

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5052830号
(P5052830)

(45) 発行日 平成24年10月17日 (2012.10.17)

(24) 登録日 平成24年8月3日 (2012.8.3)

(51) Int. Cl.

F I

D O 6 M 15/564 (2006.01)

D O 6 M 15/564

D O 6 N 3/00 (2006.01)

D O 6 N 3/00 D A A

D O 6 M 13/358 (2006.01)

D O 6 M 13/358

D O 6 M 13/352 (2006.01)

D O 6 M 13/352

D O 6 M 13/127 (2006.01)

D O 6 M 13/127

請求項の数 13 外国語出願 (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2006-175357 (P2006-175357)
 (22) 出願日 平成18年6月26日 (2006.6.26)
 (65) 公開番号 特開2007-16378 (P2007-16378A)
 (43) 公開日 平成19年1月25日 (2007.1.25)
 審査請求日 平成21年5月29日 (2009.5.29)
 (31) 優先権主張番号 M12005A001202
 (32) 優先日 平成17年6月24日 (2005.6.24)
 (33) 優先権主張国 イタリア (IT)

(73) 特許権者 503134594
 アルカンタラ、ソシエタ、ベル、アチオニ
 A L C A N T A R A S . P . A .
 イタリア国ミラノ、ピア、メチェナーテ、
 8 6
 (74) 代理人 100075812
 弁理士 吉武 賢次
 (74) 代理人 100091487
 弁理士 中村 行孝
 (74) 代理人 100094640
 弁理士 紺野 昭男
 (74) 代理人 100107342
 弁理士 横田 修孝
 (74) 代理人 100120617
 弁理士 浅野 真理

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高耐光性を有する極細繊維起毛不織布およびその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

a) ポリエステル極細繊維、
 b) エラストマー状マトリックス、および
 c) トリアジンまたはその誘導体と、ベンゾフェノンまたはその誘導体と、ベンゾトリ
 アゾールまたはその誘導体とを含んでなる UV 安定剤混合物、
 を含んでなる、極細繊維起毛不織布。

【請求項 2】

前記エラストマー状マトリックスが、ポリウレタン、尿素 - ポリウレタン、およびそれらの混合物から選択される、請求項 1 に記載の不織布。

【請求項 3】

前記ポリエステルが、ポリエチレンテレフタレート、ポリメチレンテレフタレート、カチオン染料で染色できるポリエチレンテレフタレートおよびそれらの混合物から選択される、請求項 1 に記載の不織布。

【請求項 4】

前記ポリエステルが、少なくとも一種がアントラキノン分散染料の群に属する分散染料の混合物で染色される、請求項 1 に記載の不織布。

【請求項 5】

耐光性が 3 を超える、請求項 1 に記載の不織布。

【請求項 6】

10

20

前記UV安定剤混合物が、前記極細繊維状不織布に対して0.5～5重量%の量で存在する、請求項1に記載の不織布。

【請求項7】

前記UV安定剤混合物が、前記極細繊維状不織布に対して1.5～3重量%の量で存在する、請求項6に記載の不織布。

【請求項8】

前記ポリエステルがポリエチレンテレフタレートである、請求項3に記載の不織布。

【請求項9】

耐光性が3を超え、湿式摩擦に対する抵抗値が3を超え、L値が3.5未満である、請求項8に記載の不織布。

10

【請求項10】

前記ポリエステルが、ポリエチレンテレフタレートおよびカチオン染料で染色できるポリエチレンテレフタレートの混合物からなる、請求項3に記載の不織布。

【請求項11】

耐光性値が3を超え、湿式摩擦に対する抵抗値が3を超え、L値が4.5～7.5である、請求項10に記載の不織布。

【請求項12】

請求項1に記載の極細繊維起毛不織布を製造する方法であって、

(y1) 未漂白の極細繊維起毛不織布を製造する工程、

(y2) 前記工程(y1)で得た前記未漂白布を染色する工程、および

(y3) 前記工程(y2)の後に得た前記染色した製品を、トリアジンまたはその誘導体と、ベンゾフェノンまたはその誘導体と、ベンゾトリアゾールまたはその誘導体とを含んでなるUV安定剤混合物で処理する工程
を含んでなる、方法。

20

【請求項13】

前記工程(y2)および(y3)が同時に行われる、請求項12に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【発明の分野】

【0001】

本発明は、高い耐光性を有する極細繊維起毛不織布(以下、極細繊維不織布ともいう。)に関する。

30

【0002】

より詳しくは、高レベルの色耐光性は、ベンゾトリアゾール、トリアジンおよびベンゾフェノン、トリアジンの群に属する成分の少なくとも一種から選択された一種以上のUV安定剤を使用することにより得られる。

【背景技術】

【0003】

極細繊維不織布の耐光性は、一般的に様々な特別な用途、例えば自動車内装に完全に満足できるものではないことが知られている。これまで、耐光性を高める試みがなされている。例えば、伊国特許第IT1196456号には、ベンゾフェノンおよびベンゾトリアゾールから選択された少なくとも一種のUV安定剤を染色工程で使用する、極細繊維不織布の製造が開示されている。しかし、この技術には、その効果が特定の波長に対して限られているので、様々な制限がある。

40

【特許文献1】伊国特許第IT1196456号

【発明の概要】

【0004】

ここで、UV領域で高い耐光性を有するので、上記の欠点を解決する極細繊維起毛不織布が見出された。そこで、本発明は、

a) ポリエステル極細繊維から選択された極細繊維、

b) エラストマー状マトリックス、および

50

c) c 1) トリアジンおよびその誘導体からなる群から選択される少なくとも一種の安定剤と、 c 2) ベンゾフェノンおよびベンゾトリアゾールならびにそれらの混合物の群に属する化合物から選択された一種以上の安定剤と、 からなる UV 安定剤組成物、
を含んでなる極細繊維起毛不織布に関する。

