

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

D01F 6/84

D01F 6/82 D01F 6/92

D01F 6/46 D01F 8/14

C08G 63/199 C08G 69/44

C08L 67/02 C08L 77/12



[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 99812601.2

[45] 授权公告日 2004 年 9 月 22 日

[11] 授权公告号 CN 1167836C

[22] 申请日 1999. 8. 6 [21] 申请号 99812601. 2

[30] 优先权

[32] 1998. 8. 28 [33] US [31] 09/143437

[32] 1998. 11. 6 [33] US [31] 09/187004

[86] 国际申请 PCT/US1999/017830 1999. 8. 6

[87] 国际公布 WO2000/012792 英 2000. 3. 9

[85] 进入国家阶段日期 2001. 4. 25

[71] 专利权人 伊斯曼化学公司

地址 美国田纳西州

[72] 发明人 W·A·海勒 L·R·德安

R·L·麦科内尔

审查员 姚文

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 杨九昌

权利要求书 6 页 说明书 28 页

[54] 发明名称 共聚多酯、包含该共聚多酯的纤维和粘合纤维

[57] 摘要

本发明涉及由共聚多酯制备的纤维、特别是粘合纤维以及共聚多酯本身。本发明的共聚多酯通常由含 1, 3 - 或 1, 4 - 环己烷二甲醇和乙二醇的二元醇组分和至少一种二羧酸组分形成。这种共聚多酯可制成各种产物, 特别是用于无纺布、织物和工业用纱的粘合纤维和复合材料。

ISSN 1008-4274

- 1、一种纤维，该纤维包含由下面反应产物形成的共聚多酯：
二元醇组分和二羧酸组分和上至 20 摩尔%的胺化合物，
5 其中所述二元醇组分包含 5 至 60 摩尔%的 1,3-或 1,4-环己烷二甲醇和 40 至 95 摩尔%的乙二醇，
其中所述二羧酸组分包含至少 50 摩尔%的二羧酸组分，该组分是含 8 到 14 个碳原子的芳族二羧酸、含 4 到 12 个碳原子的脂族二羧酸、具有 8 到 12 个碳原子的环脂族二羧酸或其混合物的酸、酸酐、酰氯或
10 酯，和
其中所述共聚多酯具有 0.36 至 0.58 的比浓对数粘度范围。
- 2、权利要求 1 的纤维，其中所述共聚多酯并不包含任何锑催化材料。
- 3、权利要求 1 的纤维，其中所述共聚多酯在上至 20 摩尔%的至少一种选自氨基醇、氨基酸、二胺、内酰胺和其混合物的胺化合物的存在下形成。
15
- 4、权利要求 1 的纤维，其中所述纤维为双组分粘合纤维，所述双组分纤维包括：
25 至 90 重量%的聚合芯部分；和
20 10 至 75 重量%的皮部分，包括二元醇组分和二羧酸组分的反应产物。
- 5、权利要求 4 的双组分纤维，其中所述芯部分是选自对苯二甲酸乙二醇酯、聚对苯二甲酸环己基二亚甲酯、聚对苯二甲酸丙二醇酯、聚对苯二甲酸丁二醇酯或其混合物的聚合材料。
- 25 6、权利要求 1 的纤维，其中所述纤维为所述聚酯和另一种聚酯、聚烯烃或官能化聚烯烃的熔融共混物。
- 7、一种粘合纤维，包括由下面反应产物形成的共聚多酯：
二元醇组分与二羧酸组分和上至 20 摩尔%的胺化合物，

其中所述二元醇组分包含5至60摩尔%的1,3-或1,4-环己烷二甲醇和40至95摩尔%的乙二醇,

其中所述二羧酸组分包含至少50摩尔%的二羧酸组分,该组分是含8至14个碳原子的芳族二羧酸、含4到12个碳原子的脂族二羧酸、
5 具有8到12个碳原子的环脂族二羧酸或其混合物的一种酸、酸酐、酰氯或酯,和

其中所述共聚多酯具有0.36-0.58的比浓对数粘度范围。

8、权利要求7的粘合纤维,其中所述胺化合物选自氨基醇、氨基酸、二胺、内酰胺和其混合物。

10 9、权利要求7的粘合纤维,其中所述二羧酸组分为对苯二甲酸、间苯二甲酸、萘二甲酸或1,3-或1,4-环己烷二羧酸的酯的一种酯或混合物。

10、权利要求7的粘合纤维,其中所述共聚多酯的比浓对数粘度范围为0.40至0.52。

15 11、权利要求7的粘合纤维,其中所述共聚多酯在包括10至35 ppm Ti、0至70 ppm Mn、0至90 ppm Co的催化体系的存在下和在包括40至90 ppm P的催化抑制剂的存在下形成,以上含量以共聚多酯的重量为基准计。

20 12、权利要求7的粘合纤维,其中所述共聚多酯并不包含任何铈催化材料。

13、权利要求7的粘合纤维,其中所述粘合纤维是单组分粘合纤维。

14、权利要求7的粘合纤维,其中所述纤维为具有并排结构的多组分粘合纤维。

25 15、权利要求7的粘合纤维,其中所述纤维为多组分纤维并且其中所述共聚多酯为粘结层增粘剂。

16、权利要求7的粘合纤维,其中所述粘合纤维可通过热、超声频率和射频活化。

17、权利要求7的粘合纤维，其中所述粘合纤维具有20旦到微旦级的纤度并且其中所述粘合纤维为单组分或双组分粘合纤维。

18、权利要求7的粘合纤维，其中所述粘合纤维能染色成比具有相同比浓对数粘度的对苯二甲酸乙二醇酯更深的色泽。

5 19、聚酯或共聚多酯与权利要求7中所述的粘合纤维的熔融共混物，其中所述熔融共混物能比具有相同比浓对数粘度的对苯二甲酸乙二醇酯聚合物接受较高浓度的添加剂。

20、其它共聚多酯与权利要求7中所述的粘合纤维的熔融共混物，其中所述熔融共混物能比聚对苯二甲酸乙二醇酯纤维染色成更深的色泽。

21、一种纤维，该纤维包含由下面的反应产物形成的共聚多酯：
二元醇组分和二羧酸组分和上至20摩尔%的胺化合物，

其中所述二元醇组分包含5-60摩尔%的1,3-或1,4-环己烷二甲醇和40至95摩尔%的乙二醇，

15 其中所述二羧酸组分包含至少10摩尔%到50摩尔%的量的间苯二甲酸或其酸酐、酰氯或酯和至少50摩尔%的二羧酸组分，该组分是含8到14个碳原子的芳族二羧酸、含4到12个碳原子的脂族二羧酸、具有8到12个碳原子的环脂族二羧酸或其混合物的酸、酸酐、酰氯或酯，

20 其中所述共聚多酯具有0.36-0.80的比浓对数粘度范围。

22、权利要求21的纤维，其中所述共聚多酯并不包含任何镍催化材料。

23、权利要求21的纤维，其中所述共聚多酯在上至20摩尔%的至少一种选自氨基醇、氨基酸、二胺、内酰胺和其混合物的胺化合物的存在下形成。

24、权利要求21的纤维，其中所述纤维为双组分粘合纤维，该双组分纤维包括：

25 25至90重量%的聚合物芯部分；和

10 至 75 重量%的包括二元醇组分和二羧酸组分的反应产物的皮部分。

25、权利要求 24 的双组分纤维，其中所述芯部分为选自聚对苯二甲酸乙二醇酯、聚对苯二甲酸环己基二亚甲酯、聚对苯二甲酸丙二醇酯、聚对苯二甲酸丁二醇酯、聚乳酸或其混合物的聚合物材料。

26、权利要求 21 的纤维，其中所述纤维为所述聚酯与另一种聚酯、聚烯烃或官能化聚烯烃的熔融共混物。

27、一种粘合纤维，包括由下面反应产物形成的共聚多酯：

二元醇组分和二羧酸组分与上至 20 摩尔%的胺化合物，

10 其中所述二元醇组分包含 5-60 摩尔%的 1,3-或 1,4-环己烷二甲醇和 40 至 95 摩尔%的乙二醇，

其中所述二羧酸组分包含至少 10 摩尔%到 50 摩尔%的量的间苯二甲酸或其酸酐、酰氯或酯和至少 50 摩尔%的二羧酸组分，该组分是含 8 到 14 个碳原子的芳族二羧酸、含 4 到 12 个碳原子的脂族二羧酸、
15 具有 8 到 12 个碳原子的环脂族二羧酸或其混合物的酸、酸酐、酰氯或酯，

其中所述共聚多酯具有 0.36-0.70 的比浓对数粘度范围。

28、权利要求 27 的粘合纤维，其中所述胺化合物选自氨基醇、二胺、内酰胺和其混合物。

20 29、权利要求 27 的粘合纤维，其中所述二羧酸组分包含至少 50 摩尔%的对苯二甲酸、萘二甲酸或 1,3-或 1,4-环己烷二羧酸的酯的一种酯或混合物。

30、权利要求 27 的粘合纤维，其中所述共聚多酯的比浓对数粘度范围为 0.4 到 0.66。

25 31、权利要求 27 的粘合纤维，其中所述共聚多酯是在 10 至 35 ppm Ti、0 至 70 ppm Mn、0 至 90 ppm Co 的催化体系的存在下和在包括 40 至 90 ppm P 的催化抑制剂的存在下形成，上述含量以共聚多酯的重量为基准计。

