



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 600 14 408 T2 2005.11.17**

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 215 225 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **600 14 408.9**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/JP00/04000**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **00 937 306.9**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 00/78839**

(86) PCT-Anmeldetag: **19.06.2000**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **28.12.2000**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **19.06.2002**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **29.09.2004**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **17.11.2005**

(51) Int Cl.⁷: **C08G 63/06**
D01F 6/62

(30) Unionspriorität:

17241499	18.06.1999	JP
20583699	21.07.1999	JP
20583899	21.07.1999	JP
21037099	26.07.1999	JP
21658599	30.07.1999	JP
25991499	14.09.1999	JP
26472799	20.09.1999	JP
27308699	27.09.1999	JP
2000000609	06.01.2000	JP

(73) Patentinhaber:

Toray Industries, Inc., Tokio/Tokyo, JP

(74) Vertreter:

**Müller-Boré & Partner, Patentanwälte, European
Patent Attorneys, 81671 München**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT,
LI, LU, MC, NL, PT, SE**

(72) Erfinder:

**KAJIYAMA, Hiroshi, Hofu-shi, Yamaguchi
747-0823, JP; UEDA, Hideo, Hofu-shi, Yamaguchi
747-0822, JP; YOSHIDA, Hiroji, Okazaki-shi, Aichi
444-0244, JP; OGURA, Toichi, Tokai-shi, Aichi
476-0002, JP**

(54) Bezeichnung: **Polymilchsäureharz, daraus enthaltene Textilprodukte und Verfahren zur Herstellung von Textilprodukten**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Multifilament, das ein synthetisches Harz umfasst, wobei das synthetische Harz vorwiegend eine lineare Polymilchsäure umfasst, die 98 Mol-% oder mehr des L-Isomers enthält, sowie Verfahren zur Herstellung des Polymilchsäuremultifilaments.

[0002] Die heutzutage am häufigsten verwendeten Textilmaterialien umfassen synthetische Harze wie z.B. Polyester wie Polyethylenterephthalat und Polyamide wie Nylon-6 und Nylon-66.

[0003] Während diese synthetischen Harze dahingehend vorteilhaft sind, dass sie in einer Massenproduktion billig hergestellt werden können, weisen sie einige Probleme bezüglich ihrer Entsorgung auf. Ein Textil, das aus solchen synthetischen Harzen hergestellt ist, kann in der natürlichen Umgebung kaum zersetzt werden und durch eine Verbrennung wird eine hohe Verbrennungswärme erzeugt.

[0004] Unter diesen Bedingungen wurde die Verwendung biologisch abbaubarer synthetischer Harze wie z.B. Polycaprolacton und Polymilchsäure für Textilien vorgeschlagen. Obwohl diese Harze eine hervorragende biologische Abbaubarkeit aufweisen, sind sie verglichen mit nicht-abbaubaren synthetischen Harzen wie z.B. Polyethylenterephthalat und Nylon, die verbreitet verwendet wurden, nach wie vor nicht für praktische Anwendungen geeignet.

[0005] Diese Probleme sind ein schlechter Prozessdurchsatz während des Herstellungsprozesses (Spinnen bzw. Verspinnen, Ziehen, Falschdrahtzwirnen und dergleichen) und ungenügende Eigenschaften wie z.B. Zugfestigkeit und prozentuale Dehnung der Textilprodukte verglichen mit herkömmlichen synthetischen Fasern.

[0006] Die EP 0 990 678 A2 beschreibt eine Harzzusammensetzung, die (A) eine Polymilchsäure und (B) ein aliphatisches Polyestercarbonat umfasst, wobei das Mischungsverhältnis der Polymilchsäure (A) und des aliphatischen Polyestercarbonats (B) bezogen auf das Gewichtsverhältnis (A)/(B) 95/5 bis 5/95 beträgt.

[0007] Die Erfinder der vorliegenden Erfindung haben intensive Untersuchungen bezüglich der physikalischen und chemischen Eigenschaften von Polymilchsäure durchgeführt und Polymilchsäureharze untersucht, die zur Verwendung in Textilprodukten besonders gut geeignet sind. Es wurden auch Polymilchsäure-Textilprodukte, die eine hervorragende Produktivität und günstige Eigenschaften aufweisen, unter Verwendung von Polymilchsäure mit ausgewählten Eigenschaften geschaffen, sowie ein Verfahren zur Herstellung der Textilprodukte. Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Bereitstellung eines Multifilaments mit hoher Produktivität, das zu praktisch akzeptablen Textilprodukten führt, und das Polymilchsäure mit hervorragenden Eigenschaften zur Verwendung in Textilien umfasst.

[0008] Die vorstehend genannte Aufgabe wird durch ein Multifilament gelöst, das ein synthetisches Harz umfasst, wobei das synthetische Harz ein lineares Polymilchsäureharz ist, das 98 Mol% oder mehr des L-Isomers, einen Zinngehalt (Sn-Gehalt) von 0 bis 30 ppm, einen Gehalt an Monomer von 0 bis 0,5 Gew.-% und eine relative Viskosität η_{rel} von 2,7 bis 3,9 aufweist. Die vorliegende Erfindung stellt auch Verfahren zur Herstellung des Polymilchsäure-Multifilaments bereit.

Polymilchsäureharz

[0009] Als erstes wird das Polymilchsäureharz beschrieben, das für das erfindungsgemäße Multifilament verwendet wird.

[0010] Das Polymilchsäureharz, das für das erfindungsgemäße Multifilament verwendet wird, umfasst ein lineares Polymilchsäureharz, das 98 Mol-% oder mehr des L-Isomers, einen Sn-Gehalt von 0 bis 30 ppm, einen Gehalt an Monomer von 0 bis 0,5 Gew.-% und eine relative Viskosität η_{rel} von 2,7 bis 3,9 aufweist.

[0011] Die Polymilchsäure, die in der vorliegenden Erfindung verwendet wird, weist eine lineare Struktur oder im Wesentlichen keine verzweigte Struktur auf. Während der Polymerisation von Polymilchsäure wurde herkömmlich eine geringe Menge eines Verzweigungsmittels zugesetzt, um die Schmelzviskosität und den Polymerisationsgrad zu verbessern. Es wurde jedoch durch die Erfinder der vorliegenden Erfindung bestätigt, dass die verzweigte Struktur des Harzausgangsmaterials zur Herstellung der Polymilchsäurefasern verglichen mit der Herstellung herkömmlicher Polyesterfasern einen sehr viel negativeren Effekt auf die Spinnverarbeitungseffizienz aufweist. Mit anderen Worten: Selbst eine geringe Menge der verzweigten Struktur beeinflusst in nachteiliger Weise die Spinnverarbeitungseffizienz von Polymilchsäure, wobei die erhaltene Faser zudem eine

niedrige Zugfestigkeit aufweist.

[0012] Um die verzweigte Struktur auszuschließen, wird empfohlen, dass die Chemikalien, die in dem Polymermaterial verzweigte Strukturen hervorrufen, wie z.B. drei- oder vierwertige Alkohole und Carbonsäuren, nicht verwendet werden. Wenn diese Chemikalien aus anderen Gründen verwendet werden müssen, sollte die verwendete Menge innerhalb eines möglichst kleinen Bereichs beschränkt werden, so dass die Spinnverarbeitungseffizienz nicht nachteilig beeinflusst wird.

[0013] Obwohl die in der vorliegenden Erfindung verwendete Polymilchsäure von einem Ausgangsmaterial wie L-Milchsäure oder D-Milchsäure abgeleitet ist, oder von L-Lactid oder D-Lactid als Milchsäure-Dimer, oder von Mesolactid, ist es essentiell, dass der Anteil des L-Isomers 98 Mol-% oder mehr beträgt. Dies ist darauf zurückzuführen, dass ein erhöhter Anteil des D-Isomers das Polymer amorph macht und die Kristallorientierung beim Spinn- und Ziehprozess nicht fortschreitet, wodurch die Eigenschaften der erhaltenen Faser verschlechtert werden. Insbesondere nimmt die Zugfestigkeit bei einem übermäßigen Kontraktionsverhältnis in siedendem Wasser beträchtlich ab, so dass die Faser nicht praktisch anwendbar ist.

[0014] Die Polymilchsäure, die in der vorliegenden Erfindung verwendet wird, muss einen Sn-Gehalt in dem Polymer von 0 bis 30 ppm, vorzugsweise von 0 bis 20 ppm aufweisen. Während ein Katalysator mit Sn-Gehalt als Polymerisationskatalysator für Polymilchsäure verwendet wird, führt ein Gehalt von mehr als 30 ppm während des Spinnprozesses zu einer Depolymerisation, so dass der Filtrationsdruck an der Düse in einem kurzen Zeitraum zunehmen kann, wodurch die Spinnverarbeitungseffizienz beträchtlich vermindert wird.

[0015] Zur Verminderung des Sn-Gehalts kann die Anwendungsmenge für die Polymerisation vermindert werden oder Späne können mit einem geeigneten Lösungsmittel gewaschen werden.

[0016] Die Polymilchsäure, die in der vorliegenden Erfindung verwendet wird, enthält 0,5 Gew.-%, vorzugsweise 0,3 Gew.-% oder weniger und insbesondere 0 bis 0,2 Gew.-% Monomere. Das Monomer, wie es in der vorliegenden Erfindung definiert ist, ist eine Komponente mit einem Molekulargewicht von 1000 oder weniger, berechnet aus einem GPC-Test. Ein Monomergehalt von mehr als 0,5 Gew.-% verursacht eine beträchtliche Verminderung der Verarbeitungseffizienz, da die Beständigkeit der Polymilchsäure aufgrund der Wärmezersetzung der Monomerkomponente abnimmt.

