



## 明 細 書

**発明の名称**：液晶性ポリエステル繊維及びその製造方法

### 技術分野

[0001] 本発明は、液晶性ポリエステル繊維及びその製造方法に関する。

### 背景技術

[0002] 液晶性ポリエステルは、熔融紡糸のみで高配向の繊維を形成して高物性を発現することができ、更に軟化温度付近で熱処理することにより、強度、弾性率をより一層向上させることができる。しかし、熱処理時において単糸間で融着が発生し易く、融着が存在すると繊維軸方向の応力の一部が繊維軸に垂直な方向の応力に変換されるため、繊維軸方向に対しては高強度を示すものの、繊維軸に垂直な方向に対しては分子の凝集力が弱いこともあって非常に脆くなる。その結果、芳香族ポリエステル繊維特有の欠陥が増幅されることとなり、繊維の力学物性が低下するという問題がある。

[0003] これに対して、熱処理中の単糸間の融着を防止する方法として、熱処理前に無機粒子を付着させる方法（例えば、特許文献1参照）やシリコンオイル等の有機性液相熱媒体中で熱処理する方法（例えば、特許文献2参照）が提案されている。

### 先行技術文献

#### 特許文献

[0004] 特許文献1：特開昭62-45726号公報

特許文献2：特開昭61-231217号公報

### 発明の概要

#### 発明が解決しようとする課題

[0005] しかしながら、特許文献1に記載の方法では、融着を防止する目的で付与した無機粒子を、熱処理後に繊維に損傷を与えることなく洗浄除去することは困難であった。その結果、繊維表面に多量の無機粒子が残存するため、該繊維が熱処理後の工程を通過する際に、無機粒子が付着した繊維同士が擦れ

る、または、製造工程におけるローラー、ガイド類と繊維とが擦れることで、繊維表面に傷が入り、単糸切れやフィブリル化といった欠陥や、繊維の力学物性の低下が起きるといった問題があった。

[0006] 一方で、特許文献2に記載されているシリコンオイル等の有機性液相熱媒体中で熱処理する方法では、無機粒子に起因する繊維強度に低下という問題は発生しないが、繊維表面に付着した熱媒体を除去することは困難であった。また、熱媒体を洗浄除去する場合は、有機溶媒を用いる必要があるため、作業者の安全性や環境負荷の観点から好ましくないという問題もあった。

### 発明を解決するための手段

[0007] そこで、本発明者等は上記課題を鋭意研究した結果、ヨウ化カリウムや塩化ナトリウムのような水溶性塩を融着防止剤として付着させた紡糸原糸を熱処理し、その後、洗浄除去することで、繊維間の融着がなく、融着防止剤の残存量が少ない、高強度の液晶性ポリエステル繊維が得られることを見出し、本発明を完成させるに至った。

[0008] 上記目的を達成するために、本発明の液晶性ポリエステル繊維は、灰分が0.3wt%以下であり、かつ融着度(f)が3以下であり、引張強度が18cN/dtex以上であることを特徴とする。

[0009] また、本発明の液晶性ポリエステル繊維の製造方法は、液晶性ポリエステル繊維の紡糸原糸に、水溶性塩を付着させて熱処理する工程を少なくとも含むことを特徴とする。

### 発明の効果

[0010] 本発明によれば、繊維表面における融着防止剤の残存量が少なく、繊維間の融着のない高強度の液晶性ポリエステル繊維を提供することができる。

### 発明を実施するための形態

[0011] 本発明は、液晶性ポリエステル繊維の紡糸原糸に、水溶性塩を付着させて熱処理することで、単繊維間の融着を防止しながら、高強度の液晶性ポリエステル繊維を得る。

[0012] 以下、本発明の詳細を説明する。

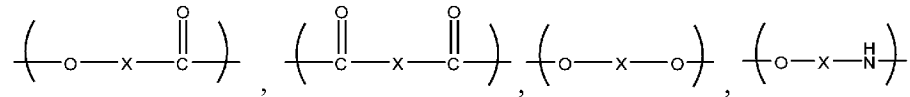
- [0013] 本発明の液晶性ポリエステル繊維は高強度であることが重要である。本発明における「高強度」とは、引張強度が $18\text{ cN/dtex}$ 以上であることを指す。さらに、本発明の繊維の引張強度として、好ましくは $20\text{ cN/dtex}$ 以上、さらに好ましくは $23\text{ cN/dtex}$ 以上である。なお、引張強度は、後述する実施例に記載の測定方法により算出されるものである。
- [0014] また、本発明の液晶性ポリエステル繊維は融着度（ $f$ ）が、3以下であることが重要である。より好ましくは2以下、さらに好ましくは1.5以下である。融着度が3より大きいと、得られた繊維において欠陥やフィブリルが多くなり、製品品位の低下、高次加工工程での加工性悪化の原因になるとともに、欠陥やフィブリルに起因して繊維強度が低下する。なお、この融着度（ $f$ ）は、後述する実施例に記載の測定方法により算出されるものである。
- [0015] さらに、本発明の液晶性ポリエステル繊維は灰分が $0.3\text{ wt\%}$ 以下であることが重要である。灰分が $0.3\text{ wt\%}$ より大きくなると、繊維表面に付着した多量の融着防止剤によって、繊維に傷が付きやすくなり、繊維強度が低下するとともに、工程通過性も悪くなる。
- [0016] 即ち、本発明の液晶性ポリエステル繊維においては、灰分が $0.3\text{ wt\%}$ 以下であり、繊維表面における融着防止剤の残存量が少ないため、残存している融着防止剤に起因する不都合（単糸切れ等の欠陥やフィブリルに起因して繊維強度が低下するとともに工程通過性が低下するという不都合）の発生を抑制することが可能になる。
- [0017] また、多量の融着防止剤が繊維表面に残存することによって、工程通過時に単糸切れやフィブリル化といった欠陥が発生しやすくなるため、本発明では融着防止剤として水溶性塩を用いることが好適である。本発明の繊維に対して、水溶性塩を付着させた後に熱処理をし、水溶性塩を洗浄除去することで、繊維の灰分を低減させることができる。この灰分は、好ましくは $0.2\text{ wt\%}$ 以下であり、さらに好ましくは $0.1\text{ wt\%}$ 以下である。なお、灰分は後述する実施例に記載する測定方法により算出されるものである。
- [0018] 本発明で用いる水溶性塩としては、水などの極性溶媒に溶解し、熱処理温

