

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4634082号
(P4634082)

(45) 発行日 平成23年2月16日(2011.2.16)

(24) 登録日 平成22年11月26日(2010.11.26)

(51) Int.Cl.	F 1	
CO8L 67/02	(2006.01)	CO8L 67/02
CO8G 63/87	(2006.01)	CO8G 63/87
CO8K 3/00	(2006.01)	CO8K 3/00
CO8K 5/00	(2006.01)	CO8K 5/00
DO1F 6/62	(2006.01)	DO1F 6/62
		306G
		請求項の数 7 (全 20 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2004-202727 (P2004-202727)
(22) 出願日 平成16年7月9日(2004.7.9)
(65) 公開番号 特開2006-22241 (P2006-22241A)
(43) 公開日 平成18年1月26日(2006.1.26)
審査請求日 平成19年2月2日(2007.2.2)

前置審査

(73) 特許権者 302011711
帝人ファイバー株式会社
大阪府大阪市中央区南本町一丁目6番7号
(74) 代理人 100099678
弁理士 三原 秀子
(72) 発明者 塚本 亮二
愛媛県松山市北吉田町77番地 帝人ファイバー株式会社 松山事業所内
(72) 発明者 高瀬 透
愛媛県松山市北吉田町77番地 帝人ファイバー株式会社 松山事業所内

審査官 岡▲崎▼ 忠

最終頁に続く

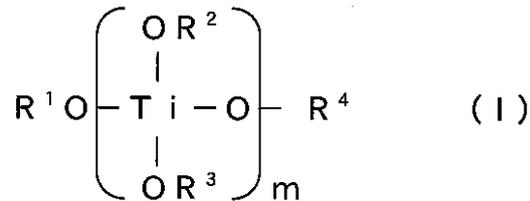
(54) 【発明の名称】 ポリエステル組成物、その製造方法および繊維

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

真比重5.0以上の金属元素の含有量が0~10質量ppm以下である芳香族ポリエステルを主たる構成成分とし、該芳香族ポリエステルは下記一般式(I)で表わされる化合物と下記一般式(II)で表わされる芳香族多価カルボン酸若しくは無水物とを反応させた生成物であるチタン化合物を含有するものであり、ポリエステル組成物の全質量を基準として整色剤を0.1~10質量ppm含有し、かつ該整色剤は、青色系整色用色素及び紫色系整色用色素を90:10~40:60の質量比で含むものであり、窒素雰囲気下中、昇温速度10/分の条件で熱天秤にて測定したときの質量減少開始温度が250以上である整色用色素から選ばれるものであって、
更に平均粒径が0.01~0.5μmの範囲であってかつ粒径が0.5μmを超える粒子の頻度分率が20質量%以下である不活性粒子を0.1~5質量%含有し、当該不活性粒子が炭酸カルシウム、第三リン酸カルシウム、珪酸カルシウム、酸化ケイ素、酸化アルミニウム、シリコンパウダー、カオリナイト、硫酸バリウム及び酸化チタンよりなる群から選ばれる少なくとも1つに該当するポリエステル組成物であって、該整色剤の濃度20mg/Lのクロロホルム溶液について光路長1cmにおいて波長380~780nm領域の可視光吸収スペクトルを測定したとき、最大吸収波長が540~600nmの範囲にあり、且つ該最大吸収波長における吸光度に対する下記各波長での吸光度の割合が下記数式(1)~(4)のすべてを満たすポリエステル組成物。

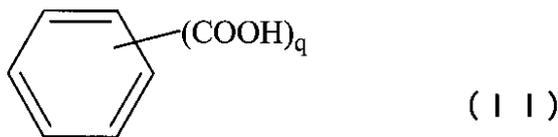
【化1】



[上記式中、 R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 はそれぞれ互いに独立に、アルキル基又はフェニル基を示し、 m は1～4の整数を示し、かつ m が2、3又は4の場合、2個、3個又は4個の R^2 及び R^3 は、互いに異なってもよい。前記アルキル基は1～10個の炭素原子を含むものであることが好ましい。]

10

【化2】



[上記式中、 q は2～4の整数を表わす。]

【数1】

$$0.00 \leq A_{400} / A_{max} \leq 0.20 \quad (1)$$

$$0.10 \leq A_{500} / A_{max} \leq 0.70 \quad (2)$$

$$0.55 \leq A_{600} / A_{max} \leq 1.00 \quad (3)$$

$$0.00 \leq A_{700} / A_{max} \leq 0.05 \quad (4)$$

[上記数式中、 A_{400} 、 A_{500} 、 A_{600} 及び A_{700} はそれぞれ400nm、500nm、600nm及び700nmでの可視光吸収スペクトルにおける吸光度を、 A_{max} は最大吸収波長での可視光吸収スペクトルにおける吸光度を表す。]

【請求項2】

整色剤が、窒素雰囲気下中、昇温速度10 /分の条件で熱天秤にて測定したときの質量減少開始温度が300 以上である整色用色素から選ばれる請求項1記載のポリエステル組成物。

30

【請求項3】

不活性粒子が炭酸カルシウム、第三リン酸カルシウム、珪酸カルシウム、二酸化ケイ素、シリコンパウダー、硫酸バリウム及び酸化チタンよりなる群から選ばれる少なくとも1つに該当する、請求項1または2記載のポリエステル組成物。

【請求項4】

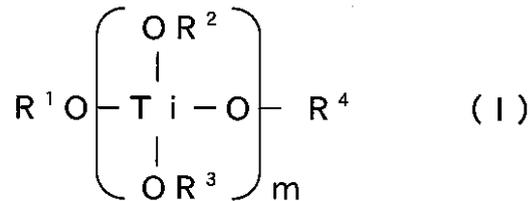
芳香族ポリエステルが、ポリエチレンテレフタレートである請求項1～3いずれか1項記載のポリエステル組成物。

40

【請求項5】

請求項1～4のいずれか1項に記載のポリエステル組成物を製造するに際し、芳香族ポリエステルが、ジカルボン酸成分及びグリコール成分をエステル化反応又はエステル交換反応させチタン化合物を含む重縮合触媒を用いて重縮合反応を行う製造方法で得られ、該チタン化合物が、下記一般式(I)で表わされる化合物と下記一般式(II)で表わされる芳香族多価カルボン酸若しくは無水物とを反応させた生成物であるポリエステル組成物の製造方法。

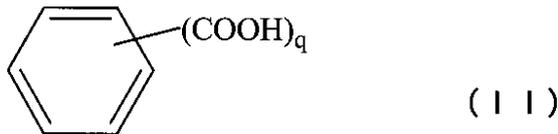
【化3】



[上記式中、 R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 はそれぞれ互いに独立に、アルキル基又はフェニル基を示し、 m は1～4の整数を示し、かつ m が2、3又は4の場合、2個、3個又は4個の R^2 及び R^3 は、互いに異なってもよい。前記アルキル基は1～10個の炭素原子を含むものであることが好ましい。]

10

【化4】



[上記式中、 q は2～4の整数を表わす。]

