(19)国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 115302654 A
(43)申请公布日 2022.11.08

(21)申请号 202210973636.9

(22)申请日 2022.08.15

(71)申请人 福建凯邦锦纶科技有限公司
地址 350207 福建省福州市长乐区文武砂镇东海村(滨海工业区两港路西侧)

(72)发明人 阮育余

(74)专利代理机构 福州市博深专利事务所(普通合伙) 35214
专利代理师 谢子能

(51)Int.Cl.
B29B 9/06(2006.01)
D01F 6/60(2006.01)
D01F 8/12(2006.01)
D01D 5/08(2006.01)
D01D 5/12(2006.01)

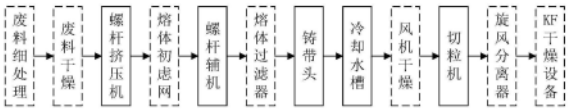
权利要求书1页 说明书7页 附图1页

(54)发明名称

一种再生聚酰胺6的制粒及纺丝工艺

(57)摘要

本发明为一种再生聚酰胺6的制粒及纺丝工艺,属于高分子共聚物制备技术领域。该再生聚酰胺6的制粒工艺,将锦纶6的废料块破碎除油后进行剪碎处理,然后干燥,熔融成熔体;溶体依次经过第一次过滤、螺杆辅机、第二次过滤,再挤成条状,冷却干燥后切粒,再次干燥,得到再生聚酰胺6母粒。该再生聚酰胺6的制粒工艺,通过多次干燥、除油和过滤的步骤,能有效降低再生聚酰胺6母粒的含水率,降低熔体中的杂质、低元体与油剂,提高再生粒子的品质,从而实现100%添加再生聚酰胺6制备聚酰胺6纤维。



CN 115302654 A

1.一种再生聚酰胺6的制粒工艺,其特征在于,包括以下步骤:

S1:将锦纶6的废料块进行破碎处理,除油后进行剪碎处理,得到无油废丝;

S2:无油废丝干燥后,熔融成熔体,溶体依次经过第一次过滤和螺杆辅机后,进行第二次过滤;

S3:将第二次过滤后的熔体挤成条状,冷却、干燥后切粒,再次干燥,得到再生聚酰胺6母粒。

2.根据权利要求1所述的再生聚酰胺6的制粒工艺,其特征在于,所述破碎处理后,废料块的直径小于5mm。

3.根据权利要求1所述的再生聚酰胺6的制粒工艺,其特征在于,所述再生聚酰胺6母粒的含水率小于800ppm。

4.根据权利要求1所述的再生聚酰胺6的制粒工艺,其特征在于,第一次过滤使用600目的过滤装置过滤。

5.根据权利要求1所述的再生聚酰胺6的制粒工艺,其特征在于,第二次过滤使用1200目的过滤装置过滤。

6.根据权利要求1所述的再生聚酰胺6的制粒工艺,其特征在于,所述S2中使用双螺杆挤压机进行熔融,所述双螺杆挤压机的主螺杆温度为240℃～273℃,模头温度为250℃,副螺杆温度为250℃～253℃,辅模温度为250℃～255℃。

7.一种再生聚酰胺6的纺丝工艺,使用权利要求1中的再生聚酰胺6母粒进行纺丝,其特征在于,包括以下步骤:

S1:将再生聚酰胺6母粒熔融纺丝,并经预取向成型工艺得到再生聚酰胺6预取向丝;

S2:将再生聚酰胺6预取向丝经过拉伸变形工艺得到再生聚酰胺6拉伸变形丝。

8.根据权利要求7所述的再生聚酰胺6的纺丝工艺,其特征在于,所述S1具体为:将再生聚酰胺6母粒和含有环氧扩链剂的母粒混合,熔融纺丝,并经预取向成型工艺得到再生聚酰胺6预取向丝。

