



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I876137 B

(45)公告日：中華民國 114 (2025) 年 03 月 11 日

(21)申請案號：111107463

(22)申請日：中華民國 111 (2022) 年 03 月 02 日

(51)Int. Cl.：

C08G69/26 (2006.01)**C08G69/28 (2006.01)****C08L67/02 (2006.01)****D01D5/08 (2006.01)****D01D5/12 (2006.01)****D01F6/60 (2006.01)**

(30)優先權：2021/06/09

中國大陸

202110641293.1

(71)申請人：中國大陸商上海凱賽生物技術股份有限公司 (中國大陸) CATHAY BIOTECH INC.

(CN)

中國大陸

美商 C I B T 美國公司 (美國) CIBT AMERICA INC. (US)

美國

中國大陸商凱賽 (金鄉) 生物材料有限公司 (中國大陸) CATHAY (JINXIANG)

BIOMATERIAL CO., LTD. (CN)

中國大陸

(72)發明人：秦兵兵 QIN, BINGBING (CN)；孫朝續 SUN, CHAOXU (CN)；高源艷 GAO,

YUANYAN (CN)；劉修才 LIU, XIUCAI (US)

(74)代理人：陳長文

(56)參考文獻：

CN 112779622A

審查人員：黃凱煜

申請專利範圍項數：14 項 圖式數：0 共 36 頁

(54)名稱

一種聚醯胺樹脂及其製備方法、組合物和纖維製品

(57)摘要

本發明提供一種聚醯胺樹脂及其製備方法、組合物和纖維製品。所述聚醯胺的結構單元包括二元胺結構單元和二元酸結構單元，所述二元酸結構單元中 90mol% 以上來自於己二酸，所述二元胺結構單元中 90mol% 以上來自於 1,5-戊二胺，所述水可萃取物在聚醯胺樹脂中的含量為 0.7wt% 以下。所述水可萃取物的數均分子量為 2000 以下。本發明的聚醯胺樹脂的製備方法簡單，製程參數易於控制，無需大型儀器協助，便於進行量化生產。本發明的聚醯胺樹脂在紡絲過程中組件鏟板週期長、斷絲次數較少，得到的纖維的毛絲少、條幹不均率低、染色暗紋少、染色效果好，且具有優異的斷裂伸長率、斷裂強度和較低的沸水收縮率。紡絲和染色的成品率較高。



公告本

I876137

【發明摘要】

【中文發明名稱】

一種聚醯胺樹脂及其製備方法、組合物和纖維製品

【中文】

本發明提供一種聚醯胺樹脂及其製備方法、組合物和纖維製品。所述聚醯胺的結構單元包括二元胺結構單元和二元酸結構單元，所述二元酸結構單元中90mol%以上來自於己二酸，所述二元胺結構單元中90mol%以上來自於1,5-戊二胺，所述水可萃取物在聚醯胺樹脂中的含量為0.7wt%以下。所述水可萃取物的數均分子量為2000以下。本發明的聚醯胺樹脂的製備方法簡單，製程參數易於控制，無需大型儀器協助，便於進行量化生產。本發明的聚醯胺樹脂在紡絲過程中組件鏟板週期長、斷絲次數較少，得到的纖維的毛絲少、條幹不均率低、染色暗紋少、染色效果好，且具有優異的斷裂伸長率、斷裂強度和較低的沸水收縮率。紡絲和染色的成品率較高。

【指定代表圖】

無

【代表圖之符號簡單說明】

無

【發明說明書】

【中文發明名稱】

一種聚醯胺樹脂及其製備方法、組合物和纖維製品

【技術領域】

【0001】 本發明屬於高分子材料領域，具體涉及一種聚醯胺樹脂及其製備方法、組合物和纖維製品。

【先前技術】

【0002】 聚醯胺由於其優異的特性和熔融成型的容易程度，已被廣泛用作衣料、產業材料、纖維、或通用的工程塑料中，因而受到廣泛關注。聚醯胺5X是由生物基戊二胺和系列二元酸合成的線型長鏈大分子，醯胺鍵容易形成氫鍵，因此，聚醯胺5X纖維的強度高，吸濕性好。而在聚醯胺5X聚合的過程中，由於發生環化反應，鏈內醯胺基交換反應發生時聚合物大分子鏈會斷成兩段，或者線狀低分子物直接脫水反應，而產生低分子聚合物。一般來說，水可萃取物是一聚體到十聚體的低分子聚合物，例如二聚體、三聚體，包括線狀和環狀。

【0003】 通常，水可萃取物無法單獨加工成型，並且，大量的水可萃取物如果隨切片進入紡絲工段，不僅會對紡絲工藝造成嚴重的後果，同時也是對原料的極大浪費。如果樹脂中二聚體、三聚體的含量偏高，將影響切片的分子量分佈，從而造成原絲的強度降低、廢絲率增加等一系列負面影響。在熔融紡絲過程中，這些化合物會從熔融體中蒸發出來變成氣體，增加聚醯胺5X熔體中的氣泡，蒸發出的氣體再凝固後還會惡化紡絲環境，縮小紡絲組件鏟板週期。而且聚醯胺5X熔體中的水可萃取物會在纖維中形成「弱點」，在外力（如拉伸）作用下，這些地方就容易斷裂，

給紡絲造成困難。此外，水可萃取物也易在絲的表面析出，從而造成拉伸時毛絲、飄絲和斷單絲增加、成品絲的強力下降、製成率低等不良現象。

【0004】 因此，如何改善聚醯胺5X在紡絲過程中的鏟板週期短、飄絲、斷單絲與製成率低等不良現象，是現有技術領域中極待解決的問題。

【發明內容】

【0005】 為解決現有技術和產品的不足，本發明目的之一在於提供一種聚醯胺樹脂。

【0006】 所述聚醯胺的結構單元包括二元胺結構單元和二元酸結構單元，所述二元酸結構單元中90mol%以上來自於己二酸，所述二元胺結構單元中90mol%以上來自於1,5-戊二胺，所述聚醯胺樹脂中含有數均分子量為2000以下的水可萃取物，且所述水可萃取物在聚醯胺樹脂中的含量為0.7wt%以下。

【0007】 根據本發明的一些實施方式，所述水可萃取物的含量為0.6 wt%以下，進一步為0.5 wt%以下。所述水可萃取物主要為單體在聚合階段產生的低聚物。

【0008】 根據本發明的一些實施方式，所述聚醯胺樹脂的數均分子量為28000以上，進一步為30000~45000，進一步為30000~40000。

【0009】 在本發明一些較佳實施方式中，所述水可萃取物的含量（wt%）在上述限定的範圍時，所得聚醯胺樹脂及後述的樹脂組合物的抗黃變性能提高。

【0010】 在本發明一些較佳實施方式中，所述水可萃取物的含量（wt%）在上述限定的範圍時，紡絲過程中組件鏟板週期大大增加，生產效率大大提高。

【0011】 在本發明一些較佳實施方式中，所述水可萃取物的含量（wt%）在上述限定的範圍時，紡絲過程中斷絲少、毛絲少，聚醯胺纖維的強度高。

【0012】 在本發明一些較佳實施方式中，所述水可萃取物的含量（wt%）在上述限定的範圍時，纖維沸水收縮率低，聚醯胺纖維尺寸穩定性提高。

【0013】 在本發明一些較佳實施方式中，所述水可萃取物的含量（wt%）在上述限定的範圍時，聚醯胺纖維的條幹不均率低，染色效果好。

【0014】 在本發明一些較佳實施方式中，所述水可萃取物的含量（wt%）在上述限定的範圍時，聚醯胺樹脂的紡絲過程成品率高、染色M率高。

【0015】 在本發明一些較佳實施方式中，所述聚醯胺樹脂中水可萃取物的含量為0.05wt%以上，進一步為0.1wt%以上，進一步為0.2 wt%以上。當水可萃取物的含量低於上述限定範圍時，所述聚醯胺纖維的性能有所降低。

【0016】 所述聚醯胺樹脂中水可萃取物含量為在去離子水中加熱進行萃取處理（例如使用97°C~100°C的水萃取聚醯胺樹脂24h），萃取處理後能夠被萃取到水中的組分占萃取處理前的聚醯胺樹脂的質量百分比。

