

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C08K 5/34 (2006.01)

C08K 3/00 (2006.01)



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 02808486.1

[43] 公开日 2006 年 2 月 15 日

[11] 公开号 CN 1735656A

[22] 申请日 2002.4.22 [21] 申请号 02808486.1

[30] 优先权

[32] 2001.4.20 [33] US [31] 60/285,365

[86] 国际申请 PCT/US2002/012657 2002.4.22

[87] 国际公布 WO2002/086204 英 2002.10.31

[85] 进入国家阶段日期 2003.10.20

[71] 申请人 索罗蒂亚公司

地址 美国密苏里州

[72] 发明人 J·D·佩斯 S·E·奥斯博恩

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 卢新华 段晓玲

权利要求书 1 页 说明书 5 页

[54] 发明名称

物理性能改进的炭黑着色纱线

[57] 摘要

一种纤维及其生产方法,包括将尼龙 6 6、炭黑、铜酞菁颜料纺成物理性能改善的纱线。炭黑含量可以达到纤维重量的 2%,铜酞菁含量可以达到纤维重量的 4%。所述纤维可以选择包含一种共聚物。

-
- 1.一种黑色纤维,包含(1)尼龙 66;(2)小于约 2重量%的炭黑;(3)小于约 4重量%的铜酞菁颜料。
- 5 2.如权利要求1所述的纤维,其中炭黑的重量浓度为约 0.02-2%。
- 3.如权利要求1所述的纤维,其中铜酞菁颜料的重量浓度为约 0.0001-4%。
- 4.如权利要求1所述的纤维,其中还包含一种共聚物。
- 5.如权利要求4所述的纤维,共聚物为含 2%尼龙6的尼龙 6 6。
- 6.如权利要求4所述的纤维,共聚物的重量浓度为约0.5-5%。
- 10 7.如权利要求1或4所述的纤维,该纤维可纺成纱线。
- 8.一种黑色纤维的生产方法,包括将尼龙 6 6、小于约2重量%的炭黑和小于约 4重量%的铜酞菁颜料混合,然后挤出所述混合物形成纤维。
- 9.如权利要求8所述的方法,其中炭黑的重量浓度为约 0.02-2 %。
- 10.如权利要求8所述的方法,其中铜酞菁颜料的重量浓度为约0.0001-4%。
- 15 11.如权利要求8所述的方法,其中还包括添加一种共聚物。
- 12.如权利要求11所述的方法,其中共聚物为含 2%尼龙 6的尼龙6 6。
- 13.如权利要求11所述的方法,其中共聚物的重量浓度为约 0.5-5%。
- 14.如权利要求8或11所述的方法,其中该纤维被纺成纱线。

物理性能改进的炭黑着色纱线

5 发明领域

本发明涉及一种着色的聚酰胺纤维及其生产方法。更具体的说，本发明涉及一种含炭黑的尼龙6 6纤维。

发明背景

尼龙纤维广泛应用于纺织品材料、地毯纱线和服装产品的制造上。为了美观和实用，人们用各种方法把尼龙纤维着色。方法之一就是在用于尼龙纤维拉丝的聚合物熔体中加入颜料。熔融的聚合物从喷丝头的毛细孔中挤出。熔融的聚合物凝固后形成纤维。如果需要黑色纤维，可以在色母料中加入炭黑。

随着聚酰胺纤维中炭黑含量的增加，纤维的一些物理性能，例如断裂强度发生明显的变化，纱线的纺丝性能也随之发生变化。本领域技术人员认为这是因为色母料降低了纱线的相对粘度（RV），并且在纱线导致成核现象。产生这一问题的根源可能是炭黑颗粒在纤维中分布不当，聚酰胺为尼龙6 6时尤其明显。

核化的纱线的特点在于伸长率增大，断裂强度降低，典型表现在炭黑含量较高的尼龙6 6中。本领域技术人员认为如果小部分的聚合物链段在其他聚合物链段之前结晶，先结晶的链段将阻止其他的聚合物链段移动而结晶。这将增加无定型材料的量，从而使纱线的伸长率增高，断裂强度降低。对于尼龙6和聚酯纤维上述现象就不易发生，因为尼龙6 6的结晶速度比尼龙6大约快10倍，比聚酯快大约100倍。