9.根据权利要求8所述的再生聚酰胺6的纺丝工艺,其特征在于,所述含有环氧扩链剂的母粒的环氧当量为450,重均分子量为6000。

10.一种再生聚酰胺6纤维,其特征在于,权利要求1中的再生聚酰胺6母粒重量占再生聚酰胺6纤维总重量的10％～100％。

一种再生聚酰胺6的制粒及纺丝工艺

技术领域

[0001] 本发明属于高分子共聚物制备技术领域，涉及一种再生聚酰胺6的制粒及纺丝工艺。

背景技术

[0002] 锦纶纤维是世界上出现的第一种合成纤维，其化学名称为聚酰胺(PA)，俗称尼龙。在民用丝方面，锦纶长丝多用于针织及梭织工业生产，如锦纶弹力丝袜、锦纶纱巾、蚊帐、锦纶花边、弹力锦纶内衣、羽绒服面料、防晒服、泳装等。在工业上锦纶长丝大量用来制造帘子线、工业用布、缆绳、传送带、帐篷、渔网等。至2021年我国锦纶行业产量约390万吨，预估未来三年内锦纶行业产量可能超500万吨，锦纶行业产能增长迅速规模和应用领域不断扩大，但在高科技纤维上存在短板、其循环再利用体系水平亟需提高。

[0003] 近年随着纺织工业绿色发展的需求，各大终端零售品牌都在积极响应，并制定了各自在材料方面的可持续发展战略，要在未来数年内实现所有的锦纶产品使用100％再生锦纶。因此近年市场对再生锦纶的关注度和需求量急剧增加。

[0004] 再生的方法分为物理法和化学法。化学回收法工艺复杂、成本高，其主要应用于消费后的产品回收再生，因消费后的服装纯锦纶分解难度大，故而以回收渔网为主。目前我国除台湾个别企业具备化学再生的技术外其余均采用物理再生法，物理再生法不仅工艺简单、成本低且拥有充足的原料。申请公布号为CN111876871A的中国发明专利公开了一种锦纶再生环保空气包覆丝，具体公开了将锦纶废丝经过物理化学去杂质后，高温熔融得到再生聚酰胺熔体，但是该熔体需与常规的聚酯混合熔融，方可得到成型的再生丝，再生聚酰胺熔体再生聚酰胺熔体的添加量最高仅能达到68.5％，无法100％添加用于制成再生锦纶。

发明内容

[0005] 为了克服上述现有技术的缺陷，本发明所要解决的技术问题是提供一种100％添加再生锦纶的再生聚酰胺6的制粒及纺丝工艺。

[0006] 为了解决上述技术问题，本发明采用的技术方案为：一种再生聚酰胺6的制粒工艺，包括以下步骤：

[0007] S1：将锦纶6的废料块进行破碎处理，除油后进行剪碎处理；

[0008] S2：无油废丝干燥后，熔融成熔体，溶体依次经过第一次过滤和螺杆辅机后，进行第二次过滤；

[0009] S3：将第二次过滤后的熔体挤成条状，冷却、干燥后切粒，再次干燥，得到再生聚酰胺6母粒。

[0010] 本发明的有益效果在于：本发明的再生聚酰胺6的制粒工艺，通过多次干燥、除油和过滤的步骤，能有效降低再生聚酰胺6母粒的含水率，降低熔体中的杂质、低元体与油剂，防止制粒时原料入料不均、熔融效率低、受热不均匀等现象，提高再生粒子的品质，增加可纺性，提高纺丝效率；制备得到的再生聚酰胺6母粒无需与常规聚酰胺6融合，可100％添加，

得到断裂强度高，染色均匀性好，纤维的条干均不匀率低的再生聚酰胺6纤维。

附图说明

[0011] 图1所示为本发明的实施例1中再生聚酰胺6母粒的工艺流程示意图；

[0012] 图2所示为本发明的对比例1中常规的再生聚酰胺6母粒的工艺流程示意图。

具体实施方式

[0013] 为详细说明本发明的技术内容、所实现目的及效果，以下结合实施方式并配合附图予以说明。

[0014] 本发明最关键的构思在于：通过多次干燥、除油和过滤的步骤，能有效降低再生聚酰胺6母粒的含水率，降低熔体中的杂质、低元体与油剂，提高再生粒子的品质，从而实现100％添加再生聚酰胺6制备聚酰胺6纤维。

