



特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(51) 国際特許分類 ³ D06M 13/18, 15/10; C10M 1/28 C10M 3/22	A1	(11) 国際公開番号 WO 83/ 01079 (43) 国際公開日 1983年3月31日 (31. 03. 83)
(21) 国際出願番号 PCT/ JP82/ 00387 (22) 国際出願日 1982年9月25日 (25. 09. 82) (31) 優先権主張番号 特願昭56-151450 (32) 優先日 1981年9月25日 (25. 09. 81) (33) 優先権主張国 JP (71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 竹本油脂株式会社 (TAKEMOTOYUSHI CO. LTD) [JP/ JP] 〒443 愛知県蒲郡市港町2番5号 Aichi, (JP) (72) 発明者; および (75) 発明者/ 出願人 (米国についてのみ) 小木 曾 條 (KOGISO, Osamu) [JP/ JP] 〒443 愛知県蒲郡市宮成町4番20号 Aichi, (JP) 山本 壽 男 (YAMAMOTO, Hisao) [JP/ JP] 〒443 愛知県蒲郡市松原町20番12号 Aichi, (JP) (74) 代理人 弁理士 天谷 次一 (AMAYA, Jiichi) 〒167 東京都杉並区南荻窪3丁目11番10号 Tokyo, (JP) (81) 指定国 DE (欧州特許), FR (欧州特許), GB (欧州特許), US. 添付公開書類 国際調査報告書		
(54) Title: OIL AGENT FOR TREATING SYNTHETIC FIBER (14) 発明の名称 合成繊維処理用油剤 (57) Abstract An oil agent for treating synthetic fibers, which contains 30 wt % or more poly(1,2-oxybutylene-oxyethylene) ether derivative prepared by random addition polymerization of a monohydric alcohol having a limited number of carbon atoms or a dihydric to tetrahydric alcohol and 1,2-butylene oxide and ethylene oxide and having a molecular weight of the poly(1,2-oxybutylene-oxyethylene) ether moiety of 1,200 to 10,000, and which is used in the form of an aqueous emulsion or aqueous solution. This agent removes the defect of seriously foaming properties as an aqueous emulsion or aqueous solution and shows a remarkably low foaming or antifoaming properties even in the copresence of a surfactant, while maintaining the advantage with the addition polymer between 1,2-propylene oxide and ethylene oxide of good heat resistance (e.g., tar-forming resistance, smoking resistance, etc.) and excellent lubricity. (57) 要約 本発明は限定された炭素数の1価アルコールまたは2価ないし4価アルコールに1,2-エポキシブチレンオキシド及びエチレンオキシドをランダム付加重合させたポリ(1,2-エポキシブチレン-オキシエチレン)エーテル誘導体のポリ(1,2-エポキシブチレン-オキシエチレン)エーテル部分の分子量が1,200~10,000である該誘導体を30重量%以上含有し水性エマルジョンまたは水溶液の形態で使用する合成繊維処理用油剤に関するものであって、1,2-プロピレンオキシドとエチレンオキシドとの付加重合体の長所である抗タール性, 抗発煙性等の耐熱特性と優れた潤滑性を維持しながら、その水性エマルジョンまたは水溶液での発泡性が大きい欠点を改善し、界面活性剤の共存においても著しい低気泡性ないしは消泡性を有する合成繊維処理用油剤を提供するものである。		

情報としての用途のみ

PCTに基づいて公開される国際出願のパフレット第1頁にPCT加盟国を同定するために使用されるコード

AT	オーストリア	KP	朝鮮民主主義人民共和国
AU	オーストラリア	LI	リヒテンシュタイン
BE	ベルギー	LK	スリランカ
BR	ブラジル	LU	ルクセンブルグ
CF	中央アフリカ共和国	MC	モナコ
CG	コンゴ	MG	マダガスカル
CH	スイス	MW	マラウイ
CM	カメルーン	NL	オランダ
DE	西ドイツ	NO	ノルウェー
DK	デンマーク	RO	ルーマニア
FI	フィンランド	SE	スウェーデン
FR	フランス	SN	セネガル
GA	ガボン	SU	ソビエト連邦
GB	イギリス	TD	チャード
HU	ハンガリー	TO	トーゴ
IT	イタリア	US	米国

