

發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：92117691

※申請日期：92-06-27

※IPC 分類：D01D 5/88, 5/16, 5/22
D01F 8/14

壹、發明名稱：(中文/英文)

聚(對苯二甲酸丙二酯)雙成分纖維製法

POLY(TRIMETHYLENE TEREPHTHALATE) BICOMPONENT
FIBER PROCESS

貳、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

美商杜邦股份有限公司

E. I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY

代表人：(中文/英文)

馬瑞安 迪 麥克奈海

MIRIAM D. MECONNAHEY

住居所或營業所地址：(中文/英文)

美國德來懷州威明頓市馬卡第街1007號

1007 MARKET STREET WILMINGTON, DELWARE 19898 U.S.A.

國 籍：(中文/英文)

美國 U.S.A.

參、發明人：(共 2 人)

姓 名：(中文/英文)

1.張敬中

JING CHUNG CHANG

2.雷 W. 米勒

RAY W. MILLER

住居所地址：(中文/英文)

1.美國賓州布斯溫市杭特密路12號

12 HUNT MEET LANE, BOOTHWYN, PENNSYLVANIA 19061,
U.S.A.

2.美國賓州肯尼特廣場市安路720號

720 ANN DRIVE, KENNETT SQUARE, PENNSYLVANIA
19348, U.S.A.

國 籍：(中文/英文)

1.2.皆美國 U.S.A.

肆、聲明事項：

☐ 本案係符合專利法第二十條第一項☐第一款但書或☐第二款但書規定之期間，其日期為： 年 月 日。

☒ 本案申請前已向下列國家（地區）申請專利：

1.美國；2002 年 12 月 23 日；60/436,082

2.

3.

4.

5.

☒ 主張國際優先權(專利法第二十四條)：

【格式請依：受理國家（地區）；申請日；申請案號數 順序註記】

1.美國；2002 年 12 月 23 日；60/436,082

2.

3.

4.

5.

☐ 主張國內優先權(專利法第二十五條之一)：

【格式請依：申請日；申請案號數 順序註記】

1.

2.

☐ 主張專利法第二十六條微生物：

☐ 國內微生物 【格式請依：寄存機構；日期；號碼 順序註記】

☐ 國外微生物 【格式請依：寄存國名；機構；日期；號碼 順序註記】

☐ 熟習該項技術者易於獲得，不須寄存。

玖、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於雙成分聚(對苯二甲酸丙二酯)纖維及其之製法。

【先前技術】

聚(對苯二甲酸丙二酯)(亦稱為「3GT」或「PTT」)近來甚受重視作為使用於紡織品、地板材料、包裝及其他最終用途中之聚合物。紡織品及地板材料纖維具有優異的物理及化學性質。

已知其中之兩成分具有如由不同固有黏度所指示之不同取向程度之雙成分纖維具有可使該纖維獲致增加使用價值的期望捲曲收縮性質。

美國專利第3,454,460及3,671,379號揭示雙成分聚酯紡織品纖維。兩篇參考文獻皆未揭示雙成分纖維，諸如鞘芯(sheath-core)或並排(side-by-side)纖維，其中兩成分之各者包含物性不同之相同的聚合物，例如聚(對苯二甲酸丙二酯)。

WO 01/53573 A1揭示一種製造並排或偏心鞘芯雙成分纖維之噴絲方法，兩成分分別包含聚(對苯二甲酸乙二酯)及聚(對苯二甲酸丙二酯)。聚(對苯二甲酸乙二酯)纖維及由其製成之織物具有較聚(對苯二甲酸丙二酯)單成分纖維及織物粗糙的手感。此外，由於聚(對苯二甲酸乙二酯)，因而此等纖維及其之織物需要高壓染色。

U.S. 4,454,196及4,410,473(將其以引用的方式併入本文

中)說明一種基本上由長絲群(I)及(II)所組成之聚酯複絲紗。長絲群(I)包括選自聚(對苯二甲酸乙二酯)、聚(對苯二甲酸丙二酯)及聚(對苯二甲酸丁二酯)之群之聚酯,及/或包含選自此等聚酯之至少兩者之摻混物及/或共聚物。長絲群(II)包括含下列成分之基質:(a)選自聚(對苯二甲酸乙二酯)、聚(對苯二甲酸丙二酯)及聚(對苯二甲酸丁二酯)之群之聚酯,及/或包含選自此等聚酯之至少兩者之摻混物及/或共聚物,及(b)0.4至8重量%之選自由苯乙烯型聚合物、甲基丙烯酸酯型聚合物及丙烯酸酯型聚合物所組成之群之至少一聚合物。長絲可自不同的噴絲板擠出,但其自相同的噴絲板擠出較佳。將長絲摻混,然後交織以使其摻和,接著再進行牽伸或牽伸變形較佳。實施例顯示自聚(對苯二甲酸乙二酯)及聚甲基丙烯酸甲酯(實施例1)及聚苯乙烯(實施例3)、及聚(對苯二甲酸丁二酯)及聚丙烯酸乙酯(實施例4)製備類型(II)之長絲。在實施例中未使用到聚(對苯二甲酸丙二酯)。此等複絲紗之揭示並未包括多成分纖維之揭示。

JP 11-189925說明包含聚(對苯二甲酸丙二酯)作為鞘成分及包含以纖維之總重量計0.1至10重量%之聚苯乙烯基聚合物之聚合物摻混物作為芯成分之鞘-芯纖維的製造。根據此申請案,使用加入之低軟化點聚合物諸如聚苯乙烯抑制分子取向之方法並未發生作用。(參照JP 56-091013及其他專利申請案。)其說明當進行諸如假拈(false-twisting)(亦稱為「變形」)之處理時,存在於表面層上之低熔點聚合物有時會造成熔體融合。其他提及的問題包括混濁、染料不規

則、摻混不規則及紗斷裂。根據此申請案，芯包含聚苯乙烯，而鞘則不包含。實施例1說明具有聚(對苯二甲酸丙二酯)之鞘及聚苯乙烯及聚(對苯二甲酸丙二酯)之摻混物(其中聚苯乙烯之總和為纖維重量之4.5%)之芯之纖維的製備。

JP 2002-56918A揭示鞘芯或並排雙成分纖維，其中一側(A)包含至少85莫耳%之聚(對苯二甲酸丙二酯)，及另一側包含(B)與0.05-0.20莫耳%之三官能共單體共聚合之至少85莫耳%之聚(對苯二甲酸丙二酯)；或另一側包含(C)未與三官能共單體共聚合之至少85莫耳%之聚(對苯二甲酸丙二酯)，其中(C)之固有黏度較(A)低0.15至0.30。其揭示將製得之雙成分纖維在130°C下壓力染色。

