペット。

30

【請求項 7】

前記ブレンドが該ポリマーブレンド中のポリマーの、約90～約99.9重量%のポリ(トリメチレンアリーレート)および約10～約0.1重量%のスチレンポリマーを含むことを特徴とする請求項1～6のいずれか1項に記載の方法、糸、布またはカーペット。

【請求項 8】

前記ポリマーブレンドが該ポリマーブレンド中のポリマーの、約70～約99.9重量%のポリ(トリメチレンテレフタレート)、約5～約0.5重量%のスチレンポリマー、および、任意選択的にポリマーブレンド中のポリマーの29.5重量%以下の他のポリエステルを含むことを特徴とする請求項1～6のいずれか1項に記載の方法、糸、布またはカーペット。

40

【請求項 9】

前記ブレンドが該ポリマーブレンド中のポリマーの約2～約0.5重量%スチレンポリマーを含むことを特徴とする請求項1～8のいずれか1項に記載の方法、糸、布またはカーペット。

【請求項 10】

前記スチレンポリマーがポリスチレン、アルキルまたはアリール置換ポリスチレンおよびスチレン多成分ポリマーよりなる群から選択されることを特徴とする請求項1～9のいずれか1項に記載の方法、糸、布またはカーペット。

【請求項 11】

50

前記スチレンポリマーがポリスチレン、 α -メチルスチレン、 p -メトキシスチレン、ビニルトルエン、ハロスチレンおよびジハロスチレンから製造されるアルキルまたはアリール置換ポリスチレン、スチレン-ブタジエン共重合体およびブレンド、スチレン-アクリロニトリル共重合体およびブレンド、スチレン-アクリロニトリル-ブタジエン三元重合体およびブレンド、スチレン-ブタジエン-スチレン三元重合体およびブレンド、スチレン-イソブレン共重合体、三元重合体およびブレンド、ならびにそれらのブレンドまたは混合物よりなる群から選択されることを特徴とする請求項10に記載の方法、糸、布またはカーペット。

【請求項12】

前記スチレンポリマーがポリスチレン、メチル、エチル、プロピル、メトキシ、エトキシ、プロポキシおよびクロロ置換ポリスチレン、またはスチレン-ブタジエン共重合体、ならびにそのブレンドおよび混合物よりなる群から選択されることを特徴とする請求項11に記載の方法、糸、布またはカーペット。

【請求項13】

前記スチレンポリマーがポリスチレン、 α -メチル-ポリスチレン、ならびにスチレン-ブタジエン共重合体およびそのブレンドよりなる群から選択されることを特徴とする請求項1~9のいずれか1項に記載の方法、糸、布またはカーペット。

【請求項14】

前記スチレンポリマーがポリスチレンであることを特徴とする請求項1~9のいずれか1項に記載の方法、糸、布またはカーペット。

【請求項15】

前記スチレンポリマーの数平均分子量が約75,000~約200,000であることを特徴とする請求項1~14のいずれか1項に記載の方法、糸、布またはカーペット。

【請求項16】

前記マルチフィラメント糸が部分延伸糸であり、かつ、前記紡糸工程が少なくとも約3,000m/mの紡糸速度で紡糸口金を通して前記ポリマーブレンドを押し出すことを含むことを特徴とする請求項1および6~15のいずれか1項に記載の方法。

【請求項17】

前記マルチフィラメント糸が約0.5~約2.5dpfフィラメントを含み、かつ、少なくとも約2,500m/mの紡糸速度で紡糸されることを特徴とする請求項1および6~15のいずれか1項に記載の方法。

【請求項18】

(a) 請求項16または17のいずれかに記載の方法によって部分延伸されたポリ(トリメチレンテレフタレート)マルチフィラメント糸のパッケージを製造する工程と、(b) 該パッケージから該糸を巻きほどく工程と、(c) 該多成分フィラメント糸を延伸して延伸糸を形成する工程と、(d) 該延伸糸を仮撚りテクスチャ-加工してテクスチャ-加工糸を形成する工程と、(e) 該糸をパッケージ上へ巻き取る工程とを含むことを特徴とするポリ(トリメチレンテレフタレート)多成分フィラメントを含むポリ(トリメチレンテレフタレート)マルチフィラメント・テクスチャ-加工糸の製造方法。

【請求項19】

前記マルチフィラメント糸が紡糸延伸糸であり、かつ、前記加工が延伸工程の終わりのローラーで測定される際に、約2,000~約8,000m/mの延伸速度で該フィラメントを延伸する工程を含むことを特徴とする請求項1および6~15のいずれか1項に記載の方法。

【請求項20】

(a) 請求項19に記載の方法によって紡糸延伸されたポリ(トリメチレンテレフタレート)マルチフィラメント糸のパッケージを製造する工程と、(b) 該パッケージから該糸を巻きほどく工程と、(c) 該糸を仮撚りテクスチャ-加工してテクスチャ-加工糸を形成する工程と、(d) 該テクスチャ-加工糸をパッケージ上へ巻き取る工程とを含むことを特徴とするポリ(トリメチレンテレフタレート)多成分フィラメントを含むポリ(ト

10

20

30

40

50

リメチレンテレフタレート)マルチフィラメント・テクスチャー加工糸の製造方法。

【請求項 21】

前記分散されたスチレンポリマーが約200nm未満の平均断面サイズを有し、かつ、該スチレンポリマーが前記フィラメントの全体にわたって高度に分散されていることを特徴とする請求項1～20のいずれか1項に記載の方法、糸、布またはカーペット。

【請求項 22】

ポリ(トリメチレンジカルボキシレート)およびポリマーブレンド中のポリマーの約0.1～約10重量%の別のポリマーを含むブレンドを少なくとも3,000m/mの速度で紡糸し、および加工して、ポリ(トリメチレンジカルボキシレート)マルチフィラメント糸を形成する工程を含む、ポリ(トリメチレンジカルボキシレート)マルチフィラメント糸の製造方法であって、該ポリ(トリメチレンジカルボキシレート)マルチフィラメント糸が、他のポリマーを含まないという点で該ポリ(トリメチレンジカルボキシレート)マルチフィラメント糸と異なるにすぎず、かつ、2,500m/mの速度で紡糸され、そして当該紡糸速度に対応する速度で加工されることを除いては同じやり方で製造されるポリ(トリメチレンジカルボキシレート)マルチフィラメント糸の伸びおよび韌性の20%以内の伸びおよび韌性を有することを特徴とする方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ポリ(トリメチレンジカルボキシレート)繊維の紡糸方法、得られた繊維、およびそれらの使用に関する。

【背景技術】

【0002】

ポリ(トリメチレンテレフタレート)(また「3GT」または「PTT」とも言われる)は、織編物、床材、パッケージングおよび他の最終用途での使用向けのポリマーとして最近多くの注目を集めてきた。織編物および床材繊維は優れた物理的および化学的性質を有する。

【0003】

部分延伸ポリエステル糸または紡糸延伸糸から製造されたテクスチャー加工ポリエステル糸は、衣服および室内装飾品(例えば、家具および自動車)用の編布および織布のような多くの織編物用途で(例えば、全布、たて糸、横糸もしくはよこ糸用の糸として、または、例えば、綿、羊毛、レーヨン、アセテート、他のポリエステル、スパンデックスおよび/またはそれらの組合せなどとのブレンド中の2つもしくはそれ以上の糸の1つとして)使用されている。ポリ(エチレンテレフタレート)テクスチャー加工糸がこの目的のために一般に使用されている。米国特許公報(特許文献1)は、テクスチャー加工ポリ(トリメチレンテレフタレート)糸およびそれらの便益を記載している。得られた糸は、ポリ(エチレンテレフタレート)糸と比較して、増大した伸縮性、豪華な嵩高さおよび改善された手触りを有する。それは、安定な部分延伸ポリ(トリメチレンテレフタレート)糸を2600m/m以下の紡糸速度を使った方法で製造することを記載しており、そしてより高速で紡糸することができた。

【0004】

ポリ(エチレンテレフタレート)条件を用いて安定な部分延伸ポリ(トリメチレンテレフタレート)糸を高速で製造することはうまくいかなかった。紡糸後に、部分延伸糸は典型的にはチューブ、またはパッケージ上へ巻き取られ、次に糸パッケージは、延伸または延伸テクスチャー加工のようなもっと後の加工作業での供給糸としての使用向けに保管されるかまたは販売される。部分延伸糸は、その糸またはパッケージそのものが糸の老化または糸パッケージの倉庫保管もしくは輸送の間に引き起こされる他の損傷のために損傷された場合には、後の延伸または延伸テクスチャー加工工程で使用できない。

【0005】

安定な部分延伸ポリ(エチレンテレフタレート)糸は、約3,500ヤード毎分('y

10

20

30

40

50

pm」)(3,200メートル毎分(「m/m」))の速度で典型的には紡糸される。それらは典型的には非常に速く老化しないので、それらは下流の延伸または延伸テクスチャー加工作業に依然として好適である。これまで、この同じ範囲の紡糸速度を用いて安定な部分延伸ポリ(トリメチレンテレフタレート)糸を製造しようとする試みは失敗してきた。生じた部分延伸ポリ(トリメチレンテレフタレート)糸は、それらが長い間に老化と共に結晶化するにつれて約25%以下収縮することが分かった。極端な場合には、収縮が非常に大きいので、チューブが糸の収縮力によって物理的に損傷される。もっと一般的な場合には、収縮は、部分延伸ポリ(トリメチレンテレフタレート)糸を延伸または延伸テクスチャー加工作業での使用に不適当なものにする。かかる場合、パッケージは非常にきつく巻き付けられるようになるので、糸は、それがパッケージからほどかれる時に容易に破断する。

10

【0006】

部分延伸ポリ(エチレンテレフタレート)糸向けに元々デザインされた装置を用いて部分延伸ポリ(トリメチレンテレフタレート)糸をより低速で紡糸するのは非能率的である。それはまた、紡糸および巻取装置がポリ(トリメチレンテレフタレート)糸を製造するために現在用いられているものよりも高速で作動するようにデザインされているので、問題である。

20

【0007】

紡糸延伸糸はまたテクスチャー加工糸を製造するためにも使用され、また、紡糸延伸糸をより高速で製造したいという要望もある。

【0008】

実行者がより低速で製造されたものと同じかまたはそれに類似の条件を用いて高速で製造された部分延伸および紡糸延伸ポリ(トリメチレンテレフタレート)糸からテクスチャー加工ポリ(トリメチレンテレフタレート)糸を製造できることもまた非常に望ましい。従って、これらの糸は同じまたは類似の伸びおよび韌性を有するべきである。

【0009】

ポリ(トリメチレンテレフタレート)フィラメントおよび糸はまた他の目的のためにも製造してきた。例えば、嵩高加工連続フィラメント(「BCF」)糸、それらの製造、およびそれらの床材での使用が米国特許公報(特許文献2)、米国特許公報(特許文献3)、および米国特許公報(特許文献4)に記載されている。細かいデニール糸が米国特許公報(特許文献5)および米国特許公報(特許文献6)に記載されており、直接使用糸が米国特許公報(特許文献7)に記載されている。(特許文献8)および(特許文献9)に記載されているように、ステープルファイバーはマルチフィラメント糸から製造することができる。他のポリ(トリメチレンテレフタレート)糸およびフィラメントだけでなく、これらの糸をより高速で紡糸することは有利であり得る。それ故、ポリ(トリメチレンテレフタレート)糸および纖維をより高速で紡糸する能力が望まれる。実行者が得られた糸をより低速で製造された糸と同じ条件下で使用できることもまた望まれる。