-1-

明 細 書

発明の名称 合成繊維処理用油剤。

技術分野

本発明は合成繊維マルチフィラメントまたはモノフィラメントの製造工程または加工工程（特に反撚工程）に際し、特にポリエステル繊維、ポリアミド繊維の溶融紡糸直後に適用される紡糸油剤に関するものである。

背景技術

合成繊維の製造工程において紡糸直後に油剤を付与しその後の繊維の加工を円滑に行わしめる事は重要な技術分野の一つとして認識されている。

しかして合成繊維の処理用油剤は一般に水性エマルジョンまたは水溶液として繊維に付与されることが多い。その場合該エマルジョンまたは水溶液が操業上問題のない程度に安定であることが必要であるがその他に特に注意すべき点として以下の現象がある。

即ち合成繊維に付与するために調整されたエマルジョンまたは水溶液の循環系（ストックタンクとオイリング装置との間）での泡立が起り易く泡がオイリング浴まで導入されると油剤の繊維への付着に支障を来たすこと、また循環系では泡立がなくてもオイリングの際オイリングローラー上の糸道に非常に安定な細い泡を発生し易く同様に油剤の繊維への付着に支障を来すことである。

この現象は特に捲取速度 2,000 m/分以上の高速紡糸にお



- 2 -

いては極めて重要な問題となつている。

又発泡の問題は紡糸工程のみでなく、加工工程においてもしばしば発生しトラブルとなる事がある。例えばウォータージェット織機における製織工程では、緯糸を飛ばすための水により緯糸及び経糸の付着油剤が洗い落されて水中に溶解するため綜統筵周辺で発泡が生じそれによつて緯糸搬送不良、綜統のブロッキング等の問題が指摘されている事、またポリエステル織物のアルカリ減量加工においては大量の発泡が起る事があり非常に危険である事等でありこれらはいづれも紡糸油剤に起因することが大であると指摘されている。

過去数多の有機化合物及びその配合組成物が合成繊維紡糸油剤として提案されているがその中でもポリアルキレンエーテル誘導体は本用途に対して有用な有機化合物として一つの範疇を形成している。

該ポリオキシアルキレンエーテル誘導体としては従来から1,2-プロピレンオキシドとエチレンオキシドとの共重合体が周知であり、該化合物が熱可塑性合成繊維、特に仮撚加工を施される繊維に用いられる紡糸油剤の重要成分として有用であることが米国特許第3,338,830号、特公昭52-47079号等に表示されている。

また別のポリオキシアルキレンエーテル誘導体の例として1,2-ブチレンオキシドとエチレンオキシドとのブロック付加重合体が米国特許第3,834,935号、特開昭56-9475号



-3-

等に、1.4-ブチレンオキシドとエチレンオキシドまたはプロピレンオキシドとのランダム共重合体の特開昭52-213号に、1.4-ブチレンオキシドとエチレンオキシドとのブロック付加重合体が米国特許第4,245,004号に記載されている。

しかしそれらの化合物を含有した油剤のエマルジョンまたは水溶液はいずれも前記した発泡によるトラブルが起り易く問題がある。

即ち1.2-プロピレンオキシドとエチレンオキシドとの共重合体を配合した油剤の場合は発泡によるトラブルが特に起り易くその原因は該共重合体とイオン性または非イオン性の界面活性剤とが共存することにより泡皮膜が安定化するためである。

また1.2-ブチレンオキシドとエチレンオキシドとのブロック付加重合体を配合した油剤の場合は界面活性剂的性質が強くなり本発明の骨子である油剤エマルジョンまたは水溶液の発泡抑制効果を全く有していない。なお、1.4-ブチレンオキシド(テトラヒドロフラン)とエチレンオキシドまたはプロピレンオキシドとのランダム付加重合体、1.4-ブチレンオキシドとエチレンオキシドとのブロック付加重合体を配合した油剤の場合は該付加重合体が直鎖状構造であるため固体になり易い欠点を有すると共に同様油剤エマルジョンまたは水溶液の発泡抑制効果が全く認められない。

