

最新国外合成纤维油剂·助剂技术专利大全



最新国外合成纤维油剂、助剂 技术专利大全

(上 册)

抚顺市科技情报研究所

最新国外合成纤维油剂、助剂 技术专利大全

(下 册)

抚州市科技情报研究所

《最新国外合成纤维油剂、助剂技术专利大全》目录

目 录		目 录	
1、由特殊的烷基磷酸铵盐、钾盐和饱和		27、含卤原子的阻燃剂	180-183
烷基磷酸盐组成的合成纤维抗静电剂	1-7	28、热塑性合成纤维用平滑处理剂	180-183
2、合成纤维处理油剂	8-16	29、以烷基硫代脂肪酸盐为主分的合成	
3、含有苯、聚氧烯化多元醇或烷基醚的		纤维油剂	184-190
油性、低粘度合成纤维油剂	17-21	30、阻燃性纤维及其制法	191-194
4、处理合成纤维的油剂	22-33	31、阻燃性聚磷酸酯的制法	195-198
5、聚酯阻燃剂用防火有机材料	24-41	32、洗涤性良好的纤维柔软剂	199-210
6、合成纤维油剂	42-47	33、新型抗静电合成纤维油剂	211-219
7、用乙氧化物乳化纤维油剂和阴离子表		34、热稳定性好、发烟量低的合纤油剂	220-260
面活性剂处理合成纤维	48-57	35、合成纤维的亲水处理剂	261-267
8、由脂肪醇和表卤代醇制造的合纤油剂	58-62	36、以摩擦方式处理合成纤维的聚乙烯	
9、由特殊烷基磷酸铵组成的合成纤维表		蜡和高醇蜡油剂	268-270
面活性抗静电剂	63-70	37、增强用纤维的表面处理剂	271-275
10、由盐酸季铵盐和羧基甲烷磺酸钠组成		38、抗静电合成纤维用平滑剂	276-279
的合成纤维抗静电剂	71-74	39、液态纤维柔软剂	280-285
11、由脂肪族四铵盐盐和 α -磺酸羟基		40、聚氨酯弹性纤维的抗变色剂	286-292
链烷组成的合成纤维抗静电剂	75-79	41、通过取代烷醇中氢而再生的含有二	
12、由妥尔油和马来酸酐制备的合成纤维		氧化硅衍生物的合成纤维油剂	293-297
抗静电剂	80-84	42、合成纤维油剂	298-303
13、新型烷基芳基磺酸季铵盐组成的合成		43、纤维纺丝油剂	304-308
纤维抗静电剂	85-89	44、聚酯纤维用油剂	309-317
14、新型烷基芳基磺酸季铵盐组成的合成		45、聚酯纤维用油剂	318-324
纤维抗静电剂	90-95	46、易染色的抗污纤维	325-329
15、合成纤维油剂	96-102	47、合成纤维整理剂	330-335
16、合成纤维油剂	103-114	48、含有磷酸单酯和/或二酯的合成纤	
17、合成纤维平滑剂	115-122	维抗静电剂	336-340
18、碳纤维用油剂	123-127	49、碳纤维的润滑剂	341-345
19、聚酰胺纤维的耐光耐热剂	128-135	50、纤维的抗菌整理	346-352
20、多孔性丙烯腈纤维	136-141	51、纤维油剂及其使用方法	353-359
21、热塑性合成纤维用油剂	142-147	52、合成纤维润滑剂	360-365
22、合成纤维假捻用油剂	148-152	53、耐热聚酯纤维	366-370
23、聚酰胺用抗静电剂	153-156	54、阻燃性聚酯纤维	371-378
24、新颖的纤维用柔软剂	157-159	55、用于合成纤维的纺织加工油剂	379-385
25、耐热性优良的纤维用油剂	160-163	56、避免热解的磷酸乙酯组成的含润滑	
26、聚酰胺用阻燃剂	164-167	剂和乳化剂的合成纤维处理剂	396-399

57. 由高级醇的磷酸乙酯组成的含润滑剂和乳化剂的合成纤维处理剂	392-395
----------------------------------	---------

J

58. 合成纤维的防污处理及用法	396-402
59. 含氟基油、聚异氰酸盐、酯类油剂和非离子表面活性剂等组分的合成纤维油剂	403-407
60. 含氟基油防护剂和非离子表面活性剂等合成纤维油剂	408-413
61. 合纤抗菌剂及抗菌合纤的制造方法	414-416
62. 改善吸湿性能的抗菌纤维	417-421
63. 抗污地毯	422-426
64. 防水、防油与防污的合成纤维	427-436
65. 碳纤维原丝的整理剂	437-442
66. 耐光的合成纤维	443-448
67. 合成纤维润滑油剂及该油剂对热塑性合成纤维的处理方法	449-459
68. 丙烯腈纤维的拒水及抗油整理	460-465
69. 能制得高强度无断头和白星的合成纤维油剂	466-469
70. 具羽绒手感的合成纤维油剂	470-474
71. 抗静电合成纤维	475-477
72. 碳纤维用腈纶原丝的油剂	478-483
73. 丙烯腈基碳纤维的润滑油剂	484-489
74. 丙烯腈基碳纤维的油剂	490-495
75. 含硅酮油微胶囊与表面活性剂抗静电剂的合成纤维油剂	496-501
76. 合成纤维的整理方法	502-507
77. 新型合成纤维防滑剂	508-512
78. 合成纤维用抗静电剂	513-519
79. 合成纤维抗熔剂	520-524
80. 防污纤维的制造	525-528
81. 合成纤维纺丝油剂	529-533
82. 含氟合成纤维稳定化油剂	534-540
83. 合成纤维耐磨处理油剂	541-545
84. 阻燃纤维	546-549
85. 碳纤维和丙烯腈纤维的润滑油剂	550-554
86. 合成纤维油剂	555-558
87. 热塑性合成纤维防污处理油剂	559-564