度で融解しない固体であれば特に限定されない。例えば、塩化リチウム、塩化ナトリウム、塩化カリウム、臭化リチウム、臭化ナトリウム、臭化カリウム、ヨウ化リチウム、ヨウ化ナトリウム、ヨウ化カリウム、炭酸リチウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、硫酸リチウム、硫酸ナトリウム、硫酸カリウムなどのアルカリ金属塩を用いることができる。これらの中でも、塩化リチウム、塩化ナトリウム、塩化カリウム、臭化リチウム、臭化ナトリウム、臭化カリウム、ヨウ化リチウム、ヨウ化ナトリウム、ヨウ化カリウムなどのハロゲン化アルカリ金属塩を用いることがより好ましい。さらに、水への溶解度が高いことから熱処理後における洗浄除去が容易であり、また、比較的安価であることから、ヨウ化ナトリウム、ヨウ化カリウム、塩化ナトリウム、塩化カリウムを用いることが特に好ましい。なお、これらの水溶性塩は、単独で、あるいは2種以上を組み合わせ用いてもよい。

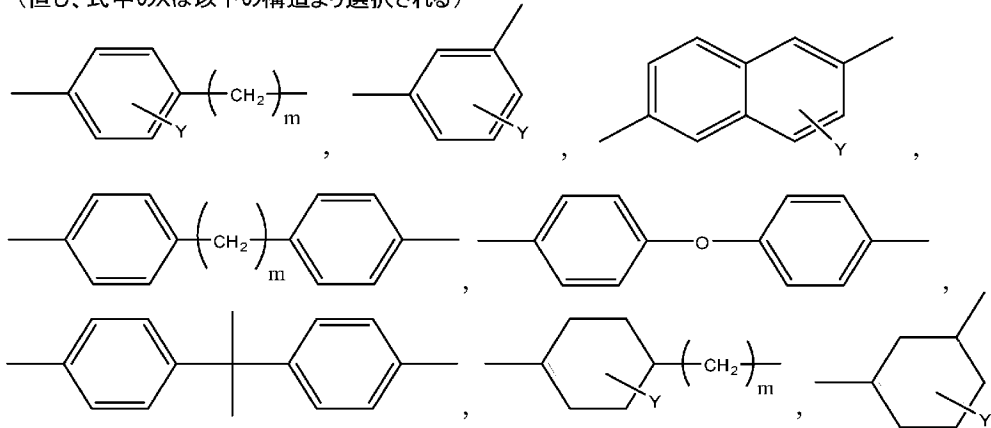
[0019] 本発明の液晶性ポリエステル繊維は、液晶性ポリエステルを熔融紡糸することにより得ることができる。液晶性ポリエステルとしては、例えば、芳香族ジオール、芳香族ジカルボン酸、芳香族ヒドロキシカルボン酸等に由来する反復構成単位からなり、本発明の効果を損なわない限り、芳香族ジオール、芳香族ジカルボン酸、芳香族ヒドロキシカルボン酸に由来する構成単位は、その化学的構成については特に限定されるものではない。また、本発明の効果を阻害しない範囲で、液晶性ポリエステルは、芳香族ジアミン、芳香族ヒドロキシアミンまたは芳香族アミノカルボン酸に由来する構成単位を含んでいてもよい。例えば、好ましい構成単位としては、表1に示す例が挙げられる。

[0020]

[表1]



(但し、式中のXは以下の構造より選択される)



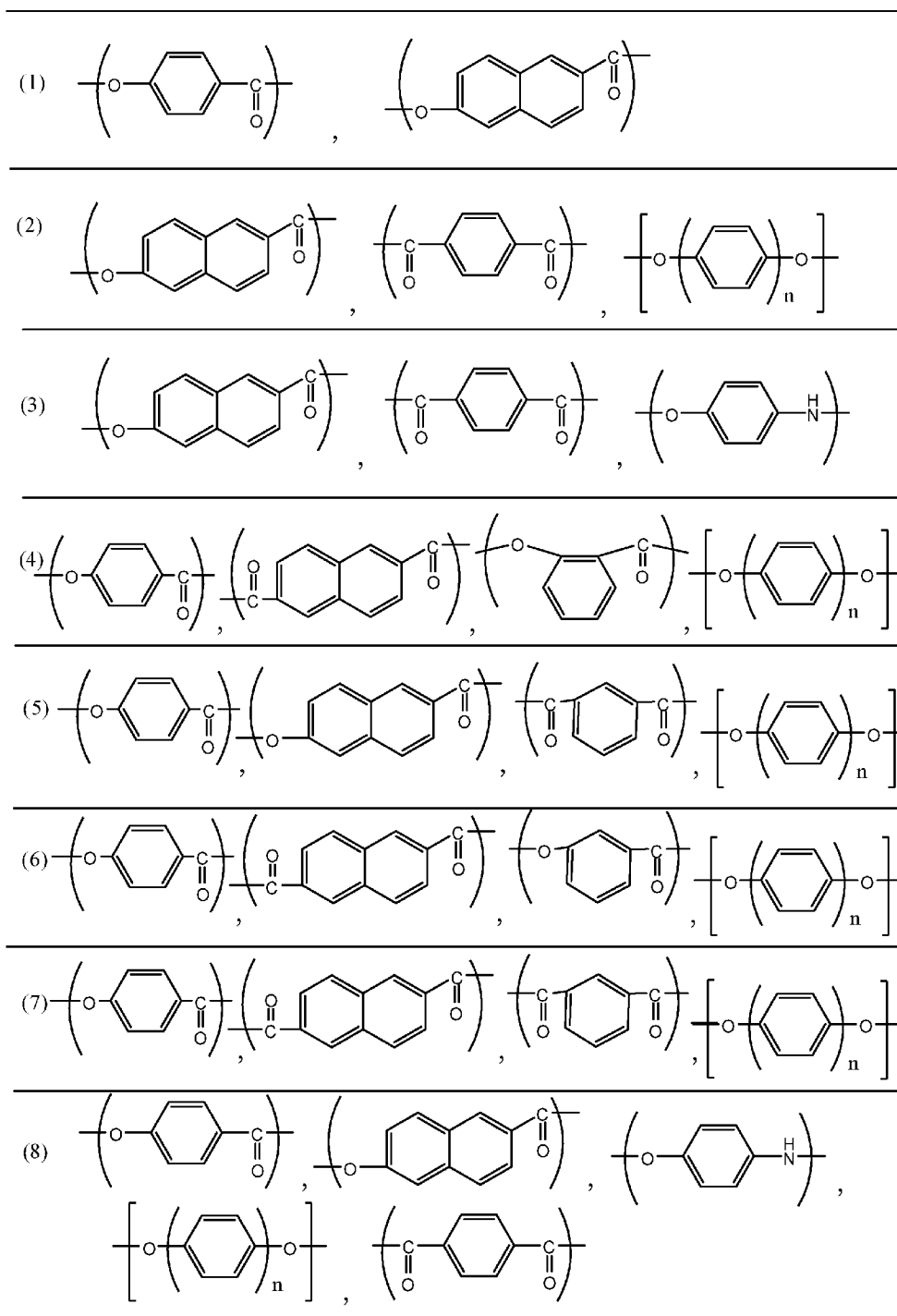
(但し、 $m=0\sim 2$ であり、 $Y$ =水素、ハロゲン原子、アルキル基、アリール基、アラルキル基、アルコキシ基、アリーロキシ基、アラルキルオキシ基から選択される置換基である)