32、权利要求 27 的粘合纤维，其中所述共聚多酯并不包含任何铋催化材料。

33、权利要求 27 的粘合纤维，其中所述粘合纤维为单组分粘合纤维。

5 34、权利要求 27 的粘合纤维，其中所述纤维为并排结构的多组分粘合纤维。

35、权利要求 27 的粘合纤维，其中所述纤维为多组分纤维并且其中所述聚酯为粘结层增粘剂。

10 36、权利要求 27 的粘合纤维，其中所述粘合纤维被热、超声频率和射频活化。

37、权利要求 27 的粘合纤维，其中所述粘合纤维具有 20 旦到微旦级的纤度以及其中所述双组分纤维为单组分纤维或双组分纤维。

15 38、权利要求 27 的粘合纤维，其中所述粘合纤维能比具有相同比浓对数粘度的聚对苯二甲酸乙二醇酯染色成更深的色泽。39、聚酯或共聚多酯与权利要求 27 中所述粘合纤维的熔融共混物，其中所述熔融共混物能比具有相同比浓对数粘度的聚对苯二甲酸乙二醇酯接受较高浓度的添加剂。

20 40、其它聚酯与权利要求 27 所描述的粘合纤维的熔融共混物，其中所述熔融共混物能比聚对苯二甲酸乙二醇酯纤维染色成更深的色泽。

41、一种共聚多酯，该共聚多酯由下面的反应产物形成：

二元醇组分和二羧酸组分和上至 20 摩尔%的胺化合物，

其中所述二元醇组分包含 5 至 60 摩尔%的 1,3-或 1,4-环己烷二甲醇和 40 至 95 摩尔%的乙二醇，

25 其中所述二羧酸组分包含至少 50 摩尔%的二羧酸组分，该组分是含 8 到 14 个碳原子的芳族二羧酸、含 4 到 12 个碳原子的脂族二羧酸、具有 8 到 12 个碳原子的环脂族二羧酸或其混合物的酸、酸酐、酰氯或酯；和

其中所述共聚多酯具有 0.36-0.58 的比浓对数粘度范围并且其中所述共聚多酯在包含上至 35 ppm Ti 的催化体系的存在下形成。

42、一种共聚多酯，该共聚多酯由下面的反应产物形成：

二元醇组分和二羧酸组分和上至 20 摩尔%的胺化合物，

5 其中所述二元醇组分包含 5-60 摩尔%的 1,3-或 1,4-环己烷二甲醇和 40 至 95 摩尔%的乙二醇，

其中所述二羧酸组分包含至少 10 摩尔%到 50 摩尔%的量的间苯二甲酸或其酸酐、酰氯或酯和至少 50 摩尔%的二羧酸组分，该组分是
10 含 8 到 14 个碳原子的芳族二羧酸、含 4 到 12 个碳原子的脂族二羧酸、具有 8 到 12 个碳原子的环脂族二羧酸或其混合物的酸、酸酐、酰氯或酯；

其中所述共聚多酯具有 0.36-0.80 的比浓对数粘度范围，和其中所述共聚多酯包含上至 35 ppm Ti 的催化体系的存在下形成。

共聚多酯、包含该共聚多酯的纤维和粘合纤维

5

发明领域

本发明涉及由共聚多酯制备的纤维、特别是粘合纤维和共聚多酯本身。本发明的共聚多酯通常由含1,3-或1,4-环己烷二甲醇和乙二醇的二元醇组分和至少一种二羧酸组分形成。这种共聚多酯可制成各种产物，特别是用作无纺布、织物和工业用纱的粘合纤维和复合材料。

10

发明背景

15

无纺布广泛用于各种产品。例如，无纺布适用于滤布、屋面材料、复合材料、衬料、衬里、绝缘材料、内科/外科用品、垫层、桌布和尿布。高蓬松棉胎无纺布被用于多种产品，包括盖被、礼服和文胸的罩杯。通常无纺布是以可用胶乳粘合剂、粘合纤维和粉末形式聚合物粘合的聚酯、丙烯酸、尼龙、玻璃和纤维素纤维为基础。用粘合纤维粘合无纺布提供了无需对环境不那么友好的水基粘合剂的制造无纺布的方便方法。用粘合纤维粘合的无纺布制造成本低，并提供了性能独特或优良的制品的制造方法。其它应用为提高纱的强度或减少起球的用途和在预浸料坯、预制品和宽范围的复合材料结构中的用途。

20

25

已经发现某些共聚多酯可用作粘合纤维。例如，比浓对数粘度(I.V.)在约0.6到约0.8 dl/g范围的含1,4-环己烷二甲醇的聚对苯二甲酸乙二醇酯共聚多酯已在过去用作粘合聚酯和其它纤维的粘合纤维。具较低比浓对数粘度值的共聚多酯被认为没有足够的粘合强度。

众所周知共聚多酯可通过涉及聚酯化和缩聚的方法制备。正如美国专利2,901,466、5,017,680、5,106,944和5,668,243所述，反应剂

通常包括二元醇组分和二羧酸组分。典型的一种二元酸组分为对苯二甲酸和一种二元醇为乙二醇。这种共聚多酯为相对惰性、疏水的材料，其适合于广泛的用途，包括模塑制品，正如用于汽车和仪表业的模塑制品、食品盘、纤维、板材、膜和容器(如瓶子)。但是，作为唯一二醇的乙二醇的使用伴随着不利的性状诸如泛黄和弱的纤维粘合性。的确，这种聚合物表现为不透明的晶态聚合物，其高熔融温度可使其不适合于用作粘合纤维。为了补救伴随着对苯二甲酸乙二醇酯的问题，聚对苯二甲酸乙二醇酯共聚多酯用 1,4-环己烷二甲醇或间苯二甲酸制成。

10 由于相信低比浓对数粘度的共聚多酯不能拥有足够的强度，以前用 1,4-环己烷二甲醇和对苯二甲酸形成共聚多酯的尝试均集中在具有高比浓对数粘度(即大于 0.6 的 I.V.)的共聚多酯上。具体地说，人们相信低特性粘度的共聚多酯不能提供足够的粘合强度以形成工业可接受的粘合纤维。实际上，以前制备具有 0.6-0.8dl/g 的特性粘度的含 1,4-环己烷二甲醇的聚对苯二甲酸乙二醇酯共聚多酯以形成粘合聚酯或其它纤维的粘合纤维。但是，这种尝试在提供粘合纤维形式的共聚多酯所需的高透明性和色彩或低活化温度下的粘合能力方面并不完全成功。

20 其它形成适用作为粘合纤维的共聚多酯的尝试集中在用间苯二甲酸和二甘醇形成的聚对苯二甲酸乙二醇酯共聚多酯上。这种尝试产生了单组分和双组分粘合纤维，如可购自日本 Unitika of Osaka 的 BELLCOMBI[®]、可购自日本 Kanebo, Ltd. Of Osaka 的 MELTY[®]、可购自 KoSa 的 CELBOND[®]等。但是这些产品并不能实现形成含间苯二甲酸和 1,3-或 1,4-环己烷二甲醇的共聚多酯的透明性、粘合温度、25 粘合强度和费用方面的益处。

本领域仍需要存在从 1,3-或 1,4-环己烷二甲醇、乙二醇、间苯二甲酸和至少一种选自对苯二甲酸、萘二甲酸、1,3-或 1,4-环己烷二羧酸或其酯的二羧酸形成共聚多酯经济有效方法。这种共聚多酯拥有

改善的透明性和颜色以及低活化温度下的增高的粘合纤维粘合力度。

本发明简述

5 本发明通过提供具有优良颜色、热塑性流和增加的粘合通用性的粘合纤维共聚多酯以及用于制备这种共聚多酯的催化剂解决了与先有粘合纤维和共聚多酯相关的问题。本发明的共聚多酯适用于广泛的用途，诸如用于制备无纺布和织物和工业用纱的粘合纤维。

更具体地说，本发明提供了用二元醇组分和二羧酸组分制备的共聚多酯。所述二元醇组分一般包含约 5-60% (摩尔) 的 1,3-和/或 1,4-环己烷二甲醇、上至约 55% (摩尔) 的 1,3-丙二醇和约 40 至约 95% (摩尔) 的乙二醇。所述二羧酸组分一般包含至少约 50% (摩尔) 的含约 8 到约 14 个碳原子的芳族二羧酸、含约 4 到约 12 个碳原子的脂族二羧酸、具有约 8 到约 12 个碳原子的环脂族二羧酸或其混合物的酸、酸酐、酰氯或酯。在一优选的实施方案中，二羧酸组分一般包含至少 10% (摩尔) 到约 50% (摩尔) 的间苯二甲酸的酸、酸酐、酰氯或酯和至少约 50% (摩尔) 的选自对苯二甲酸、萘二甲酸、1,3-和/或 1,4-环己烷二羧酸和其混合物的二羧酸。

