

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

D01F 6/62 (2006.01)

C08G 63/87 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200380110148.0

[45] 授权公告日 2007 年 10 月 31 日

[11] 授权公告号 CN 100346014C

[22] 申请日 2003.12.25

[21] 申请号 200380110148.0

[30] 优先权

[32] 2003.1.14 [33] JP [31] 5561/2003

[32] 2003.1.17 [33] JP [31] 9942/2003

[32] 2003.1.21 [33] JP [31] 12389/2003

[32] 2003.1.22 [33] JP [31] 13305/2003

[32] 2003.3.12 [33] JP [31] 66409/2003

[32] 2003.3.12 [33] JP [31] 66403/2003

[32] 2003.3.12 [33] JP [31] 66410/2003

[86] 国际申请 PCT/JP2003/016766 2003.12.25

[87] 国际公布 WO2004/063436 日 2004.7.29

[85] 进入国家阶段日期 2005.9.12

[73] 专利权人 帝人纤维株式会社

地址 日本大阪府

[72] 发明人 益田刚 神山三枝 水村知雄

宫坂信义 塚本亮二 服部启次郎

中岛卓 菊池胜志 逢坂浩幸

审查员 高德洪

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 段晓玲

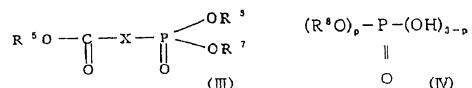
权利要求书 4 页 说明书 57 页 附图 4 页

[54] 发明名称

异形截面聚酯纤维

[57] 摘要

在催化剂存在下，由芳族二羧酸酯缩聚得到聚酯聚合物，用该聚酯聚合物制造异形截面聚酯纤维，所得纤维具有良好的色调，无起毛，品质好，其中所述催化剂含有包含烷氧基钛及其与特定羧酸或其酸酐的反应产物的一种以上成分的 Ti 化合物成分(A)与式(III)的 P 化合物成分(B)的混合物和/或 Ti 化合物成分(C)与式(IV)的 P 化合物成分(D)的反应产物。



1. 异形截面聚酯纤维，该纤维含有聚酯聚合物作为主要成分，具有异形截面，其特征在于：

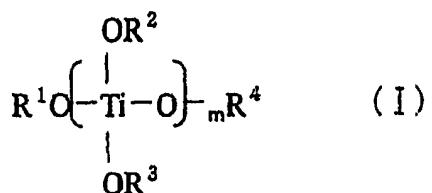
上述聚酯聚合物是在催化剂存在下由芳族二羧酸酯缩聚而成的，

上述催化剂含有至少一种选自下述混合物(1)和反应产物(2)的成分，

上述混合物(1)是下述成分(A)与(B)的混合物：

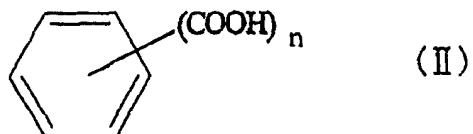
(A) 含有至少一种选自(a)和(b)的化合物的钛化合物成分(A)，

(a) 下述通式(I)所示烷氧基钛，



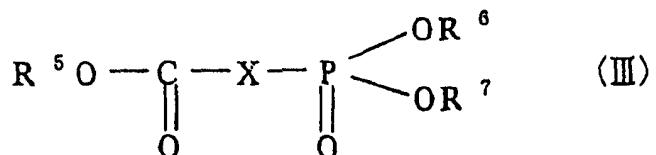
式(I)中，R¹、R²、R³和R⁴分别独立表示一种选自具有1-20个碳原子的烷基和苯基的基团，m表示1-4的整数，m表示整数2、3或4时，2个、3个或4个R²和R³可以分别相同或不同；

(b) 上述通式(I)的烷氧基钛与下述通式(II)所示芳族多元羧酸或其酸酐的反应产物，



式(II)中，n表示2-4的整数；

(B) 含有至少一种下述通式(III)所示化合物的磷化合物成分(B)，



式(III)中，R⁵、R⁶和R⁷各自独立表示具有1-4个碳原子的烷基，X表示至少一种选自-CH₂-基和-CH₂(Y)基(Y表示苯基)的基团；

上述钛化合物成分(A)中所含钛元素的毫摩尔值与上述芳族二羧酸酯的摩尔数值之比(%)为 M_{Ti} , 磷化合物成分(B)中所含磷元素的毫摩尔值与上述芳族二羧酸酯的摩尔数值之比(%)为 M_P , 以 M_{Ti} 和 M_P 满足下式(i)和(ii)的混合量使用上述用作催化剂的混合物(1):

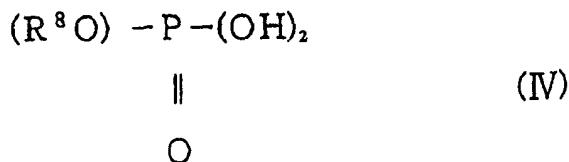
$$1 \leq M_P/M_{Ti} \leq 15 \quad (i)$$

$$10 \leq M_P+M_{Ti} \leq 100 \quad (ii);$$

上述反应产物(2)是下述成分(C)与(D)的反应产物:

(C) 含有至少一种选自通式(I)所示烷氧基钛(c)的化合物的钛化合物成分,

(D) 含有至少一种下述通式(IV)所示磷酸一烷基酯的磷化合物成分,



上式(IV)中, R^8 表示具有 1-20 个碳原子的烷基或具有 6-20 个碳原子的芳基。

2. 权利要求 1 的异形截面聚酯纤维, 其中在所述用作催化剂的混合物(1)的成分(A)与上述用作催化剂的反应产物(2)的成分(C)各成分中, 烷氧基钛(a)和烷氧基钛(c)各自与通式(II)的芳族多元羧酸或其酸酐的反应摩尔比在 2:1-2:5 范围内。

3. 权利要求 1 或 2 的异形截面聚酯纤维, 其中所述用作催化剂的反应产物(2)中成分(D)与成分(C)的反应量比, 换算成成分(D)中所含磷原子的摩尔量与成分(C)中所含钛原子的摩尔量之比(P/Ti), 在 1:1-3:1 范围内。

4. 权利要求 1-3 中任一项的异形截面聚酯纤维, 其中所述芳族二羧酸酯是在含有钛化合物的催化剂存在下, 通过芳族二羧酸的二烷基酯与烷撑二醇酯的酯交换反应制得的二酯。

5. 权利要求 1-4 中任一项的异形截面聚酯纤维, 其中所述芳族二羧酸选自对苯二甲酸、1,2-萘二甲酸、邻苯二甲酸、间苯二甲酸、联苯

二羧酸、二苯氧基乙烷二甲酸，所述烷撑二醇选自己二醇、丁二醇、亚丙基二醇、丙二醇、新戊二醇、1,6-己二醇和1,12-十二烷二醇。

6. 权利要求1-5中任一项的异形截面聚酯纤维，其纤维横截面为扁平形状，该扁平形状具有3-6个圆形断面沿长度方连接而成的形状。

7. 权利要求6的异形截面聚酯纤维，以纤维重量为基准，该纤维含有0.2-10%重量的无机颗粒。

8. 权利要求6或7的异形截面聚酯纤维，该纤维的横截面上，以长轴宽度A与垂直于该长轴的短轴的最大宽度B之比A/B表示的扁平度为3-6。

9. 权利要求6-8中任一项的异形截面聚酯纤维，该纤维的横截面上，以短轴的最大宽度B与最小宽度C(圆形断面连接部的最小宽度)之比B/C表示的异形度大于1且小于5。

10. 权利要求1-5中任一项的异形截面聚酯纤维，其纤维横截面由芯部和3-8个从该芯部向外侧突出的翅翼部构成，用下式(iii)定义的突起系数为0.3-0.7，

$$\text{突起系数} = (a_1 - b_1) / a_1 \quad (\text{iii})$$

上式中， a_1 表示纤维截面内壁的内切圆中心到翅翼部顶点的长度， b_1 表示纤维截面内壁的内切圆半径。

11. 权利要求10的异形截面聚酯纤维，其结晶度为30%以下。

12. 权利要求10或11的异形截面聚酯纤维，其沸水收缩率为15-70%。

13. 权利要求1-5中任一项的异形截面聚酯纤维，该聚酯纤维由芯部和沿该芯部的长度方向自芯部呈放射状突出的多个翅翼部构成，并且通过对同时满足下式(iv)-(vi)的截面形状的纤维进行碱减量处理，使该翅翼部的至少一部分从芯部分离，

$$1/20 \leq S_B/S_A \leq 1/3 \quad (\text{iv})$$

$$0.6 \leq L_B/D_A \leq 3.0 \quad (\text{v})$$

$$W_B/D_A \leq 1/4 \quad (\text{vi})$$

S_A 表示芯部的截面积； D_A 表示芯部截面为圆形时，该圆形的直径或者不为圆形时，其外切圆的直径； S_B 、 L_B 和 W_B 分别表示翅翼部的截面积、最大长度和最大宽度。

14. 权利要求 13 的异形截面聚酯纤维，该聚酯纤维在碱减量处理之前含有相对于该聚酯纤维重量为 0.5-5.0% 重量的下式(vii)所示相容性参数 χ 为 0.1-2.0 的化合物，

$$\chi = (V_a/RT)(\delta a - \delta b)^2 \quad (\text{vii})$$

V_a 表示聚酯的摩尔体积(cm^3/mol)， R 表示气体常数($\text{J/mol}\cdot\text{K}$)， T 表示绝对温度(K)， δa 和 δb 分别表示聚酯和化合物的溶解度参数($\text{J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$)。

15. 权利要求 1-5 中任一项的异形截面聚酯纤维，该纤维横截面由三角形部分和从该三角形的一个顶点延伸出去的突出部构成，同时满足下述关系式(viii)和(ix)，并且该三角形部分内具有 3-15% 的中空部分，

$$0.7 \leq L1/L2 \leq 3.0 \quad (\text{viii})$$

$$3.0 \leq h2/h1 \leq 10.0 \quad (\text{ix})$$

$L1$ 表示从三角形部分与突出部的连接点到突出部另一端的距离， $L2$ 表示从三角形部分与突出部的连接点到三角形部分与该连接点相对的对边之间的距离， $h1$ 表示突出部的宽度， $h2$ 表示相对于三角形部分与突出部的连接点的三角形部分的对边长度。

16. 权利要求 15 的异形截面聚酯纤维，该纤维含有相对于聚酯纤维重量为 0.5-2.5% 重量的下述通式(V)所示有机磺酸金属盐，



R^9 表示碳原子数为 3-30 的烷基或碳原子数为 7-40 的芳基或烷基芳基， M 表示碱金属或碱土金属。

异形截面聚酯纤维

技术领域

本发明涉及异形截面聚酯纤维。更详细地说，本发明涉及使用具有良好色调和优异成形性的聚酯聚合物制成的异形截面聚酯纤维。

背景技术

聚酯聚合物，特别是聚对苯二甲酸乙二醇酯、聚萘二甲酸乙二醇酯、聚对苯二甲酸丙二醇酯和聚对苯二甲酸丁二醇酯具有优异的机械、物理、化学性能，因而被广泛用于纤维、薄膜和其它模塑件领域。

所述聚酯聚合物，例如聚对苯二甲酸乙二醇酯通常可通过下述方法制备：制备对苯二甲酸的乙二醇酯和/或其低聚物，然后在聚合催化剂存在下减压加热，使其反应至预定的聚合度。其它的聚酯也可以通过与上述同样的方法制备。

普遍已知：此时所得聚酯的品质很大程度上受缩聚催化剂种类的左右，最广泛使用的聚对苯二甲酸乙二醇酯的缩聚催化剂是锑化合物。

但是，使用锑化合物时，对聚酯进行长时间连续熔纺，喷丝孔周围将附着堆积异物(以下简称为喷丝板异物)，熔融聚合物流发生弯曲现象(弯曲)，因该原因，在纺丝、拉伸工序中会有发生起毛、断丝或纤维物性不匀等问题。

特别是在通过熔纺制造纤维横截面为异形的纤维时，喷丝孔形状复杂，上述喷丝板异物对熔融聚合物的喷出状态具有很大影响，纺丝中将发生起毛、断丝等问题。

为解决这些问题，人们提出了下述方法：使用钛化合物与偏苯三酸反应形成的产物作为制备聚酯的催化剂(例如参照日本特公昭59-46258号公报)；使用钛化合物与亚磷酸酯反应形成的产物作为制备聚酯的催化剂(例如参照日本特开昭58-38722号公报)等。这些方法可以在一定程度上提高聚酯的熔融热稳定性，但其提高效果不够，另外需对所得聚酯聚合物的色调进行改善。

此外，还有人提出使用钛化合物与磷化合物的络合物作为制备聚酯的催化剂(例如参照日本特开平7-138354号公报)，但使用该方法虽然能在一定程度上提高熔融热稳定性，但其效果不充分，另外需要对所得聚酯的色调进行改善。

发明内容

本发明的第一目的在于解决上述现有技术中存在的问题，提供一种具有良好色调、无起毛的高品质异形截面聚酯纤维。该目的是通过下面的异形截面聚酯纤维实现的。

本发明的异形截面聚酯纤维是含有聚酯聚合物作为主要成分，具有异形截面的聚酯纤维，其特征在于：

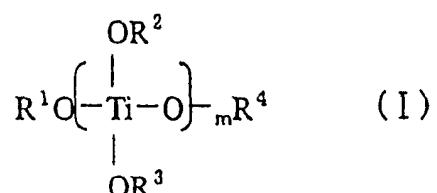
上述聚酯聚合物是由芳族二羧酸酯在催化剂存在下缩聚而成的，

上述催化剂含有至少一种选自下述混合物(1)和反应产物(2)的物质，

上述混合物(1)是下述成分(A)与(B)的混合物：

(A)含有至少一种选自(a)和(b)的钛化合物成分(A)，

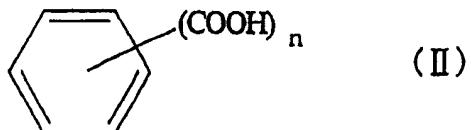
(a) 下述通式(I)所示烷氧基钛，



[上式(I)中，R¹、R²、R³ 和 R⁴ 分别独立表示选自具有 1-20 个碳原子

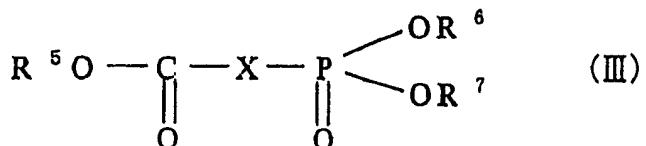
的烷基和苯基的一种， m 表示 1-4 的整数， m 表示 2、3 或 4 时，2 个、3 个或 4 个 R^2 和 R^3 可以分别相同或不同。】

(b) 上述通式(I)的烷氧基钛与下述通式(II)所示芳族多元羧酸或其酸酐的反应产物,



[上式(II)中, n 表示 2-4 的整数];