[0021] 表1の構成単位において、 $m$ は0～2の整数であり、式中の $Y$ は、1～置換可能な最大数の範囲において、それぞれ独立して、水素原子、ハロゲン原子（例えば、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子など）、アルキル基（例えば、メチル基、エチル基、イソプロピル基、 $t$ -ブチル基などの炭素数1から4のアルキル基など）、アルコキシ基（例えば、メトキシ基、エトキシ基、イソプロポキシ基、 $n$ -ブトキシ基など）、アリール基（例えば、フェニル基、ナフチル基など）、アラルキル基（ベンジル基（フェニルメチル基）、フェネチル基（フェニルエチル基）など）、アリーロキシ基（例えば、フェノキシ基など）、アラルキルオキシ基（例えば、ベンジルオキシ基など）などが挙げられる。

[0022] より好ましい構成単位としては、下記表2、表3及び表4に示す例(1)～(18)に記載される構成単位が挙げられる。なお、式中の構成単位が、複数の構造を示し得る構成単位である場合、そのような構成単位を二種以上組み合わせて、ポリマーを構成する構成単位として使用してもよい。

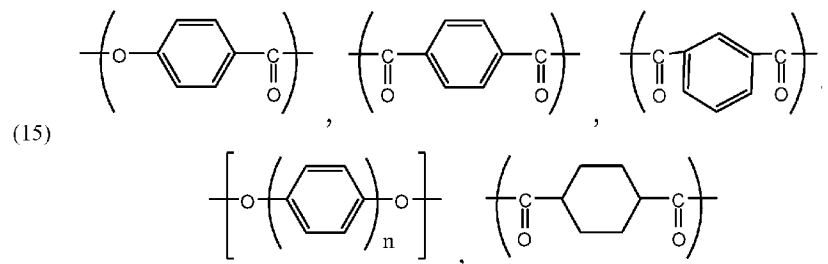
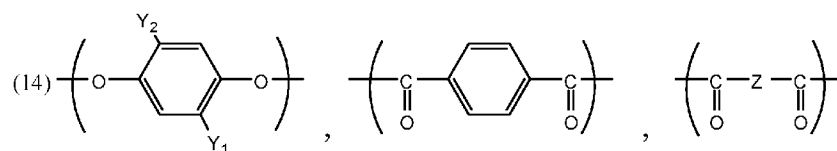
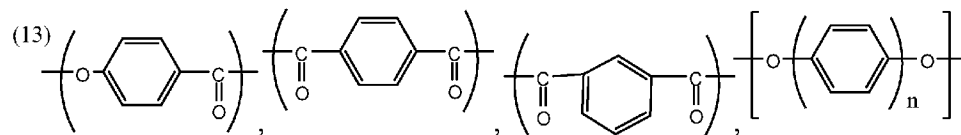
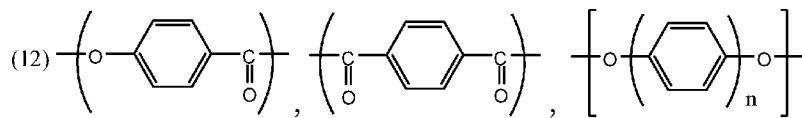
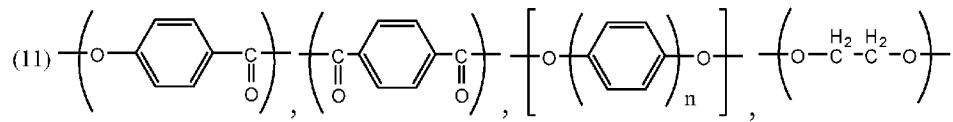
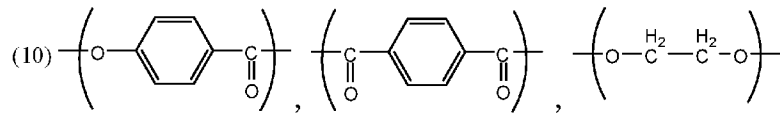
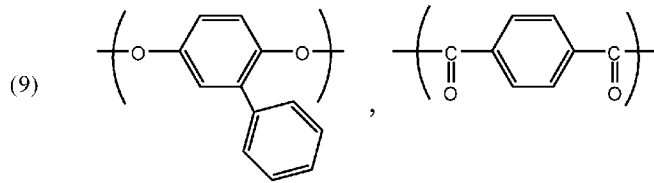
[0023]