【請求項6】

20

整色剤が、芳香族ポリエステル製造工程における重縮合反応工程が終了するまでの任意の段階で添加される請求項5に記載のポリエステル組成物の製造方法。

【請求項7】

請求項1～4のいずれか1項記載のポリエステル組成物を熔融紡糸することによって得られるポリエステル繊維。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明はポリエステル組成物、その製造方法および繊維に関する。さらに詳しくは、真比重5.0以上の金属元素、特にアンチモン、ゲルマニウムの含有量が極めて少なく、色相に優れ、繊維製造時の成形性に優れているという性能を有し、鮮明性、染色時に深色染色性が発現されるポリエステル組成物その製造方法および繊維に関する。

30

【背景技術】

【0002】

ポリエステル、特にポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、ポリトリメチレンテレフタレート及びポリテトラメチレンテレフタレートは、その機械的、物理的、化学的性能が優れているため、繊維、フィルム、その他の成形物に広く利用されている。特にポリエチレンテレフタレートはその特性、価格の面から非常に幅広い用途で利用されている。しかしながらポリエステルは衣料用繊維としては染色性が良好とは言えず、色の深みに劣るものであった。

40

【0003】

従来、このような欠点を補うため、ポリエステル中に微粒子を含有させたり、重合反応中に該ポリエステルに不溶な粒子種を析出させて、得られたポリエステル組成物を製糸化した後にアルカリ減量等の方法で、繊維表面に凹凸を形成させ、深色化されたポリエステル繊維を得る方法が知られている。(例えば特許文献1、特許文献2参照)

【0004】

このような深色染色用ポリエステル組成物を得るために通常用いられるポリエチレンテレフタレートは、通常例えばテレフタル酸とエチレングリコールとを直接エステル化反応させるか、テレフタル酸ジメチルのようなテレフタル酸の低級アルキルエステルとエチレングリコールとをエステル交換反応させるか、又はテレフタル酸とエチレンオキサイドと

50

を反応させて、テレフタル酸のエチレングリコールエステル及び/又はその低重合体を生成させる。次いでこの反応生成物を重縮合触媒の存在下で減圧加熱して所定の重合度になるまで重縮合反応させることによって製造されている。

【0005】

これらのポリエステルにおいては、重縮合反応段階で使用する触媒の種類によって、反応速度および得られるポリエステルの品質が大きく左右されることはよく知られている。この点について従来から検討の結果、ポリエチレンテレフタレート重縮合触媒としては、優れた重縮合触媒性能を有し、かつ色相の良好なポリエステルが得られるなどの理由からアンチモン化合物が最も広く使用されている。

【0006】

しかしながら、アンチモン化合物を重縮合触媒として使用したポリエステルの例えば長時間にわたって連続的に溶融紡糸し繊維化しようとした場合、口金孔周辺に異物（以下、単に口金異物と称することがある。）が付着堆積し、溶融ポリマー流れの曲がり現象（ベンディング）が発生することがある。するとこれが原因となって紡糸、延伸工程において毛羽及び/又は断糸などを発生するという成形性の問題がある。

【0007】

またペットボトル用などのポリエステル触媒としては、一般的にゲルマニウム化合物が使用されているが、ゲルマニウムは稀少金属であり、高価な為、得られる製品の価格が高くなってしまふことが問題となっている。

【0008】

該アンチモン化合物やゲルマニウム化合物以外の重縮合触媒として、チタンテトラブトキシドのようなチタン化合物を用いることも提案されている。このようなチタン化合物を使用した場合、上記のような口金異物の堆積に起因する成形性の問題は解決できる。しかし、得られたポリエステル自身が黄色く着色されており、また溶融熱安定性も不良であるという新たな問題が発生する。この着色問題を解決するために、コバルト化合物をポリエステルに添加して黄味を抑えることが一般的に行われている。確かにコバルト化合物を添加することによってポリエステルの色相（b値）は改善することができるが、コバルト化合物を添加することによってポリエステルの溶融熱安定性がさらに低下し、ポリマーの分解も起こりやすくなるという問題がある。

【0009】

また、他のチタン化合物として、水酸化チタン、または γ -チタン酸をポリエステル製造用触媒として使用することが開示されている（それぞれ例えば特許文献3、特許文献4参照。）。しかしながら、前者の方法では水酸化チタンの粉末化が容易でなく、一方後者の方法では γ -チタン酸が変質し易いため、その保存、取扱いが容易でない。したがっていずれも工業的に採用するには適当ではなく、さらに、良好な色相（b値）のポリマーを得ることも困難である。

【0010】

このような問題を解決する為に、チタン化合物と特定のリン化合物とを反応させて得られた生成物を（例えば特許文献5、特許文献6参照。）、またチタン化合物と特定のリン化合物の未反応混合物あるいは反応生成物を（例えば特許文献7参照。）、それぞれポリエステル製造用触媒として使用することが開示されている。確かにこの方法によればポリエステルの溶融熱安定性は向上し、得られるポリマーの色相も大きく改善されるが、これらの方法ではポリエステル製造時の重合反応速度が遅い為、ポリエステルの生産性がやや劣ってしまう問題を有している。

【0011】

ポリエステルの成形の安定性を向上させるには、前記のように触媒としてアンチモンを使用しないことが有効な手段であるが、アンチモンを使用しない方法では、糸のカラー（色相）が低下してしまうため、従来は使用に供することができなかつた。したがって触媒としてアンチモンを使用せず、かつ色相に優れたポリエステルが求められていた。

【0012】

10

20

30

40

50

一方ポリエステルの色相を改善する試みとしては染料を混練したポリエステルが開示されているが（例えば特許文献 8～10 参照。）、色相改善のレベルとしてはまだ十分なものではなかった。

【特許文献 1】特公昭 62 - 28229 号公報

【特許文献 2】特開昭 57 - 139118 号公報

【特許文献 3】特公昭 48 - 2229 号公報

【特許文献 4】特公昭 47 - 26597 号公報

【特許文献 5】国際公開第 01 / 00706 号パンフレット

【特許文献 6】国際公開第 03 / 008479 号パンフレット

【特許文献 7】国際公開第 03 / 027166 号パンフレット

【特許文献 8】特開平 3 - 231918 号公報

【特許文献 9】特開平 11 - 158257 号公報

【特許文献 10】特開平 11 - 158361 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0013】

本発明の目的は色相に優れ、長時間連続的に紡糸しても、口金への付着物の発生量が非常に少なく、優れた成形性を有するポリエステル組成物を提供することにある。また別の目的は鮮明な外観を有し、染色性の改善された繊維を得ることができるポリエステル組成物を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0014】

