



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 115803484 B

(45) 授权公告日 2024.12.10

(21) 申请号 202180049017.4

(22) 申请日 2021.08.05

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 115803484 A

(43) 申请公布日 2023.03.14

(30) 优先权数据
2020-139838 2020.08.21 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日
2023.01.09

(86) PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2021/029073 2021.08.05

(87) PCT国际申请的公布数据
W02022/039033 JA 2022.02.24

(73) 专利权人 东丽株式会社

地址 日本东京都

(72) 发明人 南井一志 重野久雄 润间崇志

(74) 专利代理机构 北京市中咨律师事务所
11247

专利代理师 李照明 段承恩

(51) Int.Cl.
D01F 6/60 (2006.01)

(56) 对比文件
WO 2019146600 A1, 2019.08.01
CN 1671897 A, 2005.09.21
JP 2002088577 A, 2002.03.27
JP 2017222939 A, 2017.12.21

审查员 姚炜炜

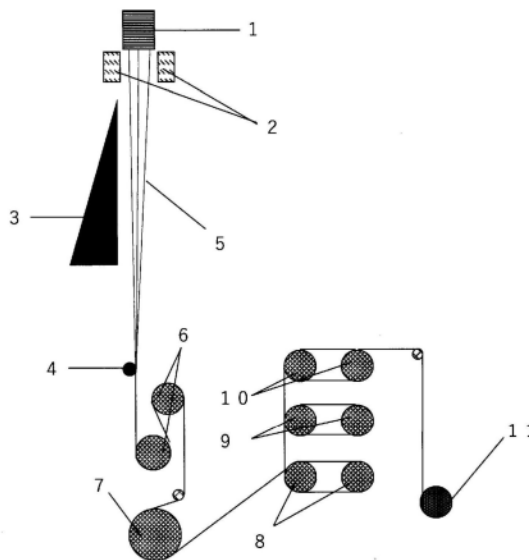
权利要求书1页 说明书11页 附图1页

(54) 发明名称

聚酰胺复丝和其制造方法

(57) 摘要

本发明所要解决的课题在于提供细纤度、高强度且绒毛品质良好的聚酰胺复丝,为了解决该课题,宗旨为一种聚酰胺复丝,其特征在于包含聚酰胺树脂且总纤度30~150dtex,强度为7.5~10.0cN/dtex,伸长率为15.0~35.0%。



1. 一种聚酰胺复丝, 包含聚酰胺, 总纤度为50~120dtex, 强度为8.0~9.7cN/dtex, 伸长率为17.0~30.0%, 负荷3cN/dtex时的伸长率的变异系数为1.00%以下, 绒毛数为0~3个/万米, 并且构成聚酰胺复丝的聚酰胺长丝内所含有的气泡的数量为0.2~20个/cm。

2. 一种聚酰胺复丝的制造方法, 是权利要求1所述的聚酰胺复丝的制造方法, 具有:
准备聚酰胺碎料的步骤, 和

将聚酰胺碎料供给至挤压机供给部的压力为20.0~80.0kPa的挤压机型纺丝机, 使用直接纺丝拉伸法进行制丝的步骤,

将该聚酰胺碎料的硫酸相对粘度设为 η_a , 将制丝而得的聚酰胺复丝的硫酸相对粘度设为 η_b 时, $|\eta_a - \eta_b| < 0.3$ 。

3. 一种聚酰胺复丝的制造方法, 是权利要求1所述的聚酰胺复丝的制造方法, 具有:
准备聚酰胺碎料的步骤, 和

将聚酰胺碎料供给至挤压机供给部的压力为40.0~60.0kPa的挤压机型纺丝机, 使用直接纺丝拉伸法进行制丝的步骤,

将该聚酰胺碎料的硫酸相对粘度设为 η_a , 将制丝而得的聚酰胺复丝的硫酸相对粘度设为 η_b 时, $|\eta_a - \eta_b| < 0.3$ 。

聚酰胺复丝和其制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及聚酰胺复丝。

背景技术

[0002] 聚酰胺6(又名“聚己内酰胺”)或聚酰胺66(又名“聚六亚甲基己二酰胺”)的复丝,与聚酯或聚丙烯等的通用复丝相比,其强伸度较高、绒毛质量较优异,因此就产业用途而言,被使用于安全气囊、运动球拍网弦线、绳索、渔网、鞋带等的涉及多方面的用途。

[0003] 此处,作为一例,可以列举出安全气囊。就车辆碰撞时保护乘坐人所必须的安全装置而言,装设率迅速上升的安全气囊,其搭载部位持续扩大,除了初期即导入的驾驶员保护用、副驾驶座搭乘者保护用外,还有膝盖保护用、内藏于座椅的胸部保护用、装设于车窗上部的顶棚内的头部保护用等。伴随着搭载部位的增加与逐年提高的对低油耗化的要求、以及近年来的车辆内空间的扩大化倾向,对于用于安全气囊的基布已有为了进行轻量化、小型化的各种研究。

[0004] 安全气囊基布所使用的聚酰胺66原纱的总纤度,在以前一般为940dtex,但近年来主要使用470dtex,甚至也使用235dtex以下的低纤度的原纱。

