(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3614020号
(P3614020)
(45)発行日　平成17年1月26日(2005.1.26)　(24)登録日　平成16年11月12日(2004.11.12)

(51)Int.Cl.[7]　F I
D01F 6/62　D01F 6/62 305Z
D01F 6/84　D01F 6/84 303Z

請求項の数 4　(全 12 頁)

(21)出願番号　特願平11-53552
(22)出願日　平成11年3月2日(1999.3.2)
(65)公開番号　特開2000-248426(P2000-248426A)
(43)公開日　平成12年9月12日(2000.9.12)
審査請求日　平成13年8月23日(2001.8.23)

(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２番１号
(72)発明者　松本　太成
愛知県岡崎市矢作町字出口１番地　東レ株式会社岡崎工場内
(72)発明者　前田　裕平
愛知県岡崎市矢作町字出口１番地　東レ株式会社岡崎工場内
(72)発明者　奥村　由治
愛知県岡崎市矢作町字出口１番地　東レ株式会社岡崎工場内

審査官　澤村　茂実

最終頁に続く

(54)【発明の名称】脂肪族ポリエステルマルチフィラメントの製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

重量平均分子量１０万～４０万のＬ－乳酸および／またはＤ－乳酸を主成分とするポリ乳酸を主体とする脂肪族ポリエステルポリマーを溶融紡糸し、引取り速度１２００～２２００ｍ／分で引取った後、２段または３段の多段延伸を行うにあたり、ｎ段目（１≦ｎ≦Ｎ）の延伸倍率Ｍｎが下記式（１）を満たすことを特徴とする脂肪族ポリエステルマルチフィラメントの製造方法。

（１）　$1 \leqq Mn \leqq M_T^{1/N} \times 1.5$

ただし、M_Tは総延伸倍率（$M_T = M_1 \times M_2 \times \cdots \times M_N$）、Ｎは延伸段数（Ｎ≧２）である。

【請求項２】

引取り速度が１８００ｍ～２２００ｍ／分であることを特徴とする請求項１記載の脂肪族ポリエステルマルチフィラメントの製造方法。

【請求項３】

ポリ乳酸の重量平均分子量が１０万～１８．７万であることを特徴とする請求項１または２記載の脂肪族ポリエステルマルチフィラメントの製造方法。

【請求項４】

１段目延伸温度（T_1）および最終段の延伸温度（T_N）がそれぞれ下記式（２）および（３）を満たす請求項１～３のいずれかに記載の脂肪族ポリエステルマルチフィラメントの製造方法。