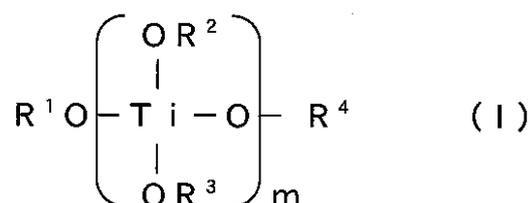
本発明者らは上記従来技術に鑑み鋭意検討を重ねた結果、本発明を完成するに至った。

【0015】

すなわち本発明は、真比重 5.0 以上の金属元素の含有量が 0～10 質量 ppm 以下である芳香族ポリエステルを主たる構成成分とし、該芳香族ポリエステルは下記一般式 (I) で表わされる化合物と下記一般式 (II) で表わされる芳香族多価カルボン酸若しくは無水物とを反応させた生成物であるチタン化合物を含有するものであり、ポリエステル組成物の全質量を基準として整色剤を 0.1～10 質量 ppm 含有し、かつ該整色剤は、青色系整色用色素及び紫色系整色用色素を 90:10～40:60 の質量比で含むものであり、窒素雰囲気下中、昇温速度 10 / 分の条件で熱天秤にて測定したときの質量減少開始温度が 250 以上である整色用色素から選ばれるものであって、

更に平均粒径が 0.01～0.5 μm の範囲であってかつ粒径が 0.5 μm を超える粒子の頻度分率が 20 質量% 以下である不活性粒子を 0.1～5 質量% 含有し、当該不活性粒子が炭酸カルシウム、第三リン酸カルシウム、珪酸カルシウム、酸化ケイ素、酸化アルミニウム、シリコーンパウダー、カオリナイト、硫酸バリウム及び酸化チタンよりなる群から選ばれる少なくとも 1 つに該当するポリエステル組成物であって、該整色剤の濃度 20 mg / L のクロロホルム溶液について光路長 1 cm において波長 380～780 nm 領域の可視光吸収スペクトルを測定したとき、最大吸収波長が 540～600 nm の範囲にあり、且つ該最大吸収波長における吸光度に対する下記各波長での吸光度の割合が下記数式 (1)～(4) のすべてを満たすポリエステル組成物、及びこれを溶融成形して得られる繊維であり、これによって上記の課題が解決できる。

【化 4】



10

20

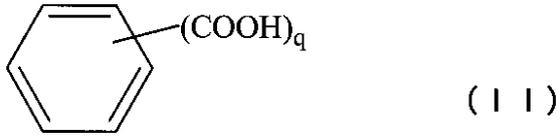
30

40

50

[上記式中、 R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 はそれぞれ互いに独立に、アルキル基又はフェニル基を示し、 m は 1 ~ 4 の整数を示し、かつ m が 2、3 又は 4 の場合、2 個、3 個又は 4 個の R^2 及び R^3 は、互いに異なっているもよい。前記アルキル基は 1 ~ 10 個の炭素原子を含むものであることが好ましい。]

【化 5】



10

[上記式中、 q は 2 ~ 4 の整数を表わす。]

【0016】

【数 1】

$$0.00 \leq A_{400} / A_{\max} \leq 0.20 \quad (1)$$

$$0.10 \leq A_{500} / A_{\max} \leq 0.70 \quad (2)$$

$$0.55 \leq A_{600} / A_{\max} \leq 1.00 \quad (3)$$

$$0.00 \leq A_{700} / A_{\max} \leq 0.05 \quad (4)$$

[上記数式中、 A_{400} 、 A_{500} 、 A_{600} 及び A_{700} はそれぞれ 400 nm、500 nm、600 nm 及び 700 nm での可視光吸収スペクトルにおける吸光度を、 A_{\max} は最大吸収波長での可視光吸収スペクトルにおける吸光度を表す。]

20

【発明の効果】

【0017】

本発明によればポリエステル優れた特性を保持しながら、Sb や Ge 触媒を使用しないポリエステルの欠点であった色相の悪化を解消することができる。また、口金への付着物の発生量が非常に少なく、優れた成形性を有するポリエステルを提供することが出来、その結果、色相に優れ、深みのある染色性を有するポリエステル繊維を提供することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

30

【0018】

以下本発明を詳しく説明する。

【0019】

本発明における芳香族ポリエステルとは、テレフタル酸若しくはナフタレンジカルボン酸、又はこれらのエステル形成性誘導体に代表される芳香族ジカルボン酸成分と、グリコール成分を重縮合反応せしめて得られるポリエステルのことである。この芳香族ポリエステルは、共重合ポリエステルであってもよく、共重合成分として、芳香族ジカルボン酸成分とグリコール成分以外の成分、例えば脂肪族ジカルボン酸成分、芳香族ジヒドロキシ化合物、オキシカルボン酸成分が共重合されていても良い。

【0020】

40

該芳香族ポリエステルとしては、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、ポリトリメチレンテレフタレート、ポリトリメチレンナフタレート、ポリテトラメチレンテレフタレート、ポリテトラメチレンナフタレートよりなる群から少なくとも 1 種選ばれるポリエステルであることが好ましく、これらの中でも特にポリエチレンテレフタレートを主たる構成成分とするポリエステルであることが好ましい。なお「主たる構成成分」とはポリエステルの全繰返し単位の 80 モル%以上が芳香族ポリエステルであることを示す。

【0021】

本発明における真比重 5.0 以上の金属元素とは通常芳香族ポリエステル中に含有される触媒や金属系の整色剤、艶消剤等に含有されている金属化合物に由来するものである。

50

具体的には、アンチモン、ゲルマニウム、マンガン、コバルト、セリウム、錫、亜鉛、鉛又はカドミウム等が該当する。これらに対し、チタン、アルミニウム、カルシウム、マグネシウム、ナトリウム又はカリウム等はここでいう真比重5.0以上の金属には該当しない。

【0022】

本発明のポリエステル組成物は真比重5.0以上の金属元素の含有量が0~10質量ppm以下である必要がある。含有される金属の種類によってその特徴、特性は変わるが、例えばアンチモン金属含有量が10質量ppmより多い場合、熔融紡糸時やフィルムの製膜時に異物となって口金やダイ周辺に付着し、長期間の連続成形性に悪影響を与える。ゲルマニウム金属の場合は、それ自体が高価な為、含有量が多くなると得られるポリエステル組成物の価格が上昇してしまい好ましくない。また、鉛、カドミウムなどの金属場合は金属元素そのものに毒性がある為、ポリエステル中に多量に含有していることは好ましくない。該真比重5.0以上の金属元素の含有量は0~7質量ppm以下であることが好ましく、0~5質量ppm以下であることが更に好ましい。

10

【0023】

本発明のポリエステル組成物はその全質量を基準として整色剤を0.1~10質量ppm含有する必要がある。なおその整色剤とは、有機の多芳香族環系染料又は顔料を表す。具体的には後述のように青色系整色用色素、紫色系整色用色素、赤色系整色用色素、橙色系整色用色素等が挙げられる。これらは単一種で用いても複数種を併用して用いても良い。後述のような可視光吸収スペクトルに関する要件を満たしやすい点において、複数種を併用することが好ましい。さらにその整色剤は、濃度20mg/Lのクロロホルム溶液について光路長1cmにおいて波長380~780nm領域の可視光吸収スペクトルを測定したとき、最大吸収波長が540~600nmの範囲にあり、且つ該最大吸収波長における吸光度に対する下記各波長での吸光度の割合が下記数式(1)~(4)のすべてを満たす必要がある。

