

(19) 日本国特許庁(JP)

再公表特許(A1)

(11) 国際公開番号

W02016/104236

発行日 平成29年9月28日(2017.9.28)

(43) 国際公開日 平成28年6月30日(2016.6.30)

(51) Int.Cl. F I テーマコード(参考)
 DO1F 6/76 (2006.01) DO1F 6/76 D 4L035

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 18 頁)

| | | | |
|--------------|------------------------------|----------|--|
| 出願番号 | 特願2016-501263 (P2016-501263) | (71) 出願人 | 000003159 東レ株式会社 東京都中央区日本橋室町2丁目1番1号 |
| (21) 国際出願番号 | PCT/JP2015/085014 | (72) 発明者 | 村田 祥 愛知県名古屋市西区堀越1丁目1番1号 東レ株式会社愛知工場内 |
| (22) 国際出願日 | 平成27年12月15日(2015.12.15) | (72) 発明者 | 山口 純郎 愛知県名古屋市西区堀越1丁目1番1号 東レ株式会社愛知工場内 |
| (31) 優先権主張番号 | 特願2014-258755 (P2014-258755) | (72) 発明者 | 林 剛史 愛知県名古屋市西区堀越1丁目1番1号 東レ株式会社愛知工場内 |
| (32) 優先日 | 平成26年12月22日(2014.12.22) | Fターム(参考) | 4L035 AA08 BB32 BB36 BB40 BB56 BB77 BB91 CC13 DD14 FF01 MF02 |
| (33) 優先権主張国 | 日本国(JP) | | 最終頁に続く |

(54) 【発明の名称】 ポリフェニレンサルファイドモノフィラメントおよびその製造方法、ならびにパッケージ

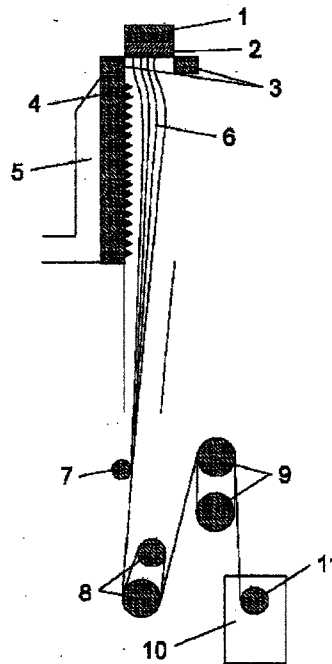
(57) 【要約】

本発明は以下の形態を取る。

(1) 連続熱収縮応力バラツキが5%以下であり、織度均一性(U% Noma1値)が1.2%以下であることを特徴とするポリフェニレンサルファイドモノフィラメント。

(2) 上記(1)記載のポリフェニレンサルファイドモノフィラメントが巻き取られたドラム形状の繊維パッケージ。

開口変動率の極めて小さい、高精密なフィルターに最適なポリフェニレンサルファイドモノフィラメントを提供する。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

繊維軸方向の連続熱収縮応力バラツキが 5 % 以下、織度均一性 (U % N o m a l 値) が 1. 2 % 以下であるポリフェニレンサルファイドモノフィラメント。

【請求項 2】

請求項 1 に記載のポリフェニレンサルファイドモノフィラメントが巻き取られたドラム形状のパッケージ。

【請求項 3】

ポリフェニレンサルファイド樹脂を溶融し、紡糸口金から吐出した各フィラメントを冷却装置で冷却後、油剤を付与し、加熱された引取ローラーで引き取り、引取ローラーと加熱延伸ローラーとの間で延伸し、ドラム状に巻き取る製造方法において、(a) 紡糸口金面の中心部と外周部の温度バラツキを 3 °C 以下とし、(b) 紡糸口金から 1 0 0 m m 以下の距離で、5 °C 以上 2 0 °C 以下の冷却風で各フィラメントを冷却することを特徴とするポリフェニレンサルファイドモノフィラメントの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ポリフェニレンサルファイド (以下、PPS と略す) モノフィラメントとそのパッケージに関するものであり、さらに詳しくは、高精密フィルター用途に好適な PPS モノフィラメントに関するものである。

【背景技術】

【0002】

PPS は耐熱性、耐薬品性、電気絶縁性等に優れ、機械的強度や成型加工性にも優れることから、金属代替材料や極限環境下に耐え得る材料として広く使用されている。PPS 繊維についてもこれらの特性を利用して、フィルター、ブラシ用毛材、抄紙ドライヤーカンバス、電気絶縁紙等の産業用資材に使用することが提案されている。例えば特許文献 1 には織度斑の少ない PPS 繊維を安定して製造する方法が提案されている。