（２）Ｔｇ－５≦T_1≦Ｔｇ＋４０
（３）Ｔｍ－３０≦T_N≦Ｔｍ－５
ただし、Ｔｇは溶融紡糸に用いるポリマーのガラス転移点（℃）、Ｔｍは同じくポリマーの融点（℃）である。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【発明の属する技術分野】
本発明は、脂肪族ポリエステル繊維の製造方法に関するものである。さらに詳細には、高強度脂肪族ポリエステルマルチフィラメントを安定に効率よく生産する方法に関するものである。
【０００２】
【従来の技術】
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おり、新しい処理方法の開発が急務である。
【０００３】
新しい処理方法の１つとして、リサイクル可能な樹脂を回収し、分別後再利用する方法がある。しかし、現実的には回収が困難な上、樹脂を分離するには高度な技術と高価な設備を必要とする。さらに、現行の技術では再利用回数にも限度があり、高々２～３回のリサイクルの後にはやはり焼却あるいは埋め立てにより処理されている。
【０００４】
そこで最近では地球環境保全の見地から、土中、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が開発されている。これらのうち溶融成型が可能な生分解性ポリマーとして、例えばポリヒドロキシブチレートやポリカプロラクトン、コハク酸やアジピン酸などの脂肪族ジカルボン酸成分とエチレングリコールやブタンジオールなどのグリコール成分とからなる脂肪族ポリエステル、ポリ乳酸などが知られている。しかしながら、ポリエステルやナイロンなど従来の汎用繊維と比較すると強度、弾性率などの機械的特性が十分に高くなく、手術用の縫合糸など限られた用途にしか用いられていなかった。
【０００５】
このような問題点を解決するため、近年様々な試みが成されている。例えば、特開平３－１８３４２８号公報や特開平４－１０８３３１号公報には、高分子量のポリマーを用い高倍率延伸あるいは溶液紡糸を行うことにより高強度化を達成する技術が開示されている。しかしながら、これらはともにモノフィラメントの製造技術であり、未延伸糸の引取り速度や延伸速度などの製糸条件の面で全く異なるマルチフィラメントの工業的な製造の技術については全く示唆はなく、同様の製糸条件としただけでは高強度脂肪族ポリエステルマルチフィラメントを効率よく工業的に生産することはできなかった。さらに、特開平１０－６０７３３号公報には熱水で２段以上の延伸を行うことで高強度・高弾性率のポリ乳酸モノフィラメントを得る技術が開示されているが、紡糸・延伸における巻取り速度が格段に速いマルチフィラメントの溶融紡糸に熱水延伸を適用することは非常に困難である。また、特開平８－２２６０１６号公報にも重量平均分子量１０～５０万の高分子量のポリ乳酸ポリマーを用い高倍率延伸により８ｇ／ｄ、３０％以上の高強度・高伸度糸を得る技術が開示されている。しかしながら、該公報の技術は実施例からも明らかなようにモノフィラメントを１段の延伸で一挙に高倍率に引き延ばそうとするものであり、同様の技術をマルチフィラメントに適用しようとしても繊維の白化や単糸の破断が頻発し、工業的に安定して品位の高い糸を得ることができないという問題があった。さらには、特開平７－３０５２２７号公報では、少量のポリエチレングリコールを共重合したポリ乳酸の連続重合紡糸を行うことで、高強度化を達成しつつこの延伸性の問題を解決する技術が開示されてい

る。しかしながら、共重合化によりコスト的に割高になることおよび耐熱性が低下すること、あるいは連続重合紡糸を行うため大がかりな装置が必要であることおよび品質管理が難しく安定した品質の糸が得られにくいなどの問題点があった。

【０００６】

以上のように高強度の脂肪族ポリエステル繊維を得んする様々な試みが成されているが、高強度で優れた機械的強度を持つ脂肪族ポリエステルマルチフィラメントを安定に効率よく生産することについては未だ達成されていないのが実状であった。

【０００７】

【発明が解決しようとする課題】

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、高強度で優れた機械的強度を持ち品位の優れた脂肪族ポリエステルマルチフィラメントを安定に効率よく生産する方法を提供することにある。

【０００８】

【課題を解決するための手段】

上記課題を解決するため本発明の脂肪族ポリエステルマルチフィラメントの製造方法は、主として次の構成を有する。すなわち、重量平均分子量１０万～４０万のＬ－乳酸および／またはＤ－乳酸を主成分とするポリ乳酸を主体とする脂肪族ポリエステルポリマーを溶融紡糸し、引取り速度１２００～２２００ｍ／分で引取った後、２段または３段の多段延伸を行うにあたり、ｎ段目（１≦ｎ≦Ｎ）の延伸倍率Ｍｎが下記式（１）を満たすことを特徴とする脂肪族ポリエステルマルチフィラメントの製造方法である。

（１）　$1 \leqq Mn \leqq M_T^{1/N} \times 1.5$

ただし、M_Tは総延伸倍率（$M_T = M_1 \times M_2 \times \cdots \times M_N$）、Ｎは延伸段数（Ｎ≧２）とする。

【０００９】

【発明の実施の形態】

次に、本発明の脂肪族ポリエステルマルチフィラメントの製造方法について説明する。

【００１０】

本発明の脂肪族ポリエステルマルチフィラメントの製造方法で用いる脂肪族ポリエステルポリマーは、Ｌ－乳酸および／またはＤ－乳酸を主成分とするポリ乳酸を主体とするものである。通常は、融点が１３０℃以上、好ましくは１５０℃以上、さらに好ましくは１７０℃以上である。

