

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 3 区分

【発行日】平成 21 年 2 月 12 日 (2009.2.12)

【公開番号】特開 2006-176772 (P2006-176772A)

【公開日】平成 18 年 7 月 6 日 (2006.7.6)

【年通号数】公開・登録公報 2006-026

【出願番号】特願 2005-364761 (P2005-364761)

【国際特許分類】

C 0 8 G 18/10 (2006.01)

D 0 1 F 6/70 (2006.01)

C 0 8 G 18/32 (2006.01)

【 F I 】

C 0 8 G 18/10

D 0 1 F 6/70 A

C 0 8 G 18/32 B

【手続補正書】

【提出日】平成 20 年 12 月 18 日 (2008.12.18)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

A) (1) 化学量論過剰の少なくとも 1 種のジイソシアネートと、
 (2) (i) (a) 少なくとも 1 5 0 0 D a の分子量を有し、0 . 0 3 meq/g またはそれ以下の平均不飽和度を有する少なくとも 1 種のポリオキシプロピレンジオール約 2 5 当量 % ~ 約 7 5 当量 %、および
 (b) 約 6 0 0 D a ~ 約 6 0 0 0 D a の分子量を有する少なくとも 1 種のポリテトラメチレンエーテルグリコール約 2 5 当量 % ~ 約 7 5 当量 %
 を含んでなるジオール成分、ならびに
 (i i) 任意の、イソシアネート基と反応性である少なくとも 1 つの官能基を有する 1 種またはそれ以上の他の物質を、(i) および (i i) の当量 % の合計が 1 0 0 当量 % になるように、含んでなるイソシアネート反応性成分との反応生成物である、
 約 2 . 2 5 % ~ 約 4 % の遊離イソシアネート基含量を有するイソシアネート末端プレポリマーを、
 B) (1) 少なくとも 1 種の非対称脂肪族および / または脂環式ジアミン (B) の合計当量に基づいて) 2 5 ~ 約 7 5 当量 %、および
 (2) 少なくとも 1 種の直鎖ジアミン
 を含んでなるジアミン連鎖延長剤と、
 C) 溶媒の存在下で、
 溶液反応させることによって製造されるセグメント化ポリウレタン / ウレア。

【請求項 2】

請求項 1 のポリウレタン / ウレアから紡糸されたスパンデックス繊維。

【請求項 3】

A) (1) 化学量論過剰のジイソシアネートと、
 (2) (i) (a) 1 5 0 0 D a を超える分子量を有し、0 . 0 3 meq/g 未満の平均不飽和度を有する少なくとも 1 種のポリオキシプロピレンジオール約 2 5 当量 % ~ 約 7 5 当量

%、および

(b) 少なくとも約 600 Da の分子量を有する少なくとも 1 種のポリテトラメチレンエーテルグリコール約 25 当量% ~ 約 75 当量%

を含んでなるジオール成分、ならびに

(ii) 任意の、イソシアネート基と反応性である少なくとも 1 つの官能基を有する 1 種またはそれ以上の他の物質を、(i) および (ii) の当量%の合計が 100 当量%になるように、含んでなるイソシアネート反応性成分との

反応生成物であり、約 2.25 ~ 約 4 % の遊離イソシアネート基含量を有するイソシアネート末端プレポリマーと、

B) (1) 非対称脂肪族および / または脂環式ジアミン (B) の合計当量に基づいて) 25 ~ 約 75 当量%、および

(2) 少なくとも 1 種の直鎖ジアミン

を含んでなるジアミン連鎖延長剤との

C) 溶媒

中での反応生成物であるポリウレタン / ウレアを紡糸することを含んでなるスパンデックス繊維の製造方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0004

