



## (12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105624822 B

(45)授权公告日 2017.09.26

(21)申请号 201410613281.8

*C08G 18/48*(2006.01)

(22)申请日 2014.11.05

*C08G 18/32*(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

*C08G 18/10*(2006.01)

申请公布号 CN 105624822 A

*D01D 10/06*(2006.01)

(43)申请公布日 2016.06.01

### (56)对比文件

(73)专利权人 浙江开普特氨纶有限公司

CN 101701363 A,2010.05.05,

地址 312000 浙江省绍兴市绍兴袍江工业  
区东二路浙江开普特氨纶有限公司

JP S6330526 A,1988.02.09,

JP H11279275 A,1999.10.12,

(72)发明人 徐爱军 吕柏松 王子成

JP 2001055628 A,2001.02.27,

JP 2001098420 A,2001.04.10,

(74)专利代理机构 绍兴市越兴专利事务所(普  
通合伙) 33220

CN 1147628 C,2004.04.28,

CN 101469463 A,2009.07.01,

代理人 蒋卫东

审查员 刘鑫

(51)Int.Cl.

*D01F 6/78*(2006.01)

*C08G 18/66*(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

一种高均一性氨纶纤维的制备方法

(57)摘要

本发明涉及一种适用于高均一性氨纶丝干法氨纶纤维及其制备方法,包括以下步骤:(1)在聚合溶剂段选择不同溶剂及减少溶剂杂质提高氨纶产品均一性的步骤;(2)在聚合预聚合段选择不同原料及配比减少小分子杂质提高氨纶产品的均一性的步骤;(3)在聚合扩链段选择不同扩链剂及配比提高聚合体分子量及分布来提高氨纶产品的均一性的步骤;(4)在纺丝工艺段选择不同纺丝工艺提高氨纶产品均一性的步骤。本发明制得的氨纶纤维与常规氨纶纤维相比,动态退绕应力值数据的变异系数CV值大幅度降低,其氨纶丝卷的均一性有明显提高。

1. 一种高均一性氨纶纤维的制备方法,其特征在于包括以下步骤:

(1) 在聚合溶剂段提高氨纶产品的均一性的步骤:所述溶剂为DMAC,所述DMAC通过离子交换树脂进行提纯;

(2) 在聚合预聚合段提高氨纶产品的均一性的步骤:采用PTG进行聚合反应,形成预聚合物,PTG主要在氨纶丝中起到弹性作用,且PTG的分子量为2006,分子量分布在1.52,所述聚合反应采用静态混合方式进行预聚合;

(3) 在聚合扩链段选择不同扩链剂及配比提高氨纶产品的均一性的步骤:在溶剂溶解了的预聚合物中加入胺类扩链剂进行扩链反应,生成能够进行纺丝的高分子聚合物,所述的胺类扩链剂采用单一胺扩链剂进行扩链,且在聚合助剂中加入链增长控制剂;

(4) 在纺丝工艺提高产品均一性的步骤:将聚合完成的聚合物通过计量泵计量后进入高温的纺丝甬道,在不同温度、风量的条件下进行干燥,干燥成丝的氨纶再通过卷绕罗拉后进行卷绕成氨纶丝卷,所述纺丝甬道为方形侧吹风形甬道,所述进风风量为 $5\text{Nm}^3/\text{min}$ - $7\text{Nm}^3/\text{min}$ ,含氧量为1-5%。

2. 如权利要求1所述高均一性氨纶纤维的制备方法,其特征在于:所述步骤(1)中DMAC的水份 $\leq 50\text{PPM}$ ,电导 $\leq 0.15\mu\text{S}/\text{cm}$ ,酸分 $\leq 30\text{PPM}$ 。

3. 如权利要求1所述高均一性氨纶纤维的制备方法,其特征在于:所述步骤(3)中的胺类扩链剂为EDA,所述链增长控制剂为DETA。

## 一种高均一性氨纶纤维的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种适用于高均一性氨纶丝干法氨纶纤维及其制备方法,属于纺织技术领域。

### 背景技术

[0002] 氨纶是一种纺织特种纤维,已广泛应用于各类包覆纱、圆机、经编织物领域。目前各类使用氨纶的纺织品中对氨纶均一性要求较高的领域是高档圆机及经编织物,常规氨纶的均一性达不到使用要求。衡量氨纶产品的均一性最主要的数据是动态退绕应力值数据的变异系数CV值(变异系数  $C \cdot V = (\text{标准偏差 } SD / \text{平均值 } MN) \times 100\%$ ,检测设备为动态应力检测仪ST-80),国内常规氨纶产品的检测数据CV值通常在5%左右,均一性相对较好的产品的CV值也要达到3.5%左右,而高均一性氨纶产品通常是指动态应力CV值小于2%的产品,所以国内的其他氨纶产品在均一性要求较高的高档圆机、经编领域不能够满足使用要求。

