

明 細 書

発明の名称：

ポリウレタン弾性繊維及びそれを含む製品、並びにポリウレタン弾性繊維用表面処理剤

技術分野

[0001] 本発明は、ポリウレタン弾性繊維及びそれを含有する製品、並びにポリウレタン弾性繊維用表面処理剤に関する。

背景技術

[0002] ポリウレタン弾性繊維は、高伸度で優れた弾性特性を有する。しかしながら、ポリウレタン重合体は柔軟かつ粘着性のある素材であるために、ポリウレタン弾性繊維を使用した製品の製造工程において、ポリウレタン弾性繊維の巻糸体からの糸の解舒時や糸の走行時のガイド、ローラーでの摩擦抵抗による糸切れ、生産ばらつき等の問題が発生しやすく、特に巻糸体の長期の保管後の使用でそれらの問題が非常に顕著である。

それらの問題を解決するために、シリコンオイルからなる処理剤を糸に付与する方法が知られており、シリコンオイルは高価であるため一般に安価な鉱物油を用いてシリコンオイルを希釈して処理剤を調製して糸に付与される。しかし、シリコンオイルを鉱物油等で希釈した処理剤では、コストダウンはできるものの、該処理剤を付与されたポリウレタン弾性繊維の巻糸体からの解舒性や摩擦性が低下してしまい、十分な解舒性、摩擦性が得られない。

[0003] 以下の特許文献1では、シリコンオイルを鉱物油で希釈したポリウレタン弾性繊維用表面処理剤中に特定のアミンや有機酸を添加する方法が報告されているが、鉱物油中に塩基性又は酸性化合物を添加する方法は処理剤の保管安定性に不安があり、また、調合の工数増やコストアップの問題がある。

[0004] 以下の特許文献2では、シリコンオイルを鉱物油で希釈したポリウレタン弾性繊維用表面処理剤で解舒性を向上する手段として特定の粘度範囲から

なる炭化水素油（鉱物油）を特定量以上使用した処理剤を糸に付与する手法が報告されている。しかし、粘度の高い炭化水素油を使用すると、処理剤自体の粘度が高くなってしまい安定した糸への塗布が難しく、また、処理剤自体の高粘度化による混合不良や保管安定性の問題がある。

[0005] 以下の特許文献3では、シリコンオイルと高級脂肪酸金属塩からなる改質剤を練りこんだ紡糸原液を乾式紡糸して、解舒性の良いポリウレタン弾性繊維を得る方法が報告されている。しかし、一定の技術的な改善はあるものの、改質剤の練りこみによってマルチフィラメントの単糸間合着性が弱くなり、マルチフィラメントから単糸が剥離してしまう現象（以下、単糸バラけという。）が発生しやすくなり、その単糸バラけが編立等のポリウレタン弾性繊維の使用時に糸切れの原因となってしまうという問題がある。

[0006] このように、シリコンオイルの少ない含有量で解舒性が改善され、マルチフィラメントの単糸バラけが少ないポリウレタン弾性繊維は未だ得られていない。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：特開2007-270414号公報

特許文献2：特開2017-110319号公報

特許文献3：特開2009-287126号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0008] 前記した従来技術の問題点に鑑み、本発明が解決しようとする課題は、シリコンオイルの含有量が少なくても、解舒性が良好であり、マルチフィラメントの単糸バラけが少ないポリウレタン弾性繊維及びそれを含む製品、並びに、前記ポリウレタン弾性繊維の製造に好適なポリウレタン弾性繊維用表面処理剤を提供することである。

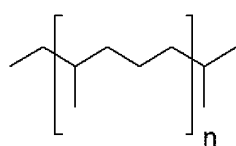
課題を解決するための手段

[0009] 本願発明者らは、前記課題を解決すべく、鋭意検討し実験を重ねた結果、特定の分岐炭化水素化合物を特定量、ポリウレタン弾性繊維に含有させることで上記問題を解決できることを予想外に発見し、本発明を完成するに至ったものである。

[0010] すなわち、本発明は以下の通りのものである。

[1] 下記式(1)：

[化1]



{式中、 n は2～5の整数である。}で表される炭化水素化合物を、ポリウレタン弾性繊維重量に対して10ppm以上10000ppm以下で含有することを特徴とするポリウレタン弾性繊維。

[2] 式中、 $n=3$ である前記式(1)で表される炭化水素化合物をポリウレタン弾性繊維重量に対して10ppm以上8000ppm以下で含有する、前記[1]に記載のポリウレタン弾性繊維。

[3] 式中、 n が2～5の整数である前記式(1)で表される炭化水素化合物以外の炭化水素化合物をさらに含有する、前記[1]又は[2]に記載のポリウレタン弾性繊維。

[4] ヘキサンによる抽出液のGC/MS測定において、炭化水素化合物由来のピークの全面積のうち、トリアコンタンの保持時間より長い保持時間を占める成分の面積が5%未満である、前記[1]～[3]のいずれかに記載のポリウレタン弾性繊維。

[5] ヘキサンによる抽出液のGC/MS測定において、炭化水素化合物由来のピークの全面積のうち、オクトコサンの保持時間より長い保持時間を占める成分の面積が5%未満である、前記[1]～[4]のいずれかに記載のポリウレタン弾性繊維。

[6] ヘキサンによる抽出液のGC/MS測定において、炭化水素化合物

由来のピークの全面積のうち、ヘキサデカンの保持時間よりも短い保持時間を占める成分の面積が５％未満である、前記〔１〕～〔５〕のいずれかに記載のポリウレタン弾性繊維。

〔７〕ヘキサンによる抽出液のＧＣ／ＭＳ測定において、炭化水素化合物由来のピークの全面積のうち、オクタデカンの保持時間よりも短い保持時間を占める面積が２０％未満である、前記〔１〕～〔６〕のいずれかに記載のポリウレタン弾性繊維。

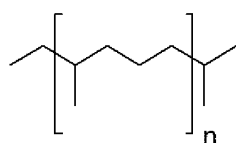
〔８〕ヘキサンによる抽出液のＧＣ／ＭＳ測定において、炭化水素化合物由来のピークの全面積のうち、オクタデカンとオクトコサンの保持時間の間を占める成分の面積が８０％以上である、前記〔１〕～〔７〕のいずれかに記載のポリウレタン弾性繊維。

〔９〕前記〔１〕～〔８〕のいずれかに記載のポリウレタン弾性繊維を含む布帛。

〔１０〕前記〔１〕～〔８〕のいずれかに記載のポリウレタン弾性繊維を含む衛生材料製品。

〔１１〕下記式（１）：

〔化２〕



{式中、 n は２～５の整数である。}で表される炭化水素化合物を、０．１０重量％以上２５重量％以下で含有することを特徴とするポリウレタン弾性繊維用表面処理剤。

〔１２〕式中、 $n = 3$ である前記式（１）で表される炭化水素化合物を、０．１０重量％以上２０重量％以下で含有する、前記〔１１〕に記載のポリウレタン弾性繊維用表面処理剤。

