



(10) 申请公布号 CN 120303453 A

(43) 申请公布日 2025.07.11

(21) 申请号 202380085505.X

(22) 申请日 2023.12.07

(30) 优先权数据

2022-199790 2022.12.14 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2025.06.12

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2023/043771 2023.12.07

(87) PCT国际申请的公布数据

W02024/128110 JA 2024.06.20

(71) 申请人 株式会社可乐丽

地址 日本冈山县

(72) 发明人 研井孝太 长谷川俊一 荻野祐二

小林利章

(74) 专利代理机构 北京市柳沈律师事务所
11105

专利代理师 王轩

(51) Int.Cl.

D01F 6/84 (2006.01)

D01F 6/62 (2006.01)

权利要求书1页 说明书18页 附图1页

(54) 发明名称

熔融各向异性芳香族聚酯纤维机及其制造方法

(57) 摘要

本发明提供蠕变特性优异的熔融各向异性芳香族聚酯纤维。上述熔融各向异性芳香族聚酯纤维的结晶成分的斜方晶化度为15.0%以上。例如,上述熔融各向异性芳香族聚酯纤维通过密度梯度管求得的密度可以为1.4080g/cm³以上。另外,上述熔融各向异性芳香族聚酯纤维可以包含具有50摩尔%以上的来自4-羟基苯甲酸的结构单元的熔融各向异性芳香族聚酯。

1. 一种熔融各向异性芳香族聚酯纤维,其中,结晶成分的斜方晶化度为15.0%以上。
2. 根据权利要求1所述的熔融各向异性芳香族聚酯纤维,其通过密度梯度管求得的密度为 $1.4080\text{g}/\text{cm}^3$ 以上。
3. 根据权利要求1或2所述的熔融各向异性芳香族聚酯纤维,其包含具有50摩尔%以上的来自4-羟基苯甲酸的结构单元的熔融各向异性芳香族聚酯。
4. 根据权利要求1或2所述的熔融各向异性芳香族聚酯纤维,其通过差示扫描量热仪在氮气氛围下以 $10^\circ\text{C}/\text{分钟}$ 的升温速度测定的熔点为 $260\sim 380^\circ\text{C}$ 。
5. 一种纤维结构物,其是在至少一部分包含权利要求1或2所述的熔融各向异性芳香族聚酯纤维而构成的。
6. 一种熔融各向异性芳香族聚酯纤维的制造方法,该方法至少具备:
在通过差示扫描量热仪在氮气氛围下以 $10^\circ\text{C}/\text{分钟}$ 的升温速度测定的熔融各向异性芳香族聚酯的熔点为 M_{p0} 的情况下,使用双螺杆挤出机以从树脂供给部至混炼部出口的机筒温度低于熔点 M_{p0} 的条件将熔融各向异性芳香族聚酯进行熔融混炼的工序;
将熔融混炼物进行纺丝而得到纺丝原丝的工序;以及
对得到的纺丝原丝进行热处理的工序。
7. 根据权利要求6所述的熔融各向异性芳香族聚酯纤维的制造方法,其中,以双螺杆挤出机的混炼部中的滞留时间为10秒钟以上的条件进行熔融混炼。

熔融各向异性芳香族聚酯纤维机及其制造方法

[0001] 相关申请

[0002] 本申请主张2022年12月14日在日本提出申请的日本特愿2022-199790的优先权,通过参照而引用其全部内容作为本申请的一部分。

技术领域

[0003] 本发明涉及熔融各向异性芳香族聚酯纤维及其制造方法。

背景技术

[0004] 在抗拉构件中大量使用了通用聚酯纤维等通用纤维,但为了电气产品的小型化,要求电缆、软线的线径细化,因此,尽管线径细但仍具有充分的强度的超级纤维备受瞩目。另外,在光缆等用途中,由于光纤的微小伸长会使通信速度加速下降,因此使用尺寸稳定性高的液晶聚合物纤维(熔融各向异性芳香族聚酯纤维、芳族聚酰胺纤维等)。已知熔融各向异性芳香族聚酯纤维可以通过纺丝得到沿纤维轴向高取向的纺丝原丝,然后对纺丝原丝进行热处理而进行固相聚合,从而提高结晶度,因此尺寸稳定性优异。

[0005] 例如,关于熔融各向异性芳香族聚酯纤维的结晶性,专利文献1(日本特开2010-150694号公报)中公开了一种液晶性聚酯纤维,其特征在于:在以CuK α 射线为射线源的广角X射线衍射测定中,在赤道线方向的18~22°具有极大值峰的半值宽度为3.5°以上。

[0006] 另外,关于熔融各向异性芳香族聚酯纤维的制造方法,专利文献2(日本特开平3-227407号公报)中公开了一种熔融各向异性芳香族聚酯的纺丝方法,其特征在于:在使用带有通气孔的挤出机将熔融各向异性芳香族聚酯进行挤出纺丝时,将通气孔部减压至100~760mmHg,将挤出机的前端压力调节至5~30kg/cm²,然后用容积效率50~90%的齿轮泵升至40~200kg/cm²,使其通过过滤器并进行纺丝。

[0007] 现有技术文献

[0008] 专利文献

[0009] 专利文献1:日本特开2010-150694号公报

[0010] 专利文献2:日本特开平3-227407号公报

[0011] 发明的内容

[0012] 发明所要解决的问题

[0013] 然而,为了电气产品等各种用途高寿命化,与现有的熔融各向异性芳香族聚酯纤维相比,要求进一步提高尺寸稳定性,需要改善蠕变特性,但在专利文献1和2中对于蠕变特性的改善并没有记载。

[0014] 因此,为了解决上述课题,本发明的目的在于提供蠕变特性优异的熔融各向异性芳香族聚酯纤维。

[0015] 解决课题的方法

[0016] 为了实现上述目的,本发明的发明人等进行了深入研究,结果发现,在变更了熔融纺丝的混炼条件的情况下,随后对纺丝原丝进行热处理而得到的熔融各向异性芳香族聚酯

纤维的蠕变特性存在差异。

[0017] 而且,在考虑与蠕变特性的关系而着眼于熔融各向异性芳香族聚酯纤维的结晶结构时,发现了蠕变特性更优异的熔融各向异性芳香族聚酯纤维的斜方晶化度高。

[0018] 进一步反复进行了研究,结果发现,在熔融纺丝中,通过使用双螺杆挤出机将熔融各向异性芳香族聚酯进行低温混炼,可以以高粘度的状态施加剪切,能够得到具有更均匀的微晶结构的纺丝原丝,因此通过对这样的纺丝原丝进行热处理,固相聚合中分子链可致密地堆叠,能够增加作为更致密的结晶结构的斜方晶的比例,从而完成了本发明。

[0019] 即,本发明可以由以下的方式构成。

[0020] (方式1)

[0021] 一种熔融各向异性芳香族聚酯纤维,其中,

[0022] 结晶成分的斜方晶化度为15.0%以上(优选为16.0%以上、更优选为17.0%以上、进一步优选为18.0%以上,且为25.0%以下、优选为24.0%以下、更优选为23.0%以下)。

[0023] (方式2)

[0024] 根据方式1所述的熔融各向异性芳香族聚酯纤维,其通过密度梯度管求得的密度为1.4080g/cm³以上。

[0025] (方式3)

[0026] 根据方式1或2所述的熔融各向异性芳香族聚酯纤维,其包含具有50摩尔%以上(优选为53摩尔%以上、更优选为60摩尔%以上、进一步优选为65摩尔%以上、更进一步优选为70摩尔%以上)的来自4-羟基苯甲酸的结构单元的熔融各向异性芳香族聚酯。

[0027] (方式4)

[0028] 根据方式1~3中任一方式所述的熔融各向异性芳香族聚酯纤维,其通过差示扫描量热仪在氮气氛围下以10°C/分钟的升温速度测定的熔点为260~380°C(优选为270~360°C、更优选为275~340°C、进一步优选为275~330°C)。

[0029] (方式5)

[0030] 一种纤维结构物,其是在至少一部分包含方式1~4中任一方式所述的熔融各向异性芳香族聚酯纤维而构成的。

[0031] (方式6)

[0032] 一种熔融各向异性芳香族聚酯纤维的制造方法,该方法至少具备:

[0033] 在通过差示扫描量热仪在氮气氛围下以10°C/分钟的升温速度测定的熔融各向异性芳香族聚酯的熔点为 Mp_0 的情况下,使用双螺杆挤出机以从树脂供给部至混炼部出口的机筒温度低于熔点 Mp_0 (优选为 $Mp_0-5^\circ\text{C}$ 以下、更优选为 $Mp_0-10^\circ\text{C}$ 以下、进一步优选为 $Mp_0-15^\circ\text{C}$ 以下)的条件将熔融各向异性芳香族聚酯进行熔融混炼的工序;