【００１１】

脂肪族ポリエステルの融点が１３０℃よりも低いと、製糸時、特に紡糸時に単繊維間の融着が著しくなり、更に延伸性不良が発生するなど製品の品位が著しく損なわれる。なお、本発明において、融点とは、ＤＳＣ測定で得られる溶融ピークのピーク温度をいい、実施例中に記載の方法により測定される値のことをいう。

【００１２】

本発明で用いる脂肪族ポリエステルは、Ｌ－乳酸および／またはＤ－乳酸を主成分とするポリ乳酸を主体とするものである。ポリ－３－ヒドロキシプロピオネート、ポリ－３－ヒドロキシブチレートおよびポリ－３－ヒドロキシブチレートバリレート共重合体の中でもポリ乳酸系生分解性ポリマーは、他の生分解性ポリマーに比べ、耐熱性および結晶性が高く、繊維としたときの強度、弾性率が高いなどの優れた特徴を有している。これらの脂肪族ポリエステルは生物分解性或いは加水分解性が高く、使用後は自然環境中で容易に分解されるという利点を有する。さらに、繊維の繊度や形態、あるいは使用する用途によって例えば織り構造や編み構造など種々の設計を変更することにより、分解性を制御することができる。

【００１３】

本発明で用いる脂肪族ポリエステルの重量平均分子量は１０万以上、好ましくは１２万以上、さらに好ましくは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ことができない。なお、一般に脂肪族ポリエ

ステルの平均分子量を４０万以上とすることは困難である。

【００１４】

なお、本発明で用いるポリマーには本発明の効果を損なわない範囲で主体をなす脂肪族ポリエステル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０．００５～１．０ｗｔ％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、フタロシアイン系、アンスラキノン系、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。

【００１５】

衣料用および産業用繊維として、強度、弾性率などの機械的物性や、耐光性、耐熱性の優れたものを得るという観点から、本発明で用いるポリマーの主体をなす脂肪族ポリエステルは、Ｌ－乳酸および／またはＤ－乳酸を主成分とするポリ乳酸であることが好ましい。ポリ乳酸の製造方法には、Ｌ－乳酸、Ｄ－乳酸、ＤＬ－乳酸（ラセミ体）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量体が溶融紡糸時に気化して糸斑の原因となるため、溶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０．３ｗｔ％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。

【００１６】

また、本発明において好ましく用いられるポリ乳酸は、Ｌ－乳酸、Ｄ－乳酸のほかにエステル形成能を有するその他の単量体成分を共重合した共重合ポリ乳酸であってもよい。共重合可能な単量体成分としては、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。

【００１７】

また、溶融粘度を低減させるため、ポリカプロラクトン、ポリブチレンサクシネート、ポリエチレンサクシネートのような脂肪族ポリエステルポリマーを内部可塑剤として、あるいは外部可塑剤として用いることができる。

【００１８】

本発明の脂肪族ポリエステルマルチフィラメントの製造方法では通常の溶融紡糸の装置・設備を用いることにより高強度の脂肪族ポリエステルマルチフィラメントを得ることができる。すなわち、前記したポリマーは、例えばエクストルーダーやプレッシャーメルター型紡糸機で溶融された後、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、マルチフィラメント用の多孔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を吹き付けられ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、その後延伸される。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。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、生産性の良さからは直接紡糸延伸法が好ましい。

【００１９】

従来、高分子量の脂肪族ポリエステルを溶融紡糸・延伸する際、高強度糸を得るための高延伸倍率化が困難であった。本発明者らはこの問題点について鋭意研究の結果、この延伸性の問題は、引取った未延伸糸の脆性的性質が原因であり、さらにそれは未延伸糸の引取り速度が低いことに起因していることを突き止めた。　本発明の脂肪族ポリエステルマルチフィラメントの製造方法では、引取り速度は１２００ｍ／分以上、好ましくは１８００ｍ／分以上とするものである。すなわち、高分子量の脂肪族ポリエステルを溶融紡糸して１２００ｍ／分より低い速度で引取った未延伸糸では、配向結晶化がほとんど起こらずに緩和した繊維内部構造のためにラメラ状の折りたたみ結晶が引取りとほぼ同時に急速に成長し、タイ分子が極端に減少してしまう。そのため引続き行う延伸工程において安定して高倍率延伸を行うことが非常に困難となり、糸切れや毛羽が頻発したり、繊維の白化現象や強度低下が起こってしまうのである。１２００ｍ／分以上の引き取り速度で未延伸糸を引き取った場合のみ適度な配向結晶化により過度の折りたたみ結晶の成長が抑制され十分なタイ分子が存在することとなり、そのため引続き行う高倍率延伸においても延伸性が良好で安定した延伸を行うことができ、その結果品位の優れた高強度糸を得ることが可能となるのである。引き取り速度が高すぎても強度の高い糸が得られにくいことから、引き取り速度としては４０００ｍ／分以下であることが好ましい。

