

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表2017-528616

(P2017-528616A)

(43) 公表日 平成29年9月28日 (2017.9.28)

(51) Int.Cl.		F I			テーマコード (参考)
DO2G 1/12 (2006.01)		DO2G 1/12			4 L O 3 5
DO1F 2/00 (2006.01)		DO1F 2/00		Z	4 L O 3 6

審査請求 有 予備審査請求 未請求 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2017-513701 (P2017-513701)	(71) 出願人	314003797
(86) (22) 出願日	平成27年9月30日 (2015.9.30)		コーロン インダストリーズ インク
(85) 翻訳文提出日	平成29年3月10日 (2017.3.10)		大韓民国 キョンギード クワチョンシー
(86) 国際出願番号	PCT/KR2015/010319		コーロンーロ 11
(87) 国際公開番号	W02016/052998	(74) 代理人	100083138
(87) 国際公開日	平成28年4月7日 (2016.4.7)		弁理士 相田 伸二
(31) 優先権主張番号	10-2014-0131932	(74) 代理人	100189625
(32) 優先日	平成26年9月30日 (2014.9.30)		弁理士 鄭 元基
(33) 優先権主張国	韓国 (KR)	(74) 代理人	100196139
(31) 優先権主張番号	10-2015-0136000		弁理士 相田 京子
(32) 優先日	平成27年9月25日 (2015.9.25)	(72) 発明者	キム ソンファン
(33) 優先権主張国	韓国 (KR)		大韓民国 446-797 キョンギド
			ヨンインシ ギフング マブクロ 154
			ビョンギル30

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 リヨセルクリンプ繊維

(57) 【要約】

本発明は、セルロースパルプ及びN - メチルモルホリン - N - オキシド (N - m e t h y l m o r p h o l i n e - N - o x i d e ; N M M O) 水溶液を含むリヨセル紡糸ドープを紡糸して製造されたリヨセルマルチフィラメントをクリンプングして製造され、ブルーミング指数が800 ~ 2,000であることを特徴とするリヨセルクリンプ繊維に関する。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

セルロースパルプ及び N - メチルモルホリン - N - オキシド (N - m e t h y l m o r p h o l i n e - N - o x i d e ; N M M O) 水溶液を含むリヨセル紡糸ドープを紡糸して製造されたリヨセルマルチフィラメントをクリンピングして製造され、

下記式 1 で定義されるブルーミング指数が 8 0 0 ~ 2 , 0 0 0 であることを特徴とする、リヨセルクリンプ繊維。

(式 1) ブルーミング指数 = ブルーミング因数 (B F) × インチあたりのクリンプ数 (C N)

(式中、ブルーミング因数は下記式 2 で定義される。)

(式 2) ブルーミング因数 = { (永久変形前後の繊維の幅変化) ÷ (永久変形前後の繊維の長さ変化) } × 1 0 0

【請求項 2】

前記リヨセル紡糸ドープは、紡糸ドープの総重量を基準に、セルロースパルプ 6 ~ 1 6 重量 %、及び N - メチルモルホリン - N - オキシド水溶液 8 4 ~ 9 4 重量 % を含むことを特徴とする、請求項 1 に記載のリヨセルクリンプ繊維。

【請求項 3】

前記セルロースパルプは、パルプの総重量を基準に、α - セルロースの含有量が 8 5 ~ 9 7 重量 % であり、重合度 (D P w) が 6 0 0 ~ 1 7 0 0 であることを特徴とする、請求項 2 に記載のリヨセルクリンプ繊維。

【請求項 4】

前記リヨセルクリンプ繊維は、インチあたりのクリンプ数 (C N) が 2 5 ~ 3 9 個 / i n c h であり、前記式 2 で定義されるブルーミング因数 (B F) が 3 0 ~ 5 0 であることを特徴とする、請求項 1 に記載のリヨセルクリンプ繊維。

【請求項 5】

前記リヨセルマルチフィラメントは、引張強度 2 . 0 ~ 3 . 5 g / d のリヨセルモノフィラメントからなることを特徴とする、請求項 1 に記載のリヨセルクリンプ繊維。

【請求項 6】

前記リヨセルモノフィラメントは 1 . 0 ~ 8 . 0 デニールの繊度を有することを特徴とする、請求項 5 に記載のリヨセルクリンプ繊維。

【請求項 7】

前記リヨセルモノフィラメントは 5 ~ 1 3 % の伸度を有することを特徴とする、請求項 5 に記載のリヨセルクリンプ繊維。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、リヨセル繊維に係り、より具体的には、リヨセルクリンプ繊維に関する。

【背景技術】

【0002】

繊維は、形状的に見たとき、柔軟で細く、太さに対する長さの比、すなわち繊度が非常に大きい線形の物体を意味する。このような繊維は、形態によっては長繊維、準長繊維及び短繊維に分けることができ、原料によっては天然繊維と人造繊維に分けることができる。

【0003】

昔から、繊維は人間の生活と密接な関係を持ってきたが、初期の繊維は綿、麻、ウール、絹繊維などの天然繊維形態であって、主に被服のための原料として使用された。ところが、産業革命以来、科学技術の発展に伴い、繊維は、被服材料だけでなく、工業用へもその用途が拡大したとともに、文化の発達と人口の増加により急増した需要を満たすために人造繊維分野が新たに開拓された。

