



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 89101153.6

[51] Int.Cl⁴
D01F 6/06

[43]公开日 1989年10月4日

[22]申请日 89.2.25

[30]优先权

[32]88.2.25 [33]US [31]07/160,232

[71]申请人 菲利浦石油公司

地址 美国俄克拉何马州

[72]发明人 马文·威什曼 大卫·埃利·布伦斯坦
康姆斯·克利德·列宁格

[74]专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利
代理部
代理人 孙令华

说明书页数: 7 附图页数: 2

[54]发明名称 高回弹性聚丙烯纤维

[57]摘要

提供了一种具有至少250%压缩回复率的高回弹性聚丙烯纤维,其制造方法是进行纺丝、单纤维拉伸、在例如填塞箱中使纤维产生非螺旋型或锯齿形卷曲、然后进行热定型使纤维产生永久卷曲。

1.一种含有许多聚丙烯单纤维的高回弹性纤维，该纤维的特点在于：

具有非螺旋型卷曲，其平均卷曲支数约为4 ~20卷曲/英寸，和压缩回复率至少为250 %。

2.权利要求1所述的纤维，其中所述的平均卷曲支数为6 ~10卷曲/英寸左右。

3.权利要求1所述的纤维，其中所述的纤维的强度约为3.5 ~4.4克/旦。

4.权利要求1所述的纤维，其中所述的压缩回复率至少为275 %。

5.权利要求1所述的纤维，其中所述的压缩回复率至少为290 %。

6.一种制造高回弹性聚丙烯纤维的方法，该方法包括以下步骤：

(a) 纺丝，

(b) 将纤维拉伸，

(c) 使(b)步骤的产物产生非螺旋型卷曲；

(d) 使(c)步骤的产物热定形，热定形时采用的温度和停留时间足以使(c)步骤中所产生的卷曲在纤维中永久定形，以使纤维的压缩回复率至少达到250 %。

7.权利要求6所述的方法，其中(c)步骤的产物的热定形所采用的温度和时间足以使(c)步骤中所产生的卷曲在纤维中永久定形，以使纤维的压缩回复率至少达到275 %。

8.权利要求6所述的方法，其中(c)步骤的产物的热定形所采用的温度和时间足以使(c)步骤中所产生的卷曲在纤维中永久定形，以使纤维的压缩回复率至少达到290 %。

9. 权利要求6 所述的方法，其中(c) 步骤的产物的热定形所采用的温度在280 ° F左右至稍低于纤维的软化点的温度的范围内，停留时间为5 秒~3 分。

10. 权利要求6 所述的方法，其中(c) 步骤的产物的热定形所采用的温度为284 ~315 ° F左右，停留时间约为5 秒~3 分。

11. 权利要求6 所述的方法，其中(c) 步骤的产物的热定形所采用的温度为289 ~311 ° F左右，停留时间约为5 秒~3 分。

12. 权利要求8 所述的方法，其中(c) 步骤产物的热定形所采用的温度为284 ~315 ° F左右，停留时间约为5 秒~3 秒。

13. 权利要求8 所述的方法，其中(c) 步骤产物的热定形所采用的温度为289 ~311 ° F左右，停留时间为5 秒~3 分。

14. 权利要求6 所述的方法，其中在所述的(d) 步骤之后，将所述的纤维切成短纤维。

15. 权利要求6 所述的方法，其中在所述的(d) 步骤之前，将所述的纤维切成短纤维。

16. 一种制造高回弹性聚丙烯纤维的方法，该方法包括下列步骤：

(a) 纺丝；

(b) 将纤维拉伸；

(c) 使(b) 步骤的产物产生非螺旋型锯齿卷曲；和

(d) 使(c) 步骤的产物热定形，热定形温度在280 ° F左右至稍低于纤维的软化点的温度的范围内，停留时间为5 秒~8 分。

17. 权利要求16所述的方法，其中热定形温度为284 ~315 ° F左右，停留时间为5 秒~3 分。

18. 权利要求16所述的方法，其中热定形温度为289 ~311 ° F左右，停留时间为5 秒~3 分。

19. 权利要求16所述的方法，其中所述的热定形是通过与蒸汽接触而完成的，温度为289 ~ 311 ° F左右，停留时间为5 秒~1 分。

20. 权利要求16所述的方法，其中所述的热定形是通过热空气在纤维中的高速循环而完成的，停留时间为5 秒~1 分，达到的温度为289 ~ 311 ° F左右。

高回弹性聚丙烯纤维

本发明涉及特别可用于地毯和室内装璜的高回弹性聚丙烯纤维。

另一方面，本发明涉及一种制造高回弹性聚丙烯纤维的方法。

聚丙烯是一种可用于地毯和室内装璜的理想纤维，只是由于其回弹性较差而使其应用受到限制。回弹性是对于纤维在消除使其压缩的应力之后完全回复到其原来尺寸的能力的量度。对于聚丙烯地毯来说，雕花地毯上的行走频繁区的“蠕变”或平绒地毯上的行走区的消光最能说明其回弹性差这一缺点。含有聚丙烯纤维的室内装璜也具有这种消光现象。