30

【0010】

紡糸または他の加工工程で便宜を得るための様々な添加剤の使用は、多くの特許で記載してきた。例えば、米国特許公報(特許文献10)は、(a)エチレンテレフタレート、トリメチレンテレフタレートおよびテトラメチレンよりなる群から選択された2つもしくはそれ以上のモノマーの共重合体、および/または(b)エチレンテレフタレート、トリメチレンテレフタレートおよびテトラメチレンテレフタレートの2つもしくはそれ以上のポリマーのブレンドより本質的になるポリエステル・フィラメントから製造された高撚りポリエステル・マルチフィラメント糸を開示している。該特許は、かかる高撚り糸を用いることによって得られた織縮布または編縮布が望ましいペブル構造を有すると述べている。好ましいポリエステルは20重量%~90重量%のエチレンテレフタレート単位と、80重量%~10重量%のトリメチレン単位および/またはテトラメチレン単位とからなる。実施例は、50重量%ポリ(エチレンテレフタレート)、25重量%ポリ(テトラメチレンテレフタレート)および25重量%ポリ(トリメチレンテレフタレート)を含むブ

40

50

レンドを示している。さらに、実施例 6 は、95 ~ 10 重量% ポリ(エチレンテレフタレート)および5 ~ 90 重量% ポリ(トリメチレンテレフタレート)を含むポリマーブレンドを記載している。この特許は、より高い撚りどめ能力を与えるために、3 ~ 15 % の非結晶性ポリマー、好ましくはスチレンポリマーまたはメタクリレートポリマーの使用を記載している。実施例 7 は、ポリ(エチレンテレフタレート)、ポリ(テトラメチレンテレフタレート)、およびそれらのブレンドと一緒にポリスチレンの使用を示している。

【0011】

米国特許公報(特許文献 11)および米国特許公報(特許文献 12)は、フィラメント群(I)および(II)より本質的になるポリエステル・マルチフィラメント糸を記載している。フィラメント群(I)は、群ポリ(エチレンテレフタレート)、ポリ(トリメチレンテレフタレート)およびポリ(テトラメチレンテレフタレート)、および/またはこれらのポリエステルから選択された少なくとも 2 つのメンバーを含むブレンドおよび/または共重合体から選択されたポリエステルよりなる。フィラメント群(II)は、(a)群ポリ(エチレンテレフタレート)、ポリ(トリメチレンテレフタレート)およびポリ(テトラメチレンテレフタレート)、および/またはこれらのポリエステルから選択された少なくとも 2 つのメンバーを含むブレンドおよび/または共重合体から選択されたポリエステルと、(b)スチレン型ポリマー、メタクリレート型ポリマーおよびアクリレート型ポリマーよりなる群から選択された 0.4 ~ 8 重量% の少なくとも 1 つのポリマーとよりなる基材よりなる。フィラメントは異なる紡糸口金から押し出すことができるが、好ましくは同じ紡糸口金から押し出される。フィラメントは、それらを混ぜ合わせるためにブレンドされ、次に交錯させられ、そして次に延伸または延伸テクスチャー加工を受けることが好ましい。実施例は、ポリ(エチレンテレフタレート)およびポリメタクリル酸メチル(実施例 1)、ポリ(エチレンテレフタレート)およびポリスチレン(実施例 3)、ならびにポリ(テトラメチレンテレフタレート)およびポリアクリル酸エチル(実施例 4)からのタイプ(II)のフィラメントの製造を示している。ポリ(トリメチレンテレフタレート)は実施例では使用されなかった。

【0012】

参照により本明細書に援用される(特許文献 13)は、20 以上の重合度を有する 0.5 ~ 10 重量% のスチレン系ポリマーを含有する未延伸ポリエステル糸を記載している。繊維伸びは増加している。言及されたポリエステルは、ポリ(エチレンテレフタレート)、ポリ(テトラメチレンテレフタレート)、ポリシクロヘキサンジメチレンテレフタレートおよびポリエチレン-2,6-ナフタレンジカルボキシレートである。

【0013】

参照により本明細書に援用される(特許文献 14)は、鞘成分としてポリ(トリメチレンテレフタレート)および繊維の全重量を基準にして 0.1 ~ 10 重量% のポリスチレン系ポリマーを含むポリマーブレンドを含む鞘-芯繊維の製造を記載している。この出願によれば、ポリスチレンのような添加された低軟化点ポリマーを用いて分子配向を抑えるための方法はうまくいかなかった。((特許文献 13)および他の特許出願について言及されている。)それは、表層上に存在する低融点ポリマーが仮撚り(また「テクスチャー加工」としても知られる)のような処理に曝された時に溶融融合を時々引き起こすと述べている。述べられた他の問題には、曇り、染料不規則、ブレンド不規則および糸破損が含まれる。この出願によれば、芯はポリスチレンを含有し、鞘は含有しない。実施例 1 は、ポリ(トリメチレンテレフタレート)の鞘および合計で繊維の 4.5 重量% のポリスチレンとポリ(トリメチレンテレフタレート)とのブレンドの芯がある繊維の製造を記載している。

【0014】

ポリ(トリメチレンテレフタレート)糸、特に部分延伸糸、紡糸延伸糸、および嵩高加工連続フィラメント糸の製造において、ならびにステープルファイバーの製造において、フィラメントおよび糸特性の劣化なしに、高速紡糸方法を用いることによって、生産性を高めることが望ましい。より低速で製造されるポリ(トリメチレンテレフタレート)糸向

10

20

30

40

50

けに用いられるものと同じかまたはそれに類似の条件下で、これらの糸がテクスチャ-加工糸、布およびカーペットのような製品の製造において有用であることがさらに望ましい。

【0015】

- 【特許文献1】米国特許第6,287,688号明細書
- 【特許文献2】米国特許第5,645,782号明細書
- 【特許文献3】米国特許第5,662,980号明細書
- 【特許文献4】米国特許第6,242,091号明細書
- 【特許文献5】米国特許出願公開第2001/30377 A1号明細書
- 【特許文献6】米国特許出願公開第2001/53442 A1号明細書
- 【特許文献7】米国特許出願公開第2001/33929 A1号明細書
- 【特許文献8】国際公開第02/22925号パンフレット
- 【特許文献9】国際公開第02/22927号パンフレット
- 【特許文献10】米国特許第4,475,330号明細書
- 【特許文献11】米国特許第4,454,196号明細書
- 【特許文献12】米国特許第4,410,473号明細書
- 【特許文献13】特開昭56-091013号公報
- 【特許文献14】特開平11-189925号公報
- 【特許文献15】米国特許第5,015,789号明細書
- 【特許文献16】米国特許第5,276,201号明細書
- 【特許文献17】米国特許第5,284,979号明細書
- 【特許文献18】米国特許第5,334,778号明細書
- 【特許文献19】米国特許第5,364,984号明細書
- 【特許文献20】米国特許第5,364,987号明細書
- 【特許文献21】米国特許第5,391,263号明細書
- 【特許文献22】米国特許第5,434,239号明細書
- 【特許文献23】米国特許第5,510,454号明細書
- 【特許文献24】米国特許第5,504,122号明細書
- 【特許文献25】米国特許第5,532,333号明細書
- 【特許文献26】米国特許第5,532,404号明細書
- 【特許文献27】米国特許第5,540,868号明細書
- 【特許文献28】米国特許第5,633,018号明細書
- 【特許文献29】米国特許第5,633,362号明細書
- 【特許文献30】米国特許第5,677,415号明細書
- 【特許文献31】米国特許第5,686,276号明細書
- 【特許文献32】米国特許第5,710,315号明細書
- 【特許文献33】米国特許第5,714,262号明細書
- 【特許文献34】米国特許第5,730,913号明細書
- 【特許文献35】米国特許第5,763,104号明細書
- 【特許文献36】米国特許第5,774,074号明細書
- 【特許文献37】米国特許第5,786,443号明細書
- 【特許文献38】米国特許第5,811,496号明細書
- 【特許文献39】米国特許第5,821,092号明細書
- 【特許文献40】米国特許第5,830,982号明細書
- 【特許文献41】米国特許第5,840,957号明細書
- 【特許文献42】米国特許第5,856,423号明細書
- 【特許文献43】米国特許第5,962,745号明細書
- 【特許文献44】米国特許第5,990,265号明細書
- 【特許文献45】米国特許第6,235,948号明細書
- 【特許文献46】米国特許第6,245,844号明細書

10

20

30

40

50

- 【特許文献 47】米国特許第 6,255,442 号明細書
- 【特許文献 48】米国特許第 6,277,289 号明細書
- 【特許文献 49】米国特許第 6,281,325 号明細書
- 【特許文献 50】米国特許第 6,312,805 号明細書
- 【特許文献 51】米国特許第 6,325,945 号明細書
- 【特許文献 52】米国特許第 6,331,264 号明細書
- 【特許文献 53】米国特許第 6,335,421 号明細書
- 【特許文献 54】米国特許第 6,350,895 号明細書
- 【特許文献 55】米国特許第 6,353,062 号明細書
- 【特許文献 56】米国特許出願公開第 2002/0132962 A1 号明細書 10
- 【特許文献 57】欧州特許第 998 440 号明細書
- 【特許文献 58】国際公開第 00/14041 号パンフレット
- 【特許文献 59】国際公開第 98/57913 号パンフレット
- 【特許文献 60】米国特許第 3,671,379 号明細書
- 【特許文献 61】米国特許第 5,798,433 号明細書
- 【特許文献 62】米国特許第 5,340,909 号明細書
- 【特許文献 63】EP 第 699 700 号明細書
- 【特許文献 64】EP 第 847 960 号明細書
- 【特許文献 65】国際公開第 00/26301 号パンフレット
- 【特許文献 66】米国特許第 6,333,106 号明細書 20
- 【特許文献 67】米国特許出願公開第 2001/30378 A1 号明細書
- 【特許文献 68】米国特許第 6,109,015 号明細書
- 【特許文献 69】米国特許第 6,113,825 号明細書
- 【特許文献 70】米国特許出願公開第 2002/147298 A1 号明細書
- 【特許文献 71】国際公開第 99/19557 号パンフレット
- 【特許文献 72】国際公開第 01/68962 号パンフレット
- 【特許文献 73】国際公開第 01/76923 号パンフレット
- 【特許文献 74】欧州特許第 1 167 594 号明細書
- 【特許文献 75】国際公開第 2001/75200 号パンフレット
- 【非特許文献 1】エッチ・エル・トラウブ (H. L. Traub) 著、「ポリ・トリメチレンテレフタートの合成および纖維化学的性質 (Synthese und textilchemische Eigenschaften des Poly-Tri-methylene-terephthalate)」、ツツトガルト大学学位論文 (Dissertation Universität Stuttgart) (1994年) 30
- 【非特許文献 2】エス・シャウホフ (S. Schauhoff) 著、「ポリ(トリメチレンテレフタート) (PTT) の生産における新たな進展 (New Developments in the Production of Poly(trimethylene terephthalate) (PTT))」、人造纖維年報 (Man-Made Fiber Year Book) (1996年9月)
- 【発明の開示】 40
- 【課題を解決するための手段】
- 【0016】
- 本発明は、(a) ポリ(トリメチレンジカルボキシレート) およびポリマーブレンド中のポリマーの約 0.1 ~ 約 10 重量% のスチレンポリマーを含むポリマーブレンドを提供する工程と、(b) ポリマーブレンドを紡糸して分散されたスチレンポリマーを含有するポリ(トリメチレンジカルボキシレート) 多成分フィラメントを形成する工程と、(c) 多成分フィラメントを、フィラメントの全体にわたって分散されたスチレンポリマーを含有するポリ(トリメチレンジカルボキシレート) 多成分フィラメントを含むポリ(トリメチレンジカルボキシレート) マルチフィラメント糸へと加工する工程とを含むポリ(トリメチレンジカルボキシレート) マルチフィラメント糸の製造方法に関する。 50