【0004】

人造繊維の場合、風合い及び着心地が天然繊維に負けないだけでなく、強度に優れかつ迅

10

20

30

40

50

速な水分吸収及び排出機能が卓越して多くの人から愛され続けている。特に、人造繊維の中でも、木材パルプなどの天然素材から合成した再生繊維の場合、天然繊維とほぼ同等の風合いを実現し、人体に無害なものと認識されることにより、益々再生繊維への関心は継続的に増加している。

【 0 0 0 5 】

再生繊維の中で、ビスコースレーヨン、シルクに匹敵する優れた光沢性及び発色性を持っている繊維であって、過去に広く使用された。しかし、ビスコースレーヨンは、製造過程がやや複雑であり、木材パルプなどを溶かす過程で多くの化学薬品が使用されることにより、環境問題や廃水処理などに対する議論が絶えなかった。このため、キュプラレーヨン、リヨセルなどの既存のビスコースレーヨン繊維を代替するレーヨン系再生繊維、及びセルロースアセテートなどの再生繊維が頭角を現し始めた。

10

【 0 0 0 6 】

特に、天然パルプ及びアミノオキシド水和物から製造されるリヨセル繊維の場合、既存の再生繊維に比べて優れた引張特性及び風合いを示し、リヨセル繊維の製造時に使用されるアミノオキシド系溶媒は、再利用が可能であり、廃棄の際にも生分解されるなど、生産工程で一切の汚れ物質を発生させないため、最近、環境にやさしい再生繊維としてリヨセル繊維に関する研究がより盛んに行われているのが実情である。

【 0 0 0 7 】

このようなリヨセル繊維の製造方法は、例えば、米国特許第 4 , 4 1 6 , 6 9 8 号及び同第 4 , 2 4 6 , 2 2 1 号に記載されているように、アミノオキシド (N M M O) にセルロースが溶解された紡糸ドープを紡糸し、これを凝固させてフィラメントを製造した後、水洗、乾燥し、加工などを経る方式である。また、リヨセル繊維は、自然に捲縮しないため、これを有用に使用するためには、ヨーロッパ公開特許第 7 9 7 , 6 9 6 号に記載された方法に基づいて濡れた繊維を圧縮するか、或いはヨーロッパ公開特許第 7 0 3 , 9 9 7 号に記載された方法に基づいて乾燥蒸気を用いるスタッパーボックス捲縮加工によってクリンプを付与することができる。

20

【 0 0 0 8 】

但し、従来のリヨセル繊維の場合は、クリンプ形成によるブルーミング性が大きく優れていない。また、ほとんどのリヨセル繊維に関する研究が強度向上などの物理的性質を改善するためだけに止まるので、リヨセル繊維のブルーミング性を効果的に向上させることができる技術研究は引き続き求められている。

30

【 発明の概要 】

【 発明が解決しようとする課題 】

【 0 0 0 9 】

そこで、本発明は、クリンプ数及びクリンプ安定性に優れてブルーミング特性がより向上したリヨセルクリンプ繊維を提供しようとする。

【 課題を解決するための手段 】

【 0 0 1 0 】

本発明に係る好適な実施形態は、セルロースパルプ及び N - メチルモルホリン - N - オキシド (N - m e t h y l m o r p h o l i n e - N - o x i d e ; N M M O) 水溶液を含むリヨセル紡糸ドープを紡糸して製造されたリヨセルマルチフィラメントをクリンピングして製造され、下記式 1 で定義されるブルーミング指数が 8 0 0 ~ 2 , 0 0 0 であることを特徴とするリヨセルクリンプ繊維を提供する。

40

【 0 0 1 1 】

(式 1) ブルーミング指数 = ブルーミング因数 (B F) × インチあたりのクリンプ数 (C N)

式中、ブルーミング因数は下記式 2 で定義される。

【 0 0 1 2 】

(式 2) ブルーミング因数 = { (永久変形前後の繊維の幅変化) ÷ (永久変形前後の繊維の長さ変化) } × 1 0 0

50

前記実施形態によるリヨセル紡糸ドープは、紡糸ドープの総重量を基準に、セルロースパルプ 6 ~ 16 重量%、及び N - メチルモルホリン - N - オキシド水溶液 84 ~ 94 重量%を含むことができる。

【0013】

この際、前記セルロースパルプは、パルプの総重量を基準に、 α - セルロースの含有量が 85 ~ 97 重量%であり、重合度 (DPw) が 600 ~ 1700 であり得る。

【0014】

また、前記実施形態によるリヨセルクリンプ繊維は、インチあたりのクリンプ数 (CN) が 25 ~ 39 個 / inch であり、前記式 2 で定義されるブルーミング因数 (BF) が 30 ~ 50 であり得る。

10

【0015】

前記実施形態によるリヨセルマルチフィラメントは、引張強度 2.0 ~ 3.5 g/d のリヨセルモノフィラメントからなることができる。

この際、前記リヨセルモノフィラメントは、織度が 1.0 ~ 8.0 デニールであり、伸度が 5 ~ 13 % であり得る。

【発明の効果】

【0016】

本発明によれば、ブルーミング性が向上したリヨセルクリンプ繊維を提供することができる。本発明に係るリヨセルクリンプ繊維は、従来よりもボリューム感向上の効果に優れるとともに、クリンプの形態安定性に優れる。これにより、衣類及び産業素材としての適用時に少量の繊維でも、従来のもものと比較したときに同等レベル以上の物性を期待することができる。