さらに従来からこれらの泡をなくすためにシリコン系消



- 4 -

泡剤等の使用が試みられたがまだ満足する効果は得られていない。

発明の開示

本発明者等は前記した様な状況に鑑み従来から合成繊維の潤滑処理剤の主要成分として多用されている 1,2-プロピレンオキシドとエチレンオキシドとの付加重合体の長所である耐熱特性（抗タール性，抗発煙性等）と優れた潤滑性を維持しながらその欠点であるエマルジョンまたは水溶液での発泡性が大きい点を改善すべく鋭意検討を重ねた結果 1,2-ブチレンオキシドとエチレンオキシドとのランダム付加重合体が潤滑特性及び耐熱性は 1,2-プロピレンオキシドとエチレンオキシド付加重合体と同等の性能を有しながらその水性エマルジョンまたは水溶液は界面活性剤が共存してもなおかつ驚くべき低起泡性ないしは消泡性を有し、前記した欠点を十分に改善し得ることを確認し本発明に到達したのである。

本発明の目的は平滑性，耐熱性に優れると共にそのエマルジョンまたは水溶液の循環系またはオイリングでの発泡によるトラブルが少ないことによつて合成繊維の製糸工程，加工工程の高速化に対応可能な合成繊維処理用油剤を提供せんとするものでありその要旨は次の如くである。

即ち本発明は炭素数 1 ～ 18 の 1 価アルコールまたは炭素数 2 ～ 12 の 2 価ないし 4 価アルコールに 1,2-ブチレンオキシド及びエチレンオキシドをランダム付加重合せしめ



- 5 -

たポリ（ 1.2 - オキシブチレン - オキシエチレン ）エーテル誘導体（ 以下本発明の化合物と略称する ）で該ポリ（ 1.2 - オキシブチレン - オキシエチレン ）エーテル部分の分子量が 1,200 ないし 10,000 であるポリオキシアルキレンエーテル誘導体を 30 重量%以上含有し、かつ水性エマルジョンまたは水溶液の形態で使用される事を特徴とする合成繊維処理用油剤に関するものである。

本発明の化合物の分子量が 1,200 未満の場合は仮燃加工等の熱処理工程において飛散が多くなり発煙タールが問題となる。また 10,000 を超える場合には粘性が高すぎて使用し難い。

また本発明の化合物の分子中における 1.2 - ブチレンオキシドとエチレンオキシドとの合計量に対する 1.2 - ブチレンオキシドの重量比は本発明油剤の水性エマルジョンまたは水溶液の安定性の点からは 50 重量%以下がより好ましく、また発泡抑制効果の点からは 10 重量%以上が好ましい。

しかし 1.2 - ブチレンオキシドの重量比が 50 % 以上でも乳化剤の非イオンまたはアニオン界面活性剤を適当に組み合わせる事により本発明の目的を達する事が可能である。

本発明の化合物は前記したアルコールを出発原料としこれに水酸化アルカリ，三フッ化ホウ素，四塩化スズ等の触媒を溶解しステンレス製耐圧反応罐に仕込み、1～5 Kg/cm² の加圧下に 100～140℃ の反応温度で 1.2 - ブチレンオキシドとエチレンオキシドとを所望の割合で同時に圧入し



- 6 -

逐次付加重合させる事により得られる。ここで反応温度を上記範囲に保つことが特に重要であり、100℃より低い場合はエチレンオキシドと1,2-ブチレンオキシドの反応性に差が有り過ぎるために反応開始直後と反応終了直前で同質のランダムヘテロ構造を得ることが難しく、また反応温度が140℃を超えると解重合反応が起り易くなり好ましくない。

本発明の化合物を合成する際の出発原料として用いられる前記のアルコールで工業的に有利なものとしてはメタノール、ブタノール等の低級アルコール、オクタノール、イソオクタノール、イソノナノール、デカノール、イソデカノール、ドデカノール、イソトリデカノール、炭素数10～15の分布を持つノルマル体とイソ体との混合物である合成アルコール、ヤシ脂肪酸の還元アルコール、牛脂脂肪酸の還元アルコール、ヘキサデカノール、イソヘキサデカノール、オクタデカノール、イソオクタデカノール、オクタデセニルアルコール等の1価アルコール、及びエチレングリコール、プロピレングリコール、1,4-ブタンジオール、1,6-ヘキサジオール、ネオペンチルグリコール、1,12-ドデカンジオール、グリセリン、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、ジグリセリン等の2価または4価アルコールを挙げることができる。

