

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4605640号
(P4605640)

(45) 発行日 平成23年1月5日(2011.1.5)

(24) 登録日 平成22年10月15日(2010.10.15)

(51) Int.Cl.

F I

D O 1 F 6/92 (2006.01)

D O 1 F 6/92 3 O 7 A

D O 1 F 6/62 (2006.01)

D O 1 F 6/62 3 O 5 A

請求項の数 3 (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2004-309035 (P2004-309035)
 (22) 出願日 平成16年10月25日(2004.10.25)
 (62) 分割の表示 特願2000-213874 (P2000-213874)
 の分割
 原出願日 平成12年7月14日(2000.7.14)
 (65) 公開番号 特開2005-23512 (P2005-23512A)
 (43) 公開日 平成17年1月27日(2005.1.27)
 審査請求日 平成16年11月19日(2004.11.19)
 審判番号 不服2007-23807 (P2007-23807/J1)
 審判請求日 平成19年8月30日(2007.8.30)

(73) 特許権者 000003159
 東レ株式会社
 東京都中央区日本橋室町2丁目1番1号
 (72) 発明者 松本 太成
 静岡県三島市4845番地 東レ株式会社
 三島工場内
 (72) 発明者 前田 裕平
 静岡県三島市4845番地 東レ株式会社
 三島工場内
 (72) 発明者 荒西 義高
 静岡県三島市4845番地 東レ株式会社
 三島工場内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリ乳酸繊維の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

ポリL-乳酸とポリD-乳酸のブレンド物を以下の条件で熔融紡糸し、一旦巻き取った後延伸を行うかまたは巻き取ることなく連続して延伸を行い、引き続き120～180で熱処理することを特徴とするポリ乳酸繊維の製造方法。

ブレンド比率：ポリL-乳酸／ポリD-乳酸＝30／70から70／30

引取速度：1000m／分

紡糸ドラフト：50

【請求項2】

熔融紡糸に供するポリL-乳酸及びポリD-乳酸の重量平均分子量が5～50万であることを特徴とする請求項1記載のポリ乳酸繊維の製造方法。

10

【請求項3】

熔融紡糸に供するポリL-乳酸の環状2量体の含有量が0.3wt%以下であることを特徴とする請求項1又は請求項2記載のポリ乳酸繊維の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ポリ乳酸繊維の製造方法に関するものである。さらに詳細には、高強度かつ高耐熱性のポリ乳酸繊維の製造方法に関するものである。

【背景技術】

20

【 0 0 0 2 】

従来より、繊維や成型品の材料としてポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエステル、ポリアミドなどが用いられており、消費量が年々増加している。それに伴い、使用後の廃棄物の量も増加している。これら廃棄物は現在焼却あるいは埋め立てにより処理されるため、様々の環境問題や処分場確保などの問題が起こっている。

【 0 0 0 3 】

このような問題に対処するため、近年、土中や水中に存在する微生物の作用により自然環境下で樹脂を分解させる種々の生分解性ポリマーを用いた繊維の検討が各方面で盛んに行われている。中でも、ポリ L - 乳酸を用いた繊維では比較的融点および結晶性が高く、繊維としたときの強度や弾性率が高いなどの優れた特徴を有しているため、実用的な生分解性繊維として工業的に生産化するための検討が活発になされている。

10

【 0 0 0 4 】

しかしながら、ポリ L - 乳酸の融点は 1 7 0 程度であり、衣料用繊維として用いる場合ではアイロン可能な温度が低温に限られてしまうことや、産業用繊維として用いる場合ではゴム資材や樹脂コート布帛など製造工程で 1 5 0 程度の高温にさらされる用途には適さないなどの問題があった。