【0017】

好みしくは、ポリ(トリメチレンジカルボキシレート)は、ポリ(トリメチレンアリーレート)およびそれらの混合物よりなる群から選択され、より好みしくはポリ(トリメチレンテレフタレート)である。

【0018】

好みしくはブレンドは、ポリマーブレンド中のポリマーの、約90～約99.9重量%のポリ(トリメチレンアリーレート)および約10～約0.1重量%のスチレンポリマーを含む。

【0019】

別の好みしい実施形態では、ポリマーブレンドは、ポリマーブレンド中のポリマーの、約70～約99.9重量%のポリ(トリメチレンテレフタレート)、約5～約0.5重量%のスチレンポリマーおよび、任意選択的にポリマーブレンド中のポリマーの29.5重量%以下の他のポリエステルを含む。

【0020】

最も好みしくは、ブレンドは、ポリマーブレンド中のポリマーの約2～約0.5重量%スチレンポリマーを含む。

【0021】

より好みしくはブレンドは、ポリマーブレンド中のポリマーの、約95～約99.5重量%のポリ(トリメチレンテレフタレート)および約2～約0.5重量%のスチレンポリマーを含む。

【0022】

好みしくは多成分フィラメントは、フィラメント中のポリマーの、約98～約99.5重量%ポリ(トリメチレンテレフタレート)および約2～約0.5重量%ポリスチレンよりなるポリ(トリメチレンテレフタレート)二成分フィラメントである。

【0023】

好みしくはスチレンポリマーは、ポリスチレン、アルキルまたはアリール置換ポリスチレンおよびスチレン多成分ポリマーよりなる群から選択される。

【0024】

より好みしくはスチレンポリマーは、ポリスチレン、-メチルスチレン、p-メトキシスチレン、ビニルトルエン、ハロスチレンおよびジハロスチレン(好みしくはクロロスチレンおよびジクロロスチレン)から製造されたアルキルまたはアリール置換ポリスチレン、スチレン-ブタジエン共重合体およびブレンド、スチレン-アクリロニトリル共重合体およびブレンド、スチレン-アクリロニトリル-ブタジエン三元重合体およびブレンド、スチレン-ブタジエン-スチレン三元重合体およびブレンド、スチレン-イソブレン共重合体、三元重合体およびブレンド、ならびにそのブレンドまたは混合物よりなる群から選択される。さらにより好みしくは、スチレンポリマーは、ポリスチレン、メチル、エチル、プロピル、メトキシ、エトキシ、プロポキシおよびクロロ置換ポリスチレン、またはスチレン-ブタジエン共重合体、ならびにそのブレンドおよび混合物よりなる群から選択される。なおいっそうより好みしくは、スチレンポリマーは、ポリスチレン、-メチル-ポリスチレン、ならびにスチレン-ブタジエン共重合体およびそのブレンドよりなる群から選択される。最も好みしくは、スチレンポリマーはポリスチレンである。

【0025】

好みしくはスチレンポリマー数平均分子量は、少なくとも約50,000、より好みしくは少なくとも約75,000、さらにより好みしくは少なくとも約100,000、最も好みしくは少なくとも約120,000である。スチレンポリマー数平均分子量は、好みしくは約300,000以下、より好みしくは約200,000以下である。

【0026】

好みしい実施形態では、ブレンドは、ヘキサメチレンジアミン、ポリアミド、艶消剤、核剤、熱安定剤、粘度向上剤、蛍光増白剤、顔料、および酸化防止剤よりなる群から選択された少なくとも1つをさらに含むが、それはこれらのアイテムのいかなるものもなしで

10

20

30

40

50

調製することができる。

【0027】

好みの一実施形態では、マルチフィラメント糸は部分延伸糸である。好みは、紡糸は、少なくとも約3,000m/mの紡糸速度で紡糸口金を通してポリマーブレンドを押し出す工程を含む。別の好みの実施形態では、マルチフィラメント糸は、約0.5～約2.5d p fフィラメントを含み、少なくとも約2,500m/mの紡糸速度で紡糸される。好みは、これらの方は、フィラメントを交錯させるおよび巻き取る工程を含む。部分延伸糸はテクスチャーフィラメント糸を製造するのに使用することができる。好みの一実施形態は、ポリ(トリメチレンテレフタレート)多成分フィラメントを含むポリ(トリメチレンテレフタレート)マルチフィラメント・テクスチャーフィラメント糸を製造するために、(a)部分延伸ポリ(トリメチレンテレフタレート)マルチフィラメント糸のパッケージを製造する工程と、(b)パッケージから糸を巻きほどく工程と、(c)多成分フィラメント糸を延伸して延伸糸を形成する工程と、(d)延伸糸を仮撚りテクスチャーフィラメント糸を形成する工程と、(e)糸をパッケージ上へ巻き取る工程とを含む。

10

【0028】

別の好みの実施形態では、マルチフィラメント糸は紡糸延伸糸であり、加工は、延伸工程の終わりのローラーで測定される際に、約2,000～約8,000メートル/分(「m/m」)の延伸速度でフィラメントを延伸する工程を含む。好みは紡糸延伸ポリ(トリメチレンテレフタレート)マルチフィラメント糸への多成分フィラメントの加工は、フィラメントを延伸する工程、アニールする工程、交錯させる工程、および巻き取る工程を含む。ポリ(トリメチレンテレフタレート)多成分フィラメントを含むポリ(トリメチレンテレフタレート)マルチフィラメント・テクスチャーフィラメント糸の好みの一製造方法は、(a)紡糸延伸ポリ(トリメチレンテレフタレート)マルチフィラメント糸のパッケージを製造する工程と、(b)パッケージから糸を巻きほどく工程と、(c)糸を仮撚りテクスチャーフィラメント糸を形成する工程と、(d)テクスチャーフィラメント糸をパッケージ上へ巻き取る工程とを含む。

20

【0029】

さらに別の好みの実施形態では、マルチフィラメント糸は嵩高加工連続フィラメント糸である。好みは、この実施形態では加工はフィラメントを延伸する工程、アニールする工程、嵩高加工する工程、絡み合わせる工程(それは嵩高加工と共に一工程で、または後の別個の工程で実施することができる)、任意選択的に弛緩させる工程、および巻き取る工程を含む。

30

【0030】

別の好みの実施形態は、マルチフィラメント糸をステーブルファイバーへと切断する工程をさらに含む方法に関する。

40

【0031】

好みは、分散されたスチレンポリマーは、約1,000nm未満、より好みは約500nm未満、さらにより好みは約200nm未満、最も好みは約100nm未満の平均断面サイズを有する。

【0032】

好みはスチレンポリマーはフィラメントの全体にわたって高度に分散される。

【0033】

好みはスチレンポリマーはフィラメントの全体にわたって実質的に一様に分散される。

【0034】

本発明はまた、多成分フィラメントの全体にわたって分散されたスチレンポリマーを含有するポリ(トリメチレンテレフタレート)多成分フィラメントを含むポリ(トリメチレンテレフタレート)糸、ならびに該糸から製造された布(例えば、不織布、織布または編布)およびカーペットにも関する。

50

【0035】

本発明は、(a)ポリ(トリメチレンジカルボキシレート)およびポリマーブレンド中のポリマーの約0.1～約10重量%のスチレンポリマーを含むポリマーブレンドを提供する工程と、(b)ポリマーブレンドを紡糸して分散されたスチレンポリマーを含有するポリ(トリメチレンジカルボキシレート)モノフィラメントを形成する工程と、(c)フィラメントを、全体にわたって分散されたスチレンポリマーを含有するポリ(トリメチレンジカルボキシレート)を含むポリ(トリメチレンジカルボキシレート)多成分モノフィラメントへと加工する工程とを含むポリ(トリメチレンジカルボキシレート)モノフィラメントの製造方法にさらに関する。

【0036】

本発明は、より低速で製造された糸で用いられるものと類似の条件下に後の加工作業で使用することができるフィラメントの製造を可能にする。従って、本発明は、ポリ(トリメチレンジカルボキシレート)およびポリマーブレンド中のポリマーの約0.1～約10重量%の別のポリマーを含むブレンドを少なくとも3,000m/mの速度で紡糸し、および加工して、ポリ(トリメチレンジカルボキシレート)マルチフィラメント糸を形成する工程を含む、ポリ(トリメチレンジカルボキシレート)マルチフィラメント糸の製造方法であって、ポリ(トリメチレンジカルボキシレート)マルチフィラメント糸が、他のポリマーを含まないという点でポリ(トリメチレンジカルボキシレート)マルチフィラメント糸と異なるにすぎず、かつ、2,500m/mの速度で紡糸され、そして当該紡糸速度に対応する速度で加工されることを除いては同じやり方で製造されるポリ(トリメチレンジカルボキシレート)マルチフィラメント糸の伸びおよび韌性の20%以内の伸びおよび韌性を有する方法に関する。好ましくはポリ(トリメチレンジカルボキシレート)はポリ(トリメチレンアリーレート)から選択され、より好ましくは、それはポリ(トリメチレンテレフタレート)である。好ましくは糸は部分延伸糸であり、好ましくは本明細書に記載されるように紡糸される。本発明はまた、かかる結果をもって製造される本明細書に記載される他のタイプの糸(例えば、紡糸延伸糸および嵩高加工連続フィラメント糸)にも関する。

【0037】

他の優位点は下に記載される。

【0038】

本発明は、実行者が高速紡糸法を用いることによって、ポリ(トリメチレンテレフタレート)糸の紡糸、特に部分延伸糸、紡糸延伸糸、嵩高加工連続フィラメント糸およびステープルファイバーの製造における生産性を高めることができるようになる。驚くべきことに、得られた糸は、より低速で製造されたポリ(トリメチレンテレフタレート)糸に対して用いられるものと同じかまたはそれに類似の条件下で、テクスチャーアップ糸、布およびカーペットのような製品を製造するのに有用である。さらに、スチレンポリマーは多成分フィラメントの全体にわたって一様に分散し、そして、製造し高速で使用することができ、安定であり、良好な物理的性質を有し、一様に染色できることが分かった。他の結果は下に記載される。

【発明を実施するための最良の形態】

【0039】

高い紡糸速度で、ポリ(トリメチレンジカルボキシレート)糸、特に部分延伸糸を製造するための方法が開発された。本発明の利点は、ポリ(トリメチレンジカルボキシレート)およびスチレンポリマーを含むブレンドを用いて得られる。

【0040】

好ましいポリ(トリメチレンジカルボキシレート)はポリ(トリメチレンアリーレート)である。例は、ポリ(トリメチレンテレフタレート)、ポリ(トリメチレンナフタレート)、ポリ(トリメチレンイソフタレート)である。ポリ(トリメチレンテレフタレート)が最も好ましく、便宜上、本文書はポリ(トリメチレンテレフタレート)について言及し、それから当業者は本発明を他のポリ(トリメチレンジカルボキシレート)に応用する

10

20

30

40

50

方法を容易に理解するであろう。

【0041】

そうではないとの表示がない場合、「ポリ(トリメチレンテレフタレート)」(「3G T」または「PTT」という言及は、ホモポリマーと少なくとも70モル%トリメチレンテレフタレート繰り返し単位を含む共重合体と少なくとも70モル%のホモポリマーまたはコポリエステル含むポリマーブレンドとを包含することを意味する。好ましいポリ(トリメチレンテレフタレート)は、少なくとも85モル%、より好ましくは少なくとも90モル%、さらにより好ましくは少なくとも95モル%または少なくとも98モル%、最も好ましくは約100モル%トリメチレンテレフタレート繰り返し単位を含む。