形成本发明的共聚多酯而使得到的共聚多酯具有优良的热塑流和粘合能力。当使用大于 10% (摩尔) 的间苯二甲酸、其酸酐、酰氯或酯时所述共聚多酯的比浓对数粘度通常低于约 0.7 dl/g，当使用少于约 10% 的间苯二甲酸、其酸酐、酰氯或酯时，所述共聚多酯的比浓对数粘度通常小于 0.6 dl/g。的确，本发明的共聚多酯特别适用作为粘合纤维，因为所述共聚多酯能具有较低的 I.V.，其可改善粘合纤维在较低的温度下对无纺布的粘合。下面将更详细地讨论本发明的情况。

本发明的详细说明

本发明涉及由共聚多酯制备的纤维(特别是粘合纤维)和共聚多酯本身。本发明的共聚多酯由于通常较透明而易于拥有优良的颜色、

展现出比先有聚酯更中性的色调或更明亮的外观并比先有共聚多酯更易接受染料。使用本发明确实可制备透明和透光的共聚多酯聚合物并易于加工成具有优良粘合性能的粘合纤维。此外，将共聚多酯加工成粘合纤维可通过使用本发明优选的较低 I.V. 的共聚多酯的较低熔纺温度来辅助。例如，本发明的 0.47 I.V. 的共聚多酯可在低至 215 °C 的温度下熔纺。

本发明的共聚多酯由二元醇组分和二羧酸组分的反应来形成。所述二元醇组分一般包含约 5-60% (摩尔) 的 1,3-或 1,4-环己烷二甲醇、约 40 至约 95% (摩尔) 的乙二醇和上至约 55% (摩尔) 的 1,3-丙二醇。所述二羧酸组分一般包含至少约 50% (摩尔) 的含约 8 到约 14 个碳原子的芳族二羧酸、含约 4 到约 12 个碳原子的脂族二羧酸、具有约 8 到约 12 个碳原子的环脂族二羧酸或其混合物的酸、酸酐、酰氯或酯。这些特征和其它特征将在下面更详细地讨论。

二元醇组分

如上所述，二元醇组分通常包括约 5-60% (摩尔) 的 1,3-和/或 1,4-环己烷二甲醇。优选所述 1,3-和/或 1,4-环己烷二甲醇的量为约 5 至约 40% (摩尔)，更优选为约 8 至约 35% (摩尔)。

在二元醇组分中乙二醇的量通常为约 40 至约 95% (摩尔)。优选乙二醇以约 60 至约 95% (摩尔) 的量存在，更优选以约 65 至约 92% (摩尔) 的量存在。优选的二元醇组分只由 1,3-和/或 1,4-环己烷二甲醇和乙二醇形成。通常所述 1,3-和/或 1,4-环己烷二甲醇可以为顺-、反-或顺/反异构体混合物，优选 1,4-环己烷二甲醇。

另外，在本发明的另一实施方案中，当所述二羧酸组分包含低于约 10% (摩尔) 的间苯二甲酸或其酸酐、酰氯或酯时，优选 1,3-和/或 1,4-环己烷二甲醇以约 20 至约 40% (摩尔)、最优选约 25 至约 35% (摩尔) 的量存在，和乙二醇以约 60 至约 80% (摩尔) 并优选约 65 至约 75% (摩尔) 的量存在。

除了 1,3-或 1,4-环己烷二甲醇和乙二醇外, 所述二元醇组分可包括上至约 55% (摩尔)、优选上至 30% (摩尔)、更优选上至 10% (摩尔) 的 1,3-丙二醇。同样所述二元醇组分可包含上至约 20% (摩尔) 并优选上至约 4% (摩尔) 的二甘醇。此外, 所述二元醇组分也可包括上至约 5 10% (摩尔) 的常规二醇, 所述常规二醇包括(但不限于此) 含约 3 到约 12 个碳原子的二醇诸如丙二醇、1,4-丁二醇、1,5-戊二醇、1,6-己二醇、2,2,4-三甲基-1,3-丙二醇、2-乙基-2-丁基-1,3-己二醇、2,2,4-四甲基-1,3-环丁二醇、2,4-二甲基-2-乙基-1,3-己二醇、2-乙基-2-异丁基-1,3-丙二醇、1,3-丁二醇、1,8-辛二醇、2,2,4-三甲基-1,6-己二醇、硫二甘 10 醇和 1,2-环己烷二甲醇。所述环己烷二甲醇部分可以顺、反或异构体混合物的形式存在。也可使用少量的聚合二醇诸如聚丁二醇或聚乙二醇。在使用这种聚合二醇时, 其适合的分子量范围为 200 到 5000。

二羧酸组分

15 所述二羧酸组分一般包含至少约 50% (摩尔) 的含约 8 到约 14 个碳原子的芳族二羧酸、含约 4 到约 12 个碳原子的脂族二羧酸、具有约 8 到约 12 个碳原子的环脂族二羧酸或其混合物的酸、酸酐、酰氯或酯。优选所述二羧酸组分包含至少约 80% (摩尔)、更优选至少约 90% (摩尔) 的含约 8 到约 14 个碳原子的芳族二羧酸、含约 4 到约 12 个 20 碳原子的脂族二羧酸、具有约 8 到约 12 个碳原子的环脂族二羧酸或其混合物的酸、酸酐、酰氯或酯。在本发明的一种优选的实施方案中, 所述二羧酸组分包含约 90% 或以上的对苯二甲酸、萘二甲酸和 1,3-或 1,4-环己烷二羧酸的酸、酯或酸酐。在该实施方案中, 最优选所述二羧酸组分为对苯二甲酸的酯或酸。

25 在本发明另一优选的实施方案中, 所述二羧酸组分包含至少 10% (摩尔) 到约 50% (摩尔) 的间苯二甲酸的酸、酯或酸酐和至少约 50% (摩尔) 的选自对苯二甲酸、萘二甲酸、1,3-或 1,4-环己烷二羧酸的酸、酯或酸酐和其混合物。对于该实施方案来说, 根据所用的设备, 优

选的二羧酸组分包含间苯二甲酸和对苯二甲酸或间苯二甲酸和对苯二甲酸二甲酯或间苯二甲酸二甲酯和对苯二甲酸二甲酯。

应该指出可使用任何萘二甲酸异构体或异构体混合物，但优选1,4-、1,5-、2,6-和2,7-异构体，最优选2,6-异构体。另外，可使用1,3-或1,4-环己烷二羧酸的顺、反或顺/反异构体混合物。

可以二羧酸组分的至多约10% (摩尔) 的量加入的适合的其它二羧酸组分通常包含约4到约40个碳原子，例如芳族、脂族或环脂族二羧酸的酸或酯。美国专利5,608,031和5,668,243描述了适用的其它二羧酸或酯，所述专利公开通过引用并入本文。特别优选的其它二羧酸组分的例子包括(但不限于此)磺基间苯二甲酸、1,4-环己烷二乙酸、联苯基-4,4'-二羧酸和二聚酸。可从一种或多种上面的二羧酸制备共聚多酯。

胺化合物

也可以在上至约20% (摩尔) 的胺化合物的存在下形成本发明的共聚多酯。适合的含胺化合物包括(但不限于此)氨基醇和二胺(其量上至所述二元醇组分的约20% (摩尔))或胺化合物(诸如氨基酸和内酰胺，其量上至所述二羧酸组分的约20% (摩尔))。在所述二醇和二羧酸组分中氨基醇、氨基酸、二胺或内酰胺的存在可供形成聚酰胺酯。这些具有0.7 dl/g 或以下I.V.的聚酰胺酯具有良好的粘合纤维性能并还具有优良的染色特性。具体地说，与具有相同I.V.的未改性聚对苯二甲酸乙二醇酯相比，使用聚酰胺酯可获得更深的染色。

一般来说，用于本发明的氨基醇包括(但不限于此)2-氨基乙醇和4-氨基甲基环己烷甲醇。典型的二胺包括(但不限于此)乙二胺、亚丙基二胺、四亚甲基二胺、戊二胺、六亚甲基二胺、辛二胺、十二亚甲基二胺和1,4-环己烷双甲胺。另外适合的内酰胺的例子包括(但不限于此)己内酰胺、月桂内酰胺和氮杂环十二烷-2-酮。

支化剂

本发明的共聚多酯可为线性或支化。通过往所述二醇和二羧酸组分的反应物中加入支化剂，可提高所形成的共聚多酯的熔体强度。少量(一般少于约2%(摩尔))的常规支化剂可与二元醇组分和二羧酸组分反应来形成本发明的聚酯。常规的支化剂包括多官能酸、酸酐、醇和其混合物。适用的支化剂的例子包括(但不限于此)1,2,4-苯三酸酐、1,2,4,5-苯四酸二酐、甘油、三羟甲基丙烷和季戊四醇。