有人试图通过改进过滤以除去颜料浓缩物中集聚的炭黑、降低炭黑含量以及使用聚酯（PET）或尼龙6替代尼龙6 6的方法消除纱线成核的问题。

25 美国专利4518728公开了使用铜酞菁颜料和炭黑颜料作为聚酰胺成型组合物中颜料的方法。该成型组合物的刚性有所提高。非常典型地，在成型组合物中，聚合物具有低取向度。就用于纱线的纤维来说，聚合物的取向度会更高一些。由于成型部件的取向度低，而纤维的取向度高，所以提高其中一个的性能并不能使另一个的性能也随之提高。如果纤维的取向因为炭黑的核化而破坏，
30 纺成纱线的物理性能，例如断裂强度可能就不尽人意了。在纺成纱线时，高炭

黑浓度的尼龙6 6纤维至今也没有表现出良好的可纺性，并且也没有产生具有优异物理性能，如伸长性和韧度的纱线。

因此，人们需要一种高炭黑浓度的尼龙6 6 纤维组合物，其在纺成纱线时具有改进的物理性能。

5 发明概述

本发明涉及一种包含尼龙6 6、炭黑和铜酞菁颜料的纤维。炭黑浓度最高可达纤维重量的约2%，铜酞菁浓度最高可达纤维重量的约4%。该纤维纺成纱线时纺丝性能得到改善，例如牵伸力增大，韧度提高，长丝断裂次数降低。该纱线的物理性能超过了其他高炭黑浓度的纱线性能。本发明另外还包含一种共
10 聚物，选自含2%尼龙6的尼龙6 6，尼龙6 I，尼龙6，磺化IA，尼龙6 9，尼龙6 10，尼龙6 T，尼龙6/12，尼龙11，尼龙12及其混合物。本领域普通技术人员公知如何制备上述尼龙共聚物，或者从市面上许多生产该类共聚物的公司直接购买，包括Solutia Inc. of St. Louis, Mo。

本发明还涉及制造上述纤维的方法。

15 发明详述

下列术语和词组在本文中表示如下含义：

“纤维”指的是聚酰胺聚合物形成的连续长丝或短纤维，可以用来纺纱，针织，机织，压模，簇绒并另外加工成地毯或其他纺织品材料。

“纱线”指的是由天然纤维或合成纤维或其混合物纺纱得到的纺制品。

20 “铜酞菁颜料”指的是各种多晶形的铜酞菁，以及混合晶形的铜酞菁。对于铜酞菁颜料的完整描述参见《合成染料分析化学》，1977年由K. Van Kataraman，J. Wiley & Sons编写，书中的内容在此作为参考。

本发明一方面涉及一种含炭黑、铜酞菁颜料的尼龙6 6纤维。

人们发现由高炭黑浓度的尼龙6 6纤维纺成的纱线存在纺纱问题后，开始
25 对炭黑颗粒大小，在纤维中的分散情况以及颜料浓度进行显微测试。纱线纵向视图发现炭黑沿着纺丝的方向有结块。差示扫描量热法（DSC）重结晶测试，相对粘度（RV）的测试结果以及拉伸性能表明炭黑使得尼龙6 6核化，导致过快结晶。

本领域技术人员知道重结晶温度较高的聚合物结晶较快，会高出纺丝通道。

30 相对粘度（RV）较低的聚合物结晶较慢，并且可以抵消由炭黑引起的结晶问题。

解决纺丝问题的可能办法有降低RV，改进工艺条件，或改变聚合物。RV值降低，聚合物会结晶较慢，从而抵消炭黑引起的问题。使用较高的熔融温度和慢速淬火可以控制结晶过快。改变聚合物成分也可以减慢结晶速度，比如使用更高含量的尼龙6纤维，但同时会导致高收缩率。上述方法相互作用，有可能在改变某一参数的同时会引起其他的问题。

往炭黑含量最高可达 2 重量%的尼龙6 6纤维中加入铜酞菁颜料时，核化现象就不再明显了。该纤维纺成纱线时，炭黑分散均匀，纱线伸长率较低，断裂强度较高。铜酞菁颜料占最终纤维组合物重量的0.0001%-4%，优选0.005%-0.2%。

本发明的另一实施方案，除了在尼龙6 6中添加炭黑和铜酞菁颜料形成着色聚合物外，还添加了尼龙6以形成共聚物。共聚物中尼龙6 6约占共聚物重量的95%-99.5%，优选96-99%，更优选97-98%。共聚物的余量中尼龙6约占共聚物重量的0.5-5.0%，优选1-4%，更优选2-3%。着色的聚合物中炭黑含量最高可达到 2%重量(优选0.5-2.0%)，铜酞菁含量最高可达到 4重量%(优选0.005-0.3%)。如果颜料以色母料的形式加入，色母料占着色聚合物约1-10%重量，优选2-7%，更优选3-5%，其余成分为该共聚物。色母料中含有需要的颜料量，以达到上述占着色聚合物的重量范围。最好色母料中含尼龙6聚合物。加入色母料得到的纤维，其物理性能有所提高。纺成的纱线手感也更为柔软、光滑。牵伸力降低5-15cN，韧度提高0.4-0.8g/旦，长丝在淬火室中的断头率降低50-75%。典型的部分取向纱(POY)的牵伸力为85-90cN，伸长率大约70%，韧度大约4.5g/旦。