希望製備具有優異伸展、柔軟手感及優異染料吸收，且可在高速度下噴絲及在大氣壓力下染色之纖維。

亦希望經由使用較高速度之噴絲方法而提高在並排或偏心鞘芯聚(對苯二甲酸丙二酯)雙成分纖維之製造中的生產力，而不使長絲及紗性質劣化。

【發明內容】

根據本發明之第一態樣，一種方法包括：

- (a) 提供兩聚(對苯二甲酸丙二酯)熔體，
- (b) 改變該聚合物之至少一者之固有黏度，以致於改變之後，該聚合物具有相差至少約0.03分升/克(dL/g)之固有黏度；
- (c) 將兩聚(對苯二甲酸丙二酯)熔體提供至噴絲板，及
- (d) 自聚(對苯二甲酸丙二酯)熔體噴絲出雙成分纖維。

在本發明之一較佳態樣中，兩聚(對苯二甲酸丙二酯)聚合物熔體係經由下列步驟提供：

- (a) 提供兩不同的再熔融系統；及
- (b) 於各再熔融系統中將聚(對苯二甲酸丙二酯)再熔融，其中至少一再熔融系統係經操作成提供具有相差至少約0.03分升/克之固有黏度之聚(對苯二甲酸丙二酯)熔體。

在一再熔融系統中之聚(對苯二甲酸丙二酯)之黏度減低至少約0.03分升/克較佳。或者，在一再熔融系統中之聚(對苯二甲酸丙二酯)之黏度增加至少約0.03分升/克較佳。

根據本發明之再一態樣，使用下列之至少一者於改變一再熔融系統中之聚(對苯二甲酸丙二酯)之固有黏度：

- (a) 聚(對苯二甲酸丙二酯)水含量；
- (b) 熔體溫度；及
- (c) 熔體滯留時間。

聚(對苯二甲酸丙二酯)熔體之固有黏度於改變之後相差至少約0.03至約0.5分升/克較佳。

根據本發明製得之纖維可具有各種形狀。纖維之形狀可為鞘芯。纖維為並排或偏心鞘芯較佳。纖維為海中島(island-in-the-sea)或餡餅形狀(pie-shaped)亦較佳。

根據本發明之另一態樣，並排或偏心鞘芯雙成分纖維係為部分取向複絲紗之形態。

根據本發明之再一態樣，一種製備包含聚(對苯二甲酸丙二酯)雙成分長絲之雙成分自捲曲紗之方法包括：

- (a) 提供兩聚(對苯二甲酸丙二酯)熔體，

- (b) 改變該聚合物之至少一者之固有黏度，以致於改變之後，該聚合物具有相差至少約0.03分升/克之固有黏度；
- (c) 將兩聚(對苯二甲酸丙二酯)熔體提供至噴絲板，
- (d) 自聚(對苯二甲酸丙二酯)熔體噴絲出雙成分纖維，其中該纖維係為部分取向複絲紗形態之並排或偏心鞘芯纖維，
- (e) 將部分取向紗收捲於包裝上，
- (f) 將紗自包裝展開，
- (g) 將雙成分長絲紗牽伸形成牽伸紗，
- (h) 使牽伸紗退火，及
- (i) 將紗收捲於包裝上。

在根據本發明之又另一態樣中，方法進一步包括牽伸，退火，及將纖維切割成切斷纖維(staple fibers)。

在根據本發明之又再一態樣中，一種製備聚(對苯二甲酸丙二酯)自捲曲雙成分切斷纖維之方法包括：

- (a) 提供兩聚(對苯二甲酸丙二酯)，
- (b) 改變該聚合物之至少一者之固有黏度，以致於改變之後，該聚合物具有相差至少約0.03分升/克之固有黏度；
- (c) 將聚(對苯二甲酸丙二酯)自噴絲板熔融噴絲形成至少一具有並排或偏心鞘芯截面之雙成分纖維；
- (d) 使纖維通過在噴絲板下方之驟冷區；
- (e) 在約50至約170°C之溫度下在約1.4至約4.5之牽伸比

下牽伸纖維；

- (f) 將經牽伸之纖維在約110至約170°C下熱處理；
- (g) 視需要將長絲交織；及
- (h) 將長絲收捲。

在根據本發明之又再一態樣中，一種製備聚(對苯二甲酸丙二酯)自捲曲雙成分切斷纖維之方法包括：

- (a) 提供兩聚(對苯二甲酸丙二酯)；
- (b) 改變該聚合物之至少一者之固有黏度，以致於改變之後，該聚合物具有相差至少約0.03分升/克之固有黏度；
- (c) 將組合物熔融噴絲通過噴絲板，而形成至少一具有並排或偏心鞘芯截面之雙成分纖維；
- (d) 使纖維通過在噴絲板下方之驟冷區；
- (e) 視需要收捲纖維或將其置於罐中；
- (f) 牽伸纖維；
- (g) 將經牽伸之纖維熱處理；及
- (h) 將纖維切割成約0.5至約6英吋之切斷纖維。

各成分包含以成分中之聚合物之重量計至少約95%之聚(對苯二甲酸丙二酯)較佳。

各聚(對苯二甲酸丙二酯)包含至少95莫耳%之對苯二甲酸丙二酯再現單元較佳。

在根據本發明之又另一具體實施例中，一種製備聚(對苯二甲酸丙二酯)自捲曲雙成分切斷纖維之方法包括：

- (a) 提供固有黏度相差約0.03至約0.5分升/克之兩不同

聚(對苯二甲酸丙二酯)，

- (b) 將組合物熔融噴絲通過噴絲板，而形成至少一具有並排或偏心鞘芯截面之雙成分纖維；
- (c) 使纖維通過在噴絲板下方之驟冷區；
- (d) 視需要收捲纖維或將其置於罐中；
- (e) 牽伸纖維；
- (f) 將經牽伸之纖維熱處理；及
- (g) 將纖維切割成約0.5至約6英吋之切斷纖維，其中兩不同的聚(對苯二甲酸丙二酯)係經由下列步驟製備得：
 - (i) 提供兩不同的再熔融系統；及

(ii) 於各再熔融系統中將聚(對苯二甲酸丙二酯)再熔融，其中至少一再熔融系統係經操作成提供具有相差至少約0.03分升/克之固有黏度之聚(對苯二甲酸丙二酯)熔體。