【００２０】

本発明の脂肪族ポリエステルマルチフィラメントの製造方法では、延伸は２段以上の多段延伸で行われるが（延伸段数：Ｎ、Ｎ≧２）、さらにｎ段目（２≦ｎ≦Ｎ）の延伸倍率Ｍｎは、下記式（１）を満たすものである。

（１）　$1 \leqq Mn \leqq M_T^{1/N} \times 1.5$

ただし、M_T は総延伸倍率（$M_T = M_1 \times M_2 \times \cdots \times M_N$）である。

【００２１】

延伸段数が１段であるか、または、２段以上であっても各延伸段の延伸倍率が上記式（１）を満足しない場合には、特定の延伸工程に変形が過度に偏ったり、繊維の変形速度が過度に速くなることにより、良好で安定した延伸性を得ることができず、高強度化を達成することができない。さらに、全延伸段のうちのどの延伸段においても繊維の白化現象が起こらないようにすることが好ましい。ここで繊維の白化現象とは繊維内部構造中にボイドあるいは結晶・非晶構造界面の剥離や、フィブリル状の構造が形成されることにより繊維が白濁する現象を言う。全延伸段のうちのどの延伸段においても繊維の白化現象が起こらないようにすれば、毛羽や糸切れの少ない良好な延伸性をさらに容易に達成することができ、より高強度で品位の優れた脂肪族ポリエステル繊維を得ることができる。さらに高倍率の延伸を毛羽や糸切れあるいは繊維の白化現象を回避しつつ行うことができるという観点からは、延伸段数は３段とすることが好ましい。

【００２２】

さらに、本発明の脂肪族ポリエステルマルチフィラメントの製造方法では、１段目延伸温度（T_1）および最終段の延伸温度（T_N）がそれぞれ下記式（２）、（３）を満たすことが好ましい。

（２）$Tg - 5 \leqq T_1 \leqq Tg + 30$

（３）$Tm - 30 \leqq T_N \leqq Tm - 5$

ただし、Ｔｇは溶融紡糸に用いるポリマーのガラス転移点（℃）、Ｔｍは同じくポリマーの融点（℃）であり、実施例中に記載の方法により測定される値のことをいう。上記の温度条件とすることで、前記の多段延伸を、毛羽や糸切れのないさらに良好な延伸性のもとで行うことができ、より高強度で白化のない高品位の繊維を得ることができる。T_1 および T_N はそれぞれ実質的に１段目延伸温度および最終段の延伸温度を決定する延伸装置の温度のことを言う。

【００２３】

図１に本発明の実施形態の一例の延伸工程図を示す。図中の延伸ローラーおよびリラックスローラーは非加熱ローラーであってもよい。延伸倍率は接触式熱板のすぐ前と後のローラーの速度比で決定され、弛緩処理率は熱セットローラーとリラックスローラーの速度比により決定される。例えば２段延伸（Ｎ＝２）の場合、給糸された未延伸糸は接触式熱板の温度にてそれぞれ１段目および２段目の延伸が行われ、引き続いて熱セットローラー周回時に熱処理を施され、さらに熱セットローラーとリラックスローラー間にて弛緩処理された後、巻取機に巻取られる。この場合、１段目の接触式熱板の温度がT_1にあたり、２段目の接触式熱板の温度がT_Nにあたる。