[0015] 请参照图1所示，本发明的一种再生聚酰胺6的制粒工艺，包括以下步骤：

[0016] S1：将锦纶6的废料块进行破碎处理，除油后进行剪碎处理；

[0017] S2：无油废丝干燥后，熔融成熔体，溶体依次经过第一次过滤和加压后，进行第二次过滤；

[0018] S3：将第二次过滤后的熔体挤成条状，冷却、干燥后切粒，再次干燥，得到再生聚酰胺6母粒。

[0019] 从上述描述可知，本发明的有益效果在于：使用常规的再生母粒制备再生聚酰胺6纤维，将再生母粒的添加比例从5％增加至10％，生产飘丝断丝明显增多，不符合可纺性要求。

[0020] 本发明的再生聚酰胺6的制粒工艺，通过多次干燥、除油和过滤的步骤，能有效降低再生聚酰胺6母粒的含水率，降低熔体中的杂质、低元体与油剂，防止制粒时原料入料不均、熔融效率低、受热不均匀等现象，提高再生粒子的品质，增加可纺性，提高纺丝效率；制备得到的再生聚酰胺6母粒无需与常规聚酰胺6融合，可80％添加制备得到断裂强度高，染色均匀性好，纤维的条干均不匀率低的再生聚酰胺6纤维。

[0021] 锦纶6的废料块中的含水率较高，其在熔融过程中发生剧烈的水解逆反应，低聚物或单体增多，影响聚酰胺的熔体强度和可加工性。因此锦纶6的废料块在加工前需进行干燥处理，以提高后加工的品质。

[0022] 进一步地，除油的具体步骤为：将破碎处理后的锦纶6的废料块分拣为无油废料和有油废料，有油废料依次经过洗涤和烘干步骤，得到无油废丝。

[0023] 从上述描述可知，废料块中含有油剂会影响再生聚酰胺6母粒的品质。

[0024] 进一步地，破碎处理后，废料块的直径小于5mm。优选地，废料块的直径小于4mm。

[0025] 从上述描述可知，废料块的直径小，有利于提高废料的熔融效率、受热的均匀性，减少熔体在螺杆中的滞留时间，减少聚酰胺裂解，提高再生聚酰胺6母粒纺丝的可纺性、长丝染色性及断裂强度。

[0026] 进一步地，再生聚酰胺6母粒的含水率小于800ppm。

[0027] 从上述描述可知，再生聚酰胺6母粒的水份含量过高可能导致纺丝过程中聚酰胺水解反应激烈，纺丝易产生气泡而使初生纤维在牵伸过程中熔体细流破裂导致断丝。

[0028] 进一步地，第一次过滤使用600目的过滤装置过滤，该过滤装置为可换网的液压换网器，规格为47cm*30cm。

[0029] 从上述描述可知，对熔体进行第一次过滤，减少母粒中的杂质。

[0030] 进一步地，第二次过滤使用1200目的过滤装置过滤，该过滤装置为熔体精过滤设备，规格为40cm*35cm*70cm。

[0031] 从上述描述可知，第二次过滤可进一步减少杂质提高粒子纯度，以利于纺丝时纺丝组件压力稳定，提高纺丝可纺性。

[0032] 进一步地，S2中使用双螺杆挤压机进行熔融，双螺杆挤压机的主螺杆温度为240℃～273℃，模头温度为250℃，副螺杆温度为250℃～253℃，辅模(螺杆辅机模头)温度为250℃～255℃。

[0033] 从上述描述可知，本发明的螺杆温度较低，在确保聚酰胺完全熔融并流体流畅的基础上降低螺杆温度，以避免热裂解、高温氧化、高温水解的共同作用下产生热分解反应。