【0017】 所述水可萃取物含量（%）=（水萃取前聚醯胺樹脂的質量 m_1 -水萃取後聚醯胺樹脂的質量 m_2 ）/水萃取前聚醯胺樹脂的質量 m_1 *100%。

【0018】 萃取條件例如為使用97°C~100°C的水萃取聚醯胺樹脂

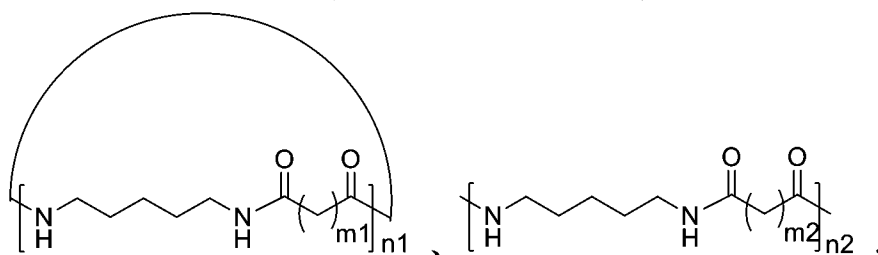
24h，聚醯胺樹脂與水的質量比為1:48~51，例如1:50。

【0019】進一步地，所述水可萃取物含量的測試方法如下：將聚醯胺樣品在鼓風烘箱中於130℃乾燥7小時，然後放入鋁塑袋密封後放入乾燥器中冷卻，然後準確稱量聚醯胺樣品約2g，記錄聚醯胺樣品實際質量（ m_1 ）。將聚醯胺樣品置於250mL圓底燒瓶中，加入100mL去離子水，在97℃~100℃加熱回流24小時，取水萃取後的聚醯胺樣品用去離子水清洗三遍，再將聚醯胺樣品在130℃鼓風烘箱中乾燥7小時，然後轉移至事先稱重的鋁塑袋中，封口後放入乾燥器中冷卻，稱量鋁塑袋與聚醯胺樣品總重與鋁塑袋重量，兩者相減，得到水萃取後聚醯胺樣品的重量（ m_2 ）。通過對比聚醯胺樣品水萃取前、後重量差，計算出水可萃取物含量。水可萃取物含量（%）=（ $m_1 - m_2$ ）/ m_1 * 100%。

【0020】進一步地，當進行聚醯胺樹脂熔體中水可萃取物含量檢測時，將熔體導入密閉容器中，冷卻後取樣按上述方法進行檢測。

【0021】根據本發明的一些實施方式，所述水可萃取物的數均分子量為500~2000。

【0022】例如所述水可萃取物包括以下結構中的一種或兩種：



其中， n_1 和 n_2 分別選自1~8的整數，較佳地， n_1 和 n_2 分別選自1~6的整數，更佳地， n_1 和 n_2 分別選自1~5的整數，進一步較佳地， n_1 為2、3或4； n_2 為2、3、4或5； m_1 為4， m_2 為4。

【0023】根據本發明的一些實施方式，所述聚醯胺樹脂中的戊二胺

可以為化學來源或者生物物質來源的戊二胺，進一步為生物物質來源的1,5-戊二胺。

【0024】 根據本發明的一些實施方式，所述聚醯胺樹脂中的二元胺結構單元中95mol%以上，較佳97mol%以上來自於1,5-戊二胺。

【0025】 根據本發明的一些實施方式，所述聚醯胺樹脂中的二元胺結構單元還包括來自於丁二胺、己二胺、癸二胺、和十二碳二元胺中的一種或多種的結構單元。

【0026】 根據本發明的一些實施方式，所述聚醯胺樹脂中的二元酸結構單元中95mol%以上，較佳97mol%以上來自於己二酸。

【0027】 根據本發明的一些實施方式，所述聚醯胺樹脂中的二元酸結構單元還包括來自於丁二酸、戊二酸、庚二酸、辛二酸、壬二酸、癸二酸、十一烷二酸、十二烷二酸、十三烷二酸、十四烷二酸、十五烷二酸、十六烷二酸、十七烷二酸和十八烷二酸、以及對苯二甲酸、間苯二甲酸、和鄰苯二甲酸中的一種或多種的結構單元。

【0028】 根據本發明的一些實施方式，所述聚醯胺樹脂中由二元胺結構單元和二元酸結構單元構成的聚醯胺（主聚合物）的含量在90wt%以上，進一步為95wt%以上，進一步為97 wt%以上，進一步為99 wt%以上。所述二元胺結構單元和二元酸結構單元符合以上的限定。

【0029】 根據本發明的一些實施方式，所述聚醯胺樹脂中含有添加劑。

【0030】 所述添加劑包括但不限於封端劑、成核劑、抗氧劑、消泡劑、和流動改性劑中任意一種或幾種的組合。所述封端劑包括月桂酸、硬脂酸、苯甲酸、和乙酸。

【0031】 所述添加劑包括但不限於月桂酸、硬脂酸、苯甲酸、乙酸、次亞磷酸鈉、次亞磷酸鈣、亞磷酸、矽酮類消泡劑、己內醯胺、炭黑、奈米碳酸鈣、二氧化鈦、和酞菁類化合物中任意一種或幾種的混合物。

【0032】 在本發明一些較佳實施方式中，所述聚醯胺樹脂中添加劑的含量為小於或等於10wt%，較佳小於或等於5wt%，更佳小於或等於3wt%，更佳小於或等於1wt%。

【0033】 根據本發明的一些實施方式，所述聚醯胺樹脂為聚醯胺56樹脂。所述聚醯胺56樹脂中聚醯胺56的含量在90wt%以上，進一步為95wt%以上，進一步為97 wt%以上，進一步為99 wt%以上。

【0034】 在本發明一些實施方式，所述聚醯胺樹脂的含水率為200~2000ppm，較佳250~1200ppm，進一步較佳為300~1000ppm。

【0035】 在本發明的一些實施方式，所述聚醯胺樹脂的端氨基含量為10~100mol/ton，較佳20~90mol/ton，進一步較佳為30~80mol/ton。

【0036】 在本發明的一些實施方式中，所述聚醯胺樹脂的相對黏度為1.8~4.0，較佳2.2~3.5，進一步較佳為2.4~3.3。

【0037】 除非另有說明或者明顯矛盾，本發明所述壓力均指表壓。

【0038】 本發明的目的之二在於提供製備上述聚醯胺樹脂的方法。

【0039】 根據本發明的一些實施方式，所述方法包括以下步驟：

S1:惰性氣體氛圍下，製備尼龍鹽溶液；

S2:將所述尼龍鹽溶液加熱，使所述尼龍鹽溶液反應體系的壓力升至0.5~2.5MPa，排氣保壓0.5~4h，然後降壓使所述反應體系內的壓力降至0~0.7MPa（表壓），之後抽真空使所述反應體系內的真空度為-0.05

~-0.08MPa，得到聚醯胺熔體；

S3:將所得熔體出料，拉條切粒，得聚醯胺切片。

【0040】 其中，步驟S1中，製備尼龍鹽溶液所用1,5-戊二胺和二元酸的莫耳比為(1~1.1):1。

【0041】 步驟S2中，保壓過程結束後所述反應體系的溫度為232~260℃。

【0042】 步驟S2中，降壓過程結束後所述反應體系的溫度為240~295℃，進一步為243~288℃。

步驟S2中，抽真空後所述反應體系的溫度為250~290℃，進一步為252~285℃。

【0043】 步驟S2中，抽真空後維持所述真空度的時間為11~75min。

【0044】 步驟S3中，所述切粒在水中進行，水溫為15~50℃。經過步驟S3所述的拉條切粒，得到聚醯胺切片或聚醯胺切粒。

【0045】 根據本發明的一些實施方式，所述方法還包括以下步驟：

S4:將聚醯胺切片與水混合置於反應器中，利用惰性氣體置換反應器內的空氣；

S5:惰性氣體氛圍下，加熱，過濾，沖洗，乾燥，即得到所述聚醯胺樹脂。

【0046】 步驟S4中，所述反應器為可以形成密閉環境的反應器。步驟S4中，所述反應器例如可以為連續萃取塔或間歇反應釜。

【0047】 較佳地，步驟S4中，所述置換反應器內的空氣的方法為真空泵抽真空後再充入惰性氣體。上述的置換反應器內的空氣的操作可以重

複二次以上。

【0048】 步驟S4中，所述水為去離子水，進一步為經過除氧處理後的去離子水，其中，所述的除氧處理可以為熱力除氧、超聲除氧、真空除氧、化學除氧、解析除氧或其他任意的除氧方式中的一種或幾種的組合；在一些較佳實施方式中，所述除氧處理後的去離子水中溶解氧的含量為小於或等於0.5 mg/L，進一步為小於或等於0.1 mg/L。