[0017] Zur Verminderung des Monomergehalts in Polymilchsäure werden nicht umgesetzte Monomere durch Evakuieren des Reaktionsbehälters unmittelbar vor dem Abschluss der Polymerisationsreaktion entfernt, polymerisierte Späne werden mit einem geeigneten Lösungsmittel gewaschen oder Polymilchsäure wird durch eine Festphasenpolymerisation hergestellt.

[0018] Die Polymilchsäure, die in der vorliegenden Erfindung verwendet wird, hat vorzugsweise ein Gewichtsmittel des Molekulargewichts M_w von 120000 bis 220000 und ein Zahlenmittel des Molekulargewichts M_n von 60000 bis 110000. Während das Molekulargewicht in diesem Bereich ein hervorragendes Spinnvermögen und eine ausreichende Zugfestigkeit bereitstellt, verursacht ein Molekulargewicht außerhalb dieses Bereichs eine starke Abnahme des Molekulargewichts während des Spinnens, so dass keine ausreichende Zugfestigkeit erhalten werden kann.

[0019] Die Polymilchsäure, die in der vorliegenden Erfindung verwendet wird, hat eine relative Viskosität η_{rel} von 2,7 bis 3,9. Eine relative Viskosität, die unter diesem Bereich liegt, führt zu einer Verminderung der Wärmebeständigkeit des Polymers und dazu, dass keine ausreichende Festigkeit erreicht werden kann, während eine relative Viskosität über diesem Bereich eine erhöhte Spinntemperatur erfordert, so dass während des Spinnprozesses eine Wärmezersetzung verursacht wird.

[0020] Eine relative Viskosität mit einem geringeren Verminderungsverhältnis während des Spinnprozesses ist günstig und das bevorzugte Verminderungsverhältnis der relativen Viskosität beträgt für das Spinnen von Multifilamenten 7% oder weniger. Ein Verminderungsverhältnis von 7% oder weniger führt im Wesentlichen zu keiner Zersetzung des Polymers während des Spinnens, zu einem guten Spinnvermögen, ohne dass während des Spinnens gerissene Fasern erzeugt werden, und ermöglicht eine besonders hohe Zugfestigkeit im Zugprozess.

[0021] Für die praktische Herstellung ist es bevorzugt, dass die erzeugte Faser eine Zugfestigkeit von 3,5 cN/dtex oder mehr aufweist.

[0022] Die erfindungsgemäße Polymilchsäurefaser ist ein Multifilament.

[0023] Die erfindungsgemäße Faser kann mit einem bekannten Schmelzspinnverfahren erhalten werden.

[0024] Eine biologisch abbaubare Faser mit hervorragender Verarbeitungseffizienz und hervorragenden Eigenschaften des Textils kann durch Herstellen der Polymilchsäurefaser unter Verwendung des vorstehend definierten Harzes erhalten werden. Die Polymilchsäurefaser weist physikalische Eigenschaften wie z.B. eine Zugfestigkeit, ein Zugverhältnis und ein Kontraktionsverhältnis in siedendem Wasser auf, die mit herkömmlichen Polyester- und Nylonfasern vergleichbar sind, wobei die Faser eine hervorragende Wärmebeständigkeit ohne Verminderung des Spinnvermögens aufweist, die Spinnöse eine ausreichend lange Gebrauchsdauer aufweist und die Fasern frei von Reißen und Flusenbildung sind.

[0025] Die vorliegende Erfindung wird nachstehend detaillierter unter Bezugnahme auf Beispiele beschrieben. Als erstes wird die Analyse der Eigenschaften des Polymers beschrieben.

Molekulargewicht/Monomergehalt

[0026] Proben wurden in Chloroform in einer Konzentration von 10 mg/ml gelöst und Mw und Mn wurden mit einem GPC-Test unter Verwendung eines Waters LC Modell I Plus gemessen, das mit einem RI-Detektor ausgestattet war. Polystyrol wurde als Standardsubstanz für das Molekulargewicht verwendet.

[0027] Die Anteile des Monomers in dem Polymer wurden aus dem Anteil der Komponente mit einem Molekulargewicht von 1000 oder weniger berechnet.

Relative Viskosität

[0028] Die Proben wurden in einem Mischlösungsmittel aus Phenol/Tetrachlorethan = 60/40 (Gewichtsverhältnis) in einer Konzentration von 1 g/dl gelöst und die relative Viskosität wurde bei 20°C unter Verwendung eines Ubbelohde-Viskositätsrohrs gemessen.

Sn-Gehalt

[0029] Die Probe (0,5 g) wurde mit einem Nassverfahren unter Verwendung von Schwefelsäure/Salpetersäure verascht. Die Veraschungsprobe wurde mit Wasser so verdünnt, dass eine 50 ml-Probenlösung erhalten wurde und der Sn-Gehalt wurde unter Verwendung eines ICP-Emissionsspektrometers SRS 1500VR gemessen, das von Seiko Instruments Inc. hergestellt worden ist.

[0030] Die Spinnverarbeitungseffizienz und die Fasereigenschaften wurden wie folgt gemessen und bewertet.

Bewertung des Spinnvermögens - 1

[0031] Durch Schmelzspinnen wurde ein 7-tägiges kontinuierliches Spinnen durchgeführt. Das Auftreten von gerissenen Fasern wurde in drei Stufen bewertet (A, B und C), wie es nachstehend gezeigt ist:

- A: In 7 Tagen trat kein Reißen von Fasern auf;
- B: In 7 Tagen waren ein- oder zweimal Fasern gerissen; und
- C: In 7 Tagen waren dreimal oder häufiger Fasern gerissen.

Bewertung des Spinnvermögens - 2

[0032] Die Gebrauchsdauer der Spinnöse wurde bezüglich der Anzahl der Tage bewertet, nach denen die Spinnöse durch eine Zunahme des Filtrationsdrucks während des 7-tägigen kontinuierlichen Spinnens gewechselt werden musste.

Bewertung des Spinnvermögens - 3

[0033] Das Auftreten gerissener Fasern in dem Zugprozess wurde in drei Stufen A, B und C bewertet:

- A: In 7 Tagen trat kein Reißen von Fasern auf;
- B: In 7 Tagen waren ein- oder zweimal Fasern gerissen; und
- C: In 7 Tagen waren dreimal oder häufiger Fasern gerissen.

Messung der Zugfestigkeit und der prozentualen Dehnung

[0034] Unter Verwendung eines Zugfestigkeitstestgeräts, das von Shimadzu Co. hergestellt worden ist, wurde ein Zugtest bei einer Geschwindigkeit von 20 cm/min unter Verwendung einer Probe mit einer Länge von 20 cm durchgeführt und die Zugfestigkeit und die prozentuale Dehnung wurden als Reißfestigkeit bzw. als Dehnungsgrenze gemessen.

Kontraktionsverhältnis in siedendem Wasser

[0035] Ein 200 mg-Gewicht wurde an eine Probe mit einer Anfangslänge von 50 cm gehängt und die Probe wurde 15 min in siedendes Wasser eingetaucht, worauf 5 min an der Luft getrocknet wurde. Das Kontraktionsverhältnis in siedendem Wasser wurde aus der folgenden Gleichung bestimmt:

Kontraktionsverhältnis (%) = (ursprüngliche Probenlänge – Probenlänge nach der Kontraktion)/(ursprüngliche Probenlänge) × 100

Flusenbildung

[0036] Die Flusenbildung nach dem Haspeln der gezogenen Faser wurde mit den folgenden zwei Stufen bewertet (und x).

:Keine Flusenbildung; und

x: Flusenbildung.

Produktivität des Filaments

[0037] Die Gesamtbewertungen des Filaments wurden in drei Stufen A, B und C unter Berücksichtigung der Bewertung des Spinnvermögens 1, 2 und 3 und der Flusenbildung vorgenommen:

A: Sehr gut

B: Gut

C: Schlecht

Viskositätsabnahmerate während des Spinnens

[0038] Die relative Viskosität (η_{rel}) des Filaments, das aus der Spinnndüse extrudiert worden ist, wurde gemessen, und die Viskositätsabnahmerate während des Spinnens wurde aus der folgenden Gleichung bestimmt. Die Verweilzeit des geschmolzenen Polymers betrug in diesem Beispiel etwa 10 min.

Viskositätsabnahmerate während des Spinnens (%) = [(Relative Viskosität des Polymers – relative Viskosität des Filaments)/relative Viskosität des Polymers] × 100

Polymerisation des Polymers

[0039] L-Lactid oder D-Lactid als Ausgangsmaterial wurde unter Verwendung von Zinnoctylat als Polymerisationskatalysator durch einen herkömmlichen Polymerisationsschritt zu Polymilchsäure polymerisiert. Die Polymerisation wurde auch durch Zugabe von 0,1 Mol-% Trimellithsäure als Vernetzungsmittel durchgeführt (Vergleichsbeispiel 10). Während das erhaltene Polymer anschließend einer Festphasenpolymerisation bei 135°C unterworfen wurde, um die Menge der restlichen Monomere zu vermindern, wurde die Festphasenpolymerisation zum Vergleich bei einem Teil der Proben nicht durchgeführt.