[0034] 本发明的另一技术方案为：一种再生聚酰胺6的纺丝工艺，使用再生聚酰胺6母粒进行纺丝，包括以下步骤：

[0035] S1：将再生聚酰胺6母粒熔融纺丝，并经预取向成型工艺得到再生聚酰胺6预取向丝；

[0036] S2：将再生聚酰胺6预取向丝经过拉伸变形工艺得到再生聚酰胺6拉伸变形丝。

[0037] 从上述描述可知：

[0038] 聚酰胺6缩聚反应式为：$COOH + R'NH_2 \rightleftharpoons RCONHR' + H2O$ (可逆反应)

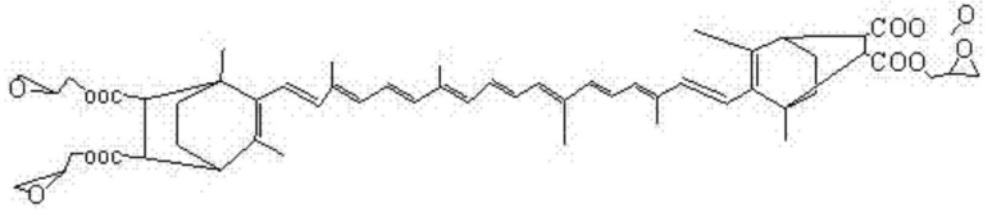
[0039] 聚酰胺6的聚合过程是可逆的平衡反应，所以在纺丝的螺杆挤压机内、熔体管道内聚合物易产生解聚反应，从而使单体及低聚物比例增加，并随熔体温度或滞留时间增加而增多(接近平衡点速率会减慢)。在纺丝过程中聚合物中的单体及低聚物的含量越高，相对分子量分布变宽，熔体黏弹性差，纺丝断头也随之增多。本发明的再生聚酰胺6母粒通过多步干燥和过滤，降低了杂质、单体及低聚物的含量，减少纺丝断头现象。

[0040] 切片在熔融过程中，在螺杆机熔体管道内以高温的状态停留达到一定时限，以热裂解、高温氧化、高温水解的共同作用下便产生热分解反应，热分解反应可能导致熔体变色、严重时产生熔性凝胶，影响纺丝制程的稳定。本发明的再生聚酰胺6母粒含水量少，可减少上述共同作用，获得稳定的纺丝制程。

[0041] 进一步地，S1具体为：将再生聚酰胺6母粒和含有环氧扩链剂的母粒混合，熔融纺丝，并经预取向成型工艺得到再生聚酰胺6预取向丝。

[0042] 进一步地，含有环氧扩链剂的母粒的环氧当量为450，重均分子量为6000。

[0043] 进一步地，环氧扩链剂的分子结构如式1所示：

[0044] 

(式1)。

[0045] 从上述描述可知，因再生锦纶6母粒中的杂质在纺丝过程中容易降解形成端氨基和羧基(-NH_2、-COOH)，这类官能团能反过来加速聚酰胺的降解。故采用含有环氧扩链剂的

母粒与再生锦纶6母粒混合熔融，含有环氧扩链剂的母粒具有聚酰胺扩链、热安定效果，其环氧扩链剂的分子上含有环氧官能团，可与氨基和羧基都发生反应，起到扩链、支化和交联的作用。从而稳定纺丝过程中聚酰胺6熔体的分子量，减少低聚物，从而提高纺丝效率以及产品断裂强度。

[0046] 使用含有环氧扩链剂的母粒以辅助纺丝，可以提高可纺性，达到100％再生纺丝的需求。

[0047] 进一步地，再生聚酰胺6母粒重量占再生聚酰胺6纤维总重量的10％～100％。

[0048] 从上述描述可知，采用本发明的再生聚酰胺6母粒无需与常规聚酰胺6融合，可100％添加制备得到断裂强度高，染色均匀性好，纤维的条干均不匀率低的再生聚酰胺6纤维，提高纺丝效率和聚酰胺6废料的回收利用率。