〔１３〕式中、 n が２～５の整数である前記式（１）で表される炭化水素化合物以外の炭化水素化合物をさらに含有する、前記〔１１〕又は〔１２〕

に記載のポリウレタン弾性繊維。

〔１４〕ヘキサンに溶解した溶液のＧＣ／ＭＳ測定において、炭化水素化合物由来のピークの全面積のうちトリアコンタンの保持時間より長い保持時間を占める成分の面積が５％未満である、前記〔１１〕～〔１３〕に記載のポリウレタン弾性繊維用表面処理剤。

〔１５〕ヘキサンに溶解した溶液のＧＣ／ＭＳ測定において、炭化水素化合物由来のピークの全面積のうち、オクトコサンの保持時間より長い保持時間を占める成分の面積が５％未満である、前記〔１１〕～〔１４〕のいずれかに記載のポリウレタン弾性繊維用表面処理剤。

〔１６〕ヘキサンに溶解した溶液のＧＣ／ＭＳ測定において、炭化水素化合物由来のピークの全面積のうちヘキサデカンの保持時間よりも短い保持時間を占める面積が５％未満である、前記〔１１〕～〔１５〕のいずれかに記載のポリウレタン弾性繊維用表面処理剤。

〔１７〕ヘキサンに溶解した溶液のＧＣ／ＭＳ測定において、炭化水素化合物由来のピークの全面積のうち、オクタデカンの保持時間よりも短い保持時間を占める面積が２０％未満である、前記〔１１〕～〔１６〕のいずれかに記載のポリウレタン弾性繊維用表面処理剤。

〔１８〕ヘキサンに溶解した溶液のＧＣ／ＭＳ測定において、炭化水素化合物由来のピークの全面積のうち、オクタデカンとオクトコサンの保持時間の間に占める成分の面積が８０％以上である、前記〔１１〕～〔１７〕のいずれかに記載のポリウレタン弾性繊維用表面処理剤。

〔１９〕シリコーンオイルを２０重量％以上７０重量％以下でさらに含有する、前記〔１１〕～〔１８〕のいずれかに記載のポリウレタン弾性繊維用表面処理剤。

発明の効果

〔００１１〕 本発明に係る特定の分岐炭化水素化合物を特定量含有したポリウレタン弾性繊維は、シリコーンオイルの含有量が少なくても、解舒性が良好であり、マルチフィラメントの単糸バラけが少ないポリウレタン弾性繊維である。そ

れゆえ、本発明に係るポリウレタン弾性繊維は、布帛、衛生材料製品等に好適に利用可能である。

図面の簡単な説明

[0012] [図1]炭化水素化合物のGC／MS測定における全ピーク面積の算出例を示すグラフである。

[図2]炭化水素化合物の全ピーク面積のうちオクタデカンよりも保持時間の短い成分の面積の算出例を示すグラフである。

[図3]炭化水素化合物の全ピーク面積のうちオクタデカンとオクトコサンの間の保持時間の成分の面積の算出例へキサンによる抽出液のGC／MS測定。

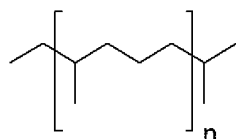
[図4]単糸バラけ状態を示す説明図である。

発明を実施するための形態

[0013] 以下、本発明を実施するための形態（以下「本実施形態」という）について詳細に説明する。尚、本発明は、以下の実施形態に限定されるものではなく、その要旨の範囲内で種々変形して実施することができる。

[0014] 本発明の1の実施形態は、下記式（1）：

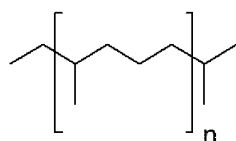
[化3]



{式中、nは2～5の整数である。}で表される炭化水素化合物（以下、特定化合物ともいう。）を、ポリウレタン弾性繊維重量に対して10ppm以上10000ppm以下で含有することを特徴とするポリウレタン弾性繊維である。

[0015] また、本発明の他の実施形態は、下記式（1）：

[化4]



{式中、 n は2～5の整数である。}で表される炭化水素化合物を、0.10重量%以上25重量%以下で含有することを特徴とするポリウレタン弾性繊維用表面処理剤である。

[0016] 本実施形態のポリウレタン弾性繊維において、前記特定化合物の含有量を前記特定範囲内にすることで解舒性が向上する理由は定かではないが、そうすることで、前記化合物がポリウレタン弾性繊維の表面上に局在化しやすくなり、表面での前記化合物の流動性の高さから解舒性を向上させることができると考えられる。

前記特定化合物の含有量が10ppm未満であると、十分な解舒性向上効果を発揮することが難しく、より高い解舒性が得られるという観点からは30ppm以上であることが好ましい。他方、含有量が10000ppmを超えると、単糸バラけが発生しやすくなり、また、経時での解舒性が悪化する傾向がある。前記特定化合物の含有量の好ましい上限としては9000ppm以下であり、さらに好ましくは5000ppm以下である。

前記特定化合物のポリウレタン弾性繊維への含有の状態としては、前記特定化合物はポリウレタン弾性繊維の内部に含有していても、表面に付着していてもよい。また、前記特定化合物のポリウレタン弾性繊維への含有のさせ方としては、前記特定化合物又は前記特定化合物とそれ以外の炭化水素化合物からなる混合物を紡糸原液に直接練りこんでもよいし、前記特定化合物又は前記特定化合物とそれ以外の炭化水素化合物からなる混合物を表面処理剤に添加し糸表面に塗布する方法のいずれでも構わない。

[0017] 前記表面処理剤中の前記特定化合物の含有量は、0.10重量%以上25重量%以下であることが好ましく、また、前記炭化水素混合物の含有量としては、単糸バラけを抑制する観点から20重量%以下が好ましく、より好ましくは17重量%以下である。

[0018] 単糸バラけ抑制と平滑性の観点から、前記化合物は、式中、 $n=2\sim3$ である前記式(1)で表される炭化水素化合物が好ましく、より好ましくは式中、 $n=3$ である化合物、すなわち、フィタンである。

尚、1の実施形態のポリウレタン弾性繊維では、式中、 $n = 3$ である前記式(1)で表される炭化水素化合物をポリウレタン弾性繊維重量に対して10ppm以上8000ppm以下で含有することが好ましい。

また、他の実施形態であるポリウレタン弾性繊維用表面処理剤では、式中、 $n = 3$ である前記式(1)で表される炭化水素化合物を、0.10重量%以上20重量%以下で含有することが好ましい。