20

【0024】

【数2】

$$0.00 \leq A_{400} / A_{\max} \leq 0.20 \quad (1)$$

$$0.10 \leq A_{500} / A_{\max} \leq 0.70 \quad (2)$$

$$0.55 \leq A_{600} / A_{\max} \leq 1.00 \quad (3)$$

$$0.00 \leq A_{700} / A_{\max} \leq 0.05 \quad (4)$$

30

[上記数式中、 A_{400} 、 A_{500} 、 A_{600} 及び A_{700} はそれぞれ400nm、500nm、600nm及び700nmでの可視光吸収スペクトルにおける吸光度を、 A_{\max} は最大吸収波長での可視光吸収スペクトルにおける吸光度を表す。]

ここで可視光吸収スペクトルとは、通常分光光度計によって測定されるスペクトルであるが、本発明のポリエステル組成物に含有される整色剤溶液の可視光吸収スペクトルの最大吸収波長が540nm未満の場合は得られるポリエステル組成物の赤味が強くなり、また600nmを超える場合は得られるポリエステル組成物の青味が強くなる為好ましくない。最大吸収波長の範囲は545~595nmの範囲が好ましく、550~590nmの範囲が更に好ましい。

40

【0025】

また本発明のポリエステル組成物に含有される整色剤の濃度20mg/Lのクロロホルム溶液について光路長1cmにおいて可視光吸収スペクトルを測定したとき、最大吸収波長での吸光度に対する上記に示す各波長での吸光度の割合が上記数式(1)~(4)のいずれか一つでも外れる場合、得られるポリエステル組成物の着色が大きくなり好ましくない。上記式(1)~(4)はそれぞれ下記数式(5)~(8)のいずれか1つ以上の範囲にあることが好ましく、更に下記数式(5)~(8)すべてを満たしていることが好ましい。

50

【0026】

【数3】

$$0.00 \leq A_{400} / A_{\max} \leq 0.15 \quad (5)$$

$$0.30 \leq A_{500} / A_{\max} \leq 0.60 \quad (6)$$

$$0.60 \leq A_{600} / A_{\max} \leq 0.95 \quad (7)$$

$$0.00 \leq A_{700} / A_{\max} \leq 0.03 \quad (8)$$

[上記数式中、 A_{400} 、 A_{500} 、 A_{600} 及び A_{700} はそれぞれ400nm、500nm、600nm及び700nmでの可視光吸収スペクトルにおける吸光度を、 A_{\max} は最大吸収波長での可視光吸収スペクトルにおける吸光度を表す。]

【0027】

更に本発明のポリエステル組成物に含有される上述の整色剤の含有量が、0.1質量ppm未満の場合、ポリエステル組成物の黄色味が強くなる。一方、10質量ppmを超える場合、明度が弱くなり見た目に黒味が強くなる為好ましくない。該整色剤の含有量は0.3質量ppm～9質量ppmの範囲が好ましく、0.5～8質量ppmの範囲にあることが更に好ましい。

【0028】

本発明に使用する整色剤は、窒素雰囲気下中、昇温速度10 /分の条件で熱天秤にて測定したときの質量減少開始温度が250 以上である整色用色素から選ばれることが好ましい。ここで、熱天秤で測定したときの質量減少開始温度とは、JIS K-7120に記載の質量減少開始温度(T_1)のことであり、整色剤が有している耐熱性の指標となる。該質量減少開始温度が250 未満である場合、整色剤の耐熱性が不十分であることから最終的に得られるポリエステル組成物の着色の原因となり好ましくない。該質量減少開始温度は300 以上であることが更に好ましい。また芳香族ポリエステルが熔融状態にある温度下で分解しないことが更に好ましい。

【0029】

本発明のポリエステル組成物は、平均粒径が0.01～0.5 μ mの範囲であって、かつ粒径が0.5 μ mを超える粒子の頻度分率が20質量%以下である不活性粒子をポリエステル組成物の全質量を基準として0.1～5質量%含有している必要がある。

【0030】

不活性粒子としては、炭酸カルシウム、リン酸カルシウム、珪酸カルシウム、酸化ケイ素、酸化アルミニウム、シリコーンパウダー、カオリナイト、硫酸バリウム、酸化チタン等が上げられ、これらよりなる群から少なくとも1つに該当することが好ましい。また不活性粒子は単一種であっても、複数種を併用してもよい。更にこれらの中でも特に炭酸カルシウム、リン酸カルシウム、シリカゾルが好ましく使用される。また、リン酸カルシウムとしては活性水素原子を有さない第三リン酸カルシウムが特に好ましく使用される。

【0031】

本発明における不活性粒子は平均粒径が0.01～0.5 μ mの範囲である必要がある。平均粒径が0.5 μ mを超えるとゾル又は芳香族ポリエステル反応原液中等の製造工程中で沈降しやすく、安定に供給・分散することができない。一方、平均粒径が0.01 μ m未満では粒子の比表面積が大きすぎ、芳香族ポリエステル反応中に容易に凝集粒子を形成し、製糸時の断糸が増大するため、好ましくない。該不活性粒子の平均粒径は0.02～0.4 μ mの範囲が好ましく、0.03～0.3 μ mの範囲が更に好ましい。

【0032】

本発明における不活性粒子においては、粒径が0.5 μ mを超える粒子の頻度分率が20質量%以下である必要がある。粒径が0.5 μ mを超える粒子の頻度分率が20質量%を超えると、得られたポリエステル組成物を製糸化後、アルカリ減量しても繊維表面に形成される微細孔が大きくなり、染色時の深色効果が得られないので好ましくない。該不活性粒子中の粒径が0.5 μ mを超える粒子の頻度分率は15質量%以下の範囲が好ましく

10 質量%以下の範囲が更に好ましい。

【0033】

本発明における不活性粒子含有量は0.1～5質量%の範囲にある必要がある。該含有量が0.1質量%未満の場合、最終的に得られる繊維の深色染色性が不十分となり、また、5質量%を超える場合は得られるポリエステル繊維の強度や耐熱性、耐光性が低下する為好ましくない。該粒子含有量は0.15～3質量%の範囲が好ましく、0.2～1.0質量%の範囲が更に好ましい。

【0034】

本発明のポリエステル組成物の固有粘度(溶媒:オルトクロロフェノール、測定温度:35)は特に制限は無いが、通常、繊維やフィルム、ボトル等の樹脂成形品において通常使用することが出来る範囲であることが好ましく、具体的には0.40～1.00の範囲にあることが好ましい。また、該ポリエステル組成物は固相重合によって固有粘度を高めることも好ましく実施される。