[0005] 专利文献1及专利文献2中公开了一种得到绒毛质量良好而细纤度且高强度的聚酰胺纤维的技术,其能提供小型性优异的安全气囊,就总纤度而言在专利文献1中提案为100~250dtex,在专利文献2中提案为50~470dtex。但是看了其实施例的项目也顶多只能得到纤度175dtex为止的纤维,并没有记载将总纤度细化到150dtex以下,甚至100dtex以下为止且具有能作为产业用纤维来使用的高强度的原纱的具体例。其理由如专利文献1(第[0021]段)所记载,因为如果总纤度变细则难以稳定地得到高强度的纤维。

[0006] 其理由是因为在得到总纤度小的复丝的情况中,将聚酰胺碎料进行熔融并纺丝之前的熔融状态的滞留影响、纺丝时残留于纤维内的气泡等缺陷的影响会变大。也即,生产安全气囊用原纱等高强度产业材料用纤维的一般设备,是由吐出235~2000dtex左右的高总纤度的纺丝部与用于展现高强度的多段热拉伸机组合成的直接拉伸机构成,但未考虑到使用如此的装置来制造100dtex以下的纤度的复丝时所发生的问题。更具体而言,以生产产业材料用纤维的一般设备进行细纤度化到100dtex以下为止的情况中,如专利文献3(第[0005]~[0008]段)、专利文献4(第[0013]段)的记载,聚合物长期滞留所造成的增粘、热劣化、凝胶化会生成微小异物,该异物会混入纱中而因此引起制丝障碍,变成得不到高强度且绒毛质量良好的聚酰胺纤维。如此,制造一种尽管为细纤度的复丝但是高强度且绒毛质量良好的聚酰胺纤维是极其困难的。

[0007] 另一方面,在衣料用的高强度聚酰胺复丝的领域中,近年来由于衣料用途既有的高阶加工品进一步的高强度化和变薄化、小型化的需求等,而要求原纱的高强度化与伴随其的细纤度化。

[0008] 对于这样的衣料用聚酰胺纤维的高强度化的要求,专利文献5中提案:将经进行拉伸热固定或热拉伸而暂时卷取成卷装的纱条,进一步接触已经加热到170~205℃的热板,

热拉伸至1.15倍以上的手段。然而,该手段是分成纺丝步骤与拉伸步骤的2步骤的方法,不仅步骤变繁杂,且卷取速度为1000m/min左右而生产速度慢,有成本变高的风险。此外,在专利文献6中,以能商业化的步骤所得的制品顶多只能得到强度到7.3cN/dtex为止的聚酰胺复丝,在谋求安全气囊等产业材料用纤维或衣料用布帛的耐久性提高的前提下强度不足。

[0009] 现有技术文献

[0010] [专利文献]

[0011] 专利文献1:日本特开2017-222939号公报

[0012] 专利文献2:日本特开2003-20566号公报

[0013] 专利文献3:日本特开2007-254945号公报

[0014] 专利文献4:日本特开2008-133566号公报

[0015] 专利文献5:日本特开平11-247022号公报

[0016] 专利文献6:日本特开2002-88577号公报

发明内容

[0017] 发明要解决的课题

[0018] 本发明的目的是为了了解决上述问题,提供一种细纤度、高强度、韧性也优异且绒毛质量良好的聚酰胺复丝,且提供一种能谋求如上述安全气囊等产业用材料的轻量化、衣料用布帛的耐久性提高的聚酰胺复丝。此外,根据本发明,可得到生产效率也良好的聚酰胺复丝。

[0019] [用以解决课题的手段]

[0020] 本发明为了解决上述课题而深入研究,主要包含下述的方案。

[0021] (1) 一种聚酰胺复丝,其包含聚酰胺,总纤度为30~150dtex,强度为7.5~10.0cN/dtex,伸长率为15.0~35.0%。

[0022] (2) 一种聚酰胺复丝,其包含聚酰胺,总纤度为50~120dtex,强度为8.0~9.7cN/dtex,伸长率为17.0~30.0%,3cN/dtex负荷时的伸长率的变异系数为1.00%以下。

[0023] (3) 如前述(1)或(2)记载的聚酰胺复丝,其绒毛数为0~3个/万米。

[0024] (4) 如前述(1)~(3)中任一项记载的聚酰胺复丝,其中构成聚酰胺复丝的聚酰胺长丝内所含有的气泡的数量为50个/cm以下。

[0025] (5) 一种聚酰胺复丝的制造方法,其是如前述(1)或(2)记载的聚酰胺复丝的制造方法,其具有准备聚酰胺碎料的步骤、使用直接纺丝拉伸法进行制丝的步骤,其中,将该聚酰胺碎料的硫酸相对粘度设为 η_a ,将经制丝而得的聚酰胺复丝的硫酸相对粘度设为 η_b 时, $|\eta_a - \eta_b| < 0.3$ 。