【實施方式】

本發明係關於一種製備聚(對苯二甲酸丙二酯)雙成分纖維之方法，其包括：

- (a) 提供兩聚(對苯二甲酸丙二酯)熔體，
- (b) 改變該聚合物之至少一者之固有黏度，以致於改變之後，該聚合物具有相差至少約0.03分升/克之固有黏度；
- (c) 將兩聚(對苯二甲酸丙二酯)熔體提供至噴絲板，及
- (d) 自聚(對苯二甲酸丙二酯)熔體噴絲出雙成分纖維。

兩聚(對苯二甲酸丙二酯)聚合物熔體係經由下列步驟製

備得較佳：

(a) 提供兩不同的再熔融系統；及

(b) 於各再熔融系統中將聚(對苯二甲酸丙二酯)再熔融，其中至少一再熔融系統係經操作成提供具有相差至少約0.03分升/克之固有黏度之聚(對苯二甲酸丙二酯)熔體。

在一典型的操作中，將典型上為薄片形態之聚(對苯二甲酸丙二酯)聚合物材料自一或多個進給料斗供給至兩擠塑機。聚(對苯二甲酸丙二酯)於擠塑機中經加熱及最終熔融，然後再供給通過兩個別的計量泵至噴絲頭組件，而於其中形成雙成分纖維。本發明之方法係於自進給料斗直至噴絲模頭之一或多個位置中實施。

供給至各再熔融系統之聚(對苯二甲酸丙二酯)聚合物材料可相同或不同。換言之，可將相同的聚(對苯二甲酸丙二酯)聚合物材料供給至各再熔融系統，且最終產生之雙成分纖維中之聚(對苯二甲酸丙二酯)成分之IV的差僅係由再熔融系統之操作所產生。

或者，可將兩IV原本即不同之不同的聚(對苯二甲酸丙二酯)聚合物材料供給至兩再熔融系統，且可控制再熔融系統之操作，以提高(或減小)此預先存在的IV差，以製備在聚(對苯二甲酸丙二酯)成分之間具有期望程度之IV差的雙成分纖維。

應注意兩聚合物之固有黏度的起始差可低於(例如，相同的IV)或大於0.03分升/克，只要於改變至少一聚合物之固有黏度後，IV差係至少約0.03分升/克即可。作為非限制性的

說明，在第一聚合物具有較第二聚合物之IV低的IV，且IV差低於0.03分升/克之情況中，經由(1)減小第一聚合物之IV，(2)提高第一聚合物之IV，(3)減小第二聚合物之IV，(4)提高第二聚合物之IV，或(5)改變兩聚合物之IV而達到至少約0.03分升/克之IV差將係在本發明之範圍內。

在實施本發明之方法中改變之在再熔融/噴絲系統之操作中的變數(參數)包括再熔融溫度、再熔融聚合物材料於再熔融系統中之滯留時間、及經再熔融聚合物之濕度值(含水量)、或經調整之濕度值。

既定IV之聚(對苯二甲酸丙二酯)當再熔融時典型上展現降低(減低的)IV。聚(對苯二甲酸丙二酯)所暴露至的再熔融溫度愈高，則IV的減小愈大。在實施本發明時，可使用在約235°C至約295°C之範圍內的再熔融溫度。在275°C至295°C之較高溫度範圍內的操作由於在該溫度範圍內之非常快速的IV變化，而必需作嚴密地監測。較佳的溫度範圍係自約235°C至270°C。典型上測量再熔融溫度，及於擠塑機中作控制。然而，在實施本發明之方法時，可方便地改變在任何輸送管線、進給泵、或熔體儲存槽中之溫度。

典型上藉由再熔融/噴絲設備之物理設置而控制經再熔融之聚合物在噴絲之前於再熔融系統中之滯留時間。可將設備設置成可得到期望的滯留時間及在兩再熔融系統之間之任何期望的滯留時間差。或者，可使用視需要利用熔體儲存槽或再循環迴路之計量泵於在相同設備中提供可變的停留時間。較長的停留時間與生成聚合物之降低的IV相關

聯。實務上，在實驗室設備中使用自約1至約7分鐘之停留時間。在生產規模的設備中，希望利用自約10至約20分鐘之停留時間。在實施本發明時，可控制自聚(對苯二甲酸丙二酯)聚合物材料經再熔融之時間，經過任何輸送管線及設備，直至纖維形成之時間的總停留時間。

在再熔融/噴絲操作中，待再熔融之聚合物的濕氣含量亦會影響IV，及改變IV。起始聚合物之濕氣值愈高，則經由再熔融循環而觀察得之IV的減小愈大。除了起始聚合物之濕氣值(水含量)之外，濕氣值亦會經由改變自進給料斗通過擠塑機之系統的操作而改變。實務上，將進給料斗-擠塑機系統利用惰性氣體(典型上係氮)沖洗/毯覆，以使聚合物降解減至最小。可控制及改變此惰性氣體毯覆/沖洗的氣體體積、速度、溫度及濕氣含量，以於聚合物之濕氣含量產生相關的變化。此外，可能希望在將聚合物薄片引入至擠塑機之點，或在擠塑機之機筒中引入水(視需要為水蒸氣之形態)，以提高聚合物之水含量。

在實施本發明時，在包括兩再熔融系統之再熔融/噴絲系統中，習慣將一再熔融系統之操作維持恒定，及經由改變另一者之操作而達到IV差。然而，獨立地同時改變兩再熔融系統亦係在本發明之範圍內。

實施本發明之方法可控制最終生成之雙成分纖維中之聚(對苯二甲酸丙二酯)成分的IV差。一般而言，兩成份之間之IV差愈大，則捲曲收縮愈大，因此，生成之雙成分纖維愈有價值。

此外，實施本發明由於方法的控制參數可使產品有較大的均勻度，因而可提高纖維品質。

此外，方法的實施經由潛在降低原料的庫存，而可提高操作效率。經由操作本發明之方法，可使用最少的不同IV原料製造各式各樣的雙成分纖維，其中兩聚(對苯二甲酸丙二酯)成分之間的差異相差不同量。如前所指，在最終的簡化中，可自單一的聚(對苯二甲酸丙二酯)原料製造其中之纖維成分具有不同IV的雙成分纖維。

