



(10) 授权公告号 CN 114341264 B

(45) 授权公告日 2023.08.04

(21) 申请号 202080060242.3

(22) 申请日 2020.08.26

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 114341264 A

(43) 申请公布日 2022.04.12

(30) 优先权数据
2019-157115 2019.08.29 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日
2022.02.25

(86) PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2020/032203 2020.08.26

(87) PCT国际申请的公布数据
W02021/039848 JA 2021.03.04

(73) 专利权人 东丽株式会社
地址 日本东京都

(72) 发明人 前田雅明 白石安宏

(74) 专利代理机构 北京市金杜律师事务所
11256

专利代理师 杨宏军

(51) Int.Cl.
C08L 67/00 (2006.01)
C08K 3/36 (2006.01)
D01F 6/92 (2006.01)
D01F 1/10 (2006.01)

(56) 对比文件
CN 108430772 A, 2018.08.21
JP H05311051 A, 1993.11.22
JP H07244833 A, 1995.09.19
JP H0836738 A, 1996.02.06
JP S63220417 A, 1988.09.13
JP S63238135 A, 1988.10.04

审查员 王芳

权利要求书1页 说明书9页

(54) 发明名称

聚酯组合物及聚酯纤维

(57) 摘要

本发明提供黑色发色性良好的聚酯纤维。本发明的聚酯组合物的主要的酸成分包含对苯二甲酸或其酯形成衍生物,主要的二醇成分包含乙二醇,且平均一次粒径为0.15~0.30 μm的二氧化硅粒子呈单分散的状态。

1. 聚酯纤维,其是由聚酯组合物形成的,所述聚酯组合物含有0.5~3.0重量%的平均一次粒径为0.15~0.30 μm 且粒径的相对标准偏差为0.40以下的二氧化硅粒子,并且聚酯的甲氧基为10ppm以下,

所述聚酯纤维含有0.5~3.0重量%的平均一次粒径为0.15~0.30 μm 且粒径的相对标准偏差为0.40以下的二氧化硅粒子,纤维表面上的与相邻的二氧化硅粒子的中心间距离处于小于所述平均一次粒径的2倍的范围内的二氧化硅粒子在每10 μm^2 为4个以下,

其中,为了使纤维表面上的与相邻的二氧化硅粒子的中心间距离处于小于所述平均一次粒径的2倍的范围内的二氧化硅粒子在每10 μm^2 为4个以下,首先,将二氧化硅粒子用作为聚酯的构成成分的二醇稀释至5重量%以下而预先浆料化,并且,在从酯化反应结束到缩聚反应开始的期间,以二氧化硅粒子添加后的聚酯组合物的芳香族二羧酸与二醇的摩尔比成为2.2以上的方式,添加二醇成分,然后添加经浆料化的二氧化硅粒子。

2. 如权利要求1所述的聚酯纤维,其在纱-梨皮条件下的行进纱摩擦系数为0.35以下,并且在纱-镜面条件下的行进纱摩擦系数为0.7以下。

聚酯组合物及聚酯纤维

技术领域

[0001] 本发明涉及聚酯组合物及聚酯纤维。

背景技术

[0002] 聚酯、特别是聚对苯二甲酸乙二醇酯广泛地用于纤维用途。

[0003] 特别是在制服用途等的纤维中,已知的是为了减少光的表面反射量而使黑色发色性良好,通过使纤维表面粗面化来提高发色性。

[0004] 另外,作为纤维表面的粗面化的方法,提出了在聚酯组合物中添加粒子。例如,专利文献1中,提出了粒子间距离为 $0.2\sim 0.7\mu\text{m}$ 且在表面内存在 $50\sim 200\mu\text{m}$ 的粒子的聚酯组合物。在专利文献2中,提出了含有 $0.4\sim 5$ 重量%的平均一次粒径为 $0.02\sim 0.1\mu\text{m}$ 的二氧化硅粒子的聚酯纤维。专利文献3中,提出了含有 $10\text{ppm}\sim 75\text{ppm}$ 磷化合物、 $1\sim 20\text{ppm}$ 钛化合物、且 $0.5\sim 3.0\%$ 的二次粒径的平均值为 $20\sim 100\text{nm}$ 的二氧化硅粒子的聚酯组合物。