【0049】 步驟S4中，所述去離子水的質量為聚醯胺切粒的質量1倍以上，進一步為2倍以上，例如1~12倍、1~10倍、2~10倍、2~6倍、1.5倍、2.3倍、2.5倍、3倍、5倍、或8倍。

【0050】 步驟S1、S4和步驟S5中，所述惰性氣體選自氮氣、氬氣、氦氣等中的一種或幾種，進一步較佳高純度氮氣、高純度氬氣、高純度氦氣中的一種或幾種。

【0051】 根據本發明的一些實施方式，步驟S4中，所述置換空氣操作過程中抽真空至真空度-0.1MPa~-0.001 MPa（表壓），維持5~20min後，再充入惰性氣體，進一步較佳，重複置換空氣操作5~15次，進一步為8~10次。

【0052】 根據本發明的一些實施方式，步驟S5中，所述加熱的時間為4~50h，進一步為8~45h。

【0053】 根據本發明的一些實施方式，步驟S5中，所述加熱的溫度為80~140℃，進一步為85~120℃。

【0054】 根據本發明的一些實施方式，步驟S5中，所述的沖洗為用溫度50℃~100℃的熱水進行沖洗。

【0055】 根據本發明的一些實施方式，步驟S5中，所述的乾燥選自

真空乾燥、冷凍乾燥、氣流乾燥、微波乾燥、紅外線乾燥和高頻率乾燥中的一種或幾種。

【0056】 根據本發明的一些實施方式，製備聚醯胺樹脂的方法包括以下步驟：

(1) 將聚醯胺切片與水混合置於反應器中，利用惰性氣體置反應器內的空氣；和

(2) 惰性氣體氛圍下，加熱，過濾，沖洗，乾燥，即得到所述聚醯胺樹脂。

【0057】 步驟(1)所述的聚醯胺切片為市售的聚醯胺切片、按照以上包括S1~S3的方法製備得到的聚醯胺切片或其他方法製備的聚醯胺切片。步驟(1)中，所述反應器選自連續萃取塔和間歇反應釜。所述置換反應器內的空氣的操作方法包括用真空泵將反應器抽真空後再充入惰性氣體。置換反應器內的空氣的操作為重複二次以上。所述水為去離子水，進一步為經過除氧處理後的去離子水。所述水的質量為聚醯胺切粒的質量1倍以上，進一步為2倍以上，例如1~12倍，2~10倍，2~6倍，例如3倍、5倍、8倍、或10倍。步驟(1)和步驟(2)中，所述惰性氣體選自氮氣、氬氣、氦氣等中的一種或幾種。

【0058】 步驟(2)中，所述加熱的時間為4~50h，進一步為8~45h；所述加熱的溫度為80~140℃，進一步為85~120℃；所述的沖洗為用溫度50℃~100℃的熱水進行沖洗；所述的乾燥選自真空乾燥、冷凍乾燥、氣流乾燥、微波乾燥、紅外線乾燥和高頻率乾燥中的一種或幾種。

【0059】 本發明的目的之三在於提供一種樹脂組合物，所述樹脂組合物包括以上任一項所述的聚醯胺樹脂。

【0060】 本發明的目的之四在於提供一種纖維，所述纖維採用以上任一項所述的聚醯胺樹脂為原料製備。

【0061】 在一些實施方式中，所述纖維的斷裂強度為3.3~10.0 cN/dtex，進一步為3.5~9.0 cN/dtex，更進一步為4.0~8.5 cN/dtex、3.0~7.0 cN/dtex、4.0~10.0 cN/dtex、或4.0~6.0 cN/dtex，例如5 cN/dtex、6 cN/dtex、或7 cN/dtex。

【0062】 在一些實施方式中，所述纖維的斷裂伸長率為10%~90%，進一步為15%~80%，更進一步為18%~55%，例如20%、25%、35%、40%、或47%。

【0063】 在一些實施方式中，所述纖維的沸水收縮率為1.0%~13.8%，進一步為3.0%~12.0%、3.0%~10.0%、或3.0%~7.0%，例如4.5%、5%、6.5%、7%、或8%。

【0064】 在一些實施方式中，所述纖維的線密度為11~2330 dtex，進一步為33.0~933 dtex、44.0~555 dtex、30~100 dtex、或30~60 dtex，例如130 dtex、220 dtex、300 dtex、或400 dtex。

【0065】 在一些實施方式中，所述纖維的條幹不均率為 $\leq 1.5\%$ ，進一步為 $\leq 1.3\%$ ，進一步為 $\leq 1.2\%$ ，更進一步為 $\leq 1.0\%$ 。

【0066】 在一些實施方式中，所述纖維的製成率為96%以上，進一步為97%以上，更進一步為98%以上。

【0067】 在一些實施方式中，所述纖維的染色M率為96%以上，進一步為97%以上，更進一步為98%以上，更進一步為98.5%以上，更進一步為99%以上。

【0068】 在一些實施方式中，所述纖維的斷紗次數 ≤ 2 （次數

/24h)，進一步為 ≤ 1 （次數/24h），更進一步為 ≤ 0 （次數/24h）。

【0069】 在一些實施方式中，所述纖維的毛絲個數 ≤ 3 （個/9公斤卷裝），進一步為 ≤ 2 （個/9公斤卷裝），更進一步為 ≤ 1 （個/9公斤卷裝）。

【0070】 本發明的目的之五在於提供一種製備上述纖維的方法，所述方法包括如下步驟：

（a）將聚醯胺樹脂加熱至熔融狀態，形成聚醯胺熔體；

（b）將所述聚醯胺熔體進行紡絲，形成初生絲；和

（c）對所述初生絲進行後處理，得到聚醯胺纖維。

【0071】 所述後處理包括冷卻，及/或拉伸，及/或捲繞，及/或定型處理。

【0072】 根據本發明的一些實施方式，所述纖維製備過程中組件鏟板週期 ≤ 3 （次/24h），進一步為 ≤ 2 （次/24h），更進一步為 ≤ 1 （次/24h）。

【0073】 根據本發明的一些實施方式，步驟（c）中得到的纖維包括預取向絲（POY）、中取向絲（MOY）、高取向絲（HOY）、加彈絲（DTY）、全牽伸絲（FDY）、工業絲（IDY）、連續膨體長絲（BCF）、短纖維、和單絲纖維。

【0074】

與現有技術相比，本發明的實施，至少具有以下優勢：

1、本發明的聚醯胺樹脂的製備方法簡單，製程參數易於控制，無需大型儀器協助，便於進行量化生產；

2、本發明的聚醯胺樹脂在紡絲過程中的水可萃取物少、組件鏟板週期長、斷絲次數較少，得到的聚醯胺纖維的毛絲少、纖維的條幹不均率

低、染色暗紋少、染色效果好，且纖維具有優異的斷裂伸長率、斷裂強度和較低的沸水收縮率。紡絲和染色的成品率較高。

【實施方式】

【0075】 為使本發明的目的、技術方案和優點更加清楚，下面將結合本發明的實施例，對本發明實施例中的技術方案進行清楚、完整地描述，顯然，所描述的實施例是本發明一部分實施例，而不是全部的實施例。基於本發明中的實施例，本發明所屬技術領域中具有通常知識者在沒有做出創造性勞動前提下所獲得的所有其他實施例，都屬於本發明保護的範圍。