此處所使用之「雙成份纖維」係指包含一對沿纖維長度彼此密切黏著之聚合物，以致纖維截面係例如並排、偏心鞘芯或其他可產生有用捲曲之適當截面的纖維。

在未作相反指示時，所提及之「聚(對苯二甲酸丙二酯)」(「3GT」或「PTT」)係意指涵蓋均聚物及包含至少70莫耳%之對苯二甲酸丙二酯再現單元之共聚物及包含至少70莫耳%之均聚物或共聚酯的聚合物摻混物。較佳的聚(對苯二甲酸丙二酯)包含至少85莫耳%，至少90莫耳%更佳，至少95或至少98莫耳%又更佳，及約100莫耳%最佳之對苯二甲酸丙二酯再現單元。

共聚物之例子包括使用三種以上之各具有兩酯形成基團之反應物製得之共聚酯。舉例來說，可使用共聚(對苯二甲酸丙二酯)，其中用於製造共聚酯之共單體係選自由具4-12個碳原子之直鏈、環狀、及分支鏈脂族二羧酸(例如，丁二酸、戊二酸、己二酸、十二烷二酸、及1,4-環己烷二羧酸)；具8-12個碳原子之除對苯二甲酸外之芳族二羧酸(例如，

間苯二甲酸及2,6-萘二羧酸)；具2-8個碳原子之直鏈、環狀、及分支鏈脂族二元醇(除1,3-丙二醇之外，例如，乙二醇、1,2-丙二醇、1,4-丁二醇、3-甲基-1,5-戊二醇、2,2-二甲基-1,3-丙二醇、2-甲基-1,3-丙二醇、及1,4-環己二醇)；及具4-10個碳原子之脂族及芳族醚二元醇(例如，氫醌雙(2-羥乙基)醚，或具低於約460之分子量之聚(仲乙基醚)二元醇，包括二仲乙基醚二醇)所組成之群。共單體典型上係以在約0.5至約15莫耳%之範圍內之量值存在於共聚酯中，且其可以至多30莫耳%之量存在。

聚(對苯二甲酸丙二酯)可包含少量的其他共單體，且此種共單體通常係經選擇成使其不會對性質有顯著的不利影響。此種其他共單體包括5-磺酸間苯二甲酸鈉，其例如係在約0.2至5莫耳%之範圍內的量值下。可加入極少量的三官能共單體，例如偏苯三甲酸，進行黏度控制。

可將聚(對苯二甲酸丙二酯)與至多30莫耳%之其他聚合物摻混。其例子為由諸如說明於上之其他二元醇製備得之聚酯。較佳的聚(對苯二甲酸丙二酯)包含至少85莫耳%，至少90莫耳%更佳，至少95或至少98莫耳%又更佳，及約100莫耳%最佳之聚(對苯二甲酸丙二酯)。

使用於本發明之聚(對苯二甲酸丙二酯)之固有黏度係自約0.60分升/克至約2.0分升/克，至多1.5分升/克更佳，及至多約1.2分升/克最佳。聚(對苯二甲酸丙二酯)具有至少約0.03之IV差較佳，至少約0.10分升/克更佳，及至多約0.5分升/克較佳，至多約0.3分升/克更佳。

聚(對苯二甲酸丙二酯)及製造聚(對苯二甲酸丙二酯)之較佳製造技術說明於美國專利第5,015,789、5,276,201、5,284,979、5,334,778、5,364,984、5,364,987、5,391,263、5,434,239、5,510,454、5,504,122、5,532,333、5,532,404、5,540,868、5,633,018、5,633,362、5,677,415、5,686,276、5,710,315、5,714,262、5,730,913、5,763,104、5,774,074、5,786,443、5,811,496、5,821,092、5,830,982、5,840,957、5,856,423、5,962,745、5,990,265、6,235,948、6,245,844、6,255,442、6,277,289、6,281,325、6,312,805、6,325,945、6,331,264、6,335,421、6,350,895、及6,353,062、EP 998 440、WO 00/14041及98/57913，H. L. Traub，「聚(對苯二甲酸丙二酯)之合成及紡織品化學性質(Synthese und textilchemische Eigenschaften des Poly-Trimethyleneterephthalats)」，Dissertation Universität Stuttgart (1994)，及S. Schauhoff，「聚(對苯二甲酸丙二酯)(PTT)製造之新發展(New Developments in the Production of Poly(trimethylene terephthalate)(PTT))」，人造纖維年報(Man-Made Fiber Year Book)(1996年9月)，及美國專利申請案第10/057,497號，將其全體以引用的方式併入本文中。有用作為本發明之聚酯之聚(對苯二甲酸丙二酯)可以註冊商標Sorona購自E. I. du Pont de Nemours and Company (Wilmington, Delaware)。

聚(對苯二甲酸丙二酯)亦可為可酸染色的聚酯組合物，如說明於2000年11月8日提出申請之美國專利申請案第09/708,209號(相當於WO 01/34693)或2002年8月24日提出

申請之09/938,760，將此兩篇專利以引用的方式併入本文中。美國專利申請案第09/708,209號之聚(對苯二甲酸丙二酯)包含可有效促進酸可染色及酸染色聚酯組合物之酸可染色性之量的第二胺或第二胺鹽。第二胺單元係以至少約0.5莫耳%之量存在於組合物中較佳，至少1莫耳%更佳。以組合物之重量計，第二胺單元係以約15莫耳%以下較佳，約10莫耳%以下更佳，及5莫耳%以下最佳之量存在於聚合物組合物中。美國專利申請案第09/938,760號之酸可染色之聚(對苯二甲酸丙二酯)組合物包含聚(對苯二甲酸丙二酯)及以第三胺為主之聚合添加劑。聚合添加劑係由(i)包含第二胺或第二胺鹽單元之三胺及(ii)一或多種其他單體及/或聚合物單元製備得。一較佳的聚合添加劑包含選自由聚-亞胺基-雙仲烷基-對苯二甲醯胺、-間苯二甲醯胺及-1,6-萘甲醯胺、及其鹽所組成之群之聚醯胺。有用於本發明之聚(對苯二甲酸丙二酯)亦可為諸如說明於美國專利6,312,805中之陽離子可染色或經染色組合物(將其以引用的方式併入本文中)，及經染色或含染料之組合物。

可將其他聚合添加劑加至聚(對苯二甲酸丙二酯)，以改良強度，促進擠塑後加工或提供其他效益。舉例來說，可將六亞甲二胺以約0.5至約5莫耳%之少量加入，以增加本發明之酸可染色之聚酯組合物的強度及加工性。可將聚醯胺諸如耐綸6或耐綸6-6以約0.5至約5莫耳%之少量加入，以增加本發明之酸可染色之聚酯組合物的強度及加工性。可如U.S. 6,245,844中之說明加入核化劑，其以0.005至2重量%