(B)含有至少一种下述通式(III)所示磷化合物的磷化合物成分(B),



[上式(III)中, R^5 、 R^6 和 R^7 各自独立表示具有 1-4 个碳原子的烷基, X 表示选自 $-CH_2-$ 基和 $-CH_2(Y)$ 基 (Y 表示苯基) 的一种],

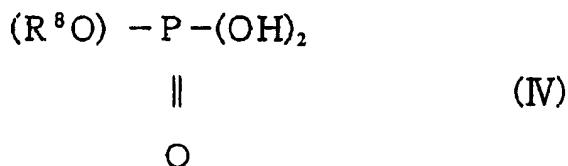
上述钛化合物成分(A)中所含钛元素的毫摩尔值与上述芳族二羧酸酯的摩尔数值之比(%)为 M_{Ti} , 磷化合物成分(B)中所含磷元素的毫摩尔值与上述芳族二羧酸酯的摩尔数值之比(%)为 M_p , 上述用作催化剂的混合物(1)以 M_{Ti} 和 M_p 满足下述式(i)和(ii)的混合量使用:

$$1 \leq M_p/M_{Ti} \leq 15 \quad (i)$$

上述反应产物(2)是下述成分(C)与(D)的反应产物:

(C)含有至少一种选自通式(I)所示烷氧基钛(c)的化合物的钛化合物成分(C),

(D)含有至少一种下述通式(IV)所示磷酸一烷基酯的磷化合物成分(D),



[上式(IV)中, R^8 表示具有 1-20 个碳原子的烷基或具有 6-20 个碳原子

的芳基]。

本发明的异形截面聚酯纤维中，对于上述用作催化剂的混合物(1)的成分(A)和上述用作催化剂的反应产物(2)的成分(C)各自而言，优选烷氧基钛(a)和烷氧基钛(c)各自与通式(II)的芳族多元羧酸或其酸酐的反应摩尔比在2:1-2:5范围内。

本发明的异形截面聚酯纤维中，上述用作催化剂的反应产物(2)中的成分(D)与成分(C)的反应量比换算成成分(D)中所含磷原子的摩尔量与成分(C)中所含钛原子的摩尔量之比(P/Ti)，优选在1:1-3:1范围内。

本发明的异形截面聚酯纤维中，优选上述用作催化剂的反应产物(2)中所用通式(IV)的磷化合物选自磷酸一烷基酯。

本发明的异形截面聚酯纤维中，优选上述芳族二羧酸酯是在含钛化合物的催化剂存在下，通过芳族二羧酸的二烷基酯与烷撑二醇酯进行酯交换反应制得的二酯。

本发明的异形截面聚酯纤维中，优选上述芳族二羧酸选自对苯二甲酸、1,2-萘二甲酸、邻苯二甲酸、间苯二甲酸、联苯二羧酸和二苯氧基乙烷二甲酸，上述烷撑二醇选自己二醇、丁二醇、亚丙基二醇、1,3-丙二醇、新戊二醇、1,6-己二醇和1,12-十二烷二醇。

本发明的第二目的是在第一目的的基础上，提供一种异形截面聚酯纤维，用该纤维可以制得无黏着(ベトツキ)感，且柔软感、防透性、低透气性、吸水性、耐磨损性优异的布帛。该目的是通过下述异形截面聚酯纤维实现的。

即，一种异形截面聚酯纤维，该聚酯纤维含有在上述特定催化剂存在下缩聚形成的聚酯聚合物作为主要成分，其单纤的横截面形状为扁平形状，该扁平形状具有3-6个圆形断面沿长轴方向连接而成的形状。

优选上述异形截面聚酯纤维含有0.2-10%重量的无机颗粒。

上述异形截面聚酯纤维的横截面上，以长轴宽度 A 与垂直于该长轴的短轴的最大宽度 B 之比 A/B 表示的扁平度优选为 3-6。

上述异形截面聚酯纤维的横截面上，以短轴的最大宽度 B 与最小宽度 C (圆形断面形状连接部的最小宽度) 之比 B/C 表示的异形度优选大于 1 且小于 5。

本发明的第三目的是在第一目的的基础上，提供吸水、速干性优异的异形截面聚酯纤维。该目的是通过下述异形截面聚酯纤维实现的。

即，一种异形截面聚酯纤维，该聚酯纤维含有在上述特定催化剂存在下缩聚形成的聚酯聚合物作为主要成分，其单纤的横截面上存在 3-8 个从纤维断面芯部向外侧突出的翅翼部，用下式(iii)定义的突起系数为 0.3-0.7。

$$\text{突起系数} = (a_1 - b_1) / a_1 \quad (\text{iii})$$

[上式中， a_1 表示由纤维截面内壁的内切圆中心到翅翼部顶点的长度， b_1 表示纤维截面内壁的内切圆半径。]

优选上述异形截面聚酯纤维的结晶度为 30% 以下。

优选异形截面聚酯纤维的沸水收缩率为 15-70%。

本发明的第四目的是在第一目的的基础上，提供一种异形截面聚酯纤维，用该聚酯纤维可制得具有膨松柔软的质量风格的布帛。该目的是通过下述异形截面聚酯纤维实现的。

即，一种异形截面聚酯纤维，该聚酯纤维含有在上述特定催化剂存在下缩聚形成的聚酯聚合物作为主要成分，其单纤的横截面由芯部和沿该芯部的长度方向自芯部呈放射状突出的多个翅翼部构成，并且通过对同时满足下式(iv)-(vi)的聚酯纤维进行碱减量处理，使翅翼部的至少一部分从芯部分离。

$$1/20 \leq S_B/S_A \leq 1/3 \quad (\text{iv})$$

$$0.6 \leq L_B/D_A \leq 3.0 \quad (\text{v})$$

$$W_B/D_A \leq 1/4 \quad (\text{vi})$$

(S_A 表示芯部的横截面积; D_A 表示芯部横截面为圆形时的直径或者不为圆形时其外切圆的直径; S_B 、 L_B 和 W_B 分别表示翅翼部的横截面积、最大长度和最大宽度。)

优选上述异形截面聚酯纤维在碱处理之前含有相对于聚酯纤维重量为 0.5-5.0% 重量的下式(vii)所示相容性参数 χ 为 0.1-2.0 的化合物。

$$\chi = (V_a/RT)(\delta a - \delta b)^2 \quad (\text{vii})$$

(V_a 表示聚酯的摩尔体积(cm^3/mol)， R 表示气体常数($\text{J/mol}\cdot\text{K}$)， T 表示绝对温度(K)， δa 和 δb 分别表示聚酯和化合物的溶解度参数($\text{J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$)。)

本发明的第五目的是在第一目的的基础上，提供一种异形截面聚酯纤维，用该聚酯纤维可以制得具有粗犷的粗糙感(キシミ感)，膨松感、柔软性、轻量感优异，且没有染色不匀的丝绸风格的布帛。该目的是通过下述异形截面聚酯纤维实现的。

即，一种异形截面聚酯纤维，该聚酯纤维含有在上述特定催化剂存在下缩聚形成的聚酯聚合物作为主要成分，其单纤的横截面形状是由三角形部分和从该三角形的一个顶点延伸出去的突出部构成，同时满足下式(viii)和(ix)，该三角形部分内具有 3-15% 的中空部分。

$$0.7 \leq L1/L2 \leq 3.0 \quad (\text{viii})$$

$$3.0 \leq h2/h1 \leq 10.0 \quad (\text{ix})$$

($L1$ 表示从三角形部分与突出部的连接点到突出部另一端的距离， $L2$ 表示从三角形部分与突出部的连接点到三角形部分与该连接点相对的对边之间的距离， $h1$ 表示突出部的宽度， $h2$ 表示与三角形部分和突出部的连接点相对的三角形部分的对边长度。)

优选上述异形截面聚酯纤维含有相对于该聚酯纤维重量为 0.5-2.5% 重量的下述通式(V)所示有机磺酸金属盐。



(R^9 表示碳原子数为 3-30 的烷基或碳原子数为 7-40 的芳基或烷基芳基, M 表示碱金属或碱土金属。)

附图简述

图 1 是表示实现本发明第二目的的异形截面聚酯纤维的横截面形状例的模式图。

图 2 表示实现本发明第二目的的异形截面聚酯纤维的横截面形状的一个例子, 用于对各尺寸进行说明。

图 3 是表示实现第三目的的一个异形截面聚酯纤维的横截面形状例的模式图。

图 4 是表示实现本发明第三目的的异形截面聚酯纤维纺丝所用喷丝板的喷丝孔例的模式图。

图 5 是表示实现本发明第四目的的碱减量处理前的异形截面聚酯纤维的横截面形状例的模式图。

图 6 是表示实现本发明第四目的的异形截面聚酯纤维纺丝所用喷丝板的喷丝孔例的模式图。

图 7 表示实现本发明第四目的的(碱减量处理后的)异形截面聚酯纤维的侧面图的一个例子。

图 8 表示实现本发明第五目的的异形截面聚酯纤维的横截面形状的一个例子, 用于对各尺寸进行说明。

图 9 是表示实现本发明第五目的的异形截面聚酯纤维纺丝所用喷丝板的喷丝孔例的模式图。

实施发明的最佳方式

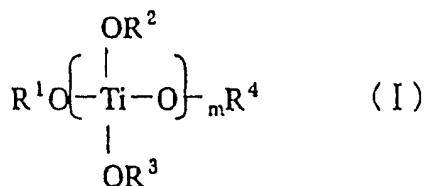
本发明的异形截面聚酯纤维是含有聚酯聚合物作为主成分、具有异形截面的聚酯纤维。关键在于该聚酯聚合物是由芳族二羧酸酯在下述特定催化剂存在下缩聚得到的。由此, 不仅可以得到具有良好色调且使用具有复杂喷丝孔的喷丝板纺制而成的产品, 而且可以

制成没有起毛的高品质异形截面聚酯纤维。并且，用上述聚合物可以稳定地制造甚至是高度异形化的异形截面纤维，因此采用该纤维可以充分发挥因异形化而获得的功能（吸水性、防污性、非透过性等）和质量风格（手感、色调变化、光泽等）。上述异形截面是指圆形截面以外的截面形状，指椭圆、扁平、三角、四角、十字、星形、C形、H形、I形、L形、S形、T形、U形、V形、W形、X形、Y形、Z形等截面。本发明对复杂的截面形状、对截面上各部分的角度和尺寸具有严格要求的截面形状，其效果更为显著。

上述缩聚用催化剂含有至少一种选自混合物(1)和反应产物(2)的物质，所述混合物(1)是下述钛化合物成分(A)和磷化合物成分(B)的混合物，所述反应产物(2)是下述钛化合物成分(C)与磷化合物成分(D)的反应产物。

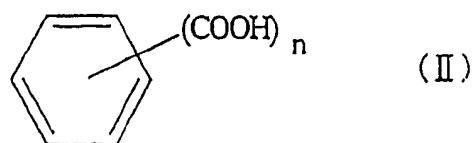
用作缩聚催化剂的混合物(1)中的钛化合物(A)含有至少一种选自(a)和(b)的成分，

(a)下述通式(I)所示烷氧基钛，



[上式(I)中，R¹、R²、R³和R⁴分别独立表示选自具有1-20个、优选1-6个碳原子的烷基和苯基的一种，m表示1-4、优选2-4的整数，m表示整数2、3或4时，2个、3个或4个R²和R³可以分别相同或不同。]

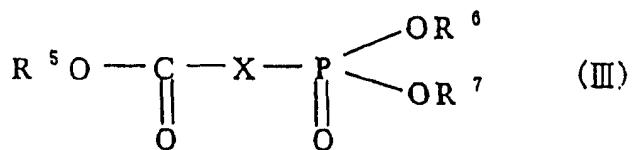
(b)上述通式(I)的烷氧基钛与下述通式(II)所示芳族多元羧酸或其酸酐的反应产物，



[上式(II)中，n表示整数2-4、优选3-4]。

用作缩聚催化剂的混合物(1)中的磷化合物(B)含有至少一种下述

通式(III)所示磷化合物，



[上式(III)中， R^5 、 R^6 和 R^7 各自独立表示具有1-4个碳原子的烷基， X 表示选自 $-\text{CH}_2-$ 基和 $-\text{CH}_2(\text{Y})$ (Y 表示苯基)的一种]。

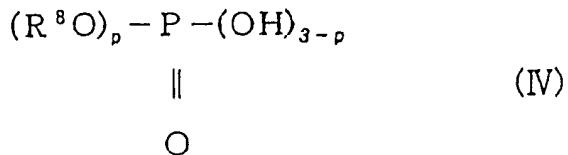
用作缩聚催化剂的反应产物(2)是钛化合物成分(C)与磷化合物成分(D)的反应产物。

上述钛化合物成分(C)含有至少一种选自下述(c)和(d)的成分，

(c)上述通式(I)所示烷氧基钛，和

(d)上述通式(I)的烷氧基钛与上述通式(II)所示芳族多元羧酸或其酸酐的反应产物。

上述磷化合物成分(D)含有至少一种下述通式(IV)所示磷化合物，



[上式(IV)中， R^8 表示具有1-20个碳原子的烷基或具有6-20个碳原子的芳基， p 表示1或2的整数]。

使用上述钛化合物成分(A)与上述磷化合物成分(B)的混合物(1)作为缩聚催化剂时，用作钛化合物成分(A)的通式(I)所示烷氧基钛(a)以及该烷氧基钛(a)与通式(II)所示芳族羧酸或其酸酐的反应产物(b)在聚酯聚合物中的溶解性和亲和性高，因此通过缩聚得到的聚酯聚合物中即使残留有钛化合物成分(A)，在其熔融纺丝时，纺丝喷丝板周边也不会发生异物堆积，从而可以以高纺丝效率纺制品质良好的聚酯长丝。

作为本发明中所用的用作缩聚催化剂的钛化合物成分(A)或(C)所用的通式(I)所示烷氧基钛(a)，优选使用四异丙氧基钛、四丙氧基钛、

四正丁氧基钛、四乙氧基钛、四苯氧基钛、三钛酸八烷基酯和二钛酸六烷基酯等。

与烷氧基钛(a)或(c)反应的通式(II)所示芳族多元羧酸或其酸酐优选自邻苯二甲酸、偏苯三酸、连苯三酸、均苯四酸和它们的酸酐。特别是使用偏苯三酸酐时，得到的反应产物对聚酯聚合物显示出高亲和性，可有效防止上述的异物堆积。

使上述钛化合物成分(A)或(C)中所用的烷氧基钛(a)或(c)与通式(II)所示芳族多元羧酸或其酸酐反应时，例如优选将芳族多元羧酸或其酸酐溶解于溶剂中，向该混合液中滴加烷氧基钛(a)或(c)，在0-200°C的温度下加热至少30分钟。上述溶剂优选根据需要从乙醇、乙二醇、1,3-丙二醇、1,4-丁二醇、苯和二甲苯等中选择。

