

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.⁷
D01F 6/62
D01D 5/08



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 03112012.1

[43] 公开日 2003 年 9 月 3 日

[11] 公开号 CN 1439751A

[22] 申请日 2003.3.20 [21] 申请号 03112012.1
[71] 申请人 济南正昊化纤新材料有限公司
地址 250100 山东省济南市高新开发区化纤
厂路 2 号
[72] 发明人 王国德 孙寒松 郭 华 秦庆才
蒋开杰

[74] 专利代理机构 济南三达专利事务所
代理人 孙 君

权利要求书 1 页 说明书 4 页

[54] 发明名称 一种热碱可溶性聚酯纤维的制备方法

[57] 摘要

本发明涉及一种热碱可溶性聚酯纤维的制备方法，属于化学纤维技术领域。本发明在聚酯制备过程中添加 5 - 10 摩尔%的 5 - 磺酸钠 - 间苯二甲酸乙二醇酯 (SIPE)、4 - 8 摩尔%的间苯二甲酸 (IPA)，并加入聚合物重量的 6 - 12% 的平均分子量为 1000 - 8000 的聚乙二醇 (PEG) 制备易碱解聚酯，上述聚酯干燥后熔融纺丝，拉伸或热变形制得预取向丝 (POY)、牵伸丝 (DT)、低弹丝 (DTY) 等各种热碱可溶性聚酯纤维。本发明的热碱可溶性聚酯纤维具有充分的碱水溶解性，融纺时粘度降小，纺丝操作性优良。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1. 热碱可溶性聚酯纤维的制备方法, 包括聚酯的制备和纤维的制备, 其特征在于,

(1) 聚酯的制备, 由精对苯二甲酸、乙二醇构成主要重复单元对苯二甲酸乙二醇酯, 在酸成分中含有 4—8 摩尔%的间苯二甲酸, 和精对苯二甲酸与间苯二甲酸总摩尔量的 5—10%的 5-磺酸钠-间苯二甲酸乙二醇酯, 在聚合物中含有 6—12 重量%的平均分子量为 1000—8000 的聚乙二醇并含有热稳定剂, 按常规聚酯工艺制得改性的易碱解聚酯;

(2) 上述聚酯干燥后熔融纺丝, 拉伸或热变形制得预取向丝、牵伸丝、低弹丝热碱可溶性聚酯纤维。

2. 如权利要求 1 所述的热碱可溶性聚酯纤维的制备方法, 其特征在于, 所述纤维的制备是: 用常规纺丝设备进行纺丝, 纺丝条件为螺杆温度 275~290℃, 纺速 2000~3500 米/分, 风速 0.4~0.6 米/秒, 制得预取向纤维;

用上述 POY 纤维在牵伸温度 60~100℃, 纺速 400~800 米/分, 牵伸倍数 1.0~2.5 倍, 热定型温度 150~190℃条件下制得的牵伸丝;

或者用上述 POY 纤维纺速 400~800 米/分, 牵伸倍数 1.0~2.0 倍, 第一、第二热箱温度 150~190℃、140~170℃条件下制得低弹丝。

3. 如权利要求 1 所述的热碱可溶性聚酯纤维的制备方法, 其特征在于, 所述的热稳定剂由下列组分构成:

A) 带有位阻酚的抗氧剂, 加入量为聚酯重量的 0.02—0.04%,

B) 醋酸钴, 加入量为聚酯重量的 0.01—0.03%,

C) 磷酸、亚磷酸或其酯类, 加入量为聚酯重量的 0.01—0.03%。

4. 如权利要求 1 所述的热碱可溶性聚酯纤维的制备方法, 其特征在于, 所述聚酯的制备是将乙二醇、精对苯二甲酸、间苯二甲酸按规定摩尔比加入到打浆釜打浆, 打浆釜内可加入常规催化剂, 其中在酸组分中间苯二甲酸占 4—8 摩尔%, 乙二醇与酸的摩尔比控制在 1.2—1.5 之间; 在上述浆料均匀后送入酯化釜进行酯化, 酯化完成后加入 5-磺酸钠-间苯二甲酸乙二醇酯, 其量为精对苯二甲酸、间苯二甲酸总摩尔量的 5—10%; 搅拌 25~35 分钟加入含有的平均分子量为 1000—8000 的聚乙二醇并加入热稳定剂, 聚乙二醇的加入量为聚酯重量的 6—12 %。