[0026] 发明效果

[0027] 根据本发明,可提供一种尽管为细纤度但是高强度且韧性也优异的绒毛质量良好的聚酰胺复丝,可谋求产业用材料的轻量化、衣料用布帛的耐久性提高。

附图说明

[0028] 图1是用于说明制造本发明的聚酰胺复丝的步骤的例子的概略图。

具体实施方式

[0029] 以下,一边举例一边说明本发明。但是,本发明不限定解释成如下说明的具体例。

[0030] 作为本发明的聚酰胺复丝所用的原料,例如可以列举出尼龙6、尼龙66、尼龙12、尼龙46、尼龙56、尼龙610、或尼龙6与尼龙66的共聚合聚酰胺、使尼龙6共聚合聚烷二醇、二羧酸、二胺等而成的共聚合聚酰胺等,已知为一种重复单元经由酰胺键连接的高分子。只要是聚酰胺,则没有特别的限制,但其中优选为使用耐冲击性与耐热性优异的聚酰胺66。本发明的聚酰胺复丝视需要也可包含聚酰胺以外的成分,作为如此的成分,例如可以列举出单羧酸等的末端封闭剂、氧化钛等的消光剂、磷化合物等的聚合催化剂或耐热剂、铜化合物及碱金属或碱土金属的卤化物等的抗氧化剂或耐热稳定剂。聚酰胺复丝中含有的聚酰胺的含有比例优选为95重量%以上,更优选为97重量%以上。聚酰胺的含有比例小于95重量%时,耐热性会降低。

[0031] 本发明的聚酰胺复丝的总纤度为30~150dtex,优选为50~120dtex的范围。总纤度小于30dtex时,也难以确保作为复丝的总强力的充分的值,此外,为了得到高强度而以高倍率进行拉伸时,容易发生单丝断裂,且绒毛产生的可能性变高。总纤度大于150dtex时,无法造成产业用材料的轻量化或衣料用布帛的耐久性提高。

[0032] 本发明的聚酰胺复丝的强度为7.5~10.0cN/dtex,优选为8.0~9.7cN/dtex。如果强度为该范围,则成为适合安全气囊等产业材料或耐久性优异的衣料用布帛的聚酰胺纤维。强度小于7.5cN/dtex时,在安全气囊等产业材料用纤维或衣料用布帛的耐久性提高方面不充分。设为强度大于10.0cN/dtex的聚酰胺纤维时,变成必须进行高倍率的机械拉伸,容易发生单丝断裂,且绒毛质量变差。该聚酰胺复丝不适合于要求品质的安全气囊等产业材料用纤维。

[0033] 此外,本发明的聚酰胺复丝的伸长率为15.0%~35.0%,优选为17.0%~30.0%。伸长率越高越优选,为了以聚酰胺得到指定的强度,伸长率在现实上为35.0%以下。由于设为该范围,可增大聚酰胺复丝的韧性、断裂功,维持优异的耐久性。

[0034] 虽然也依赖于总纤度、单纤维纤度,但强伸度积优选为38cN/dtex·(%^{1/2})以上,更优选为40cN/dtex·(%^{1/2})以上。由于强伸度积高,可抑制绒毛产生、断线等,得到即使高强度也极高质量的聚酰胺复丝。另外,强度(cN/dtex)及伸长率(%),是指在JIS L1013(1999)8.5.1的标准时试验所示的定速伸长条件下测定的值,强伸度积是以[强度×√(伸长率)]所算出的值。上限没有特别的限制,但实用上为50.0cN/dtex·(%^{1/2})以下。

[0035] 本发明的聚酰胺复丝,其丝条不均(U%)优选为1.2%以下,更优选为1.0%以下,特优选为0.8%以下。通过将U%设为1.2%以下,在作为衣料用布帛的染色时不会发生染色不均、条纹,成为外观良好、制品质量优异者。下限没有特别的限制,但实用上为0.3%以上。

[0036] 此外,本发明的聚酰胺复丝,其3cN/dtex负荷时的伸长率的变异系数优选为1.00%以下,更优选为0.80%,特优选为0.50%以下。由于该变异系数为1.00%以下,在安全气囊等产业用途布帛受到一定负荷时,复丝的伸长率被均匀化,在抑制网眼错位的方面上有利。此外,该变异系数,由于是起因于结晶构造的偏差,所以在衣料用布帛的情况下会牵连到染色不均的抑制。作为用于将3cN/dtex负荷时的伸长率的变异系数抑制在1.00%以下的手段,较简便的是控制所用的聚酰胺碎料的硫酸相对粘度与所得的聚酰胺复丝的硫酸相对粘度之差。此粘度之差大时,从原料碎料到变成纱之前,会发生因热交联等所造成的局

部增粘或水解。增粘时在纤维长度方向会发生局部地结晶取向增大的地方,另一方面,水解时在纤维长度方向会发生局部地结晶取向降低的地方,容易发生伸长率的偏差。另外,3cN/dtex负荷时的伸长率的变异系数可通过实施例的项目中说明的方法而求得。

[0037] 本发明的聚酰胺复丝,其绒毛数优选为0~3个/万米以下,尤其优选0~2个/万米,更优选为0~1个/万米。由于绒毛数少,因此能够朝向安全气囊等的要求优异绒毛质量的用途发展。另外,绒毛数,是指一边以150m/分钟的速度退绕一边在长丝长10万米以上测定绒毛总数,换算成1万米的个数的值。