[0019] 本実施形態のポリウレタン弾性繊維は、ポリウレタン重合体を紡糸することにより得られる繊維である。前記ポリウレタン重合体を製造する方法に関しては、公知のポリウレタン化反応の技術を用いることができる。高分子ポリオール、例えば、ポリアルキレンエーテルグリコールと、ジイソシアネートとをジイソシアネート過剰の条件下で反応させ、末端にイソシアネート基を有するウレタンプレポリマーを合成し、次いで、このウレタンプレポリマーを2官能性アミン等の活性水素含有化合物で鎖伸張反応を行い、ポリウレタン重合体を得ることができる。この際、必要に応じて末端停止剤として単官能性活性水素原子を2官能性アミンに混合して用いてもよい。ゲルが少なく、均一なポリマーが得られるという観点からは、ジイソシアネートと高分子ポリオールのモル比は1.70以下であることが好ましく、より好ましくは1.65以下、さらに好ましくは1.60以下である。

[0020] 高分子ポリオールとしては、実質的に線状のホモ又は共重合体からなる各種ジオール、例えば、ポリエステルジオール、ポリエーテルジオール、ポリエステルアミドジオール、ポリアクリルジオール、ポリチオエステルジオール、ポリチオエーテルジオール、ポリカーボネートジオール、これらの混合物、及びこれらの共重合物等が挙げられ、好ましくは、ポリアルキレンエーテルグリコールであり、例えば、ポリオキシエチレングリコール、ポリオキシプロピレングリコール、ポリテトラメチレンエーテルグリコール、ポリオキシペンタメチレングリコール、テトラメチレン基と2,2-ジメチルプロピレン基から成る共重合ポリエーテルグリコール、テトラメチレン基と3-メチルテトラメチレン基から成る共重合ポリエーテルグリコール、及びこれ

らの混合物等である。これらの中でも、優れた弾性機能を示すという観点からは、高分子ポリオールとしては、ポリテトラメチレンエーテルグリコール、テトラメチレン基と2，2-ジメチルプロピレン基から成る共重合ポリエーテルグリコールがより好適である。

[0021] 高分子ポリオールの水酸基価から算出される数平均分子量は、優れた弾性性能を得るためには、500以上であることが好ましく、より好ましくは1000以上、さらにより好ましくは1500以上である。また、高い耐熱性の糸が得られるという観点からは、5000以下であることが好ましく、より優れた耐熱性を得るためには3000以下が好ましく、より好ましくは2500以下である。

[0022] ジイソシアネートとしては、脂肪族、脂環族、芳香族のジイソシアネート等が挙げられる。例えば、4，4'-ジフェニルメタンジイソシアネート、2，4'-ジフェニルメタンジイソシアネート、2，4-又は2，6-トリレンジイソシアネート、m-又はp-キシリレンジイソシアネート、 α ， α ， α' ， α' -テトラメチル-キシリレンジイソシアネート、4，4'-ジフェニルエーテルジイソシアネート、4，4'-ジシクロヘキシルジイソシアネート、1，3-又は1，4-シクロヘキレンジイソシアネート、3-(α -イソシアナートエチル)フェニルイソシアネート、1，6-ヘキサメチレンジイソシアネート、トリメチレンジイソシアネート、テトラメチレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、これらの混合物、及びこれらの共重合物等が挙げられ、これらの中でもより好ましくは、4，4'-ジフェニルメタンジイソシアネートである。

[0023] 活性水素含有化合物、すなわち、多官能性活性水素原子を有する鎖延長剤としては、例えば、ヒドラジン、ポリヒドラジン、エチレングリコール、1，2-プロピレングリコール、1，3-プロピレングリコール、1，3-ブタンジオール、1，4-ブタンジオール、1，5-ペンタンジオール、1，6-ヘキサジオール、2，2-ジメチル-1，3-プロパンジオール、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール、1，4-シクロヘキサジ

メタノール、フェニルジエタノールアミン等の低分子ジオールや、エチレンジアミン、1, 2-プロピレンジアミン、1, 3-プロピレンジアミン、2-メチル-1, 5-ペンタレンジアミン、トリエチレンジアミン、m-キシレンジアミン、ピペラジン、o-, m-又はp-フェニレンジアミン、1, 3-ジアミノシクロヘキサン、1, 4-ジアミノシクロヘキサン、1, 6-ヘキサメチレンジアミン、N, N'- (メチレンジ-4, 1-フェニレン) ビス [2- (エチルアミノ) -ウレア] 等の2官能性アミンが挙げられる。

[0024] これらは単独で、又は混合して用いることができる。低分子ジオールより2官能性アミンが好ましく、エチレンジアミン、1, 2-プロピレンジアミン、1, 3-ジアミノシクロヘキサン、及び2-メチル-1, 5-ペンタジアミンの群から選ばれる少なくとも1種が5~40モル%含まれるエチレンジアミン混合物が好ましいものとして挙げられ、より好ましくは、エチレンジアミン単独である。

[0025] 単官能性活性水素原子を有する末端停止剤としては、例えば、メタノール、エタノール、2-プロパノール、2-メチル-2-プロパノール、1-ブタノール、2-エチル-1-ヘキサノール、3-メチル-1-ブタノール等のモノアルコールや、イソプロピルアミン、n-ブチルアミン、t-ブチルアミン、2-エチルヘキシルアミン等のモノアルキルアミンや、ジエチルアミン、ジメチルアミン、ジ-n-ブチルアミン、ジ-t-ブチルアミン、ジイソブチルアミン、ジ-2-エチルヘキシルアミン、及びジイソプロピルアミン等のジアルキルアミンが挙げられる。これらは単独で、又は混合して用いることができる。モノアルコールより、1官能性アミンであるモノアルキルアミンまたはジアルキルアミンが好ましい。

[0026] ポリウレタン化反応の操作に関しては、ウレタンプレポリマー合成時やウレタンプレポリマーと活性水素含有化合物との反応時に、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、及びジメチルアセトアミド等のアミド系極性溶媒を用いることができ、好ましくはジメチルアセトアミドである。

[0027] ポリウレタン重合体組成物には、各種安定剤や顔料などが含有されていて

もよい。例えば、ヒンダードフェノール系、ベンゾトリアゾール系、ベンゾフェノン系、リン系、各種ヒンダードアミン系の酸化防止剤、ステアリン酸マグネシウムで代表されるような金属石鹸、酸化チタン、酸化鉄、酸化亜鉛、酸化セリウム、酸化マグネシウム等の無機物、カーボンブラック、各種顔料、銀、亜鉛、これらの化合物などを含む抗菌剤、消臭剤、帯電防止剤、酸化窒素捕捉剤、熱酸化安定剤、光安定剤等を併用して含有してもよい。

また、単系のバラけを抑制するためにアルコールとカルボン酸又はリン酸の縮合物からなるエステル化合物やリン酸エステル化合物を含有してもよい。エステル化合物やリン酸エステル化合物の好適な例としては、クエン酸トリメチルやアジピン酸ビス（2-エチルヘキシル）、安息香酸メチル、安息香酸ベンジル、ジ安息香酸ジエチレングリコール、ジ安息香酸ジプロピレングリコール、トリメット酸トリメチル、フタル酸ジブチル、リン酸トリクレジル、リン酸ジフェニル 2-エチルヘキシル等が挙げられ、また、上記化合物のいずれか2つ以上を組み合わせ使用してもよい。