[0005] 现有技术文献

[0006] 专利文献

[0007] 专利文献1:日本国特开昭55-107512号公报

[0008] 专利文献2:日本国特开2011-207928号公报

[0009] 专利文献3:日本国特开2013-189521号公报

发明内容

[0010] 发明所要解决的课题

[0011] 然而,上述文献中所述的纤维或组合物由于是粒子聚集而成的不定形体,纺丝时的滤压上升等制丝性无法适应近年来的纤维高度化(细纤度化),另外,存在发色性、特别是黑色发色性低的问题。

[0012] 因此,本发明提供制丝性优异、且黑色发色性优异的聚酯组合物,及黑色发色性优异的聚酯纤维。

[0013] 用于解决课题的手段

[0014] 本发明的课题通过以下的(1)~(3)中的任一者来解决。

[0015] (1) 聚酯组合物,其含有 $0.5\sim 3.0$ 重量%的平均一次粒径为 $0.15\sim 0.30\mu\text{m}$ 且粒径的相对标准偏差为 0.40 以下的二氧化硅粒子,并且聚酯的甲氧基为 10ppm 以下。

[0016] (2) 聚酯纤维,其是由上述(1)所述的聚酯组合物形成的,所述聚酯纤维含有 $0.5\sim 3.0$ 重量%的平均一次粒径为 $0.15\sim 0.30\mu\text{m}$ 且粒径的相对标准偏差为 0.40 以下的二氧化硅粒子,纤维表面上的与邻接的二氧化硅粒子的中心间距离处于小于上述平均一次粒径的2倍的范围内的二氧化硅粒子在每 $10\mu\text{m}^2$ 为4个以下。

[0017] (3) 如上述(2)所述的聚酯纤维,其在纱-梨皮条件下的行进纱摩擦系数为 0.35 以下,并且纱-镜面条件下的行进纱摩擦系数为 0.7 以下。

[0018] 发明的效果

[0019] 本发明的聚酯组合物由于兼具良好的制丝性和黑色发色性,因而可提供特别是最适于黑色制服用途等的纤维。

具体实施方式

[0020] 以下,详细地说明本发明。

[0021] 本发明的聚酯组合物含有0.5~3.0重量%的平均一次粒径为0.15~0.30 μm 且粒径的相对标准偏差为0.40以下的二氧化硅粒子,并且聚酯的甲氧基为10ppm以下。

[0022] 本发明的聚酯组合物是主要成分由芳香族二羧酸和二醇形成的聚酯。

[0023] 作为本发明中使用的芳香族二羧酸,优选95摩尔%以上为芳香族二羧酸,更优选使用对苯二甲酸。

[0024] 另外,在不损害本发明效果的范围内,作为共聚成分,也可以含有其他二羧酸。具体而言,可举出间苯二甲酸、间苯二甲酸-5-磺酸盐、萘2,6-二甲酸、双苯酚二甲酸、己二酸、琥珀酸、庚二酸、辛二酸、杜鹃酸、癸二酸、1,9-壬二甲酸、1,12-十二烷二甲酸等已知的二羧酸。

[0025] 作为本发明中使用的二醇,优选80摩尔%以上为直链亚烷基二醇。作为直链亚烷基二醇的具体例子,可举出乙二醇、1,3-丙二醇、1,4-丁二醇。这些可以单独使用,也可以并用2种以上。

[0026] 另外,在不损害本发明效果的范围内,作为共聚成分,也可以将其他二醇类并用而使用。具体而言,可举出二乙二醇、己二醇、环己烷二甲醇、二乙二醇双酚A环氧乙烷加成物、聚乙二醇等。

[0027] 另外,本发明的聚酯组合物也可以含有二氧化钛等消光剂、聚集氧化铝等微粒子、受阻酚衍生系等抗氧化剂、其他着色颜料等。

[0028] 本发明的聚酯组合物如上所述包含二氧化硅粒子。本发明中的二氧化硅粒子是指将硅氧化物作为主体的粒子。

[0029] 本发明的聚酯组合物含有的二氧化硅粒子的平均一次粒径为0.15~0.30 μm 。平均一次粒径大于0.30 μm 时,有时由聚酯组合物所得到的纤维表面的粗面化变得不充分、发色性变得不良。另外,平均一次粒径小于0.15 μm 时,有时由于二氧化硅粒子变得易于聚集而使制丝性变得不良。平均一次粒径在上述范围内时,可以兼顾发色性和制丝性,而平均一次粒径为0.15~0.20 μm 时,发色性和制丝性变得更良好,因而优选。