次に本発明の化合物の具体例を分子式で挙げるが本発明はこれらだけに限定されるものではない。



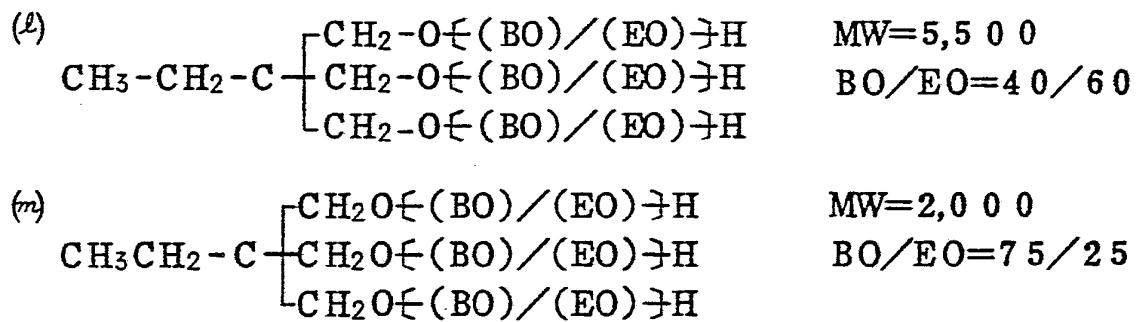
- 7 -

予め次に示されてある略号について説明すれば、BO:1.2
- ブチレンオキシ基、EO:エチレンオキシ基、MW: 平均分
子量、BO/EO: 分子中のBOとEOとの重量比である。

(a) $C_4H_9 - O\text{---}[(BO)/(EO)]_nH$	MW=1,800 BO/EO=25/75
(b) $C_4H_9 - O\text{---}[(BO)/(EO)]_nH$	MW=2,500 BO/EO=25/75
(c) $C_4H_9 - O\text{---}[(BO)/(EO)]_nH$	MW=1,000 BO/EO=25/75
(d) $C_{18}H_{37} - O\text{---}[(BO)/(EO)]_nH$	MW=3,000 BO/EO=50/50
(e) $C_{18}H_{37} - O\text{---}[(BO)/(EO)]_nH$	MW=3,000 BO/EO=40/60
(f) $C_{18}H_{37} - O\text{---}[(BO)/(EO)]_nH$	MW=3,000 BO/EO=30/70
(g) $C_{18}H_{37} - O\text{---}[(BO)/(EO)]_nH$	MW=3,000 BO/EO=10/90
(h) $\begin{array}{c} CH_2 - O\text{---}[(BO)/(EO)]_nH \\ \\ CH_2 - O\text{---}[(BO)/(EO)]_nH \end{array}$	MW=2,200 BO/EO=40/60
(i) $\begin{array}{c} CH_2 - O\text{---}[(BO)/(EO)]_nH \\ \\ (CH_2)_4 \\ \\ CH_2 - O\text{---}[(BO)/(EO)]_nH \end{array}$	MW=6,300 BO/EO=50/50
(j) $\begin{array}{c} CH_2 - O\text{---}[(BO)/(EO)]_nH \\ \\ (CH_2)_{10} \\ \\ CH_2 - O\text{---}[(BO)/(EO)]_nH \end{array}$	MW=9,500 BO/EO=20/80
(k) $\begin{array}{c} CH_2 - O\text{---}[(BO)/(EO)]_nH \\ \\ CH - O\text{---}[(BO)/(EO)]_nH \\ \\ CH_2 - O\text{---}[(BO)/(EO)]_nH \end{array}$	MW=4,500 BO/EO=45/55



- 8 -



本発明の効果を損わない範囲で本発明の化合物と併用して本発明の油剤に平滑剤成分と乳化剤成分を使用することができる。

平滑剤成分としては30℃における動粘度が5～50 cst（レッドウッド粘度で38～204秒）の鉱物油，長鎖脂肪酸エステル，ポリ（1,2-オキシプロピレン-オキシエチレン）エーテルでポリ（1,2-オキシプロピレン-オキシエチレン）部分の分子量が500～10,000のものが挙げられる。