[0038] 本发明的聚酰胺复丝,其构成该聚酰胺复丝的聚酰胺长丝内所含有的气泡的数优选为50个/cm以下,也即0~50个/cm,尤其优选0~30个/cm,更优选为0.2~20个/cm。聚酰胺长丝内所含有的气泡的数大于50个/cm时,含气泡的单纤维的强度降低。此意味着单纤维中的气泡阻碍拉伸。此外,熔融中的聚合物会过度地吸进空气中的水分,所以而引起水解的发生、聚酰胺的粘度降低,结晶取向不足,结果强度降低。此外,绒毛品质也变差。另一方面,0.2个以上时,通过熔融聚合物吸入空气中的水分而可得到绒毛质量良好的原纱。作为减少气泡的方法,例如可以列举出将挤出聚酰胺时的挤压机的压力设为20.0~80.0kPa。

[0039] 图1是本发明中较宜使用的直接纺丝拉伸装置的概略图。

[0040] 以下,以图1为例,说明本发明的聚酰胺复丝的制造方法。

[0041] 首先,准备作为本发明的聚酰胺复丝的原料的聚酰胺的原料碎料。聚酰胺的聚合方法可使用众所周知的聚合方法。

[0042] 本发明的聚酰胺复丝中所用的聚酰胺原料碎料的硫酸相对粘度(以下也仅称“粘度”)优选为2.8~3.9,更优选为3.3~3.9。如果碎料的粘度为4.0以上,则当将总纤度纳入本发明的规定范围内时,因聚合物的长期滞留所造成的增粘、热劣化、凝胶化而生成微小异物,绒毛品质变差。碎料的粘度小于2.8时,难以得到具有本发明所规定的强度的聚酰胺复丝。另外,硫酸相对粘度,是指使用将碎料1g溶解于100ml的98%硫酸中的溶液与未溶解碎料的98%硫酸,使用奥氏粘度计在25℃下测定的值。测定的详细如实施例的项目中说明。

[0043] 制造本发明的聚酰胺复丝时,使用直接纺丝拉伸法,将作为原材料使用的聚酰胺碎料的硫酸相对粘度设为 η_a ,将制丝而得的聚酰胺复丝的硫酸相对粘度设为 η_b 时,优选为 $|\eta_a - \eta_b| < 0.3$ 。 $|\eta_a - \eta_b|$ 更优选为小于0.2。例如,以 $|\eta_a - \eta_b| < 0.3$ 所制造的聚酰胺复丝,可获得绒毛质量极良好,且强伸度高、3%伸张时的伸长率的偏差也少的聚酰胺复丝。详细虽然未明,但认为通过满足 $|\eta_a - \eta_b| < 0.3$,而可抑制聚合物的长期滞留所造成的增粘或热劣化,或者抑制聚酰胺的水解。此外,如果于生产性的方面上容许,则也可在制造聚酰胺复丝后的检查步骤中进行筛选。

[0044] 接着,说明满足 $|\eta_a - \eta_b| < 0.3$ 的制造方法的例子,准备具有前述硫酸相对粘度的聚酰胺碎料,进行干燥后,供给至挤压机型纺丝机,利用计量泵分配到纺丝喷丝头,进行熔融纺丝。此时,为了抑制聚合物的增粘、热劣化、凝胶化,挤压机供给部的压力优选为不是真空(压力0.0kPa),而是20.0~80.0kPa,更优选为40.0~60.0kPa。挤压机供给部的压力小于20.0kPa时,因聚合物的增粘、热劣化、凝胶化而绒毛质量变差,且有时得不到高强度的纱。挤压机供给部的压力为80.0kPa以上时,聚酰胺长丝中含有的气泡的数会增加,甚至因聚合物的水解反应优先进行而得不到高强度的纱。

[0045] 参照图1进行说明,从纺丝喷丝头1所吐出的聚酰胺优选为从纺丝喷丝头的正下方

通过包围5~300cm的范围的加热筒2。该加热筒内的温度,相对于聚合物聚酰胺的熔点而言为-30~+30°C为优选的形态,更优选为-15~+15°C。通过使纺出纱条不立刻冷却,而是通过由上述加热筒所包围的高温环境中进行慢慢冷却,可缓和经熔融纺丝的聚酰胺分子的取向,可提高单纤维间的分子取向均匀性,因此能够进行聚酰胺复丝的高强度化。另一方面,如果不使其通过高温环境中而是立刻冷却,则未拉伸纱的取向变高,且单纤维间的取向度偏差变大。将该未拉伸纱进行热拉伸时,结果有可能会得不到高强度聚酰胺复丝。

[0046] 对于通过高温环境后的未拉伸纱条5,接下来由横流(cross-flow)冷却装置3喷吹10~80°C、优选为10~50°C的风而进行冷却固化。此外,冷却风大于80°C时,由于纺丝时的单纤维晃动变大,因此会发生单纤维彼此的碰撞,成为制丝性变差的原因。