这里，对烷氧基钛(a)或(c)与通式(II)所示芳族多元羧酸或其酸酐的反应摩尔比没有特别限定，若烷氧基钛的比率过高，则所得聚酯会出现色调变差、软化点降低的情况，反之若烷氧基钛的比率过低，则缩聚反应难以进行。因此，优选烷氧基钛(a)或(c)与通式(II)所示芳族多元羧酸或其酸酐的反应摩尔比为(2:1)-(2:5)范围内。

由该反应得到的反应产物(b)或(d)可以就这样直接使用，也可以将其用丙酮、甲醇和/或乙酸乙酯等进行重结晶提纯后使用。

本发明中，用作缩聚催化剂的混合物(I)中的磷化合物成分(B)所用的通式(III)所示磷化合物(膦酸酯化合物)优选选自甲氧羰基甲膦酸、乙氧羰基甲膦酸、丙氧羰基甲膦酸、丁氧羰基甲膦酸、甲氧羰基苯基甲膦酸、乙氧羰基苯基甲膦酸、丙氧羰基苯基甲膦酸和丁氧羰基苯基甲膦酸等膦酸衍生物的二甲酯类、二乙酯类、二丙酯类、二丁酯类等。

将含有通式(III)的磷化合物(膦酸酯化合物)的磷化合物成分(B)用于芳族二羧酸酯的缩聚反应时，与通常用作反应稳定剂的磷化合物相比，其与钛化合物成分(A)的反应比较和缓地进行，因而缩聚反应过程中的钛化合物成分(A)的催化剂活性持续时间长，从而可以减少

钛化合物成分(A)相对于缩聚反应体系中的芳族二羧酸酯量的用量比。而在包含含有通式(III)所示磷化合物的磷化合物成分(B)的缩聚反应体系中，即使添加大量稳定剂，也不会降低所得聚酯聚合物的热稳定性，并且也不会使其色调变差。

本发明中，使用混合物(1)作为缩聚催化剂时，若上述钛化合物成分(A)中所含钛元素的毫摩尔值与上述芳族二羧酸酯的摩尔数值之比(%)为 M_{Ti} ，磷化合物成分(B)中所含磷元素的毫摩尔值与上述芳族二羧酸酯的摩尔数值之比(%)为 M_P ，则以 M_{Ti} 和 M_P 满足下述关系式(i)和(ii)的混合量使用混合物(1)：

$$1 \leq M_P/M_{Ti} \leq 15 \quad (i)$$

$$10 \leq M_P+M_{Ti} \leq 100 \quad (ii)。$$

比 M_P/M_{Ti} 为 1 以上 15 以下，优选为 2 以上 10 以下。若比 M_P/M_{Ti} 小于 1，则所得聚酯聚合物的色相可能泛黄，而如果该比值超过 15，则由此构成的缩聚催化剂的缩聚反应性不够充分，难以获得目标聚酯聚合物。本发明所采用的比 M_P/M_{Ti} 的范围比传统的 Ti-P 系催化剂窄，但通过设定成这样的范围，可以取得用传统的 Ti-P 系催化剂所无法获得的优异效果。

(M_P+M_{Ti}) 的和的值为 10 以上 100 以下，优选为 20 以上 70 以下。 (M_P+M_{Ti}) 值小于 10 时，所得聚酯聚合物的成纤性不够，熔纺工序中的生产效率达不到要求，并且所得纤维的性能不够好。而如果 (M_P+M_{Ti}) 值超过 100，则对所得聚酯聚合物进行熔纺时，喷丝板周围将堆积异物，虽然是少量堆积。通常优选 M_{Ti} 的值为 2-15，更优选为 3-10。

本发明中，使用上述反应产物(2)作为缩聚催化剂时，磷化合物成分(D)所用的通式(IV)的磷化合物例如可以是下述化合物：磷酸一烷基酯类，例如磷酸一正丁酯、磷酸一己酯、磷酸一(十二烷基)酯、磷酸一月桂酯和磷酸一油基酯等；磷酸一芳基酯类，例如磷酸一苯基酯、磷酸一芐基酯、磷酸一(4-乙基苯基)酯、磷酸一联苯酯、磷酸一萘基酯和磷酸一蒽基酯等；磷酸二烷基酯类，例如磷酸二乙酯、

磷酸二丙酯、磷酸二丁酯、磷酸二月桂酯和磷酸二油基酯等；以及磷酸二芳基酯类，例如磷酸二苯基酯等。其中，优选使用上述式(V)中n为1时的磷酸一烷基酯或磷酸一芳基酯。

本发明中所用的磷化合物成分(D)可以是两种以上通式(IV)的磷化合物的混合物，例如磷酸一烷基酯与磷酸二烷基酯的混合物、磷酸一苯酯与磷酸二苯酯的混合物是优选的组合。特别优选以全部混合物总质量为基准，混合物中磷酸一烷基酯占50%以上，特别是占90%以上的组成。

制备上述钛化合物成分(C)与上述磷化合物成分(D)的反应产物的方法，例如可以将两种成分(C)和(D)混合，在二醇中加热进行制备。即，如果对含有钛化合物成分(C)和磷化合物成分(D)的二醇溶液进行加热，则二醇溶液将变浑浊，两种成分(C)、(D)的反应产物作为沉淀析出。可以收集该沉淀，作为用于制备聚酯聚合物的催化剂。

作为此处可以使用的二醇，优选使用与构成用所得催化剂制得的聚酯的二醇成分相同的成分。例如，聚酯为聚对苯二甲酸乙二醇酯时，优选使用乙二醇；聚酯为聚对苯二甲酸丙二醇时，优选使用1,3-丙二醇；聚酯为聚对苯二甲酸丁二醇酯时，优选使用1,4-丁二醇。

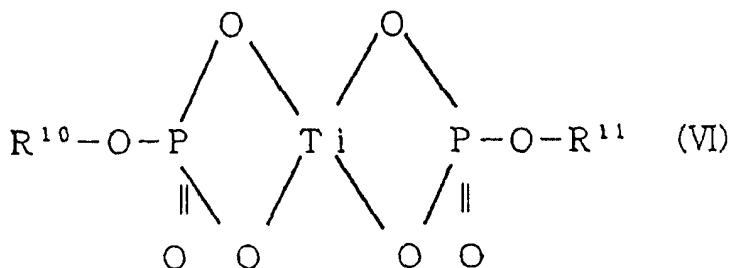
本发明的用作缩聚催化剂的反应产物(2)可以如下制备：将钛化合物成分(C)与磷化合物成分(D)和二醇三者同时混合，对其进行加热，即可制得。但是，因为是通过加热使钛化合物成分(C)与磷化合物成分(D)反应，不溶于二醇的反应产物作为沉淀析出，所以优选沉淀析出之前的反应均一进行。因此，为了有效获得反应沉淀，优选通过预先制备钛化合物成分(C)和磷化合物成分(D)各自的二醇溶液，然后将这些溶液混合并加热的方法进行制备。

成分(C)与(D)的反应温度优选为50℃-200℃，反应时间优选为1分钟-4小时。若反应温度过低，则反应变得不充分，或者反应所需时间增多，从而无法通过均一的反应有效获得反应沉淀。

关于在二醇中加热反应的钛化合物成分(C)与磷化合物成分(D)的

混合比率，磷原子与钛原子的摩尔比率优选为 1.0-3.0，更优选为 1.5-2.5。如果混合比率在上述范围内，则磷化合物成分(D)与钛化合物成分(C)大致完全反应，不存在未完全反应的反应物，因而即使直接使用该反应产物，所得聚酯聚合物的色相也是良好，而且也几乎不存在过量的未反应磷化合物(V)，所以不会阻碍聚酯聚合反应性，生产效率高。

本发明中使用的缩聚催化剂用反应产物(2)优选含有下述通式(VI)所示化合物。



(式(VI)中的 R¹⁰ 和 R¹¹ 各自独立表示一种选自下列的基团：来自于表示上述钛化合物成分(C)所用烷氧基钛的通式(I)中的 R¹、R²、R³、R⁴ 和表示上述磷化合物成分(D)所用磷化合物的通式(IV)的 R⁸，且具有具有 6-12 个碳原子的芳基。)

式(VI)所示钛化合物与磷化合物(III)或(IV)的反应产物具有高催化剂活性，所以用其制得的聚酯聚合物具有良好的色调(低 b 值)，乙醛、残留金属和环状三聚物的含量在实际使用上足够低，而且在实际应用中具有充分的聚合物性能。优选该式(VI)所示反应产物的含量为 50% 质量以上，更优选为 70% 质量以上。

在上述反应产物(2)存在下缩聚芳族二羧酸酯时，不必分离如上得到的反应产物沉淀(2)和二醇，可以将其直接用作制备聚酯聚合物的催化剂。也可以通过离心沉淀处理或过滤等手段从含有反应产物沉淀(2)的二醇溶液中分离出沉淀物，然后将该反应产物沉淀(2)用例如丙酮、甲醇和/或水等重结晶剂进行重结晶提纯，然后将该纯化物用作所述催化剂。该催化剂的化学结构可通过固体 NMR 和 XMA 的金属定量分析进行确认。

本发明中所用的聚酯聚合物可通过在催化剂存在下缩聚芳族二羧酸酯而得到，其中所述催化剂含有上述钛化合物成分(A)和磷化合物(膦酸酯化合物)(B)的混合物(1)和/或钛化合物成分(C)和磷化合物成分(D)的反应产物(2)。本发明中，优选芳族二羧酸酯为芳族二羧酸成分与脂族二元醇成分形成的二酯。

这里所说的芳族二羧酸成分优选以对苯二甲酸为主要成分。更具体地说，以全部芳族二羧酸成分的含量为基准，优选对苯二甲酸占70%摩尔以上。这里，对苯二甲酸以外的优选的芳族二羧酸例如有邻苯二甲酸、间苯二甲酸、萘二甲酸、联苯二羧酸、二苯氧基乙烷二甲酸等。

另一方面，优选脂族二元醇成分含有烷撑二醇，例如可以使用乙二醇、亚丙基二醇、丙二醇、1,4-丁二醇、新戊二醇、1,6-己二醇和1,12-十二烷二醇，特别优选乙二醇。

本发明中，优选聚酯聚合物是以对苯二甲酸与乙二醇所形成的对苯二甲酸乙二醇酯为主要重复单元的聚酯。这里，是指以聚酯中全部重复单元的量为基准，上述对苯二甲酸乙二醇酯重复单元占70%摩尔以上。

本发明中所用的聚酯聚合物也可以是由构成聚酯的酸成分或二醇成分共聚而成的共聚聚酯。

作为共聚羧酸成分，除可以使用上述的芳族二羧酸外，还可以使用己二酸、癸二酸、壬二酸、癸烷二羧酸等脂族二羧酸；环己二羧酸等脂环式二羧酸等双官能性羧酸成分或其成酯衍生物作为原料。共聚二醇成分除可以使用上述的脂族二醇外，还可以使用环己烷二甲醇等脂环式二醇；双酚、对苯二酚、2,2-二(4- β -羟基乙氧基苯基)丙烷类等芳族二醇等作为原料。

而且，也可以使用以均苯三酸、三羟甲基乙烷、三羟甲基丙烷、三羟甲基甲烷、季戊四醇等多官能性化合物为共聚成分共聚得到的共聚聚酯聚合物。

上述聚酯聚合物和共聚聚酯聚合物可以单独使用一种，也可以将两种以上组合使用。

本发明中，聚酯聚合物优选使用上述芳族二羧酸与脂族二醇形成的芳族二羧酸酯的缩聚产物。该芳族二羧酸酯可通过芳族二羧酸与脂族二醇的二酯化反应制备，也可以通过芳族二羧酸的二烷基酯与脂族二醇的酯交换反应制备。只是，采用以芳族二羧酸的二烷基酯为原料经由酯交换反应的方法，与以芳族二羧酸为原料进行二酯化反应的方法相比，具有缩聚反应中作为磷稳定剂添加的磷化合物的飞散较少这一好处。

而且，优选在酯交换反应开始前添加一部分和/或全部量的钛化合物成分(A)或(C)，将其作为酯交换反应催化剂和缩聚反应催化剂两个反应的催化剂使用。这样做，可以减少最终所得聚酯中的钛化合物含量。例如对聚对苯二甲酸乙二醇酯的情况进行更具体的说明，优选以对苯二甲酸为主的芳族二羧酸的二烷基酯与乙二醇的酯交换反应在钛化合物成分(A)存在下进行，其中所述钛化合物成分(A)含有至少一种选自上述通式(I)所示烷氧基钛(a)、上述通式(I)所示烷氧基钛与上述通式(II)所示芳族多元羧酸或其酸酐的反应产物(b)的成分。向通过该酯交换反应得到的含有芳族二羧酸与乙二醇的二酯的反应混合物中进一步添加上述通式(III)所示磷化合物(膦酸酯化合物)，或者添加钛化合物成分(C)与上述磷化合物成分(D)的反应产物，在这些成分存在下进行缩聚。

在进行上述酯交换反应时，通常在常压下实施，不过若是在0.05-0.20 MPa的加压下实施，则可进一步促进通过钛化合物成分(A)的催化剂作用进行的反应，并且副产物二甘醇不会大量产生，因而热稳定性等特性会更好。温度优选为160-260℃。

本发明中，当芳族二羧酸为对苯二甲酸时，可以使用对苯二甲酸和对苯二甲酸二甲酯作为聚酯的起始原料。这种情况下，可以使用对聚对苯二甲酸烷撑二醇酯进行解聚而得到的回收对苯二甲酸二

甲酯或者将其水解得到的回收对苯二甲酸。这种情况下，从资源的有效利用考虑，特别优选使用回收的 PET 瓶、纤维产品、聚酯膜产品等再生聚酯。

缩聚反应可以用一个槽进行，也可以分多个槽进行。这样可以制备本发明的聚酯，将缩聚步骤中得到的聚酯通常以熔融状态挤出，同时将其冷却，然后制粒(切片状)。

可以将上述缩聚步骤中得到的本发明所用聚酯根据需要进一步进行固相缩聚。

该固相缩聚步骤至少包括一步，在 190-230℃ 的温度、1 kPa-200 kPa 的压力条件下，在氮气、氩气、二氧化碳等惰性气氛下进行。

根据需要，使经由这样的固相缩聚步骤得到的粒状聚酯与水、水蒸气、含有水蒸气的惰性气体、含有水蒸气的空气等接触，实施水处理，由此使切片中所含的催化剂失活。

如上所述包括酯化步骤和缩聚步骤的聚酯制备工艺可以以分批、半连续、连续的任何形式进行。

优选本发明所用聚酯聚合物选自聚对苯二甲酸乙二醇酯、聚对苯二甲酸丙二醇酯和聚对苯二甲酸丁二醇酯。

以 L*a*b*色彩表色系 (JIS Z 8729) 为基准，优选本发明所用聚酯聚合物具有 77-85 的 L* 值和 2-5 的 b* 值。

这样制得的本发明所用聚酯的特性粘度优选为 0.40-0.80，更优选为 0.45-0.75，特别优选为 0.50-0.70 的范围。若特性粘度小于 0.40，则纤维的强度不够。而特性粘度超过 0.80，则需要过量提高原料聚合物的特性粘度，这不经济。