在本发明的优选实施方案中，通过采用着色的聚合物并按照标准工艺制纱，可以获得本发明的纱线。颜料可以简单地直接添加到共聚物中，也可以先将含聚合物(优选尼龙6)的颜料混合物制成色母料，再将色母料加入到共聚物中。例如，按需要的比例混合炭黑和铜酞菁，再混合尼龙6制得色母料。色母料可以和适合的共聚物混合，比如聚合了尼龙6的尼龙6 6，然后混合的着色聚合物再熔融纺成纤维或纱线。

以下用实施例进一步说明本发明的优选实施方案。本领域技术人员应当明白在下面实施例中公开的技术是本发明人在实施本发明的过程中取得良好技术效果的技术，因此可以认为他们构成了本发明优选的实施方案。然而，本领域技术人员可以依据本发明，对本发明公开的具体实施方式做些变化，仍达到与

本发明相同或近似的技术效果，这类的变化没有超出本发明所要求的范围。

关于实施例的一般性说明

以下用下列术语描述实施例：

“1st and 2nd REXC”指的是重结晶温度

5 “DEN”指的是旦尼尔

“RV”指的是相对粘度

“BS”指的是断裂强度，单位 克/旦，g/d

“EL”指的是伸长率

“TEN”指的是韧度，单位 克力/旦

10 “MODSTF”指的是伸长率为1%时的模数硬度

“LOD/X”指的是伸长率为57.0%时的负载，单位 克

“ELG/GM”指的是负载110.0克时的伸长率

所有测试均在Perkin Elmer DSC以及Instron Tensile Tester上进行。

实施例1

15 用一根未着色纱线与3根黑色纱线做对比。对于3根黑色尼龙6 6纱线和未着色的尼龙6 6纱线的物理性能测试结果示于下面的表1和2中。试样均为95旦/34丝的部分取向纱。试样1-3纺丝速度为4500米/分，试样4纺丝速度为4800米/分。试样1含97.975%的尼龙6 6，2%的尼龙6，0.0125%的二氧化钛做增光剂，其相对粘度RV为41，端基胺47.5，还含有 9 ppm 的锰。试样2是由试样1中添加4%
20 的PAF-50着色得到，PAF-50是一种市售的炭黑色母料，来自Magenta Master Fibers。试样3和4由试样1中添加色母料而形成。色母料由20%的炭黑，0.4%的铜酞菁蓝和79.6%的尼龙6组成。在颜料与共聚物混合前，炭黑和铜酞菁混合形成色母料。约4%的色母料添加到试样1使用的共聚物中，形成了试样3和4。

表1

试样	相对粘度	炭黑含量(重量%)	铜酞菁蓝含量(重量%)	第一熔融温度℃	第二熔融温度℃	第一重结晶温度℃	第二重结晶温度℃
1	44.10	0	0	254.2	256.9	225.0	223.3
2	43.49	1.58	0	254.8	256.3	230.0	228.0
3	43.78	0.75	0.016	255.4	257.0	225.0	222.6
4	43.42	0.66	0.016	253.8	256.6	225.6	223.3

表2

样品	DEN	BS	EL	TEN	MODST	ELG/GM
1	98.69	443.67	38.5	4.50	38.79	16.69
2	99.24	177.93	60.73	1.79	27.90	33.64
3	95.88	207.54	50.17	2.17	23.98	23.51
4	98.86	200.68	45.78	2.03	29.70	20.68

5 从测试结果来看，按照本发明制得的试样3和4与不加铜酞菁蓝的黑色纱线比较，断裂强度、伸长率和韧度都有所改善。

 本发明所述的所有组成以及制备方法都可以依据本发明所公开的内容，无需过量实验即可完成。虽然本发明的组成及方法是根据优选实施方案进行描述的，但本领域技术人员可以在不超出本发明概念、精神及要求保护的范围内对组成或制备方法或制备的步骤顺序加以改变。所有对本领域技术人员来说显而易见的替换或变更均被认为是落在所附权利要求限定的本发明的概念、精神及保护范围内。

10