[0047] 然后,对于所得的冷却纱条,可用众所周知的给油装置4赋予油剂,以牵引辊6牵引,在拉伸后进行卷取。油剂可使用众所周知的油剂,而为了抑制牵引辊6上的单丝卷附,其附着量优选为0.3~1.5重量%,更优选为0.5~1.0重量%。

[0048] 此外,以牵引辊6的旋转速度所定义的纺丝速度优选为500~1200m/分钟,更优选为600~800m/分钟。如果纺丝速度为500m/分钟以上,则最终的生产速度也充分,生产效率良好,可低价地制造聚酰胺复丝。如果为1200m/分钟以下,则可抑制断线或绒毛的产生而较优选。此外,以拉伸辊的最高速度所表示的拉伸速度优选为2800m/分钟以上,更优选为3000m/分钟以上。

[0049] 通过这些前述方法所得的纺出纱,可使用众所周知的方法进行拉伸或松弛热处理及卷取等。在此具体地例示2段拉伸的情况,将经牵引辊6(1FR)所牵引的纺出纱以供纱辊7(2FR)、第1拉伸辊8(1DR)、第2拉伸辊9(2DR)及松弛辊10(RR)的顺序,卷绕纱条而进行热处理及拉伸处理,卷取在卷绕机11上。

[0050] 在1FR与2FR之间进行预牵拽拉伸,在2FR与1DR之间进行第1段的拉伸,第2段的拉伸在1DR与2DR之间进行。2FR的温度设定在30~50°C,1DR的温度设定在100~225°C,预牵拽拉伸、第1段拉伸优选为在玻璃转移温度左右进行热拉伸。其他的拉伸及热定型温度通常优选在180~240°C的范围的温度下进行,更优选为200~220°C。

[0051] 关于综合拉伸倍率(以下也仅称“拉伸倍率”),也即在牵引辊6至第2拉伸辊9间进行拉伸时的倍率,为了得到高强度的聚酰胺复丝,优选采用高的拉伸倍率,如果为本发明记载的纤度范围,则只要以3.8~5.0倍进行拉伸即可。另外,卷取速度通常优选为2000~5000m/分钟,更优选为2500~4500m/分钟。此外,优选在卷取张力为20~250gf的条件下以卷取装置卷成平筒纱状。

[0052] 如果使用以上说明的方法,则可抑制聚酰胺聚合物的增粘或热劣化、凝胶化、水解,另外气泡所致的机械物性的影响也小,即使总纤度为150dtex以下的细纤度,也可得到高强度且高伸长率,也即高韧性且质量良好的聚酰胺复丝。

[0053] 实施例

[0054] 以下,通过实施例详细地说明本发明。但是本发明不受实施例中具体表示的形态所限定地解释。本发明中的各特性的定义及测定法如以下。

[0055] (1) 硫酸相对粘度(η_r):以聚合物碎料或原纱作为试料,将试料0.25g溶解于98%硫酸25ml,使用奥氏粘度计在25°C下测定,由下式求出。测定值由5样品的平均值求出。

[0056] $\eta_r = \text{试料溶液的流下秒数} / \text{仅硫酸的流下秒数}$ 。

[0057] (2) 总纤度:依照JIS L1090(1999)测定。

[0058] (3) 单纤维数:以JIS L1013(1999)8.4的方法算出。

[0059] (4) 单纤维纤度:将总纤度除以单纤维数而算出。

[0060] (5) 强力·强度·伸长率:在JIS L1013(1999)8.5.1标准时试验中所示的定速伸长条件下测定。对于复丝试样使用ORIENTEC公司制万能试验机(TENSILON)UCT-100,在抓持间隔为25cm、拉拽速度为30cm/分钟下进行。强力根据S-S曲线中的最大强力求出,伸长率由S-S曲线中表示最大强力的点的伸长率求出,强度通过强力除以总纤度而求出。对于复丝试料,在长度方向中每隔1m进行取样,测定在5点进行,根据该测定数据求出平均值。

[0061] (6) 丝条不均(U%):使用zellweger uster公司制的USTER TESTER IV,以试料长:500m、测定纱速度:25m/min、1/2Inert进行测定。

[0062] (7) 3cN/dtex负荷时的伸长率的变异系数:于与前述(5)的强力·伸长率测定相同条件下求出SS曲线,求出施加3cN/dtex的负荷时的伸长率。此外,测定中对于测定的复丝试料,在纤维长度方向中每隔1m进行取样,在10点进行测定,根据其测定数据算出平均值、标准偏差,通过下式求出。

[0063] 变异系数=[标准偏差]/[平均值]×100(%)。

[0064] (8) 绒毛数:将所得的纤维卷装以150m/分钟的速度退绕,在距离退绕中的纱条2米的地方设置HEBERLEIN公司制激光式绒毛检测机“Flytec V”,评价经检测的绒毛总数。评价是对于10万米以上的复丝进行,换算成每1万米的个数而表示。