【 0 0 0 5 】

一方、乳酸には光学異性体が存在し、それぞれ L - 乳酸と D - 乳酸の重合体であるポリ L - 乳酸とポリ D - 乳酸の混合物からなるステレオコンプレックス結晶を形成させると、ポリ L - 乳酸あるいはポリ D - 乳酸単独結晶よりも融点が上昇することが知られている。特許文献 1 には、ポリ L - 乳酸とポリ D - 乳酸をブレンドすることにより、上記の特異な特性を工業的に利用することが初めて開示されているものの、繊維化についての具体的な技術の示唆はない。また、特許文献 2 には、ポリ L - 乳酸とポリ D - 乳酸を溶液状態でブレンドした後に溶液紡糸に供する技術についての開示があるが、この方法ではブレンドした溶液の安定性が低く、ポットライフが短いために安定した製糸ができず、得られる繊維も品位に欠ける、あるいは巻取速度が高々数十 m / 分であり、工業的に効率の高い生産を行うことができないといった問題があった。さらに、特許文献 3 では、ポリ L - 乳酸とポリ D - 乳酸を等モル量含む組成物を用いた溶融紡糸についての実施例が開示されているが、得られた繊維の物性は高々 0 . 5 c N / d T e x 程度であり、実用的強度を有する繊維を得るには至っていなかった。

20

30

【 0 0 0 6 】

さらに、京都工芸繊維大学の山根らはポリ L - 乳酸とポリ D - 乳酸の溶融ブレンド物を溶融紡糸した未延伸糸あるいはこれを延伸した延伸糸を熱処理することでステレオコンプレックス結晶を含むポリ乳酸繊維を得ている (Sen-i Gakkai Preprints 1989)。しかしながら、この方法では未延伸糸および延伸糸の内部構造としてポリ L - 乳酸分子とポリ D - 乳酸分子が十分に分散しておらず、部分的にドメイン構造を作っているため、ステレオコンプレックス結晶を生成・成長させるためには製糸後に 2 0 0 で 2 ~ 1 0 分間熱処理する必要がある。そのため、熱処理時に繊維内部の分子配向が緩和してしまい、得られる繊維の強度は高々 2 . 3 c N / d T e x 程度に留まっている。また、熱処理前の延伸糸では 4 . 2 c N / d T e x の強度が得られるものの、ポリ L - 乳酸あるいはポリ D - 乳酸単独結晶が相当量存在し、ステレオコンプレックス結晶の生成が不十分であるために耐熱性が不十分であった。

40

【 0 0 0 7 】

また、特許文献 4 および特許文献 5 では、ポリ L - 乳酸とポリ D - 乳酸の混合物を加熱溶融する方法あるいはそれぞれを加熱溶融した後混合することにより高結晶化したポリ乳酸成形品を得る方法についての技術が開示されているが、いずれも繊維化に関する具体的示唆はされていない。

【 0 0 0 8 】

以上のように高強度かつ高耐熱性のポリ乳酸繊維を得んとする様々な試みがなされているが、未だ達成されていないのが実状であった。

50

【特許文献 1】特開昭 6 1 - 3 6 3 2 1 号公報

【特許文献 2】特開昭 6 3 - 2 6 4 9 1 3 号公報

【特許文献 3】特開昭 6 3 - 2 4 1 0 2 4 号公報

【特許文献 4】特開平 9 - 2 5 4 0 0 号公報

【特許文献 5】特開 2 0 0 0 - 1 7 1 6 4 号公報

【非特許文献 1】「Sen-i Gakkai Preprints 1989」日本繊維学会、1989

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 9 】

本発明の課題は、前述のような従来技術ではなしえなかった、工業的に高効率で生産可能な高強度かつ高耐熱性のポリ乳酸繊維を得ることのできるポリ乳酸繊維の製造方法を提供することにある。

10

【課題を解決するための手段】

【 0 0 1 0 】

上記課題を解決するための本発明のポリ乳酸繊維の製造方法は、主として次の構成を有する。すなわち、ポリ L - 乳酸とポリ D - 乳酸のブレンド物を以下の条件で熔融紡糸し、一旦巻き取るか又は巻き取ることなく連続して延伸を行い、引き続き 1 2 0 ~ 1 8 0 で熱処理することを特徴とするポリ乳酸繊維の製造方法である。

ブレンド比率：ポリ L - 乳酸 / ポリ D - 乳酸 = 3 0 / 7 0 から 7 0 / 3 0

引取速度 : 3 0 0 m / 分

20

紡糸ドラフト : 5 0

【発明の効果】

【 0 0 1 1 】

本発明のポリ乳酸繊維の製造方法によって得られるポリ乳酸繊維では、高強度と高耐熱性を併せ持ち高品位である従来にないポリ乳酸繊維であり、衣料用および産業用として広く好適かつ有用である。