長鎖脂肪酸エステルとしては α -ブチルステアレート，イソオクチルステアレート，イソオクチルパルミテート，イソトリデシルステアレート，イソヘキサデシルステアレート，オレイルラウレート，オレイルオレート，ジオクチルアジベート，ジオクチルセバケート，ジイソトリデシルアジベート，トリメチロールプロパン，トリデカノエート及びヤシ油等が挙げられる。

乳化剤成分としては通常の新イオン界面活性剤，アニオン界面活性剤及びカチオン界面活性剤等があり該成分は安定な水性エマルジョンまたは水溶液を得るために添加するものであるがアニオン及びカチオン界面活性剤は乳化安定



の他に合成繊維の帯電防止剤としての効果も併せ持つている。

上記平滑剤成分及び乳化剤成分は必要に応じてその添加量が決定されるが必要がなければ添加しなくても良い。

油剤中における本発明の化合物の含有量が30重量%以上である場合に本発明の効果が発現されるのであるが一般に該油剤を付与された合成繊維が処理される条件は多種多様なのでそれに従つて本発明の油剤中における本発明の化合物の最適の使用量が決定される。

本発明の油剤の特徴は前述の様に処理系の表面特性（低摩擦係数，帯電防止性）を維持しながら処理工程における発泡を防ぐことにある。従つて処理系の摩擦係数及び帯電等のレベルが処理工程の機械条件によつて比較的低くなる場合には処理工程の発泡を最高度に抑えるために本発明の化合物の単独使用が好ましい。しかし処理系の摩擦係数及び帯電等のレベルが比較的高くならざるを得ない条件で処理される場合には処理系の表面特性の維持と発泡抑制とを共に高度に保つため本発明の化合物30～90重量%に平滑剤，帯電防止剤等を10～70重量%添加するのが良い。又処理後の熱処理条件が極めて苛酷なPOYの様な場合は本発明の化合物90～99.9重量%に帯電防止剤等を0.1～10重量%添加するのが良い。

又本発明の油剤を付与する対象となる合成繊維はポリエステル及びポリアミド繊維等であり特に本発明の油剤を



-10-

2,000ないし4,000m/分の巻取速度で巻取られるポリエチレンテレフタレートPOYに使用する場合本発明の目的とする効果の発現は極めて著るしい。

以下実施例を挙げて本発明を説明するが本発明はこれらに限定されるものではない。

実施例 1

本発明の化合物(a)〔ポリBO/EO(ランダム)-モノブチルエーテル, MW=1,800, BO/EO=25/75〕及び比較の化合物〔ポリPO/EO(ランダム)-モノブチルエーテル, MW=1,800 PO/EO=25/75, PO=1.2-プロピレンオキシドの略号〕をそれぞれ単独でイオン交換水に溶解して13重量%水溶液を調整し下記の試験を行つた。

a) 水溶液の発泡性(ロスマイルス法)

表-1記載の結果から本発明の化合物の水溶液が比較の化合物の水溶液に比較して発泡が少ないことが明らかである。

b) 給油ローラー上での発泡性

ポリエチレンテレフタレートの溶融紡糸直後に前記2種の水溶液を用いて各々ローラータッチ法(ローラー回転数15rpm)で給油し3,500m/分の速度で捲き取り115デニール36フィラメントのPOY(パーシャリーオリエンテッドヤーンの略)を得た際のオイリングローラー表面の糸道に発生する泡の数を経時的に観察した。表-1記載の結果から本発明の化合物の水溶液



-11-

では糸道に殆んど発泡が生じないのに対し比較の化合物の水溶液では糸道にかなりの発泡が認められしかも経時的に糸道に堆積するため糸条のオイル付着量に影響を与えることが明らかである。

c) オイリング処理糸の繊維／金属間動摩擦係数

本発明の化合物(a)及び比較の化合物を付着させたポリエステル延伸糸について測定した。表-1の記載から本発明例、比較例共に同様な良好な結果を示していることが明らかである。