[0065] (9) 气泡数:通过KEYENCE公司制显微镜“VHX-5000”,使用倍率1000倍的透镜,评价所观测的气泡数。纤维中存在气泡时,由于发生以该气泡作为起点而阻碍拉伸的部分,因此以倍率1000倍的光学透镜观测气泡后,通过偏光透镜确认拉伸阻碍部分,而确认气泡。进行从构成聚酰胺复丝的全部聚酰胺长丝中切出相同长度的纤维的取样。但是以经切出的纤维的长度合计成为100cm的方式进行取样。对于经切出的样品,进行观察,将其合计气泡数换算成每1cm的个数而表示。另外,切出的样品只要是确保测定的长度的合计为100cm,则不必严格为100cm。

[0066] (实施例1)

[0067] 在液相聚合所得的尼龙66碎料中添加作为抗氧化剂的乙酸铜的5重量%水溶液并混合,以相对于聚合物重量添加68ppm的铜的方式使其吸附。接着,相对于聚合物碎料100重量份,使碘化钾的50重量%水溶液及溴化钾的20重量%水溶液分别以钾成为0.1重量份的方式添加并吸附,使用分批式固相聚合装置,使其固相聚合而得到硫酸相对粘度为3.75的尼龙66丸粒。将所得的尼龙66丸粒供给至直径110mm的挤压机,在熔融温度300°C、挤压机供给部的压力50.0kPa的环境下熔融。将熔融聚合物以能够得到总纤度80dtex的复丝的方式通过计量泵调整吐出量,分配至纺丝组件。然后在纺丝组件内以具有40μm的粗糙度的金属无纺布过滤器进行过滤后通过圆形孔·孔数24的喷丝头,使用图1所示的结构装置进行纺纱。在距离喷丝头面3cm之下设置加热筒长20cm的加热筒,加热至筒内环境温度成为250°C。此处所谓筒内环境温度是在加热筒长的中央部,距离内壁1cm的部分的空气温度。在加热筒的正下方安装从一方向喷吹风的横流型烟冲,将18°C的冷风以35m/分钟的速度喷吹到纱条而进行冷却固化后,赋予纱条油剂。

[0068] 将赋予有油剂的未拉伸纱条,卷绕在以表面速度800m/分钟的速度旋转的1FR并牵

引后,以综合拉伸倍率4.3倍进行拉伸。牵引的纱条不暂时卷取而连续地在牵引辊与2FR之间施加5%的牵拽后,接着以旋转速度比2.80倍进行第1段的拉伸,进而以旋转速度比1.46倍进行第2段的拉伸,以3400m/分钟的速度卷取。1FR、2FR的辊表面为镜面加工,1DR、2DR、RR为粗糙化加工,另外各辊温度为:1FR设为非加热,2FR设为40°C,1DR设为150°C,2DR设为225°C,RR设为150°C。通过该熔融纺丝、拉伸而得到尼龙66复丝。交缠处理是通过在交缠赋予装置内,从直角方向将高压空气喷射至行进的纱条而进行。在交缠赋予装置的前后,设置管制行进的纱条的导件,喷射的压力的压力为0.2MPa的固定值。

[0069] (实施例2~5)

[0070] 除了将聚酰胺复丝的总纤度及综合拉伸倍率变更为表1以外,与实施例1相同地进行。

[0071] (实施例6~8)

[0072] 除了将聚酰胺复丝的单纤维数变更为表1以外,与实施例1相同地进行。

[0073] (实施例9~10)

[0074] 除了将综合拉伸倍率变更为表1以外,与实施例1相同地进行。

[0075] (实施例11~12)

[0076] 除了将挤压机供给部的压力及综合拉伸倍率变更为表1以外,与实施例1相同地进行。

[0077] 表1中显示评价这些实施例1~12所得的聚酰胺复丝的物性的结果。

[0078]

表1

项目	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	实施例12
总纤度(dtex)	80	50	110	30	135	80	80	80	80	80	80	80
单纤纤数	24	24	24	24	24	72	10	136	24	24	24	24
单纤纤度(dtex)	3.3	2.1	4.6	1.3	5.6	1.1	8.0	0.6	3.3	3.3	3.3	3.3
挤压供给给研的压力(kPa)	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0	25.0	75.0
综合拉伸倍率	4.3	4.3	4.3	4.1	4.3	4.3	4.3	4.3	3.6	3.9	4.0	4.3
卷取速度(m/min)	3600	3600	3600	3600	3600	3600	3600	3600	3600	3600	3600	3600
强度(cN/dtex)	8.9	9.2	8.6	9.1	8.5	9.1	8.3	9.0	7.5	8.1	8.7	8.2
伸长率(%)	22.5	21.3	23.8	22.1	23.9	21.9	22.0	23.5	31.1	26.9	20.3	22.8
强伸度积(cN/dtex · % ^{1/2})	42.2	42.5	42.0	42.8	41.6	42.6	38.9	43.6	41.8	42.0	39.2	39.2
丝条不均(%)	0.76	0.94	0.71	1.15	0.70	0.92	0.78	1.38	0.79	0.77	0.79	0.78
负荷3cN/dtex时的伸长率的变异系数(%)	0.69	0.84	0.60	0.96	0.60	0.70	0.72	0.71	0.83	0.75	1.07	1.05
绒毛数(个/万米)	0.3	0.8	0.1	1.0	0.1	1.3	0.3	3.4	0.0	0.0	2.7	2.5
气泡数(个/cm)	0.50	0.43	0.67	0.32	0.72	0.46	0.51	0.49	0.48	0.52	0.18	24.30
聚酰胺碎料的粘度	3.75	3.75	3.75	3.75	3.75	3.75	3.75	3.75	3.75	3.75	3.75	3.75
构成复丝的聚酰胺长丝的粘度	3.80	3.87	3.77	3.94	3.75	3.79	3.84	3.80	3.88	3.85	4.00	3.64
碎料与复丝的硫酸相对粘度之差(绝对值)	0.05	0.12	0.02	0.19	0.00	0.04	0.09	0.05	0.13	0.10	0.25	0.11