[表2]



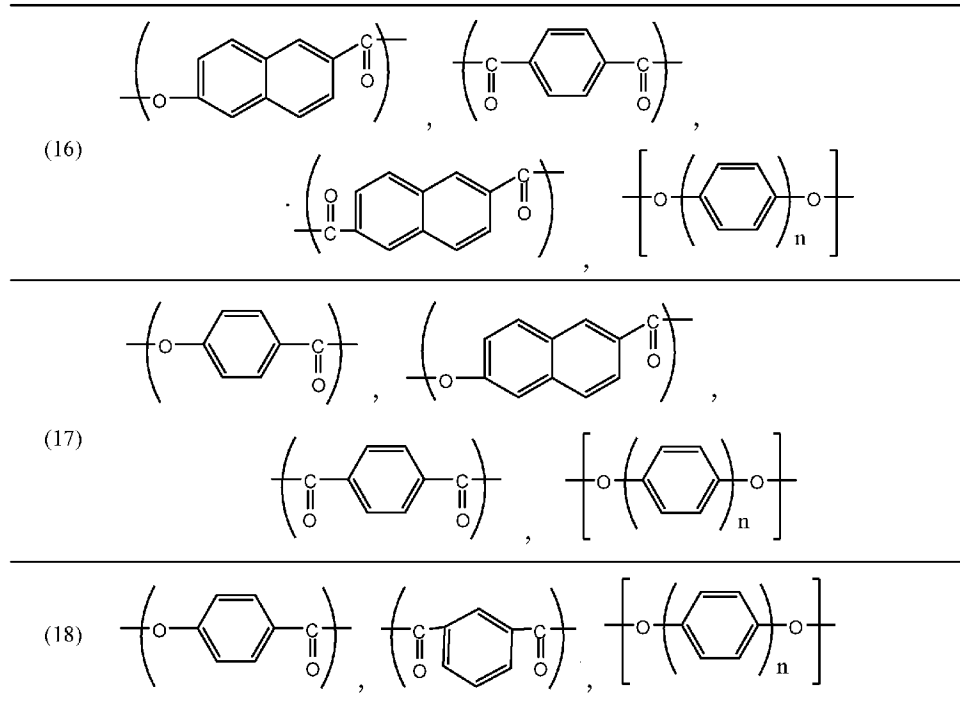
[0024]

[表3]



[0025]

[表4]

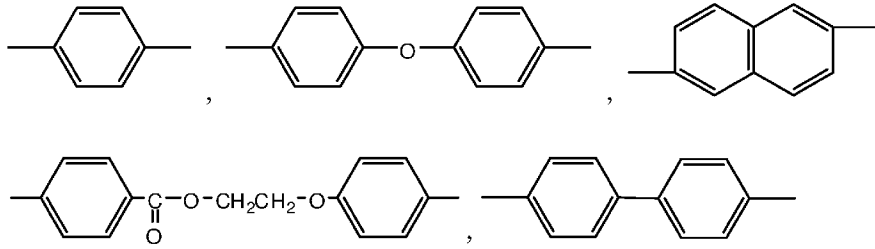


[0026] 表2、表3及び表4の構成単位において、nは1または2の整数で、それぞれの構成単位n=1、n=2は、単独でまたは組み合わせて存在してもよく、Y<sub>1</sub>及びY<sub>2</sub>は、それぞれ独立して、水素原子、ハロゲン原子（例えば、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子など）、アルキル基（例えば、メチル基、エチル基、イソプロピル基、t-ブチル基などの炭素数1から4のアルキル基など）、アルコキシ基（例えば、メトキシ基、エトキシ基、イソプロポキシ基、n-ブトキシ基など）、アリール基（例えば、フェニル基、ナフチル基など）、アラルキル基（ベンジル基（フェニルメチル基）、フェネチル基（フェニルエチル基）など）、アリーロキシ基（例えば、フェノキシ基など）、アラルキロキシ基（例えば、ベンジロキシ基など）などであってもよい。これらのうち、水素原子、塩素原子、臭素原子、またはメチル基が好ましい。

[0027] また、Zとしては、下記式で表される置換基が挙げられる。

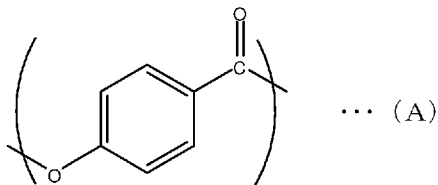
[0028]

[化1]

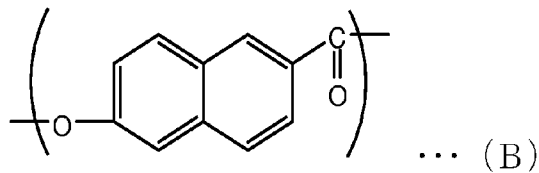


[0029] 液晶性ポリエステルは、好ましくは、ナフタレン骨格を構成単位として有する組み合わせであってもよい。なお、ヒドロキシ安息香酸由来の構成単位（A）と、ヒドロキシナフトエ酸由来の構成単位（B）の両方を含むことが、特に好ましい。例えば、構成単位（A）としては下記式（A）が挙げられ、構成単位（B）としては下記式（B）が挙げられる。融融成形性を向上する観点から、構成単位（A）と構成単位（B）の比率は、好ましくは9/1～1/1、より好ましくは7/1～1/1、さらに好ましくは5/1～1/1の範囲である。

[0030] [化2]



[0031] [化3]



[0032] また、（A）の構成単位と（B）の構成単位の合計は、例えば、全構成単位に対して65モル%以上であってもよく、より好ましくは70モル%以上、さらに好ましくは80モル%以上である。ポリマー中、特に（B）の構成単位が4～45モル%である液晶性ポリエステルが好ましい。