20

【発明を実施するための形態】

【0017】

本発明の一態様によれば、セルロースパルプ及び N - メチルモルホリン - N - オキシド (N - methylmorpholine - N - oxide; NMMO) 水溶液を含むリヨセル紡糸ドープを紡糸して製造されたりヨセルマルチフィラメントをクリンピングして製造され、下記式 1 で定義されるブルーミング指数が 800 ~ 2,000 であることを特徴とするリヨセルクリンプ繊維を提供することができる。

30

【0018】

(式 1) ブルーミング指数 = ブルーミング因数 (BF) $\times$ インチあたりのクリンプ数 (CN)

式中、ブルーミング因数は下記式 2 で定義される。

(式 2) ブルーミング因数 = { (永久変形前後の繊維の幅変化) $\div$ (永久変形前後の繊維の長さ変化) } $\times$ 100

[ブルーミング因数及びブルーミング指数]

一般に、フィラメントにクリンプを付与する工程を指し示すクリンピング (crimping) とは、捲縮加工とも呼ばれ、人為的に繊維状に紡糸して製造する人造繊維に天然繊維のような質感を与えるために皺を形成する加工法のことをいう。クリンピングされた繊維は、繊維束の間に空気存在する空間が確保されるので、同じ重量であっても大きな体積を形成することができ、これにより、ふんわりとした感触と保温性を確保することができる。さらに、通気性を確保することができ、通気性の確保による抗菌効果をも発揮することができる。しかも、繊維の素材自体が本発明のリヨセルのように生分解性の環境調和型素材であれば、その効果は倍になることができる。

40

【0019】

これにより、クリンプが付与されたりヨセル繊維は、アウトドアウェア、インナーウェア、帽子、スポーツソックス、下着類などを含む冬用衣類や布団、衣料用繊維、衛生用品などの繊維素材として使用することもでき、建築や自動車分野などの産業素材としてタイヤコード、各種フィルター、ホース補強材などの MRG (Mechanical Rubber Good)、セメント補強材、自動車内装材補強材などに有用に使用することもで

50

きる。

【 0 0 2 0 】

本発明において、前記式 1 のように定義されたブルーミング指数は、数式から分かるように、リヨセル繊維に形成されたインチあたりのクリンプ数及び永久変形前後の長さの変化率に対する幅の変化率であるブルーミング因数によって決定される値であって、その値が大きくなるほどブルーミング因数またはインチあたりのクリンプ数が多いことを意味する。これにより、ブルーミング指数を用いてリヨセル繊維のブルーミング程度を容易に把握することができ、ブルーミング指数が 8 0 0 未満である場合にはクリンプ数とブルーミング因数との両方を十分なレベルで満たし難く、ブルーミング指数が 2 0 0 0 超過である場合には技術的な限界が存在するおそれがあるので、ブルーミング指数は上記の範囲を満足することが好ましい。

10

【 0 0 2 1 】

本発明では、このようなブルーミング指数の範囲を満たすために、より好ましくは、前記式 2 のように永久変形前後の繊維の長さ変化に対する幅変化率の百分率値で定義されるブルーミング因数 (B l o o m i n g F a c t o r) が 3 0 ~ 5 0 を満足することが好ましく、インチあたり測定されるクリンプ数 (C N) は 2 5 ~ 3 9 個 / i n c h を満たすことが好ましい。

【 0 0 2 2 】

この際、本発明で定義する「永久変形」とは、クリンプが形成された繊維を引っ張ってから放したときにクリンプが元の形態に回復しない時点を意味し、本発明では実験によってリヨセルクリンプ繊維が 4 k g . f の荷重で永久変形の挙動を示したので、本発明は荷重 4 k g . f での引張を永久変形の基準とすることができる。

20

【 0 0 2 3 】

もし、クリンプがまともに形成された繊維であれば、インチあたりのクリンプ数が十分であるので、これにより永久変形が起こる前にはクリンプによって繊維がよく膨らまされているが、永久変形が起こった後は、膨らまされた程度が著しく減少してその分だけ幅変化率がかかなり大きく観察される。これに対し、クリンプがまともに形成されていない繊維であれば、永久変形前、後のクリンプによる膨らまし (B l o o m i n g) 程度の差があまり生じない。このようにブルーミング因数が大きいほど、十分なクリンプによってブルーミング性に優れたものと解釈することができ、結果的に満足すべきレベルのブルーミング指数値を得ることができる。

30

【 0 0 2 4 】

但し、インチあたりのクリンプ数とブルーミング因数は、概念上、反比例的な挙動を示すことができないので、少なくとも確保しなければならないクリンプ数 (2 5 個 / i n c h) を考慮すると、ブルーミング因数は 3 0 以上であり、クリンプ数を無限に増やすことはできないので、ブルーミング因数も 5 0 を超えることは困ることがある。

【 0 0 2 5 】

一方、上述したブルーミング特性を有する本発明のリヨセルクリンプ繊維は、下記 (S 1) 乃至 (S 5) の段階を経て製造できる。

【 0 0 2 6 】

40

[(S 1) 段階]

(S 1) 段階は、セルロースパルプ及び N - メチルモルホリン - N - オキシド (N - m e t h y l m o r p h o l i n e - N - o x i d e ; N M M O) 水溶液を含むリヨセル紡糸ドープを紡糸する段階である。この際、本発明の好適な態様によれば、前記リヨセル紡糸ドープは、セルロースパルプ 6 ~ 1 6 重量 %、及び N - メチルモルホリン - N - オキシド水溶液 8 4 ~ 9 4 重量 % を含むものであり、前記セルロースパルプは、 α - セルロースの含有量が 8 5 ~ 9 7 重量 % であり、重合度 (D P w) が 6 0 0 ~ 1 7 0 0 であり得る。