之選自由對苯二甲酸單鈉、萘二羧酸單鈉及間苯二甲酸單鈉所組成之群之二羧酸之單鈉鹽較佳。

若須要，聚(對苯二甲酸丙二酯)聚合物可包含添加劑，例如，褪光劑、核化劑、熱安定劑、黏度增進劑、光學增白劑、顏料、及抗氧化劑。可將 TiO_2 或其他顏料加至聚(對苯二甲酸丙二酯)、組合物，或加入於纖維製造中。(參見，例如，美國專利第3,671,379、5,798,433及5,340,909號、EP 699 700及847 960、及WO 00/26301，將其以引用的方式併入本文中。)

另類的苯乙烯具體實施例

在另一具體實施例中，聚(對苯二甲酸丙二酯)可包含苯乙烯聚合物作為添加劑。所謂「苯乙烯聚合物」係指聚苯乙烯及其之衍生物。苯乙烯聚合物係選自由聚苯乙烯、經烷基或芳基取代之聚苯乙烯及苯乙烯多成份聚合物所組成之群較佳，聚苯乙烯更佳。苯乙烯聚合物為聚苯乙烯最佳。

若存在之苯乙烯聚合物係以成分中之聚合物之重量計至少約0.1%之量，至少約0.5%更佳，及至多約10重量%較佳，至多約5重量%更佳，及至多約2重量%最佳，存在於成分中較佳。

聚(對苯二甲酸丙二酯)可使用許多技術製備得。將聚(對苯二甲酸丙二酯)及苯乙烯聚合物熔融摻混，然後再擠塑及切割成顆粒較佳。(「顆粒」在此係概括使用，而與其之形狀無關，因此其被使用於包括有時稱為「碎屑」、「薄片」等等之產品)。接著將顆粒再熔融及擠塑成長絲。術語「混

合物」係當特別指示於再熔融前之顆粒時使用，及術語「摻混物」係當指示熔融組合物(例如，於在熔融之後)時使用。亦可經由在再熔融過程中將聚(對苯二甲酸丙二酯)顆粒與聚苯乙烯混料，或者經由供給熔融的聚(對苯二甲酸丙二酯)，及在噴絲之前將其與苯乙烯聚合物混合，而製備得摻混物。

聚(對苯二甲酸丙二酯)包含以成份中之聚合物之重量計至少約70%較佳，至少約80%更佳，至少85%又更佳，至少約90%更佳，至少約95%最佳，及在一些情況中至少98%又更佳之聚(對苯二甲酸丙二酯)。聚(對苯二甲酸丙二酯)包含至多約100重量%，或100重量%減去苯乙烯聚合物之存在量的聚(對苯二甲酸丙二酯)較佳。

聚(對苯二甲酸丙二酯)組合物包含以成份中之聚合物之重量計至少約0.1%較佳，至少約0.5%更佳之苯乙烯聚合物。組合物包含以成份中之聚合物之重量計至多約10%，至多約5%更佳，至多約3%又更佳，至多2%又更佳，及至多約1.5%最佳之苯乙烯聚合物較佳。在許多情況中，約0.8%至約1%之苯乙烯聚合物較佳。所稱之苯乙烯聚合物係指至少一苯乙烯聚合物，由於可使用兩種以上之苯乙烯聚合物，因而其所稱之量係指示使用於聚合物組合物中之苯乙烯聚合物的總量。

圖式論述

現參照圖式，圖1說明有用於本發明之方法之交叉流(crossflow)熔融噴絲裝置。驟冷氣體1經由充氣室4通過絞接

擋板18及通過篩網5進入在噴絲板面3下方之區2，而在剛自噴絲板中之毛細孔(未示於圖中)噴絲得之仍然熔融的纖維6上產生實質上層狀的氣體流。擋板18係絞接於頂端，且可調整其之位置，以改變驟冷氣體之流動通過區2。噴絲板面3於區2之頂端上方凹陷距離A，以致驟冷氣體要於一段延遲之後方會與剛噴絲得之纖維接觸，其間纖維則可被凹處的側面加熱。或者，如噴絲板面未凹陷，則可經由將一短圓筒(未示於圖中)緊鄰於噴絲板面下方同軸設置，而產生一未經加熱之驟冷延遲空間。若須要可經加熱之驟冷氣體繼續通過纖維，及進入至裝置周圍的空間中。僅有少量的氣體會被經由纖維出口7離開區2之移動纖維帶走。可利用非必需之給油輥10將油劑塗佈至現為固體的纖維，且纖維可接著到達說明於圖2之輥子。

在圖2中，剛例如自圖1所示之裝置噴絲之纖維6可通過(非必需的)給油輥10，繞過傳動輥11，繞過從動輥12，接著再繞過經加熱的進給輥13。進給輥13之溫度可在約50°C至約70°C之範圍內。纖維可接著被經加熱的牽伸輥14牽伸。牽伸輥14之溫度可在約50至約170°C之範圍內，以約100至約120°C較佳。牽伸比(捲取速度對引出或進給輥速度之比)係在約1.4至約4.5之範圍內，以約3.0至約4.0較佳。在輥對13之間或在輥對14之間不需施加顯著的張力(超過使纖維保持於輥上之所需)。

於經輥子14牽伸之後，纖維可經輥子15熱處理，通過非必需的未加熱輥16(其調整紗張力，以達到令人滿意的收捲)

，然後再至捲取裝置17。熱處理亦可利用一或多個其他的加熱輥、蒸氣噴射或加熱室諸如「熱箱」進行。熱處理可例如利用圖2中之輥子15在實質上恒定的長度下進行，其將纖維加熱至在約110°C至約170°C之範圍內的溫度，以約120°C至約160°C較佳。熱處理之期間係視紗丹尼值(denier)而定；其重點在於纖維要可達到與輥子實質上相同的溫度。如熱處理溫度太低，則捲曲會在高溫下在張力之下降低，且收縮率會提高。如熱處理溫度太高，則製程的操作性會由於纖維經常斷裂而變得困難。熱處理輥及牽伸輥之速度實質上相等，以在製程中之此點使纖維張力維持實質上恒定，因而避免損失纖維捲曲較佳。