[0030] 本发明的聚酯组合物中含有的二氧化硅粒子具有上述平均一次粒径并且粒径的相对标准偏差为0.40以下。在此,相对标准偏差以下式来定义。

[0031] 相对标准偏差=粒径的标准偏差 σ /平均一次粒径D(μm)

[0032] 相对标准偏差超过0.40时,由于在纤维表面上可有助于发色性的二氧化硅粒子变少,因而发色性变得不良,此外,由于纤维表面过于粗面化,因而有时不能得到良好的制丝性。相对标准偏差优选为0.35以下,更优选为0.30以下。

[0033] 需要说明的是,二氧化硅粒子的平均一次粒径及相对标准偏差可通过以下方式求出:利用等离子体反应器对聚酯组合物的表面进行等离子体低温灰化处理直至0.3 μm 的深度,以使粒子露出,以扫描型电子显微镜、用图像分析仪对粒子数为5000个以上的图像进行处理。

[0034] 另外,本发明的聚酯组合物含有0.5~3.0重量%的二氧化硅粒子。二氧化硅粒子的含量小于0.5重量%时,有时由聚酯组合物得到的纤维的表面的粗面化变得不充分、发色性变得不良。二氧化硅粒子的含量超过3.0重量%时,有时由于二氧化硅粒子变得易于聚集而制丝性变得不良。二氧化硅粒子的含量在上述范围时,可以兼顾发色性和制丝性,含量为1.0~2.0重量%时,发色性和制丝性变得更良好,因而优选。

[0035] 本发明中使用的二氧化硅粒子的制法没有特别限制,优选适用湿法。二氧化硅粒子例如可以将硅酸钠、烷氧基硅烷等作为起始原料来通过水解法得到。从二氧化硅粒子的分散性、抑制粗大粒子的生成的观点考虑,优选为将硅酸钠作为起始原料而得到的二氧化硅粒子。

[0036] 本发明的聚酯组合物可以通过现有已知的方法来制造,例如,可以通过直接聚合法来制造。本发明的聚酯组合物包含聚合物。

[0037] 需要说明的是,本发明的聚酯组合物的甲氧基量为10ppm以下。为了将聚酯组合物的甲氧基量设为10ppm以下,优选通过使芳香族二羧酸与二醇、及其他共聚成分直接反应的直接聚合法来制造。聚酯组合物的甲氧基量为10ppm以下时发色性变得良好。聚酯组合物的甲氧基为10ppm以下时发色性变得良好的原因尚不明确,推测是因为甲氧基较少时有二乙二醇(DEG)、羧基末端基团(COOH末端基团)变多的倾向,因此形成染料的附着位点。

[0038] 作为由本发明的聚酯组合物制造聚酯纤维的方法,根据需要,在热风中或者减压下进行聚酯组合物的预先干燥,供给至纺丝机而通过喷丝头进行纺出。此时,为了防止聚酯组合物的由热引起的劣化,聚酯组合物在纺丝机内的滞留时间越短越好,通常为20分以内即可。另外,纺丝温度为250~300℃即可。

[0039] 纺出的纱条用冷风来冷却固化,接着赋予油剂后,用控制纺丝速度的牵引辊进行牵引。由牵引辊牵引的未拉伸纱条通常被连续地拉伸,但也可以在暂时卷绕后在其他工序中拉伸。纺丝速度为300~3000m/分钟左右,优选为500~2500m/分钟即可。对于得到的纱条而言,根据需要一边加热一边进行假捻加工,得到聚酯加工丝后,可以用圆形针织机将该加工丝制作编织物。

[0040] 本发明的聚酯纤维中,针对纤维表面的二氧化硅粒子,与邻接的二氧化硅粒子的中心间距离处于小于平均一次粒径的2倍的范围内的二氧化硅粒子的个数在每 $10\mu\text{m}^2$ 为4个以下。对于纤维表面的与邻接的二氧化硅粒子的中心间距离处于小于平均一次粒径的2倍的范围内的二氧化硅粒子而言,若每 $10\mu\text{m}^2$ 为4个以下,则纺丝操作性、黑色发色性变得良好。