[0028] このようにして得られたポリウレタン重合体は、公知の乾式紡糸、熔融紡糸又は湿式紡糸法等で繊維状に成形し、ポリウレタン弾性繊維を得ることができる。また、異なる原料を用いて重合したポリウレタン重合体を紡糸の前段階で混合して紡糸してもよい。好ましい紡糸方法としては、ポリウレタン重合体をアミド系極性溶媒に溶解して得られたポリウレタン紡糸原液を乾式紡糸である。乾式紡糸は、熔融紡糸や湿式紡糸に比べて、ハードセグメント間の水素結合による物理架橋を最も強固に形成させることができる。

[0029] 本実施形態のポリウレタン弾性繊維は、解舒時の抵抗や使用時の摩擦を低減するために表面処理剤を含有させて使用することができる。表面処理剤は、紡糸原液にあらかじめ練りこんでおいてもよいし、紡糸時に紙管に巻き取る前にロールオイリングや、ガイドオイリング等の公知の方法によって付与してもよい。あるいは表面処理剤を付与せずに巻き取った後に巻き返して別の巻糸体を作る工程で表面処理剤を付与しても構わない。ポリウレタン弾性繊維へ表面処理剤を含有させる際、コスト及び品質の観点からは、ポリウレ

タン弾性繊維重量に対する表面処理剤の含有量は1.0重量%以上4.0重量%以下が好ましく、表面処理剤としては前記含有率の全範囲において所望の効果が奏されることが好ましい。

[0030] 表面処理剤の構成としては、特に限定されないが、ポリジメチルシロキサン、ポリエステル変性シリコーン、ポリエーテル変性シリコーン、アミノ変性シリコーンなどのシリコーンオイルや、後述する炭化水素化合物、鉱物性微粒子、例えば、シリカ、コロイダルアルミナ、タルク等、高級脂肪酸金属塩粉末、例えば、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸カルシウム等、高級脂肪族カルボン酸、高級脂肪族アルコール、パラフィン、及びポリエチレン等の常温で固形状ワックス等の公知の表面処理剤を組み合わせることができる。シリコーンオイルとしてはポリジメチルシロキサンが好ましく、摩擦の低減という観点からは25℃における動粘度が $15\text{ mm}^2/\text{s}$ 以下であることが好ましい。またシリコーンオイルの含有量としては、単糸バラけを抑制できるという観点から、ポリウレタン弾性繊維に対して2.0重量%以下が好ましく、より好ましくは1.5重量%以下、さらに好ましくは1.0重量%以下である。

[0031] 本実施形態のポリウレタン弾性繊維が含有する炭化水素化合物は、炭素と水素のみからなる化合物である。本実施形態のポリウレタン弾性繊維は、前記特定化合物以外の炭化水素化合物を含有してもよい。

[0032] 本実施形態のポリウレタン弾性繊維は、後述の方法にてヘキサンで抽出した溶液のGC/MSによって測定される前記特定化合物のピーク面積と前記特定化合物以外の炭化水素化合物のピーク面積の和で示される炭化水素化合物由来のピークの全面積のうち、保持時間が同条件で測定されるトリアコンタンよりも長い成分の面積が5%未満であることが好ましい。前記の炭化水素化合物由来のピークの全面積のうちトリアコンタンの保持時間よりも保持時間の長い成分の面積が5%未満であると、式中、 $n = 2 \sim 5$ である前記式(1)の特定化合物の流動性が良好となるため、式中、 $n = 2 \sim 5$ である前記式(1)の特定化合物がポリウレタン弾性繊維の表面上に局在化しやすく

なり、解舒性をさらに高めることができると考えている。トリアコンタンの保持時間よりも保持時間の長い成分のより好ましい面積としては3%未満である。

本実施形態のポリウレタン弾性繊維は、後述の方法にてヘキサンで抽出したGC/MSによって測定される前記特定化合物のピーク面積と前記特定化合物以外の炭化水素化合物のピーク面積の和で示される炭化水素化合物由来のピークの全面積のうち、保持時間が同条件で測定されるオクトコサンよりも長い成分の面積が5%未満であることがさらに好ましい。前記の炭化水素化合物由来のピークの全面積のうちオクトコサンの保持時間よりも保持時間の長い成分の面積が5%未満であると、式中、 $n = 2 \sim 5$ である前記式(1)の特定化合物の流動性が良好となるため、式中、 $n = 2 \sim 5$ である前記式(1)の特定化合物がポリウレタン弾性繊維の表面上にさらに局在化しやすくなり、解舒性をよりいっそう高めることができると考えている。オクトコサンの保持時間よりも保持時間の長い成分のより好ましい面積としては3%未満である。

[0033] 本実施形態のポリウレタン弾性繊維は、後述の方法にてヘキサンで抽出したGC/MSによって測定される前記特定化合物のピーク面積と前記特定化合物以外の炭化水素化合物のピーク面積の和で示される炭化水素化合物由来のピークの全面積のうち、保持時間が同条件で測定されるヘキサデカンよりも短い成分の面積が5%未満であることが好ましい。前記の炭化水素化合物由来のピークの全面積のうちヘキサデカンの保持時間よりも保持時間の短い成分の面積が5%未満であると、炭化水素化合物の流動性が適度であるためポリウレタン弾性繊維の単糸バラけが起こりにくくなり、糸切れ等が起こりにくくなると考えられる。ヘキサデカンの保持時間よりも保持時間が短い成分のより好ましい面積としては3%未満である。

[0034] 本実施形態のポリウレタン弾性繊維は、後述の方法にてヘキサンで抽出したGC/MSによって測定される前記特定化合物のピーク面積と前記特定化合物以外の炭化水素化合物のピーク面積の和で示される炭化水素化合物由来

のピークの全面積のうち、保持時間が同条件で測定されるオクタデカンよりも短い成分の面積が20%未満であることが好ましい。前記の炭化水素化合物由来のピークの全面積のうちオクタデカンの保持時間よりも保持時間の短い成分の面積が20%未満であると、炭化水素の流動性がより適度となるためポリウレタン弾性繊維の単糸バラけが起こりにくくなり、糸切れ等が起こりにくくなると考えられる。オクタデカンの保持時間よりも保持時間が短い成分のより好ましい面積としては15%未満である。