【0003】

近年、化学、電気・電子、自動車、食品、精密機器、医薬・医療等の製造現場で用いられるフィルター用途において、SUS 鋼線代替として、PPS モノフィラメントの検討が盛んに行われている。例えば特許文献 2 には、モノフィラメントを生産性良く、安価に製造するために、一旦マルチフィラメントを製造して、その後分繊するという方法が提案されている。しかしながら、この方法では、マルチフィラメント製造工程における交絡処理によって、単糸同士に交絡の架かった状態で延伸、熱セットを行なうため、単糸間で延伸や熱セットが不均一となり易く、分繊後のモノフィラメントに繊維軸方向の織度斑が発生し、均一なモノフィラメントが得られにくい。また分繊工程では、ガイド類が多く存在し、その間に糸条は擦過によるダメージを受け易く、さらには、擦過張力等により、分繊後のモノフィラメントの繊維軸方向の連続熱収縮応力バラツキが大きくなり、均一なモノフィラメントが得られにくい。これらのことから、分繊糸では繊維軸方向の物性の均一性が失われ、高精密なフィルターを得ることはできなかった。

【0004】

また、例えば特許文献 3 には、寸法安定性の良い PPS モノフィラメントを得るために、ポリアルキレンテレフタレート少量添加する方法が提案されている。しかしながら、この方法では、ポリアルキレンテレフタレートを添加するために、耐熱性や耐薬品性が低下したり、ブレンド斑によって長手方向における物性の均一性が失われ、高精密なフィルターには適用できないという問題があった。

【0005】

さらに、例えば特許文献 4 にはフィルター性能の向上を目的として、織度均一性に優れる PPS モノフィラメントが提案されている。たしかに、一定の精度のフィルターは製造できるものの、近年、飛躍的に高まっているフィルターの高精密化には対応できないこと

が判明した。これは、フィルターの高精度化にはフィルター製織時の張力バラツキを抑制する必要があり、この点について、何ら解決方法が示唆されていないからである。このように、これまで開口変動率の極めて小さい高精度フィルターに適したPPSモノフィラメントは得られておらず、高精度フィルターに適するPPSモノフィラメントが強く望まれている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

【特許文献1】特開平10-60734号公報

【特許文献2】特開2012-246599号公報

【特許文献3】特開2011-106060号公報

【特許文献4】特開2009-68149号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明の課題は、開口変動率の極めて小さい、高精度なフィルターに最適なPPSモノフィラメントを提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0008】

上記課題を解決するために、本発明は以下の形態を取る。

(1) 繊維軸方向の連続熱収縮応力バラツキが5%以下、織度均一性(U% Normal値)が1.2%以下であるポリフェニレンサルファイドモノフィラメント。

(2) 上記(1)記載のポリフェニレンサルファイドモノフィラメントが巻き取られたドラム形状のパッケージ。

(3) ポリフェニレンサルファイド樹脂を溶融し、紡糸口金から吐出した各フィラメントを冷却装置で冷却後、油剤を付与し、加熱された引取ローラーで引き取り、引取ローラーと加熱延伸ローラーとの間で延伸し、ドラム状に巻き取る製造方法において、(a) 紡糸口金面の中心部と外周部の温度バラツキを3℃以下とし、(b) 紡糸口金から100mm以下の距離で、5℃以上20℃以下の冷却風で各フィラメントを冷却することを特徴とするポリフェニレンサルファイドモノフィラメントの製造方法。

【発明の効果】

【0009】

本発明のPPSモノフィラメントを用いることにより、耐熱性、耐薬品性を有し、かつ、開口変動率の極めて小さい、高精度なフィルターを提供することが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【0010】

【図1】本発明における製糸プロセスの概略図

【発明を実施するための形態】

【0011】

本発明に用いられるPPSは、p-フェニレンサルファイドからなる基本繰り返し構造単位を有するものである。他の共重合構造単位を含有しても良い。例えば共重合構造単位としては、m-フェニレンサルファイドやピフェニレンサルファイド等の芳香族サルファイド、またこれらのアルキル置換体、ハロゲン置換体等が挙げられる。また、混合紡糸や複合紡糸等により他のポリマーを添加しても良い。他のポリマーとしては、ポリエステルやポリアミド、ポリオレフィン、ポリイミド等が挙げられる。共重合成分量、ポリマー添加量は、3wt%以下が好ましい。この範囲であると、良好な耐熱性、耐薬品性を保持することができる。より好ましくは1wt%以下であり、更に好ましくは添加しないことである。

【0012】

さらに、酸化防止剤や耐熱剤、熱劣化防止剤、耐候剤等の添加剤も添加することができ

る。その添加量は1wt%以下が好ましい。1wt%以下とすることで、良好な曳糸性を得ることができる。より好ましい範囲は、0.5wt%以下である。

【0013】

また本発明に用いるPPSは低分子量物の少ない、クエンチ法により重合されたPPSを用いることが好ましい。低分子量物の少ないポリマーを用いることで、紡糸時の口金汚れを抑制することができ、本発明のPPSモノフィラメントを安定して得ることができる。

【0014】

極めて高精密なフィルターを得るためには、PPSモノフィラメントの繊維軸方向の連続熱収縮応力バラツキの抑制と、優れた繊維度均一性の両立が必須である。

10

【0015】

繊維軸方向の連続熱収縮応力とは、繊維を走行させながら熱処理を行った際に発生する収縮応力を繊維軸方向に連続して測定したものであり、糸給糸ローラーと糸引出ローラーのローラー間に糸条を走行させ、このローラー間で乾熱処理を施し、その後方に設置した張力測定器で連続的に収縮応力(cN)を測定することにより求まる。またそのバラツキは、上記連続熱収縮応力の標準偏差を平均値で割り返したものである。具体的には、測定頻度を1cm当たり6回とし、その平均値を1データとして1000個のデータを採取し、得られた1000個のデータから、平均値、標準偏差を算出し、次式を用いて連続熱収縮応力バラツキを算出する。平均値、標準偏差は、東レエンジニアリング社製「連続熱収縮測定器FTA-500」を用いることで自動計算される。

