

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200410060520.8

[51] Int. Cl.

C08G 63/183 (2006.01)

D06P 1/00 (2006.01)

D06P 3/52 (2006.01)

[45] 授权公告日 2008 年 8 月 27 日

[11] 授权公告号 CN 100413907C

[22] 申请日 2004.9.16

[21] 申请号 200410060520.8

[73] 专利权人 洛阳高新技术开发区南峰聚酯有限公司

地址 471003 河南省洛阳市 069 信箱 75 分箱

[72] 发明人 焦毅 梁建武 赵喜哲 韦金红

[56] 参考文献

CN1342222A 2002.3.27

CN1464131A 2003.12.31

JP2003-119273A 2003.4.23

CN1362548A 2002.8.7

JP2002-327054A 2002.11.15

审查员 皋锋

[74] 专利代理机构 郑州中民专利代理有限公司
代理人 郭中民

权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 1 页

[54] 发明名称

阳离子染料常压深染共聚酯及其制备方法

[57] 摘要

本发明公开了一种阳离子染料常压深染共聚酯及其制备方法。提供的共聚酯与普通 PET 共混纺丝得到的纤维具有阳离子染料常压深染的性能，改变了 PET 只能用分散染料高温高压染色的缺点。其主要重复单元是对苯二甲酸乙二醇酯，在酸成分中含有 5-10 重量%的多元羧酸，含有 5-18 重量%的间苯二甲酸磺酸盐，含有 4-10 重量%的聚亚烷基二醇或脂肪族二元酸及其衍生物。制备方法为半连续法，即连续酯化，间断聚合法。本品是一种改性的阳离子可染型聚酯，纺织成复合纤维后，经染色处理，纤维表面有很多微细孔，能改善纤维本身的透气性、吸湿性及染色性，适用于各种服装面料、针织品、毛线、地毯、毛毯等产品。

1、一种阳离子染料常压深染共聚酯的制备方法，其特征在于：先将精对苯二甲酸、乙二醇、A组份加入打浆釜，乙二醇与酸的摩尔比控制在1.2-1.5，加入常规催化剂三氧化二锑、醋酸锑万分之3，相当于PTA的重量百分比，稳定剂磷酸三甲酯万分之1.5，相当于PTA的重量百分比，连续进入酯化釜，在250-260℃酯化，酯化后将低聚物解聚，解聚结束后，控制釜内温在220-230℃，先加入B组份，然后再加入C组份，而后导入缩聚釜，在真空泵作用下，保持釜内真空在50Pa以下进行聚合反应；其中：A组份为多元羧酸，B组份为间苯二甲酸磺酸盐，C组份为聚亚烷基二醇或脂肪二元酸及其衍生物。

2、根据权利要求1所述的阳离子染料常压深染共聚酯的制备方法，其特征在于：本发明所述的A组份为多元羧酸，可为戊二酸、己二酸、辛二酸、壬二酸、癸二酸、邻苯二甲酸、间苯二甲酸。

3、根据权利要求1所述的阳离子染料常压深染共聚酯的制备方法，其特征在于：本发明C组份所述的聚亚烷基二醇，可为聚乙二醇、聚丙二醇、聚丁二醇，平均分子量1000—10000；所述的脂肪族二元酸及其衍生物，可为己二酸乙二醇酯、己二酸二甲酯、间苯二甲酸二甲酯。

阳离子染料常压深染共聚酯及其制备方法

所属技术领域

本发明涉及一种改性的阳离子可染型聚酯，主要涉及的是阳离子染料常压深染共聚酯及其制备方法。所制备的共聚酯与普通 PET 共混纺丝，其流动性、可纺性均能达到要求，并可用阳离子染料常压深染，改变了 PET 只能用分散染料高温高压染色的不足。

背景技术

普通聚酯大分子的化学结构规整，易于结晶，结晶度较大，其取向度也较高，染料难于进入纤维无定形区，且聚酯大分子上不具备染座，从而造成其染色性差。只有通过改性后形成的共聚酯才能从根本上解决聚酯纤维的染色问题。