本发明中所用的聚酯可以根据需要含有少量的添加剂，例如抗氧化剂、紫外线吸收剂、阻燃剂、荧光增白剂、消光剂、正色剂、消泡剂、抗静电剂、抗菌剂、光稳定剂、热稳定剂、遮光剂，特别优选添加二氧化钛作为消光剂，添加作为稳定剂的抗氧化剂。

优选上述二氧化钛具有 0.01-2 μm 的平均粒径，优选其在聚酯聚

合物中的含量为 0.01-10%质量。

此外，聚酯聚合物中所含的来自上述催化剂的钛的含量，不包括作为消光剂添加进来的二氧化钛中的钛。

当聚酯聚合物中含有作为消光剂的二氧化钛时，可以通过下述操作从用于测定的聚酯聚合物试料中仅除去消光剂二氧化钛：使该聚酯聚合物试料溶解于六氟异丙醇中，将该溶液进行离心分离，使二氧化钛颗粒从上述溶液中分离沉淀，通过滗析法分离收集上清液，蒸发除去该回收组分中的溶剂，制成待试样品。

上述抗氧化剂优选使用受阻酚类的抗氧化剂。抗氧化剂的添加量优选为 1%质量以下，更优选为 0.005-0.5%质量。若该添加量超过 1%质量，则其作用饱和，而且将成为熔纺时形成浮渣的原因。可以结合使用受阻酚类抗氧化剂和硫醚类抗二次氧化剂。

对将上述抗氧化剂添加到聚酯中的方法没有特别限制，可以在酯交换反应开始到缩聚反应完成之间的任何阶段添加。

本发明的第二目的的异形截面聚酯纤维是在第一目的的基础上，通过如下所述的异形截面聚酯纤维实现的，用该纤维可以制得无黏着感，且柔软感、防透性、低透气性、吸水性、耐磨损性优异的布帛。

即，一种异形截面聚酯纤维，该聚酯纤维含有在上述特定催化剂存在下缩聚形成的聚酯聚合物作为主要成分，纤维横截面形状为扁平形状，该扁平形状具有 3-6 个圆形断面沿长度方向连接而成的形状。

这里，“连接而成的”不是表示实际在其熔纺阶段连接，而是指结果具有“连接而成的”形状。这里，“圆形断面”不仅包括圆形，还包括椭圆。

上述纤维横截面的形状如图 1 所示。图 1 (a) - (f) 是模式表示该纤维横截面形状的图，(a) 表示 3 个圆形断面连接而成的形状，(b) 表示 4 个圆形断面连接而成的形状，(c) 表示 5 个圆形断面连

接而成的形状。

即，上述纤维横截面的形状是圆形断面沿长度方向（长轴方向）连接而成的形状，是凸部与凸部（峰与峰）、凹部与凹部（谷与谷）以长轴为轴对称地相互重合而成的形状，如上所述，圆形断面的数优选3-6个。当圆形断面的数为2个时，圆形截面纤维的布帛较柔软，具有防透性、低透气性、吸水性降低的倾向。而圆形断面的数超过7个，则纤维易破裂，具有耐磨损性降低的倾向。

优选上述异形截面聚酯纤维含有0.2-10%重量的无机颗粒，因为这可进一步提高防透性。

下面用图2进行说明。对于上述异形截面聚酯纤维，以纤维横截面的长轴宽度A与垂直于该长轴的短轴的最大宽度B之比A/B表示的扁平度优选为3-6。小于3时，具有柔软感下降的趋势，而大于6时，则有产生黏着感的趋势，因而不优选。

另外，对于上述异形截面聚酯纤维，从没有黏着感、提高吸水性的角度出发，优选以扁平横截面的短轴的最大宽度B与最小宽度C（圆形断面连接部的最小宽度）之比B/C表示的异形度为 $1 < B/C < 5$ 。即，本发明的扁平截面纤维的凹部由于毛细管现象而使水分扩散，从而与圆形截面纤维相比可获得优异的吸水性能，但异形度为1时，仅成为扁平纤维，产生黏着感，也没有吸水性。B/C为5以上时，虽然没有黏着感，也具有吸水性，但圆形断面的连接部过短，扁平截面纤维的强度下降，会产生截面易破裂等其它缺陷，因而优选B/C满足 $1 < B/C < 5$ ，更优选满足 $1.1 < B/C < 2$ 。

对上述异形截面聚酯纤维的单纤纤度以及由该单纤构成的异形截面聚酯纤维的总纤度没有特别规定，用于衣料用途时，优选单纤纤度为0.3-3.0 dtex，异形截面聚酯纤维的总纤度优选为30-200 dtex。

本发明的第三目的是在第一目的的基础上，提供吸水、速干性优异的异形截面聚酯纤维。该目的是通过下述异形截面聚酯纤维实现的。

即，一种异形截面聚酯纤维，该聚酯纤维含有在上述特定催化剂存在下缩聚形成的聚酯聚合物作为主要成分，纤维横截面由芯部和3-8个从芯部向外侧突出的翅翼部构成，用下式(iii)定义的突起系数为0.3-0.7。

$$\text{突起系数} = (a_1 - b_1) / a_1 \quad (\text{iii})$$

[上式中， a_1 表示由纤维截面内壁的内切圆中心到翅翼部顶点的长度， b_1 表示纤维截面内壁的内切圆半径。]

具有所述横截面形状的聚酯纤维能经受拉伸假捻加工时的冲击，拉伸假捻加工后，仍具有使布帛显示充分吸水、速干性的性能。

而且，上述聚酯纤维即使在通常的条件下进行拉伸假捻，拉伸假捻加工时也少有发生断丝（加工断丝）和起毛。并且所得拉伸假捻加工丝的纤维横截面扁平程度在纤维轴向上适度分散，沿纤维轴向成为不一样的纤维横截面，形成纤维间空隙大的纤维集合体。这样的大纤维间空隙可进一步提高吸水、速干性能和该性能的洗涤耐久性。而且，纤维横截面扁平程度沿纤维轴向适度分散的纤维集合体兼有带来布帛自然干爽感的性能。

上述突起系数小于0.3的翅翼部，没有在拉伸假捻加工后的纤维横截面上形成充分的毛细管空隙的功能，无法显示出吸水、速干性。而且，这样的短小翅翼部在对布帛施加吸水处理剂时，其固定作用小，使得该处理剂的洗涤耐久性有降低的趋势。布帛的品质风格也变成象平坦（フラット）的纸一样。而突起系数超过0.7的翅翼部，在拉伸假捻加工时，加工张力容易在该翅翼部集中，纤维截面发生部分破坏，无法形成充足的毛细管，吸水性能低。

即使是突起系数为0.3-0.7的翅翼部，如果纤维横截面上具有1-2个该翅翼部，则封闭于内侧的纤维横截面部分只形成最大的一个，难以体现毛细管现象，吸水性能降低。另外，布帛的风格也容易变成象平坦的纸一样。而如果超过8个，则在拉伸假捻加工时，加工张力容易在该翅翼部集中，纤维截面发生部分破坏，无法形成充足

的毛细管，吸水性能降低。

优选上述异形截面聚酯纤维的结晶度为 30% 以下，沸水收缩率为 15% 以上。这样，该纤维的结晶区域不增大，纤维结构不会变得刚直，从而在通常的拉伸假捻条件下，拉伸假捻加工丝的纤维截面扁平度易于在纤维轴向上适度分散。结果，使吸水、速干性能和该性能的洗涤耐久性得到进一步提高，并可显现出布帛的自然干爽感。而使沸水收缩率为 70% 以下，可获得稳定的纤维结构。

作为上述异形截面聚酯纤维的织造方法，可以采用公知的熔纺法。例如，将聚酯在通常的条件下干燥，用螺杆挤压机等熔融挤出机进行熔融，从例如第 3076372 号日本专利中所公开的喷丝板（图 4）喷出，通过历来已知的方法冷却、固化，然后卷取，其中所述图 4 的喷丝板上配置有形成翅翼部的喷丝孔，该形成翅翼部的喷丝孔由间隔配置于形成芯部的圆形喷丝孔（图 4 的 3）周围的 3-8 个、更优选 4-6 个小圆形开口部（图 4 的 5）与狭槽状开口部（图 4 的 4）连接形成的。为制造具有上述结晶度和沸水收缩率的纤维，优选卷取速度为 2000-4000 米/分钟，更优选 2500-3500 米/分钟。

此时，通过改变形成芯部的圆形喷丝孔的半径（图 4 的 b_2 ）、该圆形喷丝孔的中心点到形成翅翼部的喷丝孔的先端部的长度（图 4 的 a_2 ）等，可以任意设定，使纤维截面的突起系数为 0.3-0.7。通过改变喷丝头温度和/或冷却风量，可以一定程度上控制纤维截面的突起系数。另外，作为冷却风，最好采用设置于从喷丝板下方的纺丝筒送风的侧向冷却方式，纺丝筒的上端距喷丝板下方为 5-15 cm，长度为 50-100 cm。

本发明的第四目的是在第一目的的基础上，提供一种异形截面聚酯纤维，用该聚酯纤维可制得具有膨松柔软的质量风格的布帛。该目的是通过下述异形截面聚酯纤维实现的。

即，一种异形截面聚酯纤维，该聚酯纤维含有在上述特定催化剂存在下缩聚形成的聚酯聚合物作为主要成分，纤维横截面由芯部

和沿该芯部的长度方向自芯部呈放射状突出的多个翅翼部构成，并且通过对同时满足下述(a)-(c)条件的纤维进行碱减量处理，使翅翼部的至少一部分从芯部分离。

$$1/20 \leq S_B/S_A \leq 1/3 \quad (\text{iv})$$

$$0.6 \leq L_B/D_A \leq 3.0 \quad (\text{v})$$

$$W_B/D_A \leq 1/4 \quad (\text{vi})$$

(S_A 表示芯部的截面积； D_A 表示芯部截面为圆形时该圆形的直径、或者不为圆形时其外切圆的直径； S_B 、 L_B 和 W_B 分别表示翅翼部的截面积、最大长度和最大宽度。)

图 5 表示上述纤维横截面的一个例子和这时的 S_A 、 D_A 、 S_B 、 L_B 和 W_B 。

这里，当 $1/20 > S_B/S_A$ 或 $1/3 < S_B/S_A$ 时，即存在其截面积小于芯部截面积的 $1/20$ 或者大于 $1/3$ 的翅翼部时，丝条的膨松性下降。

$0.6 > L_B/D_A$ 时，即存在其最大长度小于芯部直径的 0.6 倍的翅翼部时，丝条的膨松性下降，而 $3.0 < L_B/D_A$ 时，即存在其最大长度超过芯部直径的 3.0 倍的翅翼部时，翅翼部会发生卷曲，质量品质变得粗硬。

进而，当 $W_B/D_A > 1/4$ 时，即存在其最大宽度大于芯部直径的 $1/4$ 的翅翼部时，难以通过碱减量处理使翅翼部分离。

上述翅翼部的最大宽度越小，则越易通过碱减量处理使翅翼部分离，但若该宽度变得过小，则翅翼部将发生弯曲，所以优选 W_B/D_A 的最小值止于 $1/8$ 左右。

若对丝条芯部和翅翼部的尺寸进行具体说明，则翅翼部的旦尼尔优选为 0.9 dtex 以下，更优选为 0.7 dtex 以下。翅翼部的旦尼尔过大，则不能通过分裂翅翼部得到极细手感，若增大翅翼部面积，则会因分裂而使悬垂性变差。优选芯部的纤度为 1 dtex 以上 5dtex 以下。芯部的纤度超过 5 dtex，则翅翼部与芯部即使分裂，也不能获得充分的柔软感，织物的质量风格有变硬的趋势。而纤度小于 1 dtex，则即

使有尖锐形状的多叶形截面，相互填充作用也会提高，难以有效获得大空隙。

优选碱减量处理前的聚酯纤维中含有相对于该纤维总重量为0.5-5.0%重量的下式(vii)所示相容性参数 χ 为0.1-2.0的化合物。这样有助于翅翼部与芯部的分离，获得更大的膨松性和提高质量风格。

$$\chi = (V_a/RT)(\delta a - \delta b)^2 \quad (vii)$$

上式中， V_a 表示聚酯的摩尔体积(cm^3/mol)， R 表示气体常数($\text{J}/\text{mol}\cdot\text{K}$)， T 表示绝对温度(K)， δa 和 δb 分别表示聚酯和上述化合物的溶解度参数($\text{J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$)。

这里， χ 小于 0.1 时，聚酯与上述化合物相容，难以通过碱减量处理发生翅翼部分离。而 χ 超过 2.0 时，聚酯与上述化合物完全相分离，聚合物增稠，纺丝性有下降的趋势。

上述化合物在聚酯中的混合量小于 0.5% 重量时，难以取得提高膨松性的效果，而含量超过 5.0% 重量时，上述化合物易发生凝集，同样难以获得所需效果。

上述化合物的具体例子有聚乙烯、聚丙烯、聚异丁烯、聚苯乙烯、聚四氟乙烯、聚氯四乙烯、聚氯三氟乙烯、聚丙酸乙烯酯、聚丙烯酸七氟丁酯、聚丁二烯、聚异戊二烯、聚氯丁二烯、聚乙二醇、聚丁二醇、聚三甘醇、聚丙烯酸甲酯、聚丙烯酸丙酯、聚丙烯酸丁酯、聚丙烯酸异丁酯、聚甲基丙烯酸甲酯、聚甲基丙烯酸乙酯、聚甲基丙烯酸苄酯、聚甲基丙烯酸乙氧基乙酯、聚甲醛、聚乙烯硫化物、聚苯乙烯硫化物等聚合物和硅氧烷或者它们的改性物等。上述化合物可以两种以上组合使用。

上述化合物的平均分子量如果过小，则在挤压机或喷丝头中滞留时，将发生热分解，而如果分子量过大，则与聚酯的熔融混合性下降，所以优选平均分子量为 3000-25000。

此外，将上述化合物添加混合到聚酯中时，可以任意采用历来已知的方法，例如将聚酯和上述化合物熔融捏合后造粒的方法；在

熔纺工序中，向熔融聚酯中喷射混合上述化合物的方法；通过静态混合器混合的方法等。

可以通过例如下述方法获得碱减量处理前的聚酯纤维。

即，将通过形成芯部的喷丝孔熔融喷出的聚酯，与通过呈放射状间隔配置于该喷丝孔周围的多个形成翅翼部的狭槽状喷丝孔熔融喷出的与上述一样的聚酯，在熔融状态下连接，将其冷却固化。

具体地说，就是使上述聚酯经由如图 6A 所示的喷丝板熔融喷出，将自喷丝孔 5 喷出的物质与自喷丝孔 6 喷出的物质在熔融状态下连接，然后冷却固化，其中所述喷丝板具有形成芯部的圆形喷丝孔 5 和呈放射状间隔配置于该圆形喷丝孔 5 周围的多个（图 6A 中为 4 个）形成翅翼部的狭槽状喷丝孔 6。