表 - 1

油 剤	本 発 明 の 化 合 物 (a)	比 較 の 化 合 物
*1 a) 水溶液の発泡性(ロスマイルス法) (測定値の単位: 3分後の泡の 高さ ml)	1 以下	5 ~ 10
*2 b) 給油ローラー上での発泡性 給油開始直後 # 1時間後 # 5時間後	なし(油剤付 着量 0.48%) なし(油剤付 着量 0.50%) なし(油剤付 着量 0.46%)	なし(油剤付 着量 0.43%) 有 (油剤付 着量 0.34%) 甚大(油剤付 着量 0.29%)
*3 c) オイリング処理糸の繊維／ 金属間動摩擦係数	0.302	0.305

*1 ロスマイルス法 90 cm の高さから 200 ml の試験油剤の 13 重量% 水溶液を落下させ落下後から 3 分経過後の泡の高さ (ml) を測定する。(液温 25 ± 1 °C)



-12-

* 2 油剤付着量 得られたPOYの油剤付着量（対繊維重量％）

* 3 繊維／金属間動摩擦係数測定方法

ポリエステル延伸糸セミダル75デニール／36
フィラメントのマルチフィラメントに油剤を0.5
± 0.1 ％で付与し、20℃、65％RHで調湿し
試料糸とした。この試料糸を用い、下記の方法で
μメーター（エイコー測器製）により測定した。
即ち初張力（ T_1 ）20g、100m／分の速度で
供給した糸をクロム梨地ピンと接触角90°で接触
摩擦させ摩擦体通過直後の張力（ T_2 ）を測定し、
次式によつて動摩擦係数を算出した。

$$\text{摩擦係数}(\mu) = \alpha \ln T_2 / T_1$$

α ：接触角により決定される係数

$\ln$ ：自然対数

本方法でμ値が低いものの程滑りが良好である。

4) POYの延伸仮撚加工性

4)で得たPOYを下記条件で延伸仮撚加工に供した。
本発明例、比較例共に特に問題点は見られず良好な
仮撚糸が得られた。また10日間連続して運転した
が両者共に加熱ヒーターでの発煙及びタールによる
汚れは全く見られなかつた。

延伸仮撚条件

施撚方式：3軸摩擦方式（ニッケルダイアモン



-13-

ドコーティングディスク)

糸条走行速度：600 m / 分

延伸倍率：1.518

加撚側ヒーター：長さ 1.5 m, 表面温度 210 °C

解撚側ヒーター：なし

目標撚数：3,000 T / m

尚本発明の化合物(a)は下記の方法で合成した。

2.5 l のステンレス製耐圧反応罐（液体導入管，温度計，圧力計，攪拌機を装着）にノルマルブタノール 74 g（1.0 モル）と工業用グレードの水酸化カリウム 4.5 g を仕込み攪拌して水酸化カリウムを溶解する。反応罐とは別に用意された 3 l のステンレス製耐圧容器（レベルゲージが装着され容器の底部からステンレス製細管が反応罐に連結され、バルブ操作により反応罐へ液体を移送することができ）に 1.2 - ブチレンオキシド 432 g（60 モル）とエチレンオキシド 1298 g（29.5 モル）を仕込み混合して均一な溶液とする。

次に反応罐内の空気を窒素により置換した後攪拌を続けながら反応罐内を 100 ~ 110 °C に昇温し、同圧力を 1 Kg / cm² 以下に設定する。

次に別容器で混合された 1.2 - ブチレンオキシドとエチレンオキシドの混合液体を圧縮窒素圧力により、反応罐へ圧入する。圧入直後は反応罐内において、アルキレンオキシドが気化することにより一次的に圧力は上昇するが付加反



-14-

応の進行と共に減少する。最初 100～110℃に設定された罐内温度^{は反応}の進行と共に反応熱により上昇するので通常は 140℃を超えない様に冷却水により冷却する必要がある。所定のアルキレンオキシドモノマー混合物の圧入が終了した時点から 100～140℃で約 1 時間攪拌を続け付加重合反応を完結させる。この後常温迄冷却した後、内容物を反応罐より抜き出し 80%リン酸水溶液にて PH5～8 に中和した中和物を濾剤を用いて濾過し本発明の化合物 (a) 1750 g を得た。(収率 97%)