Spinnen

[0040] Filamente mit 84 dtex/24f wurden mit einem herkömmlichen Filamentverfahren des Spinnens und Ziehens durch Extrudieren des geschmolzenen Harzes durch eine Spinnndüse mit einem Spinnlochdurchmesser von 0,25 mm und 24 Spinnlöchern in Luft erhalten. Der Spinntest wurde 7 Tage lang durchgeführt, um das Spinnvermögen, die Gebrauchsdauer der Düse und die Flusenbildung während des Ziehens zu bewerten.

Referenzbeispiele 1-1 und 1-2 und Vergleichsbeispiele 1-1 bis 1-5

[0041] Die Tabelle 1-1 zeigt die Änderungen des Spinnvermögens, der Gebrauchsdauer der Düse und

der Flusenbildung während des Ziehens, wenn der Sn-Gehalt in dem Polymer geändert wird, und die Ergebnisse der Faserqualität.

[0042] In den Vergleichsbeispielen 1-1 bis 1-3 wurde das Polymer aufgrund des besonders großen Sn-Gehalts (Menge des restlichen Katalysators) während des Spinnens depolymerisiert. Folglich wurde die Viskosität während des Spinnschritts stark vermindert, so dass ein Spinnen sehr schwierig war. Darüber hinaus betrug die Gebrauchslbensdauer der Düse nur einen Tag, während des Spinnschritts trat aufgrund einer großen Viskositätsabnahmerate während des Zugschritts eine ziemlich starke Flusenbildung auf und die erhaltene Faser hatte eine ziemlich schlechte Zugfestigkeit von 2,6 cN/dtex oder weniger, so dass die Faser nicht für praktische Zwecke verwendet werden konnte.

[0043] Während die Viskositätsabnahmerate im Vergleichsbeispiel 1-4 auf 17,6% verbessert wurde, betrug die Gebrauchslbensdauer der Düse lediglich drei Tage. Obwohl die Flusenbildung während des Ziehens ebenfalls verbessert wurde, war die Faser für eine praktische Anwendung ungeeignet, da eine praktische Zugfestigkeit der Faser von 3,5 cN/dtex nicht erreicht wurde.

[0044] Im Vergleichsbeispiel 1-5 war die Gebrauchslbensdauer der Düse auf sechs Tage erhöht und die Zugfestigkeit der Faser erreichte ein praktisches Niveau von 3,5 cN/dtex oder mehr, da die Viskositätsabnahmerate während des Spinnens auf 12,3% verbessert war. Die Verbesserung der Flusenbildung war jedoch nach wie vor unzureichend, da das Harz einen hohen Sn-Gehalt von 35 ppm aufwies.

[0045] In den Referenzbeispielen 1-1 und 1-2 hatte die Viskositätsabnahmerate einen geringen Wert von 5,0% und das Spinnvermögen, die Gebrauchslbensdauer der Düse und die Flusenbildung während des Ziehens waren ganz hervorragend, da der Sn-Gehalt in dem Harz 30 ppm oder weniger betrug. Die Zugfestigkeit des erhaltenen Filaments war ebenfalls hervorragend und hatte einen Wert von 4,0 cN/dtex oder mehr. Insbesondere da die Viskositätsabnahmerate während des Spinnens 7% oder weniger betrug, war der Grad der Polymerzerersetzung während des Spinnprozesses gering und während des Spinnprozesses trat kein Reißen von Fasern auf, wodurch als Ergebnis der hohen Zugfestigkeit während des Zugverfahrens ein gutes Spinnvermögen ermöglicht wurde.

Tabelle 1-1

Nr. 1-	Vergleichsbeispiel					Referenzbeispiel	
	1	2	3	4	5	1	2
Sn-Gehalt (ppm)	824	412	82	62	35	26	17
Relative Viskosität des Polymers (η_{rel})	2,96	2,95	2,97	2,94	3,00	2,93	2,98
Monomergehalt (Gew.-%)	0,26	0,23	0,25	0,24	0,26	0,26	0,25
verzweigte Struktur	keine	keine	keine	keine	keine	keine	keine
L-Isomer (Mol-%)	96,4	97,0	96,6	95,5	97,1	97,8	96,4
Spinntemperatur (°C)	230	230	230	230	230	230	230
Viskositätsabnahmerate während des Spinnens (%)	73,6	64,3	52,3	17,6	12,3	5,0	3,6
Spinnvermögen 1	C	C	C	C-B	B	A	A
Spinnvermögen 2	1	1	1	3	6	≥7	≥7
Spinnvermögen 3	C	C	C	C-B	B	A	A
Flusen	x	x	x		x-		
Produktivität des Filaments	C	C	C	C-B	B	A	A
Zugfestigkeit (cN/dtex)	1,78	1,87	2,23	3,14	3,76	4,38	4,53
Dehnung (%)	26,3	27,3	28,3	28,6	30,3	29,3	28,6
Kontraktionsverhältnis in siedendem Wasser (%)	13,4	15,6	14,6	15,3	11,6	11,2	10,5

Beispiele 1-1 und 1-2 und Vergleichsbeispiele 1-6 bis 1-9

[0046] Die Tabellen 1-2 und 1-3 zeigen die Änderungen des Spinnvermögens, der Gebrauchslbensdauer der Düse und Flusenbildung während des Ziehens, wenn der Monomergehalt in dem Polymer geändert wird, und die Ergebnisse der Faserqualität.

[0047] In den Vergleichsbeispielen 1-6 bis 1-8 wurde das Harz aufgrund des besonders großen Monomergehalts in dem Polymer während des Spinnens wärmezersetzt. Das Spinnen war aufgrund der starken Abnahme der Viskosität des Polymers während des Spinnens ziemlich schwierig, die Gebrauchslbensdauer der Düse betrug nur einen Tag, und während des Zugprozesses wurde eine große Menge von Flusen gebildet. Das erhaltene Filament hatte eine schlechte Faserqualität mit einer Zugfestigkeit von weniger als 3,5 cN/dtex, so dass das Filament nicht praktisch verwendet werden konnte.

[0048] Der Monomergehalt war im Vergleichsbeispiel 1-9 ebenfalls hoch und das Harz konnte nicht praktisch verwendet werden, da die Gebrauchslbensdauer der Düse lediglich 5 Tage betrug.

[0049] Die Viskositätsabnahmerate während des Spinnens war in den Beispielen 1-1 und 1-2 auf 5% oder weniger verbessert worden, da die Wärmezersetzung durch Vermindern des Monomergehalts auf 0,5 Gew.-% oder weniger unterdrückt werden konnte. Zusätzlich zu einer hohen Zugfestigkeit der erhaltenen Faser von 4,0 cN/dtex oder mehr waren auch das Spinnvermögen, die Gebrauchslbensdauer der Düse und Flusenbildung während des Ziehens günstig.

Tabelle 1-2

Nr. 1-	Vergleichsbeispiel			
	6	7	8	9
Monomergehalt (Gew.-%)	10,2	5,76	3,46	0,98
Relative Viskosität des Polymers (η_{rel})	2,96	2,89	2,92	3,02
verzweigte Struktur	keine	keine	keine	keine
Sn-Gehalt (ppm)	18	19	18	17
L-Isomer (Mol-%)	95,4	96,0	95,6	96,5
Spinntemperatur (°C)	230	230	230	230
Viskositätsabnahmerate während des Spinnens (%)	25	20	15	10
Spinnvermögen 1	C	C	C	B
Spinnvermögen 2	1	1	2	5
Spinnvermögen 3	C	C	C	B
Flusen	x	x	x	x-
Produktivität des Filaments	C	C	C	C-B
Zugfestigkeit (cN/dtex)	2,67	2,75	3,29	3,25
Dehnung (%)	26,8	26,4	27,9	28,9
Kontraktionsverhältnis in siedendem Wasser (%)	12,4	14,6	13,2	12,3

Tabelle 1-3

Nr. 1-	Beispiel	
	1	2
Monomergehalt (Gew.-%)	0,26	0,15
Relative Viskosität des Polymers (η_{rel})	2,98	3,02
verzweigte Struktur	keine	keine
Sn-Gehalt (ppm)	21	16
L-Isomer (Mol-%)	98,4	98,4
Spinntemperatur (°C)	230	230
Viskositätsabnahmerate während des Spinnens (%)	2	1,5
Spinnvermögen 1	A	A
Spinnvermögen 2	≥ 7	≥ 7
Spinnvermögen 3	A	A
Flusen		
Produktivität des Filaments	A	A
Zugfestigkeit (cN/dtex)	4,58	4,68
Dehnung (%)	29,6	30,6
Kontraktionsverhältnis in siedendem Wasser (%)	10,9	9,8

Multifilament

[0050] Nachstehend wird das erfindungsgemäße Multifilament beschrieben.

[0051] Das erfindungsgemäße Multifilament umfasst ein synthetisches Harz, wobei das synthetische Harz eine lineare Polymilchsäure ist, die 98 Mol-% oder mehr des L-Isomers, einen Sn-Gehalt von 0 bis 30 ppm, 0 bis 0,5 Gew.-% Monomere und eine relative Viskosität von 2,7 bis 3,9 aufweist.