【0042】

共重合体の例には、それぞれが2個のエステル形成基を有する3種もしくはそれ以上の反応体を用いて製造されるコポリエステルが挙げられる。例えば、コポリエステルを製造するのに使用されるコモノマーが4~12個の炭素原子を有する直鎖、環式、および分枝の脂肪族ジカルボン酸(例えば、ブタン二酸、ペンタン二酸、ヘキサン二酸、ドデカン二酸、および1,4-シクロヘキサンジカルボン酸)；テレフタル酸以外の8~12個の炭素原子を有する芳香族ジカルボン酸(例えば、イソフタル酸および2,6-ナフタレンジカルボン酸)；2~8個の炭素原子を有する直鎖、環式、および分枝の脂肪族ジオール(1,3-プロパンジオール以外の、例えば、エタンジオール、1,2-プロパンジオール、1,4-ブタンジオール、3-メチル-1,5-ペンタンジオール、2,2-ジメチル-1,3-プロパンジオール、2-メチル-1,3-プロパンジオール、および1,4-シクロヘキサンジオール)；ならびに4~10個の炭素原子を有する脂肪族および芳香族エーテルグリコール(例えば、ヒドロキノンビス(2-ヒドロキシエチル)エーテル、またはジエチレンエーテルグリコールをはじめとする、約460よりも下の分子量を有するポリ(エチレンエーテル)グリコール)よりなる群から選択されるコポリ(トリメチレンテレフタレート)を使用することができる。コモノマーは典型的にはコポリエステル中に約0.5~約15モル%の範囲のレベルで存在し、30モル%以下の量で存在することができる。

【0043】

ポリ(トリメチレンテレフタレート)は少量の他のコモノマーを含むことができ、かかるコモノマーは通常それらが特性に有意な悪影響を持たないように選択される。かかる他のコモノマーには、例えば、約0.2~5モル%の範囲のレベルでの5-スルホイソフタレート-ナトリウムが含まれる。非常に少量の三官能性コモノマー、例えば、トリメリット酸を粘度調節のために組み入れることができる。

【0044】

ポリ(トリメチレンテレフタレート)は30モル%以下の他のポリマーとブレンドすることができる。例は、上に記載されたもののような他のジオールから製造されるポリエステルである。好ましいポリ(トリメチレンテレフタレート)は少なくとも85モル%、より好ましくは少なくとも90モル%、さらにより好ましくは少なくとも95もしくは少なくとも98モル%、最も好ましくは約100モル%ポリ(トリメチレンテレフタレート)ポリマーを含む。

【0045】

本発明のポリ(トリメチレンテレフタレート)の固有粘度は少なくとも約0.70d1/g、好ましくは少なくとも約0.80d1/g、より好ましくは少なくとも約0.90d1/g、最も好ましくは少なくとも約1.0d1/gである。本発明のポリエステル組成物の固有粘度は好ましくは約2.0d1/g以下、より好ましくは1.5d1/g以下、最も好ましくは約1.2d1/g以下である。

【0046】

ポリ(トリメチレンテレフタレート)についての数平均分子量(M_n)は好ましくは少なくとも約10,000、より好ましくは少なくとも約20,000、そして好ましくは約40,000以下、より好ましくは約25,000以下である。好ましい M_n は、スチ

レンポリマーの特性だけでなく、使用されるポリ(トリメチレンテレフタレート)およびブレンド中に存在する任意の添加剤または改質剤に依存する。

【0047】

ポリ(トリメチレンテレフタレート)およびポリ(トリメチレンテレフタレート)の好みの製造技術は、米国特許公報(特許文献15)、米国特許公報(特許文献16)、米国特許公報(特許文献17)、米国特許公報(特許文献18)、米国特許公報(特許文献19)、米国特許公報(特許文献20)、米国特許公報(特許文献21)、米国特許公報(特許文献22)、米国特許公報(特許文献23)、米国特許公報(特許文献24)、米国特許公報(特許文献25)、米国特許公報(特許文献26)、米国特許公報(特許文献27)、米国特許公報(特許文献28)、米国特許公報(特許文献29)、米国特許公報(特許文献30)、米国特許公報(特許文献31)、米国特許公報(特許文献32)、米国特許公報(特許文献33)、米国特許公報(特許文献34)、米国特許公報(特許文献35)、米国特許公報(特許文献36)、米国特許公報(特許文献37)、米国特許公報(特許文献38)、米国特許公報(特許文献39)、米国特許公報(特許文献40)、米国特許公報(特許文献41)、米国特許公報(特許文献42)、米国特許公報(特許文献43)、米国特許公報(特許文献44)、米国特許公報(特許文献45)、米国特許公報(特許文献46)、米国特許公報(特許文献47)、米国特許公報(特許文献48)、米国特許公報(特許文献49)、米国特許公報(特許文献50)、米国特許公報(特許文献51)、米国特許公報(特許文献52)、米国特許公報(特許文献53)、米国特許公報(特許文献54)、米国特許公報(特許文献55)および米国特許公報(特許文献56)、(特許文献57)、(特許文献58)、および(特許文献59)、(非特許文献1)、ならびに(非特許文献2)に記載されている。本発明のポリエステルとして有用なポリ(トリメチレンテレフタレート)は、商標ソロナ(Sorona)で、デラウェア州ウィルミントン(Wilmington, Delaware)の本願特許出願人から商業的に入手可能である。

【0048】

「スチレンポリマー」とは、ポリスチレンおよびその誘導体を意味する。好みのスチレンポリマーは、ポリスチレン、アルキルまたはアリール置換ポリスチレンおよびスチレン多成分ポリマーによる群から選択される。ここで、「多成分」には、共重合体、三元重合体、四元重合体などおよびブレンドが含まれる。

【0049】

より好みのスチレンポリマーは、ポリスチレン、-メチルスチレン、p-メトキシスチレン、ビニルトルエン、ハロスチレンおよびジハロスチレン(好みのクロロスチレンおよびジクロロスチレン)から製造されるアルキルまたはアリール置換ポリスチレン、スチレン-ブタジエン共重合体およびブレンド、スチレン-アクリロニトリル共重合体およびブレンド、スチレン-アクリロニトリル-ブタジエン三元重合体およびブレンド、スチレン-ブタジエン-スチレン三元重合体およびブレンド、スチレン-イソブレン共重合体、三元重合体およびブレンド、ならびにそのブレンドまたは混合物よりなる群から選択される。さらにより好みのスチレンポリマーは、ポリスチレン、メチル、エチル、プロピル、メトキシ、エトキシ、プロボキシおよびクロロ置換ポリスチレン、またはスチレン-ブタジエン共重合体、ならびにそのブレンドおよび混合物よりなる群から選択される。なおいっそうより好みのスチレンポリマーは、ポリスチレン、-メチル-ポリスチレン、ならびにスチレン-ブタジエン共重合体およびそのブレンドよりなる群から選択される。最も好みのスチレンポリマーはポリスチレンである。

【0050】

スチレンポリマーの数平均分子量は、少なくとも約5,000、好みの数平均分子量は50,000、より好みの数平均分子量は少なくとも約75,000、さらにより好みの数平均分子量は少なくとも約100,000、最も好みの数平均分子量は少なくとも約120,000である。スチレンポリマーの数平均分子量は、好みの数平均分子量は約300,000以下、より好みの数平均分子量は約200,000以下、最も好みの数平均分子量は約150,000以下である。

10

20

30

40

50

【0051】

有用なポリスチレンは、アイソタクチック、アタクチック、またはシンジオタクチックであり得るが、アタクチック高分子量ポリスチレンが好ましい。本発明で有用なスチレンポリマーは、ダウ・ケミカル社 (Dow Chemical Co.) (ミシガン州、ミッドランド (Midland, MI))、バスフ (BASF) (ニュージャージー州マウント・オリーブ (Mount Olive, NJ)) およびシグマ・アルドリッヂ (Sigma-Aldrich) (ミズーリ州セントルイス (Saint Louis, MO)) をはじめとする多数の供給業者から商業的に入手可能である。

【0052】

好ましくはポリ (トリメチレンテレフタレート) およびスチレンポリマーは溶融ブレンドされ、次に押し出され、ペレットへと切断される。(「ペレット」はこの点では総称的に用いられ、形状にかかわらず用いられ、その結果、それは時々「チップ」、「フレーク」などと呼ばれる製品を含むために用いられる。) 次にペレットは再溶融され、フィラメントへと押し出される。用語「混合物」は、再溶融前のペレットを言うのに用いられ、用語「ブレンド」は、一度それらが再溶融されたものを言うのに用いられる。フィラメントの様々な製造方法が混合物またはブレンドに添加されているアイテムを必要とし得ることは容易に理解されるであろうが、本明細書に記載されるポリ (トリメチレンテレフタレート)、スチレンポリマーおよび他のアイテムの相対的重量についての議論を考えるに当たっては、同じ百分率が混合物およびブレンドの両方に適用され、それ故、幾つかの設備では重量百分率は変わり得るが、ポリ (トリメチレンテレフタレート) : スチレンポリマーの比は同じままであるべきである。便宜上、具体的な言及が再溶融前の混合物についてである場合を除いて、言及は本明細書ではブレンド中のポリマーの量についてであろう。

【0053】

ポリマーブレンドはポリ (トリメチレンテレフタレート) およびスチレンポリマーを含む。幾つかの場合にはこれらがブレンド中でただ 2 つのアイテムであり、それらは合計 100 重量 % となるであろう。しかしながら、多くの場合にはブレンドは、他のポリマー、添加剤などのような他の成分を有し、従って、ポリ (トリメチレンテレフタレート) およびポリスチレンの合計は 100 重量 % ではないであろう。

【0054】

ポリマーブレンドは、(ポリマーブレンド中のポリマーの) 好ましくは少なくとも約 70 重量 %、より好ましくは少なくとも約 80 重量 %、さらにより好ましくは少なくとも 85 重量 %、より好ましくは少なくとも約 90 重量 %、最も好ましくは少なくとも約 95 重量 %、および幾つかの場合さらにより好ましくは少なくとも 98 重量 % のポリ (トリメチレンテレフタレート) を含む。ブレンドは好ましくは約 99.9 % 以下のポリ (トリメチレンテレフタレート) を含む。

【0055】

ポリマーブレンドは、ポリマーブレンド中のポリマーの、好ましくは少なくとも約 0.1 重量 %、より好ましくは少なくとも約 0.5 重量 % のスチレンポリマーを含む。ブレンドは、ポリマーブレンド中のポリマーの、好ましくは約 10 重量 % 以下、より好ましくは約 5 重量 % 以下、さらにより好ましくは約 2 % 以下、最も好ましくは約 1.5 重量 % 以下のスチレンポリマーを含む。多くの場合、ポリマーブレンド中のポリマーの約 0.8 重量 % ~ 約 1 重量 % スチレンポリマーが好ましい。2 つもしくはそれ以上のスチレンポリマーを使用することができるので、スチレンポリマーという言及は少なくとも 1 つのスチレンポリマーを意味し、言及される量はポリマーブレンド中に使用されたスチレンポリマーの総量についての表示である。

【0056】

ポリ (トリメチレンテレフタレート) は酸染色できるポリエステル組成物であり得る。ポリ (トリメチレンテレフタレート) は、酸染色できるおよび酸染色されたポリエステル組成物の酸染色性を助長するのに有効な量で第二級アミンまたは第二級アミン塩を含むことができる。好ましくは、第二級アミン単位は少なくとも約 0.5 モル %、より好ましく