一种热碱可溶性聚酯纤维的制备方法

（一）技术领域

本发明涉及一种改性聚酯纤维的制造方法，特别是一种在热碱溶液中极易溶解，用常规聚合及纺丝设备容易制备的聚酯纤维的制备方法，属于化学纤维技术领域。

（二）背景技术

水溶性纤维与常规纤维组成复合丝用于织造，再通过溶剂处理把水溶性纤维除去，增加纤维间的空隙，用于制造特殊风格的织物。对水溶性聚酯纤维已进行过研究，如特开昭 63-165516 号公报中提出了添加 8—16 摩尔%的 5-磺酸盐-间苯二甲酸组分、5-20 摩尔%的间苯二甲酸及 5—20 摩尔%的脂肪族二元酸制备的改性聚酯做单一组分制备水溶性聚酯纤维。特开平 4-327209 号公报提出添加 5—15 摩尔%的 5-磺酸盐-间苯二甲酸、30—70 摩尔%的间苯二甲酸及 5—30 摩尔%的脂肪族环二元酸制备的改性聚酯做单一组分制备水溶性聚酯纤维。这些共聚酯的改性组分较多，导致聚酯的软化点较低，用目前常规聚合设备生产时出料困难，同时用目前常规纺丝设备纺丝时切片粘结严重，不能高速纺丝。

（三）发明内容

本发明针对现有技术的不足，提供一种热碱可溶性聚酯纤维的制备方法，所制备的聚酯纤维在热碱溶液中极易溶解，用常规纺丝设备可以容易地进行高速纺丝。

热碱可溶性聚酯纤维的制备方法，包括改性聚酯的制备和纤维的制备：

（1）聚酯的制备，由精对苯二甲酸、乙二醇构成主要重复单元对苯二甲酸乙二醇酯，在酸成分中含有 4—8 摩尔%的间苯二甲酸，和精对苯二甲酸与间苯二甲酸总摩尔量的 5—10%的 5-磺酸钠-间苯二甲酸乙二醇酯，在聚合物中含有 6—12 重量%的平均分子量为 1000—8000 的聚乙二醇并含有热稳定剂，按常规聚酯工艺制得改性的易碱解聚酯；

（2）上述聚酯干燥后熔融纺丝，拉伸或热变形制得预取向丝（POY）、牵伸丝（DT）、低弹丝（DTY）等各种纤维。

上述纤维的制备是：将该改性聚酯用常规纺丝设备进行纺丝，在纺丝条件为螺杆温度 275—290℃，纺速 2000—3500 米/分，风速 0.4—0.6 米/秒的条件下制得预取向 POY 纤维；

用上述 POY 纤维在牵伸温度 60—100℃，纺速 400—800 米/分，牵伸倍数 1.0—2.5 倍，热定型温度 150—190℃条件下制得的牵伸丝（DT）。

或者用上述 POY 纤维纺速 400—800 米/分，牵伸倍数 1.0—2.0 倍，第一、第二热箱温度 150—190℃、140—170℃条件下制得低弹丝（DTY）。

上述的热稳定剂由下列组分构成：

A) 带有位阻酚的抗氧剂，加入量为聚酯重量的 0.02—0.04%。

B) 醋酸钴, 加入量为聚酯重量的 0.01—0.03%。

C) 磷酸、亚磷酸或其酯类, 加入量为聚酯重量的 0.01—0.03%。

上述的抗氧剂是: 四[β -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(抗氧剂 1010)、2,2-硫代双(4-甲基-6-叔丁基苯酚)(抗氧剂 2246)或[β -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]十八碳醇(抗氧剂 1076)。

上述的易碱解聚酯制备方法具体过程如下:

将乙二醇、精对苯二甲酸、间苯二甲酸按规定摩尔比加入到打浆釜打浆, 打浆釜内可加入常规催化剂等。其中在酸组分中间苯二甲酸占 4—8 摩尔%, 乙二醇与酸的摩尔比控制在 1.2—1.5 之间。

在上述浆料均匀后送入酯化釜进行酯化, 酯化完成后加入 5-磺酸钠-间苯二甲酸乙二醇酯(SIPE), 其量为 PTA、IPA 总摩尔量的 5—10%。

搅拌 25~35 分钟加入含有的平均分子量为 1000—8000 的聚乙二醇(PEG)并加入热稳定剂, 聚乙二醇的加入量为聚酯重量的 6—12 %。

热稳定剂由下列组分构成:

A) 带有位阻酚的抗氧剂, 加入量为聚酯重量的 0.02-0.04%。

B) 醋酸钴, 加入量为聚酯重量的 0.01—0.03%。

C) 磷酸、亚磷酸或其酯类, 加入量为聚酯重量的 0.01—0.03%。

上述物料搅拌 25~35 分钟, 按常规聚酯生产方法生产。

本发明解决了现有技术存在的聚合物中气泡、耐热性差、熔融纺丝时粘度降较大等问题, 本发明的热碱可溶性聚酯纤维具有充分的碱水溶解性, 融纺时粘度降小, 纺丝操作性优良。具体实验数据将在下面的实施例中给出。

(四) 具体实施方式

实施例 1:

易碱解聚酯的制备: 将 1000kg 精对苯二甲酸(PTA)、60kg(5.67%摩尔)间苯二甲酸(IPA)、500kg 乙二醇(EG)、聚合催化剂三氧化二锑 0.32kg 投入打浆釜打浆, 打浆均匀后连续进入酯化釜, 在 250—260℃温度下常压酯化, 酯化出水 220 kg 结束, 移入聚合釜, 加入 140kg (6.0%摩尔)的 5-磺酸钠-间苯二甲酸乙二醇酯(SIPE), 搅拌 30 分钟, 加入 120kg (9.0%)的平均分子量为 4000 的聚乙二醇(PEG)并加入四[β -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(抗氧剂 1010): 0.4 kg (0.03%), 醋酸钴 0.2 kg (0.015%), 磷酸三甲酯 0.2 kg (0.015%), 搅拌 30 分钟, 在低真空, 温度 240—270℃下预缩聚, 在高真空(小于 100Pa), 温度 276~280℃聚合得易碱解聚酯。

POY 纤维的制备: 将该改性聚酯用常规纺丝设备进行纺丝, 在纺丝条件为螺杆温度 284℃, 纺速 3200 米/分, 风速 0.5 米/秒的条件下制得 175dtex/36f 的 POY 纤维。

DT 纤维的制作: 上述 POY 纤维在纺速 600 米/分, 牵伸温度 80℃, 牵伸倍数 1.5 倍, 热定型温度 185℃条件下制的 101 dtex/36f 的牵伸丝 DT。

DTY 纤维的制作：上述 POY 纤维在纺速 500 米/分，牵伸倍数 1.4 倍，第一热箱温度 180℃，第二热箱温度 160℃的条件下制的 110 dtex/36F 的低弹丝 DTY。

该 DT、DTY 纤维用 1.5%的氢氧化钠水溶液（浴比 50，温度 100℃）进行碱溶解实验，10 分钟内可溶解完全。

纤维的主要指标见下表。

项目	POY	DT	DTY
纤度，dtex/36f	175.6	101	110
强度，CN/dtex	1.29	1.90	1.83
伸长，%	120.3	24.9	26

实施例 2：如实施例 1 所述，所不同的是，

纤维的制备是：在纺丝条件为螺杆温度 286℃，纺速 2800 米/分，风速 0.5 米/秒的条件下制得纤度 210dtex/36f、强力 1.19 CN/dtex，伸长 145% 的 POY 纤维。

上述 POY 纤维在纺速 600 米/分，牵伸温度 80℃，牵伸倍数 1.75 倍，热定型温度 186℃条件下制的纤度 105dtex/36f、强力 2.1 CN/dtex，伸长 20% 的 DT 纤维。

该 DT 纤维用 1.5%的氢氧化钠水溶液（浴比 50，温度 100℃）进行碱溶解实验，8 分钟内可溶解完全。

实施例 3：如实施例 1 所述，所不同的是，纤维的制备是：在纺丝条件为螺杆温度 286℃，纺速 2800 米/分，风速 0.5 米/秒的条件下制得纤度 210dtex/36f、强力 1.19 CN/dtex，伸长 145% 的 POY 纤维。

上述 POY 纤维在纺速 490 米/分，牵伸倍数 1.7 倍，第一热箱温度 180℃，第二热箱温度 165℃的条件下制的纤度 110dtex/36f、强力 1.80 CN/dtex，伸长 24% 的 DTY 纤维。该 DTY 纤维用 1.5%的氢氧化钠水溶液（浴比 50，温度 100℃）进行碱溶解实验，10 分钟内可溶解完全。

实施例 4：如实施例 1 所述，所不同的是，聚酯制备的原料为：在酸成分中含有 5 摩尔%的间苯二甲酸（IPA），和精对苯二甲酸和间苯二甲酸总摩尔量的 4%的 5-磺酸钠-间苯二甲酸乙二醇酯（SIPE），在聚合物中含有 9 重量%的平均分子量为 5000 的聚乙二醇（PEG），并含有如下热稳定剂：

A) 2, 2—硫代双(4—甲基—6—叔丁基苯酚)（抗氧剂 2246），加入量为聚酯重量的 0.04%，

B) 醋酸钴，加入量为聚酯重量的 0.02%，

C) 磷酸，加入量为聚酯重量的 0.015%。

实施例 5：如实施例 1 所述，所不同的是

由精对苯二甲酸（PTA）、乙二醇（EG）构成主要重复单元对苯二甲酸乙二醇酯，在酸成分中含有 5 摩尔%的间苯二甲酸（IPA），和精对苯二甲酸和间苯二甲酸总摩尔量

的 6%的 5-磺酸钠-间苯二甲酸乙二醇酯 (SIPE)，在聚合物中含有 7 重量%的平均分子量为 5000 的聚乙二醇 (PEG)，并含有如下热稳定剂:

- A) [β-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]十八碳醇 (抗氧剂 1076)，加入量为聚酯重量的 0.025%,
- B) 醋酸钴，加入量为聚酯重量的 0.03%,
- C) 亚磷酸，加入量为聚酯重量的 0.025%。