1、相對黏度 η_r 的檢測方法

烏氏黏度計濃硫酸法：準確稱量乾燥後的聚醯胺樣品 $0.5 \pm 0.0002\text{g}$ ，加入50mL濃硫酸(98%)溶解，在25°C恆溫水浴槽中測量並記錄濃硫酸流經時間 t_0 和聚醯胺溶液流經時間 t 。

相對黏度計算公式：

$$\text{相對黏度 } \eta_r = t/t_0$$

其中： t ：聚醯胺溶液的流經時間； t_0 ：濃硫酸溶劑的流經時間。

2、含水率

取1 g樹脂樣品，利用卡爾費雪水分測定儀測定，檢測溫度200°C，檢測時間20min。

3、端氨基含量測定

利用三氟乙醇溶解樣品後，分別用鹽酸標準液和氫氧化鈉標準液滴定，並計算。

4、數均分子量（單位：g/mol）的檢測

通過凝膠滲透色譜(簡稱為GPC)測試得到。

5、聚醯胺樹脂中水可萃取物含量的測試

將聚醯胺樣品在鼓風烘箱中於130℃乾燥7小時，然後放入鋁塑袋密封後放入乾燥器中冷卻，然後準確稱量聚醯胺樣品約2g，記錄聚醯胺樣品實際質量（ m_1 ）。將聚醯胺樣品置於250mL圓底燒瓶中，加入100mL去離子水，在97℃~100℃加熱回流24小時，取水萃取後的聚醯胺樣品用去離子水清洗三遍，再將聚醯胺樣品在130℃鼓風烘箱中乾燥7小時，然後轉移至事先稱重的鋁塑袋中，封口後放入乾燥器中冷卻，稱量鋁塑袋與聚醯胺樣品總重與鋁塑袋重量，兩者相減，得到水萃取後聚醯胺樣品的重量（ m_2 ）。通過對比聚醯胺樣品水萃取前、後重量差，計算出水可萃取物含量。水可萃取物含量（%）=（ $m_1 - m_2$ ）/ m_1 * 100%。

當進行聚醯胺樹脂熔體中水可萃取物含量檢測時將熔體導入密閉容器中，冷卻後取樣按上述方法進行檢測。

6、線密度

按照GB/T 14343-2008測定。

7、沸水收縮率

按照GB/T 6505-2008測定。

8、斷紗次數

斷紗次數（次數/24h）：人工統計。較少的斷紗次數被認為是代表更好的可紡性。

9、條幹不均率

按GB/T 14346-93方法進行測定。

10、纖維製成率

製成率=（製備的成品纖維重量/總共投入樹脂重量）×100%。

11、染色M率

採用染色均勻度方法(ASTMZ7667-B999)測定上述製備方法製備得到的聚醯胺纖維的染色均勻度，並採用5級判色標準方法測定染色M率。

M率=(染色均勻度≥4.5級的纖維數量)/所有染色纖維總數量)×100%。

12、毛絲個數

毛絲個數採用人工判定。

13、斷裂強度、斷裂伸長率

參考GB/T 14344-2008 化學纖維纖維拉伸性能試驗方法；施加 0.05 ± 0.005 cN/dtex預張力，夾持距離500mm，拉伸速度500mm/min。

14、鏟板週期

鏟板週期採用人工統計。

【0076】

製備例1

(1)氮氣條件下，將1,5-戊二胺、己二酸和水混合均勻，其中，1,5-戊二胺、己二酸的莫耳比例為1.08：1，製得60 wt.%的尼龍鹽溶液，所述百分比為占尼龍鹽溶液的質量百分比；將尼龍鹽溶液取樣並稀釋至濃度為10 wt.%時，pH值為7.85。

(2)將上述溶液加熱，反應體系內壓力升至2.3MPa，用時1小時30分鐘，排氣保壓，保壓結束時反應體系的溫度為245℃，保壓用時3小時，然後降壓使反應體系內壓力降至0.003MPa(表壓)，降壓結束後反應體系的溫度為273℃，降壓用時1小時。抽真空維持在-0.06MPa，抽真空時間

32min，真空後反應體系的溫度為272℃，得到聚醯胺56熔體。

(3)將步驟(2)所得熔體出料，拉條切粒，得聚醯胺56切片；所述切粒在水中進行，水溫為20℃。

【0077】

製備例2

(1)氮氣條件下，將1,5-戊二胺、己二酸、癸二酸（占己二酸重量的3%）和水混合均勻，其中1,5-戊二胺的莫耳數與己二酸、癸二酸的莫耳數之和的比值為1.06：1，製得62 wt.%的尼龍鹽溶液，所述百分比為占尼龍鹽溶液的質量百分比；將尼龍鹽溶液取樣並稀釋至濃度為10 wt.%時，pH值為8.4。向尼龍鹽溶液中加入2%的己內醯胺，400ppm乙酸，600ppm苯甲酸，消泡劑10ppm，和次亞磷酸鈉18ppm；

(2)將上述溶液加熱，反應體系內壓力升至2.1MPa，用時1小時30分鐘，排氣保壓，保壓結束時反應體系的溫度為245℃，保壓用時3小時，再降壓，壓力下降至0.5MPa時，加入配置好的TiO₂水溶液（TiO₂水溶液中TiO₂的含量為15wt%），使加入的二氧化鈦的重量占尼龍鹽重量比例0.3%，繼續使反應體系內壓力降至0.004MPa(表壓)，降壓結束後反應體系的溫度為276℃，降壓用時1小時。抽真空維持在-0.07MPa，抽真空時間30min，真空後反應體系的溫度為273℃，得到聚醯胺熔體。

(3)將步驟(2)所得熔體出料，拉條切粒，得聚醯胺切片；所述切粒在水中進行，水溫為21℃。

【0078】

實施例1-A

(a)在反應釜中加入製備例1所製得的聚醯胺56切片，加入無氧處理後

的去離子水，所述切片與無氧處理後的去離子水的質量比是1:6；利用氮氣進行置換空氣，具體操作方法：真空泵抽真空，真空度-0.08MPa(表壓)，維持12min後充入氮氣，重複置換9次。

(b)在N₂氛圍下，在98℃加熱45h，然後過濾，將切片與水分離，再用94℃熱水沖洗切片，103℃真空乾燥18h，即得到聚醯胺56樹脂。

【0079】

實施例1-B

(a)在反應釜中加入製備例2所製得的聚醯胺切片，加入無氧處理後的去離子水，所述切片與無氧處理後的去離子水的質量比是1:6；利用氮氣進行置換空氣，具體操作方法：真空泵抽真空，真空度-0.08MPa(表壓)，維持11min後充入氮氣，重複置換9次。

(b)在N₂氛圍下，在98℃加熱45h，然後過濾，將切片與水分離，再用95℃熱水沖洗切片，103℃真空乾燥18h，即得到聚醯胺樹脂。

【0080】

實施例2

(a)在反應釜中加入製備例1所製得的聚醯胺56切片，加入無氧處理後的去離子水，所述切片與無氧處理後的去離子水的質量比是1:6；利用氮氣進行置換空氣，具體操作方法：真空泵抽真空，真空度-0.09MPa(表壓)，維持10min後充入氮氣，重複置換9次。

(b)在氮氣氛圍下，在90℃加熱32h，然後過濾，將切片與水分離，再用95℃水沖洗切片，105℃真空乾燥15h，即得到聚醯胺56樹脂。

【0081】

實施例3

(a)在反應釜中加入製備例1所製得的聚醯胺56切片，加入無氧處理後的去離子水，所述切片與無氧處理後的去離子水的質量比為1:3；利用氮氣進行置換空氣，具體操作方法：真空泵抽真空，真空度-0.07MPa(表壓)，維持10min後充入氮氣，重複置換5次。

(b)在氮氣氛圍下，在96℃加熱48h，然後過濾，將切片與水分離，再用95℃水沖洗切片，105℃真空乾燥15h，即得到聚醯胺56樹脂。

【0082】

實施例4

(a)在反應釜中加入製備例1所製得的聚醯胺56切片，加入無氧處理後的去離子水，所述切片與無氧處理後的去離子水的質量比是1:6；利用氮氣進行置換空氣，具體操作方法：真空泵抽真空，真空度-0.08MPa(表壓)，維持10min後充入氮氣，重複置換10次。