用

88. 丙烯腈系纤维油剂	565-569
89. 改进疏水纤维抗油性和缝合性的油剂	570-575
90. 生产合成纤维多丝用的油剂和/或聚醚共聚物	576-582
91. 聚氨基甲酸酯弹性纤维用油剂	583-586
92. 用柔软剂、油剂及含乙烯、丙烯氧化物的有机硅混合物处理合成纤维, 以使其具有亲水性和抗静电性	587-593
93. 合成纤维油剂	594-597
94. 聚酯纤维用油剂	598-604
95. 改进合成纤维耐热性的油剂	609-611
96. 使合成纤维具有延伸性的油剂	612-614
97. 含全氟烷基的二苯基甲酮四羧酸酯的合成纤维油剂	615-620
98. 合成纤维油剂	621-624
99. 由特殊铵盐、阳离子表面活性剂和长链烷醇组成的合成纤维柔软剂	625-629
100. 专门用于聚胺纤维假卷曲处理和的酯基油剂和聚丁烯复配物	635-643
101. 含有烷基磷酸酯钾盐的纺丝油剂和乳化剂	635-643
102. 含有苯甲酚和异氰酸盐等活化物的合成纤维油剂	644-650
103. 由阳离子化纤维素、淀粉、壳聚糖盐、铵盐和磷酸盐组成的合成纤维抗静电剂	651-657
104. 含二酯和氧化烯—烷基酚加合物的抗热合成纤维平滑剂	658-662
105. 含氧化乙烯和氧化丙烯的热塑性合成纤维油剂	663-666
106. 热稳定合成纤维油剂	667-672
107. 纤维制品的热处理方法及所用的苯醚类油剂	673-675

12 公開特許公報 (A)

昭59--228071

Int. Cl.

識別記号

特許整理番号

公開 昭和59年(1984)12月21日

D 06 M 13:00

7107-41

D 01 F 11:04

7107-41

発明の数 1

D 06 M 15:38

7107-41

審査請求 未請求

(全 7 頁)

54 防汚性合成繊維の製造方法

発明者 越智清一

大津市堅田二丁目1番D-204号

特 願 昭58-102242

出 願 昭58(1983)6月8日

出 願 人 東洋紡績株式会社

発明者 福岡重紀

大阪市北区堂島浜2丁目2番8号

大津市堅田二丁目1番E-147号

明 細 書

1 発明の名称

防汚性合成繊維の製造方法

2 特許請求の範囲

1. 合成繊維の製造工程における任意の工程で、合成繊維にパーフルオロアルキル基含有撥油剤および非界面活性剤を含有する処理剤を付与することを特徴とする防汚性合成繊維の製造方法。

2. 合成繊維の製造工程が紡糸以降延伸までの工程である特許請求の範囲第1項記載の防汚性合成繊維の製造方法。

3. パーフルオロアルキル基含有撥油剤がパーフルオロアルキル基およびポリオキシアルキレン基を有する直鎖型ポリマーである特許請求の範囲第1項または第2項記載の防汚性合成繊維の製造方法。

3 発明の詳細な説明

本発明は防汚性合成繊維の製造方法に関するものであり、更に詳しくは合成繊維の製造工程に

おいてパーフルオロアルキル基含有撥油剤および非界面活性剤を付与することにより耐久性に富む防汚性を有する合成繊維を生成せしめて製造する方法に関する。

従来、ポリエステル、ポリアミド、ポリアクリロニトリル等の合成繊維はそれらの特有のすぐれた力学的性質、染色性、風合を生かし、衣料製品はもちろんのこと、カーペット、カーテン、椅子張りのようなインテリア製品やカーシート、内張り等の自動車内装用製品等に広く利用されている。特にインテリア製品や車輦、船舶、航空機等の内装用製品は不特定多数の人に利用される機会が多く、コーヒー、ジュース、牛乳、酒類、ハンバーグ、サンドウィッチ等の飲食物や洗剤、ワックス等の各種油類等をこぼし、汚されるケースが多い。このような汚れを防止する手段として、汚れを弾く処理剤をたとえば撥水剤、撥油剤をスプレー等で付与し、熱処理する方法も知られている。撥水・撥油性を付与されたインテリア製品、乗物内装品等は本来、コーヒーなどの水性汚れは

もちろんのこと、耐汚れ性をこぼした場合でも直ぐには製品内にしみ込まないので、速かに拭きとれば汚れがシミにはなりにくい効果を有している。しかし、これらの防汚効果を十分に發揮させるためには、適正な撥水・撥油剤の使用と加工剤の耐付着性が重要な技術ポイントとなる。たとえばカーペット、椅子張りなどの宜毛調製品の撥水・撥油加工は通常染色工程を経た後スプレー方式により後加工されるが、製品の表層部に加工剤が片寄つて付着したり、たとえ内部に浸透しても熱処理効果が不均一となり易いこと等から内部が改質されなかつたり、耐久性が不足すること等から、内部へ入つた汚れは拭きとり難く、シミとなる性能上の欠点を有している他、染色加工工程に後加工工程を付加するための工程増加から生産性、経済性の点からも問題を有している。

本発明者等は合成繊維に耐久性防汚性を効果的、かつ高生産性で付与する方法を開発するべく鋭意研究の結果、本発明の方法に到達した。すなわち、本発明は合成繊維の製造工程における任意の工程