【 0 0 0 8 】

本発明の態様においては、 UV 安定剤組成物は、

(i) トリアジンおよびその誘導体と、

(ii) ベンゾフェノンおよびベンゾトリアゾールならびにそれらに関連する混合物と、
からなり、化合物 (i) の、 (i) + (ii) の合計に対する重量 % が、好ましくは少なくとも 3 0 % である。

10

【 発明を実施するための最良の形態 】

【 0 0 0 9 】

ベンゾフェノン誘導体の典型的な例は、 2 , 4 - ジヒドロキシベンゾフェノン、 2 - ヒドロキシ - 4 - メトキシベンゾフェノン、 2 - ヒドロキシ - 4 - オクチルオキシベンゾフェノン、 2 - ヒドロキシ - 4 - イソオクチルオキシベンゾフェノン、 2 - ヒドロキシ - 4 - ドデシルオキシベンゾフェノン、 2 , 2 ' - ジヒドロキシ - 4 - メトキシベンゾフェノン、 2 , 2 ' , 4 , 4 ' - テトラヒドロキシベンゾフェノン、 2 , 2 - ジヒドロキシ - 4 , 4 ' - ジメトキシベンゾフェノン、 2 - ヒドロキシ - 4 - メトキシ - 5 - スルホベンゾフェノン、 および 2 - ヒドロキシ - 4 - ベンジルオキシベンゾフェノンである。

【 0 0 1 0 】

20

ベンゾトリアゾール誘導体の典型的な例は、 2 - (2 ' ヒドロキシフェニル) ベンゾトリアゾール、 2 - (2 ' ヒドロキシ - 5 - メチルフェニル) ベンゾトリアゾール、 2 - (2 ' - ヒドロキシ - 3 ' , 5 ' - ジ - t - ブチルフェニル) - 5 - クロロベンゾトリアゾール、 2 - (2 ' - ヒドロキシ - 3 ' s e c - ブチル - 5 ' - メチルフェニル) ベンゾトリアゾール、 2 - (2 ' - ヒドロキシ - 5 ' - オクチルフェニル) ベンゾトリアゾール、 2 - [(2 ' - ヒドロキシ - 3 ' , 5 ' - (ジ - t - ブチル) フェニル] ベンゾトリアゾール、 2 - [(2 ' - ヒドロキシ - 3 ' , 5 ' - (ジ - t - アミル) フェニル] ベンゾトリアゾール、 2 - [(2 ' - ヒドロキシ - 3 ' , 5 ' - ジ - (, - ジメチルベンジル) フェニル] ベンゾトリアゾール、 2 - (3 ' - t - ブチル - 2 ' - ヒドロキシ - 5 ' - メチルフェニル) - 5 - クロロベンゾトリアゾール、 2 - (2 ' - ヒドロキシ - 3 ' , 5 ' - ジ - t - ブチル) - 5 - クロロベンゾトリアゾール、 2 - (2 ' - ヒドロキシ - 5 ' - (1 , 1 , 3 , 3 - テトラメチルブチル) ベンゾトリアゾール、 2 - (2 ' - ヒドロキシ - 4 ' - オクチルオキシフェニル) ベンゾトリアゾール、 および 2 - (2 ' - ヒドロキシ - 3 ' , 5 ' - ジ - t - アミル - フェニル) ベンゾトリアゾールである。

30

【 0 0 1 1 】

トリアジン誘導体の典型的な例は、 2 , 4 , 6 - (トリフェニル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、 2 , 4 , 6 - トリ (2 - ヒドロキシ - 4 - オクチルオキシフェニル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、 2 (2 - ヒドロキシ - 4 - ヘキシルオキシ - フェニル) - 4 , 6 - ビスフェニル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、 2 (2 - ヒドロキシ - 4 - オクチルオキシフェニル) - 4 , 6 - ビス (2 , 4 - ジメチルフェニル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、 2 - (2 , 4 - ジヒドロキシフェニル) - 4 , 6 - ビス (2 , 4 - ジメチルフェニル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、 2 , 4 - ビス (2 - ヒドロキシ - 4 - プロピル - オキシフェニル) - 6 - (2 , 4 - ジメチルフェニル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、 2 - (2 - ヒドロキシ - 4 - オクチルオキシフェニル) - 4 , 6 - ビス (4 - メチルフェニル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、 2 - (2 - ヒドロキシ - 4 - ドデシルオキシフェニル) - 4 , 6 - ビス (2 , 4 - ジメチルフェニル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、 2 - (2 - ヒドロキシ - 4 - トリデシルオキシフェニル) - 4 , 6 - ビス (2 , 4 - ジメチルフェニル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、 2 - [2 - ヒドロキシ - 4 - (2 - ヒドロキシ - 3 - ブチルオキシプロパニルオキシ) - フェニル] - 4 , 6 - ビス (2 , 4 - ジメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、 2 - [2 - ヒドロキシ - 4 - (2 - ヒドロキシ - 3 - オクチルオキシプロピルオキシオクチルオキシ