[0041] 为了使纤维表面的二氧化硅粒子成为粒子彼此的中心间距离处于小于平均一次粒径的2倍的范围内的粒子的个数在每 $10\mu\text{m}^2$ 为4个以下,例如,有以下方法。首先,将二氧化硅粒子用作为聚酯的构成成分的二醇稀释至5重量%以下而预先浆料化。并且,在从酯化反应结束到缩聚反应开始的期间,以二氧化硅粒子添加后的聚酯组合物的芳香族二羧酸与二醇的摩尔比成为2.2以上的方式,添加二醇成分,然后添加经浆料化的二氧化硅粒子。

[0042] 另外,本发明的聚酯纤维以0.5~3.0重量%的范围含有平均一次粒径为0.15~0.30 μm 且粒径的相对标准偏差为0.40以下的二氧化硅粒子。若平均一次粒径在上述范围内,则由于纤维表面的粗面化变得充分,因而发色性提高,并且制丝性也优异。优选平均一次粒径为0.15~0.20 μm 。

[0043] 对于本发明的聚酯纤维而言,在纱-梨皮条件下的行进纱摩擦系数为0.35以下且在纱-镜面条件下的行进纱摩擦系数为0.7以下时,由于构成纱道时的导纱器磨损少,因而优选。

[0044] 另外,在由本发明的聚酯组合物形成的纤维中,可以通过已知的方法实施减量处理。作为减量处理的方法,例如可以举出等离子体处理、激光处理、碱减量处理等,从得到的纤维的手感、染色性等的观点考虑,优选碱减量处理。

[0045] 实施例

[0046] 举出以下实施例,来对本发明进一步详细地说明。需要说明的是,实施例中的物性值由以下的方法进行测定。

[0047] (1) 平均一次粒径、标准偏差、相对标准偏差

[0048] 使用Yamato Scientific Co.,Ltd.制等离子体反应器PR300,对聚酯组合物的表面以达到0.3 μ m深度来进行等离子体低温灰化处理而使粒子露出。使用扫描型电子显微镜(SEM,Regulus8100型扫描电子显微镜:株式会社日立制作所制)、通过图像分析仪(Image-Pro:Nippon Roper K.K.制)对粒子数为5000个以上的图像进行处理,求出体积数均粒径(平均一次粒径)、标准偏差、相对标准偏差。

[0049] 在聚酯纤维的情况下,除去油剂后,与聚酯组合物同样地对纤维表面进行等离子体低温灰化处理而使粒子露出,与聚酯组合物同样地用扫描型显微镜和图像分析仪进行处理。

[0050] (2) 聚酯组合物中的二氧化硅粒子含量(重量%)

[0051] 将聚酯组合物6g熔融而成型为板状,通过使用荧光X射线分析装置(PRIMUS II: Rigaku Corporation制)的荧光X射线分析来测定强度,使用由已知含量的样品而预先制成的标准曲线,将金属含有率作为二氧化硅粒子含量。

[0052] 在聚酯纤维的情况下,除去油剂后,与聚酯组合物同样地通过荧光X射线分析进行测定。

[0053] (3) 聚酯组合物的甲氧基量

[0054] 向聚酯20g中加入肼10ml,于100 $^{\circ}$ C碱分解40分钟,利用气相色谱法对甲醇进行定量,根据该测定值以当量/聚酯10⁶g的值来表示。

[0055] 在聚酯纤维的情况下,除去油剂后,与聚酯组合物同样地进行碱分解,并利用气相色谱法进行测定。

[0056] (4) 摩擦系数

[0057] 行进纱摩擦系数通过INTEC公司制 μ METER进行测定,根据张力而算出。以纱-梨皮0.35以下、纱-镜面0.70以下为目标,以如下3个等级进行评价:A:梨皮、镜面均为目标值以下且为合格,B:梨皮、镜面中的任一者为目标值以下且为合格,C:梨皮、镜面均超过目标值且为不合格。