[0035] 本実施形態のポリウレタン弾性繊維は、後述の方法にてヘキサンで抽出したGC/MSによって測定される前記特定化合物のピーク面積と前記特定化合物以外の炭化水素化合物のピーク面積の和で示される炭化水素化合物由来のピークの全面積のうち、保持時間が同条件で測定されるオクタデカンとオクトコサンの保持時間の間に含まれる成分の面積が80%以上であることが好ましい。前記の炭化水素化合物由来のピークの全面積のうち、保持時間がオクタデカンとオクトコサンの保持時間の間に含まれる成分の面積が80%以上であると、炭化水素化合物の流動性がさらに適度になり、単糸バラけの発生率を上げることなく、解舒性向上効果をさらに改善することができる。オクタデカンとオクトコサンの保持時間の間の成分の面積としては90%以上であることが好ましく、より好ましくは95%以上である。

[0036] 尚、前記GC/MSによって測定される各成分の面積は、本発明の他の実施形態である表面処理剤においても同様である。

[0037] 前記特定化合物以外の炭化水素化合物としては、炭素と水素のみからなる化合物であれば特に限定はないが、軽質イソパラフィン、合成スクワラン、植物性スクワラン、スクワラン、セレシン、パラフィン、ワセリン、マシン油、スピンドル油、ナフテン油、流動パラフィン、流動イソパラフィン、ポリアルファオレフィン、ポリイソブチレン、ポリブテン等が挙げられ、1種又は2種以上を使用してもよい。また、それらの炭化水素化合物の中に前記特定化合物が予め含まれていても構わない。式中、 $n = 2 \sim 5$ である前記式(1)の化合物との相乗効果の得られる好適な例としては、流動パラフィン

が好ましく、その平均分子量は450未満であることがより好ましい。また、それらは飽和炭化水素のみからなることが好ましい。さらに好ましくは流動パラフィンのパラフィン／ナフテン比が50／50～80／20の範囲である。さらにより好ましくは流動パラフィンの製法が水素化法ではなく、硫酸洗浄による不純物除去を得て製造されたものであると前述の特徴を満たす炭化水素化合物を得やすい。前記特定化合物と前記特定化合物以外の炭化水素化合物の合計含有量としては、単糸バラけを抑制できるという観点から糸に対して2.0重量%以下がよく、1.5重量%以下がより好ましい。

[0038] 本実施形態のポリウレタン弾性繊維は、綿、絹、羊毛等の天然繊維、ナイロン6やナイロン66等のポリアミド繊維、ポリエチレンテレフタレート、ポリトリメチレンテレフタレート、ポリテトラメチレンテレフタレート等のポリエステル繊維、カチオン可染ポリエステル繊維、銅アンモニア再生レーヨン、ビスコースレーヨン、及びアセテートレーヨン等と交編織したり、又は、これらの繊維を用いて被覆、交絡、合撚等により加工糸とした後、交編織することによって斑のない高品位な布帛を得ることができる。特にポリウレタン弾性繊維を用いた布帛では生産量が多く、ベア糸で供給されるため、原糸の品位の影響が大きい経編物に好適である。経編生地には、パワーネット、サテンネット、ラッセルレース、ツーウェイトリコットなどがあるが、本実施形態のポリウレタン弾性繊維を用いることで、経方向の筋の少ない高品位な布帛を得ることができる。

[0039] 本実施形態のポリウレタン弾性繊維を用いた布帛は、水着、ガードル、ブラジャー、タイツ、パンティストッキング、ウェストバンド、ボディースーツ、スパッツ、ストレッチスポーツウェア、ストレッチアウター、医療用ウェア、ストレッチ裏地等の用途に用いることができる。

[0040] 本実施形態のポリウレタン弾性繊維は、生理用品や紙おむつ等の衛生材料製品にも好適に用いることができ、平滑性が良好であり、摩擦性の変動が小さいため、高い生産性と製品の安定性を得ることができる。また式中、 $n = 2 \sim 5$ の前記式(1)の特定化合物の解舒性向上効果により、各種接着方法

における接着性の阻害因子であるシリコンオイルを減量することが可能となるため、ホットメルト接着剤や熱プレス、超音波接着等の衛生材料製造装置における各種接着法に対しても好適で、尿漏れ等の問題を引き起こす製品欠陥の一つであるポリウレタン弾性繊維のスリップインと呼ばれる現象の発生率が低く、ストレッチ性の高い衛生材料製品を得ることができる。

[0041] 本発明の他の実施形態は、前記したように、式中、 n が2～5の整数である前記式(1)の特定化合物を0.10重量%以上25重量%以下含有することを特徴とするポリウレタン弾性繊維用表面処理剤である。式中、 n が2～5の整数である前記式(1)の特定化合物を上記特定範囲の含有量とすることでポリウレタン弾性繊維の解舒性が向上する理由は定かではないが、そうすることで、上記特定化合物がポリウレタン弾性繊維の表面上に局在化しやすくなり、表面での上記特定化合物の高い含有量に因り解舒性を向上させることができると考えられる。より高い解舒性が得られるという観点からは、上記特定化合物の含有量が、0.10重量%以上20重量%以下が好ましく、より好ましくは0.10重量%以上17重量%以下である。

[0042] 本実施形態の繊維用表面処理剤に含有される炭化水素化合物は、炭素と水素のみからなる化合物である。本実施形態の繊維用表面処理剤は、前記特定化合物以外の炭化水素化合物を含有してもよい。前記特定化合物以外の炭化水素化合物としては、軽質イソパラフィン、合成スクワラン、植物性スクワラン、スクワラン、セレシン、パラフィン、ワセリン、マシン油、スピンドル油、ナフテン油、流動パラフィン、流動イソパラフィン、ポリアルファオレフィン、ポリイソブチレン、ポリブテン等が挙げられ、1種又は2種以上を使用してもよい。またそれらの炭化水素化合物の中に前記特定化合物があらかじめ含まれていても構わない。式中、 $n=2\sim5$ である前記式(1)の特定化合物との相乗効果の得られる好適な例としては、流動パラフィンが好ましく、その平均分子量は450未満であることがより好ましい。またそれらは飽和炭化水素のみからなることが好ましい。さらに好ましくは流動パラフィンのパラフィン／ナフテン比が50／50～80／20の範囲である。

さらにより好ましくは流動パラフィンの製法が水素化法ではなく、硫酸洗浄による不純物除去を得て製造されたものが好ましい。

[0043] 本実施形態の繊維用表面処理剤は、シリコーンオイルを20重量%以上70重量%以下でさらに含有することが好ましい。式中、 $n = 2 \sim 5$ である前記式(1)の特定化合物を含有し、さらにシリコーンオイルの含有量を上記範囲内とすることで、シリコーンオイルの含有量が70重量%以下であるにも拘わらず、シリコーンオイルの含有量が70重量%を超える含有量の繊維用表面処理剤と同等以上の解舒性能を発揮することができる。またシリコーンオイルの含有量が少ないため、単糸バラけの発生を抑制することができ、また高価なシリコーンオイルの使用量を減らすことができるため、シリコーンオイルの含有量が70重量%を超える含有量の繊維用表面処理剤に比べて、コストダウン効果が期待できる。シリコーンオイルの含有量が20重量%未満であると十分な解舒性能を得ることができず、また70重量%を超えると、単糸バラけが発生しやすくなってしまい、また、コスト面も課題となってしまう。シリコーンオイルとしては、ポリジメチルシロキサンが上げられ、摩擦を低減できるという観点から、25℃における動粘度が $15 \text{ mm}^2/\text{s}$ 以下であることが好ましい。