20

$$(\text{連続熱収縮応力バラツキ}) = (\text{標準偏差}) / (\text{平均値}) \times 100$$

本発明では、この繊維軸方向の連続熱収縮応力バラツキがフィルター製織時の張力バラツキに影響していることを見出した。連続熱収縮応力が安定していれば、製織時の張力バラツキは小さくなり、高精密なフィルターを得ることができる。このために必要な連続熱収縮応力バラツキは5%以下であり、3%以下がより好ましい。下限値は0%以上である。

【0016】

この繊維軸方向の連続熱収縮応力バラツキを5%以下とするための好ましい一つの手段として、延伸工程での延伸張力バラツキを抑制することが挙げられる。

【0017】

この延伸張力バラツキを抑制するためには、口金面温度のバラツキを3℃以下とすることが好ましく、1.5℃以下とすることがより好ましい。口金面温度のバラツキとは、口金中心部と口金最外周から5mmの任意の4点の合計5点の最高温度と最低温度の差である。口金面温度のバラツキが3℃以下であると、吐出されるポリマー温度が均一となり、吐出・冷却が安定し、その後の延伸工程での延伸張力が安定することが鋭意検討することにより判明した。なお、口金面温度のバラツキを抑制する方法としては、口金面下をヒーターにより保温する方法が挙げられる。それに加え、口金下を加熱蒸気で満たすことがより好ましい。口金面下ヒーターの温度は、紡糸温度±20℃の範囲が好ましく、紡糸温度±10℃の範囲がより好ましい。

30

【0018】

極めて高精密なフィルターを得るためのもう一つの重要な特性が、PPSモノフィラメントの繊維度均一性である。繊維度均一性はウースター斑(U% Normal値)で表し、課題である極めて高精密なフィルターを得るためのU%は1.2%以下であり、好ましくは1.0%以下、より好ましくは0.9%以下である。下限値は0%以上である。この優れた繊維度均一性を得るためには口金から吐出されたポリマーの冷却工程が極めて重要である。

40

【0019】

冷却工程では、冷却媒体として気体(空気)を用いることが好ましい。気体(冷却風)による冷却では、液体による冷却と比較してポリマーに対する抵抗が小さく、繊維度均一性を確保するのに有利である。

50

【0020】

冷却風の温度については5℃以上、20℃以下とすることが好ましく、5℃以上、10℃以下とすることがより好ましい。冷却風の温度を20℃以下にすることでポリマーの冷却が十分となり、織度均一性の向上に繋がる。

【0021】

さらに、冷却開始距離は口金面より100mm以下とすることが好ましく、80mm以下とすることがより好ましい。冷却開始距離を100mm以下とすることで、口金から吐出したポリマーの固化点が安定し、織度均一性の向上に繋がる。

【0022】

高精度フィルターを得るためには、PPSモノフィラメントの巻取り形状も極めて重要であり、パッケージはドラム形状であることが好ましい。ドラム形状とすることで、パーン形状において発生する「パーンビケ」と呼ばれるヒケ状の欠点を抑制することができる。

10

【0023】

本発明のPPSモノフィラメントの織度は6~33d texが好ましく、6~22d texがより好ましい。6~33d texとすることで、フィルターを高密度化した際、濾過による圧損を抑制することができる。

【0024】

また、本発明のPPSモノフィラメントの強度は3.0cN/d tex以上であることが好ましく、3.5cN/d tex以上であることがより好ましい。強度を3.0cN/d tex以上とすることで、フィルターの耐久性向上が図れる。

20

【0025】

さらに、本発明のPPSモノフィラメントの熱水寸法変化率は10%以下が好ましく、6%以下がより好ましい。熱水寸法変化率を10%以下とすることで、高温環境下での使用時にフィルターの寸法安定性が向上する。

【0026】

また本発明のPPSモノフィラメントの製造方法は、モノフィラメントを直接紡糸する1工程法を用いることが好ましい。1工程法とすることで、連続熱収縮応力バラツキに影響する延伸張力バラツキを抑制することができる。また、生産性も格段に向上する。

【0027】

また、本発明のPPSモノフィラメントの製造方法として、一度マルチフィラメントを得た後に、分繊工程を経てモノフィラメントを得る方法も挙げられが、モノフィラメントを直接紡糸する1工程法を用いることが好ましい。

30

【0028】

以下に本発明のモノフィラメントの好ましい製造方法の一例について記載する。

【0029】

本発明に用いられるPPS樹脂は、前述の通りである。

【0030】

紡糸に用いるPPS樹脂は、乾燥機を用いて低分子量物を0.15wt%以下とすることが好ましく、0.1wt%以下とすることがより好ましい。ポリマー中の低沸点物を可能な限り除去しておくことで、熔融紡糸の際、口金面の汚れを抑制し、織度均一性に優れ、連続熱収縮応力バラツキの小さいPPSモノフィラメントを安定して得ることが可能となる。