因此最好能制造一种高回弹性聚丙烯纤维，当其用作雕花地毯时，其回弹性足以防止“蠕变”，或用于平绒地毯和室内装璜时，其回弹性足以防止滑光。

纤维的回弹性是通过压缩回复试验测定的，这是一种测定一束受压缩的粗梳纤维在规定时间内的高度回复率的非美国材料试验标准试验方法。

本发明的一个目的是提供用于地毯、室内装璜、其它织物和其它类似的最终用途的高回弹性聚丙烯纤维。

本发明的另一个目的是提供一种制造高回弹性聚丙烯纤维的方法。

本发明的还有一个目的是提供可用于制造不消光地毯和织物的纤维。

按照本发明，高回弹性纤维是用下述方法制造的，该方法包括下

列步骤:

- (a) 纺丝;
- (b) 将纤维拉伸;
- (c) 使纤维产生锐角卷曲或所谓的二维卷曲;
- (d) 将纤维进行热处理以使卷曲永久定形;
- (e) 根据需要, 将单根长纤维切成短纤维, 这可以在热处理前进行, 也可在热处理后进行。

在作为本专利申请说明书的组成部分的附图中:

图1 表示纤维在不同热处理温度下均处理3 分钟的情况下的压缩回复率数据;

图2 表示在295 ° F热处理温度下处理不同时间的情况下的压缩回复率数据。

用于本发明的聚丙烯可以是任何基本上是线型的高度结晶的高分子量全同立构聚丙烯。通常这类聚合物的熔点为165 °C (329 ° F) 左右。这类聚合物可在市场上买到。虽然这类聚合物可用任何方法制造, 但用于本发明的聚丙烯通常是用配位聚合法制造的。这种聚合方法采用再生过渡金属元素催化剂, 通常采用其固体微粒在惰性介质中形成的淤浆形式。该方法在技术上是众所周知的。

在聚丙烯中可加入各种添加剂以使其改性, 这些添加剂包括象多胺、聚乙烯吡啶之类的染料受体, 象酞菁之类的有机颜料, 象镉盐系列、炭黑之类的无机颜料以及稳定剂、增塑剂、阻燃剂等。

任何常用的纺丝方法都可用于使粒状聚丙烯转变为纤维状聚丙烯。由于聚丙烯能在适当温度的条件下熔融, 因此制造聚丙烯纤维宜采用熔体纺丝法, 而不是采用溶液纺丝法。纤维是在420 ~ 640 ° F左右 (最好是450 ~ 625 ° F左右) 的温度下进行熔体纺丝而制得的。

在熔体纺丝过程中，将聚合物在挤塑机内加热至熔点，并在高压下以恒定的速率将熔融的聚合物挤压通过有许多孔的喷丝头。液态聚合物流从喷丝头表面向下或向其它方向射出，通常是射入冷却气体流（一般为空气）中。熔融聚合物的射流由于受到冷却而凝固成单纤维，并被并集在一起，绕在筒管上。如果需要的话，可用蒸汽或惰性气体（如二氧化碳、氮等）保护挤塑机内的熔融聚合物，以防止其与氧接触。

单纤维的纤度为1 ~130 旦/ 单纤维denier / filament 左右，最好为18~18旦/ 单纤维左右。

制得纤维后将纤维进行拉伸，以使纤维的分子结构定向。拉伸时可采用任何方便的方法，如技术上熟知的采用加热辊、热循环煤气炉、蒸汽炉、辐射板式加热器、加热板、加热液体之类的工艺方法。方法本身并不重要，但温度必须足以使纤维在拉伸时产生一定的结晶度。虽然任何拉伸比（即拉伸后的长度与未拉伸时的长度之比）均可采用，但一般采用的拉伸比约为3.0 :1 以上，最好为3.5 :1 ~6 :1 。