[0044] 本実施形態の繊維用表面処理剤は、上述のシリコーンオイル、特定化合物、特定化合物以外の炭化水素化合物の他にポリエステル変性シリコーン、ポリエーテル変性シリコーン、アミノ変性シリコーン、鉱物性微粒子、例えば、シリカ、コロイダルアルミナ、タルク等、高級脂肪酸金属塩粉末、例えば、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸カルシウム等、高級脂肪族カルボン酸、イソステアリルアルコールに代表される高級脂肪族アルコール、パラフィン、及びポリエチレン等の常温で固形状ワックス等の公知の表面処理剤を組み合わせ使用することができる。

また、単糸のバラけを抑制するためにアルコールとカルボン酸又はリン酸の縮合物からなるエステル化合物やリン酸エステル化合物を繊維用表面処理剤に含有してもよい。エステル化合物やリン酸エステル化合物の好適な例と

しては、クエン酸トリメチルやアジピン酸ビス（２－エチルヘキシル）、安息香酸メチル、安息香酸ベンジル、ジ安息香酸ジエチレングリコール、ジ安息香酸ジプロピレングリコール、トリメット酸トリメチル、フタル酸ジブチル、リン酸トリクレジル、リン酸ジフェニル２－エチルヘキシル等が挙げられ、また、上記化合物のいずれか２つ以上を組み合わせ使用してもよい。

[0045] 本実施形態の繊維用表面処理剤は、ロールオイリング、ガイドオイリング、スプレーオイリング等の公知の方法において適用することができる。

実施例

[0046] 以下、実施例、比較例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明は実施例により何ら限定されるものではない。尚、以下の実施例、比較例に使用した測定法、評価法等は下記の通りのものであった。

[0047] （１）式中、 $n = 2 \sim 5$ である式（１）の特定化合物の同定・定量方法

２ｇに精秤したポリウレタン弾性繊維を５０ｇのヘキサンに浸漬して１０分間超音波をかけて抽出した後、エバポレータでヘキサンを留去した。その後、同じ容器にて抽出後のポリウレタン弾性繊維を再度５０ｇのヘキサンに浸漬し、１０分間超音波をかけて抽出した後、ポリウレタン弾性繊維を取り除き、エバポレータでヘキサンを留去することでヘキサンによる抽出物を得た。この抽出物の濃度が１６００ppmとなるようヘキサンで希釈したサンプルを抽出液サンプルとして、GC/MS測定に供した。尚、抽出物の量が少ない場合は、ポリウレタン弾性繊維を適宜増量して同様の操作を行ってもよい。

詳細なGC/MSの条件は下記の通りであった。

装置 : Agilent 6890 GC, MSD-5973

カラム : DB-5MS (30m、0.25 μ m、ID 0.25mm)

オープン : 40℃ (2分) - 8℃/分 - 320℃ (5分)

INJ/DET : 325℃/325℃

ガス : ヘリウム

流量 : 1.0 ml / 分

注入量 : 1.0 μ l

注入方法 : Split 10 : 1

[0048] (2) GC/MS測定における炭化水素化合物の各面積の算出

前記(1)と同様にしてポリウレタン弾性繊維からの抽出物をGC/MSにて測定し、炭化水素化合物由来の全ピーク面積に対するトリアコンタンよりも保持時間の長い成分の面積をC30以上の成分の面積、オクトコサンよりも保持時間の長い成分の面積をC28以上の成分の面積、ヘキサデカンよりも保持時間の短い成分の面積をC16以下の成分の面積、オクタデカンよりも保持時間の短い成分の面積をC18以下の成分の面積、ヘキサデカンとトリアコンタンの保持時間の間に保持時間を有する成分の面積をC16-C30の成分の面積、オクタデカンとトリアコンタンの保持時間の間に保持時間を有する成分の面積をC18-C30の成分の面積、オクタデカンとオクトコサンの保持時間の間に保持時間を有する成分の面積をC18-C28の成分の面積としてそれぞれ百分率にて算出した。各面積の算出においてGC/MSにて炭化水素化合物由来ではない成分は除去して計算した。炭化水素化合物のピークは混合物の場合、ブロードに検出される場合があるため、その場合はピークの立ち上がり始めを始点とし、ピークの検出値が無視できるレベルまでなくなり始めた点を終点とし、始点と終点を直線で結んだベースラインから面積を算出した。

[0049] (3) GC/MS測定における繊維用表面処理剤中の炭化水素化合物の各面積の算出

表面処理剤を1600 ppmまでヘキサンで希釈し、前記(1)、(2)と同様に、表面処理剤中の各成分の値を算出した。尚、表面処理剤の混合前の原料を入手可能な場合は、測定をより簡易にするために炭化水素化合物そのものをヘキサンで1600 ppmまで希釈して、前記(1)、(2)と同様に測定した。

[0050] (4) 解舒性

紙管に巻幅60mmで総重量3kgになるように巻き取った後、ポリウレタン弾性繊維を20℃60%RHの環境に2日間静置した後、紙管から2cmのところまで糸を剥ぎ取って測定サンプルとし、測定サンプルの端面方向に15m/minで糸を消極解舒し、その時の張力を5分間測定し、その平均値を解舒張力とし、下記評価基準に従い7段階で判定した。解舒張力が低いほど、ポリウレタン弾性繊維がスムーズに解舒され、解舒時の糸切れが起こりにくいことが期待できる。ここでいう消極解舒とは、タテどり方式で解舒する方法のことをいう。

7 : 10g未満

6 : 10g以上13g未満

5 : 13g以上15g未満

4 : 15g以上25g未満

3 : 25g以上30g未満

2 : 30g以上35g未満

1 : 35g以上または糸切れ

[0051] (5) 単糸バラけ発生率 (%)

長さ40mmのマルチフィラメントを10本平行に並ぶようにデマッチャー試験機にセットし、240mmの長さになるまで糸長方向に伸張し、再び元の40mmまで緩める伸張繰り返し操作を200rpmの速度で5000回行う。その後、図4に示すように、長さ40mmのマルチフィラメントを平らに置いた状態で、マルチフィラメント中の最も単糸が収束している部分からの距離が最大で0.5mm以上離れている単糸が発生した場合と単糸が切れた場合に単糸バラけが発生したとする。測定は同一サンプルあたり1組10本で5回測定を行い、合計50本の糸のうち何本バラけが発生したかをカウントし、発生率を計算し、下記7段階で評価した。単糸バラけ発生率が低いほど、ポリウレタン弾性繊維の使用時に単糸割れに由来する糸切れが起こりにくいことが期待できる。