### 发明内容

[0003] 针对现有技术的上述技术问题,本发明的目的是提供一种高均一性氨纶纤维的制备方法,其动态退绕应力值数据的变异系数CV值 $<2\%$ 。

[0004] 为达到上述目的,本发明是通过以下技术方案实现的:

[0005] 一种高均一性氨纶纤维的制备方法,包括以下步骤:

[0006] (1)在聚合溶剂段选择不同溶剂及减少溶剂杂质提高氨纶产品均一性的步骤;

[0007] (2)在聚合预聚合段选择不同原料及配比减少小分子杂质提高氨纶产品的均一性的步骤;

[0008] (3)在聚合扩链段选择不同扩链剂及配比提高聚合体分子量及分布来提高氨纶产品的均一性的步骤;

[0009] (4)在纺丝工艺段选择不同纺丝工艺提高氨纶产品均一性的步骤。

[0010] 进一步的,所述高均一性氨纶纤维的制备方法,包括以下步骤:

[0011] (1)在聚合溶剂段提高氨纶产品的均一性的步骤:所述溶剂为DMAC,所述DMAC通过离子交换树脂进行提纯;

[0012] (2)在聚合预聚合段提高氨纶产品的均一性的步骤:采用PTG进行聚合反应,形成预聚合体,PTG主要在氨纶丝中起到弹性作用,且PTG的分子量为2006,分子量分布在1.52,所述聚合反应采用静态混合方式进行预聚合;

[0013] (3)在聚合扩链段选择不同扩链剂及配比提高氨纶产品的均一性的步骤:在溶剂溶解了的预聚合体中加入胺类扩链剂进行扩链反应,生成能够进行纺丝的高分子聚合体,所述的胺类扩链剂采用单一胺扩链剂进行扩链,且在聚合助剂中加入链增长控制剂;

[0014] (4)在纺丝工艺提高产品均一性的步骤:将聚合完成的聚合体通过计量泵计量后进入高温的纺丝甬道,在不同温度、风量的条件下进行干燥,干燥成丝的氨纶再通过卷绕罗

拉后进行卷绕成氨纶丝卷,所述纺丝甬道为方形侧吹风形甬道,所述进风风量为 $5\text{Nm}^3/\text{min}-7\text{Nm}^3/\text{min}$ ,含氧量为1-5%。

[0015] 作为优选的,所述步骤(1)中DMAC的水份 $\leq 50\text{PPM}$ ,电导 $\leq 0.15\mu\text{S}/\text{cm}$ ,酸分 $\leq 30\text{PPM}$ 。

[0016] 作为优选的,所述步骤(3)中的胺类扩链剂为EDA,所述链增长控制剂为DETA。

[0017] 本发明的有益效果如下:

[0018] 本发明高均一性氨纶纤维的制备方法,通过特殊形式的离子交换树脂进行提纯,降低DMAC中的杂质,提高纯度;选用比较特殊的PTG,并在预聚合方法进行改进;采用单一胺进行扩链,但为控制聚合粘度,在聚合助剂中加入特殊的链增长控制剂;采用方形侧吹风形甬道,降低热风中氧含量,降低风量的方式;制得的氨纶纤维与常规氨纶纤维相比,动态退绕应力值数据的变异系数CV值大幅度降低,其氨纶丝卷的均一性有明显提高。

### 具体实施方式

[0019] 下面结合具体实施例对本发明作进一步的说明,但本发明的保护范围并不限于此。

[0020] 本发明中采用的所有原料均可以通过本领域公知的方法制得,也可以采用市售产品。

[0021] 本发明高均一性氨纶纤维的制备方法,包括以下步骤:

[0022] (1)在聚合溶剂段提高氨纶产品的均一性的步骤:干法氨纶纤维生产可用不同溶剂进行,各种溶剂的溶解性有很大的差异,溶解性好的溶剂使聚合体内的杂质变少,聚合体纯度高,目前主要使用溶剂为DMF或DMAC,溶剂中的杂质含量指标水份、电导、酸碱度对氨纶的均一性也有较大的影响,目前一般氨纶厂家的各项指标为:水份50-100PPM,电导 $0.3-0.4\mu\text{S}/\text{cm}$ ,酸分 $\leq 50-80\text{PPM}$ ;

[0023] 本发明中,选择溶解性较好的溶剂DMAC,并通过特殊形式的离子交换树脂进行提纯,降低DMAC中的杂质,提高纯度。更进一步地,DMAC中的水份控制到 $\leq 50\text{PPM}$ ,电导 $\leq 0.15\mu\text{S}/\text{cm}$ ,酸分 $\leq 30\text{PPM}$ 。