【 0 0 2 7 】

前記セルロースパルプの含有量が 6 重量 % 未満である場合には、繊維的形態及び特性を実現し難く、1 6 重量 % 超過である場合には、水溶液に溶解し難く、引張強度が無駄に高く

50

なるおそれがある。また、前記 N - メチルモルホリン - N - オキシド水溶液の含有量が 84 重量 % 未満であれば、溶解粘度が大幅に高くなって好ましくなく、94 重量 % 超過であれば、紡糸粘度が大幅に低くなって紡糸段階で均一な繊維を製造することが難しいおそれがある。

【0028】

また、前記紡糸ドープを用いて紡糸口金から吐出させる段階は、80 ~ 130 の紡糸温度下で行われ得る。前記紡糸口金は、フィラメント状の紡糸ドープをエアギャップ区間を介して凝固槽内の凝固液へ吐出させる役目をするものであって、前記紡糸温度から外れた場合、紡糸ドープの流れ性が不良であるか或いは紡糸ドープの粘度が低くなって吐出量を制御し難いおそれがある。

10

【0029】

〔(S2) 段階〕

(S2) 段階は、前記 (S1) 段階で紡糸されたりヨセル紡糸ドープを凝固させてりヨセルマルチフィラメントを得る段階であって、前記 (S2) 段階の凝固は、冷却空気を紡糸ドープに供給して凝固させるエアクエンチング (Air Quenching、Q/A) による一次凝固段階と、1 次凝固した紡糸ドープを凝固液に浸して凝固させる 2 次凝固段階とを含んで行われ得る。

【0030】

前記 (S1) 段階で紡糸口金から紡糸ドープを吐出させた後は、これを前記紡糸口金と凝固槽との間の空間であるエアギャップ区間に通過させることができる。このようなエアギャップ区間には、ドーナツ形の口金内側に位置した空冷部から、口金の内側から外側へ冷却空気が供給されるが、このような冷却空気を紡糸ドープに供給するエアクエンチングによって 1 次凝固が行われ得る。

20

【0031】

この際、(S2) 段階で得られるりヨセルマルチフィラメントの物性に影響を与える要因は、エアギャップ区間での冷却空気の温度及び風速であり、(S2) 段階の凝固は、4 ~ 15 の温度及び 5 ~ 50 m/s の風速を有する冷却空気を紡糸ドープに供給して凝固させることであり得る。前記 1 次凝固の際に冷却空気の温度が 4 未満である場合には、口金の表面がすぐに冷えてしまい、りヨセルマルチフィラメントも不均一に凝固して紡糸工程性も良くなり、15 超過である場合には、冷却空気による 1 次凝固が十分に行われないため、これも紡糸工程性に不利な影響を及ぼすおそれがある。

30

【0032】

また、1 次凝固の際に冷却空気の風速が 5 m/s 未満であれば、冷却空気による 1 次凝固が十分に行われないため、紡糸工程性が良くなって糸切れが発生し、50 m/s 超過であれば、口金から吐出される紡糸ドープが空気によって揺れながら紡糸工程性が低下するおそれがある。

【0033】

エアクエンチングによる 1 次凝固の後、前記紡糸ドープは、凝固液入りの凝固槽に供給されて 2 次凝固が行われ得る。適切な 2 次凝固の進行のために、前記凝固液の温度は 30 以下であることが好ましいが、凝固温度が必要以上に高くなくて凝固速度を適切に制御することができる。前記凝固液は、本発明の属する技術分野における通常の組成で製造して使用することができるので、特に限定されない。

40

【0034】

〔(S3) 段階〕

(S3) 段階は、前記 (S2) 段階で得られたりヨセルマルチフィラメントを水洗する段階である。具体的には、前記 (S2) 段階で得られたりヨセルマルチフィラメントを牽引ローラーに導入した後、水洗浴に導入して水洗することができる。前記フィラメントの水洗段階では、水洗後の溶剤の回収及び再利用の容易性を考慮して温度 0 ~ 100 の水洗液を使用することができ、前記水洗液としては水を用いることができ、必要に応じてその他の添加成分をさらに含ませることもできる。

50

【 0 0 3 5 】

[(S 4) 段階]

(S 4) 段階は、前記 (S 3) 段階で水洗されたりヨセルマルチフィラメントをエマルジョン処理する段階であって、エマルジョン処理の後に乾燥を行うことが好ましい。エマルジョン処理は、マルチフィラメントがエマルジョン中に完全に浸されて埋められる形態で行われ得る。エマルジョン処理装置の進入口ロールと紡出ロールに取り付けられた絞りローラーによってエマルジョンがフィラメントにくっつく量を一定に維持する。前記エマルジョンは、フィラメントが乾燥ローラー及びガイド、クリンプ段階での接触時に発生する摩擦を減らすことで、クリンプがまともに形成されるように貢献する。