或者，進給輥可不經加熱，及牽伸可利用亦將纖維熱處理之牽伸噴嘴及加熱牽伸輥完成。視需要可將交織噴嘴設置於牽伸/熱處理輥與捲取裝置之間。

最後將纖維收捲。在本發明之產品之製造中的典型捲取速度為每分鐘3,200米(mpm)。可使用之捲取速度之範圍係約2,000 mpm至6,000 mpm。

實施例

以下實施例係用來說明本發明，而非作限制用。除非特別指示，否則所有份、百分比等等係以重量計。

固有黏度

固有黏度(IV)係依據以ASTM D 5225-92為主之自動方法，使用利用Viscotek強制流動黏度計(Forced Flow Viscometer) Y900 (Viscotek Corporation, Houston, TX)在19°C下對在0.4

克/分升濃度下溶解於50/50重量%三氟乙酸/二氯甲烷中之聚合物測得之黏度所測定。接著使測得之黏度與如利用ASTM D 4603-96測得之於60/40重量%酚/1,1,2,2-四氯乙烷中之標準黏度產生關聯，以獲得記述的固有值。纖維中之聚合物之IV係於實際噴絲的雙成分纖維上測得，或者，纖維中之聚合物之IV係經由使聚合物暴露至與將聚合物實際噴絲成雙成分纖維，僅除了試驗聚合物係沒有噴絲頭組件/噴絲板而噴絲，以致兩聚合物未結合成單一纖維之相同的方法條件而測量。

韌度及斷裂伸長率

記述於以下實施例中之聚(對苯二甲酸丙二酯)紗之物性係使用Instron Corp.拉伸試驗儀型號1122測得。更明確言之，根據ASTM D-2256測量斷裂伸長率、 E_b 、及韌度。

捲曲收縮

除非特別指示，否則如實施例所示而製得之雙成分纖維中之捲曲收縮係測量如下。利用絞絲捲軸在約0.1 gpd (0.09分牛頓/得克斯(dN/tex))之張力下將各樣品形成為5000 +/-5總丹尼值(5550分得克斯)之絞絲。將絞絲在70+/-°F (21+/-1°C)及65+/-2%相對濕度下調理最少16小時。將絞絲自支架實質上垂直地吊起，將1.5毫克/丹尼(1.35毫克/分得克斯)重量(例如，對5550分得克斯絞絲為7.5克)吊於絞絲之底部，使經加重量的絞絲達到平衡長度，及將絞絲之長度測量至1毫米內，並記錄為「Cb」。在試驗期間中使1.35毫克/分得克斯重量停留於絞絲上。接下來，使500毫克重量(100

毫克/丹尼；90毫克/分得克斯)自絞絲之底部吊起，及將絞絲之長度測量至1毫米內，並記錄為「Lb」。根據下式計算捲曲收縮值(百分比)(在熱定形之前，如關於此試驗而說明於下)，「CCb」：

$$CCb = 100 \times (Lb - Cb) / Lb$$

將500克重量移除，然後將絞絲吊於架上，及在1.35毫克/分得克斯重量仍在的情況下於烘箱中在約212°F(100°C)下熱定形5分鐘，之後將架及絞絲自烘箱移除，並如上調理2小時。此步驟係經設計於模擬商業的乾熱定形，其係於雙成分纖維中產生最終捲曲的一種方式。如上測量絞絲之長度，並將其之長度記錄為「Ca」。再次使500克重量吊於絞絲上，及如上測量絞絲長度，並將其記錄為「La」。根據下式計算熱定形後之捲曲收縮值(%)，「CCa」：

$$CCa = 100 \times (La - Ca) / La$$

將CCa記述於表中。

纖維製備

使用圖1之裝置將具有如表1所示之固有黏度的聚(對苯二甲酸丙二酯)噴絲。將起始的聚(對苯二甲酸丙二酯)乾燥至低於50 ppm水含量。將噴絲板溫度維持在低於265°C。(聚結後)噴絲板自噴絲管柱之頂端凹陷4英吋(10.2公分)(圖1中之「A」)，以致驟冷氣體係於一段延遲之後方與剛噴絲得之纖維接觸。

在將實施例中之雙成分纖維噴絲時，利用具有0.5-40磅/小時(0.23-18.1公斤/小時)容量之Werner & Pfleiderer共同

旋轉28毫米擠塑機使聚合物熔融。於聚(對苯二甲酸丙二酯)(3GT)擠塑機中達到的最高熔融溫度係約265-275°C。泵將聚合物輸送至噴絲頭。

利用具有6000 mpm之最大收捲速度的Barmag SW6 2s 600收捲機(Barmag AG, 德國)將纖維收捲。

所使用之噴絲板係具有34對以圓設置之毛細孔，在各對毛細孔之間之內角為30°，毛細孔直徑為0.64毫米，及毛細孔長度為4.24毫米之聚結後雙成分噴絲板。除非特別指示，否則纖維中之兩聚合物之重量比為50/50。使用與圖1類似之裝置進行驟冷。驟冷氣體係在約20°C之室溫下供給的空氣。纖維具有並排截面。

在實施例中，所應用之牽伸比大約係在製得雙成分纖維時之最大的可操作牽伸比。除非特別指示，否則圖2中之輥子13係在約70°C下操作，輥子14在約90°C及3200 mpm下及輥子15在約120°C及約160°C下。

實施例1

使用說明於表I之條件如前所述進行噴絲。

表 I

碎片IV*		纖維IV*		Delta IV*	牽伸比	輥15(°C)	丹尼值	韌度	伸長率	CCa(%)
西	東	西	東	西-東				(g/d)		
1.01	0.86	0.96	0.70	0.26	2.4	160	95	3.2	21	43.7
1.01	0.86	0.96	0.74	0.22	2.5	160	98	3.1	22	35.6
1.01	0.86	0.98	0.80	0.18	2.5	160	104	3.3	22	18.5
1.01	0.86	0.96	0.83	0.13	2.6	160	103	3.5	25	7.3

*如測量，分升/克。

數據顯示當西擠塑機與東擠塑機之間之固有黏度(IV)之差增加時，可達到增加的捲曲收縮(CCa)。將西擠塑機之纖維IV維持恒定，同時經由如表2所示改變聚合物熔體溫度及熔體滯留時間，而改變東擠塑機之纖維IV。