可以根据需要对纺出的丝条实施拉伸或热处理等。

这里，翅翼部数为 1 个或 7 个以上时，通过碱减量处理形成的丝条内的空隙变小，难以使其具有充分的膨松性。在 1 个形成芯部的喷丝孔周围配置的形成翅翼部的狭槽状喷丝孔的优选个数为 3-6 个，更优选 4 个。各翅翼部的截面积、最大长度和最大宽度不一定非要相同，可以各自不同。而且，优选各翅翼部以芯部为中心，各向同性呈放射状突出，但也不限于此。

本发明中，对形成芯部的圆形喷丝孔 5 和形成翅翼部的狭槽状喷丝孔 6 的尺寸没有特别限定，但为了使芯部的截面积和直径、各翅翼部的截面积、最大长度和最大宽度在上述 3 个式子(a)、(b)、(c)规定的范围内，优选以 D'_A 表示形成芯部的圆形喷丝孔 5 的直径（喷丝孔 5 的截面形状不是圆形时， D'_A 表示喷丝孔 5 的外切圆的直径。）、以 L'_B 和 W'_B 分别表示形成翅翼部的狭槽状喷丝孔 6 的最大长度和最大宽度、以 L'_{AB} 表示喷丝面上的喷丝孔 5 与 6 之间的最短间隔时， D'_A 、 L'_B 、 W'_B 和 L'_{AB} 同时满足下述要素(viii)-(x)。

$$1 \leq L'_B/D'_A \leq 4 \quad (\text{viii})$$

$$1/7 \leq W'_B/D'_A \leq 1/2 \quad (\text{ix})$$

$$0.01 \text{ mm} \leq L'_{AB} \leq 0.2 \text{ mm} \quad (\times)$$

D'_A 、 L'_B 、 W'_B 和 L'_{AB} 在上述范围之外时，会出现纺丝状态变差、喷丝板磨损快的情况。

形成翅翼部的狭槽状喷丝孔不一定都要是一样的矩形，可以如图 6B 所示，在其上一部分具有圆弧状的膨胀部分，或者其宽度连续发生变化。

另一方面，如果用单一的喷丝孔代替上述两种喷丝孔 5、6（或 6'）喷吐聚酯，制成具有上述芯部和翅翼部的丝条，则芯部与翅翼部为一个整体，并且芯部与翅翼部的取向大致相同，具有难以通过后述的碱减量处理使翅翼部分离的倾向。

在进行如上说明的纺丝时，从形成翅翼部的狭槽状喷丝孔喷出的聚合物比从形成芯部的喷丝孔喷出的聚合物受到更大的牵伸，所以翅翼部的取向比芯部的取向更高。因此，在上述丝条中，特别是芯部与翅翼部的连接面处的分子交络少，连接面的界面结合力小，通过进行碱减量处理，翅翼部以优势从部分芯部上分离，并且因芯部与翅翼部的取向差而发生收缩差，可获得具有所需膨松性和柔软质量风格的丝条。

本发明中，对所得丝条进行碱减量处理，翅翼部的至少一部分从芯部分离，不过该分离方法对于尽可能抑制翅翼部或芯部因切断而形成自由突出纤维端（起毛）是有效的。由现有技术可知，采用利用高压压缩气流的流体喷嘴处理等的发生极大能量移动的物理手段来分裂丝条，将大量形成自由突出纤维端，而且翅翼部开裂成原纤状，从而制成织物时将呈现短纤维纱的外观，织物的匀整性受损。

上述碱减量处理可以在丝、纱线或织物的任何状态下实施。但是最好在织物的状态下实施。碱处理条件可以直接采用通常聚酯纤维的碱处理条件。具体地说，使用氢氧化钠、氢氧化钾、碳酸钠、碳酸钾等的水溶液，适当设定浓度为 10-100 g/升，设定温度为 40-180 °C，设定处理时间为 2 分钟至 2 小时即可。

优选通过碱减量处理得到的翅翼部的分离率 S 为 30% 以上，且位于复丝表层部的丝的翅翼部分离率 S 比位于复丝中心部的丝的翅翼部分离率 S 大。这里，翅翼部分离率 S 是用下式定义的值。

$$S (\%) = (\text{分离的翅翼部数} / \text{翅翼部总数}) \times 100$$

位于复丝表层部的丝是指在上述多叶形丝的总数中，在复丝截面上距复丝的假想外切圆最近开始 30% 范围内的丝。位于复丝中心部位的丝是指与上述一样，距假想外切圆的中心最近开始 30% 范围内的丝。

通过这样的碱减量，可以得到如图 7 所示的翅翼部从芯部分离的单纤。图 7 是一个上述异形截面聚酯纤维例的从侧面见到的部分放大图，4 表示单纤，1 表示芯部，2、3 表示自芯部呈放射状突出的翅翼部的大部分处于从芯部分离的状态。

图 7 例示的异形截面聚酯纤维 4 中，沿芯部 1 的长度方向与芯部 1 连接、自芯部 1 呈放射状突出的翅翼部 2、3 通过碱减量处理从芯部 1 分离，成为独立的丝。

如图 7 的翅翼部 2 所示，优选上述翅翼部在单纤的整个长度内连续从芯部 1 分离，使该翅翼部象独立的丝那样起作用。但是，不一定要所有翅翼部都在丝的全长范围内分离，也可以如翅翼部 3 那样，存在与芯部连接的部分。

使翅翼部从芯部 1 分离，可以使例如织物中邻近的芯部之间具有充分的空隙，织物的膨松性变得比较好（图 5 所示丝相对于 1 个芯部具有 4 个翅翼部，但图 7 中相对于 1 个芯部仅例示了 2 个翅翼部 2、3）。

优选将上述异形截面聚酯纤维与该纤维之间或与其它纤维混合、交络，形成混合长丝，然后制成织物，之后再进行碱减量处理。可以采用并丝、混捻、空气交络等历来已知的任何方法，将纤维混合、交络，制成混合长丝。

本发明的第五目的是在第一目的的基础上，提供一种异形截面

聚酯纤维，用该聚酯纤维可以制得具有粗犷的粗糙感，膨松感、柔软性、轻量感优异，且没有染色不匀的丝绸风格的布帛。该目的是通过下述异形截面聚酯纤维实现的。

即，一种异形截面聚酯纤维，该聚酯纤维含有在上述特定催化剂存在下缩聚形成的聚酯聚合物作为主要成分，纤维横截面形状由三角形部分和从该三角形的一个顶点延伸出去的突出部构成，同时满足下式(viii)和(ix)，且该三角形部分内具有3-15%的中空部分。

$$0.7 \leq L1/L2 \leq 3.0 \quad (\text{viii})$$

$$3.0 \leq h2/h1 \leq 10.0 \quad (\text{ix})$$

(L1 表示从三角形部分与突出部的连接点到突出部另一端的距离，L2 表示从三角形部分与突出部的连接点到三角形部分与该连接点相对的对边之间的距离，h1 表示突出部的宽度，h2 表示相对于三角形部分与突出部的连接点的三角形部分的对边长度。)

这里，当突出部的延伸出去的位置不是三角形部分的顶点，而是例如从三角形部分一边的中央延伸出去时，纺丝性将会下降，或者突出部从多个顶点延伸出去时，不仅纺丝性会下降，而且所得布帛的质量风格也变得不象野蚕，因而不优选。当突出部的形状不是扁平状，而是例如圆形断面那样的形状时，所得布帛的粗糙感将降低，因而不优选。这里所说的扁平状不需要在整个范围内厚度都均匀，可以其中一部分比其它部分厚。总之，只要下述突出部的长度(L1)与宽度(h1)之比(L1/h1)为2以上，特别是5以上即可。该比值小于2时，不能说是扁平状，所得布帛缺乏粗糙感和柔软性，因而不优选。

对于突出部从三角形部分延伸的方向，优选该方向在三角形的夹该顶角的两条边的延长线所形成的夹角内，特别是最优先在顶角的二等分线方向。

下面，参照附图对本发明作更详细的说明。图8是用于说明上述异形截面聚酯纤维的横截面形状的模式图。图8中，三角形部分(A)的外周与扁平状突出部的外周相交的两点之间的中点O是三角

形部分与扁平状突出部的连接点(图中为简便起见,用白圆表示。)。该连接点到突出部另一端的距离为突出部的长度 L1, 该连接点到三角形部分(A)的对边的距离为 L2。当该对边向外侧膨胀、向内侧凹陷时, 用直线连接三角形上连接点以外的两个顶点, 平行于该直线作与该对边相切的直线, 以到该切线的距离作为 L2。

此外, 以扁平状突出部在垂直于突出部(B)延伸方向的方向上的最大宽度作为突出部(B)的宽度 h1, 以垂直于上述对边且与该三角形部分(A)相切的两条直线之间的间隔作为对边的长度 h2。

上述式(viii)规定了三角形部分(A)的大小与扁平状突出部(B)的长度之间的关系, 对综合实现所得布帛的粗糙感、柔软性和膨松感很重要, 特别优选 $L1/L2$ 在 1.5-2.5 范围内。该值小于 0.7 时, 难以综合实现所得布帛的粗糙感和柔软性, 而超过 3.0 时, 难以稳定地纺丝, 同时所得布帛缺乏膨松感, 因而不优选。

上述式(ix)规定了三角形部分(A)的大小与扁平状突出部(B)的宽度之间的关系, 对实现所得布帛的膨松感很重要, 特别优选 $h2/h1$ 在 4.0-7.0 范围内。该值小于 3.0 时, 所得布帛的膨松感不足, 而超过 10.0 时, 纺丝时的喷丝稳定性下降, 难以稳定地纺丝, 因而不优选。

为使布帛具有轻量感、膨松感等, 必须使三角形部分(A)存在中空率为 3% 以上的中空部分。但是, 如果中空率过大, 则稳定纺丝性将下降, 所以将相对于该三角形部分(A)的中空率设为 15% 以下。优选该中空率在 3-10% 范围内是比较合适的。

本发明中, 优选上述聚酯含有相对于聚酯重量为 0.5-2.5% 重量的下述通式(V)所示有机磺酸金属盐, 因为这样可以经过碱减量处理, 在异形截面聚酯纤维的表面形成沿纤维轴向排列的微孔, 提高干爽感和粗糙感, 得到极象柞蚕丝的布帛。



(R^9 表示碳原子数为 3-30 的烷基或碳原子数为 7-40 的芳基或烷基芳基, M 表示碱金属或碱土金属。)

上式中， R^9 表示烷基或烷基芳基时，该烷基可以是直链状的，也可以具有分支的侧链。从与聚酯的相容性考虑，特别优选 R 为烷基的烷基磺酸金属盐。 M 为钠、钾、锂等碱金属或者钙、镁等碱土金属，其中优选钠、钾。这样的有机磺酸金属盐具体例如有硬脂基磺酸钠、辛基磺酸钠、月桂基磺酸钠盐等。

例如可以采用下述方法制造上述异形截面聚酯纤维。

图 9 是表示用于纺制上述异形截面聚酯纤维的喷丝板的一种喷丝孔形状例的模式图。

即，使聚酯在 280-300°C 的温度下，从具有上述喷丝孔形状的喷丝板熔融喷出，冷却固化，给纺出的丝条上油，根据需要通过交络装置使其交络，然后经由设定为室温的一对牵引辊，将未拉伸丝卷取成络筒。然后，将所得未拉伸丝以 600-1400 米/分钟的拉伸速度，经由加热至 80-110°C 的预热辊和设定为 170-240°C 的非接触式加热器，以 1.5-3.0 倍的拉伸倍率进行拉伸，还可以根据需要使其交络。

从纺丝稳定性考虑，优选熔纺温度为 275-300°C。适当设定纺丝牵引速度和拉伸倍率，使聚酯复合纤维的强度为 2.0-5.0 cN/dtex，伸长率为 30-50%。

优选上述异形截面聚酯纤维的单纤纤度为 1.5-5.0 dtex，丝条的总纤度为 50-170 dtex，另外沸水收缩率在 5.0-12.0% 范围内是合适的。

用上述异形截面聚酯纤维织造布帛时，可以根据需要适当加捻，织造成所需的组织。可以根据需要，对所得布帛实施碱减量处理，获得具备现有织物所未有的优异粗糙感和膨松感、柔软性、轻量感的织物。

上述目的中，因为目的在于轻量、粗糙感，所以不优选机织、针织成复杂的组织，优选织造成平纹组织或其变化组织、简单的斜纹组织或其变化组织、缎纹组织等。本发明异形截面纤维在布帛中所占的比例不一定非要为 100%，不过为获得优异的粗糙感和膨松感、柔软性、轻量感，优选其比例越多越好。

实施例

下面，通过实施例对本发明进行更具体的说明。但本发明并不限于这些实施例。通过下述方法测定实施例中的各项目。

(1) 特性粘度

使用邻氯苯酚作为溶剂，在35℃测定。

(2) 柔软性

通过触感进行感观评价，如下判定为：

3：柔软，极好；

2：良好；

1：有粗硬感，不好。

(3) 防透性

测定L值， $\Delta L = \text{使用白板时的 } L \text{ 值} - \text{使用黑板时的 } L \text{ 值}$ ，数值越小，防透性越优异。

(4) 透气性

以JIS L-1096-79-6.27透气性A法为基准，使用弗雷泽型透气量测试仪进行测定。

(5) 吸水性

通过JIS1096“Byreck法”测定。

(6) 耐磨损性

用マーチンデール磨耗试验机摩擦3000次，将未见布帛磨损的判断为良好，将可确认磨损的判断为不良。

(7) 钛元素含量、磷元素含量

将粒状聚酯试料在铝板上加热熔融，然后在压缩冲压机上将其压制成为具有平坦面的试验模塑件，使用理学电气工业株式会社制造的荧光X射线测定装置3270型，测定钛元素含量和磷元素含量。

(8) (L^*-b^*) 值

将聚酯纤维用12针距(ゲ-ジ)圆型针织机制成30cm长的编织圆筒坯布，用Macbeth公司织造的色彩测定装置(COLOR-EYE)，测定 L^* 值、 b^* 值，其差即为(L^*-b^*)值。

(9) 起毛数(个/ 10^6 米)

将250个聚酯纤维的筒子(或纱锭)装在具有起毛检测装置的整经机上，以400米/分钟的速度，进行42小时整经牵引。每当整经机停机时，目视检查有无起毛，将确认到的起毛总数换算成每 10^6 米纤维丝条长度的起毛数，以此作为起毛数。

实施例1

钛化合物的制备：

准备具有能混合搅拌内容物的装置的2L三颈烧瓶，向其中装入919g乙二醇和10g乙酸，混合搅拌，向该混合物中缓慢添加71g四丁氧基钛，制成钛化合物的乙二醇溶液(透明)。下文将该溶液记作“TB溶液”。该溶液的钛原子浓度为1.02%。

磷化合物的制备：

准备具有能加热、混合搅拌内容物的装置的2L三颈烧瓶，向其中装入656g乙二醇，一边搅拌一边加热至100℃。在达到上述温度时，添加34.5g磷酸一月桂酯，加热混合搅拌，溶解，制成透明的溶液。下面，将该溶液记作“P1溶液”。