[0049] 请参照图1所示，本发明的实施例1为：

[0050] 一种再生聚酰胺6的制粒工艺，包括以下步骤：

[0051] S1：将锦纶6的废料块进行破碎处理，破碎后直径小于5mm；

[0052] 将破碎处理后的锦纶6的废料块分拣为无油废料和有油废料，无油废料进行剪碎处理，有油废料依次经过洗涤和烘干步骤后进行剪碎处理，得到无油废丝；

[0053] S2：无油废丝在120℃下干燥12h后，使用双螺杆挤压机熔融成熔体，溶体经过600目的过滤装置第一次过滤，再经过螺杆辅机加压后，使用1200目的过滤装置进行第二次过滤；

[0054] S3：将第二次过滤后的熔体经过铸带头挤成条状后，依次经过冷却水槽、干燥风机、切粒机、旋风分离机和KF干燥设备，得到含水率为700ppm的再生聚酰胺6母粒。

[0055] 600目的过滤装置为可换网的液压换网器，规格为47cm*30cm；

[0056] 1200目的过滤装置为熔体精过滤设备，规格为40cm*35cm*70cm。

[0057] 双螺杆挤压机的温度参数见表1。

[0058] 表1

[0059]

温控区	设定温度
主螺杆一区	240℃
主螺杆二区	250℃
主螺杆三区	270℃
主螺杆四区	270℃
主螺杆五区	273℃
模头一区	250℃
模头二区	250℃
副螺杆入口	250℃
副螺杆一区	253℃
副螺杆二区	253℃
辅模一区	253℃
辅模二区	253℃

[0060] 一种再生聚酰胺6(6 FDY 40den/34f全消光产品)的纺丝工艺，使用再生聚酰胺6母粒进行纺丝，包括以下步骤：

[0061] S1:将占再生聚酰胺6总质量10%的再生聚酰胺6母粒和90%的聚酰胺6切片混合,熔融纺丝,并经预取向成型工艺得到再生聚酰胺6预取向丝;

[0062] S2:将再生聚酰胺6预取向丝经过拉伸变形工艺得到再生聚酰胺6拉伸变形丝。

[0063] 其中,纺丝工艺的工艺参数见表2。

[0064] 表2

[0065]

项目	单位	工艺参数
纺压	Kg/cm2	120
熔体温度	℃	259
组件压力	Kg/cm2	150
冷却风速	m/sec	0.45
冷却温湿度	℃/%	16.5/95
油嘴高度	Cm	72
牵伸比	%	1.23
热辊温度	℃	160
卷绕速度	m/min	4600

[0066] 本发明的实施例2为:

[0067] 实施例2与实施例1的区别在于:纺丝工艺中,再生聚酰胺6母粒占再生聚酰胺6总质量的30%,聚酰胺6切片占再生聚酰胺6总质量的70%。

[0068] 本发明的实施例3为:

[0069] 实施例3与实施例1的区别在于:纺丝工艺中,再生聚酰胺6母粒占再生聚酰胺6总质量的50%,聚酰胺6切片占再生聚酰胺6总质量的50%。

[0070] 本发明的实施例4为:

[0071] 实施例4与实施例1的区别在于:纺丝工艺中,再生聚酰胺6母粒占再生聚酰胺6总质量的80%,聚酰胺6切片占再生聚酰胺6总质量的20%。

[0072] 本发明的实施例5为:

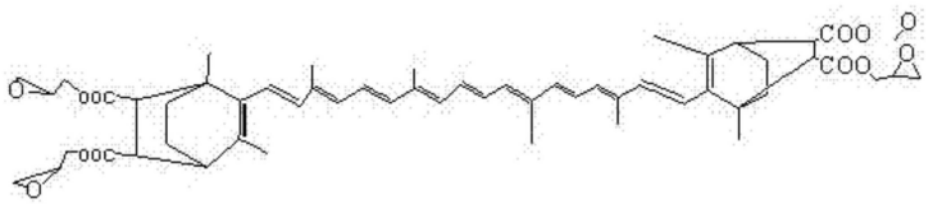
[0073] 实施例5与实施例1的区别在于:纺丝工艺中,再生聚酰胺6母粒占再生聚酰胺6总质量的100%。

[0074] 本发明的实施例6为:

[0075] 实施例6与实施例1的区别在于:一种再生聚酰胺6(6FDY 40den/34f全消光产品)的纺丝工艺,使用再生聚酰胺6母粒进行纺丝,包括以下步骤:

[0076] S1:将占再生聚酰胺6总质量10%的再生聚酰胺6母粒、2%的含有环氧扩链剂的母粒和88%的聚酰胺6切片混合,熔融纺丝,并经预取向成型工艺得到再生聚酰胺6预取向丝;

[0077] 含有环氧扩链剂的母粒的环氧当量为450,重均分子量为6000;环氧扩链剂的分子结构如式1所示:

[0078] 

(式1)。

[0079] 本发明的实施例7为：

[0080] 实施例7与实施例6的区别在于：纺丝工艺中，再生聚酰胺6母粒占再生聚酰胺6总质量的30％，含有环氧扩链剂的母粒占再生聚酰胺6总质量的2％，聚酰胺6切片占再生聚酰胺6总质量的68％。

[0081] 本发明的实施例8为：

[0082] 实施例8与实施例6的区别在于：纺丝工艺中，再生聚酰胺6母粒占再生聚酰胺6总质量的50％，含有环氧扩链剂的母粒占再生聚酰胺6总质量的2％，聚酰胺6切片占再生聚酰胺6总质量的48％。

[0083] 本发明的实施例9为：

[0084] 实施例9与实施例6的区别在于：纺丝工艺中，再生聚酰胺6母粒占再生聚酰胺6总质量的80％，含有环氧扩链剂的母粒占再生聚酰胺6总质量的2％，聚酰胺6切片占再生聚酰胺6总质量的18％。

[0085] 本发明的实施例10为：

[0086] 实施例9与实施例6的区别在于：纺丝工艺中，再生聚酰胺6母粒占再生聚酰胺6总质量的98％，含有环氧扩链剂的母粒占再生聚酰胺6总质量的2％。

[0087] 请参照图2所示，本发明的对比例1为：

[0088] 对比例1与实施例1的区别在于：

[0089] 一种常规的再生聚酰胺6的制粒工艺，包括以下步骤：

[0090] S1：将锦纶6的废料块依次进行破碎处理和剪碎处理；

[0091] S2：使用双螺杆挤压机熔融成熔体，溶体经过螺杆辅机；

[0092] S3：将第二次过滤后的熔体经过铸带头挤成条状，在依次经过冷却水槽和切粒机，得到常规的再生聚酰胺6母粒。

[0093] 一种再生聚酰胺6(6 FDY 40den/34f全消光产品)的纺丝工艺，使用常规的再生聚酰胺6母粒进行纺丝，包括以下步骤：

[0094] S1：将占再生聚酰胺6总质量5％的常规的再生聚酰胺6母粒与95％的聚酰胺6切片混合，熔融纺丝，并经预取向成型工艺得到常规的再生聚酰胺6预取向丝；

[0095] S2：将常规的再生聚酰胺6预取向丝经过拉伸变形工艺得到常规的再生聚酰胺6拉伸变形丝。

[0096] 本发明的对比例2为：

[0097] 对比例2与对比例1的差别在于：纺丝工艺中，常规的再生聚酰胺6母粒占再生聚酰胺6总质量的10％，聚酰胺6切片占再生聚酰胺6总质量的90％。

[0098] 测试实施例1中再生聚酰胺6母粒与对比例1中常规的再生聚酰胺6母粒的相对粘度、含水率、端氨基含量、端羧基含量和可萃取物含量，测试结果见表3。

[0099] 表3

[0100]

项目	单位	实施例1	对比例1
相对粘度	-	2.57	2.59
含水率	ppm	6300	660
端氨基	mmol/kg	37	40
端羧基	mmol/kg	59	63

可萃取物	%	2.23	1.65

[0101] 由表3可知，使用本发明制备的再生聚酰胺6母粒，端氨基、端羧基和可萃取物含量皆小于常规的再生聚酰胺6母粒，含水率远小于常规的再生聚酰胺6母粒，再生粒子的品质更高，可纺性和纺丝效率更高。