で、合成繊維にパーフルオロアルキル基含有撥水剤および含弗素界面活性剤を含有する処理剤を付与することを特徴とする。

本発明による合成繊維は、製糸工程が安定であり、各繊維が均一な撥水・撥油性を付与されており、得られた糸は織機性、染色、起毛、シヤリング等の後工程適性が極めて良好で、しかも優れた防汚性およびその耐久性を有している。

本発明でいう合成繊維としては、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリエチレン(テレフタレート・イソフタルート)、ポリ(ブチレン・エチレン)テレフタレート、ポリエステルポリエーテルブツク共重合体、ポリエステルポリワクトンブツク共重合体およびこれらの制度改質、熱感改質、カチオン可染改質のような改質ポリエステルなどのポリエステル繊維、ナイロン6、ナイロン6.6、ナイロン11、ナイロン12、ナイロン6.12、ポリエステルアミドエラストマーおよびそれらの改質ポリマーなど、ポリアミド繊維、ポリプロピレン繊維等が挙げら

れるが、特にポリエステル繊維、ポリアミド繊維に適用して効果的である。本発明においては、かかる合成繊維の製造工程の任意の工程、たとえば紡糸後延伸工程迄の工程、延伸後後縮加工迄の工程等で処理剤が付与されるが、特に紡糸後延伸工程迄の工程で付与するのが、耐久性および生産性から好ましい。

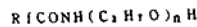
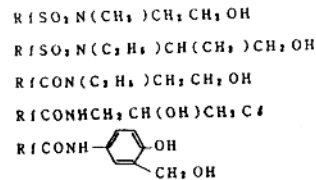
本発明において用いられるパーフルオロアルキル基含有撥油剤としては、分子中に反応性基、たとえばエポキシ基、メチロール基、クロロトリアジン基のような自己反応性基をもつパーフルオロアルキル基含有撥油剤、ヒドロキシル基、アミノ基のような架橋剤を介して反応し得る反応性基をもつパーフルオロアルキル基含有撥油剤等が挙げられるが特にヒドロキシル基をもつパーフルオロアルキル基含有化合物が好ましい。該化合物としては、たとえば一般式(1)で示される化合物が例示される。



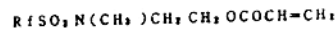
(但し、R1：炭素数が3以上、好ましくは4～

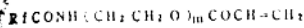
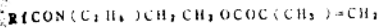
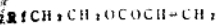
18のパーフルオロアルキル基、X： $\{CH_2\}_i$ (但し*i*：0～5の整数)、 $\begin{matrix} R & R \\ | & | \\ -CON- & SO_2N- \end{matrix}$ (但しR：水素原子、低級アルキル基)フェニレン基、エーテル結合、エステル結合またはそれらの基を含む2箇の連結基、Y：炭素数20以下のアルキレン基、アラルキレン基、アリーレン基またはそれらのエーテル結合物、もしくはそれらの基を含む2箇の連結基である。)

更に具体的には

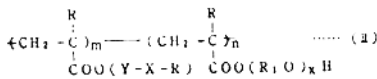


等が例示される。しかし、パーフルオロアルキル含有アルコール類と不飽和酸とのエステル、たとえば





反応性基を有する発泡非含有のエチレン性不飽和単量体、たとえばヒドロキシアルキルアクリレート、アクリルアミド、ポリオキシアルキレンエーテルの不飽和酸エステル等および所望により反応型の発泡非含有のエチレン性不飽和単量体と共重合して得られる二元または二元以上の共重合型ポリマーが更に好ましい発泡剤として例示される。特に好ましい発泡剤はポリオキシアルキレン酸と反応性基をもつパーフルオロアルキル基含有の重合型ポリマーであり、たとえば次式(II)で示される単位を主体としたポリマーである。該発泡剤は実質的に界面活性を有しない化合物である。



パーフルオロアルキル含有アルキレンオキシド化合物のような非イオン性界面活性剤が挙げられるが、特に非イオン性界面活性剤が低起泡性、浸透性、発泡剤との相溶性および発泡剤のローラー等へのガムアップ防止性がすぐれること、表面張力低下がすぐれることから好ましい。特に好ましい化合物としては次式(III)で示される水系で界面活性を有する化合物である。



但し、 n ：2以上、好ましくは4～20の正の整数、 W ：エチレンオキシド重合体鎖またはエチレンオキシド主体の2以上のアルキレンオキシドのフンダムまたはブロック共重合体鎖であり、分子量が100～2000)

その他パーフルオロアルキルスルホンアミドのエチレンオキシド付加体、該化合物の末端ヒドロキシル基を硫酸化、リン酸エステル化、スルホアルキル化して得られる非イオン・アニオン系界面活性剤も使用することができる。

含非発泡界面活性剤は発泡剤を単独または均一付与

(但し、 Y, X ：式(II)と同じ、 R ：低級アルキル基、 R_1 ：低級アルキル基、 m, n ：正の整数、好ましくは $m+n=3+2+1$ 、 x ：正の整数、好ましくは6～50)

なお、ポリオキシアルキレン酸は汚れ除去性および併用する発泡剤との相溶性改良に有効であり、好ましいが上記以外の通常の非発泡剤も使用できるが、そのような際には汚れ除去性を改良する他の理由から例えばポリエステル、ポリエーテル、アロファク共重合体、ポリアミド・ポリエーテルアロファク共重合体、スルホン酸金属基含有ポリエステルのような親水化剤を併用するのが好ましい。