は少なくとも 1 モル % の量でポリマー組成物中に存在する。第二級アミン単位は、組成物の重量を基準にして、好ましくは約 15 モル % 以下、より好ましくは約 10 モル % 以下、最も好ましくは 5 モル % 以下の量でポリマー組成物中に存在する。酸染色できるポリ(トリメチレンテレフタレート)組成物は、ポリ(トリメチレンテレフタレート)と第三級アミンをベースとする高分子添加物とを含むことができる。高分子添加物は、(i) トリアミン含有第二級アミンまたは第二級アミン塩単位と、(ii) 1 種もしくは複数種の他のモノマーおよび / またはポリマー単位とから製造される。好ましい一高分子添加物は、ポリ-イミノ-ビスアルキレン-テレフタルアミド、-イソフタルアミドおよび -1,6-ナフタルアミド、ならびにそれらの塩よりなる群から選択されたポリアミドを含む。本発明で有用なポリ(トリメチレンテレフタレート)はまた陽イオン的にも染色できるか、または米国特許公報(特許文献 50)に記載されているもののような染色された組成物、および染色された組成物もしくは染料含有組成物でもあり得る。

10

【0057】

他の高分子添加物を、強度を改善するために、後の押出加工を促進するまたは他の便益を提供するために、ポリ(トリメチレンテレフタレート)、スチレンポリマー、ポリマーブレンドなどに添加することができる。例えば、ヘキサメチレンジアミンを、強度および加工性を増やすために約 0.5 ~ 約 5 モル % という少量で本発明の酸染色できるポリエステル組成物に添加することができる。ナイロン 6 またはナイロン 6-6 のようなポリアミドを、強度および加工性を増やすために約 0.5 ~ 約 5 モル % という少量で本発明の酸染色できるポリエステル組成物に添加することができる。核剤、テレフタル酸モノナトリウム塩、ナフタレンジカルボン酸モノナトリウム塩およびイソフタル酸モノナトリウム塩よりなる群から選択された好ましくは 0.005 ~ 2 重量 % のジカルボン酸のモノナトリウム塩を、米国特許公報(特許文献 46)に記載されているように核剤として添加することができる。

20

【0058】

ポリ(トリメチレンテレフタレート)、スチレンポリマー、混合物またはブレンドなどは、必要に応じて、添加剤、例えば、艶消剤、核剤、熱安定剤、粘度向上剤、蛍光増白剤、顔料、および酸化防止剤を含むことができる。TiO₂ または他の顔料を、ポリ(トリメチレンテレフタレート)、ブレンドに、または纖維製造で添加することができる。(例えば、米国特許公報(特許文献 60)、米国特許公報(特許文献 61)および米国特許公報(特許文献 62)、(特許文献 63)および(特許文献 64)、ならびに(特許文献 65)を参照されたい。)

30

【0059】

ポリマーブレンドは、物理的ブレンドおよび溶融ブレンドをはじめとする任意の公知の技術によって提供することができる。好ましくはポリ(トリメチレンテレフタレート)およびスチレンポリマーは溶融ブレンドされ、配合される。より具体的には、ポリ(トリメチレンテレフタレート)およびスチレンポリマーは混合され、ブレンドを形成するのに十分な温度で加熱され、そして冷却時に、ブレンドはペレットのような造形品へと成形される。ポリ(トリメチレンテレフタレート)およびポリスチレンは、多くの異なる方法でブレンドを形成することができる。例えば、それらは、(a) 加熱し、同時に混合する、(b) 加熱前に別個の装置中でプレミックスする、または(c) 加熱し、次に混合することができる。例として、ポリマーブレンドはトランスファー・ライン射出によって製造することができる。混合、加熱および成形は、押出機、バンバリー(Banbury)ミキサーなどのような当該目的のためにデザインされた従来装置によって実施することができる。温度は各成分の融点よりも上であるが、最低分解温度よりも下であるべきであり、従つて、ポリ(トリメチレンテレフタレート)およびポリスチレンの任意の特定組成物に対して調節されなければならない。本発明の特定のポリスチレン組成物に依存して、温度は典型的には約 200 ~ 約 270 の範囲にあり、最も好ましくは少なくとも約 250 、そして好ましくは約 260 以下である。

40

【0060】

50

「多成分フィラメント」とは、その1つが連続相を形成し、他方が纖維の全体にわたって分散された1つもしくは複数の不連続相にある少なくとも2種のポリマーから形成されたフィラメントであって、該少なくとも2種のポリマーがブレンドとして同じ押出機から押し出されたフィラメントを意味する。スチレンポリマーは不連続相を形成し、フィラメントの全体にわたって高度に分散されている。スチレンポリマーは、纖維の全体にわたって実質的に一様に分散されていると見ることができる。「二成分」は、二つとないポリマー相がポリ(トリメチレンテレフタレート)およびスチレンポリマーであるケースを言うのに用いられる。厳密に言えば、2つの異なるタイプのポリマーまたは各領域において異なる特性を有する2つの同じポリマーから製造される鞘芯纖維または並列纖維のような、複合纖維および多成分纖維はこの定義から除外される。この定義は、纖維中に分散されている他のポリマー、ならびに存在する添加剤および成分を除外しない。10

【0061】

スチレンポリマーは、ポリ(トリメチレンテレフタレート)ポリマー・マトリックスの全体にわたって高度に分散される。好ましくは、分散されたスチレンポリマーは、約1,000 nm未満、より好ましくは約500 nm未満、さらにより好ましくは約200 nm未満、最も好ましくは約100 nm未満の平均断面サイズを有し、断面は約1 nmほどに小さいものであり得る。「断面サイズ」とは、図1に示されるもののような、フィラメントの放射画像から測定された時のサイズを言う。

【0062】

ポリ(トリメチレンテレフタレート)の部分延伸糸は、それらのすべてが参照により本明細書に援用される米国特許公報(特許文献1)および米国特許公報(特許文献66)、ならびに米国特許公報(特許文献67)に記載されている。ポリ(トリメチレンテレフタレート)フィラメントを紡糸する工程、交錯させる工程および巻き取る工程をはじめとする部分延伸糸の製造の基本工程は、それらの明細書に記載されている。本発明は、それらの工程または部分延伸ポリエスチル糸の製造に従来用いられた他の工程を用いて行うことができるが、より高速で本方法を実施するという利点を提供する。20

【0063】

好ましくは、紡糸前にブレンドはポリ(トリメチレンテレフタレート)およびスチレンポリマーのそれぞれの融点よりも上の温度に加熱され、紡糸口金を通して、および約235～約295、好ましくは少なくとも約250、そして好ましくは約290以下、最も好ましくは約270以下の温度でブレンドを押し出す。より高温が低滞留時間では有用である。30

【0064】

部分延伸糸はマルチフィラメント糸である。該糸(また「束」としても知られる)は好ましくは少なくとも約10、さらにより好ましくは少なくとも約25フィラメントを含み、そして典型的には約150もしくはそれ以上以下、好ましくは約100以下、より好ましくは約80以下のフィラメントを含むことができる。34、48、68または72フィラメントを含む糸が普通である。糸は典型的には少なくとも約5、好ましくは少なくとも約20、好ましくは少なくとも約50、そして約1,500もしくはそれ以上以下、好ましくは約250以下の総合デニールを有する。40

【0065】

フィラメントは好ましくは少なくとも約0.5 d p f、より好ましくは少なくとも約1 d p f、そして約10 d p fもしくはそれ以上以下、より好ましくは約7 d p f以下である。典型的なフィラメントは約3～7 d p fであり、細かいフィラメントは約0.5～約2.5 d p fである。

【0066】

紡糸速度は約1,800～約8,000メートル/分(「m/m」)もしくはそれ以上に及ぶことができ、好ましくは少なくとも約2,000 m/m、より好ましくは少なくとも約2,500 m/m、最も好ましくは少なくとも約3,000 m/mである。本発明の一利点は、ポリ(トリメチレンテレフタレート)の部分延伸糸をポリ(エチレンテレフタ

レート)の部分延伸糸を紡糸するのに以前に用いられた装置で紡糸できることであり、その結果、紡糸速度は好ましくは約4,000m/m以下、より好ましくは約3,500m/m以下である。ポリ(トリメチレンテレフタレート)の部分延伸糸を紡糸するためにしばしば用いられる約3,200m/mという紡糸速度が好ましい。

【0067】

本発明は、主として典型的な3~7d_pf_fフィラメントに関して議論される。細かいフィラメントに対する紡糸速度はより低い。例えば、細かいフィラメントのポリ(トリメチレンテレフタレート)マルチフィラメント糸は現在2,000m/m未満で紡糸されているが、本発明ではそれらは約2,500m/mもしくはそれ以上のような、より高速で紡糸することができる。

10

【0068】

部分延伸糸は通常パッケージ上に巻き取られ、布を製造するのに使用するかまたはテクスチャーアップ糸のような他のタイプの糸へとさらに加工することができる。それらはまた、布の製造またはさらなる加工の前に缶中に保管することもでき、またはパッケージもしくは他の保管を形成することなしに直接使用することもできる。

【0069】

紡糸延伸糸(また「十分に延伸された糸」としても知られる)もまた本発明を用いて有利に製造することもできる。ポリ(トリメチレンテレフタレート)フィラメントを紡糸する工程、延伸する工程、任意選択的におよび好ましくはアニールする工程、任意選択的に交錯させる工程、および巻き取る工程をはじめとする紡糸延伸糸の好ましい製造工程は、ポリ(エチレンテレフタレート)糸を製造するために用いられるものに似ている。

20

【0070】

本発明の一利点は、本発明のポリマーが使用されない場合よりも高速で本方法を実施できることである。

【0071】

本発明の別の利点は、紡糸延伸糸を、ポリ(トリメチレンテレフタレート)それだけよりも高い延伸比を用いて製造できることである。これは、標準よりも低い紡糸速度を用い、次に以前に用いられた速度で延伸することによって行うことができる。本方法を実施する場合、以前に遭遇したよりも破断が少ない。

30

【0072】

好ましくは、紡糸前にブレンドはポリ(トリメチレンテレフタレート)およびスチレンポリマーのそれぞれの融点よりも上の温度に加熱され、紡糸口金を通して、および約235~約295、好ましくは少なくとも約250および約290以下、最も好ましくは約270以下の温度でブレンドを押し出す。より高温は短い滞留時間で有用である。

【0073】

これらの糸もまたマルチフィラメント糸である。糸(また「束」としても知られる)は好ましくは少なくとも約10、さらにより好ましくは少なくとも約25フィラメントを含み、典型的には約150もしくはそれ以上以下、好ましくは約100以下、より好ましくは約80フィラメント以下を含むことができる。34、48、68または72フィラメントを含む糸が普通である。糸は典型的には少なくとも約5、好ましくは少なくとも約20、好ましくは少なくとも約50、そして約1,500もしくはそれ以上以下、好ましくは約250以下の総合デニールを有する。

40

【0074】

フィラメントは好ましくは少なくとも約0.1d_pf_f、より好ましくは少なくとも約0.5d_pf_f、より好ましくは少なくとも約0.8d_pf_f、そして約1.0d_pf_fもしくはそれ以上以下、より好ましくは約5d_pf_f以下、最も好ましくは約3d_pf_f以下である。

【0075】

延伸比は少なくとも1.01、好ましくは少なくとも約1.2、より好ましくは少なくとも約1.3である。延伸比は好ましくは約5以下、より好ましくは約3以下、最も好ましくは約2.5以下である。