专利文献公开的“改性聚酯及其连续制造方法（公开号：CN1383437A）”和“抗菌阳离子染料可染丙纶纤维的制造方法（公开号：CN1362547A）”均提出了改性后形成的共聚酯及其制备方法，以解决聚酯纤维的染色问题。CN1383437A 公告中的共聚酯间苯二甲酸磺酸组份（B 组份）含量为 2—3 摩尔%、聚亚烷基二醇组份（A 组份）为 9—13 重量%，由于其用量较小，因而其不能作为母粒使用。另外，聚酯是碱易溶解聚酯作为具有一个成分将另一个成分分割为多个形态的分割型复合纤维的构成成分被使用，因而与本发明的用途不一致。

CN1362547 公告中的共聚酯是应用于改善聚丙烯的阳离子染料可染性，其制备方法是酯交换法和直接酯化法。该方法的缺点是酯交换法要用对苯二甲酸二甲酯为原料，目前大多数原料生产厂都是对苯二甲酸，使用对苯二甲酸二甲酯为原料不便工业化生产。直接酯化需要在 3.5kgf/cm 压力下反应，反应较难进行，且对设备要求较高，因其反应时 PTA 与 EG 的摩尔比较高，EG 加入量较大，因此其生产的产品比半连续酯化生产的产品熔点低 10℃左右。

发明内容

本发明的目的是提出一种阳离子染料常压深染共聚酯及其制备方法。达到所制备的共聚酯与普通 PET 共混纺丝得到的纤维具有阳离子染料常压深染的性

能,改变了PET只能用分散染料高温高压染色的缺点。

为了实现上述目的,本发明共聚酯的主要重复单元是对苯二甲酸乙二醇酯,在酸成份中含5—10重量%的A组份;含有5—18重量%的B组份;含有4—10重量%的C组份;其中:A组份为多元羧酸;B组份为间苯二甲酸磺酸盐;C组份为聚亚烷基二醇或脂肪族二元酸及其衍生物。

本发明的制备方法是:先将精对苯二甲酸、乙二醇、A组份加入打浆釜,乙二醇与酸的摩尔比控制在1.2-1.5,加入常规催化剂三氧化二锑、醋酸锑万分之3(相当于PTA的重量百分比),稳定剂磷酸三甲酯万分之1.5(相当于PTA的重量百分比)等,连续进入酯化釜,在250-260℃酯化,酯化后将低聚物解聚,解聚结束后,控制釜内温在220-230℃,先加入B组份,然后再加入C组份,而后导入缩聚釜,在真空泵作用下,保持釜内真空在50Pa以下进行聚合反应。

本发明A组份所述的多元羧酸,可为戊二酸、己二酸、辛二酸、壬二酸、癸二酸、邻苯二甲酸、间苯二甲酸等。C组份所述的聚亚烷基二醇,可为聚乙二醇、聚丙二醇、聚丁二醇等,平均分子量1000—10000。脂肪族二元酸及其衍生物,如己二酸乙二酯、己二酸二甲酯、间苯二甲酸二甲酯等。

本发明A组份的加入,增加了超分子结构中的无定形区,使阳离子染料的染色基因与纤维结构中的染座—磺酸基团结合的机率加大,但不能加入量太大,否则会影响纤维的沸水收缩,而加入量太小起不到改善染色性的作用,一般在5—10重量%为好;

B组份的加入,虽然染色性得到改善,但由于磺酸基团的极限及空间位阻,使得聚合物的流动性变差,可采取降低特性粘度的方法,降低聚合物的表观粘度,一般特性粘度控制在0.40—0.60dl/g。

C组份的加入,改善了大分子链段的运动性,达到常温常压染色的效果,但C组份加入量过大,会使聚合物的耐热性变差,而加入量太小起不到作用,一般控制在4—8重量%,而且还要加入抗氧化剂AR1010,以提高共聚酯的耐热性及抗氧化降解性。

本发明所述的共聚酯是一种改性的阳离子可染型聚酯,纺织成复合纤维后,经染色处理,纤维表面有很多微细孔,能改善纤维本身的透气性、吸湿性及染色性,适用于各种服装面料、针织品、毛线、地毯、毛毯等产品。

本发明与直接纺丝的阳离子染料可染聚酯切片相比较,具有以下特点:

(1)本发明共聚酯是一种母粒,因其具有较高浓度的染座,故其可与普通PET共混纺丝,可以利用PET的回收废料与共聚酯共混纺丝,以降低原料成本。

(2)本发明共聚酯可以根据纺织品的颜色要求调整共混纺丝时共聚酯与PET的共混比例。

(3)本发明的共聚酯熔点较低,与普通聚酯熔点差异较大,在共混纺丝时,共聚酯先熔化,增大了共混纺丝的均匀性。

(4)由于共混纺丝,使纤维的吸湿性、抗静电性、抗起毛起球性得到了改善,可以代替天然纤维。

附图说明

附图是本分明制备方法的步骤示意图。

图中: 1、打浆釜, 2、酯化釜, 3、解聚釜, 4、缩聚釜。

具体实施方式

用下列实施例来进一步说明本发明,但本发明不局限于这些实施例。

实施例1

采用年产5000T半连续聚酯聚合设备。在打浆釜内投入95%PTA、5%PIA、1.23mol(相对于PTA)EG,同时加入催化剂万分之3(相对于PTA)、稳定剂万分之1.5(相对于PTA)。连续进入酯化釜,控制酯化釜温度为250-260℃。待酯化率达到90%后,导入解聚釜,将低聚物解聚,然后加入相当于PTA5重量%的SIPM乙二醇溶液导入缩聚釜进行聚合反应,控制缩聚釜内温在270-280℃,在EG蒸汽喷射泵的作用下,使真空度小于50Pa,制得共聚酯特性粘度0.600dl/g, $T_m=250^\circ\text{C}$ 。

实施例2

采用半连续聚酯聚合设备,在打浆釜内投入95%PTA、5%DDA、1.23mol(相对于PTA)EG,同时加入催化剂万分之3(相对于PTA)、稳定剂万分之1.5(相对于PTA)。连续进入酯化釜,酯化后加入相当于PTA7重量%的SIPM乙二醇溶液导入缩聚釜进行聚合反应,制得共聚酯特性粘度0.550 dl/g, $T_m=245^\circ\text{C}$ 。

实施例3

采用半连续聚酯聚合设备,在打浆釜内投入95%PTA、5%DDA、1.23mol(相对于PTA)EG,同时加入催化剂万分之3(相对于PTA)、稳定剂万分之1.5(相对于PTA)。连续进入酯化釜,酯化后加入相当于PTA10重量%的SIPM乙二醇溶

液，导入缩聚釜进行聚合反应，制得共聚酯特性粘度 0.500， $T_m=220^{\circ}\text{C}$ 。

实施例 4

采用半连续聚酯聚合设备，在打浆釜内投入 95% PTA、5% DDA、1.23mol(相对于 PTA)EG，同时加入催化剂万分之 3(相对于 PTA)、稳定剂万分之 1.5(相对于 PTA)。连续进入酯化釜，酯化后加入相当于 PTA 15 重量%的 SIPM 乙二醇溶液及 7 重量%的 PEG 导入缩聚釜进行聚合反应，制得共聚酯特性粘度 0.450 dl/g， $T_m=200^{\circ}\text{C}$ 。

实施例 5

采用半连续聚酯聚合设备，在打浆釜内投入 95% PTA、5% DDA、1.23mol(相对于 PTA)EG，同时加入催化剂万分之 3(相对于 PTA)、稳定剂万分之 1.5(相对于 PTA)。连续进入酯化釜，酯化后加入相当于 PTA 18 重量%的 SIPM 乙二醇溶液及 8 重量%的 PEG 导入缩聚釜进行聚合反应，制得共聚酯特性粘度 0.40dl/g， $T_m=180^{\circ}\text{C}$ 。

实施例 6

采用半连续聚酯聚合设备，在打浆釜内投入 PTA、1.23mol(相对于 PTA)EG，同时加入催化剂万分之 3(相对于 PTA)、稳定剂万分之 1.5(相对于 PTA)。连续进入酯化釜，酯化后加入相当于 PTA 15 重量%的 SIPM 乙二醇溶液及 8 重量%的己二酸乙二酯导入缩聚釜进行聚合反应，制得共聚酯特性粘度 0.420 dl/g， $T_m=180^{\circ}\text{C}$ 。