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0004】

スパンデックスは、温不活性ガス、例えば空気、窒素または蒸気で充填されたカラムにまたは水性浴において、ポリウレタン溶液を、反応紡糸、熔融紡糸、乾式紡糸または湿式紡糸して、溶媒を除き、繊維を巻きとることによって、通常調製される。乾式紡糸は、ポリマー溶液を、紡績口金を通してシャフトに押し入れ、フィラメントを形成する方法である。加熱不活性ガスを、反応槽に流し、フィラメントがシャフトを通過する際に、フィラメントから溶媒を蒸発させる。得られたスパンデックスを、円筒状芯に巻き付けて、スパンデックス供給パッケージを形成することができる。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0007

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0007】

スパンデックスを製造するために使用される市販の好ましいポリマージオールは、ポリテトラメチレンエーテルグリコール (PTMEG) である。PTMEG は、室温で固体であり、極めて高い粘度を有するプレポリマー、特にジフェニルメタンジイソシアネート (MDI) プレポリマーを製造する。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0015

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0015】

スパンデックスおよびスパンデックス含有繊維および衣類は、良好な寸法安定性を有する繊維および繊維製品を提供し、仕上げ衣服に整形するために、通常、ヒートセットされる。しかしながら、ヒートセットには欠点がある。ヒートセットは、スパンデックスを含有するニットの弾性繊維製品を仕上げするために余分なコストがかかる。さらに、一般的なスパンデックスヒートセット温度は、敏感な対の系、例えばウール、綿、ポリプロピレン

および絹に悪影響を与えることがあり、それによって、より費用のかかる工程を要求する。また、熱に敏感な糸、例えばポリアクリルニトリル、ウールおよびアセテートからできた糸は、スパンデックスのヒートセット工程に使用できない。なぜなら、高いヒートセット温度が、そのような熱に敏感な糸に悪影響を与えるからである。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0017

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0017】

さまざまな方法が、スパンデックスのヒートセット効率を向上させ、それによってスパンデックスがヒートセットできる温度を低下させるために使用されてきた。例えば、US 特許5,539,037は、ヒートセット効率を上昇させるために、スパンデックス中に低い濃度のアルカリ金属カルボキシレートおよびチオシアネートを使用することを開示している。しかしながら、そのような塩は、繊維の処理工程で容易に溶解され、それによってその効果が低下する。

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0018

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0018】

US 特許6,403,682 B1は、スパンデックスが4級アミン添加剤を含有する、改良されたヒートセット効率を有するスパンデックスを開示している。しかしながら、報告されたすべてのヒートセット試験が、190で行われ、190は、スパンデックスが、綿繊維にダメージを与えることなしに、綿と共にヒートセットできる温度よりかなり高い。

【手続補正 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0021

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0021】

これらの特許文献の中に、コエキステンダー（共連鎖延長剤）を、ポリテトラメチレンエーテルグリコールおよび極端に低い不飽和ポリオキシプロピレンジオールとのブレンドに使用することを開示しているものはない。さらに、過剰量のコエキステンダーは、場合によって、過度に粘着性となり、スプールからのスムーズな離脱が困難になる。過剰量のコエキステンダーは、繊維の製造およびセット操作の間に接触するアルコール、染料、漂白剤および他の化学物質に対する繊維の耐薬品性も低下させることがある。

【手続補正 8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0022

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0022】

さまざまな種類のスパンデックスポリマーの調製における鎖延長工程のためのジアミンの混合物の使用は、既知である。

とりわけ、US 特許2,929,803 (Frazerら)、US 特許3,507,834 (Wittbecker)、US 特許3,549,596 (McMillin) および US 特許6,737,497 (Lawreyら) は、それぞれ、連鎖延長剤の混合物を、スパンデックス繊維を製造する際に使用してよいことを開示している。US 特許4,973,647 (Bretchら) は、PTMEGでスパンデックスを製造する際に、コエ

キステンダーとしての 2 - メチル - 1 , 5 - ペンタンジアミン 1 5 ~ 3 2 モル % の使用を開示している。

【手続補正 9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 2 5

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 2 5】

さらに、既知な有利な特性に加えて、低温でのヒートセット効率_がよく、同時にバランスよく他の物理的性質を備えた新規な改良されたポリエーテル系スパンデックス系に対する要求が、商業的に存在していた。