50

【0076】

延伸速度（延伸工程の終わりのローラーで測定される際に）は約2,000m/mもしくはそれ以上に及ぶことができ、好みしくは少なくとも約3,000m/m、より好みしくは少なくとも約3,200m/m、そして好みしくは約8,000m/m以下、より好みしくは約7,000m/m以下である。

【0077】

紡糸延伸糸は通常パッケージ上に巻き取られ、布を製造するのに使用するかまたはテクスチャー加工糸のような他のタイプの糸へとさらに加工することができる。

【0078】

テクスチャー加工糸は、部分延伸糸または紡糸延伸糸から製造することができる。主な相違は、部分延伸糸は延伸を通常必要とするが、紡糸延伸糸は既に延伸されていることがある。

【0079】

米国特許公報（特許文献1）および米国特許公報（特許文献66）ならびに米国特許公報（特許文献67）は、部分延伸糸からテクスチャー加工糸を製造する基本工程を記載している。本発明は、それらの工程または部分延伸ポリエステル糸の製造に通常用いられる他の工程を用いて行うことができる。基本工程には、パッケージから糸を巻きほどく工程、延伸する工程、撚る工程、ヒートセットする工程、撚りをもどす工程、およびパッケージ上へ巻き取る工程が含まれる。テクスチャー加工は、仮撚りテクスチャー加工として一般に知られている方法によって撚る、ヒートセットする、および撚りをもどすことによって捲縮を与える。仮撚りテクスチャー加工は、過度の糸およびフィラメント破損を避けるために注意深く制御される。

【0080】

米国特許公報（特許文献1）および米国特許公報（特許文献66）ならびに米国特許公報（特許文献67）に記載されている摩擦仮撚りに好みしい方法は、部分延伸糸を140～220の温度に加熱する工程と、撚り挿入装置とヒーターの入口との間の領域で糸が約46°～52°の撚り角度を有するように撚り挿入装置を用いて糸を撚る工程と、巻取機に糸を巻き取る工程とを含む。

【0081】

紡糸延伸糸から製造される場合、本方法は、延伸が非常に低レベルまで減らされる（例えば、延伸比は1.01ほどに低いことができる）ことを除いて同じものである。

【0082】

これらのマルチフィラメント糸（また「束」としても知られる）は、部分延伸糸およびそれらがそれから製造される紡糸延伸糸と同じ数のフィラメントを含む。従って、それらは好みしくは少なくとも約10、さらにより好みしくは少なくとも約25フィラメントを含み、典型的には約150もしくはそれ以上以下、好みしくは約100以下、より好みしくは約80以下のフィラメントを含むことができる。糸は典型的には少なくとも約1、より好みしくは少なくとも20、好みしくは少なくとも約50、そして約1,500もしくはそれ以上以下、好みしくは約250以下の総合デニールを有する。

【0083】

フィラメントは好みしくは少なくとも約0.1d.p.f、より好みしくは少なくとも約0.5d.p.f、より好みしくは少なくとも約0.8d.p.f、そして約10もしくはそれ以上以下、より好みしくは約5d.p.f以下、最も好みしくは約3d.p.f以下である。

【0084】

部分延伸糸から製造される場合、延伸比は少なくとも1.01、好みしくは少なくとも約1.2、より好みしくは少なくとも約1.3である。延伸比は好みしくは約5以下、より好みしくは約3以下、最も好みしくは約2.5以下である。延伸速度は（延伸工程の終わりのローラーで測定される際に）約50～約1,200m/mもしくはそれ以上に及ぶことができ、好みしくは少なくとも約300m/m、および好みしくは約1,000m/m以下である。

10

20

20

30

40

50

【0085】

紡糸延伸糸から製造される場合、速度は（纖維が接触する第1ゴデットで測定される際に）約50～約1,200m/mもしくはそれ以上に及ぶことができ、好ましくは少なくとも約300m/m、そして好ましくは約800m/m以下である。

【0086】

本発明の主要な利点は、テクスチャー加工糸が、より遅い条件で製造される部分延伸または紡糸延伸ポリ（トリメチレンテレフタレート）糸に対して用いられるものと同じかまたはそれに類似の運転条件下で製造できることである。

【0087】

ポリ（トリメチレンテレフタレート）嵩高加工連続フィラメント（「BCF」）糸およびそれらの製造は、米国特許公報（特許文献2）、米国特許公報（特許文献68）、および米国特許公報（特許文献69）、および米国特許公報（特許文献70）、ならびに（特許文献71）に記載されている。BCF糸は、織編物だけでなく、すべてのタイプのカーペットを製造するのに使用される。本発明の組成物は、それらの製造の紡糸速度を改善するために使用することができる。

【0088】

嵩高加工連続フィラメントの製造に含まれる好ましい工程には、紡糸する工程（例えば、フィラメントを押し出す、冷却するおよび（紡糸仕上剤を）コーティングする工程）と、約80～約200で、および約3～約5、好ましくは少なくとも約3.4、そして好ましくは約4.5以下の延伸比で（好ましくは加熱ロール、加熱ピンまたは熱媒補助（例えば、スチームまたは空気）で）一段または多段延伸する工程と、約120～約200の温度でアニールする工程と、嵩高加工する工程と、（嵩高加工と共に1工程でまたは次の別個の工程で実施することができる）絡み合わせる工程と、任意選択的に弛緩させる工程と、次の使用のためにパッケージ上にフィラメントを巻き取る工程とが含まれる。

【0089】

嵩高加工連続フィラメント糸は、周知技術を用いてカーペットにすることができる。典型的には、多数の糸が一緒にケーブル撚りされ、オートクレーブ、スエッセンまたはスーパーバ（Suessen or Superba）（登録商標）のような装置中でヒートセットされ、次に一次基布中へ房付けされる。ラテックス接着剤および二次基布が次に付けられる

20

30

40

【0090】

本発明の主要な利点は、より遅い条件で製造されたポリ（トリメチレンテレフタレート）嵩高加工連続フィラメント糸に対して用いられるものと同じかまたはそれに類似の運転条件下でカーペットを製造できることである。

【0091】

本発明の別の利点は、より高い紡糸速度の使用のために延伸比を低くする必要がないことである。すなわち、ポリ（トリメチレンテレフタレート）配向は、紡糸速度が増やされた時に通常増加する。より高い配向では、延伸比は通常減らされる必要がない。本発明では、スチレンポリマーを使用する結果としてポリ（トリメチレンテレフタレート）配向が低くされ、その結果実行者はより低い延伸比を用いることを要求されない。

【0092】

ステープルファイバーおよび製品は、（特許文献72）、（特許文献73）、（特許文献8）、および（特許文献9）に記載されている方法を用いて製造することができる。ポリ（トリメチレンジカルボキシレート）ステープルファイバーは、ポリ（トリメチレンジカルボキシレート）-スチレンポリマープレンドを約245～約285の温度でフィラメントへと溶融紡糸し、フィラメントを急冷し、急冷フィラメントを延伸し、延伸フィラメントを捲縮し、そして該フィラメントを、好ましくは約0.2～約6インチ（約0.5～約15cm）の長さを有するステープルファイバーへと切断することによって製造することができる。

【0093】

50

好ましい一方法は(a)ポリ(トリメチレンジカルボキシレート)および約10～約0.1%スチレンポリマーを含むポリマーブレンドを提供する工程と、(b)溶融ブレンドを約245～約285の温度でフィラメントへと溶融紡糸する工程と、(c)フィラメントを急冷する工程と、(d)急冷フィラメントを延伸する工程と、(e)延伸フィラメントを、機械的捲縮機を用いて約8～約30捲縮毎インチ(約3～約12捲縮/cm)の捲縮レベルで捲縮する工程と、(f)約50～約120の温度で捲縮フィラメントを弛緩させる工程と、(g)弛緩フィラメントを、好ましくは約0.2～約6インチ(約0.5～約15cm)の長さを有するステープルファイバーへと切断する工程とを含む。本方法の好ましい一実施形態では、延伸フィラメントは捲縮前に約85～約115でアニールされる。好ましくは、アニーリングは加熱ローラーを用いて張力下に実施される。別の好ましい実施形態では、延伸フィラメントは捲縮前にアニールされない。

10

【0094】

ステープルファイバーは、織編用糸および織編物または不織布を製造するのに有用であり、纖維充填材用途およびカーペット製造にも使用することができる。

【0095】

本発明はまた、モノフィラメントを製造するのに用いることもできる。好ましくはモノフィラメントは10～200dpfである。モノフィラメント、モノフィラメント糸およびそれらの使用は、米国特許公報(特許文献62)、(特許文献74)および(特許文献75)に記載されている。本発明は主としてマルチフィラメント糸に関して記載されているが、本明細書に記載された優位点はモノフィラメントに提供できることが理解されるべきである。

20

【0096】

フィラメントは円形であることができ、または八葉形、三角形、サンバースト(またソルとしも知られる)、スカラップ卵形、三葉形、テトラ-チャネル(また四チャネルとしても知られる)、スカラップ・リボン、リボン、星形などのような他の形状を有することができる。それらは中実、中空またはマルチ中空であることができる。

【0097】

1紡糸口金を用いて2つ以上のタイプの糸を製造することは可能であるが、本発明は1紡糸口金を用いて1タイプのフィラメントを紡糸することによって好ましくは行われる。

30

【実施例】

【0098】

次の実施例は、本発明を例示する目的のために提示され、限定することを意図するものではない。すべての部、百分率などは、特に明記しない限り重量による。

【0099】

(固有粘度)

固有粘度(IV)は、米国材料試験協会(ASTM)D5225-92に準拠した自動化方法に従って19で0.4グラム/dL濃度で50/50重量%トリフルオロ酢酸/塩化メチレンに溶解したポリ(トリメチレンテレフタレート)についてヴィスコテック強制流動粘度計(Viscotek Forced Flow Viscometer)Y900(テキサス州ヒューストンのヴィスコテック・コーポレーション(Viscotek Corporation, Houston, TX))で測定した粘度を用いて測定した。これらの測定したIV値を、ASTM D4603-96に従って60/40重量%フェノール/1,1,2,2-テトラクロロエタン中で手動で測定したIV値と相關させた。

40

【0100】

(数平均分子量)

ポリスチレンの数平均分子量は、ASTM D5296-97に従って計算した。校正標準が M_w 約44,000のポリ(エチレンテレフタレート)とヘキサフルオロイソプロパノール溶媒とであったことを除いて同じ方法をポリ(トリメチレンテレフタレート)について用いた。

50

【0101】

(韌性および破断伸び)

次の実施例で報告するポリ(トリメチレンテレフタレート)糸の物理的性質は、インストロン社(In stron Corp.)引張試験機、モデルNo. 1122を用いて測定した。より具体的には、破断伸び E_b 、および韌性は ASTM D-2256 に従って測定した。

【0102】

(リーソナかせ収縮 (Lessona Skein Shrinkage) 試験)

周知のリーソナかせ収縮試験を、テクスチャーパーティクル糸の嵩高さを測定するために用いた。先ず、必要とされるラップの数を、次式を用いて求めた。

$$\text{ラップの数} = 12,500 \text{ デニール} / (\text{糸デニール} \times 2)$$

次に、上方の式から求めたラップの数を用いてかせをリール上に巻き付け、リールの円周を最終計算での使用のために測定した。次に、20グラム重りをかせからつるし、かせをリールから取り外した(かせを弛緩させなかった)。かせを20グラム張力下に依然としてつるしたまま、それを180°で10分間水の容器中に完全に浸漬した。かせを水の容器から取り出し(重りを取り除くことなく)、2分後に20グラム重りを付けたままかせの長さを測定した。かせ収縮を、式:

$$\text{パーセントかせ収縮} = (LO - LF) \times 100 / LO$$

(ここで、LO = かせの元の長さ(リールの1/2円周)、およびLF = ホットトリートメント後の重りが付いた状態の最終長さである)を用いて計算した。

【0103】

(ポリマーブレンド)