前記本発明の化合物 (b)～(n) についても出発物質の種類、モル比、BO/EO の比率を変えるのみで同様の方法で合成することができる。

実施例 2～10

下記表 - 2 に示された組成の本発明の油剤及び比較油剤の 13 重量%水溶液を調整した。実施例 1 と同様の方法で a) 水溶液の発泡性、(ロスマイルス法) b) 給油ローラー上での発泡性、c) オイリング処理糸の繊維/金属間動摩擦係数を試験した。表 - 2 に記載された結果から本発明の油剤は比較油剤に比較して水溶液の発泡性及び給油ローラー上での発泡性が著るしく少いことが明らかである。



表-2

表-2

WO 03/01075

油 剤

本 発 明

比 較 例

本発明の化合物 (a) ※1

" (c)

" (d)

" (f)

" (g)

" (h)

ポリ (BO/EO) プロツクエーテル ※2

ポリ (THF/EO) プロツクエーテル ※3

ポリ (PO/EO=30/70 MW2900ランダム)
フタルエーテル

POE(10) ラウリルエーテル

アルキルスルホン酸ソーダ塩 ※4

a) 水溶液の発泡性 (ロスミルス法)

b) 給油ローラー

給油開始直

後

上での発泡性

" 1時間後

" 5時間後

※5

c) オイルリング処理系の繊維/金属間摩擦係数

成

分

試

験

※1 内容は本文中の記載と同じ。 (a)~(h)についても同じ。

※2 ポリオキシエチレン付加ポリ-1,2-ブチレンジグリコール

※3 ポリオキシエチレン付加ポリテトラメチレンジグリコール

※4 アルキル基の炭素数11~16

※5 判定基準 なし：発泡が全く観察されない。

大：一見してすぐに泡の発生が確認できる。

有：注意して観察すると泡の発生が確認できる。

甚大：米道付近が泡で盛り上っている程発泡している。

BO/EO=29/71, MW=3,145 (米国特許第3,834,935号 EX. 1及び2 Lubricant A)

TMG/EO=50/50, MW=2,000 (米国特許第4,245,004号 EX. 6)

実施例 1 1 ~ 1 5

下記表 - 3 に示された組成の本発明の油剤及び比較油剤の 1 3 重量% エマルジョンを調整した。実施例 1 と同様の方法で水溶液の発泡性試験^{a)}を行つた。表 - 3 に記載した結果から本発明例は比較例よりエマルジョンの発泡性が著しく少いことが明らかである。

又オイリング処理を行つた延伸糸を緯糸に用いたウォータージェット織機の経糸開口部から織上り部分における発泡(試験条件^{*}は下記)^{d)}と同織機の停台数(回/台/日)^{e)}とを調べた。

表 - 3 に記載した結果から本発明の油剤を付着させた緯糸を使用した場合はウォータージェット織機の開口部における発泡が少く織機停台が少いのに対し比較油剤を付着させた緯糸の場合は開口部における発泡が多く織機停台が多いことが明らかである。

* 試験条件

供試経糸：ナイロン 6 6 延伸糸セミダル 7 0 デニール
2 4 フィラメントに糊剤(互応化学製 プラスサイズ J₇)を糸に対し 5.0 ~ 6.0 重量% 付与し、乾燥糊付糸の 5,0 0 0 本をビーム取りしたもの。

緯口打込回数：4 1 0 回/分

供試緯糸：ナイロン 6 6 延伸糸セミダル 7 0 デニール
2 4 フィラメント(本発明例, 比較例の油剤をそれぞれ 0.5 % 付与したもの)



表-3

	油 剤	本 発 明					比 較				例	
		13	14	15	16	17	18	へ	ト	チ		リ
成	本発明の化合物(イ) ※1	75										
	“ (f)		55									
	“ (g)			35								
	“ (h)				35							
	“ (i)					35						
分	“ (m)						35					
	ポリ (BO/EO) プロツクエーテル ※2							35				
	ポリ (THF/EO) プロツクエーテル ※3								35			
	ポリ (BO/EO=50/50 MW3000ランダム) トリメチロールプロパンエーテル									35	75	
	イソオクタルスチアレート			20	20	20	20	20	20	20		20
試 験	60レッドウッド秒針油		20									
	POE(6)オレイルエーテル	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	25
	ヒマシ油POE 12モル付加物			20	20	20	20	20	20	20		25
	アルキルスルホン酸ソーダ塩 ※4	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
	※1 水溶液の発泡性 (ロスマイルズ法)	1~2	2~3	1~2	1~2	1~2	0.5	10~15	10~20	15~20	20~25	7~9
※2 ウォータージェット織機糸開口部から織り上り部分における発泡性 ※5	小	小	小	小	小	小	小	小	大	甚大	中	
※3 ウォータージェット織機の停台	0~1	1~2	0~1	1~2	1~2	0~1	7~8	5~6	5~6	9~10	4~5	