[0034] 将熔融混炼物进行纺丝而得到纺丝原丝的工序;以及

[0035] 对得到的纺丝原丝进行热处理的工序。

[0036] (方式7)

[0037] 根据方式6所述的熔融各向异性芳香族聚酯纤维的制造方法,其中,

[0038] 以双螺杆挤出机的混炼部中的滞留时间为10秒钟以上(优选为15秒钟以上、更优选为20秒钟以上)的条件进行熔融混炼。

[0039] 在本说明书中使用时,只要没有明确地表示其内容不是那样,则单数形“a”、“an”

及“the”均是指包含“至少1个(at least one)”的复数形。在本说明书中使用时,用语“和/或”、“至少1个”、以及“1个以上”包含相关列举的项目的任意项目及所有项目的组合。

[0040] 需要说明的是,权利要求书和/或说明书和/或附图所公开的至少两个构成要素的任意组合也包含在本发明中。特别是权利要求书中记载的2个以上权利要求的任意组合也包含在本发明中。

[0041] 发明的效果

[0042] 本发明的熔融各向异性芳香族聚酯纤维的蠕变特性优异。另外,在本发明的制造方法中,可以制造斜方晶化度高的熔融各向异性芳香族聚酯纤维。

附图说明

[0043] 通过以附带的附图为参考对以下优选的实施方式进行说明,可更清晰地理解本发明。然而,实施方式和附图仅用于图示和说明,不用于限定本发明的范围。本发明的范围通过附带的权利要求书而限定。附图未必以固定的比例尺表示,在示出本发明的原理的基础上进行了夸张。

[0044] 图1是用于说明本发明的一个实施方式的熔融各向异性芳香族聚酯纤维的制造方法的示意图。

[0045] 符号说明

[0046] 100 . . . 双螺杆挤出机

[0047] 11 . . . 料斗

[0048] 12 . . . 机筒

[0049] 13 . . . 螺杆

[0050] 13a、13b、13c . . . 螺杆元件

[0051] 14 . . . 通气孔

[0052] 21 . . . 树脂供给部

[0053] 22 . . . 混炼部

[0054] 23 . . . 输送部

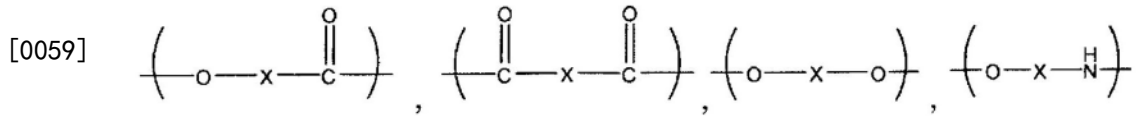
[0055] X . . . 行进方向

具体实施方式

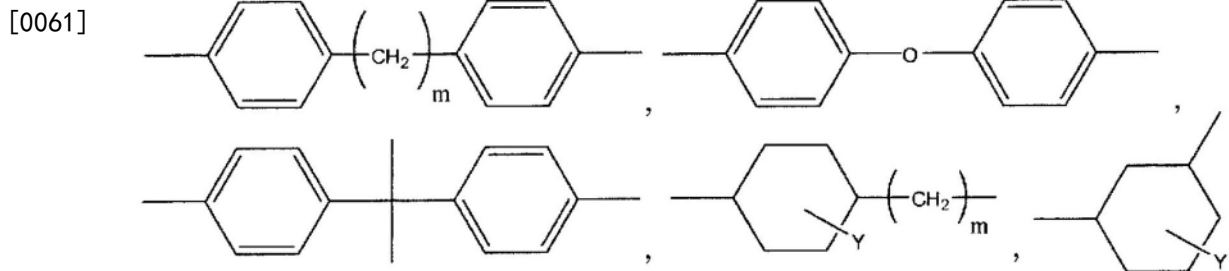
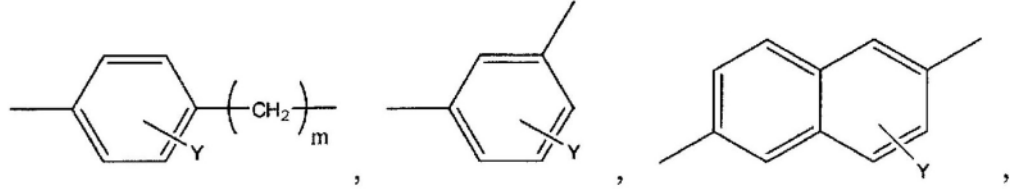
[0056] [熔融各向异性芳香族聚酯纤维]

[0057] 本发明的熔融各向异性芳香族聚酯纤维包含熔融各向异性芳香族聚酯。作为熔融各向异性芳香族聚酯,例如由来自芳香族二醇、芳香族二羧酸、芳香族羟基羧酸等的结构单元形成,只要不损害本发明的效果,对来自芳香族二醇、芳香族二羧酸、芳香族羟基羧酸的结构单元的化学构成并无特别限制。另外,在不损害本发明效果的范围内,熔融各向异性芳香族聚酯可以包含来自芳香族二胺、芳香族羟基胺或芳香族氨基羧酸的结构单元。例如,作为优选的结构单元,可以举出表1所示的例子。

[0058] [表1]



[0060] (其中,式中的X选自以下的结构)

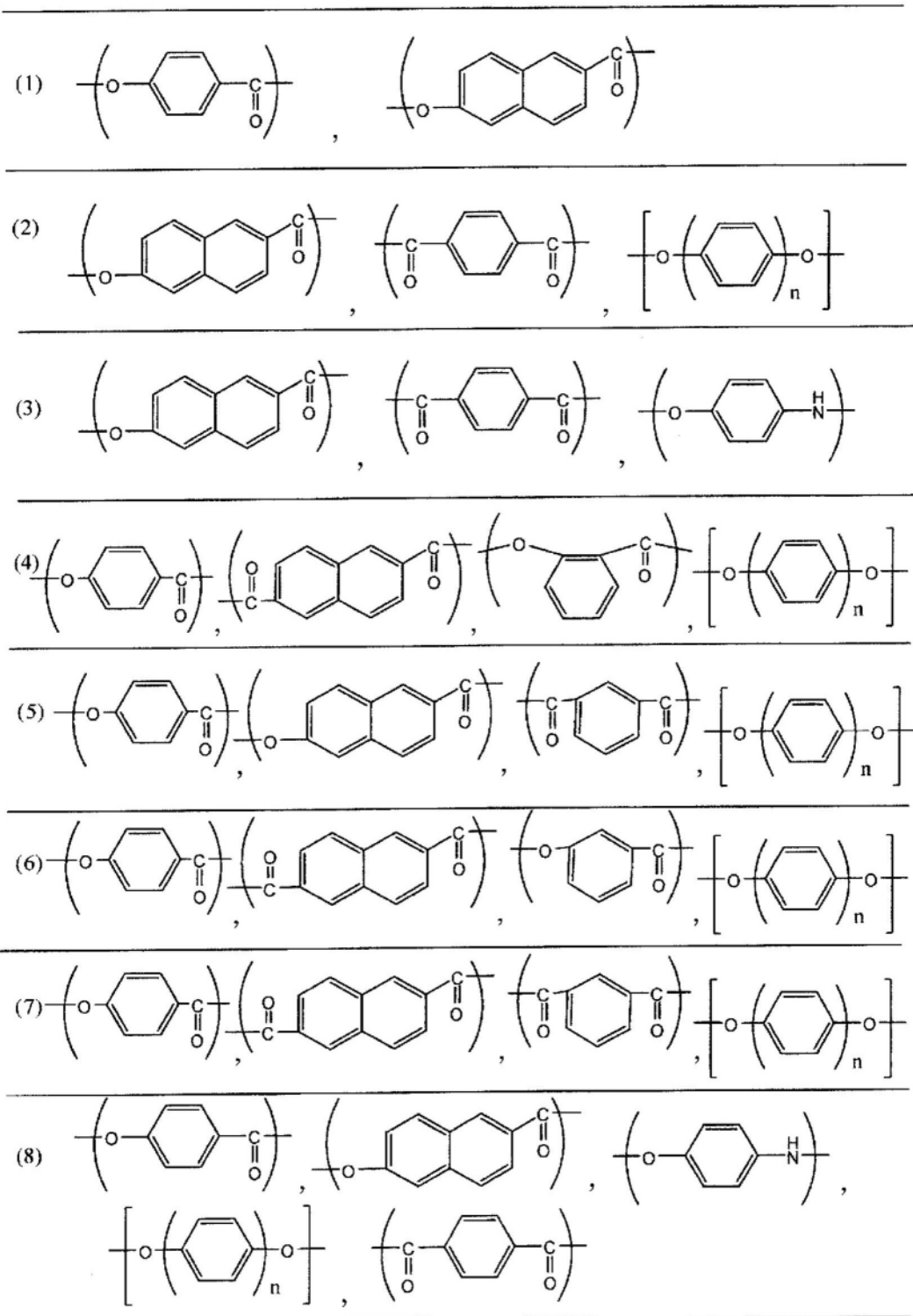


[0062] (其中, $m=0\sim 2$,Y=选自氢、卤原子、烷基、芳基、芳烷基、烷氧基、芳氧基、芳烷氧基的取代基)