形成共聚多酯的反应方法

在形成本发明的共聚多酯中，二元醇组分和二羧酸组分的反应可使用常规的聚酯聚合条件进行。例如，当通过酯交换反应即从二羧酸组分的酯形式制备共聚多酯时，反应过程可包括两步。在第一步，二元醇组分和二羧酸组分诸如象间苯二甲酸二甲酯和对苯二甲酸二甲酯在高温(一般约180至约280℃)和约0.0至约60 psig的压力下反应。优选酯交换反应的温度为约190至约240℃，而优选的压力范围为约15至约40 psig。然后，将反应产物仍在较高的温度和减压下加热而随二醇的消失(其在这些条件下易于挥发和从系统去除)形成聚酯。在较高真空和通常为约240至约300℃、优选约245至约290℃和最优选约250至约270℃的温度下继续进行第二步(或缩聚步骤)直到获得具有所需聚合度(通过I.V.确定)的聚酯。所述缩聚步骤可在约400 mm Hg(托)到约0.1 mm Hg(托)的减压下进行。

为了确保通过酯交换反应机理的二元醇组分和二羧酸组分的反应被驱动至完全，优选使用化学计量过量的二醇。例如，3摩尔或以上、更优选约2.3至约2.6摩尔二元醇组分对一摩尔的二羧酸组分。但是，应该理解二元醇组分与二羧酸组分的比率一般由进行聚合反应的反应器的设计决定。

为了通过直接酯化，即从酸形式的二羧酸组分制备共聚多酯，共聚多酯通过酸形式的二羧酸组分与二元醇组分反应制备。例如，间

5 苯二甲酸和对苯二甲酸可直接与二元醇组分反应。直接酯化反应可在约 1 至约 200 磅/平方英寸表压(psig)、优选低于 100 psig 的压力下进行以产生具有约 1.4 至约 10 的平均聚合度的低分子量、线型或支化的聚酯产物。在直接酯化反应时使用的温度一般为约 180 至约 280 °C、更优选约 220 至约 270 °C。然后这种低分子量聚合物可通过缩聚反应聚合。

10 为了确保通过酯交换反应机理的二元醇组分和二羧酸组分的反应被驱动至完全，优选使用 3.0-1.01 摩尔、更优选约 2.5-1.1 摩尔二元醇组分对一摩尔的二羧酸组分。但是，应该理解二元醇组分与二羧酸组分的比率一般由进行聚合反应的反应器的设计决定。

较低比浓对数粘度的共聚多酯一般通过使用比形成更高 I.V. 共聚多酯的方法较短的停留时间或较慢的反应速率来获得。例如，反应速率可通过降低反应温度、降低催化剂浓度、通过增高反应器中的绝对压力或通过这些因子的组合来减慢。

15 形成本发明共聚多酯的方法可分批、半分批或连续进行。优选所述方法以连续方式进行。事实上，使用连续方法时，可以产生优良着色的共聚多酯，因为如果让共聚多酯在高温下停留太长时间可损坏其外观。

20 催化剂体系

在促进二元醇组分和二羧酸组分的反应上可使用多种催化(剂)体系。没有催化剂的辅助，上述反应通常不能以明显的速度进行。催化剂体系通常包含催化物质和催化抑制剂。

25 催化材料

适用于催化体系的催化材料包括(但不限于此)含钛、锰、锌、钴、镍、镓、锂、钙、硅和锆的材料。这种催化体系描述于通过引用并入本文的美国专利 3,907,754、3,962,189、4,010,145、4,356,299、5,017,680、5,668,243 和 5,681,918 中。用于制备本发明的共聚多酯的

催化体系包括含钛、锰和/或锌和其混合物的材料。尽管催化体系中的各催化材料的量不同，但是要求催化体系中催化材料的总量低于约 125 ppm、优选低于约 100 ppm 并最优选低于约 80 ppm。对于催化体系中的催化材料和下面所述的催化抑制剂来说，“ppm”是指所涉及元素的重量并基于最终共聚多酯产物的重量计。

5 尽管钛催化材料可以络合材料的形式(诸如美国专利 5,017,680 中所述的那些材料)加入，优选钛催化材料以约 10 至约 35 ppm、更优选约 10 至约 25 ppm 和最优选约 12 至约 20 ppm 的量以醇盐的形式加入。事实上用较低水平的钛催化材料形成的共聚多酯在熔体形式保存时具有更好的稳定性。适合的钛醇盐包括(但不限于此)乙酰基三
10 异丙基酞酸酯、四异丙基酞酸酯和四异丁基酞酸酯。特别优选的钛催化材料包括乙酰基三异丙基酞酸酯和四异丙基酞酸酯。钛催化材料可在直接酯化或酯交换反应前或在缩聚反应前加入到反应过程中。

15 锰一般以盐的形式、诸如以有机酸盐的形式以约 0-70 ppm、优选约 20 至约 70 ppm、更优选约 30 至约 70 ppm 和最优选约 40 至约 70 ppm 的量加入。适合的锰盐的例子包括(但不限于此)苯甲酸锰四水合物、二氯化锰、氧化锰、乙酸锰、乙酰基丙酮酸锰和琥珀酸锰。锰在直接酯化或酯交换反应前加入到反应过程中。

20 锌可与锰一起或代替锰催化剂加入到催化体系中。锌一般以盐的形式以约 0-100 ppm、优选约 25 至约 100 ppm 并更优选约 50 至约 80 ppm 的量加入。适合的锌化合物的例子包括(但不限于此)乙酸锌、琥珀酸锌和锌醇盐。锌一般在酯交换反应前加入到反应过程中。

25 如果需要，钴催化材料也可作为催化体系的一部分使用。使用时，钴一般以盐的形式，如有机酸盐的形式加入。适合的钴盐的例子包括(但不限于此)乙酸钴三水合物、硝酸钴、氯化钴、乙酰丙酮酸钴、环烷酸钴和水杨酸钴。钴可以上至约 100 ppm、更优选上至约 90 ppm 的量加入。正如下面所述，钴可起催化材料和着色剂的双重作用。

作为着色剂来说，钴一般在直接酯化或酯交换反应后加入到反应过程中。因为钴通常用作着色剂，计算催化材料总量时，通常不计钴的量。

5 在一些实施方案中可使用铈，但是优选所述催化剂不含铈。事实上优选本发明的共聚多酯和由其形成的纤维和粘合纤维不含任何铈催化材料。但是，当使用铈时，适合的铈化合物包括(但不限于此)无机酸的铈酸酯、氧化铈、铈醇盐(如异丙基氧化铈)、卤化铈(如氯化铈、溴化铈和氟化铈)、铈酸钠或钾、羧酸铈(诸如乙酸铈和甘醇酸铈)或其混合物。优选铈组分为甘醇酸铈或氧化铈。铈一般在酯交换或
10 直接酯化反应后加入。当共聚多酯用于形成粘合纤维时，由于在含铈催化剂的存在下引起喷丝板表面上的沉积物积累，优选从催化剂体系中剔除铈。

尽管较不优选，但钙、镓和硅催化剂材料也可用于所述催化体系中。适合的钙化合物的例子包括(但不限于此)乙酸钙、甘醇酸钙和磷
15 酸钙一水合物。适合的镓催化材料的例子包括(但不限于此)氯化镓、硝酸镓水合物、氧化镓、乳酸镓和磷化镓。适合的硅催化材料的例子包括(但不限于此)乙酸硅和原硅酸四乙酯。锆催化材料包括(但不限于此)氧化物、有机盐和特别是锆的甘醇酸盐。

一种优选的用于二羧酸组分和二元醇组分反应的酯交换催化体系
20 包括钛、锰和任选钴材料。在酯交换催化体系中，钛以约 10 到约 35 ppm、优选约 10 至约 25 ppm 的量存在，锰以约 30 至约 70 ppm 的量存在。另外，在酯交换催化体系的另一实施方案中，酯交换催化体系的总量少于或等于约 125 ppm、优选少于约 100 ppm、更优选少于约 80 ppm 并最优选少于 70 ppm。一种优选的酯交换催化体系一般与
25 含约 40 至约 90 ppm 磷的催化抑制剂和有效量的着色剂如约 2 至约 10 ppm 的蓝色和/或红色取代蒽醌染料一起使用。通常，优选的酯交换催化体系基本上不含锌催化材料，更优选含低于 5 ppm 的锌催化材料并最优选不含锌催化材料。另外，当需要粘合纤维时，优选的酯

交换催化体系基本上不含锑催化材料，更优选含低于 5 ppm 的锑催化材料并最优选不含锑催化材料。

催化抑制剂

5 为了稳定催化体系的效果和促进锌、锰和钴催化材料的效率，需要在酯交换或直接酯化反应后但在进行缩聚反应步骤前将磷催化抑制剂加入到反应过程中。一般，磷以磷酸酯的形式如磷酸或有机磷酸酯的形式以约 40-90 ppm、更优选约 60-75 ppm 的量加入。适合的用于本发明的磷酸酯包括(但不限于此)酸式磷酸乙酯、酸式磷酸二乙
10 酯、磷酸三乙酯、磷酸芳基烷基酯和磷酸三 2-乙基己酯。一种有用的磷酸酯催化抑制剂由 Du Pont de Nemours of Wilmington, Delaware 以 Mepol[®] A 的商品名出售。