[0102] 测试实施例1～10和对比例1～2中制备得到的再生聚酰胺6纤维的可纺性、断裂强度、条干不匀率均、染色优等品率，测试结果见表4。

[0103] 表4

[0104]

项目		添加比例	断丝(次/位/日)	飘丝(次/位/日)	断裂强度(克/旦)	条干均匀度(%)	染色优等品率(%)
常规再生母粒	对比例 1	5%	1	6	5.10	1.35	99
	对比例 2	10%	6	19	4.98	1.39	97
本发明的再生母粒	实施例 1	10%	0	1	5.43	1.02	99.7
	实施例 2	30%	1	7	5.20	1.09	98.1
	实施例 3	50%	3	14	4.97	1.13	97.7
	实施例 4	80%	5	21	4.82	1.29	96.2
	实施例 5	100%	7	28	4.75	1.38	95.5
含有环	实施例 6	10%	0	0	5.68	0.98	99.9

[0105]

氧扩链剂的母粒 2%	实施例 7	30%	1	1	5.53	1.02	99.2
	实施例 8	50%	1	3	5.35	1.08	98.4
	实施例 9	80%	2	5	5.29	1.13	97.9
	实施例 10	98%	3	8	5.15	1.18	97.3

[0106] 由表4可知，使用常规的再生母粒纺丝，添加比例从5%增加至10%，生产飘丝断丝明显增多，不符合可纺性要求。使用本发明的再生母粒纺丝，添加比例从10%递增至100%，添加比例达到30%生产飘丝略有增多，添加比例至80%时生产效率基本不符合可纺性要求。在此过程中随着再生粒子添加比例递增，纺丝效率下滑，纤维断裂强度、染色均匀性随之下降，纤维的条干均不匀率随之上升。使用含有环氧扩链剂的母粒以辅助纺丝，可以提高可纺性，达到100%再生母粒纺丝的需求。

[0107] 综上所述，本发明提供的再生聚酰胺6的制粒工艺，对原料的含水率、杂质、细度进行控制，尽量在保证熔体流畅的基础上降低熔融温度，降低聚酰胺制粒过程的降解程度，减少低聚物产生，提高可纺性和纤维的断裂强度。

[0108] 以上所述仅为本发明的实施例，并非因此限制本发明的专利范围，凡是利用本发明说明书及附图内容所作的等同变换，或直接或间接运用在相关的技术领域，均同理包括在本发明的专利保护范围内。

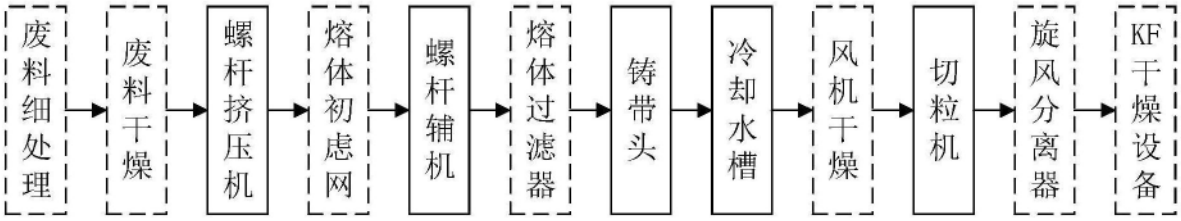

废料细处理
废料干燥
螺杆挤压机
熔体初虑网
螺杆辅机
熔体过滤器
铸带头
冷却水槽
风机干燥
切粒机
旋风分离器
KF干燥设备

图1

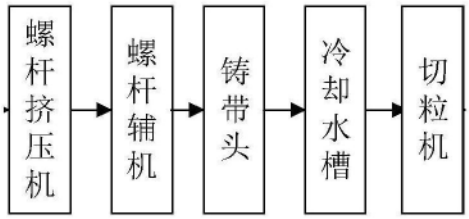

螺杆挤压机
螺杆辅机
铸带头
冷却水槽
切粒机

图2