【 0 0 3 6 】

本発明の好適な態様によれば、前記 (S 1) 乃至 (S 4) 段階を経て製造されたりヨセルマルチフィラメントを構成するリヨセルモノフィラメントは、その強度が 2.0 g/d 乃至 3.5 g/d であることが好ましい。ここで、モノフィラメントとは、紡糸口金の多数のホールから吐出され、凝固、水洗、エマルジョン処理段階を経て繊維化されたマルチフィラメントから分離された一本のフィラメントを意味し、モノフィラメントの強度は、繊維化されたマルチフィラメントから分離された一本のフィラメントの強度を意味することができる。

【 0 0 3 7 】

通常、クリンプを付与する繊維の場合、風合い、ボリューム感、保温性、吸収性などの物性を向上させる場合がほとんどであるため、最小限の強度は確保するが、あまり強度が優れる必要はない。すなわち、前記リヨセルモノフィラメントの強度が 2.0 g/d 未満である場合には、紡糸工程性が低下するおそれがあり、 3.5 g/d 超過である場合には、クリンプ形成後に開繊によるブルーミング付与の際にあまり高い荷重を加えなければならないので、工程効率上好ましくない。

【 0 0 3 8 】

また、前記リヨセルモノフィラメントは、ブルーミング性を考慮して繊維度が $1.0 \sim 8.0 \text{ de}$ であることが好ましい。モノフィラメントの繊維度が 1.0 de (デニール) よりも低い場合には、クリンプ形成後の開繊の際に隣接するモノフィラメント間の撚り現象が発生することがあって開繊率が低下するおそれがあり、モノフィラメントの繊維度が 8.0 de よりも高い場合には、クリンプ数を増加させるためにより多くのスチーム及び圧力を与えなければならないので、エネルギー効率上好ましくなく、同じ膨らまし (B l o o m i n g) にも相対的に最終製品の重量が増加するおそれがある。

【 0 0 3 9 】

さらに、前記リヨセルモノフィラメントは、 $5 \sim 13\%$ の伸度を有することができる。その伸度が 5% 未満である場合には、クリンプ形成後の開繊の際に繊維が容易に切断されて歩留まりが低下するおそれがあり、工程の特性上、モノフィラメントの伸度が 13% を超えるように制御することは難しいだけでなく、クリンプを付与する繊維の適用分野を考慮すると、それ以上の優れた伸度を満たす必要はない。

【 0 0 4 0 】

[(S 5) 段階]

本発明において、(S 5) 段階は、前記 (S 4) 段階でエマルジョン処理されたりヨセルマルチフィラメントをクリンピング (c r i m p i n g) する段階である。本発明のリヨセルクリンプ繊維の場合、(S 5) 段階でブルーミング性が決定でき、リヨセルマルチフィラメントにスチームを供給し、圧力を加えてクリンプを形成することができる。具体的なクリンピング手段はスタッパーボックス (s t u f f e r b o x) であり、前記スタッパーボックスはスチームボックス (s t e a m b o x) 及びプレスローラー (P r e s s R o l l e r) を含む手段であり得る。

【 0 0 4 1 】

具体的には、クリンプ方法を考察すると、まず、前記リヨセルマルチフィラメントをスチームボックスに通過させて $0.1 \sim 1.0 \text{ kgf/cm}^2$ でスチームを付与することによ

10

20

30

40

50

り、フィラメントの温度を上げることが好ましい。この際、スチームボックスのスチーム供給量が 0.1 kg f / cm^2 未満であれば、プレスローラーでクリンプがスムーズに形成されないか、或いはクリンプが形成されても熱固定が行われなため、形態が維持できず、 1.0 kg f / cm^2 超過であれば、スタッパーボックス内の温度が 120 以上に上昇してフィラメントが互にくっ付いてしまうので、スタッパーボックスを通過しなくなる。

【0042】

スチームボックスを通過した後は、リヨセルマルチフィラメントをプレスローラー (Press Roller) に供給して $1.5 \sim 2.0 \text{ kg f / cm}^2$ の圧力で圧着することにより、クリンプを形成することができる。この際、プレスローラーを押圧する圧力が 1.5 kg f / cm^2 未満であれば、所望のクリンプ数が形成されず、 2.0 kg f / cm^2 超過であれば、押圧力があまりにも強いため、これもフィラメントがスタッパーボックスを通過しなくなることがある。

10

【0043】

本発明において、スタッパーボックスを通過しながら形成されたクリンプ数は非常に重要であり、クリンプ数はインチあたり $25 \sim 39$ 個 / inch であることが好ましい。クリンプ数が 25 個 / inch 未満である場合、開織が容易ではないため、前記式 1 で定義されるブルーミング因数が 30 に及ばず、その分だけ幅方向へのブルーミング特性が低調に現れるおそれがあり、プレスローラーの圧力を増加させてもクリンプ数を 39 個 / inch 超過にして形成させることは限界がありうる。

20

【0044】

[実施例]

以下、実施例によって本発明をさらに詳細に説明する。これらの実施例は、本発明をより具体的に説明するためのものに過ぎず、本発明を限定するものではない。

【0045】

製造例 1

重合度 (DPw) 820 、アルファセルローズ含有量 93.9% のセルローズパルプをプロピレート含有量 0.01 重量 % の NMMO / H_2O 混合溶剤 (重量比 $90/10$) に混合して、濃度 12 重量 % のリヨセル繊維製造用紡糸ドープを製造した。