着色剂

15 在形成本发明的共聚多酯中，可加入有时称为有机调色剂的着色剂以赋予所得到的共聚多酯所需的天然色调和/或光泽。当需要彩色共聚多酯时，可将颜料或着色剂在二元醇组分和二羧酸组分的反应时混入反应混合物中或者可将它们与预制成共聚多酯熔融共混。混入着色剂的一种优选方法是共聚具有活性基团的热稳定有机着色剂
20 从而使着色剂混入到共聚多酯中以改善共聚多酯的色调。例如，着色剂(诸如拥有活性羟基和/或羧基的染料(包括但不限于蓝色和红色取代蒽醌))可共聚到聚合物链中。着色剂和染料详细地描述于全文通过引用并入本文的美国专利 4,521,556、4,740,581、4,749,772、4,749,773、4,749,774、4,950,732、5,252,699、5,384,377、5,372,864、5,340,910
25 和 5,681,918 中。当使用染料作为着色剂时，它们可在酯交换或直接酯化反应后加入到共聚多酯反应过程中。此外，当使用染料或染料混合物作为共聚多酯的有机调色剂着色剂时，优选染料的总量低于 10 ppm。另外，在本发明的优选实施方案中，所述着色剂不含钴，即所用的着色剂在没有钴的情况下产生所需颜色。

或者，无机颜料诸如二氧化钛和含钴材料可加入到所述反应中。有利的是当催化材料含钴时，钴也可用作着色剂。必须小心控制钴的量以便避免本发明共聚多酯的不透明和色彩黯淡。为了控制不透明和黯淡的程度，可以至高约 90 ppm 的量使用钴。

5

本发明的共聚多酯

形成本发明的共聚多酯从而使得到的共聚多酯具有优良的热塑流和粘合能力。通常，当使用 10% (摩尔) 以上的间苯二甲酸、其酸酐、酰氯或酯时比浓对数粘度低于约 0.7 dl/g，当使用低于约 10% (摩尔) 的间苯二甲酸或其酸酐、酰氯或酯时，比浓对数粘度低于约 0.6 dl/g。

10

当所述二羧酸组分包含大于或等于约 10% (摩尔) 的间苯二甲酸、其酸酐、酰氯或酯时，本发明的共聚多酯具有约 0.36 至约 0.80 的比浓对数粘度，但是对于粘合纤维用途来说，共聚多酯通常具有约 0.36 至约 0.70、更优选约 0.40 至约 0.66、再更优选约 0.40 至约 0.58 和最优选约 0.40 至约 0.52 的比浓对数粘度。

15

当二羧酸组分包含少于约 10% (摩尔) 的间苯二甲酸、其酸酐、酰氯或酯时，本发明的共聚多酯具有约 0.36-0.58 的比浓对数粘度。优选本发明的这种共聚多酯具有约 0.38 至约 0.58、更优选约 0.4 至约 0.53、最优选约 0.40 至约 0.51 的比浓对数粘度。

20

本发明的共聚多酯的比浓对数粘度可通过使用每 100 ml 溶剂(包括约 60% (重量) 苯酚和 40% (重量) 四氯乙烷) 0.5 g 聚合物在 25°C 下测定。测定共聚多酯比浓对数粘度的基础方法描述于 ASTM D-2857-70。具有较低 I.V. 值产生的共聚多酯因为比先有共聚多酯更透明并可比较高 I.V. 的共聚多酯更易接受染料而拥有优良的颜色。此外，低 I.V. 共聚多酯较易在较低温度下染色并通常比类似的较高 I.V. 共聚多酯更易印刷。另外，因为本发明的共聚多酯可具有低 I.V. 值，共聚多酯的生产速率非常快。

25

本发明的共聚多酯(特别是低 I.V. 共聚多酯)能在较低温度下粘合

活化并具有比先有共聚多酯改善的在较低温度下的熔体流动(通过类似于 Tinius Olsen Indexer 的 Kayeness 仪器测定)。这种改善的熔体流动可有利地导致在较低温度或更短的曝光下更强的粘合并允许在无纺粘合活化步骤中更高的生产速度。较低粘合温度的使用有助于最大程度地减少较高熔点纤维与本发明的聚酯共混时对其的不利影响。例如, 较低的粘合温度的使用有助于最大程度地减小变色、收缩、卷缩和回弹性的损失、触觉美感的变化、较少挥发和纤维整理的发烟。

可控制所述二羧酸组分和二元醇组分的聚合而形成具有与聚对苯二甲酸乙二醇酯类似或稍低的玻璃化转变温度的晶态或无定形聚对苯二甲酸乙二醇酯共聚多酯。二羧酸组分和二元醇组分的选择和量通常决定了得到的共聚多酯是否为无定形或晶态。正如本领域人们所知的, 无定形聚合物通常具有较高的透明性并且不象许多晶态聚合物一样不透明。所以, 尽管一些 1,3-或 1,4-环己烷二甲醇和间苯二甲酸的使用量可形成晶态共聚多酯, 但无定形聚酯的优良透明性提供了一些独特的优点。

测定结晶度的方法为本领域人员所知, 例如差示扫描量热法(DSC)、密度梯度管和 x-射线衍射技术。测定结晶度的方法在全文通过引用并入本文的美国专利 5,643,991 中进行了讨论。尽管可接受任何本领域人们所知的方法来测定结晶度, 但优选差示扫描量热法。对于 DSC 分析来说, 将样品加热并且监测温度。观察加热结晶材料时结晶转变和/或晶体熔融转变。结晶聚合物将具有完好晶体熔融峰和温度。相反, 无定形材料将没有结晶转变或晶体熔融转变, 即没有确定的熔点。结晶度一般通过测量吸热峰下的面积来确定。

通常, 较低 I.V. 共聚多酯将具有较低的挤压温度。所以, 本发明的共聚多酯可有利地在较低温度下熔纺成纤维。例如本发明具有 0.47 I.V. 的的间苯二甲酸共聚多酯可在约 235°C 的温度下熔纺, 而类似的具 0.6-0.7 I.V. 的非含间苯二甲酸的共聚多酯通常需要在 275-285°C 的

温度下熔纺。一般，本发明的共聚多酯在低于约 265℃ 的温度下熔纺，在某些情况下在低至约 235℃ 的温度下熔纺。这些共聚多酯可通过具约 332 个孔径为约 0.55 mm 的孔的喷丝板熔纺。通常熔纺压力将从约 1000 psig 到 2000 psig 而各不同。

5 通常，所述共聚多酯的透明性和颜色(色调)可使用标准光谱色度计评估。例如，一种适用于评估所述共聚多酯的透明性和颜色的光谱色度计是可购自 HunterLab of Reston, Virginia 的 HunterLab UltraScan。通过使用 HunterLab UltraScan 光谱色度计，可定量透明性和颜色即泛黄度和泛蓝度。评估和定量共聚多酯颜色和透明性的
10 HunterLab UltraScan 光谱色度计的使用描述于其全文通过引用并入本文的美国专利 5,681,918 中。当使用 HunterLab UltraScan 时，L★值指示透明度水平，较高的 L★值代表较高的透明度水平。泛黄度和/或泛蓝度以 b★定量，0.0 代表中等，而高于 0.0 的值指示共聚多酯泛黄的水平，低于 0.0 的值指示共聚多酯泛蓝的水平。本发明的共聚多
15 酯一般具有高于约 65 的 L★值和约-2.5 到+2.5 间的 b★值。

 由本发明的共聚多酯形成的产物

 本发明的共聚多酯可用于形成制备的制品或用作添加剂诸如配混添加剂母料或另一聚合物系统的母炼胶。此外，可用所述共聚多酯形成的粘合纤维和其它制品包括但不限于汽车和含玻璃的结构料
20 坯、聚酯纤维和其它纤维、模塑件、板材和挤塑膜和纤维。本发明的共聚多酯可以是所形成制品的一部分或可形成整个制品。

 常规的添加剂可根据所述共聚多酯的最终用途加入到本发明的共聚多酯中。适用于所述共聚多酯的添加剂详细描述于其全文通过引用并入本文的美国专利 5,608,031 和 5,773,554 中。用于聚酯的典型添加剂包括颜料、抗氧化剂、稳定剂、阻燃剂、脱模剂、成核剂、
25 增韧剂、环氧化合物、冲击性改善剂、增粘剂、导电剂和抗静电剂、润湿剂、抗液剂、自由基稳定剂、其它表面改性剂、润滑剂、粘度调节剂、助染剂和其它加工助剂。

本发明的一种优选的制品是纤维。所述纤维可以本领域已知的任何所需的长度制备，并一般制备成长丝或切断纤维的形式。纤维可通过适合的常规方法用本发明的共聚多酯制备，所述方法包括但不限于熔纺成纤维或直接形成织物，后者包括纺丝粘合和熔喷非织造
5 织物。根据最终用途，可用本发明的共聚多酯制成的纤维形成任何所需的纤度，包括具有微旦到约 50 旦、优选上至约 20 旦、最优选约 1.5 到约 15 旦纤度值的纤维。

当使用相同的含水染色条件时，通过挤塑和纺丝本发明的共聚多酯形成的纤维比聚对苯二甲酸乙二醇酯均聚物更易染色和可更深染色。
10 色。当使用相同的染色条件时，确实可将本发明的共聚多酯染成较深的颜色。反过来说，与聚对苯二甲酸乙二醇酯染色相比，获得相同深度的染色只需较低的染色成本。