さらに、本発明は熔融紡糸法であり効率よく工業的に生産することが可能である。

【発明を実施するための最良の形態】

【 0 0 1 2 】

次に、本発明のポリ乳酸繊維の製造方法についてさらに詳しく説明する。

30

本発明のポリ乳酸繊維の製造方法はポリ L - 乳酸とポリ D - 乳酸とのブレンド物からなることを特徴とする。

【 0 0 1 3 】

ポリ L - 乳酸およびポリ D - 乳酸の製造方法には、それぞれ L - 乳酸、あるいは D - 乳酸を原料として一旦環状 2 量体であるラクチドを生成せしめ、その後開環重合を行う 2 段階のラクチド法と、当該原料を溶媒中で直接脱水縮合を行う一段階の直接重合法が知られている。本発明で用いるポリ乳酸はいずれの製法によって得られたものであってもよい。ラクチド法によって得られるポリマーの場合にはポリマー中に含有される環状 2 量体が熔融紡糸時に気化して糸斑の原因となるため、熔融紡糸以前の段階でポリマー中に含有される環状 2 量体の含有量を 0 . 3 w t % 以下とすることが望ましい。直接重合法の場合には環状 2 量体に起因する問題が実質的にないため、製糸性の観点からはより好適である。

40

【 0 0 1 4 】

本発明に用いるポリ L - 乳酸は L - 乳酸を主たるモノマー成分とする重合体であり、L - 乳酸のほかに D - 乳酸成分を 1 5 モル % 以下含有する共重合ポリ L - 乳酸であっても良いが、ステレオコンプレックス結晶の形成性を高める観点から、ポリ L - 乳酸中の D - 乳酸成分は少ないほど好ましく、ホモポリ L - 乳酸を用いることがさらに好ましい。

【 0 0 1 5 】

同様に、本発明に用いるポリ D - 乳酸は D - 乳酸を主たるモノマー成分とする重合体であり、D - 乳酸のほかに L - 乳酸成分を 1 5 モル % 以下含有する共重合ポリ D - 乳酸であっても良いが、ステレオコンプレックス結晶の形成性を高める観点から、ポリ D - 乳酸中

50

の L - 乳酸成分は少ないほど好ましく、ホモポリ D - 乳酸を用いることがさらに好ましい。

【 0 0 1 6 】

さらに、本発明に用いるポリ L - 乳酸および / またはポリ D - 乳酸は、本発明の効果を損なわない範囲で、他のエステル形成能を有するモノマー成分を共重合しても良い。共重合可能なモノマー成分としては、グリコール酸、3 - ヒドロキシ酪酸、4 - ヒドロキシ酪酸、4 - ヒドロキシ吉草酸、6 - ヒドロキシカプロン酸などのヒドロキシカルボン酸類の他、エチレングリコール、プロピレングリコール、ブタンジオール、ネオペンチルグリコール、ポリエチレングリコール、グリセリン、ペンタエリスリトール等の分子内に複数の水酸基を含有する化合物類またはそれらの誘導体、コハク酸、アジピン酸、セバシン酸、フマル酸、テレフタル酸、イソフタル酸、2, 6 - ナフタレンジカルボン酸、5 - ナトリウムスルホイソフタル酸、5 - テトラブチルホスホニウムスルホイソフタル酸等の分子内に複数のカルボン酸基を含有する化合物類またはそれらの誘導体が挙げられる。

10

【 0 0 1 7 】

上述したポリ L - 乳酸およびポリ D - 乳酸の重量平均分子量は好ましくは 5 万以上、さらに好ましくは 10 万以上、より好ましくは 15 万以上とするものである。重量平均分子量が 10 万に満たない場合には繊維の強度物性を優れたものとするのができにくくなるので好ましくない。なお、一般にポリ L - 乳酸あるいはポリ D - 乳酸の平均分子量を 50 万以上とすることは困難である。