(b)在氮氣氛圍下，在95℃加熱35h，然後過濾，將切片與水分離，再用60℃水沖洗切片，105℃真空乾燥15h，即得到聚醯胺56樹脂。

【0083】

實施例5

(1)氮氣條件下，將1,5-戊二胺、己二酸和水混合均勻，其中，1,5-戊二胺、己二酸的莫耳比例為1:1，製得70 wt.%的尼龍鹽溶液，所述百分比為占尼龍鹽溶液的質量百分比；將尼龍鹽溶液取樣並稀釋至濃度為10 wt.%時，pH值為7.96。

(2)將上述溶液加熱，反應體系內壓力升至2.0MPa，用時1小時30分鐘，排氣，在2.40MPa保壓，保壓結束時反應體系的溫度為243℃，保壓用時3小時，再降壓使反應體系內壓力降至0.005MPa(表壓)，降壓結束後

反應體系的溫度為290℃，降壓用時1小時。抽真空維持在-0.08MPa，抽真空時間30min，真空後反應體系的溫度為290℃，得到聚醯胺56熔體。

(3)將步驟(2)所得熔體出料，拉條切粒。

(4)在反應釜中加入聚醯胺56切片，加入無氧處理後的去離子水，所述切片與無氧處理後的去離子水的質量比是1:6；利用氮氣進行置換空氣，具體操作方法：真空泵抽真空，真空度-0.07MPa(表壓)，維持10min後充入氮氣，重複置換10次。

(5)將步驟(4)中的反應釜中通入N₂保護，在96℃加熱46h，然後過濾，將切片與水分離，再用95℃水沖洗切片，105℃真空乾燥15h，即得到聚醯胺56樹脂。

【0084】

實施例6

(a)在反應釜中加入製備例1所製得的聚醯胺56切片，加入無氧處理後的去離子水，所述切片與無氧處理後的去離子水的質量比為1:12；利用氮氣進行置換空氣，具體操作方法：真空泵抽真空，真空度-0.09MPa(表壓)，維持10min後充入氮氣，重複置換10次。

(b)將步驟(a)中的反應釜通入N₂保護，在95℃加熱50h，然後過濾，將切片與水分離，再用95℃熱水沖洗切片，105℃真空乾燥15h，即得到聚醯胺56樹脂。

【0085】

實施例7-A

(a)在反應釜中加入製備例1所製得的聚醯胺56切片，加入無氧處理後的去離子水，所述切片與無氧處理後的去離子水的質量比為1:20；利用氮

氣進行置換空氣，具體操作方法：真空泵抽真空，真空度-0.09MPa(表壓)，維持10min後充入氮氣，重複置換10次。

(b)在氮氣氛圍下，在95°C加熱50h，然後過濾，將切片與水分離，再用95°C熱水沖洗切片，105°C真空乾燥15h，即得到聚醯胺56樹脂。

【0086】

實施例7-B

(a)在反應釜中加入製備例1所製得的聚醯胺56切片，加入無氧處理後的去離子水，所述切片與無氧處理後的去離子水的質量比為1:40；利用氮氣進行置換空氣，具體操作方法：真空泵抽真空，真空度-0.09MPa(表壓)，維持10min後充入氮氣，重複置換10次。

(b)在氮氣氛圍下，在95°C加熱50h。

然後過濾，將切片與水分離，將分離的切片作為原料，按照步驟(a)~(b)的操作條件重複三次，再用95°C熱水沖洗切片，105°C真空乾燥15h，即得到聚醯胺56樹脂。

【0087】

實施例7-C

(1)氮氣條件下，將1,5-戊二胺、己二酸和水混合均勻，其中，1,5-戊二胺與己二酸的莫耳比例為1.05:1，製得60 wt.%的尼龍鹽溶液，所述百分比為占尼龍鹽溶液的質量百分比；將尼龍鹽溶液取樣並稀釋至濃度為10 wt.%時，pH值為7.98。

(2)將上述溶液加熱，反應體系內壓力升至2.0MPa，用時1小時30分鐘，排氣保壓，保壓結束時反應體系的溫度為243°C，保壓用時3小時，再降壓使反應體系內壓力降至0.005MPa(表壓)，降壓結束後反應體系的

溫度為290℃，降壓用時1小時。抽真空維持在-0.08MPa，抽真空時間30min，真空後反應體系的溫度為290℃，得到聚醯胺56熔體。

(3)將步驟(2)所得熔體出料，拉條切粒，所述切粒在水中進行，水溫為20℃。

(4)105℃真空乾燥15h，即得到聚醯胺56樹脂。

【0088】

實施例8

用實施例1-A製得的聚醯胺56樹脂通過加料器加入紡絲設備中，經過單螺杆加熱均勻分配到紡絲元件中，紡絲箱溫度為280℃。經噴絲板噴出而成為熔體細流，噴絲板孔徑為0.25mm，長度為0.75mm，孔數為48孔。經過側吹風裝置冷卻成型，側吹風裝置的風溫22℃，風濕85%，風速0.45m/s。冷卻成形的絲束經過上油，紡絲甬道後，被牽引到第一導絲輥與第二導絲輥，在捲繞機上捲繞成絲餅，卷取速度為4300m/min，得到預取向絲(POY)。

【0089】

實施例9

用實施例1-A製得的聚醯胺56樹脂通過加料器加入紡絲設備中，經過單螺杆加熱均勻分配到紡絲元件中，紡絲箱溫度為283℃。經噴絲板噴出而成為熔體細流，噴絲板孔徑為0.22mm，長度為0.605mm，孔數為36孔。經過側吹風裝置冷卻成型，側吹風裝置的風溫21℃，風濕90%，風速0.43m/s。冷卻成形的絲束經過上油，紡絲甬道後，被牽引到第一對熱輥與第二對熱輥，捲繞速度為4800m/min，牽伸倍數為1.5，定型溫度為155℃，製成尼龍56全拉伸長絲(FDY)。

【0090】**實施例10**

將實施例1-A製得的聚醯胺56樹脂通過加料器加入紡絲設備中，經過單螺杆加熱均勻分配到紡絲元件中，紡絲箱溫度為283℃。經噴絲板噴出而成為熔體細流，噴絲板孔徑為0.2mm，長度為0.6mm，孔數為51孔。經過側吹風裝置冷卻成型，側吹風裝置的風溫22℃，風濕83%，風速0.4m/s。冷卻成形的絲束經過上油，紡絲甬道後，被牽引到第一導絲輥與第二導絲輥，得到預取向絲(POY)，捲繞速度為4200m/min，製成聚醯胺56預取向絲。預取向絲在加彈機上進行拉伸加撚定型加網路得到加彈絲(DTY)，加工速度550m/min，拉伸比1.28，D/Y比為1.65，熱箱溫度185℃。

【0091】**實施例11**

用實施例3製得的聚醯胺56樹脂通過加料器加入紡絲設備中，經過單螺杆加熱均勻分配到紡絲元件中，紡絲箱溫度為280℃。經噴絲板噴出而成為熔體細流，噴絲板孔徑為0.25mm，長度為0.75mm，孔數為48孔。經過側吹風裝置冷卻成型，側吹風裝置的風溫22℃，風濕85%，風速0.45m/s。冷卻成形的絲束經過上油，紡絲甬道後，被牽引到第一導絲輥與第二導絲輥，在捲繞機上捲繞成絲餅，卷取速度為4300m/min，得到預取向絲(POY)。

【0092】**實施例12**

用實施例3製得的聚醯胺56樹脂通過加料器加入紡絲設備中，經過單

螺杆加熱均勻分配到紡絲元件中，紡絲箱溫度為283℃。經噴絲板噴出而成為熔體細流，噴絲板孔徑為0.22mm，長度為0.605mm，孔數為36孔。經過側吹風裝置冷卻成型，側吹風裝置的風溫21℃，風濕90%，風速0.43m/s。冷卻成形的絲束經過上油，紡絲甬道後，被牽引到第一對熱輥與第二對熱輥，捲繞速度為4800m/min，牽伸倍數為1.5，定型溫度為155℃，製成尼龍56全拉伸長絲(FDY)。