40

【0031】

熔融紡糸において、PPS樹脂の熔融押出は公知の手法を用いることができる。押し出されたポリマーは配管を経由し、ギヤポンプ等公知の計量装置により計量され、異物除去のフィルターを通過後、口金へと導かれる。このときのポリマー温度は300~330℃が好ましく、310~320℃がより好ましい。

【0032】

織度均一性に優れるPPSモノフィラメントを得るためには、口金孔の孔径Dを0.1

50

0 mm以上、0.50 mm以下とすることが好ましく、口金孔のランド長L（口金孔の孔径と同一の直管部の長さ）を孔径Dで除したL/Dは1.0以上、8.0以下が好ましい。また、生産性の観点から1口金当たりの孔数は4以上、糸条冷却の観点から8以下が好ましい。

【0033】

口金面温度、口金から吐出した糸条の冷却については前述の通りである。

【0034】

冷却固化された糸条は、加熱された第1ローラーにより引き取られ、前述の通り、連続して第1ローラーと第2ローラーの間で延伸される。第1ローラー、第2ローラーには、片掛け型、セパレートローラー型、ネルソン型が用いることが可能であるが、糸条加熱の安定性と速度固定の観点から、ネルソン型を用いることが好ましい。

10

【0035】

第1ローラーの引き取り速度は300～1000 m/minが好ましく、400～800 m/minがより好ましい、

また第1ローラーの加熱温度はポリマーのガラス転移温度-10℃以上、 $T_g + 20℃$ 以下であることが好ましい。この範囲とすることで、PPSの流動性が十分な状態での延伸となり、延伸張力のバラツキを抑制することができる。

【0036】

また第2ローラーの加熱温度は140℃以上、250℃以下であることが好ましい。140℃以上とすることで、強度、寸法安定性の向上が可能である。

20

【0037】

巻き取りについては、公知の巻き取り機を用いることができるが、パッケージ形状としては前述の通り、ドラム形状であることが好ましい。

【0038】

こうして得られたPPSモノフィラメントは、整経機により目的とするオープニングとなるように整経され、レピア織機やウォータージェット織機等で緯打ち込後、任意の形状にカットされ、フィルターとなる。このフィルターの用途としては、例えば自動車エンジンのインジェクションフィルターや医療現場等のフィルターとして用いられる。

【実施例】

【0039】

(1) 開口変動率

整経機にてPPSモノフィラメントを380本/インチ(2.54 cm)となるように整経し、レピア織機にて380本/インチ(2.54 cm)(開口部が正方形となるように)となるように製織した。この試織反を走査型電子顕微鏡(Nikon社製ESEM-2700)により倍率1000倍で観察し、任意の20ヶ所の各開口部の繊維間距離(各開口部の中で最も距離の広い部分をそれぞれ測定)を0.1 μmオーダーで測定した。開口変動率は次式で算出した。

$$(\text{開口変動率}) = (\text{標準偏差}) / (\text{平均値}) \times 100$$

なお、開口変動率は高精密なフィルターの指標である3%以下を合格とした。

30

【0040】

(2) 連続熱収縮応力バラツキ

連続熱収縮応力の測定には、東レエンジニアリング社製「連続熱収縮測定器 FTA-500」を用いた。測定方法は、糸給糸ローラーと糸引き出しローラーのローラー間に5 m/minで糸条を走行させ、このローラー間で乾熱処理を施し(温度:100℃、ユニット長:10 cm)、熱による応力(cN)をその後方にある張力測定器で連続的に測定した。測定頻度は1 cm当たり6回とし、その平均値を1データとして1000個のデータを採取する。得られた1000個のデータから、平均値、標準偏差を算出し、次式を用いて連続熱収縮応力バラツキを算出する。平均値、標準偏差は該測定器により自動で計算される)

$$(\text{連続熱収縮応力バラツキ}) = (\text{標準偏差}) / (\text{平均値}) \times 100$$

40

50

【0041】

(3) ウースター斑 (U%)

Zellweger Uster社製、USTER TESTER 5を用いて、給糸速度800m/min、測定タイプNormalモード、使用スロットルAUTO、ツイスターなしで1分間測定し、得られた値をウースター斑 (U%) とした。

【0042】

(4) 口金面温度バラツキ

熱電対を用いて、口金中心部と口金最外周から5mmの任意の4点の合計5点の温度を測定。最高温度と最低温度の差を口金面温度バラツキとした。

【0043】

(5) 延伸張力バラツキ

東レエンジニアリング製TTM-101張力計を用いて、第1、第2ローラー間で第2ローラーから約20cmの箇所の延伸張力を1分間測定し、0.1秒間隔で値を抽出、標準偏差と平均値を算出し、次式より算出した。

(延伸張力バラツキ) = (標準偏差) / (平均値) × 100。

【0044】

(6) 織度

JIS L 1013 (2010) 8.3.1 A法に準じて算出した。

【0045】

(7) 強度、伸度

JIS L 1013 (2010) 8.5.1に準じて測定した。

【0046】

(8) 熱水寸法変化率

JIS L 1013 (2010) 8.18.1 A法に準じて測定した。

【0047】

以下、実施例により本発明を具体的に説明する。

【0048】

[実施例1]