在纺丝和拉伸步骤中，要使纤维具有足够的结晶度，以使纤维能经受住热处理步骤。这就要求在纺丝过程中避免使所用的聚合物过热，而在拉伸过程中则要求提供足够的热量。

拉伸后的纤维可以具有任何强度，但一般用其单纤维测得的强度约为3 ~4.5 克/ 旦，最好其强度约在3.5 ~4.4 克/ 旦的范围内。

然后使纤维卷曲。纤维卷曲型式可以是锐角型或非螺旋型卷曲。这些型式都是所谓的二维卷曲或锯齿形卷曲。使纤维产生这种卷曲的最好方法是填塞箱卷曲法。

纤维的平均卷曲支数为4 ~20卷曲/ 英寸左右，宜为6 ~15卷曲

1 英寸左右，最好为6 ~10卷曲/ 英寸。

使纤维卷曲后，将纤维从变形区取出并置于适当的装置中加热，加热的温度和时间都要足以使纤维已产生的卷曲永久定形，以使纤维具有较好的压缩回复性能。

通常，纤维热处理温度和时间都要足以使纤维在卷曲步骤中产生的卷曲永久变形，以使纤维的压缩回复率至少达到250 % 左右，但更好的是至少达275 % 左右，最好是至少达290 % 。

纤维经热处理后的压缩回复率当然取决于热处理温度和热处理时间。

通常，热处理的温度在280 ° F至比纤维的软化点稍低的温度范围内。纤维的软化点为320 ~329 ° F左右。热处理温度宜为284 ~315 ° F左右。最好为289 ~311 ° F左右。

纤维热处理所需的停留时间取决于所采用的加热装置的类型和纤维束的开松程度。在传热较好的情况下，例如在使用冷凝蒸汽或高速空气的情况下，停留5 秒~1 分的时间就已足够，但在采用低速空气循环的情况下，纤维散布在传送带上，停留时间便需要1 ~8 分钟。通常，停留时间为5 秒~8 分左右，宜为5 秒~3 分，最好为5 秒~1 分。一旦纤维达到所要求的温度，只需很短的时间（少于30秒）便能获得所需的回弹性能。

如果需要的话，纺丝、拉伸、卷曲和热定形等步骤可作为一个连续的过程来完成，或者纺丝可以单独进行，而其余步骤则连续进行，也就是说，这些步骤可以是间歇进行、连续进行或这两种方式的任何组合。

下面所述为短纤维的压缩回复率的测定方法。

1.梳理试样，使其充分混合和开松。

2.称取三个1 克重试样，精确至0.1 克。

3.将一个1 克重试样置于一直径为1 英寸的阴模内，进行压缩，使压力达10,000磅/ 英寸，并保持1 分钟。

4.将试样从模中取出，使其回复24小时（需要的话还可以再次回复或多次回复）。在本说明书中，除非另有说明，均采用24小时回复时间。

5.将位移计的直径为1 英寸、重5.5 克的支脚支撑在试样的顶部。位移计系采用 Federal Model C815 装在 C S55128 型 Custom Scienfific 装置上。

6.过30秒后测量试样的高度，此高度为 B。

7.试样在10,000磅/ 英寸 的压力下压缩1 分钟后立刻测量的高度 A难以每次都测量精确。为了尽量减少这种测量误差，尽可能精确地测量了标准的起始高度，该高度为0.167 英寸，适用于所有试样。

8.每个试样测定3 次，取三次测定的平均值记入试验报告。

9.计算。

$$B - A$$

$$\text{压缩回复率} = \frac{\quad}{\quad} \times 100$$

$$B$$

图1 所示为在不同的热处理温度下停留3 分子再经24小时和60秒回复后测得的压缩回复率与炉子的热处理温度的关系曲线。其中上曲线是回复24小时的曲线，下曲线为回复60秒的曲线，<200 表示在 200 ° F以下进行处理或没有处理的情况。该图清楚地表明，在热处理温度高于280 ° F左右的情况下，用压缩回复率度量的纤维弹性急

剧增加。

图2 所示为在295 ° F热处理温度下停留不同时间再经24小时和60秒回复后测得的压缩回复率与停留时间的关系曲线，其中上曲线为24小时回复的曲线，下曲线为回复60秒的曲线，该图清楚地表明，在停留时间超过30秒的情况下，用压缩回复率度量的纤维弹性急剧增加。

实施例

提供本实施例的目的是帮助本领域的技术人员进一步了解本发明。而并不是限定本发明的范围。列出的所采用的具体的反应剂、成分、比例和条件都是示范性的，而不是对本发明的合理的范围的限定，因为本发明的这些例子只是全部公开内容的一部分。