【0093】

實施例13

將實施例3製得的聚醯胺56樹脂通過加料器加入紡絲設備中，經過單螺杆加熱均勻分配到紡絲元件中，紡絲箱溫度為283℃。經噴絲板噴出而成為熔體細流，噴絲板孔徑為0.2mm，長度為0.6mm，孔數為51孔。經過側吹風裝置冷卻成型，側吹風裝置的風溫22℃，風濕83%，風速0.4m/s。冷卻成形的絲束經過上油，紡絲甬道後，被牽引到第一導絲輥與第二導絲輥，得到預取向絲(POY)，捲繞速度為4200m/min，製成聚醯胺56預取向絲。預取向絲在加彈機上進行拉伸加撚定型加網路得到加彈絲(DTY)，加工速度550m/min，拉伸比1.28，D/Y比為1.65，熱箱溫度185℃。

【0094】

實施例14

用實施例4製得的聚醯胺56樹脂通過加料器加入紡絲設備中，經過單螺杆加熱均勻分配到紡絲元件中，紡絲箱溫度為280℃。經噴絲板噴出而成為熔體細流，噴絲板孔徑為0.25mm，長度為0.75mm，孔數為48孔。經過側吹風裝置冷卻成型，側吹風裝置的風溫22℃，風濕85%，風速0.45m/s。冷卻成形的絲束經過上油，紡絲甬道後，被牽引到第一導絲輥

與第二導絲輥，在捲繞機上捲繞成絲餅，卷取速度為4300m/min，得到預取向絲(POY)。

【0095】

實施例15

用實施例4製得的聚醯胺56樹脂通過加料器加入紡絲設備中，經過單螺杆加熱均勻分配到紡絲元件中，紡絲箱溫度為283℃。經噴絲板噴出而成為熔體細流，噴絲板孔徑為0.22mm，長度為0.605mm，孔數為36孔。經過側吹風裝置冷卻成型，側吹風裝置的風溫21℃，風濕90%，風速0.43m/s。冷卻成形的絲束經過上油，紡絲甬道後，被牽引到第一對熱輥與第二對熱輥，捲繞速度為4800m/min，牽伸倍數為1.5，定型溫度為155℃，製成尼龍56全拉伸長絲(FDY)。

【0096】

實施例16

將實施例4製得的聚醯胺56樹脂通過加料器加入紡絲設備中，經過單螺杆加熱均勻分配到紡絲元件中，紡絲箱溫度為283℃。經噴絲板噴出而成為熔體細流，噴絲板孔徑為0.2mm，長度為0.6mm，孔數為51孔。經過側吹風裝置冷卻成型，側吹風裝置的風溫22℃，風濕83%，風速0.4m/s。冷卻成形的絲束經過上油，紡絲甬道後，被牽引到第一導絲輥與第二導絲輥，得到預取向絲(POY)，捲繞速度為4200m/min，製成聚醯胺56預取向絲。預取向絲在加彈機上進行拉伸加撚定型加網路得到加彈絲(DTY)，加工速度550m/min，拉伸比1.28，D/Y比為1.65，熱箱溫度185℃。

【0097】

實施例17

用實施例7-B製得的聚醯胺56樹脂通過加料器加入紡絲設備中，經過單螺杆加熱均勻分配到紡絲元件中，紡絲箱溫度為280℃。經噴絲板噴出而成為熔體細流，噴絲板孔徑為0.25mm，長度為0.75mm，孔數為48孔。經過側吹風裝置冷卻成型，側吹風裝置的風溫22℃，風濕85%，風速0.45m/s。冷卻成形的絲束經過上油，紡絲甬道後，被牽引到第一導絲輥與第二導絲輥，在捲繞機上捲繞成絲餅，卷取速度為4300m/min，得到預取向絲(POY)。

【0098】

實施例18-A

用實施例7-A製得的聚醯胺56樹脂通過加料器加入紡絲設備中，經過單螺杆加熱均勻分配到紡絲元件中，紡絲箱溫度為283℃。經噴絲板噴出而成為熔體細流，噴絲板孔徑為0.22mm，長度為0.605mm，孔數為36孔。經過側吹風裝置冷卻成型，側吹風裝置的風溫21℃，風濕90%，風速0.43m/s。冷卻成形的絲束經過上油，紡絲甬道後，被牽引到第一對熱輥與第二對熱輥，捲繞速度為4800m/min，牽伸倍數為1.5，定型溫度為155℃，製成尼龍56全拉伸長絲(FDY)。

【0099】

實施例18-B

用實施例7-B製得的聚醯胺56樹脂通過加料器加入紡絲設備中，經過單螺杆加熱均勻分配到紡絲元件中，紡絲箱溫度為283℃。經噴絲板噴出而成為熔體細流，噴絲板孔徑為0.22mm，長度為0.605mm，孔數為36孔。經過側吹風裝置冷卻成型，側吹風裝置的風溫21℃，風濕90%，風速0.43m/s。冷卻成形的絲束經過上油，紡絲甬道後，被牽引到第一對熱輥

與第二對熱輥，捲繞速度為4800m/min，牽伸倍數為1.5，定型溫度為155℃，製成尼龍56全拉伸長絲(FDY)。

【0100】

實施例19

將實施例7-B製得的聚醯胺56樹脂通過加料器加入紡絲設備中，經過單螺杆加熱均勻分配到紡絲元件中，紡絲箱溫度為283℃。經噴絲板噴出而成為熔體細流，噴絲板孔徑為0.2mm，長度為0.6mm，孔數為51孔。經過側吹風裝置冷卻成型，側吹風裝置的風溫22℃，風濕83%，風速0.4m/s。冷卻成形的絲束經過上油，紡絲甬道後，被牽引到第一導絲輥與第二導絲輥，得到預取向絲(POY)，捲繞速度為4200m/min，製成聚醯胺56預取向絲。預取向絲在加彈機上進行拉伸加撚定型加網路得到加彈絲(DTY)，加工速度550m/min，拉伸比1.28，D/Y比為1.65，熱箱溫度185℃。

【0101】

實施例20

用實施例1-B製得的聚醯胺樹脂通過加料器加入紡絲設備中，經過單螺杆加熱均勻分配到紡絲元件中，紡絲箱溫度為280℃。經噴絲板噴出而成為熔體細流，噴絲板孔徑為0.25mm，長度為0.75mm，孔數為48孔。經過側吹風裝置冷卻成型，側吹風裝置的風溫22℃，風濕85%，風速0.45m/s。冷卻成形的絲束經過上油，紡絲甬道後，被牽引到第一導絲輥與第二導絲輥，在捲繞機上捲繞成絲餅，卷取速度為4300m/min，得到預取向絲(POY)。

【0102】

實施例21

用實施例1-B製得的聚醯胺樹脂通過加料器加入紡絲設備中，經過單螺杆加熱均勻分配到紡絲元件中，紡絲箱溫度為283℃。經噴絲板噴出而成為熔體細流，噴絲板孔徑為0.22mm，長度為0.605mm，孔數為36孔。經過側吹風裝置冷卻成型，側吹風裝置的風溫21℃，風濕90%，風速0.43m/s。冷卻成形的絲束經過上油，紡絲甬道後，被牽引到第一對熱輥與第二對熱輥，捲繞速度為4800m/min，牽伸倍數為1.5，定型溫度為155℃，製成尼龍全拉伸長絲(FDY)。

【0103】

實施例22

將實施例1-B製得的聚醯胺樹脂通過加料器加入紡絲設備中，經過單螺杆加熱均勻分配到紡絲元件中，紡絲箱溫度為283℃。經噴絲板噴出而成為熔體細流，噴絲板孔徑為0.2mm，長度為0.6mm，孔數為51孔。經過側吹風裝置冷卻成型，側吹風裝置的風溫22℃，風濕83%，風速0.4m/s。冷卻成形的絲束經過上油，紡絲甬道後，被牽引到第一導絲輥與第二導絲輥，得到預取向絲(POY)，捲繞速度為4200m/min，製成聚醯胺預取向絲。預取向絲在加彈機上進行拉伸加撚定型加網路得到加彈絲(DTY)，加工速度550m/min，拉伸比1.28，D/Y比為1.65，熱箱溫度185℃。