[0033] 本発明で好適に用いられる液晶性ポリエステルは、250～360℃の範囲であることが好ましく、より好ましくは260～320℃である。なお、ここでいう融点とは、JIS K7121試験法に準拠し、示差走差熱量計（DSC；メトラー社製「TA3000」）で測定し、観察される主吸収ピーク温度である。具体的には、前記DSC装置に、サンプルを10～20mgをとりアルミ製パンへ封入した後、キャリアーガスとして窒素を100cc/分流通し、20℃/分で昇温したときの吸熱ピークを測定する。ポリマーの種類によって、DSC測定において1st runで明確なピークが現れない場合は、50℃/分の昇温速度で予想される流れ温度よりも50℃高い温度まで昇温し、その温度で3分間完全に溶融した後、80℃/分の降温速度で50℃まで降温し、しかる後に20℃/分の昇温速度で吸熱ピークを測定するとよい。

[0034] なお、上記液晶性ポリエステルには、本発明の効果を損なわない範囲で、ポリエチレンテレフタレート、変性ポリエチレンテレフタレート、ポリオレフィン、ポリカーボネート、ポリアミド、ポリフェニレンサルファイド、ポリエーテルエーテルケトン、フッ素樹脂等の熱可塑性ポリマーを添加してもよい。また、酸化チタン、カオリン、シリカ、酸化バリウム等の無機物、カーボンブラック、染料や顔料等の着色剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、光安定剤等の各種添加剤を含んでもよい。

[0035] 本発明の液晶性ポリエステル繊維は、溶融紡糸により得られる繊維を用いることができる。溶融紡糸は公知または慣用の方法により行うことができる。例えば、押出機において繊維を得るための繊維形成樹脂を溶融させた後、所定の紡糸温度でノズルから吐出して得ることができる。

[0036] 本発明の液晶性ポリエステル繊維の単繊維繊度は、特に限定されるものではないが、好ましくは0.5dtex以上50dtex以下、より好ましくは1dtex以上15dtex以下、さらに好ましくは1.5dtex以上10dtex以下である。また、上記繊維のマルチフィラメントでの総繊度は、特に限定されるものではないが、好ましくは10dtex以上50000

d t e x以下、より好ましくは15 d t e x以上30000 d t e x以下、さらに好ましくは25 d t e x以上10000 d t e x以下である。さらに、上記マルチフィラメントを引き揃えてトウとして使用してもよい。トウ厚みは好ましくは0.1 mm以上10 mm以下、より好ましくは0.2 mm以上5 mm以下、さらに好ましくは0.3 mm以上3 mm以下である。

[0037] 本発明の液晶性ポリエステル繊維は、熱処理前に水溶性塩を紡糸原糸に付着させることで、単繊維間が接触することを抑制し、熱処理中で繊維間の融着を防止することができる。水溶性塩を付着させる方法としては、直接、紡糸原糸に水溶性塩を接着させる方法の他に、水溶液として繊維に付着させて固体を析出させる方法、水溶性のバインダー、接着剤等とともに繊維に付着させる方法等が挙げられる。水溶性塩の付着量は、紡糸原糸全体の重量に対して、好ましくは0.1 wt %以上、より好ましくは0.3 wt %以上、さらに好ましくは0.5 wt %以上であり、また、好ましくは5 wt %以下、より好ましくは4 wt %以下、さらに好ましくは3 wt %以下である。付着が少なすぎると融着防止効果が小さく、付着が多すぎると水溶性塩が繊維表面を覆ってしまい、熱処理の際に繊維内部に熱が伝わりにくくなるため好ましくない。

[0038] 該熱処理の方法は公知の方法を用いることができ、例えば、雰囲気加熱、接触加熱などの手段が挙げられる。雰囲気としては空気、不活性ガス（例えば窒素、アルゴン）のいずれを用いてもよい。なお、該熱処理の方式は、本発明の効果を損なわない限り、バッチ方式、ロール・トゥ・ロール方式を問わず、いずれの方式も採用することができる。また、熱処理温度に関しては、液晶性ポリエステル繊維の融点を $T_m$ とするとき、 $T_m - 80^\circ\text{C} \sim T_m$ の温度で行われる。該繊維の融点は熱処理につれ上昇するので、熱処理温度は順次上昇していく温度パターンで熱処理することが好ましい。

[0039] 上記繊維の熱処理後に水溶性塩を除去する方法としては、特に限定はなく、例えば、該繊維を水などの極性溶媒中に浸漬させる方法、水などの極性溶媒中で該繊維に超音波を照射させる方法、水などの極性溶媒中で該繊維を振

動させる方法等が挙げられる。なお、水溶性塩を除去するための溶媒は、繊維への化学的影響や作業者の安全性、環境負荷の観点から、水であることが特に好ましい。

[0040] 本発明の繊維は、単繊維間で融着がないため、マトリックス樹脂の含浸性に優れ、また、融着防止剤の残存量が少ないことから、後加工性、加工後の物性に優れる。従って、各種複合材料に好適に用いることができる。

[0041] 本発明の複合材料としては、例えば、本発明の繊維を織物やシート状にしてマトリックス樹脂を含浸させた複合材料、あるいは本発明の繊維を織物やシート状にして積層させてマトリックス樹脂を含浸させた複合材料などが挙げられる。

### 実施例

[0042] 引張強度 (cN/dtex) は、JIS L1013に準拠し、(株)島津製作所製オートグラフAGS-100Bを用い、糸長200mm、初荷重0.09cN/dtex、引張速度100mm/分の条件にて、1試料当り6回測定し、その平均値を算出した。

[0043] 融着防止剤付着率 (wt%) は、融着防止剤付着処理による重量の増分を表したものであり、該処理を行った後の試料と行う前の試料をそれぞれ100°Cで10分間乾燥させたのち、同じ長さ当たりの重量を測定し、下記式(1)で算出した。なお、試料の長さは、重量が0.5gを上回る範囲で設定した。またかかる値は、無作為に採取した融着防止剤付着処理前後の試料について各10回測定した値の平均値である。

[数1]

$$\text{融着防止剤付着率 (wt\%)} = 100 \times \{ (\text{処理後の試料の重量}) - (\text{処理前の資料の重量}) \} / (\text{処理後の試料の重量}) \quad (1)$$