また、本発明において用いられる含非発泡界面活性剤としては、パーフルオロアルキルカルボン酸塩、パーフルオロアルキルスルホン酸塩、パーフルオロアルキルホスホン酸塩のようなアニオン性界面活性剤、パーフルオロアルキルトリアルキルアミンホスホン酸塩のようなカチオン性界面活性剤、パーフルオロアルキル基含有両性界面活性剤、パ

し耐久性のある防汚性を付与する効果を有するほか、特に発泡剤が重合型ポリマーの場合重合工程におけるローラーへの発泡剤のガムアップを防止し、長時間に亘り均一かつすぐれた効果を与えることができる。含非発泡界面活性剤の使用量は処理液の表面張力が通常35 dyne/cm以下、好ましくは25～30 dyne/cmとなるような量であり、通常の含非発泡界面活性剤では0.001～0.1重量多程度、好ましくは0.005～0.05重量多程度である。

本発明の処理においては発泡剤の耐久性を改良するためブロックダイソシアネートを併用するのが好ましい。該ブロックダイソシアネートは同浴で用いるのが特に効果的である。用いるブロックダイソシアネートとしては、トリレンジソシアネート、トリフェニルメタントリイソシアネート、ジフェニルメタンジイソシアネートのような芳香族ポリイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、ヘキサヒドロトリレンジイソシアネート、ジシクロヘキシルメタンジイソシアネートのよう

な脂肪族ポリイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート3モルと水1モルを付加して得られるトリイソシアネートのような脂肪族ポリイソシアネート、多価アルコールと過剰のポリイソシアネートの付加体等のポリイソシアネートのNCO基を活性水素化合物、たとえばイソプロピルアルコール、1-ブチルアルコールのような第2～3級脂肪族アルコール類、フェノール、ブタ-1-ブチルフェノールのようなフェノール類、アセトキシム、メチルエチルケトキシム、シクロヘキサノオキシムのようなオキシム類、イ-カプロラクタム、バレロラクタムのようなラクタム類、アセト酢酸エステル、マロン酸ジアルキルエステル、アセチルアセトンのような活性メチレン化合物類、酸性亜硫酸ソーダ、アミド等でマスクした化合物である。該化合物は溶解方法にもよるが、特にポリエステル類に対しては溶解前に付与した溶剤中で延伸するときには適宜量として添加し、更に120～200℃で延伸する温度で活性化されるマスキング剤によつてマ

スクされた化合物が特に好ましい。その際活性化過ぎると延伸工程中スカムを発生し延伸性が損われる欠点を生じる。

本発明におけるパーフルオロアルキル基含有脂肪族の付与量は乾燥重量に対し、通常0.05～2重量％程度であり、好ましくは0.1～1重量％である。また、ブロックドイソシアネートはパーフルオロアルキル基含有脂肪族重量に対し通常5～50重量％であり、好ましくは8～20重量％である。

本発明における処理剤は通常脂肪族類と併用して延伸前の工程で付与するのが好ましい。併用する脂肪族としては、たとえば酢酸、塩化、塩酸加工およびタフト等の諸工程を通過性、生産性を維持するため、潤滑性、制電性、集束性および耐熱性等を考慮して適宜選んで用いられる。好ましい脂肪族として平滑剤成分はエステル系平滑剤を主体としたものが特に好ましい。

エステル系平滑剤としては高級アルコールと高級脂肪酸とのエステル、アジピン酸、セバシン酸、

フタル酸、トリメリット酸、ピロメリット酸のような多価酸性酸と高級アルコールとのエステル、エチレングリコール、グリセリン、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール、ネオペンチルグリコールのような多価アルコールと高級脂肪酸とのエステル等が例示される。該エステル系平滑剤を主体とし、所望により鉱物油、ポリプロピレングリコール、ポリアルキレングリコールアルキルエーテルが併用される。

パーフルオロアルキル基含有脂肪族および平滑剤は非イオン型乳化剤や制電性を兼ねたアルキルホスヘート、アルキルスルホネート、アルキルスルホサクシネート、アルキルサルフェート、高級アルコールまたは置換フェノールとアルキレンオキドとの付加体のサルフェート、ホスフェート、高級脂肪酸塩のようなアニオン系活性剤、両性界面活性剤等と併用して用いられ、脂肪族、含非脂肪族界面活性剤、平滑剤を含む処理液の安定性および製糸工程、後加工工程の通過性、得られる製品の目的性能を阻害しないものであれば油類に対

する制約は特にない。しかしながら、油類としてノニオン界面活性剤のみでは完成糸の動摩擦係数が大きくなり過ぎる欠点を有しており、またアニオン界面活性剤が主体の油類は脂肪族との相溶性が不満足であり延伸工程において白粉を生じ通過性を悪化させるばかりか、完成糸の動摩擦係数を大きくする欠点を有している。特に好ましい油類組成はエステル系平滑剤20～50重量％、鉱物油および/または炭状油類0～30重量％、非イオン界面活性剤およびアニオン界面活性剤が残留であり、アニオン界面活性剤は非イオン界面活性剤との合計に対し50重量％以下である油類である。エステル系平滑剤は繊維の摩擦作用効果も有しており、脂肪族の洗濯耐久性を改良する効果も有している。繊維に対する油類の付与量は通常0.1～3重量％程度である。

以下、実施例により本発明を説明する。なお、実施例中における多は、ことわらない限り重量基準である。また、各量性能評価は下記の方法によつて行つた。

撥水剤

インプロビアルアルコールと水を一定割合で混合した液を調製し、この液の小滴を注射器にて塗布し、これを観察した。

撥水剤	組成 (vol %)	
	インプロビアル	水
5	80	40
4	32	68
3	21	79
2	15	85
1	9	91

2) 撥水性

AATCC法118-1975

3) 均染性

カーベットを製造し目視判定

4) 改質耐染性

染色前後の繊維の元素含有量変化から算出
(ナイロン66 100で60分含金属染料染色、
ポリエステル66 130で30分含金属染料染色)