30

【0046】

まず、前記紡糸ドープを紡糸口金の紡糸ノズルから、紡糸温度 110 に維持し且つフィラメントの単繊度が 3.37 デニールとなるように紡糸ドープの吐出量と紡糸速度を調節して紡糸した。前記紡糸ノズルから吐出されたフィラメント状の紡糸ドープをエアギャップ区間を経て凝固槽内の凝固液に供給した。この際、前記エアギャップ区間における冷却空気は 8 の温度及び 10 m / s の風速で紡糸ドープを 1 次凝固させる。

【0047】

前記凝固液は、 25 の温度と、水 85 重量 % 及び NMMO 15 重量 % の濃度とを有するものを使用した。この際、前記凝固液の濃度はセンサーと屈折計を用いて連続的にモニタリングした。牽引ローラーを介して空気層において延伸がなされたフィラメントは、水洗装置からスプレーされた水洗液によって水洗されて残存の NMMO を除去し、フィラメントにエマルジョンが均一にくっつくようにした後、再び絞ってフィラメントに対するエマルジョン含有量が 0.2% を維持するようにし、乾燥ローラーによって 150 で乾燥させてリヨセルフィラメントを製造した。

40

【0048】

こうして製造されたリヨセルマルチフィラメントをスタッパーボックス (stuffer box、プレスローラー (Press Roller) 圧力 1.5 kg f / cm^2) に通過させながら、別のスチーム処理はせず、プレスローラー (Press Roller) のみでクリンプ (Crimp) を付与することにより、最終的にリヨセルクリンプ繊維を製造した。

【0049】

50

前記製造されたリヨセルクリンプ繊維を張力のない (t e n s i o n f r e e) 状態で 200 mm の長さ に 切断した後、最初地点 (0 mm 位置) と 中間地点 (100 mm 位置) をそれぞれ固定した。そして、200 mm 地点で引張力を加えて長さを 50 % (50 mm) 引張り、伸びた位置で終点を固定した。次いで、100 mm 地点の固定を解除して張力を分散させ、顕微鏡写真を撮って、10 mm あたり形成されているクリンプ数 (C r i m p N u m b e r 、 C N) を求め、C P I (c o u n t s p e r i n c h) に換算した結果、製造例 1 のクリンプ数は 7 (e a / i n c h) と測定された。

【 0 0 5 0 】

製造例 2 ~ 6

製造例 1 と同様の方法を適用してリヨセルクリンプ繊維を製造するが、プレスローラー (P r e s s R o l l e r) の圧力を変化させ、クリンプ数がそれぞれ 15 (e a / i n c h) 、 20 (e a / i n c h) 、 25 (e a / i n c h) 、 30 (e a / i n c h) 及び 39 (e a / i n c h) である製造例 2 ~ 6 を製造した。但し、プレスローラーの圧力を変化させても、クリンプ数はもはや増加しないため、製造例はクリンプ数 39 e a / i n c h のものまでのみ製造した。

【 0 0 5 1 】

実施例 1 ~ 3

スタッパーボックス内でリヨセル繊維をプレスローラーに通過させる前に熱固定 (h e a t s e t t i n g) させるために、スチームボックスで圧力 1 . 0 k g f / c m ² のスチーム (120) を付与した以外は、製造例 4 ~ 6 と同様の方法をそれぞれ適用してクリンプ数 25 (e a / i n c h) 、 30 (e a / i n c h) 及び 39 (e a / i n c h) のリヨセルクリンプ繊維 (実施例 1 ~ 3) を製造した。

【 0 0 5 2 】

比較例 1 ~ 3

実施例 1 ~ 3 のようにスタッパーボックス内でスチーム処理を施した以外は、それぞれ製造例 1 ~ 3 と同様の方法を適用してクリンプ数 7 (e a / i n c h) 、 15 (e a / i n c h) 及び 20 (e a / i n c h) のリヨセルクリンプ繊維 (比較例 1 ~ 3) を製造した。

【 0 0 5 3 】

測定例

製造例 1 ~ 6 、実施例 1 ~ 3 及び比較例 1 ~ 3 をいずれも恒温恒湿 (温度 : 22 、湿度 : 55 %) の条件で 48 時間放置した後、UTM (U n i v e r s a l t e s t i n g m a c h i n e 、 I N S T R O N 、モデル : 5566 、 t e s t m o d e : T e n s i o n t e s t) を用いて引張強度をテストした。引張強度テストの結果、荷重が 4 k g f であるときにクリンプ繊維の永久変形が現れ始めた。これにより、引張強度テスト前のサンプルの長さ (I . l e n g t h) 及び幅 (I . w i d t h) と、引張強度テスト後に永久変形が起こったサンプルの長さ (A . l e n g t h) 及び幅 (A . w i d t h) をそれぞれ下記計算式 1 に代入してブルーミング因数 (B l o o m i n g F a c t o r : B F) を計算した。

【 0 0 5 4 】

計算式 1) ブルーミング因数 = { (永久変形前後の繊維の幅変化) ÷ (永久変形前後の繊維の長さ変化) } × 100

【 0 0 5 5 】

ここで、永久変形前後の繊維の長さ変化 : $\Delta L = | (A . l e n g t h) - (I . l e n g t h) |$ であり、永久変形前後の繊維の幅変化 : $\Delta W = | (A . w i d t h) - (I . w i d t h) |$ である。

【 0 0 5 6 】

また、下記計算式 2 に示すように、実施例 1 ~ 2 及び比較例 1 ~ 2 それぞれのクリンプ数と前記測定されたブルーミング因数との積によってブルーミング指数を求め、その値を下記表 1 に反映した。