[0044] 融着度 (f) は、熱処理繊維束を20mmの長さに切断した試料を、ヤマト科学社製ブレンソニック220を用い、水中で20分間、超音波を用いて分散させ、水中に分散した単糸の合計数 (n) を求め、熱処理前の単糸数 (N) との関係から、下記式(2)により算出した。なお、かかる値は、熱処

理後、無作為に採取した試料について10回測定した値の平均値である。

[数2]

$$f = N / n \quad (2)$$

[0045] 灰分は、JIS K7052（焼成法）に準拠し、繊維2gを625℃で3時間灰化させ、灰化前の重量に対する灰化後の重量の割合から算出した。

[0046] 工程通過性は、試料がローラーガイドを通過した後の単糸切れ及びフィブリルの個数から評価した。すなわち、直径40mmの硬質クロム梨地加工されたベアリングローラーガイド上を、走行速度100m/分、通過後張力40g、接触角90°で試料を通過させた後、1試料当たり10cm×10本（合計1m分）を採取し、単糸切れ及びフィブリルの個数をルーペ及び光学顕微鏡を用いて目測で計数した。

[0047] ここで、単糸切れとは、採取試料末端を除いて、単繊維の末端が目視で確認できた箇所を指す。また、フィブリルとは、表面が摩擦により毛羽立ち、その他の部分から独立して繊維質の剥離が見られる箇所を指す。

[0048] そして、単糸切れ及びフィブリルの個数が1mあたり1個以下のものを工程通過性A、2個以上10個以下のものを工程通過性B、11個以上のものを工程通過性Cとした。

[0049] [実施例1]

紡糸原糸として、総繊度1670dtex、フィラメント本数300本の液晶性ポリエステル繊維マルチフィラメント（（株）クラレ製、商品名：ベクトランNT）を用いた。

[0050] 上記繊維をヨウ化カリウム（和光純薬工業（株）製、商品名：試薬特級ヨウ化カリウム）2wt%水溶液に浸漬させて、100℃で10分間、乾燥させた。この際、水溶性塩の付着量は紡糸原糸全体の重量に対して2wt%であった。これを窒素雰囲気下で、室温～300℃の範囲で徐々に昇温し、16時間処理した。その後、50℃の水中で3分間、超音波洗浄（アズワン（株）製、商品名：超音波洗浄機ASU-20D）を使用することにより、繊維に付着したヨウ化カリウムを除去し、製品油剤を付与させて繊維製品を得

た。

[0051] 表5に示すように、この繊維の灰分は0.06wt%、融着度(f)は1.07、引張強度は24.5cN/dtexであり、融着防止剤の残存量が少なく、繊維間の融着がない結果となった。また、繊維強度に優れていることが分かる。

[0052] また、灰分が0.3wt%以下であり、繊維表面における融着防止剤の残存量が少ないため、表5に示すように、単糸切れ及びフィブリルの個数が少なく、工程通過性に優れていることが分かる。

[0053] [実施例2]

紡糸原糸として、総繊度1670dtex、フィラメント本数300本の液晶性ポリエステル繊維マルチフィラメント((株)クラレ製、商品名:ベクトランNT)を用いた。

[0054] 上記繊維を塩化ナトリウム(和光純薬工業(株)製、商品名:試薬特級塩化ナトリウム)2wt%水溶液に浸漬させて、100℃で10分間乾燥させた。このとき、水溶性塩の付着量は紡糸原糸全体の重量に対して2wt%であった。これを窒素雰囲気下で、室温~300℃の範囲で徐々に昇温し、16時間処理した。その後、50℃の水中で3分間、超音波洗浄(アズワン(株)製、商品名:超音波洗浄機ASU-20D)を使用することにより、繊維に付着した塩化ナトリウムを除去し、製品油剤を付与させて繊維製品を得た。

[0055] 表5に示すように、この繊維の灰分は0.07wt%、融着度(f)は1.09、引張強度は23.9cN/dtexであり、融着防止剤の残存量が少なく、繊維間の融着がない結果となった。また、繊維強度に優れていることが分かる。

[0056] また、灰分が0.3wt%以下であり、繊維表面における融着防止剤の残存量が少ないため、表5に示すように、単糸切れ及びフィブリルの個数が少なく、工程通過性に優れていることが分かる。

[0057] [実施例3]

紡糸原糸として、総繊度1670 dtex、フィラメント本数300本の液晶性ポリエステル繊維マルチフィラメント（（株）クラレ製、商品名：ベクトランNT）を用いた。

[0058] 上記繊維を塩化カリウム（和光純薬工業（株）製、商品名：試薬特級塩化カリウム）2wt%水溶液に浸漬させて、100℃で10分間乾燥させた。このとき、水溶性塩の付着量は紡糸原糸全体の重量に対して2wt%であった。これを窒素雰囲気下で、室温～300℃の範囲で徐々に昇温し、16時間処理した。その後、50℃の水中で3分間、超音波洗浄（アズワン（株）製、商品名：超音波洗浄機ASU-20D）を使用することにより、繊維に付着した塩化カリウムを除去し、製品油剤を付与させて繊維製品を得た。

[0059] 表5に示すように、この繊維の灰分は0.09wt%、融着度（f）は1.11、引張強度は23.3cN/dtexであり、融着防止剤の残存量が少なく、繊維間の融着がない結果となった。また、繊維強度に優れていることが分かる。

[0060] また、灰分が0.3wt%以下であり、繊維表面における融着防止剤の残存量が少ないため、表5に示すように、単糸切れ及びフィブリルの個数が少なく、工程通過性に優れていることが分かる。

[0061] [実施例4]

紡糸原糸として、総繊度1670 dtex、フィラメント本数300本の液晶性ポリエステル繊維マルチフィラメント（（株）クラレ製、商品名：ベクトランNT）を用いた。

[0062] 上記繊維をヨウ化ナトリウム（和光純薬工業（株）製、商品名：試薬特級ヨウ化ナトリウム）2wt%水溶液に浸漬させて、100℃で10分間乾燥させた。このとき、水溶性塩の付着量は紡糸原糸全体の重量に対して2wt%であった。これを窒素雰囲気下で、室温～300℃の範囲で徐々に昇温し、16時間処理した。その後、50℃の水中で3分間、超音波洗浄（アズワン（株）製、商品名：超音波洗浄機ASU-20D）を使用することにより、繊維に付着したヨウ化ナトリウムを除去し、製品油剤を付与させて繊維製