[0058] (5) 纺丝操作性

[0059] 由纺丝中的断丝次数进行判断,以如下4个等级进行评价:A:特优(小于1次/t),B:优(1次/t以上~小于2次/t),C:良(2次/t以上~小于3次/t),D:不良(3次/t以上)。

[0060] (6) 黑色发色性

[0061] 将实施例·比较例的聚酯纤维制成筒编,使用Dianix Black BG-FS(三菱化学株

式会社制,分散染料) 15%owf水分散液作为染料,以浴比1:30、于130℃将以碱减量率为20%的方式进行处理过的针织物染色60分钟,将染色后的针织物通过比色计(MINOLTM株式会社制CM-3700D)测定3次L值而求出平均值,以A:12.0以下,B:超过12.0且为13.0以下,C:超过13.0且为14.0以下,D:超过14.0的4个等级进行评价。

[0062] (实施例1)

[0063] 在保持反应槽温度为240~245℃的同时,将包含对苯二甲酸300重量份、乙二醇129重量份的浆料(计算摩尔比为1.15)用3小时连续供给至具备精留塔的酯化反应槽中,在从精馏塔上段将水馏去的同时进行反应。水的馏去量为64重量份,对苯二甲酸的计算酯化反应率为98%。

[0064] 将得到的反应物中的43%(体积)用10微米的过滤器过滤,同时移液至聚合反应槽。

[0065] 之后,向移液至聚合反应槽的组合物中添加22重量份的乙二醇,之后立即添加三氧化铋0.044重量份和乙酸镁0.16重量份。使组合物的温度经约10分钟成为250℃。之后,添加22重量份的乙二醇,之后立即添加磷酸三甲酯0.060重量份。再次经约10分钟使组合物的温度成为250℃,然后添加乙二醇22重量份,再次经约10分钟使组合物的温度成为250℃,然后将包含平均一次粒径0.17 μm 、粒径的相对标准偏差为0.30的二氧化硅粒子7.5重量份、乙二醇142重量份的二氧化硅浆料(二氧化硅粒子的浓度5重量%)进行3等分(体积),分3次进行添加。在各添加中,当体系内的温度成为225℃以下时中断添加,在体系内温度超过225℃之前保持待机。另外,各次添加后,待机至体系内的温度成为245℃以上(芳香族二羧酸与二醇的摩尔比为3.0)。

[0066] 在二氧化硅浆料的添加结束后,经90分钟使聚合反应槽升温至290℃,同时经60分钟减压至60Pa,进行缩聚反应直至预先根据搅拌负荷电力求出的聚酯组合物的特性粘度成为0.66。

[0067] 将该聚酯组合物于160℃干燥7小时后,于纺丝温度290℃、纺丝速度1500m/分钟进行纺丝后,以拉伸倍率2.81进行拉伸。

[0068] 得到的聚酯纤维的甲氧基量为5ppm、二氧化硅粒子的含量为1.5重量%、平均一次粒径为0.17 μm 、粒径的相对标准偏差为0.30,且二氧化硅粒子的中心间距离处于小于平均一次粒径的2倍的范围内的粒子的个数在每10 μm^2 为0个。该纤维的纺丝操作性、丝摩擦系数、黑色发色性极其良好。

[0069] (实施例2)

[0070] 使二氧化硅粒子的平均一次粒径为0.15 μm ,除此以外,以与实施例1同样的方法得到聚酯纤维。纺丝操作性、丝摩擦系数、黑色发色性极其良好。

[0071] (实施例3)

[0072] 使二氧化硅粒子的平均一次粒径为0.20 μm ,除此以外,以与实施例1同样的方法得到聚酯纤维。纺丝操作性、丝摩擦系数、黑色发色性极其良好。

[0073] (实施例4)

[0074] 使二氧化硅粒子的平均一次粒径为0.30 μm ,除此以外,以与实施例1同样的方法得到聚酯纤维。纺丝操作性、丝摩擦系数极其良好。黑色发色性为可使用的水平。

[0075] (实施例5)

[0076] 使二氧化硅粒子的粒径的相对标准偏差为0.40,除此以外,以与实施例1同样的方法得到聚酯纤维。纺丝操作性、丝摩擦系数、黑色发色性极其良好。

[0077] (实施例6)