5) 防汚性

ジュース(市販オレンジジュース室温)およびホットコーヒー(65℃)をカーベットにこぼした後、ナイフシユベーパーで拭き取った後、汚れの除去性を判定。

6) 動的荷重試験

JIS-L-1021

実施例1

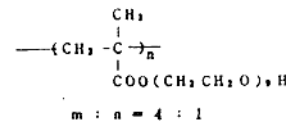
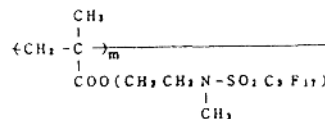
苛法により溶解紡糸、延伸後捲縮加工することにより、1600d/96fのナイロンフィラメントは縮加工糸(BCFナイロン)を製造するに際し、紡糸後のワイリング工程において、第1表に示す組成の処理液を付与し、延伸、熱処理して防汚性加工糸を製造した。

得られた防汚性加工糸を含金属染料により100で60分チーズ染色、捲糸後、苛法によりカットタイプのサクソニーカーベットを製造した。得られたカーベットの防汚性、加工糸の製糸性、後工程適応性および最終製品の各種防汚性を評価し、結果を第2表に示した。

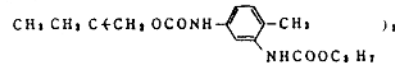
第 1 表

処 理 液		1	2	3
組成(メタノール/無水酢酸配合組成)		本発明	比較	比較
撥水剤 オイル	無水酢酸 (400部)	12%	12%	12%
	メタクリルモノマー	20	20	20
	PUE(40)カスターオイル	1.0	1.0	1.0
	PEG300 オレイン	0.5	0.5	0.5
	POE(20)メタクリルモノマー	0.5	0.5	0.5
耐汚性	下記化合物①および化合物②を 9:1重量比で含有する20%	17.5	17.5	0
	水性分散液			
含金属染料染色 性能	下記化合物①	0.1	0	0
	水	無色	無色	無色
その他	処理液付与方式	ローラー ワイリング	ローラー ワイリング	ローラー ワイリング
	処理液付与量(見掛け)	5%	5%	5%

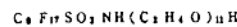
化合物①



化合物②



化合物③



なお、比較例4として撥油剤をカーベット製造後にスプレー法で付与した防汚加工品の性能も比較表示した。

第2表 評価結果

評価項目	1 本発明 比較	2 比較	3 比較	4 比較
耐油性 （イソパラフィン油）	良好	不良	良好	良好
延伸率（%）	13	24	—	—
耐水性 （水）	良好	良好	良好	良好
耐油性 （初級）	5	5	1	2~3
耐油性 （高級）	5	3~5	1	1~3
実用耐油性 （ソックス）	良好	良好	不良	良好
実用耐油性 （カントロー）	良好	良好	不良	不良
耐水性 （水）	5	4	1	1~2
耐油性 （初級）	4	2~3	1	1
耐油性 （高級）	4	2~3	1	1
実用耐油性 （ソックス）	良好	良好	不良	不良
実用耐油性 （カントロー）	良好	良好	不良	不良

実例2.

ポリエチレンテレフタレートを溶法により溶解し、延伸熱処理して15d、6.8mmカット長のステープルを製造するに際し、溶液後のオイリン

実例3.

実例1において、延伸液を第4表に示す処方にて変える以外は実例1と同様にして1800d/64fのナイロン複合加工糸を製造し、チーズ染、乾燥後、カットタイプのサクソニーカーベツトを製造後防汚性を評価した。その結果を第5表に示した。

第4表 防汚オイル/改質剤配合液

成分	添加剤（20多水分散液）	防汚 オイル	改質剤	使用量（g）		
				防汚 オイル	改質剤	含有率 （%）
1	第1配合物①と化合物②の9:1混合物の20多水分散液	第1配合物①	第1配合物②	17.5	5	0.1
2	—	—	—	17.5	5	0
3	パーフルオロアクリレートポリマー	—	—	17.5	5	0.1
4	—	—	—	17.5	5	0
5	パーフルオロスルホンアミドアクリレートポリマー	—	—	17.5	5	0.1
6	—	—	—	17.5	5	0
7	パーフルオロアルキルポリエーテル	—	—	17.5	5	0.1
8	—	—	—	17.5	5	0

グ工程において実施例1第1表に示す組成の延伸液を繊維生産量に対し20多付与し、延伸熱処理後、乾燥付与、カットして防汚性繊維を得た。

得られた防汚性繊維をワタ染、オイリング後、溶法によりニードルパンチ、パッキングしてニードルパンチカーベツトを製造した。

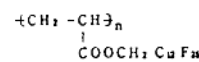
防汚性繊維の製糸性、後工程通過性および最終製品の各種防汚性を評価し第3表の結果を得た。

第3表 評価結果

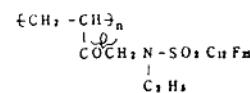
評価項目	1 本発明 比較	2 比較	3 比較
耐油性 （イソパラフィン油）	良好	不良	良好
延伸率（%）	—	—	—
耐水性 （水）	良好	（ワタ染）	良好
耐油性 （初級）	15	28	—
耐油性 （高級）	良好	やや不良	良好
耐水性 （水）	5	5	1~3
耐油性 （初級）	5	5	1~3
耐油性 （高級）	良好	良好	不良
実用耐油性 （ソックス）	良好	良好	不良
実用耐油性 （カントロー）	良好	良好	不良