10

20

30

40

50

【 0 0 5 7 】

計算式 2) ブルーミング指数 = ブルーミング因数 (B F) × インチあたりのクリンプ数 (C N)

【 表 1 】

サンプル	熱固定 処理 有無	クリンプ数 (C N)	ΔL ¹⁾	ΔW ²⁾	ブルーミング 因数 (B F)	ブルーミング指 数 (B F × C N)
製造例 1	×	7	8 0	4	5 . 0	3 5 . 0
製造例 2	×	1 5	7 7	5	6 . 5	9 7 . 5
製造例 3	×	2 0	7 6	7	9 . 2	1 8 4 . 0
製造例 4	×	2 5	7 0	1 0	1 4 . 3	3 5 7 . 5
製造例 5	×	3 0	6 8	1 0	1 4 . 7	4 4 1 . 0
製造例 6	×	3 9	6 5	1 0	1 5 . 4	6 0 0 . 6
比較例 1	○	7	7 8	4	5 . 1	3 5 . 7
比較例 2	○	1 5	7 3	5	6 . 8	1 0 2 . 0
比較例 3	○	2 0	6 5	7	1 0 . 7	2 1 4 . 0
実施例 1	○	2 5	6 2	2 2	3 5 . 4	8 8 5 . 0
実施例 2	○	3 0	6 0	2 4	4 0 . 0	1 , 2 0 0 . 0
実施例 3	○	3 9	5 8	2 7	4 6 . 5	1 , 8 1 3 . 5

1) ΔL : 永久変形前後の繊維の長さ変化

2) ΔW : 永久変形前後の繊維の幅変化

【 0 0 5 8 】

前記表 1 によってブルーミング因数及びブルーミング指数の結果値を比較すると、インチあたりのクリンプ数が 2 5 個以上であるとき、ブルーミング因数及び指数が著しく上昇することを確認することができ、特に熱固定を行う場合、ブルーミング指数が 8 0 0 以上に増加してリヨセルクリンプ繊維のブルーミング性が非常に優れることを確認することができた。

【 0 0 5 9 】

特に、クリンプ数が 2 5 個以上であっても、熱固定をしないと、ブルーミング因数が 3 0 に及ばないため、ブルーミング指数もそれ以上増加しなかった。熱固定をしても、クリンプ数が 2 5 に及ばない場合、ブルーミング因数とブルーミング指数との両方を高いレベルに確保することが困難であった。

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/KR2015/010319

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER D01F 2/10(2006.01); D01F 2/00(2006.01); 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) D01F 2/10; B65H 63/06; D01F 2/02; D01F 2/00; D02G 1/12 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Korean Utility models and applications for Utility models: IPC as above Japanese Utility models and applications for Utility models: IPC as above Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) eKOMPASS (KIP0 internal) & Keywords: lyocell fiber, crimp, swelling, cellulose pulp, N-methylmorpholine-N-oxide, crimping, swelling index		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	KR 10-0808724 B1 (LENZING FIBERS LIMITED) 29 February 2008 See abstract; claim 1.	1-7
A	US 2010-0281662 A1 (MANNER, J. et al.) 11 November 2010 See abstract; claim 8; paragraphs [0003], [0022].	1-7
A	WO 95-24520 A1 (COURTAULDS FIBERS (HOLDINGS) LIMITED) 14 September 1995 See abstract; pages 9-11.	1-7
A	KR 10-2012-0032932 A (KOLON INDUSTRIES, INC.) 06 April 2012 See abstract; claims 1, 6.	1-7
A	WO 94-27903 A1 (COURTAULDS FIBRES (HOLDINGS) LIMITED) 08 December 1994 See abstract; claim 1.	1-7
☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent 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 when the document is taken alone "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 "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 11 DECEMBER 2015 (11.12.2015)		Date of mailing of the international search report 17 DECEMBER 2015 (17.12.2015)
Name and mailing address of the ISA/KR  Korean Intellectual Property Office Government Complex-Daejeon, 189 Seonsa-ro, Daejeon 302-701, Republic of Korea Facsimile No. 82-42-472-7140		Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/KR2015/010319

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member	Publication date
KR 10-0808724 B1	29/02/2008	AU 2001-94030 A1	22/04/2002
		EP 1327013 A1	16/07/2003
		EP 1327013 B1	10/01/2007
		WO 02-31236 A1	18/04/2002
US 2010-0281662 A1	11/11/2010	EP 2173931 A1	14/04/2010
		EP 2173931 B1	01/02/2012
		JP 2010-532827 A	14/10/2010
		KR 10-1495620 B1	25/02/2015
		KR 10-2010-0031638 A	23/03/2010
		WO 2009-006656 A1	15/01/2009
WO 95-24520 A1	14/09/1995	CN 1139961 A	08/01/1997
		EP 0749502 A1	27/12/1996
		JP 09-509987 A	07/10/1997
KR 10-2012-0032932 A	06/04/2012	CN 103025931 A	03/04/2013
		CN 103025931 B	08/07/2015
		EP 2589689 A2	08/05/2013
		KR 10-1430714 B1	18/08/2014
		WO 2012-002729 A2	05/01/2012
WO 94-27903 A1	08/12/1994	EP 0700361 A1	13/03/1996
		EP 0700361 B1	10/09/1997
		JP 09-501471 A	10/02/1997
		US 05601765 A	11/02/1997