[0079]

如表1所明示,本发明的聚酰胺复丝虽然为细纤度且高强度,但绒毛质量良好。

[0080]

在实施例1~5中以各种的总纤度制造本发明的聚酰胺复丝。与实施例11、12及下

述的比较例1~5相比,通过在挤压机供给部的压力50.0kPa的环境下将聚合物熔融而可抑制增粘,得到目的的聚酰胺复丝。此外,越是总纤度减少而且单纤维纤度变细,越有利于冷却,而有聚酰胺复丝的强伸度积提高的倾向。另一方面,如实施例8,过度将单纤维纤度细化时,利用烟囱风的均匀冷却性变不足,表现出对于丝条不均(U%)的影响。实施例11~12是将挤压机供给部的压力分别以25.0kPa、75.0kPa进行制丝的例子。可看到从碎料到复丝的增粘或水解发生的倾向,可确认到对于3cN/dtex负荷时的伸长率的变异系数的影响。

[0081] (参考例1)

[0082] 除了将聚酰胺复丝的总纤度设为175dtex,在挤压机供给部的压力0.0kPa环境下熔融以外,与实施例1相同地进行。

[0083] (比较例1~2)

[0084] 除了将聚酰胺复丝的总纤度设为110dtex,将综合拉伸倍率变更为如表2以外,与参考例1相同地进行。

[0085] (比较例3~4)

[0086] 除了将聚酰胺复丝的总纤度设为80dtex,将综合拉伸倍率变更为如表2以外,与参考例1相同地进行。

[0087] (比较例5)

[0088] 除了将挤压机供给部的压力及综合拉伸倍率变更为如表2以外,与比较例4相同地进行。

[0089] (参考例2)

[0090] 显示依照国际公开W02016/076184的实施例1的记载所制造的一般衣料用聚酰胺复丝的物性,作为参考例2。

[0091]

表2

项目	参考例1	比较例1	比较例2	比较例3	比较例4	比较例5	参考例2
总纤度 (d t e x)	175	110	110	80	80	80	5.9
单纤维数	24	24	24	24	24	24	5
单纤维纤度 (d t e x)	7.3	4.6	4.6	3.3	3.3	3.3	1.2
挤压机供给部的压力 (k P a)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	101.3	-
综合拉伸倍率	4.3	4.3	3.6	3.6	3.2	4.3	2.1
卷取速度 (m / m i n)	3600	3600	3600	3600	3600	3600	3500
强度 (c N / d t e x)	8.5	N.D.	7.4	N.D.	7.2	7.1	5.6
伸长率 (%)	24.0	N.D.	19.1	N.D.	17.8	23.8	46.0
强伸度积 (c N / d t e x · (% ^{1/2}))	41.6	N.D.	32.3	N.D.	30.4	34.6	38.0
丝条不均 (%)	1.05	N.D.	1.37	N.D.	1.60	1.40	0.55
负荷3cN/dtex时的伸长率的变异系数 (%)	0.96	N.D.	1.30	N.D.	1.73	1.47	1.68
绒毛数 (个/厘米)	0.1	N.D.	21.3	N.D.	24.8	14.7	-
气泡数 (个/cm)	0.17	N.D.	0.14	N.D.	0.10	52.10	-
聚酰胺碎料的粘度	3.75	3.75	3.75	3.75	3.75	3.75	2.20
构成复丝的聚酰胺长丝的粘度	4.00	N.D.	4.08	N.D.	4.11	3.55	2.10
碎料与复丝的硫酸相对粘度之差 (绝对值)	0.25	N.D.	0.33	N.D.	0.36	0.20	0.10

[0092] 表2中显示评价比较例1~5、参考例1、2所得的聚酰胺复丝的物性的结果。

[0093] 参考例1制造总纤度175dtex的聚酰胺复丝,由于其是在真空下(挤压机供给部压

力0.0kPa环境下)的聚合物熔融,因此多少会发生聚合物增粘,但可知如果为该总纤度,则可得具有作为产业用纤维所要求的水平的强度的聚酰胺复丝。然而,由于总纤度大,所以在达成要谋求生产效率良好、安全气囊等产业用材料的轻量化、衣料用布帛的耐久性提高的本案发明的目的上并不充分。

[0094] 在比较例1中,虽然以与参考例1相同的方法的制造总纤度110dtex的聚酰胺复丝,但是此时无法制丝。在比较例2中,以拉伸倍率3.6倍制造与比较例1相同的聚酰胺复丝,结果能制丝。但是,所得的聚酰胺复丝因长时间的聚合物滞留而增粘、热劣化、丧失强度,且产生很多绒毛。