[0024] (2)聚合预聚合段提高氨纶产品的均一性的步骤:预聚合段主要是由不同分子量的PTG与MDI在固定的摩尔比以及一定工艺条件下进行聚合反应,形成预聚合体,预聚体中不同分子量分布的PTG、预聚反应的均一性对氨纶产品的均一性有较大影响,目前不同氨纶厂家选择的PTG分子量在1800-2000,分子量分布在1.95-2.05左右,聚合反应通常采用间隙聚合为主;

[0025] PTG主要在氨纶丝中起到弹性作用,分子量的分布主要是影响了PTG中小分子的存在,本发明中为提高氨纶丝的均一性,选用比较特殊的PTG,并在预聚合方法进行改进。更进一步地:选用分子量在2006,小分子含量少的分布在1.52左右的PTG,并且通过静态混合方式进行预聚合。

[0026] (3)聚合扩链段选择不同扩链剂及配比提高氨纶产品的均一性的步骤:聚合扩链段主要是通过溶剂溶解了的预聚合体中加入胺类扩链剂,在一定条件下进行扩链反应,生成能够进行纺丝的高分子聚合体,胺类的品种及比对氨纶产品的均一性有很大的影响,目前各厂家选择的胺类以EDA、PDA、MPDA为主,胺类比例以4:1为主。

[0027] 各种不同胺混合进行扩链会使聚合物中的分子排布不均匀,导致氨纶均一性差,本发明中采用单一胺进行扩链,但为控制聚合粘度,在聚合助剂中加入特殊的链增长控制剂。更进一步地:采用单一的有利于聚合物均一的胺EDA进行扩链,在聚合助剂中加入链增长控制剂DETA进行控制。

[0028] (4) 纺丝工艺提高产品均一性的步骤:纺丝段主要通过将聚合完成的聚合物通过计量泵计量后进入高温的纺丝甬道,在不同温度、风量的条件下进行干燥,干燥成丝的氨纶再通过卷绕罗拉后进行卷绕成氨纶丝卷,纺丝甬道的种类、纺丝热风的含氧量、风量对氨纶的均一性有较大的影响,目前各厂家采用的甬道形式为方形或圆形,纺丝热风采用热空气,风量选择为 $6-10\text{Nm}^3/\text{min}$ 。

[0029] 纺丝甬道的不同主要是甬道的吹风方式不同,主要有侧吹风和上吹风,热风中的含氧量会对热成型的纤维产生氧化作用,风量的大小会使热成型的纤维截面发生变化,本发明中为提高氨纶产品的均一性,采用方形侧吹风形甬道,降低热风中氧含量,降低风量的方式。更进一步地:方形侧吹风甬道,进风风量为 $5\text{Nm}^3/\text{min}-7\text{Nm}^3/\text{min}$ ,含氧量1-5%。

[0030] 对比例

[0031] 在步骤1中,溶剂采用指标为水分85PPM,电导 $0.35\mu\text{S}/\text{cm}$ ;酸分75PPM的DMF,步骤2中采用分子量在1805,分子量分布为2.02的PTG进行预聚合,聚合方式采用批次聚合,步骤3中采用EDA、PDA、DEA混合胺作为扩链剂,胺类比例采用EDA:PDA为4:1进行扩链,步骤4中采用普通热空气的方形甬道进行纺丝,纺丝风量为 $9\text{Nm}^3/\text{min}$ ;在以上工艺条件下生产40D的标准氨纶产品。

[0032] 实施例1

[0033] 在步骤1中,溶剂采用指标为水分45PPM,电导 $0.12\mu\text{S}/\text{cm}$ ;酸分23PPM的DMAC,步骤2中采用分子量在1805,分子量分布为2.02的PTG进行预聚合,聚合方式采用批次聚合,步骤3中采用EDA、PDA、DEA混合胺作为扩链剂,胺类比例采用EDA:PDA为4:1进行扩链,步骤4中采用普通热空气的方形甬道进行纺丝,纺丝风量为 $9\text{Nm}^3/\text{min}$ ;在以上工艺条件下生产40D的标准氨纶产品。

[0034] 实施例2

[0035] 在步骤1中,溶剂采用指标为水分85PPM,电导 $0.35\mu\text{S}/\text{cm}$ ;酸分75PPM的DMF,步骤2中采用分子量在2006,分子量分布为1.52的PTG进行预聚合,聚合方式采用静态混合,步骤3中采用EDA、PDA、DEA混合胺作为扩链剂,胺类比例采用EDA:PDA为4:1进行扩链,步骤4中采用普通热空气的方形甬道进行纺丝,纺丝风量为 $9\text{Nm}^3/\text{min}$ ;在以上工艺条件下生产40D的标准氨纶产品。