10

【0035】

本発明のポリエステル組成物の色相は特に厳密な制限はないが、本発明に使用されるべき整色剤が添加されていないと、得られるポリエステルの色相が黄色味を帯びた色相となり好ましくない。該ポリエステル組成物の色相は、140、2時間熱処理により結晶化を進めた後のL*a*b*表色系におけるカラーa*値が-9～0、カラーb*値が-2～10の範囲にあることが好ましい。該カラー値は含有される整色剤の量によって変化してくるが、カラーa*値が-9より小さい場合、ポリエステル組成物は緑色味が強くなり、0より大きい場合は赤味が強くなり好ましくない。またカラーb*値が-2より小さい場合、ポリエステル組成物は青味が強くなり、10より大きい場合は黄色味が強くなるため好ましくない。

20

【0036】

また本発明におけるポリエステル組成物は、必要に応じて少量の添加剤、例えば酸化防止剤、固相重合促進剤、蛍光増白剤、帯電防止剤、抗菌剤、紫外線吸収剤、光安定剤、熱安定剤、遮光剤又は艶消剤等を含んでいてもよい。

【0037】

本発明における芳香族ポリエステルの製造方法は、通常知られているポリエステルの製造方法が用いられる。すなわち、まずテレフタル酸の如きジカルボン酸成分とエチレングリコールの如きグリコール成分とを直接エステル化反応させる、又はテレフタル酸ジメチル(以下DMTと称することがある。)の如きジカルボン酸成分の低級アルキルエステルとエチレングリコールの如きグリコール成分とをエステル交換反応させ、ジカルボン酸のグリコールエステル及び/又はその低重合体を製造する。次いでこの反応生成物を重縮合触媒の存在下で減圧加熱して所定の重合度になるまで重縮合反応させることによって目的とする芳香族ポリエステルが製造される。芳香族ポリエステル以外の他のポリエステルを含む場合についても、芳香族ポリエステルと共重合する、若しくは芳香族ポリエステル以外の他のポリエステルについて通常知られている製造方法を用い、重縮合後芳香族ポリエステルとブレンドする等の手法を採用することができる。

30

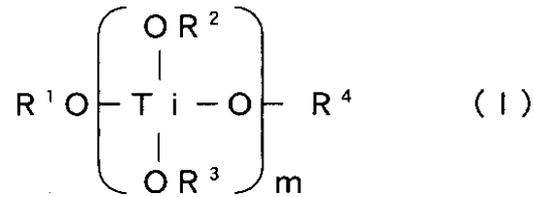
【0038】

更に詳説すると、芳香族ポリエステルの製造する際において用いる重縮合触媒は、チタン化合物及び/又はアルミニウム化合物であることが好ましい。ここで、チタン化合物としては特に限定されず、ポリエステルの重縮合触媒として一般的なチタン化合物、例えば、酢酸チタンやテトラ-n-ブトキシチタンなどが挙げられる。チタン化合物としてより好ましいのは、下記一般式(I)で表わされるチタン化合物、一般式(II)で表わされるチタン化合物と下記一般式(III)で表わされる芳香族多価カルボン酸若しくはその無水物とを反応させた生成物、又は下記一般式(III)で表されるチタン化合物を用いることである。

40

【0039】

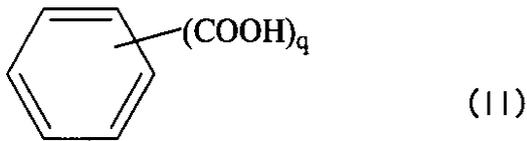
【化1】



[上記式中、 R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 はそれぞれ同一若しくは異なって、炭素数1～10のアルキル基又はフェニル基を示し、 m は1～4の整数を示し、かつ m が2、3又は4の場合、2個、3個又は4個の R^2 及び R^3 は、それぞれ同一であっても異なってもどちらでもよい。]

【0040】

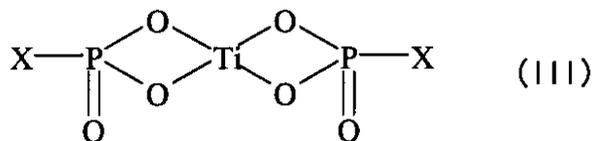
【化2】



[上記式中、 q は2～4の整数を表わす。]

【0041】

【化3】



[上記式中、 X は炭素数1～20のアルキル基、アルコキシ基、または炭素数6～20のアリール基、アリールオキシ基である。]

【0042】

一方、アルミニウム化合物としても特に限定はないが、触媒活性の点で有機アルミニウム化合物であることが好ましく、中でもアルミニウムアセチルアセトネートなどが安定で取扱いが容易な点において優れているので好ましい。また、これらチタン化合物とアルミニウム化合物はそれぞれの化合物を単独で用いても、両化合物を併用して用いても、又はそれぞれの化合物を2種類以上を併用しても良いが、チタン化合物を単独で用いるのが特に好ましい。なかでも最も好ましいのが上記一般式(I)で表わされる化合物、又は一般式(I)で表わされる化合物と上記一般式(II)で表わされる芳香族多価カルボン酸若しくはその無水物とを反応させた生成物を単独で用いることである。

【0043】

一般式(I)で表わされるチタン化合物の中でテトラアルコキサイドチタンおよび/またはテトラフェノキサイドチタンとしては、 $R^1 \sim R^4$ がアルキル基および/またはフェニル基であれば特に限定されないが、テトライソプロポキシチタン、テトラ- n -プロポキシチタン、テトラ- n -ブトキシチタン、テトラエトキシチタン又はテトラフェノキシチタンなどが好ましく用いられる。また、かかるチタン化合物と反応させる一般式(II)で表される芳香族多価カルボン酸またはその無水物としては、フタル酸、トリメリット酸、ヘミメリット酸若しくはピロメリット酸又はこれらの酸の無水物が好ましく用いられる。上記チタン化合物と芳香族多価カルボン酸又はその無水物とを反応させる場合には、溶媒に芳香族多価カルボン酸又はその無水物の全部又は一部を溶解し、これにチタン化合物を滴下し、0～200の温度で30分以上反応させれば良い。また必要に応じてチタ

10

20

30

40

50

ン化合物滴下後、残りの芳香族多価カルボン酸又はその無水物を加えればよい。

【0044】

本発明のポリエステル組成物は上述した通り、チタン化合物及び/又はアルミニウム化合物を重縮合触媒として用いられていることが好ましいが、更に耐熱性や色相を改善すべく、リン化合物を安定剤として併用することが好ましい。該リン化合物としては特に制限はないが、好ましくはリン酸、亜リン酸、ホスホン酸若しくはホスフィン酸又はこれらのアルキル、アリールエステル、ホスホノアセテート系化合物が特に好ましい。該リン化合物のポリエステル組成物中への添加方法は、エステル交換反応又はエステル化反応が実質的に終了した後であればいつでもよいが、通常はエステル化反応、若しくはエステル交換反応が終了した後すぐに添加し、その後重縮合反応せしめることが好ましい。

10

【0045】

さらに本発明のポリエステル組成物の製造方法は上述した芳香族ポリエステル製造工程の任意の段階で整色剤を添加することによって製造されることが好ましい。なかでも整色剤が芳香族ポリエステル製造工程における重縮合反応工程が終了するまでの任意の段階で添加されることが更に好ましい。特にエステル化反応もしくはエステル交換反応が終了した後に整色剤を添加することが最も好ましい。