【0104】

實施例23

用實施例7-C製得的聚醯胺56樹脂通過加料器加入紡絲設備中，經過單螺杆加熱均勻分配到紡絲元件中，紡絲箱溫度為280℃。經噴絲板噴出而成為熔體細流，噴絲板孔徑為0.25mm，長度為0.75mm，孔數為48孔。

經過側吹風裝置冷卻成型，側吹風裝置的風溫22℃，風濕85%，風速0.45m/s。冷卻成形的絲束經過上油，紡絲甬道後，被牽引到第一導絲輥與第二導絲輥，在捲繞機上捲繞成絲餅，卷取速度為4300m/min，得到預取向絲(POY)。

【0105】

實施例24

用實施例7-C製得的聚醯胺56樹脂通過加料器加入紡絲設備中，經過單螺杆加熱均勻分配到紡絲元件中，紡絲箱溫度為283℃。經噴絲板噴出而成為熔體細流，噴絲板孔徑為0.22mm，長度為0.605mm，孔數為36孔。經過側吹風裝置冷卻成型，側吹風裝置的風溫21℃，風濕90%，風速0.43m/s。冷卻成形的絲束經過上油，紡絲甬道後，被牽引到第一對熱輥與第二對熱輥，捲繞速度為4800m/min，牽伸倍數為1.5，定型溫度為155℃，製成尼龍56全拉伸長絲(FDY)。

【0106】

實施例25

將實施例7-C製得的聚醯胺56樹脂通過加料器加入紡絲設備中，經過單螺杆加熱均勻分配到紡絲元件中，紡絲箱溫度為283℃。經噴絲板噴出而成為熔體細流，噴絲板孔徑為0.2mm，長度為0.6mm，孔數為51孔。經過側吹風裝置冷卻成型，側吹風裝置的風溫22℃，風濕83%，風速0.4m/s。冷卻成形的絲束經過上油，紡絲甬道後，被牽引到第一導絲輥與第二導絲輥，得到預取向絲(POY)，捲繞速度為4200m/min，製成聚醯胺56預取向絲。預取向絲在加彈機上進行拉伸加撚定型加網路得到加彈絲(DTY)，加工速度550m/min，拉伸比1.28，D/Y比為1.65，熱箱溫度

185℃。

表1聚醯胺樹脂性能測試結果表

	相對黏度	聚醯胺樹脂的數均分子量 (g/mol)	含水率 (ppm)	端氨基含量 (mol/ton)	水可萃取物含量(%)	水可萃取物的數均分子量 (g/mol)
實施例1-A	2.76	35140	453	52.4	0.25	1452
實施例1-B	2.78	35272	462	52.2	0.27	1684
實施例2	2.75	35159	425	52.1	0.42	1573
實施例3	2.76	35332	436	51.8	0.38	1615
實施例4	2.77	35162	442	52.8	0.35	1382
實施例5	2.75	35148	468	53.0	0.30	1750
實施例6	2.75	35212	434	52.0	0.21	1545
實施例7-A	2.75	35212	435	52.0	0.12	1672
實施例7-B	2.75	35237	439	52.0	0.08	1470
實施例7-C	2.76	35180	445	51.5	0.65	1572

表2 POY纖維性能測試結果表

纖維	樹脂原料	纖維類型	線密度 (dte x)	斷裂伸長率 (%)	斷裂強度 (cN/d tex)	沸水收縮率 (%)	條幹不均率 (%)	鏟板週期 (次 /24h)	斷紗次數 (次數 /24h)	毛絲個數 (個 /9公斤卷裝)	纖維製成率 (%)	染色M率 (%)	染色暗紋
實施例8	實施例1-A	POY	55.73	76.8	4.14	7.80	0.9	1	1	0	98.5	99.2	無暗紋
實施例11	實施例3	POY	55.81	77.5	3.95	8.65	1.2	2	2	1	97.3	98.0	極少量暗紋
實施例14	實施例4	POY	55.95	78.7	4.06	8.05	1.1	1	1	1	98.2	98.5	無暗紋
實施例17	實施例7-B	POY	55.79	73.6	3.60	14.47	1.3	1	4	5	95.6	96.4	無暗紋
實施例20	實施例1-B	POY	55.75	76.7	4.19	7.64	0.9	1	1	0	98.4	99.3	無暗紋
實施例23	實施例7-C	POY	55.81	72.9	3.12	9.56	1.2	2	3	3	96.7	97.4	極少量暗紋

表3 FDY纖維測試結果表

纖維	樹脂原料	纖維類型	線密度 (dte x)	斷裂伸長率 (%)	斷裂強度 (cN/d tex)	沸水收縮率 (%)	條幹不均率 (%)	鏟板週期 (次/24h)	斷紗次數 (次數/24h)	毛絲個數 (個/9公斤卷裝)	纖維製成率 (%)	染色M率 (%)	染色暗紋
實施例9	實施例1-A	FDY	77.52	45.7	5.40	10.25	0.8	1	0	0	98.6	99.1	無暗紋
實施例12	實施例3	FDY	77.50	46.8	5.05	11.45	1.1	1	1	1	97.1	97.2	極少量暗紋
實施例15	實施例4	FDY	77.96	47.5	5.28	10.68	0.9	1	1	0	98.3	98.6	無暗紋
實施例18-A	實施例7-A	FDY	77.25	46.2	4.99	12.62	0.9	1	1	5	96.2	97.5	無暗紋
實施例18-B	實施例7-B	FDY	77.15	45.9	4.92	12.51	0.9	1	4	6	96.0	97.1	無暗紋
實施例21	實施例1-B	FDY	77.52	45.6	5.45	10.28	0.8	1	0	0	98.4	99.0	無暗紋
實施例24	實施例7-C	FDY	77.13	43.3	5.25	13.98	0.9	4	5	4	96.8	98.1	極少量暗紋

表4 DTY纖維測試結果表

纖維	樹脂原料	纖維類型	線密度 (dte x)	斷裂伸長率 (%)	斷裂強度 (cN/dtex)	沸水收縮率 (%)	條幹不均率 (%)	斷紗次數 (次數/24h)	毛絲個數 (個/9公斤卷裝)	纖維製成率 (%)	染色M率 (%)	染色暗紋
實施例10	實施例1-A	DTY	44.23	33.5	4.30	4.8	0.9	0	1	98.4	99.3	無暗紋
實施例13	實施例3	DTY	44.25	31.9	4.08	5.9	1.2	1	1	97.3	96.8	極少量暗紋
實施例16	實施例4	DTY	44.79	32.7	4.22	5.2	1.1	1	1	98.0	98.7	無暗紋
實施例19	實施例7-B	DTY	44.32	31.6	3.65	8.8	1.6	4	5	95.4	96.0	無暗紋
實施例22	實施例1-B	DTY	44.21	33.6	4.30	4.6	0.9	0	1	98.5	99.4	無暗紋
實施例25	實施例7-C	DTY	44.24	27.4	3.50	6.5	1.3	2	3	96.5	97.5	極少量暗紋

表1~4可知：

本發明聚醯胺樹脂中水可萃取物含量少，聚醯胺樹脂製備的纖維具有優異的斷裂伸長率、斷裂強度、具有較低的沸水收縮率與不勻率等性能，並且，紡紗過程中的斷紗次數較少，組件鏟板週期長；紡絲得到的纖維的條幹不均率較低，染色均勻度提高，染色M率高。水可萃取物少的樹脂在紡絲過程中，減少了噴絲板下方的水可萃取物析出凝結，避免了水可萃取物析出過多會影響紡絲過程中飄絲、斷單絲與元件頻繁鏟板等現象，進一步提高纖維製成率。

【0107】 最後應說明的是：以上各實施例僅用以說明本發明的技術方案，而非對其限制；儘管參照前述各實施例對本發明進行了詳細的說明，本發明所屬技術領域中具有通常知識者應當理解：其依然可以對前述各實施例所記載的技術方案進行修改，或者對其中部分或者全部技術特徵進行等同替換；而這些修改或者替換，並不使相應技術方案的本質脫離本發明各實施例技術方案的範圍。