[0095] 在比较例3中,以与比较例2相同的制丝条件下制造总纤度80dtex的聚酰胺复丝,但是此时无法制丝。在比较例4中,使比较例3中的拉伸倍率下降到3.2倍而进行制丝,结果能制丝。但是,所得的聚酰胺复丝因长时间的聚合物滞留而增粘、劣化、丧失强度,且产生很多绒毛。与比较例1~2相比,可知比较例3~4因细纤度化而聚合物的滞留时间增加,聚合物的增粘变得更显著而丧失聚合物的拉伸性,使得不能进行高拉伸倍率的制丝。

[0096] 在比较例5中,除了在挤压机供给部压力101.3kPa的环境下将聚合物熔融以外,以与实施例1相同的方法进行制造,但是此时聚合物的水解反应变显著,结果复丝的粘度大幅低于碎料粘度。再者,因纱中的气泡量增大而产生很多绒毛,无法达成本发明所规定的强度。

[0097] 参考例2是根据W02016/076184的记载,在制造衣料用纤维的一般设备中制造聚酰胺复丝的例子。此时,相比于使用制造产业材料用纤维的一般设备的情况,可知由于聚合物的滞留时间短,几乎没有聚合物增粘。另一方面,由于拉伸段数为1段且低倍率拉伸,强度不充分,另外有在纤维长度方向容易发生结晶构造偏差的倾向,大幅地表现出对于3cN/dtex负荷时的伸长率的变异系数的影响。

[0098] 产业上利用的可能性

[0099] 本发明的聚酰胺复丝由于细纤度、高强度且绒毛质量良好,所以适合于主要谋求安全气囊等产业材料的轻量化、衣料用布帛的耐久性提高。

[0100] 附图符号说明

[0101] 1:纺丝喷丝头

[0102] 2:加热筒

[0103] 3:横流冷却装置

[0104] 4:给油装置

[0105] 5:纱条

[0106] 6:牵引辊(1FR)

[0107] 7:供纱辊(2FR)

[0108] 8:第1拉伸辊(1DR)

[0109] 9:第2拉伸辊(2DR)

[0110] 10:松弛辊(RR)

[0111] 11:卷绕机

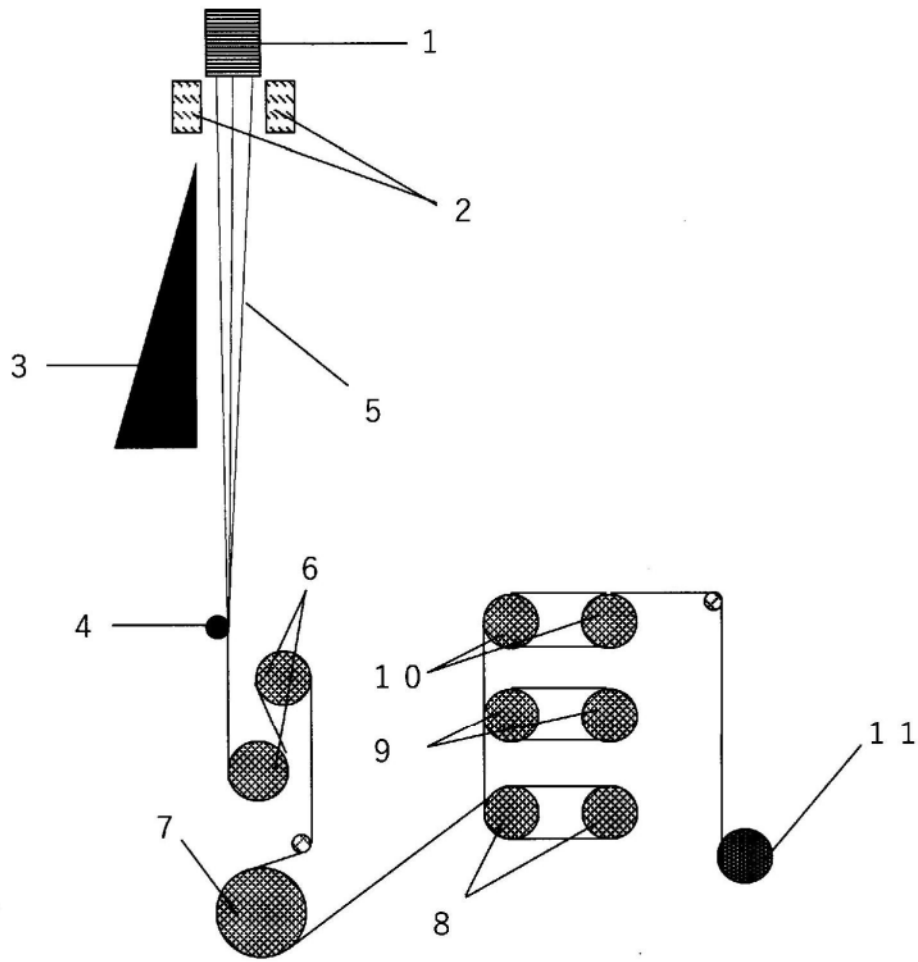


图1