1.02のIVを有するソロナ(Sorona)(登録商標)セミ-ダル(TiO₂=0.3%)ポリ(トリメチレンテレフタレート)(CPポリマー)ペレット(デラウェア州ウィルミントンの本願特許出願人から入手可能な)(ポリ(トリメチレンテレフタレート)および次の表に示すスチレンポリマーからポリマーブレンドを調製した。

【0104】

【表1】

表1. ポリスチレン試料

試料	供給業者	ポリスチレン 銘柄	メルトイントックス (g/10分)	軟化点 (°C) ²	数平均 分子量 ³
A	ハスフ、ニュージャージー州マウント・オリーブ	168 MK G2	1.5 ¹	109	124,000
B	シグマーアルトリッヂ、ミズーリ州セントルイス	44,114-7	3.4 ¹	99	95,000
C	シグマーアリトリッヂ	43,010-2	7.5 ¹	107	83,000
D	シグマーアリトリッヂ	43,011-0	14 ¹	101	86,000
E	ハスフ	145 DK G2	14 ¹	96	84,000
F	エイ・アンド・エム・スチレン社 (A & M Styrene Co), 日本	475D	2.0 ⁴	102	84,000

1. ASTM 1238, 200°C/5kg

2. ASTM-D1525

3. 上に記載したように測定した

4. 國際標準化機構(ISO)-R1133

30

40

【0105】

試料A~Eは1.04g/mLの密度を有し、試料Fの密度は1.05g/mLであった。

【0106】

ポリスチレン試料のすべては、8~10重量%の量でゴム成分としてポリブタジエンを含む耐衝撃性ポリスチレンである試料Fを除いては、ポリスチレンホモポリマーであった。

【0107】

次の手順を用いた。

50

(手順 A)

ポリ(トリメチレンテレフタレート)ペレットを、30ミリメートル(mm)のバレル直径のおよびM J M - 4スクリュー付きの通常のスクリュー再溶融配合機(ニュージャージー州ラムゼイのヴェルナー・アンド・フライデラー社(W e r n e r & P f l e i d e r e r C o r p . , R a m s e y , N J))を用いてポリスチレンと配合した。押出ダイは、ダイ入口にスクリーン・フィルター付きで直径が3/16インチ(4 . 7 6 mm)であった。

【 0 1 0 8 】

ポリ(トリメチレンテレフタレート)ペレットを、15 mm 中空オーガーおよび25 mm チューブ付きのケイ-トロン(K - t r o n) 5 2 0 0 供給機(ニュージャージー州ピットマンのケイ-トロン・インターナショナル社(K - T r o n I n t e r n a t i o n a l , I n c . , P i t t m a n , N J))を用いてスクリュー・スロート中へ供給した。名目上のベースポリマー供給速度は用いた重量%に依存した。

【 0 1 0 9 】

ポリスチレン(P S)ペレット(表1を参照されたい)もまた、二軸P 1スクリュー付きのケイ-トロンT - 2 0 供給機を用いてスクリュー・スロート中へ供給した。たった1つの螺旋状供給スクリューを用いた。典型的には押出機スロートで真空にひいた。

【 0 1 1 0 】

配合機のバレル区分を次の温度に保持した。第1加熱バレル区分はスイッチを切った。第2および第3区分は170 に設定した。残りの11区分は200 に設定した。スクリューは225回転毎分(「 r p m 」)に設定して押出ダイで250 の溶融温度をもたらした。

【 0 1 1 1 】

押出物は水浴中へ流れ込み、配合ポリマーをモノフィラメントへと凝固させた。次に、フィラメントを2 mm 長さペレットへと薄切りにするカッターに入る前に、2セットのエア・ナイフがフィラメントを脱水した。

【 0 1 1 2 】

(手順 B)

ごま塩状ブレンドを、ポリ(トリメチレンテレフタレート)およびポリスチレン・ペレットからペレットの混合物を調製しそれらを溶融することによって調製した。それらは配合されなかつた。

【 0 1 1 3 】

(手順 C)

手順AおよびBからのペレット(または対照例ではポリ(トリメチレンテレフタレート)ペレット)を、120 で最小16時間乾燥するために真空オープン中に入れた。乾燥ペレットをオープンから取り出し、窒素で覆われた室温に維持した供給ホッパー中へ迅速に落とした。ペレットを100グラム毎分(g p m)で二軸スクリュー再溶融機に供給した。バレル加熱区分は、ゾーン1については240 、ゾーン2~5については265 、ゾーン7~8については268 に設定した。ポンプ区画は268 であり、パック・ボックスヒーターは268 であった。

【 0 1 1 4 】

(実施例1 - 部分延伸糸製造)

部分延伸糸を、表1に記載したポリスチレンAと手順Aに従ってブレンドしたまたはそれだけのポリ(トリメチレンテレフタレート)から通常の紡糸技術を用いて紡糸した。

【 0 1 1 5 】

手順AおよびCを用いて調製したポリ(トリメチレンテレフタレート)またはポリ(トリメチレンテレフタレート) / スチレンポリマーブレンドを、273 に維持されたサンド・フィルター紡糸パックおよび34の円形穴紡糸口金(0 . 0 1 2 インチ(0 . 3 mm)直径および0 . 0 2 2 インチ(0 . 5 6 mm)毛管深さ穴)を通して押し出した。紡糸口金を出たフィラメント流れを21 の空気で急冷し、束に集中させ、紡糸仕上剤を塗布

10

20

30

40

50

した。下の表に示す表面下速度の転送ロールが糸束を交錯ジェットへ、そして次に下の表に示す速度で作動する巻取機上へ配達した。

【0116】

紡糸条件および得られた部分延伸糸の特性を表2に示す。

【0117】

【表2】

表2. 紡糸条件および部分延伸糸特性

試料	PS ^a 重量%	紡糸 速度 ^b	巻取 速度 ^c	テニール	DPF	韌性 ^d	伸び ^e
A(対照)	-	2500	2510	214	6.3	2.21	106.2
B(対照)	-	3000	3010	215	6.3	2.66	88.2
C(対照)	-	3500	3510	224	6.6	2.72	73.7
1	2	2500	2510	211	6.2	1.54	195.8
2	2	3000	3010	211	6.2	1.82	143.4
3	2	3500	3510	225	6.6	2.00	118.0

a. 「PS」=表1に示すようなポリスチレンA。重量百分率はブレンドの重量を基準とする

b. 紡糸ゴッド (Godet) 速度、m/m

c. 巷取速度、m/m

d. 韌性、g/d

e. 破断伸び、%

10

20

30

40

【0118】

本発明前は、ポリ(トリメチレンテレフタレート)部分延伸糸は、延伸テクスチャー加工作業に好適であるためには低速(約2,500m/m)で紡糸されなければならなかつた。表2のデータは、本発明の部分延伸糸がかなりより高い紡糸速度で製造される時に延伸テクスチャー加工に好適であることを示す。

【0119】

3つの対照試料は、増大した紡糸および巻取速度では破断伸びが下がり、韌性が増加することを示す。より高速で製造した製品は、延伸テクスチャー加工作業に十分に好適ではなかつた。スチレンポリマーの添加で、より高速で紡糸した部分延伸糸が延伸テクスチャー加工作業に好適な特性を有した。最も注目に値することには、3500m/mで紡糸したスチレンポリマー含有糸は、2500m/mで紡糸した対照糸に類似の特性を有し、その結果、それらは類似の条件下で延伸テクスチャー加工することができた。結果として、本発明を用いると、部分延伸糸をより高速で製造することができ、延伸テクスチャー加工作業への顕著な修正なしに延伸テクスチャー加工に用いることができる。さらに、本発明は、それがそのためにデザインされた、より高速でポリ(エチレンテレフタレート)部分延伸糸を製造するためにデザインされた装置の使用を可能にする。

【0120】

(実施例2 - 部分延伸糸製造)

部分延伸糸を様々なスチレンポリマーで多様な条件下に製造できることを実証するために、手順Aに従って調製したブレンド(表3の脚注に示したように、手順Bに従って調製したごま塩状ブレンドであった試料を除き)から実施例2に記載するように糸を紡糸した。

【0121】

【表3】

表3. 紡糸条件および部分延伸糸特性

試料 No.	PS (重量%)	PS	紡糸コ"外 速度, m/m	巻取速度, m/m	糸 テニール	DPF	韌性 (g/d)	E _b , %
A (対照)	-	-	2500	2535	211	6.2	2.11	97.8
B (対照)	-	-	2500	2530	212	6.2	2.25	106.0
C (対照)	-	-	2500	2550	211	6.2	2.35	109.2
D (対照)	-	-	3500	3550	152	4.5	3.10	70.7
1	1.3	A	3000	3000	208	6.1	2.00	126.0
2	2	A	3000	3000	208	6.1	1.72	155.0
3	2	A	3500	3520	203	6.0	2.08	115.0
4*	2	A	3000	3030	210	6.2	1.80	131.7
5	2	B	3000	2980	210	6.2	2.17	117.0
6	2	C	3000	3030	204	6.0	2.19	106.1
7	2	C	3000	2980	215	6.3	2.14	113.0
8	2	D	3000	2980	204	6.0	2.30	108.0
9	2	E	3500	3520	208	6.1	2.56	86.4
10*	1	F	3500	3550	147	4.3	2.75	82.2
11*	2	F	3500	3550	144	4.2	2.09	103.5

* 手順 B によって調製したごま塩状ブレンド

10

【0122】

表3のデータは、様々なスチレンポリマー入りで多様な条件下で部分延伸糸を製造できることを示す。

【0123】

(実施例3 - 延伸テクスチャーリング)

この実施例は、本発明に従って製造される糸が次の延伸テクスチャーリング加工業で有用であることを示す。

【0124】

延伸テクスチャーリング加工条件は、参照により本明細書に援用される米国特許公報（特許文献1）の図5に示された装置を用いた摩擦仮撓りテクスチャーリング方法を用いる。実施例3に記載するように製造した部分延伸糸を、それらがヒーターを通過する時に約180の温度に加熱し、それらが冷却プレート上方を通る時にポリ（トリメチレンテレフタレート）のガラス転移温度よりも下の温度に冷却した。巻取速度は500m/mであった。

【0125】

残りの延伸テクスチャーリング加工プロセス条件および生じた延伸テクスチャーリング加工ポリ（トリメチレンテレフタレート）糸の特性を下の表4に示す。この表では、延伸比は延伸ロールの速度対供給ロールの速度の比として示す。

【0126】

【表4】

表4. テクスチャード加工

試料 No.	PS	PS 重量%	延伸比	糸テニール	DPF	韌性 g/d	E _b , %	リソナント 吸縮
A (対照)	-	-	1.35	163	4.8	2.68	43.0	47.6
B (対照)	-	-	1.44	160	4.7	2.77	42.7	42.0
1	A	1.3	1.47	151	4.4	2.49	49.2	43.3
2	A	2	1.69	132	3.9	2.43	47.8	38.6
4	A	2	1.55	142	4.2	2.51	49.4	43.8
5	B	2	1.47	153	4.5	2.72	42.9	40.7
6	C	2	1.42	157	4.6	2.83	46.1	43.6
7	C	2	1.45	155	4.6	2.77	48.5	40.9
8	D	2	1.43	162	4.8	2.72	44.0	41.5