[0063] 在表1的结构单元中, m 为0~2的整数,式中的Y可以举出在从1至最大可取代数的范围内各自独立的氢原子、卤原子(例如,氟原子、氯原子、溴原子、碘原子等)、烷基(例如,甲基、乙基、异丙基、叔丁基等碳原子数1~4的烷基等)、烷氧基(例如,甲氧基、乙氧基、异丙氧基、正丁氧基等)、芳基(例如,苯基、萘基等)、芳氧基(例如,苄基(苯甲基)、苯乙基(苯基乙基)等)、芳氧基(例如,苯氧基等)、芳烷氧基(例如,苄氧基等)等。

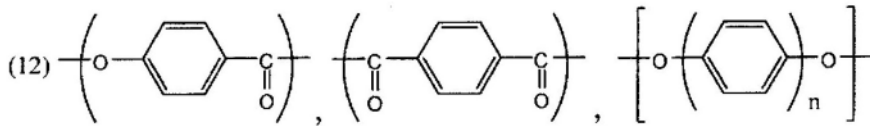
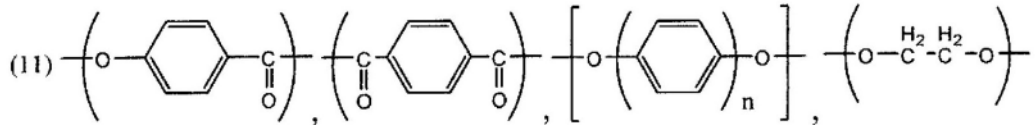
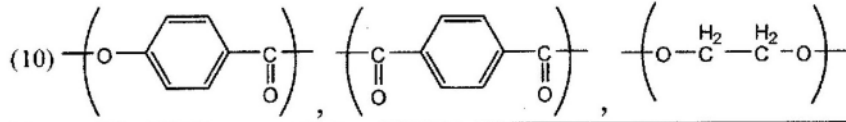
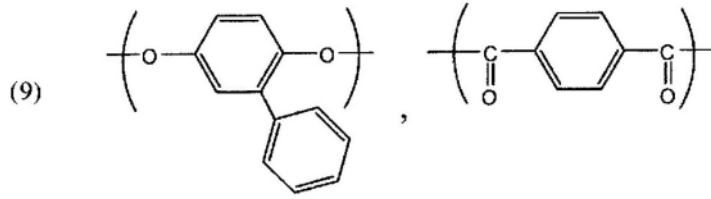
[0064] 作为更优选的结构单元,可以举出下述表2、表3及表4所示的例(1)~(18)所记载的结构单元。需要说明的是,在式中的结构单元为能够表示多个结构的结构单元的情况下,可以将两种以上这样的结构单元组合而作为构成聚合物的结构单元来使用。

[0065] [表2]

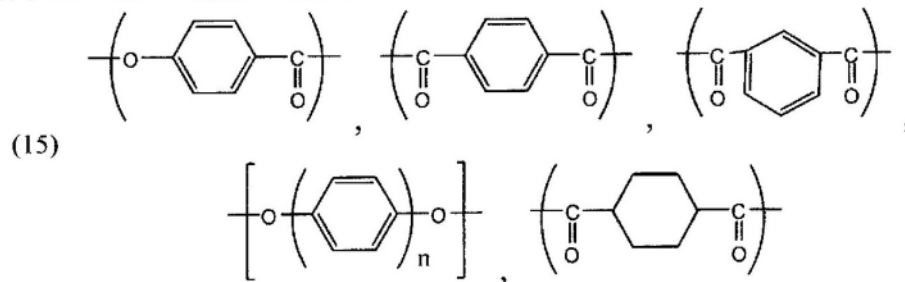
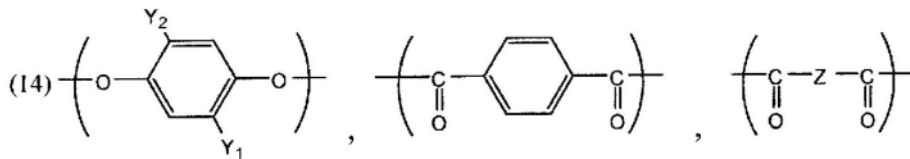
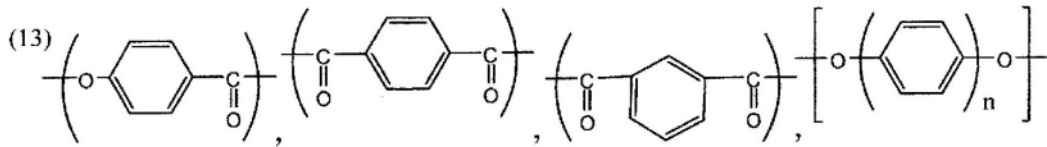


[0066]

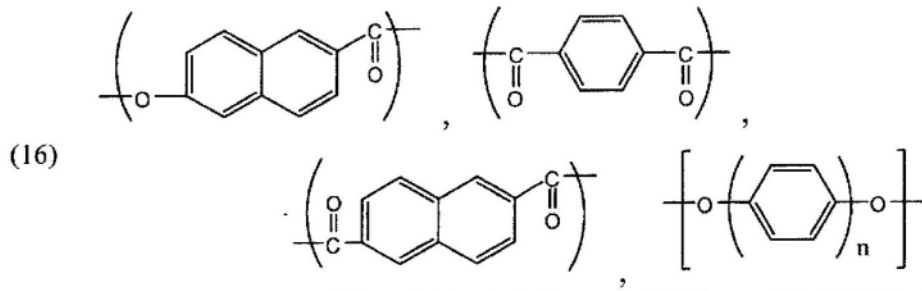
[0067] [表3]



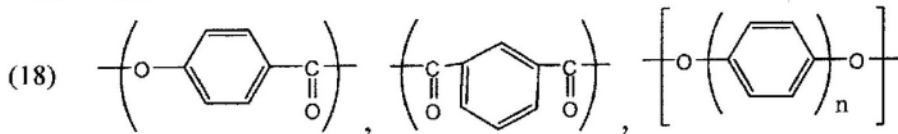
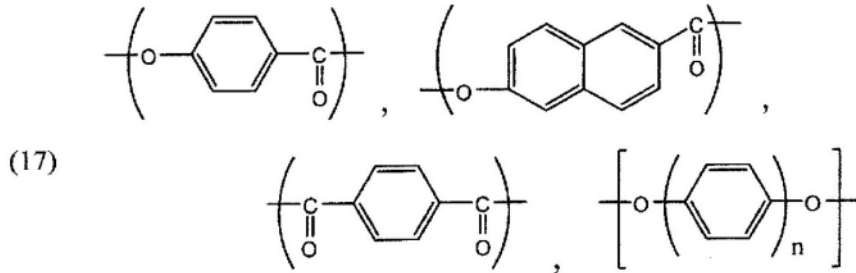
[0068]



[0069] [表4]



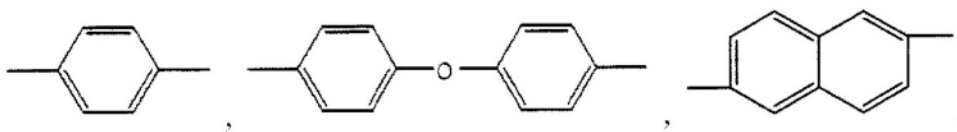
[0070]