[0052] Die bevorzugten Ausführungsformen umfassen die folgenden Merkmale:

- (a) Ein Multifilament mit einer Zugfestigkeit von 3,9 cN/dtex oder mehr, einem Kontraktionsverhältnis in siedendem Wasser von 12% oder weniger, einer Doppelbrechung (Δn) von 0,025 oder mehr und einer Wärmespannungsspeaktemperatur von 85°C oder mehr, und
- (b) ein Multifilament mit einem Inert von 3,0 oder weniger und einem Kontraktionsverhältnis in siedendem Wasser von 12% oder weniger.

[0053] Das Verfahren zur Herstellung des erfindungsgemäßen Multifilaments umfasst die zwei folgenden Alternativen:

- (1) Ein Verfahren zur Herstellung des Polymilchsäuremultifilaments unter Verwendung der vorstehend definierten Polymilchsäure, das die Schritte des Spinnens bei einer Geschwindigkeit von 3000 m/min oder mehr bis 5000 m/min oder weniger, des Ziehens bei einem Zugverhältnis von 1,3 oder mehr bei einer Zugtemperatur von 100 bis 125°C und des Thermofixierens bei 125 bis 150°C umfasst, und
- (2) ein Verfahren zur Herstellung des Polymilchsäuremultifilaments unter Verwendung der vorstehend definierten Polymilchsäure, das die Schritte des Ziehens des resultierenden Multifilaments zwischen einer Walzenheizvorrichtung (1) und einer Walzenheizvorrichtung (2) und des Thermofixierens an der Walzenheizvorrichtung (2) umfasst.

[0054] Bei dem herkömmlichen Verfahren wird die biologisch abbaubare Polymilchsäurefaser durch Spinnen bei einer niedrigen Geschwindigkeit von 3000 m/min oder weniger und anschließend Ziehen hergestellt. Obwohl die japanischen Patentanmeldungen mit den Offenlegungsnummern 7-216646 und 7-133569 z.B. ein Herstellungsverfahren beschreiben, bei dem eine nicht-gezogene Polymilchsäurefaser, die bei einer Geschwindigkeit von 1000 m/min oder weniger gesponnen wird, gehaspelt wird, und in dem Ziehschritt eine orientierte Faser erhalten wird, ist in dem vorstehend beschriebenen Verfahren eine Copolymerisation von Polyethylenglycol erforderlich.

[0055] Die Verarbeitungseffizienz des Herstellungsverfahrens kann jedoch durch das vorstehend beschriebene Verfahren kaum verbessert werden und es war unmöglich, physikalische und chemische Eigenschaften und

eine Verarbeitungseffizienz zu erhalten, die mit denjenigen der Fasern vergleichbar wären, die aus herkömmlichen (nicht biologisch abbaubaren) synthetischen Harzen hergestellt sind.

[0056] Die Erfinder der vorliegenden Erfindung haben die chemischen und physikalischen Eigenschaften von Polymilchsäure als Ausgangsmaterial der Faser sehr genau untersucht und waren dahingehend erfolgreich, ein Polymilchsäuremultifilament mit Eigenschaften wie Zugfestigkeit, prozentuale Dehnung und Kontraktionsverhältnis in siedendem Wasser bereitzustellen, die mit denjenigen von Polyester- und Nylonfasern vergleichbar sind, und die auch mit einer Nachbearbeitung wie z.B. Weben, Verstricken und Färben wie bei Polyester- und Nylonfasern kompatibel sind, und zwar durch die Verwendung einer Polymilchsäure mit ausgewählten Eigenschaften und durch die Untersuchung der Schritte des Spinnens und Ziehens.

[0057] Die Polymilchsäure, die in der vorliegenden Erfindung verwendet wird, weist eine lineare Struktur oder eine im Wesentlichen unverzweigte Struktur auf. Es wurde herkömmlich vorgeschlagen, bei der Polymerisation von Polymilchsäure eine geringe Menge eines Verzweigungsmittels zuzusetzen, um die Schmelzviskosität und den Polymerisationsgrad zu verbessern. Es wurde jedoch durch die Erfinder der vorliegenden Erfindung bestätigt, dass die verzweigte Struktur des Harzausgangsmaterials zur Herstellung der Polymilchsäurefasern verglichen mit herkömmlichen Polyesterfasern einen sehr viel negativeren Effekt auf die Spinnverarbeitungseffizienz aufweist. Eine Polymilchsäure, die auch nur eine geringe Menge der verzweigten Struktur aufweist, hat eine geringere Zugfestigkeit als eine Polymilchsäure, die keine verzweigte Struktur enthält.

[0058] Um die verzweigte Struktur auszuschließen, wird empfohlen, keine Mittel wie z.B. drei- oder vierwertige Alkohole und Carbonsäuren zu verwenden, welche die verzweigte Struktur in dem Polymermaterial verursachen. Wenn die Komponenten, welche die vorstehend beschriebene Struktur aufweisen, aus bestimmten Gründen verwendet werden müssen, sollte die verwendete Menge auf eine minimale essentielle Menge beschränkt werden, welche die Spinnverarbeitungseffizienz, wie z.B. das Reißen der Fasern, nicht beeinflusst.

[0059] Während die Polymilchsäure, die in der vorliegenden Erfindung verwendet wird, L-Milchsäure oder D-Milchsäure oder L-Lactid oder D-Lactid als Milchsäuredimer umfasst, ist es entscheidend, dass die Milchsäure 98 Mol-% oder mehr des L-Isomers umfasst. Dies ist darauf zurückzuführen, dass das Polymer amorph wird, wenn der Anteil des D-Isomers zunimmt und die Kristallorientierung bei den Schritten des Spinnens und Ziehens gehemmt wird, wodurch die Eigenschaften der erhaltenen Faser schlecht werden. Insbesondere verschlechtert sich die Zugfestigkeit sehr stark, während das Kontraktionsverhältnis in siedendem Wasser übermäßig stark ansteigt, so dass die praktische Anwendung der Faser unmöglich wird.

[0060] Die Polymilchsäure, die in der vorliegenden Erfindung verwendet wird, weist einen Sn-Gehalt von 0 bis 30 ppm, vorzugsweise von 0 bis 20 ppm auf. Während ein Katalysator auf Sn-Basis als Polymerisationskatalysator für Polymilchsäure verwendet wird, führt eine Sn-Menge von mehr als 30 ppm während des Spinnens zu einer Depolymerisation, so dass der Düsendruck schnell zunimmt und die Spinnverarbeitungseffizienz sehr stark vermindert wird.

[0061] Zur Verminderung des Sn-Gehalts wird die Sn-Menge, die für die Polymerisation verwendet wird, auf einen möglichst geringen Wert vermindert, oder die Späne werden mit einem geeigneten Lösungsmittel gewaschen.

[0062] Der Monomergehalt in der Polymilchsäure, die in der vorliegenden Erfindung verwendet wird, beträgt 0,5 Gew.-% oder weniger, vorzugsweise 0,3 Gew.-% oder weniger und insbesondere 0 oder 0,2 Gew.-% oder weniger. Das Monomer, wie es in der vorliegenden Erfindung definiert ist, bezieht sich auf eine Komponente mit einem Molekulargewicht von 1000 oder weniger, gemessen mittels GPC-Analyse. Wenn der Monomergehalt 0,5 Gew.-% übersteigt, verschlechtert sich die Verarbeitungseffizienz der Faser aufgrund eines Reißens der Fasern in den Schritten des Spinnens und Ziehens. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die Monomerkomponente durch Wärme zersetzt wird, so dass die Wärmebeständigkeit der Polymilchsäure vermindert wird.

[0063] Zur Verminderung des Monomergehalts in Polymilchsäure können nicht umgesetzte Monomere durch Evakuieren des Reaktionsbehälters unmittelbar vor dem Abschluss der Polymerisationsreaktion entfernt werden, polymerisierte Späne können mit einer geeigneten Flüssigkeit gewaschen werden oder Polymilchsäure wird durch eine Festphasenpolymerisation hergestellt.

[0064] Die Polymilchsäure, die in der vorliegenden Erfindung verwendet wird, hat vorzugsweise ein Gewichtsmittel des Molekulargewichts M_w von 120000 bis 220000, mehr bevorzugt von 130000 bis 160000. Polymilchsäure, die in der vorliegenden Erfindung verwendet wird, hat vorzugsweise auch ein Zahlenmittel des Moleku-

largewichts Mn von 60000 bis 110000, mehr bevorzugt von 70000 bis 90000. Während mit einem Molekulargewicht in diesem Bereich ein hervorragendes Spinnvermögen und eine ausreichende Zugfestigkeit erhalten werden kann, kann bei einem Molekulargewicht, das so niedrig ist, dass es außerhalb dieses Bereichs liegt, keine ausreichend hohe Zugfestigkeit erhalten werden, da das Molekulargewicht sehr stark vermindert wird.

[0065] Die Polymilchsäure, die in der vorliegenden Erfindung verwendet wird, hat eine relative Viskosität von 2,7 bis 3,9. Eine relative Viskosität, die unter diesem Bereich liegt, führt dazu, dass die Wärmebeständigkeit des Polymers schlecht wird, während eine relative Viskosität über diesem Bereich eine erhöhte Spinntemperatur erfordert, so dass während des Spinnens eine Wärmezersetzung verursacht wird. Die bevorzugte relative Viskosität liegt im Bereich von 2,9 bis 3,3.