40

【0127】

50

表4のデータは、本発明に従って製造した部分延伸糸から製造したテクスチャー加工糸が対照試料から製造したポリ(トリメチレンテレフタレート)糸に匹敵する特性を有することを示す。このデータは、より低速で紡糸されたポリ(トリメチレンテレフタレート)部分延伸糸で用いられるものと類似の条件下で本発明の部分延伸糸からテクスチャー加工糸を製造することが可能であることを示す。

【0128】

(実施例4-紡糸延伸糸製造)

ポリ(トリメチレンテレフタレート)および0.95重量%ポリスチレンAを含有する紡糸延伸糸(SDY)1~5ならびに100%ポリ(トリメチレンテレフタレート)の対照糸A~Cを実施例1に従って製造した。紡糸(第1)ゴデットの温度は60度であった。第2(延伸)ゴデットの温度は120度であった。巻取は室温においてであった。延伸速度、延伸比およびインストロン引張試験機モデル1122で測定されるような、生じた延伸糸の物理的性質を下の表5に提供する。

【0129】

【表5】

表5. 紡糸および延伸

実験	延伸比	紡糸 ゴデット速度、 m/m	延伸 速度、 m/m	巻取 速度、 m/m	テニール	韌性 g/d	E _b %	紡糸性
A	2.5	1200	3000	2858	76.50	4.19	31.16	良好
B	2.0	1750	3500	3305	76.50	4.28	31.90	良好
C	1.8	2222	4000	3753	77.85	4.44	30.70	良好
D	1.6	2812	4500	-	-	-	-	不満足
E	1.4	3571	5000	-	-	-	-	不満足
1	3.5	857	3000	2830	76.50	3.68	41.46	良好
2	3.3	1060	3500	3300	76.50	3.63	38.05	良好
3	3.2	1250	4000	3785	77.40	3.72	38.26	良好
4	3.0	1500	4500	4280	77.85	3.80	37.71	良好
5	2.8	1923	5000	4725	76.95	3.79	37.09	良好

【0130】

表5のデータは、ポリ(トリメチレンテレフタレート)それだけを用いて高速で紡糸延伸糸を製造できないことを示す。それにひきかえ、0.95重量%スチレンポリマーを含有する紡糸延伸糸は、高速および高延伸比で延伸された時でさえ良好な紡糸性を有した。

【0131】

(実施例5-POYおよび布)

通常の再溶融一軸スクリュー押出方法および通常のポリエステル纖維溶融紡糸(S-ラップ)技術を用いて、およそ261度のポリマー温度を与えるために必要とされるような温度に維持された紡糸口金のオリフィス(約0.25mm直径の)を通して押し出すことによって、1.0および0.95重量%のポリスチレンAの固有粘度を有するポリ(トリメチレンテレフタレート)を部分延伸糸(POY)へと紡糸した。紡糸機は、38.1ポンド毎時の総ポジショナル押出量で8端付き(8-ended)であった。紡糸口金を出したフィラメント流れを21度の空気で急冷し、34フィラメントの束へと集め、およそ0.4重量%の紡糸仕上剤を塗布し、そしてフィラメントを交錯させて各端につき34フィラメント糸として約3250m/mで集めた。インストロン社引張試験機モデル1122で測定されるような、製造される部分延伸糸の物理的性質を下に示す。

【0132】

【表6】

供給ロール速度、m/m	3270
巻取速度、m/m	3259
デニール、g	105
韌性、g/d	2.30
伸び、%	124
乾熱収縮、%	42.8
BOS、%	51.9

10

【0133】

記載したように製造される糸を、2.5メートル接触ヒーターを備えたバーマック (B a r m a g) A F K 延伸テクスチャー加工機で約1.51の延伸比および180のヒーター温度で500m/mの速度で延伸した。インストロン引張試験機モデル1122で測定されるような物理的性質を下に示す。

【0134】

【表7】

デニール、g	74.0
韌性、g/d	2.90
伸び、%	42.7
リーソナ収縮、%	45.2

20

【0135】

記載したようなテクスチャー加工糸を、インチ当たり28針および24供給糸のマナーカ・フカハラ (M o n a r c h F u k u h a r a) 丸編機で4~6グラムの張力でおよび18 rpmの速度で編んだ。次にグレイグ (G r e i g) 布を160°Fでこすって洗い、212°Fで染色し、302°Fでヒートセットした。イントラジル濃紺 (I n t r a s i l N a v y B l u e) H R S で染色した布は一様で、ソフトで、伸縮性であった。

30

【0136】

(実施例6-電子顕微鏡写真)

図1は、実施例2で製造されるポリ(トリメチレンテレフタレート)/2重量%ポリスチレンAフィラメント(表3の試料2)の薄い区分の電子顕微鏡写真である。部分延伸糸フィラメントは、フィラメント軸に直角の方向に超薄切片法によって区分化された。ダイヤモンド・ナイフを用いて名目上厚さ90nmの区分を調製し、それらを90/10水/アセトン混合物中に蓄積した。該区分を銅線網検体格子に移して乾燥するに任せた。顕微鏡観察前に(取り囲むポリ(トリメチレンテレフタレート)マトリックスよりもポリスチレンを比較的暗くするために)すべての格子を選択的に染色した。選択的染色は、塩化ルテニウム(III)と次亜塩素酸ナトリウム(漂白剤)との反応から発生したRuO₄蒸気を含むふた付き皿中の穴あきガラス・トレイ上に格子を置くことによって成し遂げた。2時間の染色の後、格子を取り出した。画像は、200KV加速電圧で運転されるJ E O L 2000 F X 透過電子顕微鏡(TEM)(日本国東京の日本電子株式会社)を用いて得て、ゲイタン(G a t a n)デジタルカメラを用いて記録した。画像は2500倍の倍率(10ミクロン・スケールバー)で記録した。画像に見られる線またはしわは、試料調製に用いたダイヤモンド・ナイフ刃の欠陥からの人為的な結果である。ポリスチレンは、ポリ(トリメチレンテレフタレート)マトリックス中に分散された暗相として現れる。画像は、ポリスチレン暗相がポリ(トリメチレンテレフタレート)ポリエステル・マトリックス中によく分散されていることを示す。

40

【0137】

50

図2はフィラメントの縦断面の電子顕微鏡写真である。該区分はフィラメント軸に平行にミクロトームされているが、この試料もまた、上に記載したのと同じ方法によって電子顕微鏡写真用に調製した。

【0138】

本発明の実施形態の上述の開示は、例示および説明の目的のために提示されてきた。包括的であること、または本発明を開示された厳密な形に限定することは意図されない。本明細書に記載された実施形態の多くの変形および修正は、本開示に鑑みて当業者には明らかであろう。

【図面の簡単な説明】

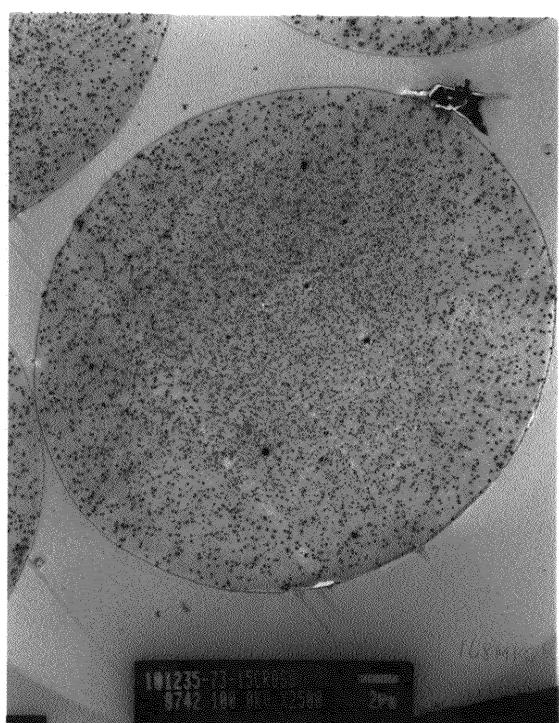
【0139】

10

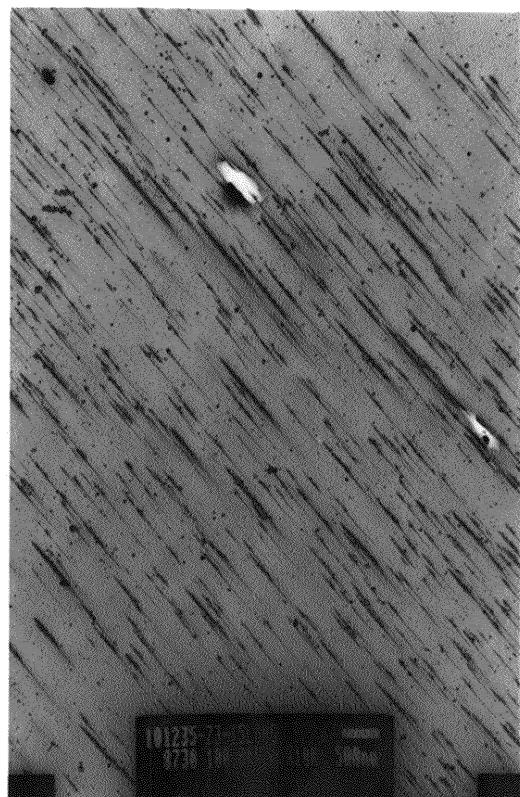
【図1】本発明によるポリ(トリメチレンテレフタレート)およびスチレンポリマーを含むフィラメントの放射断面を示す電子顕微鏡写真である。

【図2】本発明によるポリ(トリメチレンテレフタレート)およびスチレンポリマーを含むフィラメントの縦画像を示す電子顕微鏡写真である。

【図1】



【図2】



【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/US03/19910
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC(7) : D01D 5/12, 5/36; D01F 8/14; D02G 1/02, 3/02, 3/24 US CL : 264/103, 172.13, 210.8, 211.12; 57/282; 428/85, 364 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) U.S. : 264/103, 172.13, 210.8, 211.12; 57/282; 428/85, 364		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4,410,473 A (IOHARA et al) 18 October 1983 (18.10.1983), column 1, lines 6-7, column 2, lines 50-60, column 3, lines 62-65, column 7, lines 55-62.	1-3, 6-14
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "B" earlier application or patent published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		
Date of the actual completion of the international search 14 October 2003 (14.10.2003)	Date of mailing of the international search report 11 DEC 2003	
Name and mailing address of the ISA/US Mail Stop PCT, Attn: ISA/US Commissioner for Patents P.O. Box 1450 Alexandria, Virginia 22313-1450 Facsimile No. (703)305-3230	Authorized officer Leo B. Tentoni Telephone No. (703) 308-0661 	

フロントページの続き

(81)指定国 AP(GH,GM,KE,LS,MW,MZ,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HU,IE,IT,LU,MC,NL,PT,SE,SI,SK,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BR,BY,BZ,CA,CH,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DZ,EC,EE,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KP,KR,KZ,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LV,MA,MD,MG,MK,MN,MW,MX,MZ,NI,NO,NZ,OM,PH,PL,PT,RO,RU,SC,SD,SE,SG,SK,SL,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,UZ,VC,VN,YU,ZA,ZM,ZW

(72)発明者 ジン チャン チャン

アメリカ合衆国 19061 ペンシルベニア州 ブースウィン ハント ミート レーン 12

(72)発明者 ジョセフ ヴィー.クリアン

アメリカ合衆国 19707 デラウェア州 ホケッシン ピープルズ ウェイ 209

(72)発明者 シェカール サプラマナー

アメリカ合衆国 19707 デラウェア州 ホケッシン ステラ ドライブ 425

F ターム(参考) 4L035 BB33 FF08

4L048 AA14 AA22 AA35 AA56 AB07 AB21 AB24 DA16