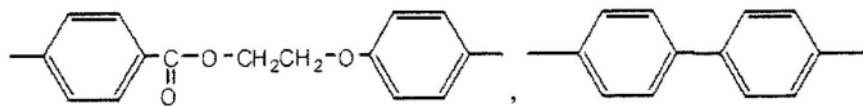
[0071] 在表2、表3及表4的结构单元中, n为1或2的整数, 各结构单元n=1、n=2可单独存在或组合存在, Y₁和Y₂可以分别独立地为氢原子、卤原子(例如, 氟原子、氯原子、溴原子、碘原子等)、烷基(例如, 甲基、乙基、异丙基、叔丁基等碳原子数1~4的烷基等)、烷氧基(例如, 甲氧基、乙氧基、异丙氧基、正丁氧基等)、芳基(例如, 苯基、萘基等)、苄氧基(例如, 苄基(苯甲基)、苯乙基(phenylethyl)(苯基乙基)等)、芳氧基(例如, 苯氧基等)、芳烷氧基(例如, 苄氧基等)等。其中, 优选为氢原子、氯原子、溴原子、或甲基。

[0072] 另外, 作为Z, 可以举出由下述式表示的取代基。

[0073] [化学式1]

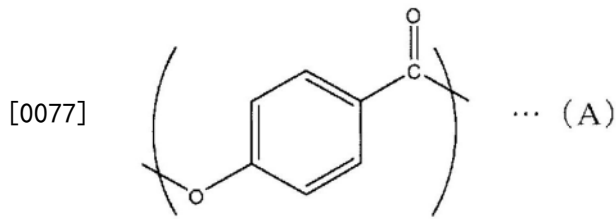


[0074]

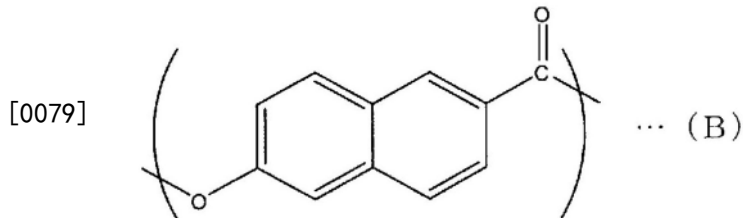


[0075] 熔融各向异性芳香族聚酯可以优选为具有萘骨架作为结构单元的组合。特别优选包含来自羟基苯甲酸的结构单元(A)、和来自羟基萘甲酸的结构单元(B)这两者。例如, 作为结构单元(A), 可以举出下述式(A), 作为结构单元(B), 可以举出下述式(B), 从提高熔融成型性的观点考虑, 结构单元(A)与结构单元(B)的比率可以优选为9/1~1/1、更优选为7/1~1/1、进一步优选为5/1~1/1的范围。

[0076] [化学式2]



[0078] [化学式3]



[0080] 另外,相对于全部结构单元,(A)的结构单元和(B)的结构单元的合计例如可以为65摩尔%以上、更优选为70摩尔%以上、进一步优选为80摩尔%以上。在聚合物中,特别优选(B)的结构单元为4~45摩尔%的熔融各向异性芳香族聚酯。

[0081] 熔融各向异性芳香族聚酯可以包含来自4-羟基苯甲酸的结构单元,可以优选包含50摩尔%以上、更优选包含53摩尔%以上、进一步优选包含60摩尔%以上、更进一步优选包含65摩尔%以上、特别优选包含70摩尔%以上。熔融各向异性芳香族聚酯中的来自4-羟基苯甲酸的结构单元的含量的上限没有特别限定,例如,可以为90摩尔%以下、优选为88摩尔%以下、更优选为85摩尔%以下。

[0082] 本发明中使用的熔融各向异性芳香族聚酯的熔点(以下有时称为 M_p)可以优选为250~380°C的范围、更优选为255~370°C、进一步优选为260~360°C、更进一步优选为260~330°C。在本说明书中,熔点是依据JIS K 7121试验法通过差示扫描量热仪(DSC)进行测定而观察到的主吸收峰温度。具体而言,在DSC装置中,称取试样4~6mg并封入铝制盘后,使作为载气的氮气以200mL/分钟的流量流通,测定从室温(例如25°C)以10°C/分钟升温时的吸热峰。根据聚合物的种类,在DSC测定中第一次操作(1st run)时未出现明确的峰时,以50°C/分钟的升温速度升温至比预想的流动温度高50°C的温度,在该温度下完全熔融3分钟后,以80°C/分钟的降温速度降温至50°C,然后以10°C/分钟的升温速度测定吸热峰即可。

[0083] 需要说明的是,在不损害本发明效果的范围内,熔融各向异性芳香族聚酯纤维中可以包含聚对苯二甲酸乙二醇酯、改性聚对苯二甲酸乙二醇酯、聚烯烃、聚碳酸酯、聚酰胺、聚苯硫醚、聚醚醚酮、氟树脂等热塑性聚合物。另外,也可以包含氧化钛、高岭土、二氧化硅、氧化钡等无机物、炭黑、染料或颜料等着色剂、抗氧化剂、紫外线吸收剂、光稳定剂等各种添加剂。

[0084] 本发明的熔融各向异性芳香族聚酯纤维可以含有熔融各向异性芳香族聚酯50重量%以上,可以优选含有80重量%以上、更优选含有90重量%以上、进一步优选含有95重量%以上、更进一步优选含有99.9重量%以上。

[0085] 本发明的熔融各向异性芳香族聚酯纤维的结晶成分的斜方晶化度为15.0%以上。熔融各向异性芳香族聚酯具有斜方晶系、六方晶系等的结晶成分,由于斜方晶具有分子链堆叠得更致密的结晶结构,因此,不仅提高了结晶度、取向度、而且还提高了结晶成分中斜方晶的比例的熔融各向异性芳香族聚酯纤维会因其致密的结晶结构而使蠕变特性优异。斜

方晶化度可以优选为16.0%以上、更优选为17.0%以上、进一步优选为18.0%以上。另外,斜方晶化度可以为例如25.0%以下、可以优选为24.0%以下、更优选为23.0%以下。在本说明书中,熔融各向异性芳香族聚酯纤维的斜方晶化度可以根据通过广角X射线衍射测定得到的X射线衍射图谱的来自斜方晶及六方晶的衍射峰(例如,出现于衍射角 $2\theta=19\sim 21^\circ$ 附近等的衍射峰)进行计算,是通过后述的实施例中记载的方法测定的值。

[0086] 本发明的熔融各向异性芳香族聚酯纤维由于分子链致密地堆叠的斜方晶的比例高,因此密度高,例如,通过密度梯度管求得的密度可以为 $1.4080\text{g}/\text{cm}^3$ 以上。密度的上限值没有特别限定,还取决于熔融各向异性芳香族聚酯的组成等,例如,可以为 $1.4200\text{g}/\text{cm}^3$ 以下。在本说明书中,熔融各向异性芳香族聚酯纤维的密度是通过后述的实施例中记载的方法测定的值。

[0087] 本发明的熔融各向异性芳香族聚酯纤维的熔点可以为 $260\sim 380^\circ\text{C}$ 、可以优选为 $270\sim 360^\circ\text{C}$ 、更优选为 $275\sim 340^\circ\text{C}$ 、进一步优选为 $275\sim 330^\circ\text{C}$ 。通过固相聚合,熔融各向异性芳香族聚酯纤维的熔点从纺丝原丝的熔点(M_p)上升。需要说明的是,熔融各向异性芳香族聚酯纤维的熔点是通过后述的实施例中记载的方法测定的值。

[0088] 本发明的熔融各向异性芳香族聚酯纤维的拉伸强度可以为 $20\text{cN}/\text{dtex}$ 以上,可以优选为 $24\text{cN}/\text{dtex}$ 以上、更优选为 $25\text{cN}/\text{dtex}$ 以上。另外,拉伸强度的上限值没有特别限定,例如,可以为 $40\text{cN}/\text{dtex}$ 左右。熔融各向异性芳香族聚酯纤维的拉伸强度是通过后述的实施例中记载的方法测定的值。

[0089] 对本发明的熔融各向异性芳香族聚酯纤维而言,在基于后述的实施例所记载的方法的蠕变试验中直至纤维发生断裂的时间可以为30小时以上,可以优选为60小时以上、更优选为68小时以上。

[0090] 本发明的熔融各向异性芳香族聚酯纤维可以根据用途等而适当选择单纤维纤度,例如,单纤维纤度可以为 50dtex 以下,可以优选为 15dtex 以下、更优选为 10dtex 以下,从应对电气产品用途等的小型化的观点考虑,优选为细纤度,例如可以为 7dtex 以下。另外,单纤维纤度的下限没有特别限定,例如可以为 0.01dtex 左右。单纤维纤度是通过后述的实施例中记载的方法测定的值。