催化剂的制备：

接着，向加热控制在 100℃的上述 P1 溶液(约 690 g)中，边搅拌边缓慢添加 310 g 预先准备好的 TB 溶液，全部添加后，在 100℃的温度下搅拌保持 1 小时，使钛化合物与磷化合物的反应完成。调整此时 TB 溶液与 P1 溶液的混合量比，使磷原子相对于钛原子的摩尔比例为 2.0。该反应生成的产物不溶于乙二醇，所以反应用液呈现白浊状态，反应产物以微细沉淀形式存在其中。下面，将该溶液记作“TP1-2.0 催化剂”。

为了分析所得反应沉淀，将一部分反应用液用孔隙 5μ的滤器过滤，收集固体形式的上述沉淀产物，然后水洗、干燥。将所得沉淀产物通过 XMA 分析法进行元素浓度分析，结果钛为 12.0%，磷为 16.4%，磷原子相对于钛原子的摩尔比例为 2.1。进一步进行固体 NMR 分析，得到下述结果。通过 C-13 CP/MAS(频率 75.5 Hz)测定法，确认来自四丁氧基钛的丁氧基的化学位移 14ppm、20ppm、36ppm 峰消失了，通过 P-31 DD/MAS(频率 121.5 Hz)测定法，确认到本来在磷酸一月桂酯中不存在的新的化学位移峰 22 ppm。由此可知，本条件下所得的沉淀明显为钛化合物与磷化合物反应形成的新化合物。

进而，在搅拌、氮气气氛、维持 255℃、常压的条件下，将 179 份高纯度对苯二甲酸与 95 份乙二醇混合制成的浆液以一定速度供给预先装有 225 份低聚物的反应器内，一边将反应生成的水和乙二醇馏出到体系外，一边进行 4 小时的酯化反应，然后使反应终止。此时的酯化率为 98%以上，形成的低聚物的聚合度为约 5-7。

将 225 份该酯化反应得到的低聚物移入缩聚反应槽中，加入 3.34 份上述制成的“TP1-2.0 催化剂”作为缩聚催化剂。接着，将体系内的反应温度从 255℃分段升温至 280℃，并将反应压力从大气压分段减压至 60 Pa，一边将反应中生成的水和乙二醇移出体系外，一边进行缩聚反应。

通过监测体系内搅拌桨叶所承受的负荷，确认缩聚反应的进行

程度，在达到所需的聚合度时，终止反应。此时，在反应过程中加入作为消光剂的二氧化钛，使其相对于聚酯总重量达到 2.5% 重量。之后，将体系内的反应物从排料口连续挤出形成条状，冷却，切片，制成粒径约 3 mm 的粒状切片。所得聚对苯二甲酸乙二醇酯的特性粘度为 0.62。

将该聚对苯二甲酸乙二醇酯颗粒在 290°C 的纺丝温度，从具有 36 个图 1 所示单纤截面形状喷丝孔的喷丝板纺丝，上油剂，以 3000 米/分钟的纺丝速度进行牵引，无需卷取，在 80°C 预热温度、120°C 热定型温度、1.67 拉伸倍率的条件下进行拉伸，以 5000 米/分钟的速度卷取，得到单纤度 2.4 dtex、总纤度 86 dtex 的由本发明扁平截面纤维构成的复丝。将所得复丝以 110 根/2.54 cm 的织密度、经纬线无捻织造成平纹织物，然后通过常规方法进行染色加工，通过上述各种方法评价所得布帛。结果如表 1 所示。

实施例 2-3、比较例 1

更换喷丝板，将喷丝孔换成能形成图 1 的(b)-(f)和圆形断面的单纤截面形状的形状，除此之外，与实施例 1 一样操作。结果如表 1 所示。

比较例 2

将缩聚催化剂改为三氧化锑的 1.3% 浓度乙二醇溶液作为，其加入量为 4.83 份，并且加入 0.121 份磷酸三甲酯的 25% 乙二醇溶液作为稳定剂，除此之外，与实施例 1 一样操作。结果如表 1 所示。

比较例 3

仅使用实施例 1 中制备的 TB 溶液作为缩聚催化剂，其加入量为 1.03 份，除此之外，与实施例 1 一样进行操作。结果如表 1 所示。

表 1

	实施例 1	实施例 2	实施例 3	比较例 1	比较例 2	比较例 3
截面形状	(a)	(b)	(c)	圆形断面	(b)	(b)
扁平度	3	3.7	4.5	-	3.7	3.7
异形度	2	2	2	-	2	2
柔软性	2	3	3	1	2	2
黏着感	无	无	无	无	无	无
防透性(ΔL)	13.5	12.0	11.0	15.0	12.0	11.0
透气性	2.0	1.2	1.1	6.8	1.2	1.5
吸水性	50	55	50	20	55	50
耐磨损性	良好	良好	良好	良好	良好	不良
L ⁺ -b ⁺	76	77	73	70	59	50
起毛(个/ 10^6 米)	0.04	0.05	0.05	0.05	2.70	0.80

实施例 4

在 100 份对苯二甲酸二甲酯和 70 份乙二醇的混合物中混入 0.009 份钛酸四正丁酯 (TBT)，将该混合物装入可进行加压反应的不锈钢容器中，一边加压至 0.07 MPa，并从 140℃ 升温至 240℃，一边进行酯交换反应，然后添加 0.035 份膦酰乙酸三乙酯 (TEPA)，终止酯交换反应。

之后，将反应产物移入聚合容器，升温至 290℃，在 26.67Pa 以下的高真空下进行缩聚反应，得到聚对苯二甲酸乙二醇酯。此时，在反应过程中加入作为消光剂的二氧化钛，使其相对于聚酯总重量达到 2.5% 重量。该聚对苯二甲酸乙二醇酯的特性粘度为 0.62、二甘醇量为 1.5%。进一步通过常规方法将所得聚对苯二甲酸乙二醇酯制粒。

将该聚对苯二甲酸乙二醇酯颗粒在 290℃ 的纺丝温度，从具有 36 个图 1 所示单纤截面形状喷丝孔的喷丝板纺丝，上油剂，以 3000 米/分钟的纺丝速度进行牵引，无需卷取，在 80℃ 预热温度、120℃ 热定型温度、1.67 拉伸倍率的条件下进行拉伸，以 5000 米/分钟的速度卷取，得到单纤度 2.4 dtex、总纤度 86 dtex 的由本发明扁平截面纤维构

成的复丝。将所得复丝以 110 根/2.54 cm 的织密度、经纬线无捻织造成平纹织物，然后通过常规方法进行染色加工，通过上述各种方法评价所得布帛。结果如表 2 所示。

实施例 5-6、比较例 4

更换喷丝板，将喷丝孔换成能形成图 1 的(b)、(c)和圆形断面的单纤截面形状的形状，除此之外，与实施例 4 一样操作。结果如表 2 所示。

比较例 5

在 100 份对苯二甲酸二甲酯和 70 份乙二醇的混合物中混入 0.064 重量份乙酸钙一水合物，将该混合物装入可进行加压反应的不锈钢容器中，一边加压至 0.07 MPa，并从 140℃ 升温至 240℃，一边进行酯交换反应，然后添加 0.044 重量份 56% 重量浓度的磷酸水溶液，终止酯交换反应。

之后，将反应产物移入聚合容器，以表中所示量加入三氧化二锑，升温至 290℃，在 26.67Pa 以下的高真空中进行缩聚反应，得到聚对苯二甲酸乙二醇酯。在该反应过程中，与实施例 4 一样加入二氧化钛。进一步通过常规方法将所得聚对苯二甲酸乙二醇酯制粒。

除使用上述聚对苯二甲酸乙二醇酯的颗粒外，与实施例 4 一样操作，结果如表 2 所示。

表 2

		实施例 4	实施例 5	实施例 6	比较例 4	比较例 5
Ti 化合物	种类	TBT	TBT	TBT	TBT	-
	含量(mmol%)	5	5	5	5	-
P 化合物	种类	TEPA	TEPA	TEPA	TEPA	-
	含量(mmol%)	30	30	30	30	-
Sb 化合物	种类	-	-	-	-	Sb ₂ O ₃
	含量(mmol%)	-	-	-	-	31
P/Ti		6	6	6	6	-
P+Ti		35	35	35	35	-
截面形状	(a)	(b)	(c)	圆形截面	(b)	
扁平度	3	3.7	4.5	-	3.7	
异形度	2	2	2	-	2	
柔软性	2	3	3	1	2	
黏着感	无	无	无	无	无	
防透性 (△L)	13.0	12.3	11.2	16.5	12.0	
透气性	2.1	1.4	1.2	7.0	1.2	
吸水性	52	57	52	16	55	
耐磨损性	良好	良好	良好	良好	良好	
L'-b'	78	78	74	71	58	
起毛 (个/10 ⁶ 米)	0.03	0.04	0.02	0.04	3.10	

进一步通过实施例 7-12、比较例 6-7 说明本发明。这些实施例、比较例中的各项目通过下述方法测定。

(1) 结晶度

通过广角 X 射线衍射法进行测定。采用理学电气社制造的 X 射线发生装置 (ローターフレックス RU-200)，用经镍滤光片滤成单色的 Cu-K α 射线测定散射强度，并通过下式计算结晶度。

$$\text{结晶度} = \frac{\text{结晶部分的散射强度}}{\text{总散射强度}} \times 100 (\%)$$

(2) 沸水收缩率

用框周长 1.125 米的纱框测长机制作卷数 20 次的绞纱，加上 0.022

cN/dtex 的负荷，挂在刻度板上，测定初期的绞纱长 L_0 。之后将该绞纱在 65°C 的温水浴中处理 30 分钟，然后放冷，再次挂在刻度板上，测定收缩后的长度 L，用下式计算沸水收缩率。

(3) 突起系数

拍摄聚酯复丝的截面显微镜照片，测定从单纤截面内壁的内切圆中心到翅翼部顶点的长度 (a_1) 和纤维截面内壁的内切圆半径 (b_1)，用下式计算突起系数。

$$\text{突起系数} = (a_1 - b_1) / a_1$$

(4) 钛元素含量、磷元素含量

将粒状聚酯试料在铝板上加热熔融，然后在压缩冲压机上将其压制成具有平坦面的试验模塑件，使用理学电气工业株式会社制造的荧光 X 射线测定装置 3270 型，测定钛元素含量和磷元素含量。

(5) 喷丝板异物高度

采用各实施例所示方法、条件进行熔纺后，向喷丝板表面喷脱模剂，使喷出聚合物不附着，取下喷丝板，通过显微镜测定喷丝孔周围附着、堆积的喷丝板异物高度。测定所有喷丝孔的喷丝板异物高度，用它们的平均值表示。

(6) 纺丝断丝率 (%)

除开人为因素或机器因素引起的断丝，记录纺丝机运行中发生的纺丝断丝次数，用下式计算纺丝断丝率 (%)。

纺丝断丝率 (%) = [断丝次数 / (运转络筒数 × 落筒数)] × 100
这里，落筒数是指将未拉伸丝筒达到预定量 (10 kg) 的卷取次数。

(7) 加工断丝率

采用スグラッゲ公司制造的 SDS-8 型拉伸假捻加工机，对 10 kg

卷聚酯复丝纤维筒进行拉伸假捻加工，记录制作 2 个 5 kg 卷聚酯假捻加工丝筒过程中的断丝次数，用下式计算加工断丝率。

$$\text{加工断丝率} = \frac{\text{断丝次数}}{(\text{运转锭数} \times 2)} \times 100$$

(8) 加工起毛

用东丽株式会社制造的 DT-104 型起毛计数装置，以 50 米/分钟的速度，连续 20 分钟测定假捻加工丝发生的起毛数。

(9) 织物质量风格

以 600 个/米对拉伸假捻加工丝进行加捻，制成使用经线、纬线的斜纹织物布帛。然后，在 100℃ 进行精练、松弛处理，在 180℃ 进行 45 秒的预定型干热处理，进行 15% 的碱减量处理，在 130℃ 染色 30 分钟，自然干燥后，在 170℃ 进行 45 秒的最终定型，制成织物。

检查人员通过触感判断该织物，按下述基准分级。

一级：自然，有干爽的触感。

二级：感觉干爽感稍微少了一些。

三级：平坦，有象纸一样的触感。

(10) 吸水速干性（芯吸值）

根据 JIS L1907 纤维制品的吸水试验法、5.1.1 项吸水速度（滴下法），测定落下水滴在由聚酯假捻加工丝制成的试验布表面上直至不发生表面反射为止的秒数（芯吸值），以此作为吸水、速干性的指标。 L_{10} 表示通过 JIS L0844-A-2 法洗涤 10 次后的芯吸值（秒）。

(11) ($L^* - b^*$) 值

将聚酯纤维用 12 针距圆型针织机制成 30 cm 长的编织圆筒坯布，用三ノルタ株式会社制造的亨特色差计 CR-200 测定 L^* 值、 b^* 值，其差即为 ($L^* - b^*$) 值。

实施例 7-9

钛化合物、磷化合物、催化剂各自的制备和低聚物的生成都与实施例 1 一样进行。

将 225 份所得低聚物移入缩聚反应槽，加入 3.34 份上述制成的“TP1-2.0 催化剂”作为缩聚催化剂。接着，将体系内的反应温度从 255 °C 分段升温至 280 °C，并将反应压力从大气压分段减压至 60 Pa，一边将反应中生成的水和乙二醇移出体系外，一边进行缩聚反应。

通过监测体系内搅拌桨叶所承受的负荷，确认缩聚反应的进行程度，在达到所需的聚合度时，终止反应。之后，将体系内的反应物从排料口连续挤出形成条状，冷却，切片，制成粒径约 3 mm 左右的粒状切片。所得聚对苯二甲酸乙二醇酯的特性粘度为 0.630。

预先准备穿设了 24 组喷丝孔组的喷丝板，所述喷丝孔组以与图 4 所示喷丝孔形状相同类型的喷丝孔为基础，分别具有表 1 所示个数的形成翅翼部的喷丝孔，该形成翅翼部的喷丝孔的狭槽宽度为 0.10 mm，该圆形喷丝孔中心点到先端部的长度（图 4 的 a_2 ）为 0.88 mm，形成芯部的圆形喷丝孔的半径（图 4 的 b_2 ）为 0.15 mm，将该喷丝板组装到喷丝组件中，装到喷丝头上。将上述聚对苯二甲酸乙二醇酯的颗粒在 150 °C 干燥 5 小时后，通过装备有螺杆式挤出机的熔纺设备熔融，导入 295 °C 的喷丝头中，从该喷丝板以喷吐量 40 g/分钟喷出。接着，从设置于喷丝板下方、其上端距喷丝板喷出面 10 cm 位置的长 60 cm 的侧向冷却型纺丝筒，以 5 Nm³/分钟的比率，向聚合物流吹送 25 °C 的冷却风，进行冷却、固化，上纺丝油剂，以 3000 米/分钟的速度卷取，得到分别具有表 3 所示结晶度、沸水收缩率、翅翼部个数和突起系数的聚对苯二甲酸乙二醇酯纤维。上述熔纺操作连续进行 7 天。