[0036] 实施例3

[0037] 在步骤1中,溶剂采用指标为水分85PPM,电导 $0.35\mu\text{S}/\text{cm}$ ;酸分75PPM的DMF,步骤2中采用分子量在1805,分子量分布为2.02的PTG进行预聚合,聚合方式采用批次聚合,步骤3中采用单一的有利于聚合物均一的胺EDA进行扩链,在聚合助剂中加入0.1%链增长控制剂DETA进行控制,步骤4中采用普通热空气的方形甬道进行纺丝,纺丝风量为 $9\text{Nm}^3/\text{min}$ ;在以上工艺条件下生产40D的标准氨纶产品。

[0038] 实施例4

[0039] 在步骤1中,溶剂采用指标为水分85PPM,电导 $0.35\mu\text{S}/\text{cm}$ ;酸分75PPM的DMF,步骤2

中采用分子量在1805,分子量分布为2.02的PTG进行预聚合,聚合方式采用批次聚合,步骤3中采用EDA、PDA、DEA混合胺作为扩链剂,胺类比例采用EDA:PDA为4:1进行扩链,步骤4中采用方形侧吹风甬道,进风风量为 $5\text{Nm}^3/\text{min}$ - $7\text{Nm}^3/\text{min}$ ,含氧量控制在2%左右;在以上工艺条件下生产40D的标准氨纶产品。

[0040] 实施例5

[0041] 在步骤1中,溶剂采用指标为水分45PPM,电导 $0.12\mu\text{S}/\text{cm}$ ;酸分23PPM的DMAC;步骤2中采用分子量在2006,分子量分布为1.52的PTG进行预聚合,聚合方式采用静态混合;步骤3中采用单一的有利于聚合物均一的胺EDA进行扩链,在聚合助剂中加入0.1%链增长控制剂DETA进行控制;步骤4中采用方形侧吹风甬道,进风风量为 $5\text{Nm}^3/\text{min}$ - $7\text{Nm}^3/\text{min}$ ,含氧量控制2%左右;在以上工艺条件下生产40D的标准氨纶产品。

[0042] 性能测试

[0043] 将实施例1-5制备的40D标准氨纶丝与比较例分别进行动态应力检测,可以发现:本发明实施例生产的40D标准氨纶丝,与常规氨纶丝相比,动态退绕应力值数据的变异系数CV值大幅度降低,其氨纶丝卷的均一性有明显提高,具体测试数据对比见表1:

[0044]

项 目	对比例		实施例1		实施例2		实施例3		实施例4		实施例5	
	重量 (g)	CV(%)	重量 (g)	CV(%)	重量 (g)	CV(%)	重量 (g)	CV(%)	重量 (g)	CV(%)	重量 (g)	CV(%)
每 组 十 个 40D 检 测 数 据	6.56	7.8	5.79	3.8	5.72	3.9	6.17	3.4	5.51	2.7	5.70	1.1
	6.23	8.3	5.71	3.9	5.66	3.7	5.95	3.9	5.52	3.4	5.66	0.7
	6.06	5.9	5.89	4.2	5.91	2.9	6.27	3.5	5.15	3.1	5.69	0.7
	6.65	6.7	5.84	4.3	5.82	3.6	6.14	3.7	5.27	3.3	5.83	1.0
	6.88	8.1	5.84	4.7	5.64	3.7	6.06	4.3	5.31	3.5	5.58	0.7
	6.11	7.3	5.78	4.5	5.87	3.9	6.28	2.9	5.42	3.0	5.72	0.9
	5.99	6.9	5.90	4.3	5.60	3.9	6.12	3.5	5.49	2.9	5.55	0.9
	6.55	8.5	5.74	3.7	5.53	3.7	5.97	3.1	5.41	2.8	5.67	0.7
	6.70	7.9	5.64	4.0	5.72	3.7	5.83	3.4	5.31	3.5	5.71	0.7
	6.38	8.2	5.71	3.8	5.90	3.8	5.99	3.3	5.35	2.9	5.65	0.8
CV 平均 值		7.6		4.1		3.7		3.5		3.1		0.8

[0045] 备注:表1中数据CV值数值越小表示氨纶产品的均一性越高。

[0046] 本发明高均一性氨纶纤维的制备方法,通过特殊形式的离子交换树脂进行提纯,降低DMAC中的杂质,提高纯度;选用比较特殊的PTG,并在预聚合方法进行改进;采用单一胺

进行扩链,但为控制聚合粘度,在聚合助剂中加入特殊的链增长控制剂;采用方形侧吹风形甬道,降低热风中氧含量,降低风量的方式;制得的氨纶纤维与常规氨纶纤维相比,动态退绕应力值数据的变异系数CV值大幅度降低,其氨纶丝卷的均一性有明显提高。

[0047] 上述实施例仅用于解释说明本发明的发明构思,而非对本发明权利保护的限定,凡利用此构思对本发明进行非实质性的改动,均应落入本发明的保护范围。