(注)

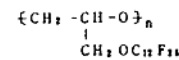
パーフルオロアクリレートポリマー:



パーフルオロスルホンアミドアクリレートポリマー:



パーフルオロアルキルポリエーテル:



第5表

評価項目	成分	1 本発明 比較	2 比較	3 比較	4 比較	5 比較	6 比較	7 比較	8 比較
耐油性 （イソパラフィン油）	良好	不良	良好	不良	良好	不良	良好	不良	不良
耐水性 （水）	5	5	5	5	5	5	5	5	5
耐油性 （初級）	5	3~5	5	3~5	5	3~5	5	3~5	3~5
耐油性 （高級）	5	4	4~5	3~4	4~5	3~4	4~5	3~4	3~4
耐水性 （水）	4	2~3	3	1~2	2	1~2	2	1~2	1~2

特許第59-228071(7)

本発明の製造法により極めて防汚性のすぐれた
成膜層が得られた。

特許出願人 東洋紡織株式会社

19 日本国特許庁 (JP)

11 特許出願公開

12 公開特許公報 (A)

昭59-228075

51 Int. Cl.³

識別記号

序内整理番号

13 公開 昭和59年(1984)12月21日

D 06 M 13:42

7107-4L

発明の数 1

13:00

7107-4L

審査請求 未請求

13:16

7107-4L

(全 5 頁)

54 合成繊維用油剤

12 発明者 越智清一

大津市堅田2丁目1番D-204号

21 特 願 昭58-104705

22 出 願 昭58(1983)6月10日

21 出 願 人 東洋紡績株式会社

大阪市北区堂島浜2丁目2番8号

12 発 明 者 福岡重紀

大津市堅田2丁目1番E-147号

明 細 書

1. 発明の名称

合成繊維用油剤

2. 特許請求の範囲

1. イソシアネート基と反応し得る基を分子中に少なくとも1個有する非水系油剤(A)、ブロックポリイソシアネート(B)、液状油剤(C)、エステル系浮游剤(D)およびノニオン系界面活性剤(E)を必須有効成分として含有する合成繊維用油剤であって、(A)成分100部に対し(B)成分5〜30部、(C)成分20〜150部、(D)成分30〜130部および(E)成分5〜150部の重量割合で含有してなることを特徴とする合成繊維用油剤。

3. 発明の簡単な説明

本発明は合成繊維用油剤に関するものであり、更に詳しくは合成繊維の製糸工程において防汚性を付与する合成繊維用油剤に関する。

従来、ポリエステル、ポリアミド、ポリアクリロニトリル等の合成繊維はそれらの特有のすぐれた力学的性質、染色性、風合を生かし、衣料製品

はもちろんのこと、カーペット、カーテン、椅子張りのようなインテリア製品やカーシート、内張り等の自動車内装用製品等に広く利用されている。特にインテリア製品や車輻、船舶航空機等の内装用製品は不特定多数の人に利用される機縁が多く、コーヒー、ジュース、牛乳、酒類、ハンバーガー、サンドウィッチ等の飲食物や整髪剤、ワックス等の各種油剤類等をこぼし、汚されるケースが多い。このような汚れを防止する手段として、汚れを強く処理解含有液たとえば撥水剤、撥油剤含有処理解液をスプレー等で付与し、処理解する方法も知られている。撥水・撥油性を付与されたインテリア製品、車内装品等は本来、コーヒーなどの水性汚れはもちろんのこと油性汚れをこぼした場合でも直ぐには製品内にしみ込まないので、速かに拭きとれば汚れがシミにはなりにくい効果を有している。しかし、これらの防汚効果を十分に発揮させるためには、適正な撥水・撥油剤の使用と加工剤の均一付着化が重要な技術ポイントとなる。たとえばカーペット、椅子張りなどの立毛調製品の

撥水・撥油加工は通常の色工程を断た後スプレー方式により後加工されるが製品の表面部に加工部がのびて付着したり、なまこ内部に浸透しても乾燥処理が不十分となり、なまこ内部が腐敗されなかったり、耐久性が不十分であること等から、内部へ入った汚れは拭き取り難く、くすみとなる性能上の欠点を有している。着色加工工程に後加工工程を付加するための工程増加から生産性、経済性の点から問題点を有している。

本発明者は合成樹脂に耐久性防汚性を効果的、かつ高生産性で付与する方法を開発するべく鋭意研究の結果、本発明の油剤を開発することに成功した。すなわち、本発明はイソシアレート基と反応し得る基を分子中に少なくとも1個有する弗素系脂油剤(Ⅰ)、ブロッカドポリイソシアレートB、疎状油剤(Ⅱ)とメチル系系脂油剤およびノニール系界面活性剤とを含有する成分として含有する合成樹脂用油剤であって、A成分100部に対しB成分5～30部、C成分20～150部、D成分30～130部およびE成分5～150部の重量割合で含有してなる

ことを特徴とする。

本発明の油剤は合成樹脂の耐染油剤、ことに耐染油剤として使用して耐染伸性が良好であり、かつ得られた合成樹脂は単独としてすぐれた耐水撥油性を有しており、得られた樹脂は摩耗、腐蝕、オフティング、染色、起毛、シャリン等の後加工通過性が極めて良好であり、しかも着色後もすぐれた防汚性およびその耐久性を有している。