[0066] Ein geringeres Verminderungsverhältnis der relativen Viskosität des Multifilaments während des Spinnens ist bevorzugt und das Verminderungsverhältnis beträgt z.B. vorzugsweise 0 oder 7% oder weniger, bezogen auf das Polymer. Das Verminderungsverhältnis von 0 oder 7% oder weniger verursacht im Wesentlichen keine Zersetzung des Polymers während des Spinnens, führt zu einem guten Spinnvermögen, ohne dass ein Reißen von Fasern während des Spinnens verursacht wird, und ermöglicht, dass die Zugfestigkeit in dem Schritt des Ziehens besonders hoch ist.

[0067] Das erfindungsgemäße Multifilament weist vorzugsweise eine Zugfestigkeit von 4,0 cN/dtex oder mehr auf, da dann während jedes Verarbeitungsschritts kein Reißen von Fasern auftritt. Zur Erhöhung der Zugfestigkeit auf 4,0 cN/dtex oder mehr ist eine Doppelbrechung von 0,030 oder mehr erforderlich.

[0068] Die Wärmespannungsspeaktemperatur des Multifilaments beträgt vorzugsweise 85°C oder mehr, mehr bevorzugt 90°C oder mehr, um eine Ermüdung einer Färbung zu verhindern, wenn das Multifilament unter Atmosphärendruck gefärbt wird. Eine Wärmespannungsspeaktemperatur von 85°C oder mehr ist bevorzugt, da der Ermüdungsgrad des Farbstoffs vermindert wird.

[0069] Das Multifilament weist vorzugsweise einen Inert von 3% oder weniger in dem erfindungsgemäßen Multifilament auf, das eine lineare Polymilchsäure umfasst, die 98 Mol-% oder mehr des L-Isomers, 0 bis 30 ppm Sn und 0 bis 0,5 Gew.-% Monomere umfasst und eine relative Viskosität von 2,7 bis 3,9 aufweist. Ein Gehalt an Inert von 3% oder weniger ist bevorzugt, da dann ein ungleichmäßiges Färben nur selten vorkommt. Ein mehr bevorzugter Gehalt an Inert beträgt 1% oder weniger.

[0070] Nachstehend wird das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung des Multifilaments beschrieben. In der vorliegenden Erfindung wird das Multifilament bei einer Spinnengeschwindigkeit von 3000 m/min oder mehr und 5000 m/min oder weniger gesponnen, bei einem Zugverhältnis von 1,3 oder mehr bei einer Zugtemperatur von 100 bis 125°C gezogen und bei 125 bis 150°C einer Thermofixierung unterworfen.

[0071] Die Kristallorientierung wird bei einer Spinnengeschwindigkeit von 3000 m/min unzureichend, so dass die Verarbeitungseffizienz des Filaments aufgrund eines Reißens der Fasern bei einer Zugtemperatur von 110°C oder mehr sehr schlecht wird. Eine Spinnengeschwindigkeit über 4500 m/min macht das Filament ungleichmäßig, so dass durch Kühlen ungleichmäßige Stellen erzeugt werden, wodurch eine instabile Spinnverarbeitungseffizienz verursacht wird.

[0072] Ein Fortschreiten der Kristallorientierung wird bei einer Zugtemperatur von weniger als 110°C verhindert, wodurch durch das Ziehen ein Reißen von Fasern und ungleichmäßige Stellen verursacht werden. Eine zu hohe Zugtemperatur von mehr als 125°C verursacht während des Zugschritts ein Reißen von Fasern.

[0073] Die Zugfestigkeit der Faser erreicht einen niedrigen Wert von weniger als 4,1 cN/dtex, wodurch in dem Verarbeitungsschritt viele Schwierigkeiten verursacht werden, wie z.B. ein Reißen von Fasern während des Webens und Verstrickens, solange das Zugverhältnis 1,3 nicht übersteigt. Ein Zugverhältnis von 1,3 oder mehr macht die Fasern durch Einstellen der prozentualen Dehnung für eine verschiedenartige Verarbeitung verfügbar. Das Zugverhältnis beträgt unter Berücksichtigung der Ausgewogenheit zwischen der Zugfestigkeit und der prozentualen Dehnung vorzugsweise 1,3 bis 1,8, mehr bevorzugt 1,5 bis 1,7.

[0074] Eine zu niedrige Thermofixiertemperatur von unter 125°C führt zu einem hohen Wert des Kontraktionsverhältnisses in siedendem Wasser und die Faser kann aufgrund einer großen Kontraktion in der Nachbearbeitung nicht verwendet werden. Eine Thermofixiertemperatur von mehr als 150°C führt zu einem Reißen von Fasern, da die Temperatur nahe am Schmelzpunkt der Polymilchsäurefaser liegt. Daher ist unter Berücksichtigung der Produktivität des Filaments eine Thermofixiertemperatur von 135 bis 150°C bevorzugt.

[0075] Nachstehend wird das Verfahren zur Herstellung des erfindungsgemäßen Polymilchsäuremultifilaments beschrieben.

[0076] In dem Verfahren zur Herstellung des erfindungsgemäßen Polymilchsäuremultifilaments wird das Polymilchsäureharz mit einer ausgewählten Zusammensetzung und ausgewählten Eigenschaften, wie es vorstehend beschrieben worden ist, schmelzgesponnen, zwischen den Walzenheizvorrichtungen (1) und (2) gezogen und an der Walzenheizvorrichtung (2) thermofixiert. Das Herstellungsverfahren ist in der [Fig. 1](#) veranschaulicht.

[0077] Das herkömmliche Verfahren ist in der [Fig. 2](#) veranschaulicht. In diesem Verfahren wird die nicht gezogene Faser 10 zwischen einer Walzenheizvorrichtung (21) und einer kalten Walze (23) gezogen, an einer Plattenheizvorrichtung (22) thermofixiert und mit der kalten Walze aufgewickelt, so dass eine aufgerollte gezogene Faser 20 erhalten wird.

[0078] Die Walzenheizvorrichtung (1) wird zur Orientierung und Kristallisation des Multifilaments in dem erfindungsgemäßen Herstellungsverfahren vorzugsweise bei 100 bis 125°C geheizt.

[0079] Das erfindungsgemäße Multifilament sollte an der Walzenheizvorrichtung (2) thermofixiert werden. Die Verwendung der Walzenheizvorrichtung ermöglicht es, dass der Zugpunkt unmittelbar unter der Walzenheizvorrichtung (1) fixiert wird, wodurch verhindert wird, dass die lineare Dichte (tex) der feinen Fasern ungleichmäßig wird.

[0080] Die Ungleichmäßigkeit der linearen Dichte (tex) der feinen Fasern wird vorzugsweise innerhalb von $\pm 10\%$, mehr bevorzugt innerhalb von $\pm 7\%$ oder weniger beschränkt, bezogen auf den Durchmesser des Multifilaments. Dieser Bereich verhindert eine ungleichmäßige Färbung bei einem günstigen Färbevermögen.

[0081] Die Thermofixiertemperatur der Walzenheizvorrichtung (2) liegt unter Berücksichtigung des Kontraktionsverhältnisses der erhaltenen Faser in siedendem Wasser vorzugsweise im Bereich von 125 bis 150°C. Die Temperatur beträgt unter Berücksichtigung der Produktivität des Filaments vorzugsweise 135 bis 150°C.

Beispiel

[0082] Die Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung werden nachstehend unter Bezugnahme auf Beispiele beschrieben.

[0083] Zuerst werden Verfahren zum Messen und Bewerten jeder Eigenschaft beschrieben. Messungen und Bewertungen, die von den nachstehend beschriebenen Messungen und Bewertungen verschieden sind, wurden mit den bisher beschriebenen Verfahren durchgeführt.

Doppelbrechung

[0084] Die Doppelbrechung der Faser wurde mit einem Berek-Kompensatorverfahren unter Verwendung von α -Bromnaphthalin als Eintauchlösung gemessen.

Wärmespannung

[0085] Es wurde ein Wärmespannungsmessgerät TYPE KE-2S verwendet, das von Kanebo Engineering hergestellt worden ist.

Ermüdung nach dem Färben

[0086] Eine zylindrische gestrickte Probe wurde unter Verwendung des Multifilaments hergestellt und die Probe wurde unter Atmosphärendruck unter Verwendung eines Dispersionsfarbstoffs gefärbt. Die Ermüdung der Probe nach dem Färben wurde einer Gesamtbewertung in drei Stufen A, B und C unterzogen:

A: sehr gut (keinerlei Ermüdung)

B: gut

C: schlecht (die Ermüdung ist so groß, dass das Produkt nicht als kommerzielles Produkt anwendbar ist).

Inert

[0087] Der Inert (U%) wurde bei einer Messgeschwindigkeit von 50 m/min und einer Zwirnungsgeschwindigkeit von 5000 U/min unter Verwendung eines USTER-TESTER 4 gemessen, der von Zeltbeger-Uster Co. hergestellt worden ist.

Ungleichmäßigkeit der linearen Dichte der Faser

[0088] Die Ungleichmäßigkeit des Durchmessers des Multifilaments, das bei einer Messgeschwindigkeit von 50 m/min und einer Zwirnungsgeschwindigkeit von 5000 U/min erhalten wurde, wurde unter Verwendung eines USTER-TESTER 4, der von Zeltbeger-Uster Co. hergestellt worden ist, als Prozentsatz bestimmt.

Färben

[0089] Ein Testtextil wurde unter Verwendung des Filaments nach dem Ziehen gewebt und das Textil wurde unter Verwendung eines Dispersionsfarbstoffs unter Atmosphärendruck gefärbt. Die Färbung des Textils wurde in zwei Stufen (und x) auf der Basis einer ungleichmäßigen Färbung, der Abmessungsstabilität und der Knötchenbildung bewertet.