40

50

プロピルオキシ) - フェニル] - 4, 6 - ビス(2, 4 - ジメチル) - 1, 3, 5 - トリアジン、2 - [4 - (ドデシルオキシノトリデシルオキシ - 2 - ヒドロキシプロポキシ) - 2 - ヒドロキシフェニル] - 4, 6 - ビス(2, 4 - ジメチルフェニル) - 1, 3, 5 - トリアジン、2 - [2 - ヒドロキシ - 4 - (2 - ヒドロキシ - 3 - ドデシルオキシプロポキシ) - フェニル] - 4, 6 - ビス(2, 4 - ジメチル - フェニル) - 1, 3, 5 - トリアジン、2 - (2 - ヒドロキシ - 4 - ヘキシルオキシ) フェニル - 4, 6 - ジフェニル - 1, 3, 5 - トリアジン、2 - (2 - ヒドロキシ - 4 - メトキシフェニル) - 4, 6 - ジフェニル - 1, 3, 5 - トリアジン、2, 4, 6 - トリス[2 - ヒドロキシ - 4 - (3 - ブトキシ - 2 - ヒドロキシプロポキシ) フェニル] - 1, 3, 5 - トリアジン、2 - (2 - ヒドロキシ - フェニル) - 4 - (4 - メトキシフェニル) - 6 - フェニル - 1, 3, 5 - トリアジン、および 2 - {2 - ヒドロキシ - 4 - [3 - (2 - エチルヘキシル - 1 - オキシ) - 2 - ヒドロキシプロピルオキシ - フェニル] - 4, 6 - ビス(2, 4 - ジメチルフェニル) - 1, 3, 5 - トリアジンである。

【0012】

本発明の不織布は、3 より高い耐光性値を示す(詳細については実験項参照)。

【0013】

ポリエチレンテレフタレートのみからなる極細繊維を使用する場合、本発明の製品は、CIELAB(1976)の色空間における反射率分光測光分析により、明るさ値Lが35未満である(D65イルミネーターおよび観察角度10°において)。このL値は、実験項で記載する材料では32に等しいことが確認された。

【0014】

ポリエチレンテレフタレートおよびカチオン染料で染色できるポリエチレンテレフタレートからなる極細繊維を使用する場合、本発明の製品は、CIELAB(1976)の色空間における反射率分光測光分析により、明るさ値Lが45～75である(D65イルミネーターおよび観察角度10°において)。このL値は、実験項で記載する材料では55に等しいことが確認された。

【0015】

本発明は、下記の工程、すなわち

(y1) 未漂白の極細繊維起毛不織布を製造する工程、
 (y2) 工程(y1)で得た未漂白布を染色する工程、
 (y3) 工程(y2)の後に得た染色した製品を、少なくとも一種が波長領域270～285nmで最大吸光度を有するUV安定剤の組成物で処理する工程
 を含んでなる、極細繊維起毛不織布の製造方法にも関する。

【0016】

工程(y2)～(y3)は、上記の順次で、または同時に行うことができる。

【0017】

未漂白の極細繊維起毛不織布の製造工程(y1)は、当業者には公知の技術、例えばすべて本出願人の名前で特許された、ヨーロッパ特許第EP-A-0584511号、米国特許第US-A-3,716,614号および第US-A-3,531,368号、ヨーロッパ特許第EP-A-20030028443号および伊国特許第ITMI20022685A号、による技術を使用して行う。従って、これらの特許は、重要な関連事項に関し、本説明の必須基盤を表す。より詳しくは、先ず、ポリエチレンテレフタレート、カチオン染料で染色できるポリエチレンテレフタレートまたはポリトリメチレンテレフタレート極細繊維等からなり、デニール値が0.011～0.44 d t e x (0.01～0.4デニール)、好ましくは0.089～0.167 d t e x (0.08～0.15デニール)であり、「鞘」として機能するポリスチレンマトリックスまたはスチレン共重合体または共重合ポリエステルまたはポリビニルアルコール等の中にあるステーブル形態になるように繊維を製造する。一般的に、ステーブル形態にある繊維は、下記の特徴、すなわち1.56～11.1 d t e x (1.4～10デニール)、好ましくは2.78～6.67 d t e x (2.5～6デニール)、長さ30～150mm、好ましくは30～100mm、

10

20

30

40

50

延伸比 2 / 1 ~ 5 / 1、捲縮 4 ~ 15 / センチメートルを有する。ステーブル形態にある繊維は、30 ~ 90 重量部のポリエチレンテレフタレート、カチオン染料で染色できるポリエチレンテレフタレートまたはポリトリメチレンテレフタレート極細繊維等、10 ~ 70 重量部のポリスチレンマトリックスまたはスチレン共重合体または共重合ポリエステルまたはポリビニルアルコール、等、そして場合によっては様々な種類の添加剤を含んでもよい。

【0018】

ステーブル形態にある繊維の一種以上に針を刺し、0.15 ~ 0.35 g / cm³ のオーダーの好適な密度を有する、ニードル加工したフェルトを形成することにより、未漂白フェルトを製造する。次いで、ニードル加工したフェルトを、例えば10 ~ 30 重量%のポリビニルアルコール水溶液中に浸漬し、乾燥後、マトリックスを完全に可溶化できる溶剤中に浸漬する。得られた製品を乾燥させて極細繊維の不織布を形成し、これにエラストマー状マトリックス、好ましくはポリウレタンを、溶液 / 分散液中に浸漬することにより、塗布する。

10

【0019】

ポリウレタンの用語は、可撓性部分（軟質部分）と剛性部分（硬質部分）とからなる重合体を意味する。

【0020】

可撓性部分は、重量平均分子量が500 ~ 5,000、好ましくは600 ~ 2,000である、下記の重合体および / または共重合体および / または関連する混合物を基剤とする重合体鎖でよい。

20

・ポリエーテル、例えばポリテトラメチレングリコールジオール（PTMG）、ポリエチレングリコールジオール（PEG）、ポリプロピレングリコールジオール（PPG）、の誘導体。

・ポリエステル、例えばアジピン酸のエステル、例えばポリヘキサメチレンアジペートジオール（PHA）、ポリ（3 - メチルペンタメチレン）アジペートジオール（PMPA）、またはポリネオペンチルアジペートジオール（PNA）。他のポリエステルは、環状分子、例えばカプロラク톤の開環により製造できる（カプロラクトンジオール、略してPCL）。