所述共聚多酯可用于形成任何本领域人们熟悉的所需构型的纤维（诸如粘合纤维）。优选本发明的共聚多酯为具有纤维结构形式的粘合
15 纤维或混入到纤维结构中。粘合纤维的主要优点是含粘合纤维的粘合产物可通过施加热、射频或超声频率到长丝的料片(web)或未粘合纤维层来获得。活化后，所述共聚多酯软化并流动并在冷却后形成与相邻纤维的固体粘合。因为本发明的共聚多酯拥有较低的 I.V. 而可具有较低温度下更好的流动和软化性质，本发明的共聚多酯确实特别
20 适用作为粘合纤维。所以，当采用含本发明的共聚多酯的粘合纤维时，可以在比先前已知的用于无纺布的粘合纤维更低的温度下改善粘合纤维的粘合。由本发明的共聚多酯形成的粘合纤维确实特别适合于粘合聚酯、丙烯酸聚合物、尼龙、玻璃、纤维素纤维(如棉纤维和纸浆纤维)和洗净羊毛。用本发明的共聚多酯形成的粘合纤维通常
25 具有约 1.5 到约 20 的纤度。但是，其它纤维形式诸如熔喷纤维料片或纺粘材料可具有微旦尺寸。

本发明的粘合纤维可以是单一组分或双组分粘合纤维形式或其它多组分形式。例如，也可能是三组分纤维，利用各种聚合物和聚合

物变体，有时具有作为用于促进界面粘结层的中间层。所述粘结层可以是本发明的聚酯或本发明的聚酯与其它聚合物的共混物。同样，本发明的聚酯可用作层压和挤出贴面的粘结层。

5 双组分粘合纤维可具有并排的皮/芯或其它本领域人们所知的结构。例如，成形粘合纤维可制成具挤压时用粘合材料包封的横截面结构。制备和粘合低熔融温度双组分粘合纤维的方法详细描述于其全文通过引用并入本文的美国专利 3,589,956 中。在本发明的双组分纤维中，本发明的共聚多酯以占双组分纤维约 10 至约 75% (重量) 的量存在。来自宽范围的其它聚合材料的其它组分包括(但不限于此)聚
10 酯如聚对苯二甲酸乙二醇酯、聚对苯二甲酸环己二甲酯、聚对苯二甲酸丙二醇酯、聚对苯二甲酸丁二醇酯和聚乳酸基聚合物或其混合物。双组分粘合纤维可与其它纤维共混或单独使用来制备无纺布和具有各种性质的高蓬松棉胎。通常，双组分粘合纤维包含用于确保
15 粘合处理时结构完整性的具有高熔点的聚合物和用于粘合无纺布基材的低熔点或无定形聚合物。或者，由于经济方面的原因而使用便宜得多的芯材。

本发明的粘合纤维易于与宽范围的其它纤维共混并随后加热或激发活化以提供具有良好整体性和强度的无纺布。例如，在共混物中的其它纤维可包括(但不限于此)聚酯、丙烯酸聚合物、尼龙、玻璃、
20 纤维素纤维(棉、纸浆基纤维、纤维素酯纤维等)和其它类似的合成或天然纤维。混合在非织物中也可辅助层压到其它织物、膜和一些金属表面。非织物共混物中粘合纤维的量一般为约 5 至约 30% (重量)，但也可使用低至 2% (重量) 的量。在某些情况下，使用 100% 粘合纤维形成织物。

25 可用本发明的共聚多酯制备的另一纤维结构是通过熔混少于约 50% 的共聚多酯与聚烯烃、官能化聚烯烃或本发明的共聚多酯以外的聚酯形成的纤维。熔混时，可为得到所需的效果而使用适合的增容剂。熔混的共聚多酯/聚烯烃或熔混的共聚多酯可象纤维一样被纺

成纤维结构。这种熔混可让聚烯烃在自然状态下纺丝并在随后单独的操作中染色，这是用未改性的聚丙烯时不能满意获得的效果。

5 所述聚酯也可在聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)、聚对苯二甲酸丙二醇酯(PTT)、聚对苯二甲酸丁二醇酯(PBT)、聚对苯二甲酸环亚己基二亚甲酯(PCT)或聚对苯二甲酸乙二醇酯(PEN)和其它聚酯中作为添加剂用于增强纤维的分散染料摄入并且使其可更深地染色从而改善在与对非本发明的聚酯(例如具有相同 I.V.的聚对苯二甲酸乙二醇酯)染色的相同条件下用等量染料的色调深度。与具有相同 I.V.的聚对苯二甲酸乙二醇酯相比，这种技术也可增强可印刷性和改善润湿性。

10 本发明的纤维结构特别可用于加工成用于各种用途的无纺布、针织和簇绒织物，但是特别适合于制备可通过各种方式活化、缝合或未缝合的粘合的、无纺布和织物。它们也适合用于制备宽范围的各种产品，包括但不限于高蓬松絮垫、针刺织物、平针非织物、hydroentangled 织物、缝编织物(用于最大程度减少起球)、湿法成网非织造织物和纸、过滤介质、面罩、小块地毯、棉地毯、纤维素绝缘材料、吸附剂产品、玻璃纤维复合材料、枕头填充料、睡袋填充、垫子、被褥、盖被、床罩、褥、垫子、褥罩、家具和汽车装饰材料、床单、工业和服装用途的绒头织物、毯子、女式长袍、运动衫、短大衣、衬头、外衣、地毯材料、饰面砖、地毯、浴室小地毯、鞋袜和手套、丝带、装饰纱和织物、和模塑制品。

25 本发明的聚酯的另一种适合用途是作为配混载体材料。例如，本发明的聚酯可与添加剂(包括着色剂)混合形成母料或母炼胶(其中聚酯为载体材料)。这种母料或母炼胶可在后面的处理中与另一聚合物组合来提供颜色、不透明性、阻燃性或其它有益的性质。本发明的聚酯可比类似比浓对数粘度的对苯二甲酸乙二醇酯接受更高水平的添加剂如颜料。所述聚酯可通过本领域人们所熟悉的任何技术共混或混合。

本发明的聚酯可作为母炼胶组分而非载体材料与宽范围的其它聚

合物共混。这种其它聚合物包括其它聚酯、聚酰胺、纤维素酯、聚碳酸酯、聚烯烃等。这种母炼胶可随后与更多相同或不同的用于改变或增强纤维、模塑制品、板材或膜材的性能的聚合物共混。本发
5 明的共聚多酯可比具有类似比浓对数粘度的聚对苯二甲酸乙二醇酯接受更高水平的添加剂(诸如颜料)。所述共聚多酯可通过本领域人员所熟悉的任何适合技术共混或混合。本发明的共聚多酯可以是添加剂的形式,其为本发明的共聚多酯与第一种聚合物的熔融共混物,其中当所述添加剂与第二种聚合物(与第一种聚合物相同或不同)共混时能形成纤维。因此,全部或部分含本发明的聚酯的纤维包括在本
10 发明的范畴内。

下面实施例用于说明本发明,但并不构成对本发明范围的限定。

实施例

实施例 1 用作粘合纤维的低含量催化剂、低 I.V.共聚多酯
15 比较具有 0.59 的 I.V.和 0.47 的低 I.V.形成的共聚多酯。具有 0.59 的较高 I.V.的共聚多酯使用具高浓度催化材料的催化体系制备。相反,具有 0.47 的低 I.V.形成的共聚多酯使用具有低浓度催化材料的催化体系制备。

用 1,4-环己烷二甲醇、乙二醇和对苯二甲酸二甲酯制备含约 31
20 % (摩尔) 1,4-环己烷二甲醇和约 69 % (摩尔) 乙二醇的低 I.V.共聚多酯。该反应用过量的二元醇组分进行。首先进行酯交换反应步骤并接着缩聚反应步骤来进行所述反应。酯交换反应在 190-240℃ 的温度和 15-40 psig 的压力下在含 16 ppm Ti (钛酸四异丙酯的形式) 和 46 ppm Mn (乙酸锰的形式) 的催化体系的存在下进行。酯交换反应的产
25 物进行缩聚反应步骤,缩聚的温度开始为 250-260℃,结束为 269-282℃。同样,缩聚反应的压力开始为 75-200 托,结束为 0.3-2.5 托。在开始进行缩聚步骤前,将 10 ppm 以下的蓝色和红色蒽醌染料的混合物加入到催化体系中,并将包括来自 Du Pont 的 Merspol® 的催化抑制

剂以约 70 ppm P 的量加入。

制备与低 I.V. 共聚多酯相同组成的 0.59 I.V. 的高 I.V. 共聚多酯。与低 I.V. 共聚多酯情况相同，首先进行酯交换反应并接着进行缩聚反应步骤来进行所述反应。酯交换反应在 190-240 °C 的温度和 15-40 psig 的压力下在含 56 ppm Ti (钛酸四异丙酯的形式) 和 46 ppm Mn (乙酸锰的形式) 的催化体系的存在下进行。在开始进行缩聚步骤前，将 56 ppm 乙酸钴加入到催化体系中，并将包括来自 Du Pont 的 Merpol® 的催化抑制剂以约 79 ppm P 的量加入。酯交换反应的产物进行缩聚反应步骤，缩聚的温度开始为 250-260 °C，结束为 275-285 °C。缩聚反应的压力开始为 75-200 托，结束为 0.3-2.0 托。获得较高 I.V. 的共聚多酯需要较长的反应时间。