【 0 0 1 8 】

20

なお、本発明で用いるポリ L - 乳酸およびポリ D - 乳酸には本発明の効果を損なわない範囲で主体をなすポリマー以外の成分を含有してもよい。例えば、可塑剤、紫外線安定化剤、艶消し剤、消臭剤、難燃剤、糸摩擦低減剤、抗酸化剤あるいは着色顔料等として無機微粒子や有機化合物を必要に応じて添加してもよい。特に、紫外線安定化剤としては、ベンゾフェノン系、ベンゾトリアゾール系、ヒンダードアミン系薬剤を好ましく用いることができる。この際の配合量は繊維重量に対して 0.005 ~ 1.0 wt % が好ましい。着色顔料としては酸化チタン、カーボンブラックなどの無機顔料の他、シアニン系、スチレン系、フタロシアニン系、アンスラキノ系、ペリノン系、イソインドリノン系、キノフタロン系、キノクリドン系、チオインディゴ系などのものを使用することができる。

【 0 0 1 9 】

30

また、本発明により得られるポリ乳酸繊維は強度が 2.6 cN/dTex 以上であり、好ましくは 3.5 cN/dTex 以上、さらに好ましくは 4.8 cN/dTex 以上である。衣料用あるいは産業用として広く使用する場合、強度が 2.6 cN/dTex に満たないと実用的に不十分である。さらに、同様の観点から、本発明により得られるポリ乳酸繊維では、複屈折 n が 1.8×10^{-3} 以上であることが好ましく、 2.2×10^{-3} 以上であることがさらに好ましい。

【 0 0 2 0 】

本発明のポリ乳酸繊維の製造方法は溶融紡糸法によるものである。乾式あるいは湿式などの溶液紡糸では工業的に効率の高い生産を行うことができず、また、ポリ L - 乳酸とポリ D - 乳酸をブレンドした溶液の安定性が低く、ポットライフが短いために安定した製糸ができず、得られる繊維も品位に欠けるものになってしまう。

40

【 0 0 2 1 】

本発明により得られるポリ乳酸繊維では DSC 測定により求められるポリ L - 乳酸単結晶およびポリ D - 乳酸単結晶の結晶融解に基づく吸熱量 H_l とポリ L - 乳酸およびポリ D - 乳酸からなるステレオコンプレックス結晶の結晶融解に基づく吸熱量 H_h の比 H_h / H_l が 10 以上であり、好ましくは H_h / H_l が 20 以上、さらに好ましくは H_h / H_l が 30 以上であることを特徴とする。なお、ホモポリ L - 乳酸およびホモポリ D - 乳酸のブレンド物からなるポリ乳酸繊維の場合、 H_l のピーク温度は 160 ~ 180 付近に存在し、 H_h のピーク温度は 210 ~ 230 付近に存在する場合が多い。また、 H_h / H_l が 10 に満たない場合は、ステレオコンプレックス結晶

50

の生成が不十分であるため、ポリ L - 乳酸単独結晶あるいはポリ D - 乳酸単独結晶の融解温度において繊維が熱変形してしまい耐熱性が不十分となる。

【 0 0 2 2 】

さらには、製糸時における延伸・弛緩・熱処理などの工程における糸たるみの抑制あるいは布帛の仕上げ行程におけるセット性確保などの観点から、本発明により得られるポリ乳酸繊維では沸騰水収縮率 S b が 3 % 以上であることが好ましく、5 % 以上であることがさらに好ましい。

【 0 0 2 3 】

本発明のポリ乳酸繊維製造方法は例えば以下の方法とすることができる。なお、本発明のポリ乳酸繊維を得る方法としては以下に説明する方法に限られるものではない。

【 0 0 2 4 】

本発明のポリ乳酸繊維はポリ L - 乳酸とポリ D - 乳酸のブレンド物を通常の溶融紡糸に供することで得られる。ポリ L - 乳酸とポリ D - 乳酸のブレンド方法としては、例えば、ポリ L - 乳酸チップとポリ D - 乳酸チップのチップブレンド（ドライブレンド）物を溶融紡糸に供する方法が挙げられ、溶融押出し機としては、プレッシャーメルター型や 1 軸あるいは 2 軸エクストルーダー型など通常の溶融押出し機を使用することができるが、ポリ L - 乳酸とポリ D - 乳酸を十分混練しステレオコンプレックス結晶を形成しやすくする観点から 1 軸あるいは 2 軸エクストルーダー型が好ましい。さらには、ポリマー流路中に静止混練機を組み込む方法、ポリ L - 乳酸チップとポリ D - 乳酸チップのチップブレンド物を 2 軸エクストルーダー型の混練機にて溶融・混練した後チップ化することで予備混練されたポリ L - 乳酸とポリ D - 乳酸のブレンド物からなるチップをあらかじめ用意し、この予備混練されたチップを溶融紡糸に供する方法などが好ましい。あるいは、ポリ L - 乳酸とポリ D - 乳酸を別々の溶融押出し機で溶融の後混合しても良い。上述のいずれの場合においても濾過層や紡糸口金通過時の剪断応力による混練が期待されるが、特にポリ L - 乳酸とポリ D - 乳酸を別々の溶融押出し機で溶融後混合する場合は、混練強化の観点から混合後に静止混練機を組み込むことが好ましい。