【００２４】

本発明の脂肪族ポリエステルマルチフィラメントの製造方法では、延伸熱源は接触式熱板に限られず任意の方法を採ればよく、例えばホットローラー、非接触熱板、熱媒浴、ピンなどでもよい。例えば、ホットローラーによる延伸を行う場合、図１の延伸工程図において接触式熱板４を除いたプロセスになる。この際に延伸ローラー１がホットローラーになり、該ホットローラーを多段に設けることができる。本発明においてはこのような方法も好適に用いることができ、この場合、実質的に延伸が行われる一連のローラー部のうち、最初のホットローラーの温度がT_1にあたり、最後の延伸部に糸条を供給するホットローラーの温度がT_Nにあたる。

【００２５】

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。

【００２６】

衣料用および産業用繊維として広く用いられるためには、本発明の脂肪族ポリエステルマルチフィラメントの製造方法により得られる繊維は４．５ｃＮ／ｄｔｅｘ以上、さらには５．０ｃＮ／ｄｔｅｘ以上の強度を有することが好ましい。

【００２７】

本発明の脂肪族ポリエステルマルチフィラメントの製造方法では、マルチフィラメントの単繊維繊度は使用形態に応じて選択すればよいが、通常１ｄｔｅｘ以上、２２ｄｔｅｘ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度は、２０ｄｔｅｘ以上、３３３０ｄｔｅｘ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、丸断面が好ましい。

【００２８】

【実施例】

以下、実施例により本発明を詳細に説明する。

なお、実施例中の物性は次の方法で測定した値である。

Ａ．強度（ｃＮ／ｄｔｅｘ）および伸度（％）：（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。

Ｂ．融点（℃）およびガラス転移点（℃）：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℃／分での測定におけるガラス状態への転移開始温度をガラス転移点とし、結晶融解ピークのピーク温度を融点とした。

Ｃ．重量平均分子量：試料の０．１％クロロホルム溶液のＧＰＣ分析を行い、分子量１，０００以下の成分を除く高分子量成分の分散の重量平均値を算出した。

Ｄ．極限粘度：試料８ｇをオルソクロロフェノール１００ｍｌに溶解し、溶液粘度（η_{rp}）をオストワルド粘度計を用いて２５℃で測定し、次の近似式により極限粘度（ＩＶ）を算出した。

$IV = 0.0242\eta_{rp} + 0.2634$

ただし、$\eta_{rp} = (t \times d) / (t_0 \times d_0)$

ここで、

ｔ：溶液の落下時間（秒）
t_0：オルソクロロフェノールの落下時間（秒）
ｄ：溶液の密度（ｇ／ｃｃ）
d_0：オルソクロロフェノールの密度（ｇ／ｃｃ）
Ｅ．延伸性：未延伸糸を延伸する際の様子により、次のように分類、表記した。
○：糸切れや毛羽、延伸糸の白化現象はなく良好な延伸性であった。
△：毛羽が若干見られ、延伸糸の白化現象が一部見られた。
×：糸切れ、毛羽が多く延伸糸の白化現象が頻発した。
××：糸切れが頻発し、巻取り不可能だった。
Ｆ．生分解性：延伸糸を活性汚泥中に埋設し、埋設前の強度に対する６ヶ月埋設後の強度の割合、つまり６ヶ月後の強度保持率により、次のように分類、表記した。
○：強度保持率が５０％未満。
×：強度保持率が５０％以上。
【００２９】
（実施例１，３～４，６、比較例５～７）
Ｌ－ラクチドに対しオクチル酸錫を１５０ｐｐｍ混合し、撹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、１４０℃の窒素雰囲気中で固相重合して、融点１７６℃、重量平均分子量１３．１万のポリＬ－乳酸ホモポリマー（ＰＬＬＡ）を得た。このＰＬＬＡを１２０℃で１２時間減圧乾燥した。押し出しにはエクストルダー型の溶融紡糸機を用い、紡糸温度２４０℃で溶融し、環状３列配孔で０．６φの吐出孔を９６個持つ口金から紡出直後長さ３００ｍｍ、温度２６０℃の加熱筒内の雰囲気を通過させた後、環状チムニーを通過させて風速２０ｍ／分のチムニー風により冷却し油剤を付与した後、１５００ｍ／分の速度で引取ることにより３３０ｄｔｅｘ／９６ｆｉｌの未延伸糸を巻き取った。それぞれの実施例と比較例において、図１に示した装置を用いて表１に記載したとおりの延伸段数、延伸倍率、延伸温度（図１中の熱板温度）にて未延伸糸を延伸し、引き続いて温度１５５℃において熱固定、０．５％の弛緩処理を施して巻取り速度３２０ｍ／分にて延伸糸を巻取った。この延伸糸を用いてそれぞれ前記した生分解性評価を行った。
延伸糸の強度、延伸時の延伸性、生分解性をそれぞれ表１に併せて示す。
【００３０】
【表１】