表 2

<u>碎片IV</u>	<u>纖維IV</u>	<u>擠塑機區溫</u>	<u>輸送管線溫</u>	<u>噴絲組合</u>	<u>滯留時間</u>
<u>東</u>	<u>東</u>	<u>度°C</u>	<u>度°C</u>	<u>溫度°C</u>	<u>分鐘</u>
0.86	0.70	270	267	255	8.4
0.86	0.74	270	262	250	8.4
0.86	0.80	260	252	250	4.8
0.86	0.83	250	247	255	2.9

先前之本發明之具體實施例的揭示係作為說明及描述用。其並非巨細靡遺，或要將本發明限定於所揭示的確切形式。熟悉技藝人士依據揭示內容當可明白說明於此之具體實施例的許多變化及修改。

【圖式簡單說明】

圖1說明有用於製備本發明產品之交叉流驟冷熔融噴絲裝置。

圖2說明可與圖1之熔融噴絲裝置結合使用之輥子配置的一例子。

【圖式代表符號說明】

- 1 驟冷氣體
- 2 區

3	噴絲板面
4	充氣室
5	篩網
6	纖維
7	纖維出口
10	給油輥
11	傳動輥
12	從動輥
13	進給輥
14	牽伸輥
15	輥子
16	未加熱輥
17	捲取裝置
18	檔板

伍、中文發明摘要：

一種製備並排或偏心鞘芯雙成分纖維之方法，其中各成分包含一不同的聚(對苯二甲酸丙二酯)組合物。

陸、英文發明摘要：

A process for the preparation of a side-by-side or eccentric sheath-core bicomponent fiber wherein each component comprises a different poly(trimethylene terephthalate) composition.