・ポリカーボネート、例えばポリヘキサメチレンカーボネートジオール（PHC）、ポリペンタメチレンカーボネートジオール（PPMC）、ポリ（3 - メチル - ペンタメチレンカーボネート）ジオール（PMP C）、ポリテトラメチレンカーボネートジオール（PTMC）、関連する混合物および共重合体。

30

【0021】

ポリエーテルおよび上記のポリエステルの共重合により形成されるポリエステル、ならびにポリエステルおよびポリカーボネートの共重合により得られるポリエステル - 共重合ポリカーボネートは、可撓性部分として使用できる。

【0022】

数平均分子量が500 ~ 5,000、好ましくは600 ~ 2000であり、親水性の基を含む、および / または負電荷、例えばジメチルプロピオン酸（DMPA）、または官能化されたスルホン酸、を有するポリエステル、ポリカーボネート型の重合体およびポリエステル - ポリカーボネート型およびポリエステル - ポリエーテル型の共重合体も、可撓性部分として使用でき、このようにしてポリウレタン分散液を得ることができる。

40

【0023】

剛性部分とは、重合体鎖の、芳香族ジイソシアネート、例えばメチレン - ビス - （4 - フェニルイソシアネート）（MDI）あるいはトルエンジイソシアネート（TDI）または脂肪族もしくは環状脂肪族ジイソシアネートと、ジアミンまたはグリコール鎖との反応により得られる部分を意味する。実際、ポリウレタン合成の完了を、ジアミンで行い、ポリウレタン - 尿素が得られるか、またはグリコールで行い、ポリウレタンが得られることは良く知られている。

50

【 0 0 2 4 】

ポリウレタン - 尿素の製造における連鎖延長剤(chain extender)として使用できるジアミンは、脂肪族物質の中では、エチレンジアミン(EDA)、1,3-シクロヘキサンジアミン(1,3-CHDA)、1,4-シクロヘキサンジアミン(1,4-CHDA)、イソホロンジアミン(IPDA)、1,3-プロピレンジアミン(1,3-PDA)、および関連する混合物である。連鎖延長剤として使用する芳香族ジアミンの典型的な例は、3,3'-ジクロロ-4,4'-ジアミンジフェニルメタン、メチレン-ビス(4-フェニルアミン)(MPA)、2,4-ジアミノ-3,5-ジエチルトルエン、2,4-ジアミノ-3,5-ジ(メチルチオ)トルエンである。上記の脂肪族および/または芳香族ジアミンは、それ自体で加えるか、または対応するイソシアネートと水との反応により、その場で発生させることができる。ポリウレタンにおける真の意味での連鎖延長は、ジオール、例えばエチレングリコール、テトラメチレングリコールおよび関連する混合物、でも得ることができる。連鎖延長は、ジカルボン酸、例えばマロン酸、コハク酸およびアジピン酸、を通して得ることもできる。

10

【 0 0 2 5 】

各種ポリウレタンの上記製造は、当業者には周知である。

【 0 0 2 6 】

工程(y1)に戻って、重合体状溶液を使用する場合、含浸させた製品を2本のロールを通して絞り、例えば20~50で水中で凝固させる。凝固したシートが得られるので、これを、例えば約80の熱水中に入れ、残留溶剤およびポリビニルアルコールを抽出する。

20

【 0 0 2 7 】

重合体分散液の場合、含浸させた製品を2本のロールを通して絞り、次いで酸性水溶液中または乾熱中で蒸気凝固させる。

【 0 0 2 8 】

次いで、凝固したシートを乾燥させ、0.6~1.5mmのシートに切断し、これを研磨して表面を起毛する。

【 0 0 2 9 】

こうして工程(y1)の最後に得られる未漂白の合成複合材料極細繊維不織布を、上記の染色およびUV安定剤組成物との接触の組合せ(工程y2およびy3と一緒に)処理するか、または布地を先ず染色し(工程y2)、次いでUV安定剤を含む水性浴中に浸漬する(工程y3)。

30

【 0 0 3 0 】

次いで、材料全体を乾燥および熱硬化工程にかける。

【 0 0 3 1 】

すでに述べたように、本発明は、以下に記載する方法によるUV安定剤の使用に関する。

(i)染色工程中における、一種以上のUV安定剤の導入 - 本発明の一実施態様では、染色処理および安定剤の導入をベンチュリノズルを備えた「円形」染色装置、例えばHisaka Works Ltd.により供給される装置中で行う。染色サイクルの第一染色工程は、未漂白合成複合材料極細繊維不織布を、染料、ベンゾトリアゾール、トリアジンおよびベンゾフェノンから選択された、少なくとも一種の成分がトリアジンの群に属する、一種以上のUV安定剤、染料を分散させ、繊維に通る易くする界面活性剤、および染色補助成分を含み、染料が繊維の内側に浸透させるのに好適なpH条件を有する混合物と接触させる。通常は10~140の最高染色温度を選択し、極細繊維を形成する重合体をそれらのガラス転移温度より上に加熱し、染料および安定剤が内側に拡散し易くする。

40

【 0 0 3 2 】

ポリエチレンテレフタレートおよび/またはポリトリメチレンテレフタレート等の極細繊維を使用する場合、染色混合物は、好ましくは非アゾ型の分散染料から選択された分散染料からなるのに対し、カチオン染料で染色できるポリエチレンテレフタレートの極細繊維

50

維を使用する場合、染色混合物は、カチオン染料からなる。ポリエチレンテレフタレートおよび/またはポリトリメチレンテレフタレートおよびカチオン染料で染色できるポリエチレンテレフタレートからなる繊維の混合物を使用する場合、染色混合物は、分散染料およびカチオン染料からなる。