【0046】

本発明のポリエステル組成物の製造方法においては、整色剤として青色系整色用色素と紫色系整色用色素を質量比90:10~40:60の範囲で併用すること、又は青色系整色用色素と赤色系又は橙色系整色用色素を質量比98:2~80:20の範囲で併用することが好ましい。ここで青色系整色用色素とは、一般に市販されている整色用色素の中で「Blue」と表記されているものであって、具体的には溶液中の可視光吸収スペクトルにおける最大吸収波長が580~620nm程度にあるものを示す。同様に紫色系整色用色素とは市販されている整色用色素の中で「Violet」と表記されているものであって、具体的には溶液中の可視光吸収スペクトルにおける最大吸収波長が560~580nm程度にあるものを示す。赤色系整色用色素とは市販されている整色用色素の中で「Red」と表記されているものであって、具体的には溶液中の可視光吸収スペクトルにおける最大吸収波長が480~520nm程度にあるものである。橙色系系整色用色素とは市販されている整色用色素の中で「Orange」と表記されているものである。

20

【0047】

これらの整色用色素としては油溶染料が特に好ましく、具体的な例としては、青色系整色用色素には、C.I. Solvent Blue 11、C.I. Solvent Blue 25、C.I. Solvent Blue 35、C.I. Solvent Blue 36、C.I. Solvent Blue 45 (Telasol Blue RLS)、C.I. Solvent Blue 55、C.I. Solvent Blue 63、C.I. Solvent Blue 78、C.I. Solvent Blue 83、C.I. Solvent Blue 87、C.I. Solvent Blue 94等が挙げられる。紫色系整色用色素には、C.I. Solvent Violet 8、C.I. Solvent Violet 13、C.I. Solvent Violet 14、C.I. Solvent Violet 21、C.I. Solvent Violet 27、C.I. Solvent Violet 28、C.I. Solvent Violet 36等が挙げられる。赤色系整色用色素には、C.I. Solvent Red 24、C.I. Solvent Red 25、C.I. Solvent Red 27、C.I. Solvent Red 30、C.I. Solvent Red 49、C.I. Solvent Red 52、C.I. Solvent Red 100、C.I. Solvent Red 109、C.I. Solvent Red 111、C.I. Solvent Red 121、C.I. Solvent Red 135、C.I. Solvent Red 168、C.I. Solvent Red 179等が例示される。橙色系整色用色素には、C.I. Solvent Orange 60等が挙げられる。

30

40

50

【0048】

ここで青色系整色用色素と紫色系整色用色素を併用する場合、質量比90：10より青色系整色用色素の質量比が大きい場合は、得られるポリエステル組成物のカラーa*値が小さくなって緑色を呈し、40：60より青色系整色用色素の質量比が小さい場合は、カラーa*値が大きくなって赤色を呈してくる為好ましくない。同様に青色系整色用色素と赤色系又は橙色系整色用色素を併用する場合、質量比98：2より青色系整色用色素の質量比が大きい場合は、得られるポリエステル組成物のカラーa*値が小さくなって緑色を呈し、80：20より青色系整色用色素の質量比が小さい場合は、カラーa*値が大きくなって赤色を呈してくる為好ましくない。該整色用色素は、青色系整色用色素と紫色系整色用色素を質量比80：20～50：50の範囲で併用すること、あるいは青色系整色用色素と赤色系または橙色系整色用色素を質量比95：5～90：10の範囲で併用することが更に好ましい。

10

【0049】

さらに本発明のポリエステル繊維を製造する時の製造方法としては特に限定はなく、従来公知の熔融紡糸方法が用いられる。例えば乾燥したポリエステル組成物を270～300の範囲で熔融紡糸して製造することが好ましく、熔融紡糸の引き取り速度は400～5000m/分で紡糸することが好ましい。紡糸速度がこの範囲にあると、得られる繊維の強度も十分なものであると共に、安定して巻き取りを行うこともできる。また紡糸時に使用する口金の形状についても特に制限は無く、円形、異形、中実、中空などのいずれも採用することが出来る。また延伸は未延伸ポリエステル繊維を一旦巻き取ってから行う、あるいは巻き取ることなく連続的に行うことによって、延伸糸を得ることができる。更に本発明のポリエステル繊維は風合や染色性を高める為に、アルカリ減量処理も好ましく実施されるが、特に得られたポリエステル繊維を用いて織編物の状態にした後にアルカリ減量処理を施すことにより、本発明の課題である染色性を改善することが可能となる。

20

【実施例】

【0050】

本発明をさらに下記実施例により具体的に説明するが、本発明の範囲はこれら実施例により限定されるものではない。尚、固有粘度、色相、チタン含有量及び紡糸口金に発生する付着物の層等については、下記記載の方法により測定した。

【0051】

(ア)固有粘度：

ポリエステル組成物チップを100、60分間でオルトクロロフェノールに溶解した希薄溶液を、35でウペローデ粘度計を用いて測定した値から求めた。

30

【0052】

(イ)ジエチレングリコール含有量：

ヒドラジンヒドレート(抱水ヒドラジン)を用いてポリエステル組成物チップを分解し、この分解生成物中のジエチレングリコールの含有量をガスクロマトグラフィ-(ヒューレットパッカー社製(HP6850型))を用いて測定した。

【0053】

(ウ)色相(L*値、a*値、b*値)：

・チップ：

ポリエステル組成物チップを285、真空下で10分間熔融し、これをアルミニウム板上で厚さ 3.0 ± 1.0 mmのプレートに成形後ただちに氷水中で急冷し、該プレートを140、1時間乾燥結晶化処理を行った。その後、色差計調整用の白色標準プレート上に置き、プレート表面のハンターL*及びb*を、ミノルタ株式会社製ハンター型色差計(CR-200型)を用いて測定した。L*は明度を示し、その数値が大きいほど明度が高いことを示し、b*はその値が大きいほど黄着色の度合いが大きいことを示す。また他の詳細な操作はJIS Z-8729に準じて行った。

40

・繊維：

繊維を常法により筒編とした後、編地を4枚重ね合わせ、ミノルタ株式会社製ハンター

50

型色差計（CR-200型）を用いて測定した。

【0054】

（エ）真比重5.0以上の金属成分定性分析：

ポリエステル組成物サンプルを硫酸アンモニウム、硫酸、硝酸、過塩素酸とともに混合して約300で9時間湿式分解後、蒸留水で希釈し、理学電機工業株式会社製ICP発光分析装置（JY170 ULTRACE）を用いて定性分析し、真比重5.0以上の金属元素の有無を確認した。1質量ppm以上の存在が確認された金属元素について、その元素含有量を示した。