本实施例的纤维系由熔体指数为8 的结晶聚丙烯颗粒（Phillip s Petroleum Co.制造的Marlex 9374聚丙烯）挤出而得，该聚丙烯含有热稳定剂、防紫外线剂和抗氧化剂，并同时含有有机颜料和无机颜料以使纤维着色。将该树脂在常用的挤塑机中熔化并升温至520 ° F，然后在压力下使其通过70圆孔（每个孔的直径为0.7 毫米）喷丝头，用温度为60 ° F、流速为90英尺/ 分的横向流动的急冷空气冷却，并以510 米/ 分的速度绕在一纱管上。纺丝时加有润滑剂和抗静电剂。

从一排这样的纱管中抽出纤维以形成纤维束，该纤维束按4.8 拉伸比拉伸后纤度为1 百万旦，而拉伸后的单纤维的纤度则为18旦。拉伸时采用常用的七辊拉伸架，第一架和第二架的辊加热至250 ° F，

第三架的辊则不加热。拉伸架的速度为31、125 和150 米/ 分。拉伸后进一步施加纤维处理剂。纤维束在进入常用的 Heissner 填塞箱式卷曲机之前先用蒸汽加热，该卷曲机有几个5 英寸宽的水冷辊，纤维束在卷曲机中卷曲，每英寸长度上产生6 ~ 8 个卷曲。

在另一步骤中，将卷曲的纤维束散布在一移动着的打孔金属传送带上，热空气通过该传送带在 Procfor and Schwarte 炉中循环。空气温度和处理时间如图1 和2 所示。用一常用的 Lummus 切断机将经过热处理的纤维束切成长度约为3.25英寸的短纤维。