使用 HunterLab UltraScan 光谱色度计评价和定量两种共聚多酯的颜色和透明性。

表 1

IV	L★颜色	b★颜色
0.47	69-72	-0.5- + 0.5
0.59	64.2	2.7

从表 1 可以看出用低催化剂浓度体系形成的较低 I.V. 的共聚多酯拥有优异的透明性和颜色。

实施例 2 用低和高 I.V. 共聚多酯制备的粘合纤维的粘合强度

在类似于实施例 1 的反应条件下用 1,4-环己烷二甲醇、乙二醇和对苯二甲酸乙二醇酯制备具有 0.47 的 I.V. 并含约 31% (摩尔) 1,4-环己烷二甲醇和约 69% (摩尔) 乙二醇的共聚多酯粒。用于形成低 I.V. 粒的催化体系含 35 ppm Ti (钛酸四异丙酯的形式) 和 46 ppm Mn (乙酸锰的形式)、50 ppm 乙酸钴，而催化抑制剂包含购自 Du Pont 的 Merpol® (70 ppm 的 P 量)。

将 0.47 I.V. 共聚多酯粒在旋转干燥器中 65 °C 下干燥 4 小时。通

5 过将所述高和低 I.V. 共聚多酯粒熔融挤出形成 9 旦/单丝的复丝制备单组分粘合纤维。使用具有 332 个孔(0.55 mm 喷丝孔)的喷丝板, 熔融温度为 233 °C, 卷绕速度为 100 m/m 制备长丝。除了共聚多酯粒在 275 °C 的熔融温度下熔纺外, 将来自实施例 1 的 0.59 I.V. 的共聚多酯粒同样制成单组分粘合纤维。

随后将初纺纤维在 2-阶段方法(70 °C 水, 接着加热室)中以 3:1 的总牵伸比牵伸, 用填塞箱卷曲成每英寸 7 个卷曲数和 88 度的卷曲角。然后将得到的 3 旦长纤维用水基整理剂润滑并烘箱干燥。

10 将 0.49 低 I.V. 和 0.59 高 I.V. 共聚多酯单组分粘合纤维与 75% 对苯二甲酸乙二醇酯混合而形成 3 盎司/平方码均质掺混梳理无纺织物。将所述无纺织物活化并通过将均质掺混无纺布在压机上与上下加热板加压接触粘合进行粘合强度测试。在 200-275 °F 温度活化 30 秒钟。用一英寸宽的条带以 5 英寸夹持长度获得 Instron 拉伸强力。粘合强度测试的结果详细列于下面的表 2。

15

表 2

PET/单组分无纺布样品

由 0.47 I.V. 共聚多酯制备的无纺织物 w/粘合纤维			
活化温度, °F	平均断裂力, g	平均伸长, %	平均模量, g/d
200	333	12.0	12,637
225	820	4.1	61,637
250	2899	15.3	116,625
275	4837	22.6	97,984

由 0.59 I.V. 共聚多酯制备的无纺织物 w/粘合纤维			
活化温度, °F	平均断裂力, g	平均伸长, %	平均模量, g/d
200	35	18.5	481
225	196	5.0	9,273
250	617	6.9	29,340
275	2366	15.4	71,949

用约 4 旦的共挤塑皮/芯双组分粘合纤维(35% 0.41 I.V.共聚多酯粘合剂皮和 65% 对苯二甲酸乙二醇酯芯)进行类似的测试。获得类似的结果。

5 实施例 3 粘合纤维的粘合强度测试

用含 31% (摩尔)的 1,4-环己烷二甲醇、69% 乙二醇和含 100% (摩尔)对苯二甲酸二甲酯的二羧酸组分的对苯二甲酸酯共聚多酯制成单组分粘合纤维。

10 第一种单组分粘合纤维由在具有低水平催化材料的催化体系存在下形成的第一种共聚多酯制成。对于第一种共聚多酯来说, 酯基交换反应步骤在含 35 ppm Ti (钛酸四异丙酯的形式)和 46 ppm Mn (乙酸锰的形式)的催化体系存在下进行。在开始缩聚反应步骤前, 将 50 ppm Co (乙酸钴的形式)加入到催化体系中并且将含购自 Du Pont 的 Merpol®的催化抑制剂以 70 ppm P 的量加入。第一种共聚多酯具有
15 0.47 的 I.V.和约 3 旦的纤度。

第二种单组分粘合纤维用具有 0.47 I.V.的实施例 1 的共聚多酯粒制成。实施例 1 的共聚多酯粒在含 16 ppm Ti 和 46 ppm Mn 的较低浓度催化体系的存在下形成。第二种单组分粘合纤维拥有约 3 旦的纤度。

20 将第一种和第二种单组分粘合纤维与约 6 旦的聚对苯二甲酸乙二醇酯混合形成无纺织物。粘合纤维占无纺织物的 25%, 另 75% 为聚对苯二甲酸乙二醇酯。将含粘合纤维的无纺织物活化并按实施例 2 中所述的方法进行粘合强度测试(除了将上下板调节到相互接触而在压力表上没有显示压力)。粘合强度测试的结果列于下面的表 3。

25 表 3

由第一种共聚多酯制备的无纺织物 w/粘合纤维			
活化温度, °F	平均断裂力, g	平均伸长, %	平均模量, g/d
300	2,591	18	31,636
325	2,476	26	17,340

由第二种共聚多酯制备的无纺织物 w/粘合纤维			
活化温度, °F	平均断裂力, g	平均伸长, %	平均模量, g/d
300	2,434	17	45,586
325	2,661	21	27,966

由上表 3 所示, 在本发明范围内不同水平催化剂材料的使用并没有表现出明显影响具类似比浓对数粘度制备的粘合纤维的粘合强度。

5

实施例 4

用含 31% (摩尔) 的 1,4-环己烷二甲醇、69% 乙二醇和含 100% (摩尔) 对苯二甲酸二甲酯的二羧酸组分的共聚多酯制成单组分粘合纤维。第一种单组分粘合纤维由实施例 3 的低 I.V.、低含量催化材料的第二种共聚多酯制成。第二种单组分粘合纤维由具有 0.59 I.V. 的实施例 1 的共聚多酯制成。第一和第二种单组分粘合纤维均通过实施例 2 所述的方法制备。通过实施例 2 所述方法由第一和第二种单组分粘合纤维制备均质掺混梳理无纺织物。类似于实施例 3 的描述进行粘合强度测试。粘合强度测试的结果列于下面的表 4。

15

表 4

由 0.47 I.V. 共聚多酯制备的无纺织物 w/粘合纤维			
活化温度, °F	平均断裂力, g	平均伸长, %	平均模量, g/d
225	133	7	5,841
250	393	6	15,827
275	883	12	29,362
300	2434	17	45,586
325	2661	21	27,966

20

由 0.59 I.V. 共聚多酯制备的无纺织物 w/ 粘合纤维			
活化温度, °F	平均断裂力, g	平均伸长, %	平均模数, g/d
225	45	20	652
250	219	5	7,947
275	590	12	15,372
300	1,748	22	20,433
325	2,640	29	17,902

由表 4 可以看出具 0.47 的低 I.V. 的粘合纤维在较低的活化温度下拥有较高的粘合强度。

5 实施例 5 含 30/70 顺/反 1,4-环己烷二甲醇混合物的低粘度 PET 共聚多酯

用二元醇组分和二羧酸组分形成聚对苯二甲酸乙二醇酯共聚多酯。所述二元醇组分包含 31% (摩尔) 30/70 顺/反 1,4-环己烷二甲醇混合物和 69% (摩尔) 乙二醇。所述二羧酸组分为 100% 的对苯二甲酸二甲酯。使用含 32 ppm Ti、46 ppm Mn、50 ppm Co 和 70 ppm P 的催化体系通过熔融相缩聚方法制备聚对苯二甲酸乙二醇酯共聚多酯。所形成的聚对苯二甲酸乙二醇酯具有 0.50 的 I.V..