:Einheitliche Färbung

x: ungleichmäßige Färbung

Polymerisation des Polymers

[0090] Polymilchsäure wurde mit einem bekannten Verfahren unter Verwendung von L-Lactid oder D-Lactid als Ausgangsmaterial und Zinnoctylat als Polymerisationskatalysator synthetisiert. Trimellithsäure wurde zu Vergleichszwecken in einer Konzentration von 0,1 Mol-% als Vernetzungsmittel für die Polymerisation zugesetzt. Das erhaltene Polymer wurde bei 135°C in der Festphase weiter polymerisiert, um die Menge an restlichen Monomeren zu vermindern. Für einen Teil der Beispiele wurde für Vergleichsbeispiele jedoch keine Festphasenpolymerisation eingesetzt.

Referenzbeispiele 2-1 und 2-2 und Vergleichsbeispiele 2-1 bis 2-5

[0091] Die Tabelle 2-1 zeigt die Ergebnisse der Bewertungen des Spinnvermögens (1), (2) und der Gebrauchslbensdauer der Düse, wenn die Polymere mit unterschiedlichem Sn-Gehalt bei einer Spinnungsgeschwindigkeit von 3800 m/min gesponnen werden.

[0092] Bei den Vergleichsbeispielen 2-1 bis 2-3 war das Polymer während des Spinnens aufgrund des besonders hohen Sn-Gehalts (restlicher Katalysator) depolymerisiert. Darüber hinaus war die Viskositätsabnahmerate während des Spinnens sehr hoch, so dass das Spinnen ziemlich schwierig war und die Gebrauchslbensdauer der Düse lediglich 1 Tag betrug. Daher sind die Polymere in diesen Vergleichsbeispielen nicht praktisch anwendbar.

[0093] Während die Viskositätsabnahmerate während des Spinnens bei dem Polymer im Vergleichsbeispiel 2-4 auf 17,6% verbessert wurde, betrug die Gebrauchslbensdauer der Düse aufgrund des hohen Sn-Gehalts lediglich drei Tage, wodurch das Polymer praktisch nicht anwendbar ist.

[0094] Die Gebrauchslbensdauer der Düse wurde auf 6 Tage verlängert, da die Viskositätsabnahmerate während des Spinnens auf 12,3% verbessert wurde. Eine Gebrauchslbensdauer von sieben Tagen oder mehr konnte jedoch nicht erreicht werden, da der Sn-Gehalt einen hohen Wert von 35 ppm aufwies. Die Polymere in den Referenzbeispielen 2-1 und 2-2 hatten ein hervorragendes Spinnvermögen, da die Viskositätsabnahmerate während des Spinnens aufgrund des geringen Sn-Gehalts von 30 ppm oder weniger einen kleinen Wert von 5,0 aufwies, wobei die Gebrauchslbensdauer der Düse ausreichend war.

Tabelle 2-1

Nr. 2-	Referenzbeispiel		Vergleichsbeispiel				
	1	2	1	2	3	4	5
Sn-Gehalt (ppm)	26	17	824	412	82	62	35
Relative Viskosität des Polymers (η_{rel})	2,93	2,98	2,96	2,95	2,97	2,94	3,00
Monomergehalt (Gew.-%)	0,26	0,25	0,26	0,23	0,25	0,24	0,26
Mw	$12,5 \times 10^4$	$13,9 \times 10^4$	$13,9 \times 10^4$	$13,9 \times 10^4$	$13,7 \times 10^4$	$13,5 \times 10^4$	$14,4 \times 10^4$
Mn	$6,6 \times 10^4$	$6,9 \times 10^4$	$6,8 \times 10^4$	$6,7 \times 10^4$	$6,9 \times 10^4$	$6,6 \times 10^4$	$7,0 \times 10^4$
verzweigte Struktur	keine	keine	keine	keine	keine	keine	keine
L-Isomer (Mol-%)	97,8	96,4	96,4	97,0	96,6	95,5	97,1
Spinn temperatur (°C)	230	230	230	230	230	230	230
Viskositätsabnahmerate während des Spinnens (%)	5,0	3,6	73,6	64,3	52,3	17,6	12,3
Spinn geschwindigkeit (m/min)	3800	3800	3800	3800	3800	3800	3800
Spinnvermögen 1	A	A	C	C	C	C-B	B
Spinnvermögen 2	≥ 7	≥ 7	1	1	1	3	6

Beispiele 2-1 und 2-2 und Vergleichsbeispiele 2-6 bis 2-9

[0095] Die Tabelle 2-2 zeigt die Ergebnisse des Spinnvermögens und der Gebrauchslbensdauer der Düse, wenn die Spinn geschwindigkeit bei variierendem Monomergehalt in dem Polymer auf 3500 m/min eingestellt wurde.

[0096] Bei den Vergleichsbeispielen 2-6 bis 2-8 wurde das Polymer während des Spinnens aufgrund des besonders hohen Monomergehalts in dem Polymer wärmezeretzt. Darüber hinaus war das Spinnen aufgrund der hohen Viskositätsabnahmerate während des Spinnens sehr schwierig, wobei auch die Gebrauchslbensdauer der Düse lediglich 1 Tag betrug, wodurch das Polymer praktisch nicht eingesetzt werden konnte.

[0097] Im Vergleichsbeispiel 2-9 ist der Monomergehalt ebenfalls hoch, wobei auch die Gebrauchslbensdauer der Düse lediglich 5 Tage betrug, wodurch das Polymer ebenfalls praktisch nicht eingesetzt werden konnte.

[0098] In den Beispielen 2-1 und 2-2 wurde die Wärmezeretzung durch Vermindern des Monomergehalts auf 0,5 Gew.-% oder weniger unterdrückt. Folglich wurde die Viskositätsabnahmerate während des Spinnens auf 5% oder weniger verbessert, wodurch auch das Spinnvermögen, die Gebrauchslbensdauer der Düse und Flusenbildung während des Ziehens ziemlich günstig waren.

Tabelle 2-2

Nr. 2-	Beispiel		Vergleichsbeispiel			
	1	2	6	7	8	9
Monomergehalt (Gew.-%)	0,26	0,15	10,2	5,76	3,46	0,98
Relative Viskosität des Polymers (η_{rel})	2,96	3,02	2,96	2,89	2,92	3,02
verzweigte Struktur	keine	keine	keine	keine	keine	keine
Sn-Gehalt (ppm)	21	16	18	19	18	17
L-Isomer (Mol-%)	98,4	98,4	95,4	96,0	95,6	96,5
Mw	$14,0 \times 10^4$	$14,4 \times 10^4$	$13,9 \times 10^4$	$13,7 \times 10^4$	$12,5 \times 10^4$	$14,4 \times 10^4$
Mn	$6,9 \times 10^4$	$7,0 \times 10^4$	$6,7 \times 10^4$	$6,9 \times 10^4$	$6,6 \times 10^4$	$7,0 \times 10^4$
Spinn temperatur (°C)	230	230	230	230	230	230
Spinn geschwindigkeit (m/min)	3500	3500	3500	3500	3500	3500
Viskositätsabnahmerate während des Spinnens (%)	2	1,5	25	20	15	10
Spinnvermögen 1	A	A	C	C	C	B
Spinnvermögen 2	≥ 7	≥ 7	1	1	2	5

[0099] Die Tabellen 2-3 und 2-4 zeigen die Produktivität und die Eigenschaften des Multifilaments, wenn der Anteil des L-Isomers, das Molekulargewicht und die relative Viskosität des Polymers mit oder ohne die verzweigte Struktur bei konstanter Spinnengeschwindigkeit und Zugbedingungen geändert werden, wobei der Sn-Gehalt und der Monomergehalt auf 30 ppm oder weniger bzw. 0,5 Gew.-% eingestellt worden sind.

[0100] Während die Polymere im Beispiel 2-3 und im Vergleichsbeispiel 2-10 mit Ausnahme der Gegenwart/des Fehlens der verzweigten Struktur ähnliche Eigenschaften aufweisen, weist das Polymer mit der verzweigten Struktur im Vergleichsbeispiel 2-10 ein etwas schlechteres Spinnvermögen auf, wobei während des Spinnens eine Flusenbildung stattfindet. Die Zugfestigkeit der Faser betrug weniger als 3,5 cN/dtex, wobei es sich um einen kleineren Wert handelt als derjenige der Faser ohne verzweigte Struktur, und die Wärmespannungsspeaktemperatur betrug 85°C oder weniger, wodurch ein Ermüden der Färbung verursacht wurde, so dass die Faser praktisch nicht anwendbar war.

[0101] Die Kristallorientierung schreitet während des Spinnens und Ziehens in der Faser des in der Tabelle 2-4 gezeigten Vergleichsbeispiels 2-14 kaum fort, bei dem der Anteil des L-Isomers weniger als 95 Mol-% beträgt. Die Zugfestigkeit der Faser weist einen geringen Wert von weniger als 3,5 cN/dtex auf, wobei das Kontraktionsverhältnis in siedendem Wasser 30% oder mehr beträgt. Daher ist die Faser aufgrund einer schlechten Abmessungsstabilität in einer üblichen Web- und Verstrickverarbeitung als Multifilament nicht praktisch anwendbar.