【 0 0 2 5 】

また、本発明のポリ乳酸繊維の製造方法に用いるポリ L - 乳酸とポリ D - 乳酸のブレンド割合としては重量比で、ポリ L - 乳酸：ポリ D - 乳酸が 3 0 : 7 0 から 7 0 : 3 0 の間であることが必要であるが、ステレオコンプレックス結晶の生成促進および含有割合向上の観点から、4 0 : 6 0 から 6 0 : 4 0 の間であることが好ましく、5 0 : 5 0 であることがより好ましい。

【 0 0 2 6 】

上述したポリ L - 乳酸とポリ D - 乳酸のブレンド物は、エクストルーダー型やプレッシャーメルター型の溶融押出し機で溶融された後、メタリングポンプによって計量され、紡糸パック内等で濾過を受けた後、所望の口金形状や口金数を有する口金から吐出される。吐出された糸はポリマーの融点よりも温度の低い気体中を通過させることによって冷却・固化された後、油剤を付与されて引き取られるが、紡糸時の分子配向を上げることによりポリ乳酸ステレオコンプレックス結晶が形成されやすくなることから 3 0 0 m / 分以上で引き取ることが好ましい。同様の観点から、紡糸ドラフトは 5 0 以上であることが好ましい。また、冷却の上流側または冷却部では吐出糸条からの昇華物を除去するために、気流吸引装置を用いることが好ましい。さらに、紡出直下、冷却・固化の前には加熱帯を設置して糸条をポリマーの融点以上の温度に加熱することが、繊維の強度を高める点からは好ましい。冷却は環状チムニー、ユニフロチムニーのいずれを用いることもできる。引き取られた未延伸糸はその後延伸に供される。延伸の前に一旦巻き取る 2 工程法を用いても、紡糸後巻き取ることなく引き続いて延伸を行う直接紡糸延伸法を用いてもどちらでも構わないが、生産性の観点からは直接紡糸延伸法が好ましい。

【 0 0 2 7 】

延伸工程は 1 段でも 2 段以上の多段でも良いが、高強度化の観点から 2 段以上の多段延伸を行うことが好ましい。また、延伸倍率が高すぎると繊維の白化現象が生じ強度が低下

10

20

30

40

50

してしまうため、繊維の白化現象が起こらないような延伸倍率とすることが好ましい。延伸熱源としては通常用いられる任意の方法を採れば良く、例えばホットローラー、接触式熱板、非接触熱板、熱媒浴、ピンなどでも良い。

【0028】

延伸に引続いて、巻き取り前にはポリマーの融点より10～80 程度低い温度で熱処理が行われることが好ましい。熱処理には、ホットローラー、接触式熱板、非接触式熱板など任意の方法を採ることができる。また寸法安定性の観点から、熱処理に引き続いて0～20%の弛緩処理が行われることが好ましい。

【0029】

本発明により得られたポリ乳酸繊維では、用途に応じてモノフィラメントやマルチフィラメント、ステープル、不織布など任意の形態を選択できる。マルチフィラメントとして使用する場合には単繊維繊維度は使用形態に応じて選択すればよいが、通常0.1 dTex以上、2.2 dTex以下とするのが好ましい。また、マルチフィラメントの総繊維度は、5 dTex以上、3330 dTex以下とするのが好ましい。さらに、断面形状は、丸、扁平、中空、Y型、T型、多角形など任意であるが、高強度を容易に達成しやすい観点からは、丸断面が好ましい。

【実施例】

【0030】

以下、実施例に基づいて本発明をより具体的に説明する。

【0031】

なお、実施例中の物性は次の方法で測定した値である。

【0032】

(1) 強度 T_e (cN/dtex) :