【0033】

単独で、またはベンゾトリアゾールおよび/またはベンゾフェノン安定剤との混合物で使用するトリアジン染料の量は、活性成分の百分率が、極細繊維状不織布に対して0.1～5重量%になるように維持するのが好適である。安定剤は、染色浴中に直接加えることもできるが、好ましくは活性成分10～40重量%を含む液体媒体中に予備分散させる。

【0034】

実際には、極細繊維状不織布を染色装置の内側で1時間位、最高染色温度で循環させ、続いて、塩基性環境中、ハイドロサルファイトで洗浄処理にかける。

【0035】

染色処理に加えて、仕上げ処理を行い、製品に他の特性、例えばより柔軟な感触を与えることができる。また、最終製品を250℃まで加熱し、例えば他の基材への結合、印刷、エンボス加工、張り合わせ、射出印刷、熱硬化を行うのに厳密に必要な時間、処理することができる。

【0036】

(ii)染色後の、パッド処理によるUV安定剤の導入 - 本発明の方法により、トリアジン、ベンゾトリアゾールおよびベンゾフェノンから選択された、少なくとも一種の成分がトリアジンの群に属する、一種以上の安定剤の導入は、上記の安定剤0.01～25重量%、様々な種類の添加剤、pH調整剤、殺細菌剤、殺真菌剤、等を含む水溶液中に室温で浸漬することにより染色した極細繊維不織布に対して行う。

【0037】

採用する絞りレベルは20～70%である。水溶液を除去した後、材料を温度95～180℃、好ましくは約140℃で乾燥させる。こうして得られた製品は、外観、感触、明るさ、ペロアおよびペロアと背景との間の色調差が無いことに関して優れた特性を有する。なによりも、得られる製品は、先行技術による類似の製品よりも耐光性が特に高いので、DIN75202(3fakra)、D471431(150時間)、SAEJ1885 225.6kJ/m²に露出した後、色差はグレー尺度の3/4以上である。この特徴により、この材料は、自動車工業における自動車内装または類似の用途に特に好適である。色の耐光性評価は、グレー尺度ISO105A02を使用する露出前後の色変化を評価することにより行う。

【0038】

露光方法では、照射スペクトルは、波長270～700nmの放射線も含むことができ、公知のように、波長270～400nmのUV放射線は、色の耐光性に対して最も危険であることが立証されている。

【実施例】

【0039】

下記の実験例は、例示のためであり、本発明の範囲を制限するものではない。

【0040】

下記のUV耐性製品を単独および組合せの両方で使用した。

1 - トリアジン誘導体(Ciba製のCibafast(登録商標)P): max = 275nm。

2 - ベンゾトリアゾール誘導体(Ciba製のCibafast(登録商標)PEX): max = 352nm。

3 - ベンゾフェノン誘導体(Clariant製のFadex(登録商標)ECS): max = 288nm。

【0041】

参考例1～7並びに例8及び9は、PETのみからなる極細繊維状不織布の処理に関し、参考例10～14は、ポリエチレンテレフタレートとカチオン染料で染色できるポリエ

10

20

30

40

50

チレンテレフタレート混合物からなる極細繊維不織布の処理に関する。

【0042】

参考例1 UV安定剤を含まないPET極細繊維不織布

ポリスチレンマトリックス中のポリエチレンテレフタレート極細繊維(0.11~0.12 d t e x (0.10~0.11デニール))から製造された、下記の特性、すなわち4.22 d t e x (3.8デニール)、長さ51mm、5捲縮/cm、延伸比2.5/1、を有するステーブル状の繊維を製造する。特に、この繊維は、ポリエチレンテレフタレート極細繊維57重量部、ポリスチレンマトリックス43重量部から製造されている。断面図で、この繊維は、ポリスチレンマトリックス中に包み込まれたポリエチレンテレフタレート極細繊維16本が存在することを示している。ステーブル形態にある繊維から未漂
10
白フェルトを製造し、ニードル加工にかけ、密度0.185 g/cm³を有するニードル加工されたフェルトを形成する。このニードル加工されたフェルトをポリビニルアルコール20重量%水溶液中に浸漬し、次いで乾燥させる。続いて、このように処理したニードル加工されたフェルトを、トリクロロエチレン中に、繊維のポリスチレンマトリックスが完全に溶解するまで浸漬し、ポリエチレンテレフタレート極細繊維の不織布を形成する。次いで、この不織布製品を乾燥させ、フェルトと呼ばれる中間製品を得る。

【0043】

このフェルトをポリウレタンエラストマー溶液中に浸漬し、次いでこのように含浸させた不織布を、一対のロール間に通して絞り、続いて温度40℃に維持した水浴中に1時間浸漬する。こうして得られた凝固したシートを80℃に加熱した水浴中を通し、残留溶剤
20
およびポリビニルアルコールを抽出する。乾燥後、複合材料極細繊維状シートが得られるので、これを厚さ1mmのシートに切断し、研磨にかけ、表面を起毛する。厚さ0.8mmの合成未漂白不織布が得られるので、これを、「ベンチュリ管」を備えた「JET」装置中で染色にかけ、特に、合成未漂白不織布を、下記の分散染料、すなわち

- ・分散赤色染料(アントラキノン型)2.5重量%
- ・分散青色染料(アントラキノン型)2.8重量%
- ・分散オレンジ色染料(アミノ-ケトン型)1.0重量%

を含む水性染色浴中、125℃で1時間「ベンチュリ管」に通す。

【0044】

染色後、染色された極細繊維状不織布が得られ、これを塩基性環境中、還元条件下で、
30
ハイドロサルファイトでさらに処理し、過剰の染料を除去した後、乾式および湿式摩擦(AATCC 8-2001)、石鹼洗浄(AATCC 61-2001)、ドライクリーニングおよび光(SAE J 1885-225.6 kJ/m²)に対する色耐性の評価試験にかける。