[0102] Da die Faser des Vergleichsbeispiels 2-11 ein niedriges Molekulargewicht und eine niedrige Viskosität aufweist, wird das Spinn- und Zugvermögen schlecht und die Zugfestigkeit der Faser weist einen geringen Wert von weniger als 3,5 cN/dtex auf. In den Vergleichsbeispielen 2-12 und 2-13 sind das Molekulargewicht und die relative Viskosität andererseits so hoch, dass die Spinn Temperatur erhöht werden muss. Das Erhöhen der Spinn Temperatur führt dazu, dass die Viskositätsabnahmerate während des Spinnens auf 15% oder mehr zunimmt, so dass das Spinn- und Zugvermögen schlecht wird, wobei während des Spinnens eine Flusenbildung auftritt, wodurch die Faser nicht praktisch eingesetzt werden kann.

Tabelle 2-3

	Beispiel
Nr. 2-	3
Monomergehalt (Gew.-%)	0,27
Relative Viskosität des Polymers (η_{rel})	3,02
verzweigte Struktur	keine
Sn-Gehalt (ppm)	18
L-Isomer (Mol-%)	98,7
Mw	$14,6 \times 10^4$
Mn	$7,2 \times 10^4$
Spinn Temperatur (°C)	230
Viskositätsabnahmerate während des Spinnens (%)	3
Spinn geschwindigkeit (m/min)	3500
Spinnvermögen 1	A
Spinnvermögen 2	≥ 7
Zugtemperatur (°C)	110
Zugverhältnis	1,70
Thermofixiertemperatur (°C)	145
Spinnvermögen 3	A
Flusen	
Produktivität des Filaments	A
Zugfestigkeit (cN/dtex)	4,43
Dehnung (%)	30,3
Kontraktionsverhältnis in siedendem Wasser (%)	9,8
Doppelbrechung Δn	0,0350
Wärmespannungsspeaktemperatur (°C)	90
Ermüdung nach dem Färben	A

Tabelle 2-4

Nr. 2-	Vergleichsbeispiel				
	10	11	12	13	14
Monomergehalt (Gew.-%)	0,26	0,26	0,25	0,24	0,27
Relative Viskosität des Polymers (η_{rel})	3,04	2,58	4,02	4,03	3,02
verzweigte Struktur	ja	keine	keine	ja	keine
Sn-Gehalt (ppm)	19	18	20	18	21
L-Isomer (Mol-%)	99,0	96,4	97,0	98,7	92,6
Mw	$14,8 \times 10^4$	$10,2 \times 10^4$	$23,8 \times 10^4$	$24,0 \times 10^4$	$14,5 \times 10^4$
Mn	$7,6 \times 10^4$	$5,4 \times 10^4$	$12,1 \times 10^4$	$12,4 \times 10^4$	$7,1 \times 10^4$
Spinntemperatur (°C)	230	230	245	245	230
Viskositätsabnahmerate während des Spinnens (%)	6	8	15	20	3
Spinnengeschwindigkeit (m/min)	3500	3500	3500	3500	3500
Spinnvermögen 1	B	B	C	C	A
Spinnvermögen 2	4	4	5	3	≥ 7
Zugtemperatur (°C)	110	110	110	110	110
Zugverhältnis	1,70	1,70	1,70	1,70	1,70
Thermofixiertemperatur (°C)	145	145	145	145	145
Spinnvermögen 3	B	C	C	C	B
Flusen	x	x	x	x	x
Produktivität des Filaments	C	B	C	C	B
Zugfestigkeit (cN/dtex)	3,51	3,37	3,55	3,41	2,67
Dehnung (%)	29,6	28,7	30,2	29,8	30,3
Kontraktionsverhältnis in siedendem Wasser (%)	10,2	10,1	9,7	10,2	30,5
Doppelbrechung Δn	0,0276	0,0265	0,0289	0,0266	0,0235
Wärmespannungspeaktemperatur (°C)	82	81	81	82	80
Ermüdung nach dem Färben	C	B	B	C	C

Beispiele 2-4 bis 2-6, Vergleichsbeispiele 2-15 bis 2-19

[0103] Die Tabellen 2-5 und 2-6 zeigen die Ergebnisse der Spinnverarbeitungseffizienz und die Eigenschaften des Multifilaments aus einem Polymilchsäurepolymer mit einer relativen Viskosität von 3,09, einem L-Iso-mergehalt von 98,2 Mol-% und einem Monomergehalt von 0,26 Gew.-%, das keine verzweigte Struktur aufweist, auf der Basis der Ergebnisse in den Tabellen 2-1 bis 2-4, wenn die Spinn- und Zugbedingungen geändert werden.

[0104] Die Beispiele 2-4 und das Vergleichsbeispiel 2-15 zeigen die Ergebnisse, die durch Ändern des Zugverhältnisses der unter den gleichen Bedingungen gesponnenen Fasern erhalten werden, wobei die Faser mit einem Zugverhältnis von 1,3 oder weniger im Vergleichsbeispiel 2-15 eine so niedrige Zugfestigkeit und Doppelbrechung aufweist, das deren Multifilament nicht für praktische Anwendungen geeignet ist.

[0105] Das Vergleichsbeispiel 2-16 zeigt das Ergebnis, das durch Verminderung der Spinnengeschwindigkeit auf 2800 m/min erhalten wird. Die Kristallorientierung ist bei einer Haspelgeschwindigkeit von 2800 m/min jedoch so unzureichend, dass die Faser gegen die Zugtemperatur nicht beständig ist und häufig ein Reißen der Faser auftritt, so dass die Produktivität des Multifilaments für praktische Zwecke zu niedrig ist.

[0106] Das Beispiel 2-5 und das Vergleichsbeispiel 2-17 zeigen die Ergebnisse, die durch Ändern der Zugtemperatur nach dem Haspeln der Fasern unter den gleichen Bedingungen erhalten worden sind. Da die Zugtemperatur im Vergleichsbeispiel 2-17 unter 100°C liegt, treten aufgrund einer unzureichenden Zugtemperatur häufig ein Reißen von Fasern und eine Flusenbildung auf. Die erhaltene Faser weist eine so niedrige Zugfestigkeit und Doppelbrechung auf, dass sie nicht praktisch anwendbar ist.

[0107] Das Beispiel 2-5 und das Vergleichsbeispiel 2-18 zeigen die Ergebnisse, die durch Ändern der Thermofixiertemperatur nach dem Haspeln der Fasern unter den gleichen Bedingungen erhalten worden sind. Da das Kontraktionsverhältnis in siedendem Wasser aufgrund einer Thermofixiertemperatur im Vergleichsbeispiel 2-18, die unter 125°C liegt, einen hohen Wert von 20% oder mehr aufweist, ist die Faser nicht praktisch anwendbar, da die Abmessungsstabilität bei der Nachbearbeitung wie z.B. einem Färben schlecht ist.

[0108] Das Vergleichsbeispiel 2-19 zeigt die Ergebnisse, die durch ein Spinnen bei einer Geschwindigkeit von mehr als 4500 m/min erhalten worden sind. Obwohl bei einer Spinnengeschwindigkeit von 4800 m/min häufig ein Schwingen der Fasern, durch Kühlen ungleichmäßig gemachte Fasern und ein Reißen von Fasern auftreten, so dass die Fasern nicht praktisch anwendbar sind, treten im Beispiel 2-6 bezüglich des Spinnens und Ziehens bei einer Spinnengeschwindigkeit von 4500 m/min keine Probleme auf und das erhaltene Multifilament wies gute physikalische und chemische Eigenschaften auf.

Tabelle 2-5

Nr. 2-	Beispiel		
	4	5	6
Spinntemperatur (°C)	230	230	230
Viskositätsabnahmerate während des Spinnens (%)	3	3	3
Spinnengeschwindigkeit (m/min)	3200	4000	4500
Spinnvermögen 1	A	A	A
Spinnvermögen 2	≥7	≥7	≥7
Zugtemperatur (°C)	105	115	120
Zugverhältnis	1,7	1,5	1,3
Thermofixiertemperatur (°C)	145	135	150
Spinnvermögen 3	A	A	A
Flusen			
Produktivität des Filaments	A	A	A
Zugfestigkeit (cN/dtex)	4,32	4,45	4,50
Dehnung (%)	27,6	28,9	30,0
Kontraktionsverhältnis in siedendem Wasser (%)	10,2	9,8	9,7
Doppelbrechung Δn	0,0332	0,0386	0,0394
Wärmespannungspeaktemperatur (°C)	87	92	93
Ermüdung nach dem Färben	A	A	A

Tabelle 2-6

Nr. 2-	Vergleichsbeispiel				
	15	16	17	18	19
Spinntemperatur (°C)	230	230	230	230	230
Viskositätsabnahmerate während des Spinnens (%)	3	3	3	3	3
Spinnengeschwindigkeit (m/min)	3200	2800	4000	4000	4800
Spinnvermögen 1					x
Spinnvermögen 2	≥7	≥7	≥7	≥7	≥7
Zugtemperatur (°C)	105	105	90	105	120
Zugverhältnis	1,2	1,9	1,5	1,5	1,3
Thermofixiertemperatur (°C)	150	150	150	115	150
Spinnvermögen 3	C	C	B	A	C
Flusen	x	x	x		x
Produktivität des Filaments	C	C	B	B	C
Zugfestigkeit (cN/dtex)	2,83	3,64	3,50	4,30	4,18
Dehnung (%)	35,0	27,6	27,4	28,6	25,4
Kontraktionsverhältnis in siedendem Wasser (%)	15,0	11,7	10,5	20,7	9,8
Doppelbrechung Δn	0,0251	0,0271	0,0281	0,0310	0,0364
Wärmespannungspeaktemperatur (°C)	78	81	79	83	90
Ermüdung nach dem Färben	C	B	B	C	B

Beispiele 3-1 und 3-2, Vergleichsbeispiele 3-1 bis 3-8

[0109] Jedes Polymilchsäurepolymer wurde bei einer gegebenen Temperatur geschmolzen und von einer Düse mit einem Düsendurchmesser von 0,3 mm gesponnen. Die Faser wurde mit einer Geschwindigkeit von 3000 m/min gehaspelt, worauf gezogen wurde, um ein Multifilament mit einer Größe von 84 dtex/24f herzustellen, und die Farbstoffaffinität der Faser wurde bewertet.