品を得た。

[0063] 表5に示すように、この繊維の灰分は0.07wt%、融着度(f)は1.09、引張強度は23.2cN/dtexであり、融着防止剤の残存量が少なく、繊維間の融着がない結果となった。また、繊維強度に優れていることが分かる。

[0064] また、灰分が0.3wt%以下であり、繊維表面における融着防止剤の残存量が少ないため、表5に示すように、単糸切れ及びフィブリルの個数が少なく、工程通過性に優れていることが分かる。

[0065] [実施例5]

紡糸原糸として、総繊度1670dtex、フィラメント本数300本の液晶性ポリエステル繊維マルチフィラメント((株)クラレ製、商品名:ベクトランNT)を用いた。

[0066] 上記繊維をヨウ化カリウム(和光純薬工業(株)製、商品名:試薬特級ヨウ化カリウム)0.05wt%水溶液に浸漬させて、100℃で10分間乾燥させた。このとき、水溶性塩の付着量は紡糸原糸全体の重量に対して0.05wt%であった。これを窒素雰囲気下で、室温~300℃の範囲で徐々に昇温し、16時間処理した。その後、50℃の水中で3分間、超音波洗浄(アズワン(株)製、商品名:超音波洗浄機ASU-20D)を使用することにより、繊維に付着したヨウ化カリウムを除去し、製品油剤を付与させて繊維製品を得た。

[0067] 表5に示すように、この繊維の灰分は0.04wt%、融着度(f)は2.91、引張強度は23.1cN/dtexであり、融着防止剤の残存量が少なく、繊維間の融着が小さい結果となった。また、繊維強度に優れていることが分かる。

[0068] なお、上述の実施例1~4に比し、融着防止剤の付着量が十分ではないため、実施例1~4に比し、繊維間の融着が、若干、大きい結果となった。

[0069] [実施例6]

紡糸原糸として、総繊度1670dtex、フィラメント本数300本の

液晶性ポリエステル繊維マルチフィラメント（（株）クラレ製、商品名：ベクトランNT）を用いた。

[0070] 上記繊維をヨウ化カリウム（和光純薬工業（株）製、商品名：試薬特級ヨウ化カリウム）0.25wt%水溶液に浸漬させて、100℃で10分間乾燥させた。このとき、水溶性塩の付着量は紡糸原糸全体の重量に対して0.25wt%であった。これを窒素雰囲気下で、室温～300℃の範囲で徐々に昇温し、16時間処理した。その後、製品油剤を付与させて繊維製品を得た。

[0071] 表5に示すように、この繊維の灰分は0.25wt%、融着度（f）は1.80、引張強度は24.0cN/dtexであり、融着防止剤の残存量が少なく、繊維間の融着がない結果となった。また、繊維強度に優れていることが分かる。

[0072] また、灰分が0.3wt%以下であり、繊維表面における融着防止剤の残存量が少ないため、表5に示すように、単糸切れ及びフィブリルの個数が少なく、工程通過性がよいことが分かる。

[0073] [比較例1]

紡糸原糸として、総繊度1670dtex、フィラメント本数300本の液晶性ポリエステル繊維マルチフィラメント（（株）クラレ製、商品名：ベクトランNT）を用いた。

[0074] 上記繊維を窒素雰囲気下で、室温～300℃の範囲で徐々に昇温し、16時間処理した。その後、製品油剤を付与させて繊維製品を得た。

[0075] 表5に示すように、この繊維の灰分は0.04wt%、引張強度は23.2cN/dtexであり、また、融着防止剤が付与されていないため、工程通過性に優れていたが、融着度（f）は5.88であり、繊維間の融着が大きい結果となった。これは、比較例1においては、融着防止剤を付与しなかったため、単繊維同士が融着し、融着のない繊維が得られなかったためであると考えられる。

[0076] [比較例2]

紡糸原糸として、総繊度1670 dtex、フィラメント本数300本の液晶性ポリエステル繊維マルチフィラメント（（株）クラレ製、商品名：ベクトランNT）を用いた。

[0077] 上記繊維に無機粒子の一種である合成マイカ（コープケミカル（株）製、商品名：ソマシフME-100）を0.5wt%付着させて、100℃で10分間乾燥させた。これを窒素雰囲気下で、室温～300℃の範囲で徐々に昇温し、16時間処理した。その後、50℃の水中で3分間、超音波洗浄（アズワン（株）製、商品名：超音波洗浄機ASU-20D）を使用し、製品油剤を付与させて繊維製品を得た。

[0078] 表5に示すように、この繊維の融着度（f）は1.13であり、繊維間の融着はないものの、繊維の灰分は0.35wt%であり、洗浄後も無機粒子の残存量が多いため、無機粒子による繊維欠陥が発生し、実施例1～6に比し、繊維強度が低下（引張強度が21.1cN/dtexに低下）していることが分かる。

[0079] 更に、無機粒子の残存量が多いため、表5に示すように、単糸切れ及びフィブリルの個数が多く、工程通過性に劣ることが分かる。

[0080] [比較例3]

紡糸原糸として、総繊度1670 dtex、フィラメント本数300本の液晶性ポリエステル繊維マルチフィラメント（（株）クラレ製、商品名：ベクトランNT）を用いた。

[0081] 上記繊維に硫酸バリウム（堺化学工業（株）製、商品名：バリクリアBF-20FW）を2wt%付着させて、100℃で10分間乾燥させた。これを窒素雰囲気下で、室温～300℃の範囲で徐々に昇温し、16時間処理した。その後、50℃の水中で3分間、超音波洗浄（アズワン（株）製、商品名：超音波洗浄機ASU-20D）を使用し、製品油剤を付与させて繊維製品を得た。