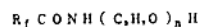
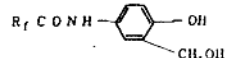
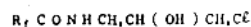
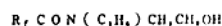
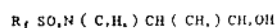
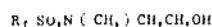
本発明において用いられる弗素系脂油剤(Ⅰ)としては、イソシアレート基と反応し得る基を分子中に少なくとも1個有する弗素系脂油剤であり、たとえばエポキシ基、メチロール基、ヒドロキシ基、アミノ基のようなイソシアレート基と反応し得る基を少なくとも1個有する弗素系脂油剤であり、たとえば一般式(Ⅰ)で示される化合物が例示される。



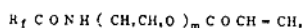
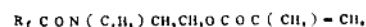
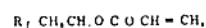
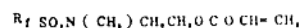
(但し、 R_f : 炭素数が3以上、好ましくは4～18のパーフルオロアル基、 X : $-\text{CH}_2-$ (但し n : 0～5の整数)、 $-\text{CON}-$ 、 $-\text{SO}_2\text{N}-$ (但し R :

水素原子、低級アルキル基、フェニル基、エーテル結合、エステル結合またはそれらの基を含む2価の連結基、 Y : 炭素数20以下のアルキレン基、アラリレン基、アリレン基またはそれらのエーテル化合物、もしくはそれらの基を含む2価の連結基である。)

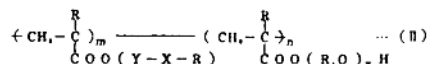
更に具体的に



等が例示される。しかし、パーフルオロアル基含有アルコール類と不飽和酸とのエステル、たとえば



等と反応性基を有する弗素系非含有のエチレン性不飽和単量体、たとえばヒドロキシアルキルアクリレート、アクリルアミド、グリシジルメタクリレート、ポリオキシアルキレングリコールの不飽和酸エステル等および所望により非反応型の弗素系非含有のエチレン性不飽和単量体を共重合して得られる二元または三元以上の共重合型ポリマーが更に好ましい脂油剤として例示される。特に好ましい脂油剤はポリオキシアルキレン酸と反応性基をもつパーフルオロアルキル基含有の重合型ポリマーであり、たとえば次式(Ⅱ)で示される単位を主体としたポリマーである。



(但し、 Y 、 X : 式(Ⅰ)と同じ、 R : 低級アルキル基、 R_f : 低級アルキレン基、 m 、 n : 正の整数、好ましくは $m:n=3\sim 20:1$ 、 x : 正の整数、好ましくは $6\sim 50$)

なお、ポリオキシアルキレン成分は汚れ除去性

よび併用する油剤との相溶性改良に有効であり、
[ま]しいが、上記以外の通常の非水系溶剤も使
[で]ける。そのような際には汚れ除去性を改良す
[5]他の処理剤たとえばポリエステル・ポリエーテ
[ト]ブロック共重合体、ポリアミド・ポリエーテル
[ア]ブロック共重合体、スルホン酸金属塩基含有ポリ
[エ]ステルのような親水化剤を併用するのが好まし
[ハ]。

また、ブロックドポリイソシアネート(Ⅷ)として
は、トリレンジイソシアネート、トリフェニルメ
タントリイソシアネート、ジフェニルメタンジイ
ソシアネートのような芳香族ポリイソシアネート、
イソホロンジイソシアネート、ヘキサヒドロトリ
レンジイソシアネート、ジシクロヘキシルメタン
ジイソシアネートのような脂環族ポリイソシアネ
ート、ヘキサメチレンジイソシアネート、ヘキサ
メチレンジイソシアネート3モルと水1モルを付
加して得られるトリイソシアネートのような脂肪
族ポリイソシアネート、多価アルコールと過剰の
ポリイソシアネートの付加体等のポリイソシアネ

ートのNCO基を活性水素化合物、たとえばイソプ
ロピルアルコール、1-ブチルアルコールのよう
な第2～3級脂肪族アルコール類、フェノール、
パーク-1-ブチルフェノールのようなフェノール
類、アセトキシム、メチルエチルケトンキシム、シ
クロヘキサノンオキシムのようなオキシム類、イ
ーカプロラタム、バレロラタムのようなラタ
ム類、アセト酢酸エステル、マロン酸ジアルキ
ルエステル、アセチルアセトンのような活性メチ
レン化合物類、酸性亜硫酸ソーダ、アミド等マ
スクした化合物である。該化合物は室温以上の温
度、好ましくは70℃以上の温度でNCO基が再生
され活性化される化合物である。

また、展状油剤(Ⅸ)としては、鉱油油、ポリプロ
ピレングリコール、ポリプロピレングリコールエ
ーテル類等が挙げられるが、特に高粘度鉱油油が
好ましい。

また、エステル系平滑剤(Ⅹ)としては高炭数アルコ
ールと脂肪族とのエステル、アジピン酸、セバシ
ン酸、フタル酸、トリメリット酸、ピロメリット

酸のような多価基性酸と高級アルコールとのエス
テル、エチレングリコール、グリセリン、トリメ
チロールプロパン、ペンタエリスリトール、ネオ
ペンチルグリコールのような多価アルコールと高
級脂肪族とのエステル、芳香族カルボン酸エステ
ル、高級脂肪族エステル等が例示される。しかし、
脂肪族多価基性のジアルキルエステルが好ましい。
具体的にはジプロピルセバケート、ジラウリルセ
バケート、ジラウリルアジベート等である。

ノニオン系界面活性剤(Ⅺ)としては、高級アルコ
ールエチレンオキサイド付加体、高級脂肪族のエ
チレンオキサイド付加体、高級脂肪族アミドのエ
チレンオキサイド付加体、高級アミンのエチレン
オキサイド付加体、エチレンオキサイド、プロピ
レンオキサイドブロック共重合体等が例示される。
また、(Ⅺ)の少くとも一部を非系系の界面活性剤
で置換することにより処理剤の均一付着性および
成分(Ⅷ)のローラー、ガイド等へのガムアップを防
止し、摩擦性、防汚性効果および防汚性効果の再
現性を改良することができる。そのような含非系