【0045】

下記の表に示す、染色した極細繊維不織布に関する評価は、下記のように行った。

a) 試験試料に対する脱色に関する限り(洗浄用の多繊維フェルトおよび摩擦用の布地)、汚れをグレー尺度ISO 105 A03との比較で評価する。

b) 試験前後の試料の色合い交換に関する限り、グレー尺度ISO 105 A02を使用する。
40

【0046】

評価は、適切なグレー尺度を使用し、色合い交換または汚れレベルをコード化されたコントラストと比較することにより行い、評価5は色合い/色移りに変化が無いことに対応し、1の値は、使用するグレー尺度上の最大コントラストに対応する。

【0047】

【表 1】

試験	評価
湿式摩擦 AATCC 8-2001 (脱色)	4
乾式摩擦 AATCC 8-2001 (脱色)	4 / 5
石鹼洗浄 AATCC 61-2001 (変色)	5
石鹼洗浄 AATCC 61-2001 (脱色)	4 / 5
ドライクリーニング (色合い交換)	5
ドライクリーニング (脱色)	4 / 5
耐光性 SAE J 1885 225.6 kJ/m ² (色合い変化)	2 / 3

10

【0048】

参考例 2 2 % ベンゾトリアゾール

参考例 1 と同じ手順を採用し、市販されているCiba社製のCibafast (登録商標) PEXと
呼ばれる置換されたベンゾトリアゾールを、極細繊維状不織布に対する活性成分百分率 2
重量%で、染色浴に加える。この添加剤は、液体媒体中に予備分散させて染色浴に加える。
参考例 1 に記載するようにして測定した耐光性値 3 を有し、他の特性は参考例 1 におけ
る特性と類似している、染色された極細繊維状不織布が得られる。

【0049】

参考例 3 2 % ベンゾフェノン

20

参考例 1 と同じ手順を採用し、市販されているClariant社製のFadex (登録商標) ECSと
呼ばれる置換されたベンゾフェノンを、極細繊維状不織布に対する活性成分百分率 2 重量
%で、染色浴に加える。この添加剤は、液体媒体中に予備分散させて染色浴に加える。参
考例 1 に記載するようにして測定した耐光性値 3 を有し、他の特性は参考例 1 における特
性と類似している、染色された極細繊維状不織布が得られる。

【0050】

参考例 4 2 % トリアジン

参考例 1 と同じ手順を採用し、市販されているCiba社製のCibafast (登録商標) Pと呼
ばれる置換されたトリアジンを、極細繊維状不織布に対する活性成分百分率 2 重量%で、
染色浴に加える。この添加剤は、液体媒体中に予備分散させて染色浴に加える。参考例 1
に記載するようにして測定した耐光性値 3 / 4 を有し、他の特性は参考例 1 における特性
と類似している、染色された極細繊維状不織布が得られる。

30

【0051】

参考例 5 1 % ベンゾトリアゾールおよび 1 % ベンゾフェノン

参考例 1 と同じ手順を採用し、極細繊維不織布に対して活性成分百分率 1 重量%のCiba
fast (登録商標) PEX、および極細繊維不織布に対して活性成分百分率 1 重量%のFadex (登
録商標) ECSからなるUV安定剤の混合物を染色浴に加える。これらの添加剤は、液体
媒体中に予備分散させて染色浴に加える。参考例 1 に記載するようにして測定した耐光性
値 3 を有し、他の特性は参考例 1 における特性と類似している、染色された極細繊維不織
布が得られる。

40

【0052】

参考例 6 1 % トリアジンおよび 1 % ベンゾフェノン

参考例 1 と同じ手順を採用し、極細繊維不織布に対して活性成分百分率 1 重量%のCiba
fast (登録商標) P、および極細繊維不織布に対して活性成分百分率 1 重量%のFadex (登
録商標) ECSからなるUV安定剤の混合物を染色浴に加える。これらの添加剤は、液体媒
体中に予備分散させて染色浴に加える。参考例 1 に記載するようにして測定した耐光性値
3 / 4 を有し、他の特性は参考例 1 における特性と類似している、染色された極細繊維状
不織布が得られる。

【0053】

参考例 7 1 % トリアジンおよび 1 % ベンゾトリアゾール

50

参考例 1と同じ手順を採用し、極細繊維不織布に対して活性成分百分率 1 重量 % の Cibafast (登録商標) P、および極細繊維不織布に対して活性成分百分率 1 重量 % の Cibafast (登録商標) PEX からなる UV 安定剤の混合物を染色浴に加える。これらの添加剤は、液体媒体中に予備分散させて染色浴に加える。参考例 1に記載するようにして測定した耐光性値 3 / 4 を有し、他の特性は参考例 1における特性と類似している、染色された極細繊維状不織布が得られる。

【 0 0 5 4 】

参考例 8 0 . 6 6 % トリアジン、 0 . 6 6 % ベンゾトリアゾールおよび 0 . 6 6 % ベンゾフェノン

参考例 1と同じ手順を採用し、極細繊維不織布に対して活性成分百分率 0 . 6 6 重量 % の Cibafast (登録商標) P、極細繊維不織布に対して活性成分百分率 0 . 6 6 重量 % の Cibafast (登録商標) PEX、および極細繊維不織布に対して活性成分百分率 0 . 6 6 重量 % の Fadex (登録商標) ECS からなる UV 安定剤の混合物を染色浴に加える。これらの添加剤は、液体媒体中に予備分散させて染色浴に加える。参考例 1に記載するようにして測定した耐光性値 4 を有し、他の特性は参考例 1における特性と類似している、染色された極細繊維状不織布が得られる。