PPSポリマーペレットとして東レ(株)製E2280(ガラス転移点; 93℃、クエンチ法)を用い、乾燥機にて低分子量物を0.1%以下に調整したペレットを、紡糸温度320℃、単孔吐出量4.25g/minで熔融紡糸した。その際のポリマー温度は313℃であった。紡糸機は、図1に示す1工程法の直接延伸紡糸機を用いた。紡糸には孔数8個、口金孔の孔径(D)が0.40mm、L/Dが6.0の丸孔の口金(1)を使用し、その際、口金面は330℃の加熱蒸気にて保温し、口金面温度のバラツキは0.8℃であった。口金から吐出したポリマーは口金面より50mmで、冷却風吹き出し装置(5)から10℃の冷却風(4)により冷却し、給油ローラー(7)で給油後、100℃に加熱した第1ローラー(8)にて、625m/minで引き取り、連続して200℃に加熱した第2ローラー(9)間で4.00倍に延伸を行った。この際の延伸張力バラツキは11.5%であった。延伸後の糸条は、そのままマイクロカムトラバース型の巻取り機(10)を用いてドラム形状の繊維パッケージ(11)に巻き取った後、レピア織機により製織した。

【0049】

得られたPPSモノフィラメントの原糸特性と製織評価(開口変動率)結果を表1に示す。

【0050】

得られたPPSモノフィラメントのU%は0.78%であり、連続熱収縮応力バラツキは2.3%であった。また、開口変動率は1.4%と良好な織物を得た。

【0051】

[実施例2]

口金面の保温方法を加熱蒸気から空気加熱とすること以外は実施例1と同様の方法でP

P Sモノフィラメントを得た。こうして得られたP P Sモノフィラメントの原糸特性と製織評価結果を表1に示す。

【0052】

口金面の保温方法を空気加熱とすることで、口金面温度バラツキは1.3℃とやや大きくなったが、延伸張力バラツキは13.8%であり、連続熱収縮応力バラツキが2.9%、U%は0.85%であった。また、開口変動率が1.8%と良好な織物を得た。

【0053】

[実施例3]

冷却風温度を5℃とすること以外は実施例2と同様の方法でP P Sモノフィラメントを得た。こうして得られたP P Sモノフィラメントの原糸特性と製織評価結果を表1に示す

10

【0054】

冷却風温度を5℃とすることで、実施例2対比、冷却効率は向上し、U%は0.75%となったが、口金面温度バラツキは2.2℃と大きくなり、延伸張力バラツキが15.6%となった。その結果、連続熱収縮応力バラツキも4.4%となったが、開口変動率は2.6%と、良好な織物を得た。

【0055】

[実施例4]

冷却開始距離を100mmとすること以外は実施例2と同様の方法でP P Sモノフィラメントを得た。こうして得られたP P Sモノフィラメントの原糸特性と製織評価結果を表1に示す。

20

【0056】

冷却開始距離を100mmとすることで、U%は1.11%となったが、口金面温度バラツキは1.0℃と安定し、延伸張力バラツキは12.5%、連続熱収縮応力バラツキは2.7%となった。また、開口変動率は2.8%と良好な織物を得た。

【0057】

【表1】

| | 実施例1 | 実施例2 | 実施例3 | 実施例4 |
|-----------------|-----------------------|----------|----------|----------|
| プロセス | 1工法 | 1工法 | 1工法 | 1工法 |
| パッケージ形状 | ドラム | ドラム | ドラム | ドラム |
| 単孔吐出量(g/min) | 4.25 | 4.25 | 4.25 | 4.25 |
| 紡糸温度(°C) | 320 | 320 | 320 | 320 |
| 口金面保温方法 | 口金面下ヒーター + 加熱蒸気 | 口金面下ヒーター | 口金面下ヒーター | 口金面下ヒーター |
| 口金面下ヒーター温度(°C) | 330 | 330 | 330 | 330 |
| 冷却開始距離(mm) | 50 | 50 | 50 | 100 |
| 冷却風温度(°C) | 10 | 10 | 5 | 10 |
| 紡糸速度(m/min) | 625 | 625 | 625 | 625 |
| 延伸倍率(-) | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 |
| 口金面温度/バラツキ(°C) | 0.8 | 1.3 | 2.2 | 1.0 |
| 延伸張力/バラツキ(%) | 11.5 | 13.8 | 15.6 | 12.5 |
| 連続熱収縮応力/バラツキ(%) | 2.3 | 2.9 | 4.4 | 2.7 |
| U(%) | 0.78 | 0.85 | 0.75 | 1.11 |
| 織度(dtex) | 17.0 | 17.1 | 17.0 | 16.9 |
| 強度(cN/dtex) | 4.21 | 4.16 | 4.41 | 3.99 |
| 伸度(%) | 25.4 | 24.8 | 23.8 | 26.5 |
| 熱水寸法変化率(%) | 5.5 | 5.8 | 6.2 | 5.7 |
| 開口変動率(%) | 1.4 | 1.8 | 2.6 | 2.8 |
| | 紡糸条件 | | 原糸物性 | |