【００３１】

No.	ポリマー	ポリマー重量平均分子量（×10^3）	ポリマー Tg（℃）	ポリマー Tm（℃）	引取速度（m／分）	延伸段数：N	1段目延伸倍率：M_1／温度（℃）（$M_1/M_T^{1/N}$）	2段目延伸倍率：M_2／温度（℃）（$M_2/M_T^{1/N}$）	3段目延伸倍率：M_3／温度（℃）（$M_3/M_T^{1/N}$）	総延伸倍率：M_T（$M_T^{1/N}$）	延伸糸強度（cN/dtex）	延伸糸伸度（％）	製糸性	生分解性
実施例1	PLLA	131	60	176	1500	2	1.41／51 (0.78)	2.33／152 (1.29)	－	3.29 (1.81)	4.65	37.2	○	○
実施例2	P(L/D)LA	115	56	155	1500	2	1.53／48 (0.77)	2.58／145 (1.30)	－	3.95 (1.99)	5.01	35.5	○	○
実施例3	PLLA	131	60	176	1500	3	1.39／50 (0.87)	1.41／115 (0.88)	2.07／157 (1.29)	4.06 (1.60)	5.50	33.8	○	○
実施例4	PLLA	131	60	176	1500	2	1.53／74 (0.77)	2.62／157 (1.31)	－	4.01 (2.00)	5.39	32.5	○	○
実施例5	PLLA	131	60	176	2200	2	1.53／53 (0.81)	2.33／150 (1.23)	－	3.56 (1.89)	5.54	28.4	○	○
実施例6	PLLA	131	60	176	1500	3	1.55／79 (0.95)	1.65／121 (1.01)	1.73／161 (1.05)	4.42 (1.64)	5.98	28.8	○	○
実施例7	PLLA	131	60	176	2200	2	1.75／82 (0.80)	2.72／155 (1.25)	－	4.76 (2.18)	6.13	25.9	○	○
実施例8	PLLA	131	60	176	2200	3	1.65／82 (0.95)	1.65／122 (0.95)	1.93／158 (1.11)	5.25 (1.74)	6.66	25.5	○	○
実施例9	PLLA	187	61	178	2200	3	1.53／82 (0.94)	1.55／130 (0.96)	1.80／160 (1.11)	4.26 (1.62)	7.09	23.0	○	○
比較例1	PET	1.02（注）	67	256	1500	2	2.20／60 (1.15)	1.68／225 (0.87)	－	3.70 (1.92)	7.24	18.2	○	×
比較例2	PLLA	79	60	176	1500	2	1.66／51 (0.83)	2.40／150 (1.21)	－	3.98 (1.99)	3.32	39.7	△	○
比較例3	PBS	124	-40	112	1500	2	1.89／70 (0.97)	2.00／97 (1.03)	－	3.78 (1.94)	2.60	43.4	△	○
比較例4	PLLA	131	60	176	750	2	1.22／50 (0.81)	1.88／149 (1.25)	－	2.29 (1.51)	2.47	23.9	×	○
比較例5	PLLA	131	60	176	1500	1	2.35／110 (1.00)	－	－	2.35 (2.35)	3.64	24.7	×	○
比較例6	PLLA	131	60	176	1500	2	1.11／52 (0.63)	2.83／153 (1.60)	－	3.14 (1.77)	4.01	25.2	×	○
比較例7	PLLA	131	60	176	1500	2	3.05／53 (1.62)	1.16／155 (0.62)	－	3.55 (1.88)	－	－	××	－