7 : 発生率0%以上3%未満

- 6 : 発生率 3 % 以上 5 % 未満
- 5 : 発生率 5 % 以上 10 % 未満
- 4 : 発生率 10 % 以上 15 % 未満
- 3 : 発生率 15 % 以上 20 % 未満
- 2 : 発生率 20 % 以上

[0052] [式中、 $n = 2 \sim 5$ である式(1)の特定化合物の紡糸原液への練り込みによる実施例1～12、比較例1～7]

[実施例1]

数平均分子量2000のポリテトラメチレンエーテルグリコール2000gと、4, 4'-ジフェニルメタンジイソシアネート400gとを、乾燥窒素雰囲気下、60℃で3時間、撹拌下で反応させて、末端がイソシアネートでキャップされたポリウレタンプレポリマーを得た。これを室温まで冷却した後、ジメチルアセトアミドを加え、溶解してポリウレタンプレポリマー溶液とした。別途、エチレンジアミンとジエチルアミンを乾燥ジメチルアセトアミドに溶解したアミン溶液を作製し、ウレタンプレポリマー中のイソシアネート基とアミン溶液中のアミノ基の比率が1 : 1.03となるように添加し、10℃で冷却しながら反応させることで、ポリウレタン固形分濃度30質量%、粘度450 Pa・s (30℃)のポリウレタン溶液を得た。

ポリウレタン固形分に対し、4, 4'-ブチリデンビス(3-メチル-6-tert-ブチルフェノール)を1wt%、2-(2'-ヒドロキシ-3'-tert-ブチル-5'-メチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾールを0.5wt%、および、25℃における動粘度が10 mm²/sのポリジメチルシロキサンを糸重量に対して0.5wt%、式中、 $n = 2 \sim 5$ である式(1)の特定化合物としてフィタン($n = 3$)を糸重量に対して50 ppmになるように秤量し、ジメチルアセトアミドに溶解した後で、ポリウレタン溶液と混合して、均一な溶液とした後、室温、減圧下で脱泡し、これを紡糸原液とした。

この紡糸原液を、巻き取り速度500m／分、熱風温度300℃で、48個のノズルからなる紡口を用いて乾式紡糸し、圧縮空気による仮撚装置で集束した後、紙製の紙管に巻き取り、470dt／48フィラメントのポリウレタン弾性繊維の巻き取りパッケージを得た。

[0053] [実施例2～12]

以下の表1に示す特定化合物の含有量、炭化水素化合物の面積比率となるように、特定化合物と特定化合物以外の炭化水素化合物からなる炭化水素混合物を適宜含有させた以外は、実施例1と同様にしてポリウレタン弾性繊維を得た。

[0054] [比較例1]

フィタン含有させない以外は、実施例1と同様にしてポリウレタン弾性繊維を得た。

[0055] [比較例2]

ポリジメチルシロキサンの含有量を1.0wt％に変更した以外は、比較例1と同様にしてポリウレタン弾性繊維を得た。

[0056] [比較例3～6]

以下の表1に示す、特定化合物の含有量、炭化水素化合物の面積比率となるように、特定化合物と特定化合物以外の炭化水素化合物からなる炭化水素混合物、特定化合物以外の炭化水素化合物を適宜含有させた以外は、実施例1と同様にしてポリウレタン弾性繊維を得た。

[0057] [比較例7]

以下の表1に示すポリジメチルシロキサンの含有量となるようにした以外は、比較例4と同様にしてポリウレタン弾性繊維を得た。

[0058]

[表1]

	ポリジメチル シロキサン 含有量 (wt%)	繊維中の 式1化合物の含有量 (ppm)										繊維のヘキサン抽出物の GC/MS測定における炭化水素化合物の各面積 (%)							評価	
		n							n=2-5 合計	C16 以下	C18 以下	C28 以上	C30 以上	C16-30	C18-30	C18-28	解舒性	単系ばらけ 発生率 (%)		
		1	2	3	4	5	5以上	n=2-5 合計	C16 以下	C18 以下	C28 以上	C30 以上	C16-30	C18-30	C18-28					
		1	2	3	4	5	5以上													
実施例1	0.5	0	0	50	0	0	0	50	0	0	0	0	100	100	100	7	7			
実施例2	0.5	0	10	30	10	0	0	50	0	0	1	0	100	100	99	7	7			
実施例3	0.5	0	5	15	5	0	0	25	2	9	1	0	98	91	90	6	7			
実施例4	0.5	0	100	300	100	0	0	500	2	9	1	0	98	91	90	7	7			
実施例5	0.5	0	1800	5400	1800	0	0	9000	2	9	1	0	98	91	90	7	5			
実施例6	0.5	0	0	100	300	100	0	500	0	0	6	2	98	98	94	6	7			
実施例7	0.5	0	0	0	100	400	0	500	0	0	7	4	96	96	93	5	6			
実施例8	0.5	0	0	0	0	500	0	500	0	0	10	7	93	93	90	4	6			
実施例9	0.5	100	300	100	0	0	0	400	7	11	0	0	93	89	89	7	5			
実施例10	0.5	300	200	0	0	0	0	200	9	28	0	0	91	72	72	7	4			
実施例11	0.5	100	100	100	100	100	0	400	13	27	9	6	81	67	64	4	4			
実施例12	0.0	0	1800	5400	1800	0	0	9000	2	9	1	0	98	91	90	5	6			
比較例1	0.5	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	3	3			
比較例2	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	4	3			
比較例3	0.5	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	100	100	100	4	2			
比較例4	0.5	0	2900	8700	2900	0	0	14500	0	0	1	0	98	91	90	4	2			
比較例5	0.5	100	0	0	0	0	0	0	100	100	0	0	0	0	0	3	2			
比較例6	0.5	0	0	0	0	0	100	0	0	0	100	100	0	0	0	2	3			
比較例7	0.0	0	2900	8700	2900	0	0	14500	0	0	1	0	98	91	90	2	3			

[0059] [ポリウレタン弾性繊維用表面処理剤の調製方法である実施例13～20、
比較例8～12]

以下の表 2 に示す、特定化合物の含有量、炭化水素化合物の面積比率となるように、ポリジメチルシロキサンと、特定化合物、特定化合物と特定化合物以外の炭化水素化合物からなる炭化水素の混合物、または、特定化合物以外の炭化水素化合物とを適宜混合し、室温で 30 分間攪拌羽にて混合して、ポリウレタン弾性繊維用処理剤を得た。

[0060]

[表2]