【 0 0 5 5 】

参考例 9 1 % トリアジン、 1 % ベンゾトリアゾールおよび 1 % ベンゾフェノン、パッド処理による

参考例 1と同じ手順を採用するが、すでに染色した極細繊維不織布を、
・ 活性成分百分率 1 重量 % の Cibafast (登録商標) P と呼ばれる市販の置換されたトリアジン、
・ 活性成分百分率 1 重量 % の Cibafast (登録商標) PEX と呼ばれる市販の置換されたベンゾトリアゾール、
・ 活性成分百分率 1 重量 % の Fadex (登録商標) ECS と呼ばれる市販の置換されたベンゾフェノン
を含む水溶液に浸漬することにより、処理する (パッド処理)。

【 0 0 5 6 】

濡れた製品上の保持レベルは 1 1 7 % であった。水溶液から取り出した後、この材料を 1 0 0 で約 3 分間乾燥させる。参考例 1に記載するようにして測定した耐光性値 4 を有し、他の特性は参考例 1における特性と類似している、染色された極細繊維不織布が得られる。

【 0 0 5 7 】

参考例 10 UV 安定剤を含まない、PET およびカチオン染料で染色できる PET の極細繊維不織布

本例は、未漂白フェルトの製造以外は、参考例 1と類似している。参考例 1のステープル形態にある繊維に加えて、ポリスチレンマトリックス中のカチオン染料で染色できる PET からなり、下記の特性、すなわち

- 1 . デニール : 4 . 2 2 d t e x (3 . 8 デニール)
- 2 . 長さ : : 5 1 m m
- 3 . 捲縮 : 約 4 ~ 5 / c m

を有する、ステープル形態にある繊維を製造する。

【 0 0 5 8 】

この繊維は、カチオン染料で染色できる PET 5 7 重量部およびポリスチレン 4 3 重量部で構成される。

【 0 0 5 9 】

得られた 2 種類のステープルを、所望の染色効果を得るのに最適な比率で、相互に均質に混合する。この染色効果は、異なった染色性を有する繊維を緊密に混合することにより得られる色および / または強度の交互反復として定義される Melange アスペクトにより特徴付けられる。PET 含有量は通常 8 5 ~ 4 0 % であり、カチオン染料で染色できる PET

10

20

30

40

50

Tの含有量は一般的に15～60%である。

【0060】

ステーブル形態にある2種類の繊維の混合物から未漂白フェルトを製造し、ニードル加工にかけ、密度 0.185 g/cm^3 のニードル加工されたフェルトを形成する。この針加工されたフェルトをポリビニルアルコール20重量%水溶液中に浸漬し、次いで乾燥させる。続いて、このように処理した針加工されたフェルトを、トリクロロエチレン中に、繊維のポリスチレンマトリックスが完全に溶解するまで浸漬し、PETおよびカチオン染料で染色できるPETの不織布を形成する。次いで、このようにして形成された不織布製品を乾燥させ、フェルトと呼ばれる中間製品を得る。このフェルトを、例1で得られたものと同様に、ポリウレタンエラストマー溶液中に浸漬し、含浸させた不織布を、2本のロー

ール間に通して絞り、続いて温度40℃の水浴中に1時間浸漬する。凝固したシートが得られるので、これを80℃の水浴中に通し、残留溶剤およびポリビニルアルコールを抽出する。乾燥後、複合材料極細繊維状シートが得られるので、これを厚さ1mmのシートに切断し、次いでシートを研磨にかけ、表面起毛する。厚さ0.8mmの合成未漂白不織布が得られるので、これを、「ベンチュリ管」を備えた「JET」装置中で染色にかける。特に、合成未漂白不織布を、下記の分散した、カチオン染料を含む水性染色浴中、125℃で1時間「ベンチュリ管」に通す。

【0061】

【表2】

分散型の 陽イオン系染料	青色陽イオン系 (%)	0.335
	赤色陽イオン系 (%)	0.153
	黄色陽イオン系 (%)	0.278
分散染料	オレンジ色分散 (%)	0.148
	黄色分散 (%)	0.038
	ピンク色分散 (%)	0.020
	トルコ石色分散 (%)	0.022
	バイオレット色分散 (%)	0.033

【0062】

染色後、染色された極細繊維状不織布が得られ、これを塩基性環境中、還元条件下で、ハイドロサルファイトでさらに処理し、過剰の染料を除去した後、乾式および湿式摩擦(AATCC 8-2001)、石鹼洗浄(AATCC 61-2001)、ドライクリーニングおよび光(DIN 75202、3ファクラ)に対する色耐性の評価試験にかける。

【0063】

下記の表に示す、染色した極細繊維状不織布に関する評価は、下記のように行った。

a) 試験試料に対する脱色に関する限り(洗浄用の多繊維フェルトおよび摩擦用の布地)、汚れをグレー尺度ISO 105 A03との比較で評価する。

b) 試験前後の試料の色合い交換に関する限り、グレー尺度ISO 105 A02を使用する。

【0064】

評価は、適切なグレー尺度を使用し、色合い交換または汚れレベルをコード化されたコントラストと比較することにより行い、評価5は色合い/色移りに変化が無いことに対応し、1の値は、使用するグレー尺度上の最大コントラストに対応する。

【0065】

【表 3】

試験	評価
湿式摩擦 AATCC 8-2001 (脱色)	4
乾式摩擦 AATCC 8-2001 (脱色)	4
石鹼洗浄 AATCC 61-2001 (変色)	4 / 5
石鹼洗浄 AATCC 61-2001 (脱色)	4
ドライクリーニング (色合い交換)	5
ドライクリーニング (脱色)	4 / 5
耐光性 DIN 75202、3 fakra (色合い変化)	2 / 3