【特許文献 1】U S 特許 3,180,854

【特許文献 2】U S 特許 5,340,902

【特許文献 3】U S 特許 5,691,441

【特許文献 4】U S 特許 5,539,037

【特許文献 5】U S 特許 6,403,682 B1

【特許文献 6】U S 特許 5,981,686

【特許文献 7】U S 特許 5,000,899

【特許文献 8】U S 特許 5,948,875

【特許文献 9】U S 特許 2,929,803

【特許文献 1 0】U S 特許 3,507,834

【特許文献 1 1】U S 特許 3,549,596

【特許文献 1 2】U S 特許 6,737,497

【特許文献 1 3】U S 特許 4,973,647

【特許文献 1 4】U S 特許 6,472,494 B2

【特許文献 1 5】U S 特許 6,639,041 B2

【手続補正 1 0】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 3 0

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 3 0】

本発明の重要な特徴は、イソシアネート末端プレポリマーを鎖延長させるために、少なくとも 1 種の非対称脂肪族および / または脂環式ジアミンと、少なくとも 1 種の直鎖ジアミンとを含んでなる連鎖延長剤成分_を使用することである。脂肪族および / または脂環式ジアミンは、連鎖延長剤成分の合計当量に基づいて 2 5 ~ 約 7 5 当量 % の量で、好ましくは約 3 0 ~ 約 7 0 当量 %、最も好ましくは約 3 5 ~ 約 6 5 当量 % の量で存在すべきである。直鎖ジアミンは、通常、(連鎖延長剤成分の合計当量に基づいて) 約 2 5 ~ 7 5 当量 %、好ましくは約 3 0 ~ 約 7 0 当量 %、最も好ましくは約 3 5 当量 % ~ 約 6 5 当量 % の量で使用される。

【手続補正 1 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 3 1

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 3 1】

適した非対称脂肪族および / または脂環式連鎖延長剤の例としては、イソホロンジアミン、1, 2 - ジアミノプロパン、メチル - 1, 3 - ジアミノシクロヘキサン、1, 3 - ジアミノシクロヘキサン、2 - メチルペンタメチレンジアミン (Dytek A として Dupont から市販)、1, 4 - ジアミノ - 2 - メチルピペラジン、1, 4 - ジアミノ - 2, 5 - ジメチ

ルピペラジンおよびメチルビス - プロピルアミンが挙げられる。

適した直鎖アミン連鎖延長剤の例としては、エチレンジアミン、ヒドラジン、1, 3 - プロピレンジアミンおよびテトラメチレンジアミンが挙げられる。エチレンジアミンが最も好ましい。

【手続補正 1 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 3 2

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 3 2】

既知のあらゆる脂肪族および / または芳香族ジイソシアネートは、本発明で使用されるイソシアネート末端プレポリマーを製造するために使用されうる。好ましいイソシアネートとしては、直鎖脂肪族イソシアネート、例えば 1, 2 - エチレンジイソシアネート、1, 3 - プロピレンジイソシアネート、1, 4 - ブチレンジイソシアネート、1, 6 - ヘキシレンジイソシアネート、1, 8 - オクチレンジイソシアネート、1, 5 - ジイソシアナト - 2, 2, 4 - トリメチルペンタン、3 - オキソ - 1, 5 - ペンタンジイソシアネートなど；脂環式ジイソシアネート、例えばイソホロンジイソシアネート、シクロヘキサンジイソシアネート、好ましくは 1, 4 - シクロヘキサンジイソシアネート、完全水素化芳香族ジイソシアネート、例えば水素化テトラメチルキシレンジイソシアネート、水素化トルエンジイソシアネートおよび水素化メチレンジフェニレンジイソシアネート並びに芳香族ジイソシアネート、例えばトルエンジイソシアネート、特に 2, 4 - 異性体、メチレンジフェニレンジイソシアネート、特に 4, 4' - メチレンジフェニレンジイソシアネート (4, 4' - MDI)、テトラメチルキシレンジイソシアネートなどである。4, 4' - MDI が特に好ましい。