【0058】

[比較例1]

口金面の保温温度を290℃とすること以外は実施例1と同様の方法でPPSモノフィラメントを得た。こうして得られたPPSモノフィラメントの原糸特性と製織評価結果を表2に示す。

【0059】

口金面の保温温度を290℃とすることで、U%は0.91%となったが、口金面温度のバラツキは3.4℃と大きくなり、延伸張力のバラツキが18.9%となった。その結果、連続熱収縮応力バラツキは5.3%となった。また、開口変動率は3.9%と満足する織物は得られなかった。

【0060】

[比較例2]

冷却開始距離を15mmとすること以外は実施例1と同様の方法でPPSモノフィラメントを得た。こうして得られたPPSモノフィラメントの原糸特性と製織評価結果を表2に示す。

【0061】

冷却開始距離を15mmとすることで、U%は0.84%となったが、口金面温度のバラツキは4.1℃と大きくなり、延伸張力のバラツキが20.8%となった。その結果、連続熱収縮応力バラツキは5.5%となった。また、開口変動率は4.5%と満足する織物は得られなかった。

【0062】

[比較例3]

冷却開始距離を200mmとすること以外は実施例1と同様の方法でPPSモノフィラメントを得た。こうして得られたPPSモノフィラメントの原糸特性と製織評価結果を表2に示す。

【0063】

冷却開始距離を200mmとすることで、口金面温度のバラツキは0.7℃と安定し、延伸張力のバラツキは11.7%となった。その結果、連続熱収縮応力バラツキは2.5%となった。しかしながら、冷却開始距離を長くすることで、U%は1.41%となった。また、開口変動率は3.2%と、満足する織物は得られなかった。

【0064】

[比較例4]

PPSポリマーペレットとして東レ(株)製E2280を用い、乾燥機にて低沸点物を1.0%以下に調整したペレットを、紡糸温度320℃、単孔吐出量4.25g/minで熔融紡糸した。紡糸には孔数8個、口金孔の孔径(D)が0.4mm、L/Dが6の丸孔の口金を使用し、その際、口金面は330℃の加熱蒸気により保温し、口金面温度のバラツキは0.9℃であった。口金から吐出したポリマーは口金面より50mmで10℃の冷却風により冷却し、給油後、625m/minで一定回転する非加熱の第1ローラーで引き取り、未延伸糸を得た。

【0065】

この未延伸糸を、延伸機で100℃に加熱した第1ローラーと200℃に加熱した第2ロール間で4.00倍に延伸を行った。この際の延伸張力バラツキは24.5%であった。延伸後の糸条は、パーン形状の繊維パッケージに巻き取った後、レピア織機により製織した。

【0066】

得られたPPSモノフィラメントの原糸特性と製織評価結果を表2に示す。

【0067】

2工程法とすることで、U%は0.86%となったが、延伸張力バラツキは24.5%と大きくなり、連続熱収縮応力バラツキは6.0%となった。また、開口変動率は5.5%となり、さらにはパーン形状とすることで、ヒケ状の斑が発生し織物品位低下を引き起こし、満足する織物は得られなかった。

【0068】

[比較例5]

ポリマーの冷却後、8本の糸条を1本に収束させて、給油、延伸、巻取りを行うこと以外は実施例1と同様の方法でPPSマルチフィラメントを得た。その際、口金面温度のバラツキは1.0℃、延伸張力バラツキは12.0%と実施例1と比較してやや大きかった。こうして得られたPPSマルチフィラメントを分織機で分織した。分織後の糸条は、パーン形状の繊維パッケージに巻き取った後、レピア織機により製織した。

【0069】

得られたPPSモノフィラメント(分織糸)の原糸特性と製織評価結果を表2に示す。

【0070】

分織機には、PPSモノフィラメント(分織糸)として巻き取るまでの工程にガイド類

が多く存在し、その間に糸条が擦過されダメージを受け易く、分繊糸の連続熱収縮応力バラツキは6.1%となった。また、マルチフィラメント製造工程の際、交絡処理によって交絡した状態で熱セットを行なうため、単糸間で熱セットが不均一となり易く、分繊糸のU%は1.53%となった。また、開口変動率は6.5%となり、さらにはパーン形状とすることで、ヒケ状の斑が発生し織物品位低下を引き起こし、満足する織物は得られなかった。