[0078] 将聚酯纤维中的二氧化硅粒子的含量设为1.0重量%,除此以外,以与实施例1同样的方法得到聚酯纤维。纺丝操作性、丝摩擦系数、黑色发色性极其良好。

[0079] (实施例7)

[0080] 将聚酯纤维中的二氧化硅粒子的含量设为2.0重量%,除此以外,以与实施例1同样的方法得到聚酯纤维。纺丝操作性、丝摩擦系数、黑色发色性极其良好。

[0081] (实施例8)

[0082] 将聚酯纤维中的二氧化硅粒子的含量设为0.5重量%,除此以外,以与实施例1同样的方法得到聚酯纤维。纺丝操作性、黑色发色性极其良好。纱-镜面摩擦系数为可使用的水平。

[0083] (实施例9)

[0084] 将聚酯纤维中的二氧化硅粒子的含量设为3.0重量%,除此以外,以与实施例1同样的方法得到聚酯纤维。黑色发色性极其良好。纺丝操作性、纱-镜面摩擦系数为可使用的水平。

[0085] (实施例10)

[0086] 对苯二甲酸二甲酯与乙二醇的酯交换反应后,添加与实施例1同样的二氧化硅粒子,与实施例1同样地进行缩聚反应,制造聚酯组合物(B)(甲氧基量为20ppm)。

[0087] 向实施例1中制造的聚酯组合物(60重量份)中添加30重量份的聚酯组合物(B),与实施例1同样地纺丝、拉伸,由此得到甲氧基量为10ppm的聚酯纤维。纺丝操作性、丝摩擦系数、黑色发色性极其良好。

[0088] (实施例11)

[0089] 使二氧化硅粒子添加时的乙二醇与对苯二甲酸的摩尔比为2.2,除此以外,以与实施例1同样的方法得到聚酯纤维。

[0090] 得到的聚酯纤维中的二氧化硅粒子的中心间距离处于小于平均一次粒径的2倍的范围内的粒子的个数在每 $10\mu\text{m}^2$ 为4个。另外,纺丝操作性优异。纱-梨皮摩擦系数、黑色发色性为可使用的水平。

[0091] 将实施例1~11的结果汇总示于表1。

[0092] [表1]

表1

	实施例1	实施例2	实施例3	实施例4	实施例5	实施例6	实施例7	实施例8	实施例9	实施例10	实施例11
平均一次粒径D (μm)	0.17	0.15	0.20	0.30	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17
二氧化硅粒子	0.30	0.30	0.30	0.30	0.40	0.27	0.27	0.27	0.27	0.30	0.30
相对标准偏差 (σ/D)	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.0	2.0	0.5	3.0	1.5	1.5
聚合物中的含量 (重量%)	5	5	5	5	5	5	5	5	5	10	5
聚合物中的甲氧基量 (ppm)	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	4
二氧化硅粒子的中心间距处于小于平均粒径的2倍的范围内的粒子的个数 (每10 μm ²)	0.25	0.30	0.22	0.20	0.20	0.25	0.27	0.32	0.30	0.32	0.38
纱-梨皮	0.50	0.60	0.65	0.62	0.64	0.66	0.65	0.75	0.77	0.68	0.68
摩擦系数	A	A	A	A	A	A	A	B	B	A	B
综合评价	0(A)	0.5(A)	0.5(A)	0.5(A)	0.5(A)	0.5(A)	0.5(A)	0(A)	1.0(B)	0.5(A)	0.7(A)
纺丝操作性 (断丝次数: 次/l)	11.6(A)	11.8(A)	11.7(A)	12.2(B)	11.7(A)	11.8(A)	11.7(A)	11.9(A)	11.9(A)	11.8(A)	12.5(B)
黑色发色性											

[0093] (比较例1)

[0094] 使二氧化硅粒子的平均一次粒径为0.12μm,除此以外,以与实施例1同样的方法得到聚酯纤维。确认得到的聚酯纤维中的二氧化硅粒子多数发生聚集,分散性差而纺丝操作

性不良。

[0095] (比较例2)

[0096] 使二氧化硅粒子的平均一次粒径为 $0.33\mu\text{m}$,除此以外,以与实施例1同样的方法得到聚酯纤维。得到的聚酯纤维的黑色发色性较差。

[0097] (比较例3)