15 将这种共聚多酯粒在 60°C 干燥 2 小时, 然后使用具有 332 个孔 (0.55 mm 喷丝孔) 的喷丝板以 1000 m/m 的卷绕速度熔融挤出形成 9 旦/单丝的复丝, 熔纺温度为 240°C, 挤出速度为 43 磅/小时。在挤出过程中使用每分钟 145 立方英尺的速度骤冷纤维。随后使用 68°C 水浴将初纺纤维在一步牵伸法中牵伸。将纤维用填塞箱卷曲, 提供每英寸 7.5 个卷曲数, 卷曲角为 90 度, clapper 设定值为 9.5 psi, 没有直接蒸汽。将纤维在松弛状态下在 60°C 干燥 2 分钟。得到的切段纤维测得为 3 旦/单丝。

20 在熔纺操作前所述共聚多酯没有干燥的情况下也获得类似的良好结果。

也可容易地用含有 22% (摩尔) CHDM (I.V. 0.40) 或含 45% (摩

尔)CHDM (I.V. 0.49)的 PET 共聚多酯产生纤维。

实施例 6 非织料片(nonwoven web)的制备

5 将实施例 5 得到的 3 旦/单丝单组分粘合纤维与聚对苯二甲酸乙二醇酯切段纤维(2 1/4 旦/单丝)共混以提供含 20% (重量)粘合纤维的共混物。通过梳理形成 1 1/4 盎司/码²的均质掺混非织料片。通过将所述料片传送通过红外烘箱并接着通过热精梳(nipping)(80℃)粘合所述无织料片。获得良好的轴向和横向拉伸强度和悬垂性。

10 通过将所述料片从梳理机通过 150℃ 空气循环烘箱两分钟停留时间也可获得良好的粘合。

由本发明的组合物制得的粘合纤维可以超声频率活化或射频活化。

实施例 7 鲜艳染色的非织料片的制备

15 类似于实施例 6 制备 1 1/2 盎司/平方码非织料片; 但将基质聚酯染成红色。实施例 5 的单组分粘合纤维提供的透明粘合对色调的鲜明度影响很小。这是一个比不含环己烷二甲醇的间苯二甲酸改性的聚对苯二甲酸乙二醇酯共聚多酯粘合纤维的优越之处, 后者通常较不透明并且常常导致染色物品的霜白、雾状外观。

20

实施例 8 皮/芯双组分纤维

25 使用聚对苯二甲酸乙二醇酯均聚物(I.V. 0.54)作为芯以及类似于实施例 5 的聚对苯二甲酸乙二醇酯共聚多酯(I.V. 0.41)作为皮制备 50/50 皮/芯双组分纤维。所述双组分纤维如下制成: 将结晶、干燥的 PET 粒在挤塑机中熔化并在 295℃ 的熔融温度下作为芯进料。将干燥的 PET 共聚多酯粒送到挤塑机的进料斗中, 以皮熔体流进料。将皮熔体流在 225℃ 的熔融温度下挤出。熔融流通过具有皮/芯孔构造的喷丝板共挤塑, 调节其计量率而产生具有 50% 共聚多酯皮/50% PET 芯的纤维。也制备长丝和切断纤维形式的类似于 35/65 皮/芯双组分

纤维,以产生4旦/单丝的拉伸辊速率拉伸纤维然后卷曲并切成切段纤维(51 mm长).

5 这些双组分粘合纤维可与聚对苯二甲酸乙二醇酯和/或其它基质切段纤维一起用于制备无纺织物和高蓬松棉胎。这些粘合纤维也可以100%的形式使用。

实施例9 含间苯二甲酸和30/70顺/反1,4-环己烷二甲醇混合物的低粘度PET共聚多酯

10 使用含25 ppm Ti、40 ppm Mn、55 ppm Co和60 ppm P的催化体系熔融相缩聚制备含20%(摩尔)间苯二甲酸(IPA)和20%(摩尔)1,4-环己烷二甲醇(CHDM)的聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)共聚多酯。该共聚多酯具有0.55的I.V.。

15 将这种共聚多酯粒在50℃干燥2小时,然后使用具有332个孔(0.55 mm喷丝孔)的喷丝板以1000 m/m的卷取速度熔融挤出形成9旦/单丝的复丝纤维,熔体温度为265℃,挤出速度为43磅/小时。挤塑中使用145立方英尺/分钟的空气流骤冷长丝。随后将初纺纤维以3:1的牵伸比牵伸并使用68℃水浴和注入0.5 psi直接蒸汽的蒸汽箱连续进行一步牵伸处理。将纤维用填塞箱卷曲成每英寸7个卷曲,卷曲角为95度,clapper设定值为9.5 psi,没有使用蒸汽。将纤维在松
20 驰状态下在60℃干燥2分钟。得到的切段纤维为3.2旦/单丝。

初纺的未牵伸形式的上述纤维也是有效的粘合纤维。例如,一种4旦/单丝初纺粘合纤维特别适合于需要低缩率的轻质无纺布。同样,当所述共聚多酯粒没有在纺丝操作前干燥时获得了良好的结果。

25 也可用由12%(摩尔)IPA和28%(摩尔)CHDM(I.V.0.48)或30%(摩尔)IPA和8%(摩尔)CHDM(I.V.0.60)形成的PET共聚多酯容易地生产纤维。

实施例10 非织料片的制备

将实施例1得到的3旦/单丝单组分粘合纤维与PET切段纤维(2

1/4 旦/单丝)共混以提供含 20% (重量)粘合纤维的共混物。通过梳理
生产线形成 1 1/4 盎司/码²的均质掺混非织料片。通过将所述料片传
送通过红外烘箱并接着通过热精梳(80℃)活化而将所述纤维粘合成所
述非织料片。获得良好的轴向和横向拉伸强度和悬垂性。通过将料
5 片从梳理机通过 150℃ 空气循环烘箱两分钟停留时间也可获得良好的
粘合。

由本发明的组合物制得的粘合纤维也可用射频活化。当所述粘合
纤维为含 15% (摩尔)间苯二甲酸和 15% (摩尔)CHDM 的 1,4-环己烷二
羧酸(PEC)共聚多酯或含 10% (摩尔)间苯二甲酸和 25% (摩尔)CHDM
10 的萘二甲酸(PEN)共聚多酯时也可获得类似有益的结果。

实施例 11 皮/芯双组分纤维

使用聚对苯二甲酸乙二醇酯均聚物(I.V. 0.54)作为芯以及类似于
实施例 1 的聚对苯二甲酸乙二醇酯共聚多酯(I.V. 0.47)作为皮制备
15 50/50 皮/芯双组分纤维。所述双组分纤维如下制成: 将结晶、干燥的
PET 粒在挤塑机中熔化并在 288℃ 的熔纺温度下作为芯的进料。将干
燥的 PET 共聚多酯粒送到挤塑机的进料斗中, 作为皮熔体流进料。
将皮熔体流在 250℃ 的熔融温度下挤出。熔融流通过具有皮/芯孔构
造的喷丝板共挤塑, 调节其计量率而产生具有 50% 共聚多酯皮/50%
20 PET 芯的纤维。以产生 4 旦/单丝的拉伸辊速率拉伸纤维。也制备长
丝和切断纤维形式的类似于 40/60 皮/芯双组分纤维。对于切段纤维
来说, 然后将所述纤维卷曲并切成 38 mm 长度。

这些双组分粘合纤维可与聚对苯二甲酸乙二醇酯、玻璃和/或其
它基质纤维、织物或膜一起用于制备无纺布、复合材料和其它形式
25 的材料。对于一些无纺布结构来说, 这些粘合纤维也可以 100% 的形
式使用。

实施例 12 含 IPA 和 CHDM 的低粘度 PET 共聚多酯

使用实施例 1 所描述的催化体系, 制备含 11% (摩尔)IPA 和 13%

(摩尔)CHDM的PET共聚多酯。这种共聚多酯具有0.58的I.V.。这种共聚多酯的干燥样品使用实施例1所述的技术熔纺以提供12旦/单丝的初纺复丝粘合纤维。将这些纤维牵伸、卷曲和切割以提供3.5旦/单丝的切段纤维。将这些粘合纤维与PET纤维混合以形成含15%(重量)粘合纤维的共混物。将这种共混物如实施例2所述的那样通过红外烘箱来粘合。

长丝纤维也易于用该实施例的共聚多酯熔纺以提供6旦/单丝的长丝。这些长丝易于与玻璃以7%粘合纤维的水平混纤或连续共混、切成切段纤维或粗纱，然后形成复合结构和热活化。

10

实施例13 含CHDM的低粘度PET共聚多酯

用1,4-环己烷二甲醇、乙二醇和对苯二甲酸二甲酯制备含约31%(摩尔)1,4-环己烷二甲醇和约69%(摩尔)乙二醇的0.40 I.V.共聚多酯。在二元醇组分过量的情况下进行二羧酸组分和二元醇组分的反应。具体而言，首先进行酯交换反应步骤，接着进行缩聚反应步骤来进行所述反应。酯交换反应在190-240℃的温度和15-40 psig的压力下在含16 ppm Ti(以钛酸四异丙酯的形式)和46 ppm Mn(乙酸锰的形式)的催化体系的存在下进行。在开始缩聚反应步骤前，将约10 ppm蓝色和红色蒽醌调色染料的混合物加入到反应混合物中并将含Merpol® A(可购自DuPont)的催化抑制剂以约70 ppm P的量加入。将酯交换反应的产物进行缩聚反应步骤，缩聚反应步骤的温度开始为245-255℃，结束为255-270℃。同样，缩聚反应的压力开始于75-200托并结束于0.3-4.0托。

15

20

由上面的聚酯粒形成单组分粘合纤维。将粘合纤维(6旦，未卷曲)切成1/4英寸(6 mm)切段纤维。将粘合纤维以15%(重量)的量与短纤浆在气流成网无纺布中共混。在粘合剂的通风烘箱活化后得到的500 g/平方米无纺布和只有短纤浆的对照相比展现出显著提高的干和湿拉伸强度和抗裂强度。在使用由0.40 I.V.共聚多酯制备的3旦单

25

组分粘合纤维的湿法成网纤维素无纺布中也观察到同样的改善。