(株)オリエンテック社製“テンシロン”引張試験機タイプを用い、試料長25cm、引張速度30cm/分の条件で測定した。

【0033】

(2) 複屈折 n :

OLYMPUS (株)社製BH-2型偏光顕微鏡を用い、フィルターにより光源の波長を589nmとしてコンペンセーター法により測定した。

【0034】

(3) 沸騰水収縮率 S_b (%) :

測定に供する糸を常圧において沸騰水中・無加重で15分間処理する際、0.0882 cN/dTexの加重下において処理前と処理後の糸長を測定し、処理前の糸長に対する処理後の糸長の収縮割合として求めた。

【0035】

(4) ポリL-乳酸単独結晶およびポリD-乳酸単独結晶の結晶融解に基づく吸熱量 H_l (J/g) とポリL-乳酸およびポリD-乳酸からなるステレオコンプレックス結晶の結晶融解に基づく吸熱量 H_h (J/g) :

セイコー電子工業(株)社製“SSC5200/DSC120”示差走査熱量計を用い、昇温速度10 /分で測定を行って得られたDSCカーブから求めた。

【0036】

(5) 200 耐熱性 :

テストする繊維を用いて10cm四方の布帛を成し、200 に温度を調整したアイロンに30秒間接触させた後の布帛の様子を観察した。

：単糸間の熱融着もなく処理前の布帛形状を保っていた。

x：単糸間の熱融着や布帛の熱変形あるいは熱溶融が見られた。

【0037】

(実施例1)

L-ラクチドに対しオクチル酸錫を150ppm混合し、攪拌装置付きの反応容器中で窒素雰囲気中192 で10分間重合し、さらに2軸混練押出し機にてチップ化後、14

10

20

30

40

50

0 の窒素雰囲気中で固相重合して、融点 176 、重量平均分子量 15.1 万のポリ L - 乳酸ホモポリマー (PLLA1) チップを得た。また、ポリ D - 乳酸ホモポリマーとしては重量平均分子量が 30.2 万の PURAC 社製ポリ D - 乳酸 (PDLA) チップを用いた。この PLLA1 と PDLA とを PLLA1 : PDLA = 50 / 50 の重量割合でチップブレンドした後、100 で 12 時間減圧乾燥し、2 軸混練押出し機にて熔融混練・チップ化して、PLLA1 (50 部) と PDLA (50 部) からなる混合物の予備混練チップを作製した。

【 0038 】

この予備混練チップを 100 で 12 時間減圧乾燥し、熔融押出しにはプレッシャーメルター型の熔融紡糸機を用い、紡糸温度 260 で熔融し、0.3 の吐出孔を 12 個持つ口金から紡出直後長さ 100 mm、温度 280 の加熱筒内の雰囲気を通させた後、風速 30 m / 分のチムニー風により冷却し油剤を付与した後、1000 m / 分の速度で引取ることにより 84 dTex / 12 fil の未延伸糸を一旦巻き取った。この未延伸糸をそれぞれ 80 と 120 の 2 対のネルソンローラーを用いて、総延伸倍率 2.8 倍として 1 段延伸を行い延伸糸を巻き取った。延伸糸の評価結果を表 1 に示す。巻き取った延伸糸は実用上十分な強度を有しており、さらに 200 耐熱性のテストの結果からわかるように良好な耐熱性を有していた。

【 0039 】

【表 1】

	PLLA / PDLA	予備 混練	紡糸速度 (m/分)	熱処理温度 /時間 (°C)/(分)	Te (cN/dTex)	Δn ($\times 10^{-3}$)	Sb (%)	$\Delta H I$ (J/g)	$\Delta H h$ (J/g)	$\Delta H h$ / $\Delta H I$	200°C 耐熱性
実施例 1	50/50	あり	1000	—	2.7	19	10.4	1.5	70.5	47.0	○
実施例 2	50/50	あり	1000	—	3.7	29	12.3	1.2	71.5	59.6	○
実施例 3	50/50	なし	1000	—	3.1	21	8.9	2.7	69.0	26.6	○
実施例 4	60/40	あり	1000	—	2.8	20	10.2	4.3	64.6	15.0	○
比較例 1	100/0	あり	1000	—	2.8	20	11.3	64.7	0	0	×
比較例 2	80/20	あり	1000	—	2.6	18	10.8	25.9	34.3	1.3	×
比較例 3	50/50	あり	50	—	3.4	24	10.3	16.7	30.5	1.8	×
比較例 4	50/50	あり	50	200/5	1.8	13	1.2	2.1	52.1	24.8	○