将所得聚对苯二甲酸乙二醇酯纤维装上スグラッグ公司制造的 SDS-8 型拉伸假捻机（3 轴摩擦圆盘假捻单元，216 锭），以拉伸倍率 1.65、加热器温度 175 °C、捻数 3300 个/米、拉伸假捻速度 600 米/

分钟进行拉伸假捻加工，得到纤度 84 dtex 的聚对苯二甲酸乙二醇酯拉伸假捻加工丝。实施例 1-3、比较例 1 中的芯吸值 (L_0 和 L_{10})、织物质量风格、加工断丝率和加工起毛的结果归纳在表 3 中。

比较例 6

用三氧化锑的 1.3% 浓度乙二醇溶液作为缩聚催化剂，其加入量为 4.83 份，并且加入 0.121 份磷酸三甲酯的 25% 乙二醇溶液作为稳定剂，除此之外，与实施例 8 一样操作。结果如表 3 所示。

表 3

	实施例 7	实施例 8	实施例 9	比较例 6
聚合催化剂	四丁氧基钛 与磷酸一月桂酯的反应 产物	四丁氧基钛 与磷酸一月桂酯的反应 产物	四丁氧基钛 与磷酸一月桂酯的反应 产物	Sb_2O_3
聚合催化剂中的钛化合物与磷 化合物的混合比例 ¹	2.0	2.0	2.0	-
翅翼部个数	3	4	6	4
突起系数	0.51	0.48	0.48	0.48
结晶度 (%)	21	22	22	20
沸水收缩率 (%)	59	56	55	57
芯吸值				
L_0 (秒)	0	0	0	0
L_{10} (秒)	10	3	7	11
纺丝 7 天后喷丝板异物高度 (μm)	3.0	2.5	3.7	89
7 天内的纺丝断丝率 (%)	0.3	0.5	1.0	5.4
起毛个数 (10^4 米)	2	3	1	31
拉伸假捻加工断丝率 (%)	3.2	3.4	4.2	25.4
(L^-b^-) 值	88	97	95	92
织物质量风格分级	一级	一级	一级	一级

*1：磷原子相对于钛原子的摩尔比率。

实施例 10-11

在 100 份对苯二甲酸二甲酯和 70 份乙二醇的混合物中混入 0.009 份钛酸四正丁酯 (TBT)，将该混合物装入可进行加压反应的不锈钢容器中，一边加压至 0.07 MPa，并从 140℃ 升温至 240℃，一边进行酯交换反应，然后添加 0.035 份膦酰乙酸三乙酯 (TEPA)，终止酯交换反应。

之后，将反应产物移入聚合容器，升温至 290℃，在 26.67Pa 以下的高真空下进行缩聚反应，得到特性粘度为 0.630、二甘醇量为 1.5% 的聚对苯二甲酸乙二醇酯。通过常规方法将所得聚对苯二甲酸乙二醇酯制粒。

预先准备穿设了 24 组喷丝孔组的喷丝板，所述喷丝孔组以与图 4 所示喷丝孔形状相同类型的喷丝孔为基础，分别具有表 1 所示个数的形成翅翼部的喷丝孔，该形成翅翼部的喷丝孔的狭槽宽度为 0.10 mm，该圆形喷丝孔中心点到先端部的长度（图 4 的 a_2 ）为 0.88 mm，形成芯部的圆形喷丝孔的半径（图 4 的 b_2 ）为 0.15 mm，将该喷丝板组装到喷丝组件中，装到喷丝头上。将上述聚对苯二甲酸乙二醇酯的颗粒在 150℃ 干燥 5 小时后，通过装备有螺杆式挤出机的熔纺设备熔融，导入 295℃ 的喷丝头中，从该喷丝板以喷吐量 40 g/分钟喷出。接着，从设置于喷丝板下方、其上端距喷丝板喷出面 10 cm 位置的长 60 cm 的侧向冷却型纺丝筒，以 5 Nm³/分钟的比率，向聚合物流吹送 25℃ 的冷却风，进行冷却、固化，上纺丝油剂，以 3000 米/分钟的速度卷取，得到分别具有表 4 所示结晶度、沸水收缩率、翅翼部个数和突起系数的聚对苯二甲酸乙二醇酯纤维。上述熔纺操作连续进行 7 天。

将所得聚对苯二甲酸乙二醇酯纤维装上スグラッグ公司制造的 SDS-8 型拉伸假捻机（3 轴摩擦圆盘假捻单元，216 锭），以拉伸倍率 1.65、加热器温度 175℃、捻数 3300 个/米、拉伸假捻速度 600 米/分钟进行拉伸假捻加工，得到纤度 84 dtex 的聚对苯二甲酸乙二醇酯

拉伸假捻加工丝。实施例 1-3、比较例 1 中的芯吸值 (L_0 和 L_{10})、织物质量风格、加工断丝率和加工起毛的结果归纳在表 4 中。

比较例 7

在 100 份对苯二甲酸二甲酯和 70 份乙二醇的混合物中混入 0.064 重量份乙酸钙一水合物，将该混合物装入可进行加压反应的不锈钢容器中，一边加压至 0.07 MPa，并从 140°C 升温至 240°C，一边进行酯交换反应，然后添加 0.044 重量份 56% 重量浓度的磷酸水溶液，终止酯交换反应。

之后，将反应产物移入聚合容器，以表中所示量加入三氧化二锑，升温至 290°C，在 26.67Pa 以下的高真空中进行缩聚反应，得到特性粘度为 0.630 的聚对苯二甲酸乙二醇酯。进一步通过常规方法将所得聚对苯二甲酸乙二醇酯制粒。

除使用上述聚对苯二甲酸乙二醇酯的颗粒外，与实施例 2 一样操作，结果如表 4 所示。

表 4

		实施例 10	实施例 11	实施例 12	比较例 7
Ti 化合物	种类	TBT	TBT	TBT	-
	含量(mmol %)	5	5	5	-
P 化合物	种类	TEPA	TEPA	TEPA	-
	含量(mmol %)	30	30	30	-
Sb 化合物	种类	-	-	-	Sb_2O_3
	含量(mmol %)	-	-	-	31
P/Ti		6	6	6	-
P+Ti (mmol %)		35	35	35	-
翅翼部个数		3	4	6	4
突起系数		0.51	0.48	0.48	0.48
结晶度 (%)		24	25	25	20
沸水收缩率 (%)		53	52	52	57
芯吸值					
L_0 (秒)		0	0	0	0
L_{10} (秒)		8	4	6	11
纺丝 7 天后喷丝板异物高度 (μm)		5.4	3.6	8.1	89
7 天内的纺丝断丝率 (%)		1.4	0.3	2.5	5.4
起毛个数 (10^4 米)		1	1	0	31
拉伸假捻加工断丝率 (%)		3.5	3.9	4.0	25.4
(L^-b^*) 值		90	96	91	88
织物质量风格分级		一级	一级	一级	一级

进一步通过实施例 13-34、比较例 8-11 说明本发明。这些实施例、比较例中的各项目通过下述方法测定。

(1) 丝的截面形状

观察以 3000 倍拍摄的碱减量处理前丝截面的照片，求出芯部的截面积 (S_A) 和直径 (D_A)、翅翼部的截面积 (S_B)、最大长度和最大宽度 (W_B)。

(2) 纺丝状态

进行连续 8 小时的熔纺，完全没有断丝的情况为 A，发生单纤

断裂(起毛)的情况为B,发生断丝的情况为C。

(3) 翅翼部的分离率 S

观察以1000倍拍摄的碱减量处理后丝截面的照片,求出分离的翅翼部数,通过下式算出复丝表层部和中心部的翅翼部的分离率S(%)。

$$S(\%) = (\text{分离的翅翼部的数}/\text{翅翼部的总数}) \times 100$$

(4) 织物的质量风格

对织物的膨松性、柔软感和悬垂性进行综合评价,以A(极好)~E(不良)的五级进行感观判定。

(5) 相容性参数 χ

由在各种溶剂中的溶解度,求出聚酯和与该聚酯微观上相分离的化合物的溶解度参数 δa 、 δb ,通过下式算出。

$$\chi = (V_a/RT)(\delta a - \delta b)^2$$

上式中, V_a 表示聚酯的摩尔体积(cm^3/mol), R 表示气体常数($\text{J/mol}\cdot\text{K}$), T 表示绝对温度(K), δa 和 δb 分别表示聚酯和化合物的溶解度参数($\text{J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$)。

(6) 喷丝板异物高度

采用各实施例所示方法、条件进行熔纺后,向喷丝板表面喷脱模剂,使喷出聚合物不附着,取下喷丝板,通过显微镜测定喷丝孔周围附着、堆积的喷丝板异物的高度。测定所有喷丝孔的喷丝板异物高度,用它们的平均值表示。

实施例 13-21

将919 g乙二醇和10 g乙酸混合搅拌,向其中添加71 g四丁氧基钛,制成钛化合物的乙二醇溶液(透明)。随后,将656 g乙二醇在

100℃过热搅拌，向其中加入 34.5 g 磷酸一月桂酯，加热混合搅拌，溶解，得到透明溶液。

接着，将两溶液在 100℃搅拌混合，全部添加后，在 100℃搅拌保持 1 小时，得到白浊状态的溶液。调整此时两溶液的混合量比，使磷原子相对于钛原子的摩尔比率为 2.0。过滤所得白色沉淀，水洗，干燥，制成聚合催化剂。

在搅拌、氮气气氛、维持 255℃、常压的条件下，将 179 份高纯度对苯二甲酸与 95 份乙二醇混合制成的浆液以一定速度供给预先装有 225 份低聚物的反应器内，一边将反应生成的水和乙二醇馏出到体系外，一边进行 4 小时的酯化反应，然后使反应终止。此时的酯化率为 98% 以上，形成的低聚物的聚合度为约 5-7。

将 225 份该酯化反应得到的低聚物移入缩聚反应槽中，加入 3.34 份上述制成的催化剂作为缩聚催化剂，并添加混合与聚酯微观上相分离的化合物，减压至 1 mmHg，通过下述常规方法进行聚合，切成粒状，得到特性粘度为 0.63 的聚对苯二甲酸乙二醇酯颗粒（以下称为聚对苯二甲酸乙二醇酯切片）。添加混合的化合物、化合物的 χ 值、添加量如表 5 所示。

将该聚对苯二甲酸乙二醇酯切片从具有 24 组图 6B 所示形状喷丝孔的喷丝板中，于 275℃熔融喷丝，一边使喷出的芯部与翅翼部连接，一边在侧向吹风纺丝筒内冷却，以 1000 米/分钟的速度卷取。

随后，用具备温度 90℃ 的热辊和温度 150℃ 的狭缝式加热器的拉伸机，以 2.55 倍的拉伸倍率，对上述卷取后的长丝进行拉伸热处理，得到 60 dtex/24 根丝的长丝。

将所得长丝制成 20 针距的编织圆筒原色坯布（筒编地），将该编织圆筒原色坯布在浓度 40 克/升的氢氧化钠水溶液中煮沸处理 20 分钟，进行碱减量处理。

各实施例的纺丝状态、喷丝板异物高度、织物质量风格等如表 5 所示。

比较例 8、9

除用三氧化锑作为聚合催化剂外，分别与实施例 15 和 18 一样制造聚对苯二甲酸乙二醇酯切片，纺丝，将其分别作为比较例 8 和 9。各实施例的纺丝状态、喷丝板异物高度、织物质量风格等如表 5 所示。

表 5

	化合物	χ	(添加量 (%重量))	翅翼部 的数 量)	S_B/S_A	L_B/D_A	纺丝 状态	异物高 度(μm)	翅翼部分分离率		织物 的质 量风 格
									表层 部(%)	中心 部(%)	
实施例 13	PEG	0.08	3.0	4	1/4	1.0	1/5	A	12	62	44
实施例 14	PEG	0.08	3.0	6	1/4	0.8	1/5	A	9	66	47
实施例 15	$C_{16}H_{31}$ 基接枝的 PEG	0.25	3.0	4	1/4	1.0	1/5	A	10	72	51
实施例 16	PE(30)/PMMA(70)共聚物	0.33	3.0	4	1/4	1.0	1/5	A	13	78	59
实施例 17	PE(90)/PMMA(10)共聚物	1.3	3.0	4	1/4	1.0	1/5	A	12	89	68
实施例 18	PE	2.2	3.0	4	1/4	1.0	1/5	A	14	70	52
实施例 19	PMMA	2.3	3.0	4	1/4	1.0	1/5	A	21	71	54
实施例 20	$C_{16}H_{31}$ 基接枝的 PEG	0.25	0.3	4	1/4	1.0	1/5	A	17	63	41
实施例 21	$C_{16}H_{31}$ 基接枝的 PEG	0.25	4.0	4	1/3	1.5	1/4	A	15	79	60
比例 8	$C_{16}H_{31}$ 基接枝的 PEG	0.25	3.0	4	1/4	1.0	1/5	B	55	70	53
比例 9	PE	2.2	3.0	4	1/4	1.0	1/5	C	61	71	53

实施例 22、23

实施例 22 中，将实施例 15 中所得长丝 A 与聚对苯二甲酸乙二醇酯切片从具有 18 组扁平喷丝孔 ($L/D = 5$) 的喷丝板熔融喷出，以 1500 米/分钟卷取，然后以 90℃ 预热温度、2.7 倍拉伸倍率进行拉伸，以 1.5 kg/cm^2 压缩空气压、1.5% 超喂比，通过交络喷嘴与制成 40 dtex/18 根丝的长丝 B 进行交络，制成混合长丝。

使用上述混合长丝，用施加了 S300T/M 加捻纱线的纱线作为经线、纬线，织成纺绸织物。松弛处理后，进行热定型，再进行 20% 碱减量处理。长丝 A、长丝 B 的收缩率和混合收率以及所得织物中翅翼部的分离率、织物的质量风格如表 6 所示。

实施例 23 中，将含有 0.05% 重量作为消光剂的二氧化钛、特性粘度为 0.64 的聚对苯二甲酸乙二醇酯切片，从具有 24 组图 6B 所示形状喷丝孔的喷丝板中于 275℃ 熔融喷丝，一边使喷出的芯部与翅翼部连接，一边在侧向吹风纺丝筒内冷却，以 2500 米/分钟进行卷取，以 90℃ 预热温度、1.8 倍进行拉伸后，通过 150℃ 非接触式加热器、2% 超喂比进行松弛热处理，得到 60 dtex/24 根丝的长丝 A。

另外，将聚对苯二甲酸乙二醇酯切片从具有 18 个圆形喷丝孔的喷丝板中熔融喷丝，以 1500 米/分钟进行卷取，然后以 90℃ 预热温度、3.0 倍拉伸倍率进行拉伸后，得到 40 dtex/18 根丝的长丝 B。