【發明申請專利範圍】

【請求項1】

一種聚醯胺樹脂，其特徵在於，該聚醯胺的結構單元包括二元胺結構單元和二元酸結構單元，該二元酸結構單元中90mol%以上來自於己二酸，該二元胺結構單元中90mol%以上來自於1,5-戊二胺，該聚醯胺樹脂中水可萃取物含量為0.25wt%至0.6wt%，該水可萃取物的數均分子量為500~2000。

【請求項2】

如請求項1之聚醯胺樹脂，其特徵在於，

該聚醯胺樹脂的數均分子量為28000以上；及/或，

該聚醯胺樹脂的二元胺結構單元中95mol%以上來自於1,5-戊二胺；及/或，

該聚醯胺樹脂的二元胺結構單元還包括來自於丁二胺、己二胺、癸二胺、和十二碳二元胺中的一種或多種的結構單元；及/或，

該聚醯胺樹脂的二元酸結構單元中95mol%以上來自於己二酸；及/或，

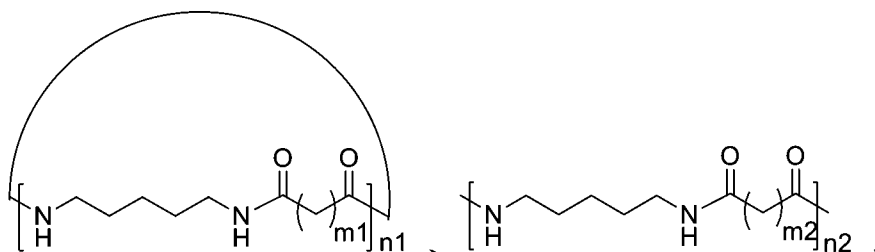
該聚醯胺樹脂的二元酸結構單元還包括來自於丁二酸、戊二酸、庚二酸、辛二酸、壬二酸、癸二酸、十一烷二酸、十二烷二酸、十三烷二酸、十四烷二酸、十五烷二酸、十六烷二酸、十七烷二酸和十八烷二酸、以及對苯二甲酸、間苯二甲酸、和鄰苯二甲酸中的一種或多種的結構單元；及/或，

該聚醯胺樹脂中由二元胺結構單元及二元酸結構單元構成的聚醯胺的含量在90wt%以上；及/或，

該聚醯胺樹脂中添加劑的含量為小於或等於10wt%。

【請求項3】

如請求項1或2之聚醯胺樹脂，其特徵在於，該水可萃取物包括以下結構中的一種或兩種：



其中，n1和n2分別選自1~8的整數；m1和m2為4；及/或，

該聚醯胺樹脂為聚醯胺56樹脂，該聚醯胺56樹脂中聚醯胺56的含量為90wt%以上。

【請求項4】

如請求項2之聚醯胺樹脂，其特徵在於，

該添加劑包括封端劑、成核劑、抗氧劑、消泡劑、及流動改性劑中任意一種或幾種的組合；及/或，

該添加劑包括月桂酸、硬脂酸、苯甲酸、乙酸、次亞磷酸鈉、次亞磷酸鈣、亞磷酸、矽酮類消泡劑、己內醯胺、炭黑、奈米碳酸鈣、二氧化鈦、及酞菁類化合物中任意一種或幾種的混合物。

【請求項5】

如請求項1或2之聚醯胺樹脂，其特徵在於，

該聚醯胺樹脂的含水率為200~2000ppm；及/或，

該聚醯胺樹脂的端氨基含量為10~100mol/ton；及/或，

該聚醯胺樹脂的相對黏度為1.8~4.0。

【請求項6】

一種製備如請求項1至5中任一項之聚醯胺樹脂的方法，其特徵在於，該方法包括以下步驟：

S1:惰性氣體氛圍下，製備尼龍鹽溶液；

S2:將該尼龍鹽溶液加熱，使該尼龍鹽溶液反應體系的壓力升至0.5~2.5MPa，排氣保壓0.5~4h，然後降壓使該反應體系內的壓力降至0~0.7MPa，之後抽真空使該反應體系內的真空度為-0.05~-0.08MPa，得到聚醯胺熔體；

S3:將所得熔體出料，拉條切粒，得聚醯胺切片；

S4:將聚醯胺切片與水混合置於反應器中，利用惰性氣體置換反應器內的空氣，所述水的質量為聚醯胺切片的質量的1倍以上；及

S5:惰性氣體氛圍下，加熱，過濾，沖洗，乾燥，即得到該聚醯胺樹脂，所述加熱的時間為4~50h；所述加熱的溫度為80~140℃；所述的沖洗為用溫度50℃~100℃的熱水進行沖洗。

【請求項7】

如請求項6之方法，其特徵在於，

步驟S1中，製備尼龍鹽溶液所用1,5-戊二胺和二元酸的莫耳比為(1~1.1):1；及/或，

步驟S2中，保壓過程結束後所述反應體系的溫度為232~260℃；及/或，

步驟S2中，降壓過程結束後所述反應體系的溫度為240~295℃；及/或，

步驟S2中，抽真空後所述反應體系的溫度為250~290℃；及/或，

步驟S2中，抽真空後維持所述真空度的時間為11~75min；及/

或，

步驟S3中，所述切粒在水中進行，水溫為15~50℃。

【請求項8】

如請求項7之方法，其特徵在於，

步驟S4中，該反應器選自連續萃取塔和間歇反應釜；及/或，

步驟S4中，該置換反應器內的空氣的操作方法包括用真空泵將反應器抽真空後再充入惰性氣體；及/或，

步驟S4中，置換反應器內的空氣的操作為重複二次以上；及/或，

步驟S4中，所述水為去離子水；及/或，

步驟S4和步驟S5中，所述惰性氣體選自氮氣、氬氣、氦氣中的一種或幾種；及/或，

步驟S5中，所述的乾燥選自真空乾燥、冷凍乾燥、氣流乾燥、微波乾燥、紅外線乾燥和高頻率乾燥中的一種或幾種。

【請求項9】

一種製備如請求項1至5中任一項之聚醯胺樹脂的方法，其特徵在於，該方法包括以下步驟：

（1）將聚醯胺切片與水混合置於反應器中，利用惰性氣體置換反應器內的空氣；及

（2）惰性氣體氛圍下，加熱，過濾，沖洗，乾燥，即得到該聚醯胺樹脂。

【請求項10】

一種樹脂組合物，該樹脂組合物的組分包括如請求項1至5中任一項之聚醯胺樹脂。

【請求項11】

一種纖維，其特徵在於，該纖維採用如請求項1至5中任一項之聚醯胺樹脂或如請求項10之樹脂組合物為原料製備；

其中該纖維的染色M率為96%以上；及/或，該纖維的製成率為98%以上；及/或，該纖維的條幹不均率為 $\leq 1.5\%$ ；及/或，該纖維的毛絲個數 ≤ 1 （個/9公斤卷裝）。

【請求項12】

如請求項11之纖維，其特徵在於：

該纖維包括預取向絲、中取向絲、高取向絲、加彈絲、全牽伸絲、工業絲、連續膨體長絲、短纖維、及單絲纖維；及/或，

該纖維的斷裂強度為 $3.3 \sim 10.0 \text{ cN/dtex}$ ；及/或，

該纖維的斷裂伸長率為 $10\% \sim 90\%$ ；及/或，

該纖維的沸水收縮率為 $1.0\% \sim 13.8\%$ ；及/或，

該纖維的線密度為 $11 \sim 2330 \text{ dtex}$ ；及/或，

該纖維的斷紗次數 ≤ 2 （次數/24h）。

【請求項13】

一種製備如請求項11或12之纖維的方法，其特徵在於，該方法包括如下步驟：

（a）將聚醯胺樹脂加熱至熔融狀態，形成聚醯胺熔體；

（b）將該聚醯胺熔體進行紡絲，形成初生絲；及

（c）對該初生絲進行後處理，得到聚醯胺纖維。

【請求項14】

如請求項13之方法，其特徵在於，該纖維製備過程中組件鏟板週期 ≤ 3 （次/24h）。