(実施例 2)

実施例 1 と同様の方法により 84 dTex / 12 fil の未延伸糸を一旦巻き取った。この未延伸糸をそれぞれ 80 、 120 、 180 の 3 対のネルソンローラーを用いて、総延伸倍率 3.6 倍として 2 段延伸を行い延伸糸を巻き取った。延伸糸の評価結果を表 1 に示す。

巻き取った延伸糸は実用上十分な強度を有しており、さらに 200 耐熱性のテストの結果からわかるように良好な耐熱性を有していた。

【0041】

(実施例 3)

実施例 1 と同様の PLLA チップおよび PDLA チップを準備し、この PLLA と PDLA とを PLLA : PDLA = 50 / 50 の重量割合でチップブレンドした後、100 で 12 時間減圧乾燥した。このブレンドチップから予備混練チップを作製することなしにシリンダー温度 260 の 1 軸エクストルーダー型熔融紡糸機に供することで両者を熔融・混練し、実施例 1 と同様の条件で吐出・冷却・引き取りを行うことで、84 dTex / 12 fil の未延伸糸を一旦巻き取った。この未延伸糸をそれぞれ 80 、 120 、 180 の 3 対のネルソンローラーを用いて、総延伸倍率 3.0 倍として 2 段延伸を行い延伸糸を巻き取った。延伸糸の評価結果を表 1 に示す。

巻き取った延伸糸は実用上十分な強度を有しており、さらに 200 耐熱性のテストの結果からわかるように良好な耐熱性を有していた。

【0043】

(実施例 4)

PLLA と PDLA との重量割合を PLLA : PDLA = 60 / 40 としたこと以外は実施例 1 と同様の方法により延伸糸を作製した。延伸糸の評価結果を表 1 に示す。巻き取った延伸糸は実用上十分な強度を有しており、さらに 200 耐熱性のテストの結果からわかるように良好な耐熱性を有していた。

【0044】

(比較例 1)

PLLA と PDLA との重量割合を PLLA : PDLA = 100 / 0 とした (ホモポリ L - 乳酸チップを熔融紡糸に供した) こと以外は実施例 1 と同様の方法により延伸糸を作製した。延伸糸の評価結果を表 1 に示す。

巻き取った延伸糸は実用上十分な強度を有していたが、200 耐熱性のテストの結果からわかるように耐熱性が不十分であった。

【0045】

(比較例 2)

PLLA と PDLA との重量割合を PLLA : PDLA = 80 / 20 としたこと以外は実施例 1 と同様の方法により延伸糸を作製した。延伸糸の評価結果を表 1 に示す。

巻き取った延伸糸は実用上十分な強度を有していたが、200 耐熱性のテストの結果からわかるように耐熱性が不十分であった。

【0046】

(比較例 3)

紡糸速度 50 m / 分として未延伸糸を巻き取ること以外は実施例 1 と同様の方法で 84 dTex / 12 fil の未延伸糸を一旦巻き取った。この未延伸糸をそれぞれ 80 、 120 、 180 の 3 対のネルソンローラーを用いて、総延伸倍率 3.3 倍として 2 段延伸を行い延伸糸を巻き取った。延伸糸の評価結果を表 1 に示す。

巻き取った延伸糸は実用上十分な強度を有していたが、200 耐熱性のテストの結果からわかるように耐熱性が不十分であった。

【0047】

(比較例 4)

比較例 3 と同様にして延伸糸を巻き取った後、処理室内温度を 200 に調節した乾熱式オーブンをを用いて 5 分間の定長熱処理を行った。延伸糸の評価結果を表 1 に示す。

巻き取った延伸糸は、200 耐熱性のテストの結果からわかるように良好な耐熱性を有していたが、強度が1.8 cN / dTexと低く実用上不十分であった。

フロントページの続き

合議体

審判長 中田 とし子

審判官 細井 龍史

審判官 齊藤 真由美

(56)参考文献 特開昭63-264913(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

D01F6/62,6/92