[0091] 本发明的熔融各向异性芳香族聚酯纤维可以为单丝,也可以为复丝。在为复丝的情况下,其纤丝根数可以根据用途等而适当选择,例如,纤丝根数可以为 $2\sim 5000$ 根,优选为 $3\sim 4000$ 根、更优选为 $5\sim 3000$ 根。

[0092] 本发明的熔融各向异性芳香族聚酯纤维可以根据用途等而适当选择总纤度,例如,总纤度可以为 50000dtex 以下,可以优选为 10000dtex 以下、更优选为 2000dtex 以下、进一步优选为 1000dtex 以下。另外,总纤度的下限没有特别限定,例如可以为 1dtex 左右。

[0093] [熔融各向异性芳香族聚酯纤维的制造方法]

[0094] 本发明的熔融各向异性芳香族聚酯纤维的制造方法至少具备:

[0095] 在通过差示扫描量热仪在氮气氛围下以 $10^\circ\text{C}/\text{分钟}$ 的升温速度测定的熔融各向异性芳香族聚酯的熔点为 M_{p0} 的情况下,使用双螺杆挤出机以从树脂供给部至混炼部出口的机筒温度低于熔点 M_{p0} 的条件将熔融各向异性芳香族聚酯进行熔融混炼的工序;

[0096] 将熔融混炼物进行纺丝而得到纺丝原丝的工序;以及

[0097] 对得到的纺丝原丝进行热处理的工序。

[0098] 在本发明中,使用双螺杆挤出机来提高熔融各向异性芳香族聚酯的混炼性,而且在双螺杆挤出机内的混炼部设定为低于熔点的低温而以高粘度的状态进行混炼,由此能够高效地对熔融各向异性芳香族聚酯施加剪切。一般来说,通过加热至投入的树脂的熔点以上来促进熔融,但对于上述本发明的条件而言,相对于树脂的熔点为与通常相反的温度条件,这一点应特别注意。

[0099] 接着,可以通过将这样由低温下的混炼而施加了剪切的熔融混炼物进行纺丝,从而得到具有更均匀的微晶结构的纺丝原丝,因此在该纺丝原丝中,分子链可以在基于热处理的固相聚合中致密地堆叠,增加作为更致密的结晶结构的斜方晶的比例。

[0100] 此外,与以往那样加热至树脂的熔点以上的情况相比,通过由低温下的混炼来施加剪切能够施加比其热能更多的机械能,因此,相较于以往的熔融混炼条件,能够进一步促进其熔融。其结果是,除了结晶结构的形成以外,还能够减少未熔融物的残留,因此,为了去除异物而设置的过滤器不易发生堵塞,并且也能够抑制纺丝时断线的发生。

[0101] 需要说明的是,通常已知在熔融纺丝法中使用单螺杆挤出机,但是,如果在单螺杆挤出机中如上所述地将挤出机温度设定为低于熔点来进行挤出,则会发生树脂的夹入不良、压力变动、扭矩增大而无法稳定地纺丝。可以认为这是由于,相对于双螺杆挤出机通过由高剪切引起的发热而使树脂熔融的思想,在单螺杆挤出机中来自熔融时的挤出机机筒的传热的贡献大。因此,在本发明中使用单螺杆挤出机无法获得同样的效果。

[0102] 以下,参照图1对熔融各向异性芳香族聚酯纤维的制造方法进行说明。图1是示出本发明的一个实施方式的熔融各向异性芳香族聚酯纤维的制造所使用的双螺杆挤出机100的从侧面观察到的内部结构的示意图。如图1所示,上述双螺杆挤出机100具备投入熔融各向异性芳香族聚酯的料斗11、机筒12、在机筒12内旋转的螺杆13、以及通气孔14,在机筒12内从上游侧朝向下流侧具有树脂供给部21、混炼部22及输送部23。树脂供给部21、混炼部22及输送部23具有螺杆13的各螺杆元件13a、13b、13c。需要说明的是,螺杆13(螺杆元件13a、13b、13c)代表性地示出了双螺杆挤出机100中的一个螺杆。图1中,为了对本发明的熔融各向异性芳香族聚酯纤维的制造方法进行说明而以简单的结构进行了图示,可以根据需要而设置多个各种设备,另外,除了图示的设备以外还可以具备双螺杆挤出机中通常使用的设备。

[0103] 在图1中,从料斗11投入的固体状的熔融各向异性芳香族聚酯在机筒12内通过螺杆13的旋转而沿着作为行进方向的X方向输送,并且通过设置于机筒12的加热器等公知的加热装置而进行加热。另外,除了来自加热装置的传热以外,还通过在机筒12的内壁与螺杆13之间、在螺杆13彼此之间施加剪切,从而使固体状的熔融各向异性芳香族聚酯随着沿X方向进行而熔融。需要说明的是,可以制成包含熔融各向异性芳香族聚酯、上述热塑性聚合物、各种添加剂等的树脂组合物而投入双螺杆挤出机100。

[0104] 在树脂供给部21,从料斗11供给的固体状的熔融各向异性芳香族聚酯一边通过螺杆13的旋转以保持固体的状态被压实,一边向X方向移动,同时通过由机筒12的加热装置引起的传热和由螺杆13的旋转施加的剪切而慢慢地熔融。作为树脂供给部21所使用的螺杆元件13a,可以使用例如全螺纹螺杆。

[0105] 在混炼部22,通过使用以捏合盘等为代表的施加剪切型螺杆元件作为螺杆元件13b进行混炼,可以促进包含从树脂供给部21输送来的固体的熔融各向异性芳香族聚酯的

熔融。在图1中具备一个混炼部22,也可以具备多个混炼部。

[0106] 在输送部23,可以在将混炼部22中得到的熔融混炼物输送至纺丝头时调整粘度。作为输送部23中使用的螺杆元件13c,可以使用例如全螺纹螺杆。

[0107] 在本发明中,可以通过将机筒12内的树脂供给部21和混炼部22的温度设为低于待投入双螺杆挤出机100的熔融各向异性芳香族聚酯的熔点 M_{p_0} 的低温,从而对高粘度状态的熔融各向异性芳香族聚酯高效地施加剪切。从树脂供给部21至混炼部22出口的机筒12的温度可以优选为 $M_{p_0}-5^{\circ}\text{C}$ 以下、更优选为 $M_{p_0}-10^{\circ}\text{C}$ 以下、进一步优选为 $M_{p_0}-15^{\circ}\text{C}$ 以下。另外,从通过加热来促进熔融的观点考虑,可以为 $M_{p_0}-100^{\circ}\text{C}$ 以上、可以优选为 $M_{p_0}-90^{\circ}\text{C}$ 以上、更优选为 $M_{p_0}-80^{\circ}\text{C}$ 以上。在本发明的制造方法中,在混炼部为多个部位的情况下,从树脂供给部至混炼部出口的机筒温度是指直至与输送部邻接的最下游侧的混炼部的出口的机筒温度。

[0108] 机筒12中设置的加热装置可以沿着从上游侧朝向下流侧的行进方向对各区域进行不同的温度控制,优选以在上述温度范围内慢慢升高的方式调整从树脂供给部21至混炼部22出口的机筒12的温度。

[0109] 在本发明中,只要将机筒12内的树脂供给部21及混炼部22的温度调整至上述温度范围内即可,从纺丝时的粘度调整的观点考虑,其后的输送部23的机筒12的温度可以为 M_{p_0} 以上,可以优选为 $M_{p_0}+10^{\circ}\text{C}$ 以上、更优选为 $M_{p_0}+20^{\circ}\text{C}$ 以上。另外,从抑制熔融各向异性芳香族聚酯的分解的观点考虑,可以为 400°C 以下,可以优选为 370°C 以下、更优选为 350°C 以下。

[0110] 从对熔融各向异性芳香族聚酯高效地施加剪切、提高纺丝性的观点考虑,混炼部22中的滞留时间可以为10秒钟以上,可以优选为15秒钟以上、更优选为20秒钟以上。另外,从抑制熔融各向异性芳香族聚酯的劣化的观点考虑,可以为300秒钟以下,可以优选为180秒钟以下、更优选为130秒钟以下。混炼部中的滞留时间可以根据混炼部的容积和喷出量通过下式而计算。

[0111] (机筒内空隙 $[\text{cm}^3]$) = (混炼部机筒内体积 $[\text{cm}^3]$) - (混炼部螺杆体积 $[\text{cm}^3]$)

[0112] (混炼部滞留时间 $[\text{s}]$) = (机筒内空隙 $[\text{cm}^3]$) / (体积喷出量 $[\text{cm}^3/\text{s}]$)