【0055】

（オ）チタン、アルミニウム、アンチモン、リン含有量：

ポリエステル組成物中のポリエステルに可溶性のチタン元素量、アルミニウム元素量、アンチモン元素量、リン元素量は粒状のポリエステル組成物サンプルをスチール板上で加熱溶解した後、圧縮プレス機で平坦面を有する試験成形体を作成し、蛍光X線装置（理学電機工業株式会社製ZSX100e型）を用いて求めた。ただし、艶消剤として酸化チタンを添加したポリエステル組成物中のチタン元素量については、ポリエステル組成物中サンプルをオルトクロロフェノールに溶解した後、0.5規定塩酸で抽出操作を行った。この抽出液について日立製作所製Z-8100型原子吸光光度計を用いて定量を行った。ここで0.5規定塩酸抽出後の抽出液中に酸化チタンの分散が確認された場合は遠心分離機で酸化チタン粒子を沈降させた。次に傾斜法により上澄み液のみを回収して、同様の操作を行った。これらの操作によりポリエステル組成物中に酸化チタンを含有していてもポ
リエステルに可溶性のチタン元素の定量が可能となる。

【0056】

（カ）紡糸口金に発生する付着物の層：

ポリエステル組成物をチップとなし、これを290で溶解し、孔径0.15mm、孔数12個の紡糸口金から吐出し、600m/分で2日間紡糸し、口金の吐出口外縁に発生する付着物の層の高さを測定した。この付着物層の高さが大きいほど吐出されたポリエステル組成物の熔融物のフィラメント状流にベンディングが発生しやすく、このポリエステルの成形性は低くなる。すなわち、紡糸口金に発生する付着物層の高さは、当該ポリエステルの成形性の指標である。

【0057】

（キ）深色染色性評価：

繊維を布帛に形成した試験片を、沸騰した0.5質量%水酸化ナトリウム水溶液に浸して、布帛の質量減少率が20%となるまでアルカリ減量処理を施した。取り出した布帛を水洗後、住友化学工業製分散染料Sumikaron Navy Blue S-2GLの2%owf溶液で浴比1:50に調製し、130で1時間染色した。染色布をグレッタマクベス社製測色色差計（CE-3000型）により測色し、下記のクベルカ・ムンクの式により、深色度（K/S）を求めた。

【0058】

【数4】

$$K/S = \max [(1 - R)^2 / 2R]$$

上記数式中、Kは吸収係数、Sは散乱係数である。Rは分光反射率を示し、このスペクトルを測定し、最大値を深色度とする。本発明においては23以上を良好と判断した。

【0059】

（ク）整色剤の質量減少開始温度：

理学電機工業株式会社製TAS-200熱天秤を用いてJIS K7120に従い、窒素雰囲気下中昇温速度10/分で測定した。

【0060】

（ケ）不活性粒子の特性評価

不活性粒子の平均粒径及び粒度分布を、株式会社島津製作所製 S A L D - 7 0 0 0 型 (レーザー散乱型粒度分布測定装置) で測定した。さらに測定した粒度分布より粒径が 0 . 5 μ m を超える不活性粒子の頻度分率を算出した。

【 0 0 6 1 】

[参考例 1] チタン触媒 A の合成

無水トリメリット酸のエチレングリコール溶液 (0 . 2 質量 %) にテトラ - n - ブトキシチタンを無水トリメリット酸に対して 1 / 2 モル添加し、空气中常圧下で 8 0 $^{\circ}$ C に保持して 6 0 分間反応せしめた。その後常温に冷却し、1 0 倍量のアセトンによって生成触媒を再結晶化させた。析出物をろ紙によって濾過し、1 0 0 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥せしめ、目的の化合物を得た。これをチタン触媒 A とする。

10

【 0 0 6 2 】

[参考例 2] 整色剤 (整色用色素) の可視光吸収スペクトル測定、整色剤調製

表 1 に示す整色用色素を室温で濃度 2 0 m g / L のクロロホルム溶液とし、光路長 1 c m の石英セルに充填し、対照セルにはクロロホルムのみを充填して、日立分光光度計 U - 3 0 1 0 型を用いて、3 8 0 ~ 7 8 0 n m の可視光領域での可視光吸収スペクトルを測定した。整色用色素 2 種を混合する場合は合計で濃度 2 0 m g / L となるようにした。最大吸収波長とその波長における吸光度に対する、4 0 0 、 5 0 0 、 6 0 0 及び 7 0 0 n m の各波長での吸光度の割合を測定した。更に粉末の整色用色素の熱質量減少開始温度を測定した。結果を表 1 に示す。尚、実施例、比較例でこれら整色剤をポリエステル製造工程で添加する場合は、1 0 0 $^{\circ}$ C の温度で、原料として用いるグリコール溶液に対し、濃度 0 . 1 質量 % となるように溶解又は分散させて調製した。

20

【 0 0 6 3 】

【 表 1 】

	整色剤名称		混合質量 比率	最大吸収波長 (nm)	吸光度の割合 ^{*1}			質量減少開始 温度 (°C)	
					400nm	500nm	600nm		700nm
整色剤A	C. I. Solvent Blue 45 (Clariant Japan)	C. I. Solvent Violet 36 (有本化学)	60:40	580	0.10	0.41	0.76	0.00	360
整色剤B	C. I. Solvent Blue 45 (Clariant Japan)	C. I. Solvent Red 52 (有本化学)	80:20	580	0.12	0.35	0.78	0.00	380

* 1 最大吸収波長の吸光度に対する各波長下での吸光度の割合

【 0 0 6 4 】

10

20

30

40

50

[実施例 1]

・ポリエステル組成物チップの製造

テレフタル酸ジメチル 100 質量部とエチレングリコール 70 質量部との混合物に、酢酸カルシウム一水和物 0.063 質量部 (DMT1モルに対して 70 mmol%) を攪拌機、精留塔及びメタノール留出コンデンサーを設けた反応器に仕込み、140 から 240 まで徐々に昇温しつつ、反応の結果生成するメタノールを系外に留出させながら、エステル交換反応を行った。その後、56 質量%のリン酸水溶液 0.045 質量部 (DMT1モルに対して 50 mmol%) を添加し、エステル交換反応を終了させた。その後反応生成物に表 2 に示す整色剤 A の 0.1 質量%エチレングリコール溶液 0.4 部 (ポリエステル組成物質量に対して 4 質量 ppm)、参考例 1 で調製したチタン触媒 A 0.032 質量部 (DMT1モルに対して 10 mmol%) 及び平均粒径 0.06 μ m の第三リン酸カルシウムの 20 質量%エチレングリコールスラリー 2.5 質量部 (ポリエステル組成物質量に対して 0.5 質量%) を添加して、攪拌装置、窒素導入口、減圧口及び蒸留装置を備えた反応容器に移し、285 まで昇温し、30 Pa 以下の高真空で重縮合反応を行って、固有粘度 0.65、ジエチレングリコール含有量が 0.8 質量%であるポリエステル組成物を得た。さらに常法に従いチップ化した。結果を表 3 に示す。