[0098] 使用二氧化硅粒子粒径的相对标准偏差为0.44的二氧化硅粒子,除此以外,以与实施例1同样的方法得到聚酯纤维。得到的聚酯纤维的纺丝操作性、黑色发色性不良。

[0099] (比较例4)

[0100] 将聚酯纤维中的二氧化硅粒子的含量设为0.3重量%,除此以外,以与实施例1同样的方法得到聚酯纤维。得到的聚酯纤维的黑色发色性不良。

[0101] (比较例5)

[0102] 将聚酯纤维中的二氧化硅粒子的含量设为3.3重量%,除此以外,以与实施例1同样的方法得到聚酯纤维。得到的聚酯纤维的纺丝操作性不良。

[0103] (比较例6)

[0104] 在具备精留塔的酯交换反应槽中,投入对苯二甲酸二甲酯350重量份和乙二醇223重量份,于 140°C 溶解后,添加三氧化铋0.044重量份和乙酸镁0.16重量份,用3小时使反应槽温度从 140°C 升温至 230°C ,在馏去产生的甲醇同时进行酯交换反应,然后添加磷酸三甲酯0.060重量份。

[0105] 向移液至聚合反应槽的组合物中添加乙二醇23重量份(摩尔比2.2),将包含平均一次粒径 $0.17\mu\text{m}$ 、粒径的相对标准偏差为0.30的二氧化硅粒子5.3重量份、和乙二醇142重量份的二氧化硅浆料(二氧化硅粒子的浓度5重量%)进行三等分(体积),分3次进行添加。

[0106] 在二氧化硅浆料的添加结束后,经90分钟将聚合反应槽升温至 290°C ,同时用60分钟减压至60Pa,进行缩聚反应直至预先根据搅拌负荷电力求出的聚酯组合物的特性粘度成为0.66。

[0107] 以与实施例1同样的方法将得到的聚酯组合物进行纺丝、拉伸。

[0108] 得到的聚酯纤维的甲氧基量为12ppm,黑色发色性不良。

[0109] (比较例7)

[0110] 使添加的二氧化硅粒子的浓度为7重量%,在二氧化硅粒子添加前馏去66重量份的二醇,除此以外(二氧化硅粒子添加后的芳香族二羧酸与二醇的摩尔比为2.0),与实施例1同样地得到聚酯纤维。

[0111] 得到的聚酯纤维表面的二氧化硅粒子的中心间距离处于小于平均一次粒径的2倍的范围内的粒子的个数在每 $10\mu\text{m}^2$ 为10个,纺丝操作性、黑色发色性均不良。

[0112] 将比较例1~7的结果汇总示于表2。

[0113] [表2]

表2

	实施例 1	比较例 1	比较例 2	比较例 3	比较例 4	比较例 5	比较例 6	比较例 7
二氧化硅粒子	0.17	0.12	0.33	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17
平均一次粒径D (μm)	0.30	0.30	0.30	0.44	0.30	0.30	0.30	0.30
相对标准偏差 (σ/D)	1.5	1.5	1.5	1.5	0.3	3.3	1.5	1.5
聚合物中的含量 (重量%)	5	5	5	5	5	5	12	5
聚合物中的甲氧基量 (ppm)	0	0	0	0	0	0	0	10
二氧化硅粒子的中心间距处于小于平均粒径的2倍的范围内的粒子的个数 (每10 μm ²)	0.25	0.36	0.32	0.40	0.39	0.32	0.32	0.20
摩擦系数	0.50	0.72	0.60	0.80	0.80	0.60	0.52	0.60
综合评价	A	C	A	C	C	A	A	A
纺丝操作性 (断丝次数: 次/l)	0(A)	3.0(D)	0.7(A)	3.0(D)	1.3(B)	3.3(D)	0.5(A)	3.3(D)
黑色发色性	11.6(A)	11.8(A)	14.4(D)	14.4(D)	14.2(D)	11.8(A)	14.1(D)	14.7(D)

[0114] 虽然使用特定方式详细地说明了本发明,但对于本领域技术人员而言显而易见的是,在不脱离本发明的精神和范围的情况下可以进行各种改变及变形。需要说明的是,本申请基于2019年8月29日提出申请的日本专利申请(日本特愿2019-157115),其整体通过引用而被援引。