[0113] 可以根据熔融各向异性芳香族聚酯的种类、纺丝条件等而适当地设计树脂供给部、混炼部及输送部的容量、配比、配置等的方式、螺杆的形状、螺杆间的间隙等,另外,除了全螺纹螺杆、捏合盘等螺杆元件以外,还可以配置相对于从上游侧至下游侧的行进方向沿相反方向返回的螺杆元件,例如,反向捏合盘(back kneading disc)等。另外,出于使树脂效率良好地滞留在混炼部的目的、提高通气孔上游部的密封性的目的,还可以在混炼部出口的元素使用密封环。

[0114] 在双螺杆挤出机100内,由于空气的夹入等,有时会在熔融混炼时包含气泡,因此,例如优选在双螺杆挤出机100设置通气孔14并连接减压泵等,通过对双螺杆挤出机100内进行减压而脱气。例如,真空度以绝对压力计可以为 100kPa 以下,可以优选为 80kPa 以下、更优选为 60kPa 以下。

[0115] 在双螺杆挤出机100内进行熔融混炼而得到的熔融混炼物随后从输送部23用齿轮泵(未图示)计量并输送至纺丝头。为了避免熔融混炼物中包含的未熔融物等杂质的混入,可以在从双螺杆挤出机100输送后在齿轮泵之前或之后设置过滤器。在本发明中,可以通过双螺杆挤出机中的熔融混炼而减少未熔融物的残留,因此过滤器不易发生堵塞,能够使纺丝稳定。

[0116] 可以在输送至纺丝头之后,以给定的纺丝温度通过喷嘴而喷出熔融混炼物,将得到的丝条利用导丝辊等进行卷取,从而制造熔融各向异性芳香族聚酯纤维的纺丝原丝。相对于熔融各向异性芳香族聚酯的熔点 Mp_0 ,纺丝温度(纺丝喷丝头温度)例如可以为 $Mp_0-30\sim Mp_0+60^{\circ}C$,可以优选为 $Mp_0-25^{\circ}C\sim Mp_0+50^{\circ}C$ 、更优选为 $Mp_0-20^{\circ}C\sim Mp_0+45^{\circ}C$ 。另外,纺丝温度可以为混炼部的机筒温度 $+10^{\circ}C\sim$ 混炼部的机筒温度 $+120^{\circ}C$,可以优选为混炼部的机筒温度 $+15^{\circ}C\sim$ 混炼部的机筒温度 $+100^{\circ}C$ 、更优选为混炼部的机筒温度 $+20^{\circ}C\sim$ 混炼部的机筒温度 $+90^{\circ}C$ 、进一步优选为混炼部的机筒温度 $+30^{\circ}C\sim$ 混炼部的机筒温度 $+80^{\circ}C$ 。在纺丝温度(纺丝喷丝头温度)为上述上限值以下时,可以抑制喷丝头附近的树脂劣化,不易发生因断线导致的工序性不良、产品的黄变。

[0117] 由于纺丝原丝中形成了更均匀的微晶结构,因此,可以通过对纺丝原丝实施热处理,从而使熔融各向异性芳香族聚酯的固相聚合进行,熔点从纺丝原丝的熔点(Mp)上升,并且提高热处理后的纤维的斜方晶化度。在热处理工序中,热处理的方法没有特别限定,例如,可以为分批式的热处理,也可以为通过运送进行的连续热处理。需要说明的是,纺丝原丝的熔点(Mp)可以通过与熔融各向异性芳香族聚酯纤维的熔点相同的方法进行测定。

[0118] 例如,在分批式的热处理中,例如,可以在以包装(package)状卷绕于管筒的状态下或以绞纱(hank)状、丝束状进行热处理,从能够简化设备、提高生产性的观点考虑,优选以包装状进行。筒管需要耐受固相聚合的温度,优选为铝、黄铜、铁、不锈钢等金属制。

[0119] 在通过运送进行连续热处理的情况下,作为其运送方法,可以以接触运送(例如,输送带方式、支撑辊方式、以经加热的辊状的热处理方式)、非接触运送(卷对卷方式)中的任意方式进行。另外,处理路径可以不是一条直线,可以在装置内配置折返辊、引导件来适当地变更处理路径的长度、角度、曲率等而进行热处理。

[0120] 热处理工序可以使用公知的方法,例如,可以举出:气体氛围加热、接触加热等方式。作为气体氛围,可以适宜地使用空气、非活性气体(例如,氮、氩)、或者将它们组合而成的气体氛围等。另外,也可以在减压下进行热处理。

[0121] 在热处理工序中,热处理温度可以为 $250\sim 350^{\circ}C$,可以优选为 $255\sim 320^{\circ}C$ 、更优选为 $260\sim 315^{\circ}C$ 、更优选为 $280\sim 310^{\circ}C$ 。另外,为了防止熔化,热处理温度可以低于待供于热处理工序的纺丝原丝的熔点(Mp),例如,在 $250\sim 350^{\circ}C$ 的范围内,可以为 $Mp-50^{\circ}C$ 以上且低于 $Mp^{\circ}C$,可以优选为 $Mp-40^{\circ}C$ 以上且低于 $Mp^{\circ}C$ 、更优选为 $Mp-30^{\circ}C$ 以上且低于 $Mp^{\circ}C$ 。在热处理工序中,随着固相聚合的进行,熔融各向异性芳香族聚酯纤维的熔点上升,因此只要使热处理工序中最初的热处理温度低于纺丝原丝的熔点(Mp)即可,从高效地提高强度的观点考虑,可以与固相聚合的进行状态相应地阶段性地提高热处理温度,以超过供于热处理工序的时刻的熔点(纺丝原丝的熔点)的温度进行热处理。

[0122] 可以根据热处理的方法、热处理温度而适当地设定热处理工序的热处理时间。例如,可以从15分钟~30小时的范围中设定,可以优选为2~24小时、更优选为3~20小时,此处的热处理时间表示给定的热处理温度(例如,最高温度)下的保持时间。

[0123] 在本发明的熔融各向异性芳香族聚酯纤维的制造方法中,例如,为了提高纤维的集束性、防止热处理中的热粘,可以在热处理工序前赋予公知的油剂、防熔粘剂。

[0124] [纤维结构体]

[0125] 对于本发明的熔融各向异性芳香族聚酯纤维而言,可以制成在至少一部分包含其

的纤维结构体而用于各种用途。包含本发明的熔融各向异性芳香族聚酯纤维的纤维结构体可以以短纤维、短切纤维、长丝纱、纺织纱、绳状物、绳索等任意的纤维形态而使用。另外,也可以作为使用了熔融各向异性芳香族聚酯纤维的无纺布、织物、编物等各种布帛而使用。这样的纤维、布帛可以通过公知的方法使用熔融各向异性芳香族聚酯纤维而制造。

[0126] 只要不损害本发明的效果,本发明的纤维结构体可以将熔融各向异性芳香族聚酯纤维与其它纤维进行组合。例如,可以利用使用了熔融各向异性芳香族聚酯纤维和其它纤维的复合纤维(例如,将熔融各向异性芳香族聚酯纤维和其它纤维混纤而成的混纤丝等)。另外,可以利用使用了熔融各向异性芳香族聚酯纤维和其它纤维的复合布帛(例如,将熔融各向异性芳香族聚酯纤维和其它纤维混纤而成的混纤布帛、由熔融各向异性芳香族聚酯纤维形成的布帛与由其它纤维而成的布帛的层叠物等)。

[0127] 本发明的熔融各向异性芳香族聚酯纤维可以以各种纤维结构体的形态用于一般工业用材料、土木/建筑材料、各种加强材料、电气/电子部件材料、各种纤维制品等各种用途。例如,可以使用于抗拉构件(电线、光纤、脐带电缆、加热丝芯线、耳机线等各种电气产品的软线等)、帆布、绳索(海洋、登山、起重机、帆船、标签等)、登山绳、运动用网、吊索、救生索、钓线、缝纫线、纱窗线、渔网、绳钩、土工格栅、防护手套、防护服/户外服装的抗撕裂面料、骑手服、运动用球拍、羊肠线、医疗用导管增强材料、缝合线、筛网纱、过滤器、印刷基板用基布、网状传送带、造纸用带、烘干机帆布、飞艇、气球、安全气囊、扬声器锥体、各种软管/管道用增强材料、轮胎/传送带等橡胶/塑料等增强材料等的高度加工产品等。特别是本发明的熔融各向异性芳香族聚酯纤维的蠕变特性优异,因此能够适宜地用作抗拉构件。

[0128] 实施例

[0129] 以下,基于实施例对本发明更详细地进行说明,但本发明并不受这它们的任何限制。需要说明的是,在以下的实施例和比较例中,通过下述的方法测定了各种物性。

[0130] (树脂小片(粒状成型体)和纤维的熔点)