系界面活性剤としては、パーフルオロアルキル基
含有アルコールのエチレンオキサイド付加体、パ
ーフルオロアルキル基含有スルホンアミドのエチ
レンオキサイド付加体、パーフルオロアルキルカ
ルボアミドのエチレンオキサイド付加体等が例示
される。

次に、これらの油剤を構成する各成分の役割に
ついて説明する。非水系溶剤(Ⅷ)は付与された繊
維に撥水撥油性および防汚性を付与する。また、
分子中に有する活性水素に、熱により活性化され
たブロックドポリイソシアネート(Ⅷ)が反応して繊
維上に耐久性皮膜を形成する。ブロックドポリイ
ソシアネート(Ⅷ)は上記の如く成分(Ⅷ)の架橋化や成
分(Ⅷ)と繊維との反応または撥着性改質により耐久
性を改善する。成分(Ⅷ)と成分(Ⅷ)の反応は延伸工程
またはその後の任意の工程での熱により成分(Ⅷ)の
ブロックング剤がはずれて活性化されることによ
り達成される。したがって、成分(Ⅷ)の活性化温度
は150℃以下であることが望ましい。展状油剤(Ⅸ)
は紡糸、延伸、捲縮加工およびタフト等の諸工程

での平滑性付与作用を有する。エステル系平滑剤(Ⅱ)は紡糸、延伸、繊維加工およびタフト等の加工工程の生産性を維持するため潤滑性、平滑性を糸に付与することにより、更に成分(Ⅲ)は紡糸直後の繊維に対し整潤作用を有し、成分(Ⅳ)、(Ⅴ)の繊維内への浸透または繊維表面への接着性を改良し耐久性を改善する効果も有している。通常、紡糸オイルとしてアルキルホスフェート、アルキルサルフェート、ポリオキシエチレンアルキルエーテルホスフェートのようなアニオン界面活性剤も多用されるが、本発明においてアニオン界面活性剤の使用は撥水撥油性を低下させるほか、糸走行性を阻害したり、糸安定性を低下させる欠点を有する。更に、ノニオン系界面活性剤(Ⅲ)は成分(Ⅳ)、(Ⅴ)の乳化分散剤として、また静電防止剤としての作用を有する。

以下、これら各成分の組成割合について説明する。すなわち、油剤は重量割合で(Ⅳ)成分100部に対し(Ⅲ)成分5～30部、好ましくは8～15部、(Ⅴ)成分20～150部、好ましくは30～100部、

(Ⅵ)成分30～130部、好ましくは30～100部および(Ⅶ)成分5～150部、好ましくは10～100部である。(Ⅳ)成分が減少の場合所望する撥水撥油性を得るために油剤付与量を多くする必要があり、走行糸条とガイドとの接触点でオイルが飛散して機械を汚染するばかりでなくオイル付着量の増加を起し、均一な性能が得られなくなる。また過多になると得られた糸条が硬化し後加工およびタフト工程での操縦性が悪化する。(Ⅴ)成分が減少の場合耐久性が不十分となり、過多の場合糸条が硬くなったり、糸安定性が悪化する欠点を生じる。(Ⅵ)成分が減少の場合糸条と金属との摩擦係数が大きく毛羽発生、糸切れ等の欠点を生じ過多の場合撥水撥油性が低下する欠点を生じる。(Ⅶ)成分が減少の場合平滑性、整潤性が不足して糸条の走行性を害したり、撥水撥油性が低下する欠点を生じる。(Ⅷ)成分も過多の場合撥水撥油性が低下する欠点を生じる。

本発明の油剤は上記有効成分を総量に対し、通常0.2～2重量%、好ましくは0.25～0.8重量%

(Ⅳ)成分として0.03～1重量%、好ましくは0.05～0.5重量%付与する。したがって、通常油剤は1～30重量%程度、好ましくは2～10重量%の水分散液として使用する。なお(Ⅳ)成分の1部として処理液(水性オイル)中に0.001～0.1重量%程度、好ましくは0.005～0.05重量%の含弗素界面活性剤を添加するのが好ましい。

本発明でいう合成繊維としては、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリエチレン(テレフタレート、イソフタレート)、ポリ(ブチレン・エチレン)テレフタレート、ポリエステルポリラクトンブロック共重合体、ポリエステルポリラクトンブロック共重合体およびそれらの制電改質、電熱改質、カチオン可染改質のような改質ポリエステルなどのポリエステル繊維、ナイロン6、ナイロン6,6、ナイロン11、ナイロン12、ナイロン6,12、ポリエステルアミドエラストマーおよびそれらの改質ポリマーなどのポリアミド繊維、ポリプロピレン繊維等が挙げられるが、特にポリアミド繊維、就中ポリアミド

BCF製造に適用して効果的である。

以下、実施例により本発明を説明する。

なお、実施例中における%は、ことわらない限り重量基準である。また、各種性能評価は下記の方法によって行った。

1) 撥水性

イソプロピルアルコールと水を一定割合で混合した液を調製し、この液の小滴を生地表面に滴、めれを観察した。

撥水等級	組成 (vol. %)	
	イソプロパノール	水
5	6.0	4.0
4	3.2	6.8
3	2.1	7.9
2	1.5	8.5
1	9	9.1

2) 撥油性

AATCC法 118-1975