	ポリジメチル シロキサン 含有量 (wt%)	繊維表面処理剤中の 式1化合物の含有量 (wt%)										繊維処理剤に含有される炭化水素化合物の各面積 (%)							原料 コスト	
		n						n=2-5 合計	C16以下	C18以下	C28以上	C30以上	C16-30	C18-30	C18-28					
		1	2	3	4	5	6以上													
実施例13	99	0	0	1	0	0	0	1.0	0	0	0	0	0	0	100	100	100	×		
実施例14	60	0	0	1	0	0	0	1.0	0	0	0	0	0	1	0	100	100	99	○	
実施例15	60	0	0	0.1	0	0	0	0.1	0	0	0	0	0	1	0	100	100	99	○	
実施例16	60	0	0	15	0	0	0	15.0	0	0	0	15.0	0	1	0	100	100	99	○	
実施例17	50	0	0.1	0.3	0.1	0	0	0.5	0	0	0	0.5	0	1	0	100	100	99	○	
実施例18	50	0	0	0	0	0.5	0	0.5	0	0	0	0.5	0	0	10	7	93	90	○	
実施例19	30	0	0.3	0.9	0.3	0	0	1.5	0	0	0	1.5	0	1	0	100	100	99	○	
実施例20	10	0	1	3	1	0	0	5.0	0	0	0	5.0	0	1	0	100	100	99	○	
比較例8	100	0	0	0	0	0	0	0.0	0	0	0	0.0	0	0	0	0	0	0	×	
比較例9	60	0	0	0	0	0	0	0.0	0	0	0	0.0	0	0	0	0	100	100	○	
比較例10	60	0	7	21	7	0	0	35.0	0	0	0	35.0	0	0	1	0	98	91	90	○
比較例11	60	0.2	0	0	0	0	0	0.0	100	100	0	0	0	0	0	0	0	0	○	
比較例12	60	0	0	0	0	0	0.2	0.0	0	0	0	0.2	0	0	100	0	0	0	○	

[0061] 表2中、ポリジメチルシロキサンの含有量が70%を超えるものを、ポリウレタン弾性繊維用処理剤としての原料コストが高いとして「×」、70%を下回るものを原料コストが低いとして「○」とした。

[0062] [ポリウレタン弾性繊維用処理剤を付与したポリウレタン弾性繊維の実施例 21～28、比較例 13～18]

数平均分子量 2000 のポリテトラメチレンエーテルグリコール 2000 g と、4, 4' - ジフェニルメタンジイソシアネート 400 g とを、乾燥窒素雰囲気下、60℃で3時間、攪拌下で反応させて、末端がイソシアネートでキャップされたポリウレタンプレポリマーを得た。これを室温まで冷却した後、ジメチルアセトアミドを加え、溶解してポリウレタンプレポリマー溶液とした。別途、エチレンジアミンとジエチルアミンを乾燥ジメチルアセトアミドに溶解したアミン溶液を作製し、ウレタンプレポリマー中のイソシアネート基とアミン溶液中のアミノ基の比率が 1 : 1.03 となるように添加し、10℃で冷却しながら反応させることで、ポリウレタン固形分濃度 30 質量%、粘度 450 Pa・s (30℃) のポリウレタン溶液を得た。

ポリウレタン固形分に対し、4, 4' - ブチリデンビス (3 - メチル - 6 - t - ブチルフェノール) を 1 wt %、2 - (2' - ヒドロキシ - 3' - t - ブチル - 5' - メチルフェニル) - 5 - クロロベンゾトリアゾールを 0.5 wt % になるように秤量し、ジメチルアセトアミドに溶解した後で、ポリウレタン溶液と混合して、均一な溶液とした後、室温、減圧下で脱泡し、これを紡糸原液とした。

この紡糸原液を、巻き取り速度 500 m/分、熱風温度 300℃で、真円形状の孔 48 個からなる紡口を用いて乾式紡糸し、圧縮空気による仮撚装置で集束した後、表 3 に記載した付与量と種類の表面処理剤をノズルオイリングにてポリウレタン弾性繊維に付与した後、紙製の紙管に巻き取り、470 dt / 48 フィラメントのポリウレタン弾性繊維の巻き取りパッケージを得た。

[0063] [実施例 29、比較例 19]

ポリウレタン弾性繊維用処理剤をノズルオイリングではなく、紡糸原液に練り込んだ以外は、実施例 21～28、比較例 13～18 と同様に、470 dt / 48 フィラメントのポリウレタン弾性繊維の巻き取りパッケージを得

た。

[0064] [表3]

	繊維 処理剤	繊維処理剤 の付与量 (wt%)	繊維中の 式I化合物の含有量 (ppm)										繊維のヘキサン抽出物の GC/MS測定における炭化水素化合物の各面積 (%)							評価	
			n										C16 以下	C18 以下	C28 以上	C30 以上	C16-30	C18-30	C18-28	解舒性	単系ばらけ 発生率 (%)
			n																		
			1	2	3	4	5	6以上	n=2-5 合計												
実施例21	実施例13	1.0	0	0	100	0	0	0	100	0	0	0	0	0	0	100	100	100	7	5	
実施例22	実施例14	1.0	0	0	100	0	0	0	100	0	0	1	0	100	100	99	7	7			
実施例23	実施例15	1.0	0	0	10	0	0	0	10	0	0	1	0	100	100	99	6	6			
実施例24	実施例16	1.0	0	0	1500	0	0	0	1500	0	0	1	0	100	100	99	7	7			
実施例25	実施例17	1.0	0	10	30	10	0	0	50	0	0	1	0	100	100	99	7	7			
実施例26	実施例18	1.0	0	0	0	0	50	0	50	0	0	10	7	93	93	90	4	6			
実施例27	実施例19	1.0	0	30	90	30	0	0	150	0	0	1	0	100	100	99	6	6			
実施例28	実施例20	1.0	0	100	300	100	0	0	500	0	0	1	0	100	100	99	5	6			
実施例29	実施例14 (繰り込み)	1.0	0	0	100	0	0	0	100	0	0	1	0	100	100	99	7	7			
比較例13	比較例8	1.0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	4	3			
比較例14	比較例8	2.0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	5	3			
比較例15	比較例9	1.0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	100	100	100	4	3			
比較例16	比較例10	4.0	0	2800	8400	2800	0	0	14000	0	0	1	0	98	91	90	4	3			
比較例17	比較例11	1.0	20	0	0	0	0	0	0	100	100	0	0	0	0	0	3	3			
比較例18	比較例12	1.0	0	0	0	0	0	0.2	0	0	0	100	100	0	0	0	3	3			
比較例19	比較例9 (繰り込み)	1.0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	100	100	100	4	3			

産業上の利用可能性

[0065] 本発明に係る特定の分岐炭化水素化合物を特定量含有したポリウレタン弾性繊維は、シリコンオイルの含有量が少なくても、解舒性が良好であり、マルチフィラメントの単糸バラけが少ないポリウレタン弾性繊維である。それゆえ、本発明に係るポリウレタン弾性繊維のポリウレタン弾性繊維は、布帛、衛生材料製品等に好適に利用可能である。