[0131] 根据JIS K 7121,使用差示扫描量热仪(DSC;株式会社岛津制作所制“DSC60A Plus”)进行测定,将观察到的主吸收峰温度作为熔点。具体而言,在上述DSC装置中,取4~6mg的试样封入铝制盘后,使作为载气的氮气以200mL/分钟的流量流通,测定了从25°C以10°C/分钟升温时的来自熔融各向异性芳香族聚酯的吸热峰。

[0132] (升压量)

[0133] 将在双螺杆挤出机的各条件下进行了熔融混炼的熔融各向异性芳香族聚酯50kg输送至设置有Φ76尺寸且网眼30μm的金属无纺布过滤器的容器并使其通过,通过容器中设置的长野计器株式会社制树脂压力计GC75来监控压力,记录了其通过前后的升压量。

[0134] (纺丝性)

[0135] 在喷出熔融各向异性芳香族聚酯并开始卷取后进行3天的纺丝试验,对此时的断线发生次数进行计数,按照以下基准进行了评价。

[0136] ◎:断线次数为0次/天

[0137] ○:断线次数多于0次/天且少于0.7次/天

[0138] △:断线次数0.7次/天以上且少于2.0次/天

[0139] ×:断线次数为2.0次/天以上

[0140] (斜方晶化度)

[0141] 将熔融各向异性芳香族聚酯纤维安装于纤维专用支架,采用透射法在下述测定条件下使X射线相对于纤维轴的沿正交方向入射,进行了广角X射线衍射(WAXD)测定。

[0142] 测定装置:Bruker公司制“D8 Discover I μ S”

[0143] 检测器:二维PSPC • VANTEC-500

[0144] X射线源:Cu

[0145] 电流:1mA

[0146] 电压:50kV

[0147] 曝光时间:10分钟

[0148] 准直仪直径:0.5mm

[0149] 照相机长度:17cm

[0150] 检测器位置(2θ): 20°

[0151] 样品位置(ω): 10°

[0152] 转向角(Ψ): 90°

[0153] 测定温度:室温(约 25°C)

[0154] 基于下述条件,得到了横轴为衍射角(2θ)、纵轴为强度的X射线衍射图谱。

[0155] 积分范围: $2\theta=5\sim 35^\circ$ 、 γ (方位角)= $250\sim 290^\circ$

[0156] 步长: 0.05° (衍射角)

[0157] 在得到的X射线衍射图谱中,以直线连结 $2\theta=5^\circ$ 和 35° 的值,设定了基线。基于该新设定的基线,将从实测数据至基线为止的纵轴的强度的差值转换为新强度的图谱数据。

[0158] 对于基线修正后的图谱数据,使用拟福格特(Pseudo-Voigt)函数(洛伦兹函数的比例: $\alpha=0$),将峰高度、峰顶位置、 σ 、以及非对称性参数作为变量,拟合了非晶峰。此时,将拟合函数的峰顶位置的初始值设定在 20.6° 附近。计算出该拟合函数的峰面积作为非晶量(D)。

[0159] 对于基线修正后的图谱数据的峰A(峰顶位置 19° 附近)、峰B(峰顶位置 20.5° 附近)及峰C(峰顶位置 27° 附近),使用下述函数,将峰高度、峰顶位置、以及 σ 作为变量,拟合了结晶峰。结晶峰均为对称性。

[0160] 峰A:拟福格特函数($\alpha=1$)

[0161] 峰B:拟福格特函数($\alpha=0$)

[0162] 峰C:拟福格特函数($\alpha=0.5$)

[0163] 接着,也包括先前求出的非晶峰的拟合函数在内,以使全部的拟合函数的总和与基线修正后的图谱数据之差为最小的方式通过最小二乘法进行了拟合。计算出这些拟合函数的峰面积分别作为结晶量(A)、(B)、(C)。

[0164] 使用来自六方晶的峰A的结晶量(A)和来自斜方晶的峰B的结晶量(B),根据下述式计算出斜方晶化度。

[0165] 斜方晶化度($\%$)= $(B) / \{(A) + (B)\} \times 100$

[0166] (纤维密度)

[0167] 参考密度梯度管法(JIS L 1013:2010 8.17.2)实施了密度测定。为了比较因斜方晶化引起的纤维的堆积差异所带来的微小的密度差,将各样品测定5次得到的平均值四舍五入至小数点后第4位而计算。

[0168] (总纤度、单纤维纤度)

[0169] 基于JIS L 1013:2010 8.3.1 A法,使用株式会社大荣科学精器制作所制的检尺器“Wrap Reel by Motor Driven”将熔融各向异性芳香族聚酯纤维形成10m绞纱,将其重量(g)乘以1000倍,每一个水平进行3次测定,将3次测定值的平均值作为得到的熔融各向异性芳香族聚酯纤维的总纤度(dtex)。另外,将该值除以纤丝根数所得到的商作为单纤维纤度(dtex)。

[0170] (拉伸强度)

[0171] 参考JIS L 1013:2010 8.5.1,使用USTER Technologies公司制的强伸度测定仪“SENSORAPID5”在试验长度30cm、拉伸速度15cm/分钟、初始负荷为0.33g/dtex的条件下对每一个样品进行5次拉伸试验,用5次的平均拉伸强力(cN)除以通过上述方法测得的总纤度(dtex),计算出拉伸强度(cN/dtex)。

[0172] (蠕变特性)

[0173] 使用MYS Tester公司制蠕变试验机“525-R CREAP TESTER”,从在测定温度20°C下对试验长度300mm的纤维赋予负荷0.18N/dtex的时刻开始测试,测定了直至纤维断裂为止的时间。每一个样品实施3次测试,计算出其平均值。

[0174] [实施例1]

[0175] 将来自4-羟基苯甲酸的结构单元(A)和来自6-羟基-2-萘甲酸的结构单元(B)为73/27(mol%)的熔融各向异性芳香族聚酯(M_p :278°C)的小片(粒状成型体)在120°C下热风干燥4小时以上。然后,投入将混炼部的机筒内空隙体积设为14.7cm³的双螺杆挤出机,将从树脂供给部至混炼部出口的机筒温度设为260°C,将比混炼部出口更靠近下游的输送部的机筒温度设定为325°C,进行了熔融混炼。此时,将混炼部中的滞留时间调整为21秒钟。此时,从双螺杆挤出机的中途的通气孔部经由金属管连接减压泵,将双螺杆挤出机内的未充满聚合物的空间减压至30kPa。然后,一边用齿轮泵计量,一边将熔融混炼物从双螺杆挤出机供给至纺丝头。纺丝头具备孔径0.10mm Φ 、孔数100个的纺丝喷丝头,将纺丝喷丝头温度设定为320°C,以体积喷出量42.0cm³/min喷出熔融混炼物,得到了560dtex/100f的纺丝原丝。然后,将得到的纺丝原丝在氮气氛围下以275°C进行16小时的热处理,得到了熔融各向异性芳香族聚酯纤维的热处理丝。将得到的熔融各向异性芳香族聚酯纤维的分析结果示于表5。

[0176] [实施例2]

[0177] 将混炼部的机筒内空隙体积设为44.1cm³,将从树脂供给部至混炼部出口的机筒温度设为240°C,将体积喷出量设为126.1cm³/min,将纺丝喷丝头的孔数设为300个,除此以外,与实施例1同样地得到了熔融各向异性芳香族聚酯纤维。

[0178] [实施例3]

[0179] 将从树脂供给部至混炼部出口的机筒温度设为220°C,除此以外,与实施例1同样地得到了熔融各向异性芳香族聚酯纤维。

[0180] [实施例4]

[0181] 将从树脂供给部至混炼部出口的机筒温度设为200°C,除此以外,与实施例1同样地得到了熔融各向异性芳香族聚酯纤维。

[0182] [实施例5]

[0183] 将混炼部的机筒内空隙体积设为 29.4cm^3 ,将从树脂供给部至混炼部出口的机筒温度设为 230°C ,将体积喷出量设为 $30.2\text{cm}^3/\text{min}$,将混炼部中的滞留时间设为58.5秒钟,除此以外,与实施例1同样地得到了熔融各向异性芳香族聚酯纤维。

[0184] [实施例6]

[0185] 将从树脂供给部至混炼部出口的机筒温度设为 250°C ,将体积喷出量设为 $7.0\text{cm}^3/\text{min}$,将混炼部中的滞留时间设为126秒钟,将纺丝喷丝头的孔数设为10个,除此以外,与实施例1同样地得到了熔融各向异性芳香族聚酯纤维。