虽然已对本发明作了详细的描述，但不能认为本发明仅限于这些，本发明还包括在本发明的精神和范围内所有的变化和改进。

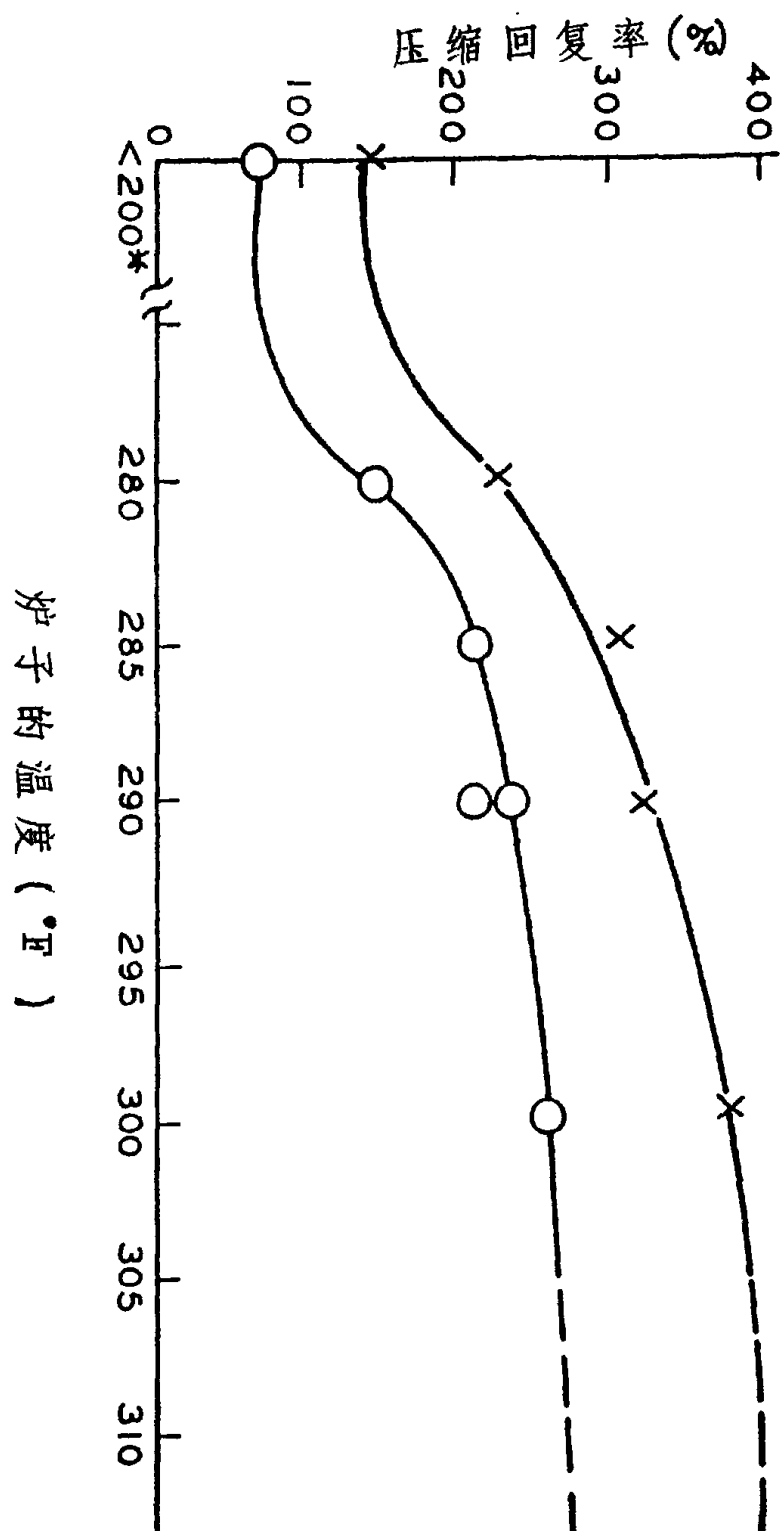


图. 1

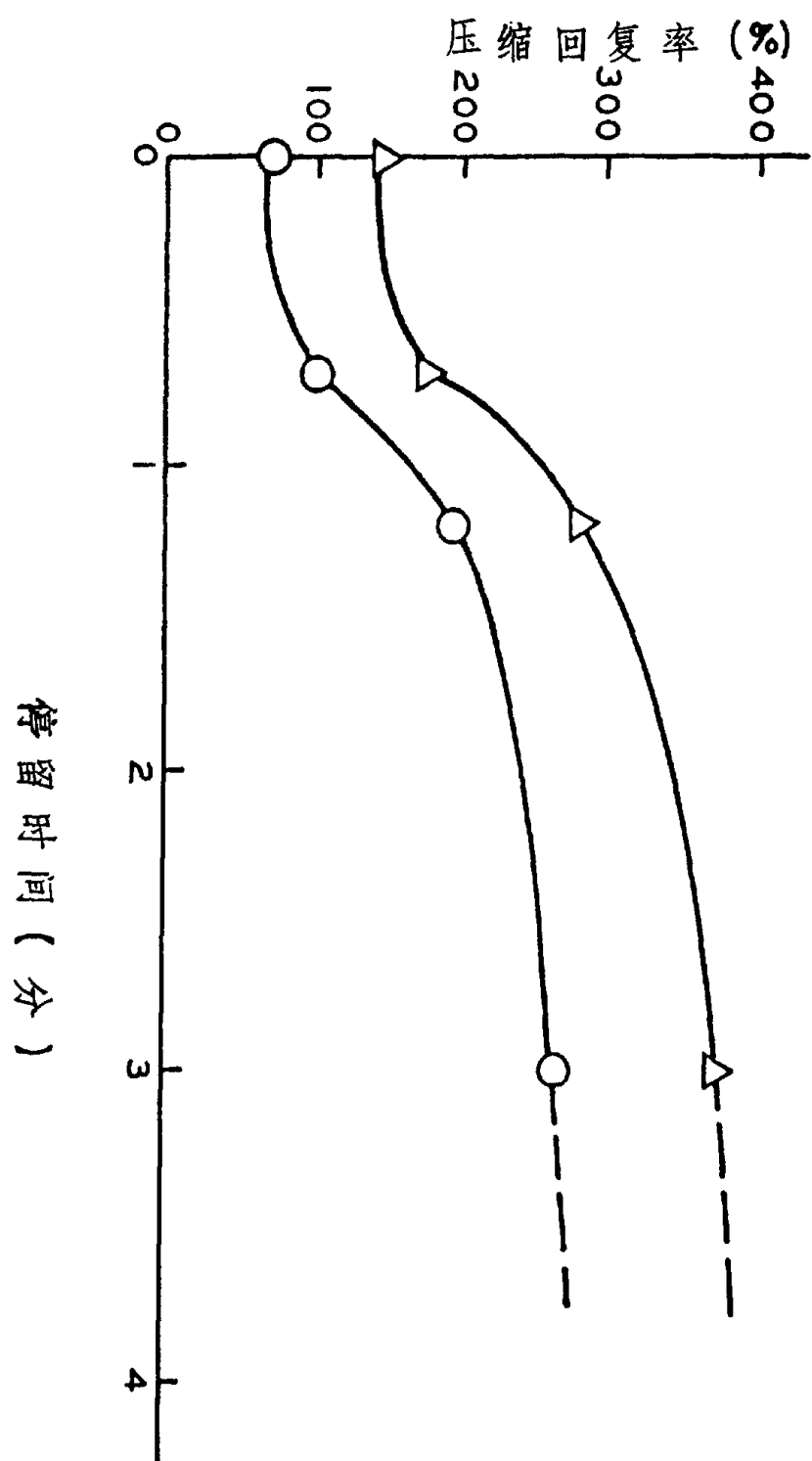


图. 2