（注）比較例1はＰＥＴの極限粘度の値

10 20 30 40 50

（実施例２）
Ｌ－ラクチドにＬ－乳酸およびＤ－乳酸からなるラクチド（ラセミ体）を混合した後に重合して融点１５５℃、重量平均分子量１１．５万のＤ体共重合率５ｍｏｌ％ポリＬ－乳酸共重合体を得た。このポリマーを用いて溶融紡糸を行ったこと以外は実施例１と同様に製糸を行い、表１に記載した延伸段数、延伸倍率、延伸温度で未延伸糸の延伸を行うことにより、Ｄ体共重合率５ｍｏｌ％ポリＬ－乳酸共重合体（Ｐ（Ｌ／Ｄ）ＬＡ）からなる延伸糸を得た。この延伸糸を用いて前記した生分解性評価を行った。
延伸糸の強度、延伸時の延伸性、生分解性をそれぞれ表１に併せて示す。
【００３２】
（実施例５，７～８）
未延伸糸の巻取り速度を２２００ｍ／分とした以外は実施例１と同様に製糸を行い、表１に記載した延伸段数、延伸倍率、延伸温度で未延伸糸の延伸を行うことにより、ＰＬＬＡからなる延伸糸を得た。この延伸糸を用いて前記した生分解性評価を行った。
延伸糸の強度、延伸時の延伸性、生分解性をそれぞれ表１に併せて示す。
【００３３】
（実施例９）
Ｌ－ラクチドの重合温度を１９８℃、重合時間を１５分、固相重合温度を１４７℃とすることにより融点１７８℃、重量平均分子量１８．７万のＰＬＬＡを得て、このポリマーを用いて溶融紡糸を行い、未延伸糸の巻取り速度を２２００ｍ／分とした以外は実施例１と同様に製糸を行い、表１に記載したとおりの延伸段数、延伸倍率、延伸温度で未延伸糸の延伸を行うことにより、ＰＬＬＡからなる延伸糸を得た。この延伸糸を用いて前記した生分解性評価を行った。
延伸糸の強度、延伸時の延伸性、生分解性をそれぞれ表１に併せて示す。
【００３４】
（比較例１）
融点２５６℃、極限粘度１．０２のポリエチレンテレフタレート（ＰＥＴ）を１３０℃で１２時間減圧乾燥した後、溶融紡糸した。環状３列配孔で０．６φの吐出孔を９６個持つ口金を用い、押し出しにはエクストルダー型の溶融紡糸機を用いた。以上の条件のもとで上記のＰＥＴを用いて紡糸温度２９５℃で溶融紡糸し、口金から紡出直後長さ３００ｍｍ、温度３２０℃の加熱筒内の雰囲気を通過させた後、環状チムニーを通過させて風速１３ｍ／分のチムニー風により冷却し油剤を付与した後、１５００ｍ／分の速度で引取ることにより３３３０ｄｔｅｘ／９６ｆｉｌの未延伸糸を一旦巻き取った。この未延伸糸を表１に記載したとおりの延伸段数、延伸倍率、延伸温度にて延伸し、引き続いて温度１５５℃において熱固定、０．５％の弛緩処理を施して巻取り速度３２０ｍ／分にて延伸糸を巻取った。この延伸糸を用いてそれぞれ前記した生分解性評価を行った。
延伸糸の強度、延伸時の延伸性、生分解性をそれぞれ表１に示す。
【００３５】
（比較例２）
Ｌ－ラクチドの重合温度を１８０℃、重合時間を６分、固相重合温度を１３０℃とすることにより融点１７６℃、重量平均分子量７．９万のＰＬＬＡを得て、このポリマーを用いて溶融紡糸を行ったこと以外は実施例１と同様に製糸を行い、表１に記載したとおりの延伸段数、延伸倍率、延伸温度で未延伸糸の延伸を行うことにより、ＰＬＬＡからなる延伸糸を得た。この延伸糸を用いて前記した生分解性評価を行った。
延伸糸の強度、延伸時の延伸性、生分解性をそれぞれ表１に併せて示す。
【００３６】
（比較例３）
融点１１２℃、重量平均分子量１２．４万のポリブチレンサクシネート（ＰＢＳ）を８０℃で１２時間減圧乾燥した後、溶融紡糸した。環状３列配孔で０．６φの吐出孔を９６個持つ口金を用い、押し出しにはエクストルダー型の溶融紡糸機を用いた。以上の条件のもとで上記のポリブチレンサクシネートを用いて紡糸温度１８０℃で溶融紡糸し、口金から