※1 内容は本文中の記載と同じ。(f)~(m)についても同じ。
 ※2, ※3, ※4 いずれも内容は表-2記載と同じ。
 ※5 小 非常に注意して観察しないと発泡しているかどうか判らない程度。
 判定 中 発泡が明らかに観察される。
 基準 大 同上 かなり多い。
 甚大 織り上がり部分に泡がたまっている。



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No. PCT/JP82/00387

I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER (if several classification symbols apply, indicate all) ³		
According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC Int. Cl. ³ D06M 13/18, 15/10, C10M 1/28, 3/22		
II. FIELDS SEARCHED		
Minimum Documentation Searched ⁴		
Classification System	Classification Symbols	
I P C	D06M 13/18, 15/10, C10M 1/20, 1/28, 3/14, 3/22, C08G 65/00-65/32, C08L 71/02	
Documentation Searched other than Minimum Documentation to the Extent that such Documents are Included in the Fields Searched ⁵		
III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT ¹⁴		
Category*	Citation of Document, ¹⁶ with indication, where appropriate, of the relevant passages ¹⁷	Relevant to Claim No. ¹⁸
X	JP,A, 48-53093 (Teijin Limited), 25. July. 1973 (25. 07. 1973)	1 - 4
Y	JP,A, 52-213 (Nippon Oil and Fats Co., Ltd.) 5. January. 1977 (05. 01. 1977)	1 - 4
Y	JP,A, 56-9475 (Cil und Seiracher G.m.b.H. und Co.), 30. January. 1981 (30. 01. 1981) & US,A, 4,335,003	1 - 4
* Special categories of cited documents: ¹⁵ "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "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) "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 "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 "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step "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 "Z" document member of the same patent family		
IV. CERTIFICATION		
Date of the Actual Completion of the International Search ²	Date of Mailing of this International Search Report ²	
December 20, 1982 (20.12.82)	December 20, 1982 (20.12.82)	
International Searching Authority ¹	Signature of Authorized Officer ²⁰	
Japanese Patent Office		

I. 発明の属する分野の分類					
国際特許分類 (IPC) Int. Cl. ³ D06M 13/18, 15/10, C10M 1/28, 3/22					
II. 国際調査を行った分野					
調 査 を 行 っ た 最 小 限 資 料					
分 類 体 系		分 類 記 号			
I P O		D06M 13/18, 15/10, C10M 1/20, 1/28, 3/14, 3/22, C08G 65/00-65/32, C08L 71/02			
最小限資料以外の資料で調査を行ったもの					
III. 関連する技術に関する文献					
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				請求の範囲の番号
X	JP, A, 48-53093 (帝人株式会社), 25. 7月. 1973 (25. 07. 1973)				1 - 4
Y	JP, A, 52-213 (日本油脂株式会社), 5. 1月. 1977 (05. 01. 1977)				1 - 4
Y	JP, A, 56-9475 (シル・ウント・ザイラツハー・ ゲゼルシャフト・ミット・ベシュレンクテル・ハフツ ング・ウント・コンパニー), 30. 1月. 1981 (30. 01. 1981) & US, A, 4,335,003				1 - 4
* 引用文献のカテゴリー 「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 「E」先行文献ではあるが、国際出願日以後に公表されたもの 「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) 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日後に公表された文献 「T」国際出願日又は優先日の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 「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 「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 「&」同一パテントファミリーの文献					
IV. 認 証					
国際調査を完了した日			国際調査報告の発送日		
20. 12. 82			20. 12. 82		
国際調査機関			権限のある職員		
日本国特許庁 (ISA/JP)			特許庁審査官		4, L 7, 1, 0, 7
			杉 原		進 (印)