10

・ポリエステル繊維の製造

ポリエステル組成物チップを 160 、4 時間乾燥後、紡糸温度 285 、巻取速度 400 m/分 で 333 dtex / 36 fil の原糸を作り、4.0 倍に延伸して 83.25 dtex / 36 fil の延伸糸を得た。得られた延伸糸は更に常法により筒編みとした。結果を表 4 に示す。

20

【 0065 】

[実施例 2 - 7、実施例 9、参考例 8、比較例 1 - 4]

実施例 1 において、リン酸、重縮合触媒、整色剤、不活性粒子を表 2 に示す種類、量に変更したこと以外は実施例 1 と同様に実施した。結果を表 3、4 に示す。

【 0066 】

【 表 2 】

水準	エステル交換触媒		リン化合物		重縮合触媒		整色剤			不活性粒子			
	種類	量	種類	量	種類	量	種類	量	種類	平均粒径	量	粒径 0.5 μ m 超粒子	
		mmol%		mmol%		mmol%		質量 ppm		μ m	質量%	質量%	
実施例1	CAA	70	PA	50	チタン触媒 A	10	整色剤 A	4	CPP	0.06	0.5	1	
実施例2	CAA	70	PA	50	チタン触媒 A	10	整色剤 A	4	CCN	0.10	0.5	2	
実施例3	CAA	70	PA	50	チタン触媒 A	10	整色剤 A	6	CSC	0.10	0.5	2	
実施例4	CAA	70	PA	50	チタン触媒 A	10	整色剤 A	4	SDO	0.05	0.5	1	
実施例5	CAA	70	PA	50	チタン触媒 A	10	整色剤 A	4	BSO	0.25	0.5	10	
実施例6	CAA	70	PA	50	チタン触媒 A	10	整色剤 A	4	SLC	0.10	0.5	2	
実施例7	CAA	70	PA	50	チタン触媒 A	10	整色剤 A	4	TDO	0.05	0.5	1	
参考例8	CAA	70	PA	50	ALA	20	整色剤 A	4	CPP	0.06	0.5	1	
実施例9	CAA	70	PA	50	チタン触媒 A	10	整色剤 B	4	CPP	0.06	0.5	1	
比較例1	CAA	70	PA	50	チタン触媒 A	10	整色剤 A	4	—	—	—	—	
比較例2	CAA	70	PA	50	チタン触媒 A	10	整色剤 A	4	CPP	5.0	0.5	100	
比較例3	CAA	70	PA	50	チタン触媒 A	10	—	—	CPP	0.06	0.5	1	
比較例4	CAA	70	PA	80	SBO	30	—	—	CPP	0.06	0.5	1	

CAA：酢酸カルシウム一水和物 PA：リン酸 ALA：アルミニウムアセチルアセトナート SBO：三酸化ニアンチモン

CPP：第三リン酸カルシウム CCN：炭酸カルシウム CSC：珪酸カルシウム SDO：二酸化ケイ素 BSO：硫酸バリウム

SLC：真球状シリコーンパウダー TDO：二酸化チタン

【 0 0 6 7 】

10

20

30

40

【 表 3 】

水準	固有粘度	DEG (質量%)	カラー			含有元素(質量 ppm)				真比重5.0以上の 金属成分定性分析
			L	a	b	Ti*	P ^{\$}	Al	Sb	
実施例1	0.65	0.8	78.0	-5.2	1.9	25	81	-	-	検出されず
実施例2	0.65	0.8	79.5	-4.8	2.1	25	82	-	-	検出されず
実施例3	0.65	0.9	76.0	-5.1	2.2	25	80	-	-	検出されず
実施例4	0.65	0.8	80.0	-5.6	1.7	25	84	-	-	検出されず
実施例5	0.65	0.8	79.0	-5.4	1.6	25	80	-	-	検出されず
実施例6	0.65	0.8	79.2	-5.1	2.0	25	83	-	-	検出されず
実施例7	0.65	0.8	74.2	-5.5	5.0	25	81	-	-	検出されず
参考例8	0.65	0.8	77.5	-4.9	3.0	28	83	28	-	検出されず
実施例9	0.65	0.8	77.2	-4.9	2.2	25	82	-	-	検出されず
比較例1	0.65	0.8	79.1	-5.3	2.1	25	80	-	-	検出されず
比較例2	0.65	0.8	78.2	-5.5	1.3	25	79	-	-	検出されず
比較例3	0.65	0.8	84.5	-4.7	10.7	25	81	-	-	検出されず
比較例4	0.65	0.7	75.5	-5.5	1.8	0	120	0	334	Sb

DEG：ジエチレングリコール

カラーはポリエステル組成物のチップを140℃、2時間熱処理した後の値である。

*) Ti：ポリエステル組成物中に含有されるポリエステルの可溶性チタン金属元素濃度

\$) P：ポリエステル組成物中に含有されるリン元素の濃度

【 0 0 6 8 】

【表 4】

評価項目	製糸評価				
	口金異物 堆積高さ (μm)	カラー			深色性 K/S
		L	a	b	
実施例1	2	94.2	-0.6	2.0	26
実施例2	3	95.3	-0.6	2.1	25
実施例3	4	93.3	-0.7	2.2	24
実施例4	2	95.1	-0.8	1.6	26
実施例5	3	94.8	-0.7	1.5	24
実施例6	3	94.8	-0.6	2.1	24
実施例7	4	92.8	-0.7	3.0	23
参考例8	2	94.0	-0.6	2.6	25
実施例9	2	93.4	-0.5	2.6	25
比較例1	2	95.0	-0.7	2.1	20
比較例2	2	94.6	-0.6	1.2	21
比較例3	3	96.1	-0.5	8.7	25
比較例4	50	93.1	-0.7	1.8	25

10

20

【産業上の利用可能性】

【0069】

本発明によればポリエステル優れた特性を保持しながら、SbやGe触媒を使用しないポリエステルの欠点であった色相の悪化を解消することができる。また、口金への付着物の発生量が非常に少なく、優れた成形性を有するポリエステルを提供することが出来、その結果、色相に優れ、深みのある染色性を有するポリエステル繊維を提供することができる。これらの事項における工業的な意義は大きい。

30

フロントページの続き

(51) Int.Cl. F I
D 0 1 F 6/92 (2006.01) D 0 1 F 6/92 3 0 1 Q

(56) 参考文献 特開 2 0 0 3 - 2 3 8 6 7 3 (J P , A)
特開 2 0 0 4 - 1 8 3 1 4 3 (J P , A)
国際公開第 0 0 / 0 2 6 3 0 1 (W O , A 1)
化学大辞典, 日本, 共立出版株式会社, 1 9 6 4 年 3 月 1 5 日, 9, 798
1 4 3 0 3 の化学商品, 日本, 化学工業日報社, 2 0 0 3 年 1 0 月 8 日, 1304-1305

(58) 調査した分野(Int.Cl., DB名)
C 0 8 L 6 7 / 0 0 - 6 7 / 0 3
C 0 8 G 6 3 / 0 0 - 6 3 / 9 1
C 0 8 K 3 / 0 0 - 5 / 5 9
D 0 1 F 6 / 6 2
D 0 1 F 6 / 9 2