紡出直後長さ３００ｍｍ、温度２００℃の加熱筒内の雰囲気を通過させた後、環状チムニーを通過させて風速２５ｍ／分のチムニー風により冷却し油剤を付与した後、１５００ｍ／分の速度で引取ることにより３３３０ｄｔｅｘ／９６ｆｉｌの未延伸糸を一旦巻き取った。この未延伸糸を表１に記載した延伸段数、延伸倍率、延伸温度にて延伸し、引き続いて温度１５５℃において熱固定、０．５％の弛緩処理を施して巻取り速度３２０ｍ／分にて延伸糸を巻取った。この延伸糸を用いてそれぞれ前記した生分解性評価を行った。
延伸糸の強度、延伸時の延伸性、生分解性をそれぞれ表１に併せて示す。

【００３７】

（比較例４）

未延伸糸の巻取り速度を７５０ｍ／分とした以外は実施例１と同様に製糸を行い、表１に記載したとおりの延伸段数、延伸倍率、延伸温度で未延伸糸の延伸を行うことにより、ＰＬＬＡからなる延伸糸を得た。この延伸糸を用いて前記した生分解性評価を行った。
延伸糸の強度、延伸時の延伸性、生分解性をそれぞれ表１に併せて示す。

【００３８】

【発明の効果】

本発明の脂肪族ポリエステル繊維の製造方法により、高倍率延伸においても毛羽や糸切れが極めて少なく延伸性が良好で安定した延伸を行うことができ、低コストで効率の良い生産を行うことができる。得られる脂肪族ポリエステル繊維は、高強度でなおかつ毛羽や白化現象がない極めて品位の優れたものであり、衣料用および産業用として広く好適かつ有用である。

【００３９】

さらに、これらの繊維は自然環境中での生物分解性が高く、使用後は自然環境中で容易に分解されるという利点を有する。加えて、使用する繊維の繊度や繊維構造、あるいは織り設計やコーティングにより織物や製品の設計を変更することにより、分解性を任意に制御することができる。

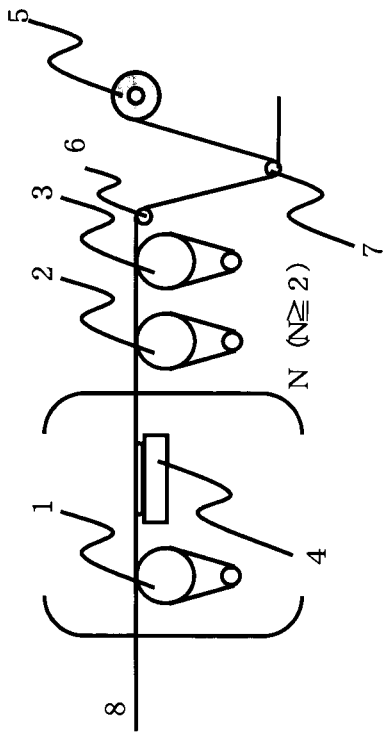
【図面の簡単な説明】

【図１】本発明の実施形態の一例の延伸工程図。

【符号の説明】

１：延伸ローラー
２：熱セットローラー
３：リラックスローラー
４：接触式熱板
５：巻取機
６：糸道ガイドローラー
７：スイングアーム
８：給糸部

【図１】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開平１１－１３１３２３（ＪＰ，Ａ）
特開平０８－２８３５５８（ＪＰ，Ａ）
特開平７－１２６９１５（ＪＰ，Ａ）
特開平５－７８９１４（ＪＰ，Ａ）
特開平９－４１２２０（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.[7]，ＤＢ名)
D01F 6/62,84,86,92