[0186] [实施例7]

[0187] 将从树脂供给部至混炼部出口的机筒温度设为 230°C ,将体积喷出量设为 $58.8\text{cm}^3/\text{min}$,将混炼部中的滞留时间设为15秒钟,除此以外,与实施例1同样地得到了熔融各向异性芳香族聚酯纤维。

[0188] [实施例8]

[0189] 将体积喷出量设为 $96.9\text{cm}^3/\text{min}$,将混炼部中的滞留时间设为9.1秒钟,除此以外,与实施例1同样地得到了熔融各向异性芳香族聚酯纤维。

[0190] [实施例9]

[0191] 将来自4-羟基苯甲酸的结构单元(A)和来自6-羟基-2-萘甲酸的结构单元(B)为78/22(mol%)的熔融各向异性芳香族聚酯(M_p : 311°C)的小片(粒状成型体)在 120°C 下热风干燥4小时以上。然后,投入将混炼部的机筒内空隙体积设为 14.7cm^3 的双螺杆挤出机,将从树脂供给部至混炼部出口的机筒温度设为 270°C ,将比混炼部出口更靠近下游的输送部的机筒温度设定为 340°C ,进行了熔融混炼。此时,将混炼部中的滞留时间调整为21秒钟。此时,从双螺杆挤出机的中途的通气孔部经由金属管连接减压泵,将双螺杆挤出机内的未充满聚合物的空间减压至30kPa。然后,一边用齿轮泵计量,一边将熔融混炼物从双螺杆挤出机供给至纺丝头。纺丝头具备孔径 $0.10\text{mm}\Phi$ 、孔数100个的纺丝喷丝头,将纺丝喷丝头温度设定为 340°C 、以体积喷出量 $42.0\text{cm}^3/\text{min}$ 喷出熔融混炼物,得到了560dtex/100f的纺丝原丝。然后,将得到的纺丝原丝在氮气氛围下以 280°C 进行16小时的热处理,得到了熔融各向异性芳香族聚酯纤维的热处理丝。

[0192] [比较例1]

[0193] 使用挤出机中不具有通气孔的 $\Phi 50\text{mm}$ 单螺杆挤出机,并将除了树脂供给部以外的机筒温度设为 320°C ,除此以外,与实施例1同样地得到了熔融各向异性芳香族聚酯纤维。

[0194] [比较例2]

[0195] 将从树脂供给部至混炼部出口的机筒温度设为 300°C ,除此以外,与实施例1同样地得到了熔融各向异性芳香族聚酯纤维。

[0196] [比较例3]

[0197] 将从树脂供给部至混炼部出口的机筒温度设为 285°C ,除此以外,与实施例1同样地得到了熔融各向异性芳香族聚酯纤维。

[0198] [比较例4]

[0199] 使用挤出机中不具有通气孔的 $\Phi 50\text{mm}$ 单螺杆挤出机,将除了树脂供给部以外的机筒温度设为 350°C ,除此以外,与实施例9同样地得到了熔融各向异性芳香族聚酯纤维。

[表5]

[0200]

	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	比较例1	比较例2	比较例3	比较例4
熔融各向异性芳香族聚酯熔点, M _{pol} [°C]	278	278	278	278	278	278	278	278	311	278	278	278	311
挤出机	双螺杆	双螺杆	双螺杆	双螺杆	双螺杆	双螺杆	双螺杆	双螺杆	双螺杆	单螺杆	双螺杆	双螺杆	单螺杆
从树脂供给部至混炼部出口的机筒温度[°C]	260	240	220	200	230	250	230	260	270	320	300	285	350
混炼部滞留时间[秒]	21	21	21	21	58.5	126	15	9.1	21	-	21	21	-
升压量[MPa]	0.5	0.7	0.4	0.7	0.2	0.3	0.6	0.7	0.7	2.5	2.1	1.8	4.1
纺丝性	◎	◎	◎	◎	◎	◎	○	○	○	×	△	○	×
总纤度[dtex]	560	1670	560	560	560	56	560	560	560	560	560	560	560
单纤维纤度[dtex]	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6
纤维根数[根]	100	300	100	100	100	10	100	100	100	100	100	100	100
熔点[°C]	319.1	320.3	319.4	321.5	320.8	320.2	317.6	318.5	335.0	310.8	312.9	314.0	335.0
斜方晶化度[%]	17.0	16.5	18.4	18.5	21.3	22.7	15.9	17.8	16.2	8.6	11.4	12.3	13.3
密度[g/cm ³]	1.4083	1.4083	1.4083	1.4082	1.4084	1.4085	1.4083	1.4082	1.4089	1.4075	1.4077	1.4077	1.4080
拉伸强度[cN/dtex]	25.8	25.2	25.1	26.1	26.9	27.8	25.8	25.6	23.4	23.2	23.5	23.7	20.4
蠕变特性 断裂时间[小时]	72.3	50.8	80.3	115.4	69.6	77.2	65.9	74.4	62.3	2.5	6.4	11.9	7.2

[0201] 如表5所示,在实施例1~9中,由于将从双螺杆挤出机的树脂供给部至混炼部出口的机筒温度设为特定的低温条件进行了熔融混炼,因此能够得到斜方晶化度高的熔融各向

异性芳香族聚酯纤维。因此,实施例1~9的熔融各向异性芳香族聚酯纤维的蠕变特性优异。

[0202] 另一方面,在比较例1及4中,由于使用了单螺杆挤出机,从树脂供给部至混炼部出口的机筒温度高,因此无法提高斜方晶化度。另外,在比较例2及3中,尽管使用了双螺杆挤出机,但从树脂供给部至混炼部出口的机筒温度高,因此无法提高斜方晶化度。因此,与实施例1~9相比,比较例1~4的熔融各向异性芳香族聚酯纤维的蠕变特性差。

[0203] 工业实用性

[0204] 本发明的熔融各向异性芳香族聚酯纤维能够用于一般工业用材料、土木/建筑材料、各种增强材料、电气/电子部件材料、各种纤维制品等各种用途,例如,可以作为抗拉构件而使用。

[0205] 如上所述,一边参照附图一边对本发明的优选的实施方式进行了说明,但在不脱离本发明主旨的范围内可以进行各种追加、变更或删除,这些方式也包含在本发明的范围内。

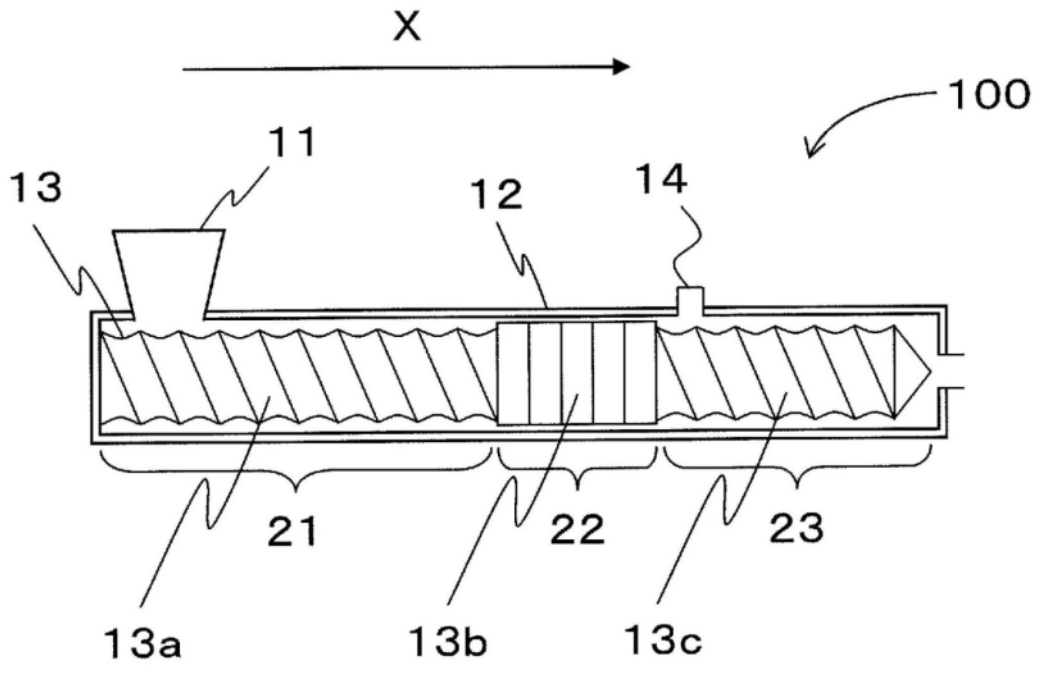


图1