【0071】

【表2】

| プロセス | 比較例1 | | 比較例2 | | 比較例3 | | 比較例4 | | 比較例5 | | |
|----------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|--|
| | 1工程法 | 1工程法 | 1工程法 | 1工程法 | 1工程法 | 1工程法 | 2工程法 | 2工程法 | 1工程法+分織 | 1工程法+分織 | |
| パッケージ形状 | ドラム | ドラム | ドラム | ドラム | ドラム | ドラム | パーン | パーン | パーン | パーン | |
| 単孔吐出量(g/min) | 4.25 | 4.25 | 4.25 | 4.25 | 4.25 | 4.25 | 4.25 | 4.25 | 4.25 | 4.25 | |
| 紡糸温度(°C) | 320 | 320 | 320 | 320 | 320 | 320 | 320 | 320 | 320 | 320 | |
| 口金面保温方法 | 口金面下ヒーター + 加熱蒸気 | 口金面下ヒーター + 加熱蒸気 | 口金面下ヒーター + 加熱蒸気 | 口金面下ヒーター + 加熱蒸気 | 口金面下ヒーター + 加熱蒸気 | 口金面下ヒーター + 加熱蒸気 | 口金面下ヒーター + 加熱蒸気 | 口金面下ヒーター + 加熱蒸気 | 口金面下ヒーター + 加熱蒸気 | 口金面下ヒーター + 加熱蒸気 | |
| 口金面下ヒーター温度(°C) | 290 | 330 | 330 | 330 | 330 | 330 | 330 | 330 | 330 | 330 | |
| 冷却開始距離(mm) | 50 | 15 | 200 | 15 | 200 | 200 | 50 | 50 | 50 | 50 | |
| 冷却風温度(°C) | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | |
| 紡糸速度(m/min) | 625 | 625 | 625 | 625 | 625 | 625 | 625 | 625 | 625 | 625 | |
| 延伸倍率(-) | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | |
| 口金面温度/バラツキ(°C) | 3.4 | 4.1 | 0.7 | 4.1 | 0.7 | 0.7 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | |
| 延伸張力/バラツキ(%) | 18.9 | 20.8 | 11.7 | 20.8 | 11.7 | 11.7 | 24.5 | 24.5 | 12.0 | 12.0 | |
| 連続熱収縮応力バラツキ(%) | 5.3 | 5.5 | 2.5 | 5.5 | 2.5 | 2.5 | 6.0 | 6.0 | 6.1 | 6.1 | |
| U(%) | 0.91 | 0.84 | 1.41 | 0.84 | 1.41 | 1.41 | 0.86 | 0.86 | 1.53 | 1.53 | |
| 織度(dtex) | 16.8 | 17.0 | 17.1 | 17.0 | 17.1 | 17.1 | 17.3 | 17.3 | 17.0 | 17.0 | |
| 強度(cN/dtex) | 4.10 | 4.30 | 4.09 | 4.30 | 4.09 | 4.09 | 4.62 | 4.62 | 3.98 | 3.98 | |
| 伸度(%) | 23.8 | 22.7 | 26.8 | 22.7 | 26.8 | 26.8 | 24.4 | 24.4 | 14.6 | 14.6 | |
| 熱水寸法変化率(%) | 5.4 | 6.3 | 5.0 | 6.3 | 5.0 | 5.0 | 6.7 | 6.7 | 7.2 | 7.2 | |
| 開口変動率(%) | 3.9 | 4.5 | 3.2 | 4.5 | 3.2 | 3.2 | 5.5 | 5.5 | 6.5 | 6.5 | |
| 紡糸条件 | | | | | | 原糸物性 | | | | | |

【0072】

表1、表2の通り、本発明の実施例で得られたPPSモノフィラメントは、織度均一性(U%)、連続熱収縮応力バラツキが小さく、開口変動率の極めて小さい織物を得ることができ、高精密なフィルターを得ることができる。一方、比較例で得られたPPSモノフィラメントは、織度均一性(U%)、連続熱収縮応力バラツキいずれも小さくすることが

できず、高精密なフィルターを得ることができなかった。

【産業上の利用可能性】

【0073】

本発明により得られるPPSモノフィラメントを用いることにより製造される極めて高精密なフィルターは、化学、電気・電子、自動車、食品、精密機器、医薬・医療等の製造現場で好適に用いられる。

【符号の説明】

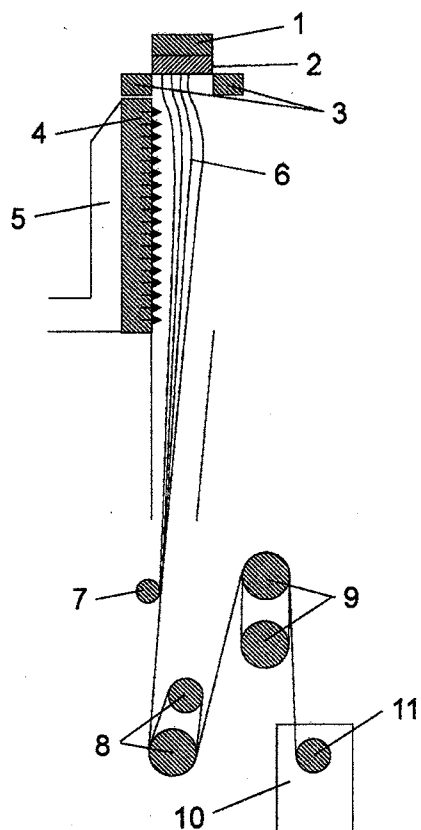
【0074】

- 1：口金
- 2：加熱蒸気発生装置
- 3：口金下ヒーター
- 4：冷却風
- 5：冷却風吹き出し装置
- 6：糸条
- 7：給油ローラー
- 8：第1ローラー
- 9：第2ローラー
- 10：巻取り機
- 11：パッケージ