국제조사보고서		국제출원번호 PCT/KR2015/010319
A. 발명이 속하는 기술분류(국제특허분류(IPC)) D01F 2/10(2006.01)i, D01F 2/00(2006.01)i		
B. 조사된 분야 조사된 최소문헌(국제특허분류를 기재) D01F 2/10; B65H 63/06; D01F 2/02; D01F 2/00; D02G 1/12 조사된 기술분야에 속하는 최소문헌 이외의 문헌 한국등록실용신안공보 및 한국공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC 일본등록실용신안공보 및 일본공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC 국제조사에 이용된 전산 데이터베이스(데이터베이스의 명칭 및 검색어(해당하는 경우)) eKOMPASS(특허청 내부 검색시스템) & 키워드: 라이오셀 섬유, 크립프, 부풀림성, 셀룰로오스 펄프, N-메틸모폴린-N-옥사이드, 크립핑, 부풀림지수		
C. 관련 문헌		
카테고리*	인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재	관련 청구항
A	KR 10-0808724 B1 (렌징 파이버스 리미티드) 2008.02.29 요약; 청구항 1 참조.	1-7
A	US 2010-0281662 A1 (MANNER, J. 등) 2010.11.11 요약; 청구항 8; 단락 [0003], [0022] 참조.	1-7
A	WO 95-24520 A1 (COURTAULDS FIBERS (HOLDINGS) LIMITED) 1995.09.14 요약; 페이지 9-11 참조.	1-7
A	KR 10-2012-0032932 A (코오롱인더스트리 주식회사) 2012.04.06 요약; 청구항 1, 6 참조.	1-7
A	WO 94-27903 A1 (COURTAULDS FIBRES (HOLDINGS) LIMITED) 1994.12.08 요약; 청구항 1 참조.	1-7
☐ 추가 문헌이 C(계속)에 기재되어 있습니다. ☒ 대응특허에 관한 별지를 참조하십시오.		
* 인용된 문헌의 특별 카테고리: "A" 특별히 관련이 없는 것으로 보이는 일반적인 기술수준을 정의한 문헌 "B" 국제출원일보다 빠른 출원일 또는 우선일을 가지나 국제출원일 이후에 공개된 선출원 또는 특허 문헌 "L" 우선권 주장에 의문을 제기하는 문헌 또는 다른 인용문헌의 공개일 또는 다른 특별한 이유(이유를 명시)를 밝히기 위하여 인용된 문헌 "O" 구두 개시, 사용, 전시 또는 기타 수단을 언급하고 있는 문헌 "P" 우선일 이후에 공개되었으나 국제출원일 이전에 공개된 문헌 "T" 국제출원일 또는 우선일 후에 공개된 문헌으로, 출원과 상충하지 않으며 발명의 기초가 되는 원리나 이론을 이해하기 위해 인용된 문헌 "X" 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌 하나만으로 청구된 발명의 신구성 또는 진보성이 없는 것으로 본다. "Y" 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌이 하나 이상의 다른 문헌과 조합하는 경우로 그 조합이 당업자에게 자명한 경우 청구된 발명은 진보성이 없는 것으로 본다. "&" 동일한 대응특허문헌에 속하는 문헌		
국제조사의 실제 완료일 2015년 12월 11일 (11.12.2015)	국제조사보고서 발송일 2015년 12월 17일 (17.12.2015)	
ISA/KR의 명칭 및 우편주소 대한민국 특허청 (35208) 대전광역시 서구 청사로 189, 4동 (둔산동, 정부대전청사) 팩스 번호 +82-42-472-7140	심사관 민인규 전화번호 +82-42-481-3326	

서식 PCT/ISA/210 (두 번째 용지) (2015년 1월)

국제조사보고서
대응특허에 관한 정보

국제출원번호
PCT/KR2015/010319

국제조사보고서에서 인용된 특허문헌	공개일	대응특허문헌	공개일
KR 10-0808724 B1	2008/02/29	AU 2001-94030 A1 EP 1327013 A1 EP 1327013 B1 WO 02-31236 A1	2002/04/22 2003/07/16 2007/01/10 2002/04/18
US 2010-0281662 A1	2010/11/11	EP 2173931 A1 EP 2173931 B1 JP 2010-532827 A KR 10-1495620 B1 KR 10-2010-0031638 A WO 2009-006656 A1	2010/04/14 2012/02/01 2010/10/14 2015/02/25 2010/03/23 2009/01/15
WO 95-24520 A1	1995/09/14	CN 1139961 A EP 0749502 A1 JP 09-509987 A	1997/01/08 1996/12/27 1997/10/07
KR 10-2012-0032932 A	2012/04/06	CN 103025931 A CN 103025931 B EP 2589689 A2 KR 10-1430714 B1 WO 2012-002729 A2	2013/04/03 2015/07/08 2013/05/08 2014/08/18 2012/01/05
WO 94-27903 A1	1994/12/08	EP 0700361 A1 EP 0700361 B1 JP 09-501471 A US 05601765 A	1996/03/13 1997/09/10 1997/02/10 1997/02/11

서식 PCT/ISA/210 (대응특허 추가용지) (2015년 1월)

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ

(72)発明者 ジョン ヨンハン

大韓民国 446-797 キョンギド ヨンインシ ギフング マブクロ 154 ピョンギル
30

Fターム(参考) 4L035 AA04 BB04 BB15 BB91 DD13 EE08 HH01

4L036 MA04 MA25 MA33 RA04 UA07