拾壹、圖式：

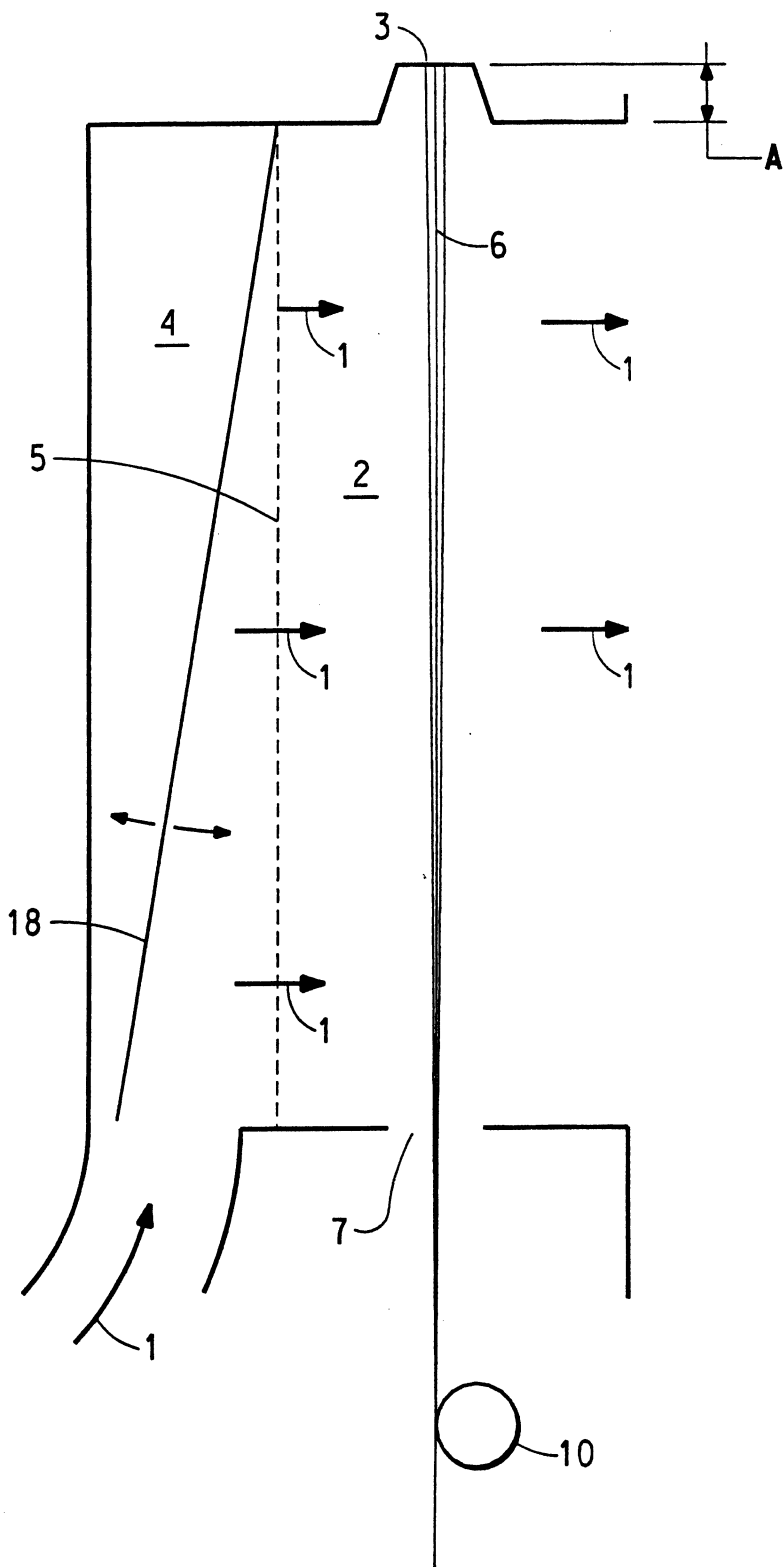


圖 1

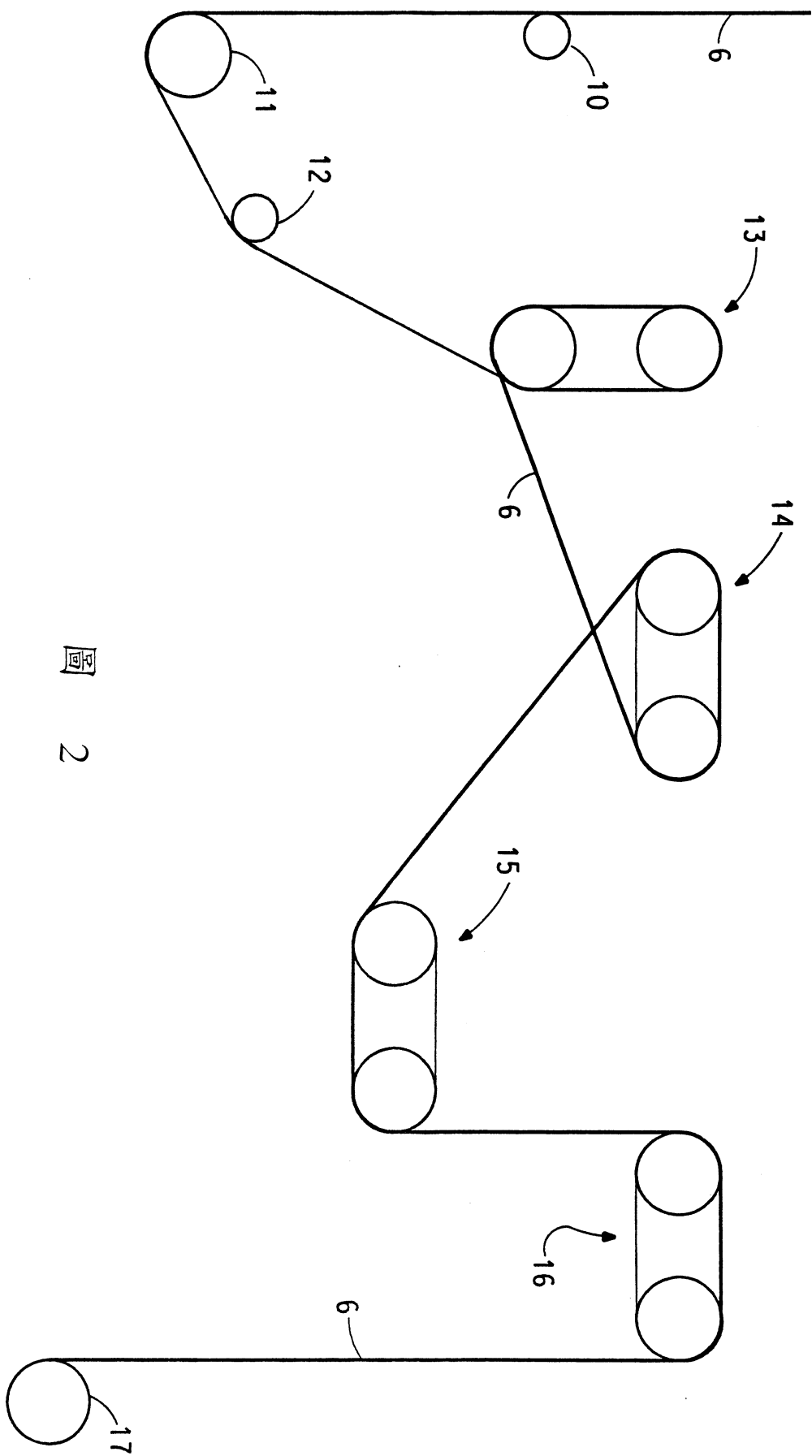


圖 2

柒、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第（ 1 ）圖。

(二)本代表圖之元件代表符號簡單說明：

1 驟冷氣體

2 區

3 噴絲板面

4 充氣室

5 篩網

6 纖維

7 纖維出口

10 給油輥

18 檔板

捌、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

拾、申請專利範圍：

1. 一種製備聚(對苯二甲酸丙二酯)雙成分纖維之方法，包括：

(a) 提供(i)一聚(對苯二甲酸丙二酯)或(ii)具有相差小於0.03分升/克(dL/g)固有黏度之兩不同聚(對苯二甲酸丙二酯)；

(b) 提供兩不同的再熔融系統；

(c) 將該(i)一聚(對苯二甲酸丙二酯)於兩不同的再熔融系統中再熔融，或(ii)該兩不同聚(對苯二甲酸丙二酯)各別於兩不同的再熔融系統之一中再熔融，以生成兩聚(對苯二甲酸丙二酯)熔體，其中至少一個再熔融系統中之該聚(對苯二甲酸丙二酯)之固有黏度被改變，以致改變後該兩熔體中之該聚(對苯二甲酸丙二酯)具有相差至少0.03分升/克之固有黏度；

(d) 將該兩聚(對苯二甲酸丙二酯)熔體提供至噴絲板，及

(e) 自該聚(對苯二甲酸丙二酯)熔體噴絲出雙成分纖維。

2. 如申請專利範圍第1項之方法，其中使用下列之至少一者於改變聚(對苯二甲酸丙二酯)之固有黏度：

(a) 聚(對苯二甲酸丙二酯)水含量；

(b) 熔體溫度；及

(c) 熔體滯留時間。

3. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該聚(對苯二甲酸丙

二酯)熔體之固有黏度相差至少0.03至0.5分升/克。

4. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該纖維係為並排、偏心鞘芯、鞘芯、海中島(island-in-the-sea)或餡餅形狀(pie-shaped)之纖維。
5. 如申請專利範圍第4項之方法，其中該並排或偏心鞘芯雙成分纖維係為部分取向複絲紗之形態。
6. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該聚(對苯二甲酸丙二酯)雙成分纖維包含具至多30莫耳%共單體之共聚物。
7. 如申請專利範圍第1項之方法，其中聚(對苯二甲酸丙二酯)經摻混至多30莫耳%之其他聚合物。
8. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該聚(對苯二甲酸丙二酯)係酸可染色，且其包含有效促進該雙成分纖維之酸可染色性之量的第二胺、第二胺鹽、或第三胺。
9. 一種製備包含捲曲聚(對苯二甲酸丙二酯)雙成分纖維之完全牽伸紗之方法，包括下列步驟：
 - (a) 提供如申請專利範圍第1至8項中任一項之方法製造之聚(對苯二甲酸丙二酯)雙成分纖維，其中該雙成分纖維具有並排或偏心鞘芯截面；
 - (b) 使纖維通過在噴絲板下方之驟冷區；
 - (c) 在50至170°C之溫度下在1.4至4.5之牽伸比下牽伸纖維；
 - (d) 將經牽伸之纖維在110至170°C下熱處理；
 - (e) 視需要將長絲交織；及
 - (f) 將長絲收捲。

10. 一種製備聚(對苯二甲酸丙二酯)自捲曲雙成分短纖維之方法，包括：

(a) 提供如申請專利範圍第1至8項中任一項之方法製造之聚(對苯二甲酸丙二酯)雙成分纖維，其中該雙成分纖維具有並排或偏心鞘芯截面；

(b) 使纖維通過在噴絲板下方之驟冷區；

(c) 視需要收捲纖維或將其置於罐中；

(d) 牽伸纖維；

(e) 將經牽伸之纖維熱處理；及

(f) 將纖維切割成0.5至6英吋之短纖維。