[0082] 表5に示すように、この繊維の融着度（f）は1.18であり、繊維間の融着はないものの、繊維の灰分は1.24wt%であり、洗浄後も硫酸バリ

ウムの残存量が多いため、無機粒子による繊維欠陥が発生し、実施例 1～6 に比し、繊維強度が低下（引張強度が  $22.8 \text{ cN/dtex}$  に低下）していることが分かる。

[0083] 更に、硫酸バリウムの残存量が多いため、表 5 に示すように、単糸切れ及びフィブリルの個数が多く、工程通過性に劣ることが分かる。

[0084]

[表5]

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6	比較例 1	比較例 2	比較例 3
液晶性ポリエステル繊維				(株)クラレ製「ベクトランNT」					
総繊維度 (dtex)	1670	1670	1670	1670	1670	1670	1670	1670	1670
フィラメント数(本)	300	300	300	300	300	300	300	300	300
融着防止剤	ヨウ化カリウム	塩化ナトリウム	塩化カリウム	ヨウ化ナトリウム	ヨウ化カリウム	ヨウ化カリウム	なし	合成マイカ	硫酸バリウム
融着防止剤付着率 (wt%)	2	2	2	2	0.05	0.25	-	0.5	2
灰分 (wt%)	0.06	0.07	0.09	0.07	0.04	0.25	0.04	0.35	1.24
融着度 f	1.07	1.09	1.11	1.09	2.91	1.80	5.88	1.13	1.18
引張強度 (cN/dtex)	24.5	23.9	23.3	23.2	23.1	24.0	23.2	21.1	22.8
工程通過性	A	A	A	A	A	B	A	C	C

産業上の利用可能性

[0085] 本発明の繊維は、積層板等の複合体部材に用いるための繊維や、有機材料

電線等のメッキ加工が施される繊維として好適に利用できる。

### 請求の範囲

- [請求項1] 灰分が0.3wt%以下であり、かつ融着度（f）が3以下であり、引張強度が18cN/dtex以上の液晶性ポリエステル繊維。
- [請求項2] 液晶性ポリエステル繊維の紡糸原糸に、水溶性塩を付着させて熱処理する工程を少なくとも含むことを特徴とする液晶性ポリエステル繊維の製造方法。
- [請求項3] 前記熱処理工程の後、前記水溶性塩を洗浄する工程を含むことを特徴とする請求項2に記載の液晶性ポリエステル繊維の製造方法。
- [請求項4] 前記紡糸原糸全体の重量に対して、前記水溶性塩を0.1wt%以上5wt%以下付着させることを特徴とする請求項2または請求項3に記載の液晶性ポリエステル繊維の製造方法。
- [請求項5] 前記水溶性塩がアルカリ金属塩であることを特徴とする請求項2～請求項4のいずれか1項に記載の液晶性ポリエステル繊維の製造方法。
- [請求項6] 請求項1に記載の液晶性ポリエステル繊維を含む複合材料。

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP2018/027401

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**

Int.Cl. D01F6/62 (2006.01) i, D06M11/11 (2006.01) i

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)

Int.Cl. D01F6/62, D06M11/11

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan	1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2018
Registered utility model specifications of Japan	1996-2018
Published registered utility model applications of Japan	1994-2018

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 A	JP 62-45743 A (SUMITOMO CHEMICAL INDUSTRY COMPANY LIMITED) 27 February 1987, industrial field of application, examples 1-7, page 4, lower left column, line 12 (Family: none)	1, 6 2-5
X A	JP 61-231217 A (SUMITOMO CHEMICAL INDUSTRY COMPANY LIMITED) 15 October 1986, claim 1, example 1, page 4, lower right column, line 1 & US 4865790 A, example 1, column 7, line 11 & EP 200012 A2 & DE 3684168 A	1, 6 2-5
X A	JP 61-231218 A (SUMITOMO CHEMICAL INDUSTRY COMPANY LIMITED) 15 October 1986, claims 1-3, examples 3-6, page 4, upper right column, lines 2-3, 20 & US 4865790 A, example 2, column 7, line 11 & EP 200012 A2 & DE 3684168 A	1, 6 2-5
X A	JP 61-289178 A (E. I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY) 19 December 1986, claims 1, 3, examples 1-4 & US 4668454 A, claims 1, 3, examples 1-4, & EP 205346 A2 & DE 3674074 C & CA 1249106 A	2, 4-5 1, 3, 6

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date	“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
“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)	“&” document member of the same patent family
“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  
06 August 2018 (06.08.2018)

Date of mailing of the international search report  
21 August 2018 (21.08.2018)

Name and mailing address of the ISA/  
Japan Patent Office  
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,  
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer  
  
Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. D01F6/62(2006.01)i, D06M11/11(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. D01F6/62, D06M11/11

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2018年
日本国実用新案登録公報	1996-2018年
日本国登録実用新案公報	1994-2018年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X A	JP 62-45743 A (住友化学工業株式会社) 1987.02.27, 産業上の利用分野、実施例1~7、4頁左下欄12行 (ファミリーなし)	1,6 2-5
X A	JP 61-231217 A (住友化学工業株式会社) 1986.10.15, 請求項1、実施例1、4頁右下欄1行 & US 4865790 A, Example 1, column 7 line 11, & EP 200012 A2 & DE 3684168 A	1,6 2-5

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー	の日の後に公表された文献
「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの	「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの	「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)	「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」同一パテントファミリー文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	

国際調査を完了した日 06.08.2018	国際調査報告の発送日 21.08.2018
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 春日 淳一 電話番号 03-3581-1101 内線 3474

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X A	JP 61-231218 A (住友化学工業株式会社) 1986. 10. 15, 請求項 1 ~ 3、実施例 N o 3 ~ 6、4 頁右上欄 2 行 ~ 3 行、2 0 行 & US 4865790 A, Example 2, column 7 line 11, & EP 200012 A2 & DE 3684168 A	1, 6 2-5
X A	JP 61-289178 A (イー・アイ・デュポン・デ・ニモアス・アンド・カンパニー) 1986. 12. 19, 請求項 1、3、実施例 1 ~ 4 & US 4668454 A, Claims 1, 3, Examples 1-4, & EP 205346 A2 & DE 3674074 C & CA 1249106 A	2, 4-5 1, 3, 6