10

【図1】

【図1】



【国際調査報告】

| INTERNATIONAL SEARCH REPORT | | International application No. PCT/JP2015/085014 |
|--|--|--|
| A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER D01F6/76(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) D01F1/00-6/96; 9/00-9/04 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2016 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2016 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2016 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. |
| Y | JP 2012-136797 A (Toray Industries, Inc.), 19 July 2012 (19.07.2012), claims; paragraphs [0024], [0025]; examples (Family: none) | 1-3 |
| Y | JP 2000-178829 A (Toyobo Co., Ltd.), 27 June 2000 (27.06.2000), claims; paragraphs [0002], [0005]; examples; comparative examples (Family: none) | 1-3 |
| Y | JP 2003-253521 A (Toyobo Co., Ltd.), 10 September 2003 (10.09.2003), claims; paragraphs [0003], [0006]; examples & WO 2003/060204 A1 & CN 1608149 A & TW 200301324 A | 1-3 |
| <input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> 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 29 February 2016 (29.02.16) | | Date of mailing of the international search report 08 March 2016 (08.03.16) |
| Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan | | Authorized officer Telephone No. |

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (January 2015)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/085014

| C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT | | |
|---|--|-----------------------|
| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
| Y | JP 51-060721 A (Toray Industries, Inc.), 26 May 1976 (26.05.1976), page 2, upper left column to upper right column (Family: none) | 1-3 |
| A | JP 08-269832 A (Toray Industries, Inc.), 15 October 1996 (15.10.1996), entire text (Family: none) | 1-3 |
| A | JP 06-049707 A (Toray Industries, Inc.), 22 February 1994 (22.02.1994), entire text (Family: none) | 1-3 |
| A | JP 01-239109 A (Teijin Ltd.), 25 September 1989 (25.09.1989), entire text (Family: none) | 1-3 |
| A | JP 2006-257619 A (Toray Industries, Inc.), 28 September 2006 (28.09.2006), entire text (Family: none) | 1-3 |

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (January 2015)

| 国際調査報告 | | 国際出願番号 PCT/JP2015/085014 | | | | | | | | | |
|---|---|--|---------|-----------|------------|-------------|------------|-------------|------------|-------------|------------|
| A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. D01F6/76(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. D01F1/00-6/96;9/00-9/04 | | | | | | | | | | | |
| 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 <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2016年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2016年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2016年</td> </tr> </table> | | | | 日本国実用新案公報 | 1922-1996年 | 日本国公開実用新案公報 | 1971-2016年 | 日本国実用新案登録公報 | 1996-2016年 | 日本国登録実用新案公報 | 1994-2016年 |
| 日本国実用新案公報 | 1922-1996年 | | | | | | | | | | |
| 日本国公開実用新案公報 | 1971-2016年 | | | | | | | | | | |
| 日本国実用新案登録公報 | 1996-2016年 | | | | | | | | | | |
| 日本国登録実用新案公報 | 1994-2016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* | 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 | | | | | | | | | |
| Y | JP 2012-136797 A (東レ株式会社) 2012.07.19, 特許請求の範囲、[0024]、[0025]、実施例 (ファミリーなし) | 1-3 | | | | | | | | | |
| Y | JP 2000-178829 A (東洋紡績株式会社) 2000.06.27, 特許請求の範囲、[0002]、[0005]、実施例、比較例 (ファミリーなし) | 1-3 | | | | | | | | | |
| ☞ 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 「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」 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 「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 | | の日の後に公表された文献 「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 「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文献 | | | | | | | | | |
| 国際調査を完了した日 29.02.2016 | | 国際調査報告の発送日 08.03.2016 | | | | | | | | | |
| 国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 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) 阿川 寛樹 電話番号 03-3581-1101 内線 3474 | 4S 4437 | | | | | | | | |

様式PCT/ISA/210 (第2ページ) (2015年1月)

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, KR, 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

(注) この公表は、国際事務局 (W I P O) により国際公開された公報を基に作成したものである。なおこの公表に係る日本語特許出願 (日本語実用新案登録出願) の国際公開の効果は、特許法第184条の10第1項(実用新案法第48条の13第2項) により生ずるものであり、本掲載とは関係ありません。

| 国際調査報告 | | 国際出願番号 PCT/JP2015/085014 |
|-----------------------|---|--------------------------|
| 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 |
| Y | JP 2003-253521 A (東洋紡績株式会社) 2003.09.10, 特許請求の範囲、[0003]、[0006]、実施例 & WO 2003/060204 A1 & CN 1608149 A & TW 200301324 A | 1-3 |
| Y | JP 51-060721 A (東レ株式会社) 1976.05.26, 第2頁左上欄～右上欄 (ファミリーなし) | 1-3 |
| A | JP 08-269832 A (東レ株式会社) 1996.10.15, 全文 (ファミリーなし) | 1-3 |
| A | JP 06-049707 A (東レ株式会社) 1994.02.22, 全文 (ファミリーなし) | 1-3 |
| A | JP 01-239109 A (帝人株式会社) 1989.09.25, 全文 (ファミリーなし) | 1-3 |
| A | JP 2006-257619 A (東レ株式会社) 2006.09.28, 全文 (ファミリーなし) | 1-3 |

様式PCT/ISA/210 (第2ページの続き) (2015年1月)