[0110] Die Vergleichsbeispiele 3-1 und 3-2 zeigen die Ergebnisse, wenn der Gehalt an restlichem Sn und an restlichen Monomeren hoch ist. Das Spinnvermögen ist aufgrund einer starken Abnahme der Viskosität wäh-

rend des Spinnens nicht so gut, wenn der Gehalt an restlichem Sn oder an restlichen Monomeren hoch ist. Während des Ziehens wurde eine Flusenbildung festgestellt und während des Färbens wurde eine Knötchenbildung festgestellt, so dass die Qualität des Filaments schlecht war.

[0111] Die Qualität der Faser im Vergleichsbeispiel 3-3 war schlecht, da aufgrund einer niedrigen Viskosität und eines niedrigen Molekulargewichts (M_w und M_n) des Polymers die Zugfestigkeit niedrig war und eine Flusenbildung festgestellt wurde. Die Qualität der Faser im Vergleichsbeispiel 3-4 war ebenfalls schlecht, da die Viskosität und das Molekulargewicht (M_w und M_n) des Polymers so hoch waren, dass die Spinn temperatur erhöht werden musste, wodurch während des Spinnens eine starke Viskositätsabnahme verursacht wurde und während des Ziehens eine Flusenbildung und während des Färbens eine Knötchenbildung auftrat.

[0112] Während das Polymer des Vergleichsbeispiels 3-5 mit Ausnahme der Gegenwart/des Fehlens der verzweigten Struktur ähnliche Eigenschaften aufweist wie das Polymer im Beispiel 1, trat bei der Faser, die aus dem Polymer mit der verzweigten Struktur im Vergleichsbeispiel 3-5 erhalten worden ist, während des Ziehens eine Flusenbildung auf und die Farbstoffaffinität war schlecht.

[0113] In den Vergleichsbeispielen 3-7 und 3-8 und in den Beispielen 3-1 und 3-2 wurde nach dem Ziehen unter Verwendung einer Walzenheizvorrichtung in den Beispielen und für Vergleichszwecke unter Verwendung einer Plattenheizvorrichtung in den Vergleichsbeispielen ein Thermofixieren durchgeführt. Die Zugpunkte in dem Filament sind in dem Filament, das unter Verwendung der Plattenheizvorrichtung thermofixiert worden ist, nicht fixiert, der Inert und die Ungleichmäßigkeit des Färbens werden durch Ändern der Thermofixiertemperatur nicht verbessert und das Filament wurde ungleichmäßig gefärbt, so dass die Qualität des Filaments schlecht war. Im Gegensatz dazu war die Farbstoffaffinität in dem Filament, das durch Thermofixieren mittels einer Walzenheizvorrichtung hergestellt worden ist, gut, ohne dass eine ungleichmäßige Färbung auftrat.

Tabelle 3-1

Nr. 3-	Vergleichsbeispiel							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Sn-Gehalt (ppm)	62	18	16	15	19	21	16	16
Relative Viskosität des Polymers (η_{rel})	2,94	2,92	2,50	4,02	3,04	3,05	3,05	3,05
Monomergehalt (Gew.-%)	0,24	1,02	0,25	0,24	0,26	0,27	0,24	0,24
$M_w/10^4$	13,5	14,4	10,0	23,8	14,8	14,5	14,8	14,8
$M_n/10^4$	6,6	7,0	5,0	12,1	7,6	7,1	7,6	7,6
verzweigte Struktur	keine	keine	keine	keine	ja	keine	keine	keine
L-Isomer (Mol-%)	95,5	98,2	97,6	97,0	99,0	92,6	98,6	98,6
Spinn temperatur (°C)	230	230	230	245	230	230	230	230
Viskositätsabnahmerate während des Spinnens (%)	18	10	16	15	6	3	4	4
Zugverhältnis	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7
Walzenheizvorrichtung (1) °C	110	110	110	110	110	110	110	110
Walzenheizvorrichtung (2) °C	135	135	135	135	135	135	-	
Plattenheizvorrichtung °C	-	-	-	-	-	-	135	135
Zugfestigkeit (cN/dtex)	2,65	3,34	2,83	3,55	3,51	2,67	4,52	4,55
Dehnung (%)	26,3	27,6	26,8	30,2	29,6	30,3	30,3	30,5
Kontraktionsverhältnis in siedendem Wasser (%)	11,2	10,2	10,2	10,3	10,2	30,5	9,6	15,0
Inert (U %)	1,78	1,23	1,83	1,82	1,54	1,56	3,80	2,50
Ungleichmäßige Fasern (%)	± 6	± 5	± 5	± 6	± 5	± 5	± 15	± 10
Flusen	x	x	x	x	x			
Farbstoffaffinität	x	x	x	x	x	x	x	x

Tabelle 3-2

Nr. 3-	Beispiel	
	1	2
Sn-Gehalt (ppm)	16	16
Relative Viskosität des Polymers (η_{rel})	3,05	3,05
Monomergehalt (Gew.-%)	0,24	0,24
$M_w/10^4$	14,8	14,8
$M_n/10^4$	7,6	7,6
verzweigte Struktur	keine	keine
L-Isomer (Mol-%)	98,6	98,6
Spinn temperatur (°C)	230	230
Viskositätsabnahmerate während des Spinnens (%)	4	4
Zugverhältnis	1,7	1,7
Walzenheizvorrichtung (1) °C	110	110
Walzenheizvorrichtung (2) °C	135	150
Plattenheizvorrichtung °C	-	-
Zugfestigkeit (cN/dtex)	4,54	4,57
Dehnung (%)	28,7	27,6
Kontraktionsverhältnis in siedendem Wasser (%)	9,6	8,0
Inert (U %)	1,20	1,19
Ungleichmäßige Fasern (%)	± 5	± 5
Flusen		
Farbstoffaffinität		

[0114] Die [Fig. 1](#) veranschaulicht schematisch das Zugverfahren gemäß der vorliegenden Erfindung und die [Fig. 2](#) veranschaulicht schematisch das herkömmliche Zugverfahren.

Bezugszeichenliste

- 1 Walzenheizvorrichtung
- 2 Walzenheizvorrichtung
- 10 nicht-gezogene Faser
- 20 gezogene Faser
- 21 Walzenheizvorrichtung
- 22 Plattenheizvorrichtung
- 23 kalte Walze

[0115] Die vorliegende Erfindung stellt ein Multifilament, das zur Herstellung eines Textilprodukts verwendet werden kann und eine hervorragende Verarbeitungseffizienz und hervorragende Eigenschaften der Faser aufweist, die Polymilchsäure umfasst, und das bei der industriellen Herstellung in der Praxis keine Probleme aufweist, sowie ein Verfahren zur Herstellung des Multifilaments bereit.

Patentansprüche

1. Multifilament, umfassend ein synthetisches Harz, wobei das synthetische Harz ein lineares Polymilchsäureharz ist, das 98 Mol-% oder mehr des L-Isomers, einen Sn-Gehalt von 0 bis 30 ppm, einen Gehalt an Monomer von 0 bis 0,5 Gew.-% und eine relative Viskosität η_{rel} von 2,7 bis 3,9 aufweist.

2. Multifilament nach Anspruch 1 mit einer Zugfestigkeit von 3,9 cN/dtex oder mehr, einem Kontraktionsverhältnis in siedendem Wasser von 12% oder weniger, einer Doppelbrechung Δn von 0,030 oder mehr und einer Wärmespannungspeaktemperatur von 85°C oder mehr.

3. Polymilchsäuremultifilament nach Anspruch 1 oder 2 mit einem Inert von 3,0 oder weniger und einem Kontraktionsverhältnis in siedendem Wasser von 12% oder weniger.

4. Verfahren zur Herstellung eines Polymilchsäuremultifilaments, umfassend die Schritte des Verspinnens der in Anspruch 1 definierten Polymilchsäure bei einer Geschwindigkeit von 3000 m/min oder mehr und 5000 m/min oder weniger, des Ziehens um das 1,3-fache oder mehr bei einer Zugtemperatur von 100°C bis 125°C und des Thermofixierens bei einer Temperatur von 125°C bis 150°C.

5. Verfahren zur Herstellung eines Polymilchsäuremultifilaments, umfassend die Schritte des Verspinnens der in Anspruch 1 definierten Polymilchsäure, des Ziehens des resultierenden Multifilaments zwischen einer Walzenheizvorrichtung (1) und einer Walzenheizvorrichtung (2), gefolgt von einem Thermofixieren mit der Walzenheizvorrichtung (2).

Es folgen 2 Blatt Zeichnungen

Fig. 1