10

【0066】

参考例 1 1 1 %ベンゾトリアゾールおよび 1 %ベンゾフェノン

参考例 1 0 と同じ手順を採用し、極細繊維不織布に対して活性成分百分率 1 重量 % の Cibafast (登録商標) PEX、および極細繊維不織布に対して活性成分百分率 1 重量 % の Fadex (登録商標) ECS からなる UV 安定剤の混合物を染色浴に加える。これらの添加剤は、液体媒体中に予備分散させて染色浴に加える。参考例 1 0 に記載するようにして測定した耐光性値 3 を有し、他の特性は参考例 1 0 における特性と類似している、染色された極細繊維不織布が得られる。

【0067】

20

参考例 1 2 1 . 6 %ベンゾトリアゾールおよび 0 . 4 %トリアジン

参考例 1 0 と同じ手順を採用し、極細繊維不織布に対して活性成分百分率 1 . 6 重量 % の Cibafast (登録商標) PEX、および極細繊維不織布に対して活性成分百分率 0 . 4 重量 % の Cibafast (登録商標) P からなる UV 安定剤の混合物を染色浴に加える。これらの添加剤は、液体媒体中に予備分散させて染色浴に加える。参考例 1 0 に記載するようにして測定した耐光性値 3 を有し、他の特性は参考例 1 0 における特性と類似している、染色された極細繊維不織布が得られる。

【0068】

参考例 1 3 1 %ベンゾトリアゾールおよび 1 %トリアジン

参考例 1 0 と同じ手順を採用し、極細繊維不織布に対して活性成分百分率 1 重量 % の Cibafast (登録商標) PEX、および極細繊維不織布に対して活性成分百分率 1 重量 % の Cibafast (登録商標) P からなる UV 安定剤の混合物を染色浴に加える。これらの添加剤は、液体媒体中に予備分散させて染色浴に加える。参考例 1 0 に記載するようにして測定した耐光性値 3 / 4 を有し、他の特性は参考例 1 0 における特性と類似している、染色された極細繊維不織布が得られる。

30

【0069】

参考例 1 4 0 . 4 %ベンゾトリアゾールおよび 1 . 6 %トリアジン

参考例 1 0 と同じ手順を採用し、極細繊維不織布に対して活性成分百分率 0 . 4 重量 % の Cibafast (登録商標) PEX、および極細繊維不織布に対して活性成分百分率 1 . 6 重量 % の Cibafast (登録商標) P からなる UV 安定剤の混合物を染色浴に加える。これらの添加剤は、液体媒体中に予備分散させて染色浴に加える。参考例 1 0 に記載するようにして測定した耐光性値 3 / 4 を有し、他の特性は参考例 1 0 における特性と類似している、染色された極細繊維不織布が得られる。

40

【0070】

実施例に対する考察

例に示す結果を検証することにより、単独または他の UV 安定剤群に属する化合物との混合物で使用するトリアジン誘導体により、極細繊維状不織布に対する色の耐光性における明らかな改善が観察される。その、使用する他の安定剤と比較して、紫外領域でより多くのエネルギー放射線 (すなわち低い波長における) を効率的に吸収する物理的 - 化学的特性により、頻繁な、および / または長時間の照射による劣化現象から、染色された製品

50

をより効果的に保護することができる。特に、染色工程の際に極細繊維状不織布に使用される安定剤の二元混合物、および仕上げ工程の際の三元混合物のUV作用が、トリアジン誘導体の活性成分の量が混合物の総量に対して30重量%を超えると、強化される。結果を下記の表にまとめるが、そこでは、例における文字「c」は「比較例」を表す。略号PETは、ポリエチレンテレフタレートを表し、PET-CDは、カチオン染料で染色できるポリエチレンテレフタレートを意味する。

【0071】

【表4】

例/参考例	基材	用途	安定剤	%	評価
1c	PET	---	---	---	2 / 3
2c	PET	染色	ベンゾトリアゾール	2	3
3c	PET	染色	ベンゾフェノン	2	3
4	PET	染色	トリアジン	2	3 / 4
5c	PET	染色	ベンゾトリアゾール	1	3
			ベンゾフェノン	1	
6	PET	染色	トリアジン	1	3 / 4
			ベンゾフェノン	1	
7	PET	染色	トリアジン	1	3 / 4
			ベンゾトリアゾール	1	
8	PET	染色	トリアジン	0.66	
			ベンゾトリアゾール	0.66	4
			ベンゾフェノン	0.66	
9	PET	仕上げ	トリアジン	1	
			ベンゾトリアゾール	1	4
			ベンゾフェノン	1	
10c	PET/PET-CD	---	---	---	2 / 3
11c	PET/PET-CD	染色	ベンゾトリアゾール	1	3
			ベンゾフェノン	1	
12c	PET/PET-CD	染色	トリアジン	0.4	3
			ベンゾフェノン	1.6	
13	PET/PET-CD	染色	トリアジン	1	3 / 4
			ベンゾフェノン	1	
14	PET/PET-CD	染色	トリアジン	1.6	3 / 4
			ベンゾフェノン	0.4	

10

20

30

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
D 0 6 M 101/32 (2006.01) D 0 6 M 101:32

(72)発明者 パオラ、ピアンコ
イタリア国トレンティーノ アルト アーディジェ州、アメリア、ピア、ストラダ、デラスプレ
タ、7ノア

(72)発明者 ルカ、ジャンカルリーニ
イタリア国テルニ、ピア、ロンバルディア、3

(72)発明者 橋本 貴史
イタリア国ローマ、ピア、フィリッポ、マルケッティ、19

審査官 家城 雅美

(56)参考文献 特開2005-009054(JP,A)
特開2002-129480(JP,A)
特開平10-169205(JP,A)
特開2003-193376(JP,A)
特開平04-239581(JP,A)
特開2004-143457(JP,A)
特開2002-523561(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
D 0 6 M 1 3 / 0 0 - 1 5 / 7 1 5
D 0 6 N 1 / 0 0 - 7 / 0 6