用上述长丝 A 和长丝 B，通过与实施例 23 一样的方法进行混合、织造，并实施碱减量处理。

实施例 22、23 中所得长丝 A 和长丝 B 的收缩率、混合比率以及所得织物中翅翼部的分离率、织物的质量风格如表 6 所示。此外，这里所说的混合比率是指长丝 A 相对于全部混合长丝（长丝 A 的重量+长丝 B 的重量）的混合比率。

表 6

	长丝 A			长丝 B	翅翼部的分离率		织物的质量风格
	沸水收缩率(%)	干热收缩率(%)	混合比率(%)	沸水收缩率(%)	表层部(%)	中心部(%)	
实施例 22	8	0.5	60	8	53	38	B
实施例 23	6	5	54	6	52	37	A

实施例 24-32

在 100 份对苯二甲酸二甲酯和 70 份乙二醇的混合物中混入 0.009 份钛酸四正丁酯 (TBT)，将该混合物装入可进行加压反应的不锈钢容器中，一边加压至 0.07 MPa，并从 140℃ 升温至 240℃，一边进行酯交换反应，然后添加 0.035 份膦酰乙酸三乙酯 (TEPA)，终止酯交换反应。此时的 $M_p/M_{Ti} = 3$ 、 $M_p + M_{Ti} = 35$ 。

之后，将反应产物移入聚合容器，升温至 290℃，在 26.67Pa 以下的高真空下进行缩聚反应，得到特性粘度为 0.630、二甘醇量为 1.5% 的聚对苯二甲酸乙二醇酯。进一步通过常规方法将所得聚对苯二甲酸乙二醇酯制切成片。

将该聚对苯二甲酸乙二醇酯切片从具有 24 组图 6B 所示形状喷丝孔的喷丝板中于 275℃ 熔融喷丝，一边使喷出的芯部与翅翼部连接，一边在侧向吹风纺丝筒内冷却，以 1000 米/分钟进行卷取。

随后，用具备温度 90℃ 的热辊和温度 150℃ 的狭缝式加热器的拉伸机，以 2.55 倍的拉伸倍率，对上述卷取后的长丝进行拉伸热处理，得到 60 dtex/24 根丝的长丝。

将所得长丝制成 20 针距的编织圆筒原色坯布 (筒编地)，将该编织圆筒原色坯布在浓度 40 克/升的氢氧化钠水溶液中煮沸处理 20 分钟，进行碱减量处理。

各实施例的纺丝状态、喷丝板异物高度、织物质量风格等如表 7 所示。

比较例 10、11

在 100 份对苯二甲酸二甲酯和 70 份乙二醇的混合物中混入 0.064 重量份乙酸钙一水合物，将该混合物装入可进行加压反应的不锈钢容器中，一边加压至 0.07 MPa，并从 140℃ 升温至 240℃，一边进行酯交换反应，然后添加 0.044 重量份 56% 重量浓度的磷酸水溶液，终止酯交换反应。

之后，将反应产物移入聚合容器，以表中所示量加入三氧化二锑，升温至 290℃，在 26.67Pa 以下的高真空下进行缩聚反应，得到聚对苯二甲酸乙二醇酯。进一步通过常规方法将所得聚对苯二甲酸乙二醇酯制切成片。

除使用上述聚对苯二甲酸乙二醇酯切片外，与实施例 26 和 29 一样操作，制得长丝，以其作为比较例 10 和 11。各实施例的纺丝状态、喷丝板异物高度、织物质量风格等如表 7 所示。

表 7

化合物	Ti化合物		P化合物		Sb化合物		χ	添加量 (%重 量)	翅翼 部的 效	S _b /S _A	L _b /D _A	纺丝 状态	翅翼部分分离率		织物 质量 风格			
	种类	含量 mmol%	种类	含量 mmol%	种类	含量 mmol%							表层部 (%)	中心部 (%)				
实施 例 24	PEG	TBT	5	TEPA	30	-	-	0.08	3.0	4	1/4	1.0	1/5	A	10	63	40	B
实施 例 25	PEG	TBT	5	TEPA	30	-	-	0.08	3.0	6	1/4	0.8	1/5	A	8	67	46	A
实施 例 26	C ₁₆ H ₃₁ 基接 枝的 PEG	TBT	5	TEPA	30	-	-	0.25	3.0	4	1/4	1.0	1/5	A	10	71	52	A
实施 例 27	PE(30)PM MA(70)共 聚物	TBT	5	TEPA	30	-	-	0.33	3.0	4	1/4	1.0	1/5	A	12	77	61	A
实施 例 28	PE(90)PM MA(10)共 聚物	TBT	5	TEPA	30	-	-	1.3	3.0	4	1/4	1.0	1/5	A	11	86	67	A
实施 例 29	PE	TBT	5	TEPA	30	-	-	2.2	3.0	4	1/4	1.0	1/5	A	14	71	52	B
实施 例 30	PMMA	TBT	5	TEPA	30	-	-	2.3	3.0	4	1/4	1.0	1/5	A	22	70	53	B
实施 例 31	C ₁₆ H ₃₁ 基接 枝的 PEG	TBT	5	TEPA	30	-	-	0.25	0.3	4	1/4	1.0	1/5	A	16	66	43	B
实施 例 32	C ₁₆ H ₃₁ 基接 枝的 PEG	TBT	5	TEPA	30	-	-	0.25	4.0	4	1/3	1.5	1/4	A	16	80	59	A
比较 例 10	C ₁₆ H ₃₁ 基接 枝的 PEG	-	-	-	-	Sb ₂ O ₃	31	0.25	3.0	4	1/4	1.0	1/5	B	57	71	52	A
比较 例 11	PE	-	-	-	-	Sb ₂ O ₃	31	2.2	3.0	4	1/4	1.0	1/5	C	65	73	52	B

实施例 33、34

实施例 33 中，将实施例 26 中所得长丝 A 与聚对苯二甲酸乙二醇酯切片从具有 18 组扁平喷丝孔 ($L/D = 5$) 的喷丝板熔融喷出，以 1500 米/分钟卷取，然后以 90°C 预热温度、2.7 倍拉伸倍率进行拉伸，以 1.5 kg/cm^2 压缩空气压、1.5% 超喂比，通过交络喷嘴与制成 40 dtex/18 根丝的长丝 B 进行交络，制成混合长丝。

使用上述混合长丝，用施加了 S300T/M 加捻纱线的纱线作为经线、纬线，织成纺绸织物。松弛处理后，进行热定型，再进行 20% 碱减量处理。长丝 A、长丝 B 的收缩率和混合收率以及所得织物中翅翼部的分离率、织物的质量风格如表 8 所示。

实施例 34 中，将含有 0.05% 重量作为消光剂的二氧化钛、特性粘度为 0.64 的聚对苯二甲酸乙二醇酯切片，从具有 24 组图 6B 所示形状喷丝孔的喷丝板中于 275°C 熔融喷丝，一边使喷出的芯部与翅翼部连接，一边在侧向吹风纺丝筒内冷却，以 2500 米/分钟进行卷取，以 90°C 预热温度、1.8 倍拉伸倍率进行拉伸后，通过 150°C 非接触式加热器、2% 超喂比进行松弛热处理，得到 60 dtex/24 根丝的长丝 A。

另外，将聚对苯二甲酸乙二醇酯切片从具有 18 个圆形喷丝孔的喷丝板中熔融喷丝，以 1500 米/分钟进行卷取，然后以 90°C 预热温度、3.0 倍拉伸倍率进行拉伸后，得到 40 dtex/18 根丝的长丝 B。

用上述长丝 A 和长丝 B，通过与实施例 33 一样的方法进行混合、织造，并实施碱减量处理。

实施例 33、34 中所得长丝 A 和长丝 B 的收缩率、混合比率以及所得织物中翅翼部的分离率、织物的质量风格如表 8 所示。

表 8

	长丝 A			长丝 B	翅翼部的分离率		织物的质量风格
	沸水收缩率(%)	干热收缩率(%)	混合比率(%)	沸水收缩率(%)	表层部 (%)	中心部(%)	
实施例 33	8.3	0.6	60	15.6	50	35	B
实施例 34	6.1	-4.0	54	16.1	56	39	A

下面，通过实施例 35-40、比较例 12-13，对本发明作更具体的说明。并通过下述方法测定实施例中的各项目。

(1) 特性粘度

用邻氯苯酚作为溶剂，在 35℃ 测定。

(2) 聚合物喷丝状态

纺丝中，观察从喷丝板中喷出的聚合物的喷吐状态，按照下述基准对喷吐状态进行分级。在复合纺丝开始 1 小时后、3 天后和 7 天后进行观察。

一级：喷出的丝条形成大体上固定的下流线，稳定地移动。

二级：可见到喷出的丝条具有小的弯曲、抖动、回旋等。

三级：喷出的丝条发生大的弯曲、抖动或回旋。部分聚合物与喷丝板接触，频繁发生断丝。

(3) 中空率 (%)

用聚酯纤维截面显微镜照片测定各单丝截面的中空部面积 (A) 和包围截面的面积 (B)，通过下式计算，以所测定的全部单丝横截面上的值的平均值作为中空率 (%)

$$\text{中空率} (\%) = A/B \times 100$$

(4) 纤度不匀 (U%)

用ツエルベ - ガ - ウ - スタ - 公司织造的 USTER TESTER 4

型，以 400 米/分钟的移动速度进行测定。

(5) 起毛数 (个/ 10^6 米)

将 250 个聚酯纤维的筒子 (或纱锭) 装在具有起毛检测装置的整经机上，以 400 米/分钟的速度，进行 42 小时整经牵引。每当整经机停机时，目视检查有无起毛，将确认到的起毛总数换算成每 10^6 米·纤维丝条长度的起毛数，以此作为起毛数。

(6) 染色不匀

将聚酯纤维用 12 针距圆型针织机制成 30 cm 长的编织圆筒坯布，用染料 (テラシールブル-GFL)，在 100℃染色 40 分钟，检查人员通过目视，按照下述基准对匀染性进行分级。

一级：染色均匀，基本上没有染色不匀

二级：可见到少量条痕或斑点状的染斑

三级：可见到一片条痕或斑点状染斑。

(7) 强度、伸长率

按照 JIS-L1013 进行测定。

(8) 质量风格

由 5 名熟练人员按照极好 (优)、良好 (良)、不良 (不行) 的三级，对粗糙感、膨松感、柔软性、轻量感进行评级，由其平均值算出质量风格。

实施例 35

钛化合物、磷化合物、催化剂各自的制备和低聚物的生成都与实施例 1 一样进行。

将 225 份通过该酯化反应得到的低聚物移入缩聚反应槽，加入 3.34 份上述制成的“TP1-2.0 催化剂”作为缩聚催化剂。接着，将体系

内的反应温度从 255℃分段升温至 280℃，并将反应压力从大气压分段减压至 60 Pa，一边将反应中生成的水和乙二醇移出体系外，一边进行缩聚反应，添加 0.6% 重量的碳原子数为 8-20、平均碳原子数为 14 的烷基磺酸钠，反应结束后，将体系内的反应物从排料口连续挤出形成条状，冷却，切片，制成粒径约 3 mm 左右的粒状切片。所得聚对苯二甲酸乙二醇酯的特性粘度为 0.63。

将所得聚酯颗粒通过常规方法干燥，然后导入装备了熔融挤出机（螺杆式挤压机）的纺丝机，熔融，导入装备在 290℃的喷丝头中的喷丝组件中，熔融喷丝，将该喷出的丝条冷却固化，之后上油，随后进行交络，再以 1400 米/分钟的速度卷取。将所得未拉伸丝在预热辊温度 90℃、热定型加热器（非接触式）温度 200℃、拉伸倍率 2.3 倍、拉伸速度 800 米/分钟的条件下进行拉伸，然后进行交络，得到 83 dtex/24 根丝、中空率为 15% 的聚酯异形截面纤维。纺丝过程中，未见到喷丝板的喷丝孔周围堆积异物，聚合物喷丝状态长期保持稳定。

用所得纤维作为经线和纬线，织造纺绸，按照常规方法进行精练、热定型、碱减量加工（减量率 15%）、染色，得到素织物的染色织物。所得纤维和织物的评价结果如表 9 所示。

比较例 12

用三氧化锑的 1.3% 浓度乙二醇溶液作为缩聚催化剂，其加入量为 4.83 份，并且加入 0.121 份磷酸三甲酯的 25% 乙二醇溶液作为稳定剂，除此之外，与实施例 35 一样操作，得到特性粘度为 0.63 的聚酯。将该聚酯通过与实施例 1 一样的方法、条件进行纺丝、拉伸，得到 83 dtex/24 根丝的聚酯异形截面纤维。纺丝过程中，喷丝板的喷丝孔周围的异物随时间增多，可见到喷出的丝条发生弯曲、抖动和回旋。进而与实施例 1 一样操作，得到染色织物。所得纤维和织物的结果如表 9 所示。

表 9

	实施例 35	比较例 12
缩聚催化剂	TP1-2.0	Sb ₂ O ₃
聚合物喷丝状态 (级别)		
纺丝 1 小时后	1	2
纺丝 3 天后	1	3
纺丝 7 天后	1	3
纤度不匀 (U%)		
纺丝 1 小时后	0.6	0.8
纺丝 3 天后	0.5	1.2
纺丝 7 天后	0.5	1.8
起毛 (个/10 ⁶ 米)		
纺丝 1 小时后	0.06	1.1
纺丝 3 天后	0.07	2.5
纺丝 7 天后	0.07	3.2
染色不匀 (级别)		
纺丝 1 小时后	1	2
纺丝 3 天后	1	3
纺丝 7 天后	1	3
质量风格	优	优
强度 (cN/dtex)	2.2	2.1
伸长率 (%)	33	32

实施例 36-37、比较例 13

除单纤的横截面形状分别为表 10 所示值以外，按照与实施例 35 一样的方法、条件进行纺丝、拉伸，得到聚酯异形截面纤维。再与实施例 35 一样操作，得到染色织物。所得织物的质量风格如表 10 所示。

比较例 13

除单纤的横截面形状分别为圆形截面外，按照与实施例 35 一样的方法、条件进行纺丝、拉伸，得到聚酯异形截面纤维。再与实施例 35 一样操作，得到染色织物。所得织物的质量风格如表 10 所示，但完全没有粗糙感。

表 10

	实施例 36	实施例 37	比较例 13
L1/L2	2.0	0.8	-
h2/h1	5.3	5.3	-
质量风格	优	优	不良

实施例 38-40

除纤维的中空率分别为表 11 所示值以外，按照与实施例 35 一样的方法、条件进行纺丝、拉伸，得到聚酯异形截面纤维。再与实施例 35 一样操作，得到染色织物。所得织物的质量风格如表 11 所示。

表 11

	实施例 38	实施例 39	实施例 40
中空率 (%)	3	8	13
聚合物喷丝状态 (级别)			
纺丝 1 小时后	1	1	1
纺丝 3 天后	1	1	1
纺丝 7 天后	1	1	1
纤度不匀 (U%)			
纺丝 1 小时后	0.5	0.4	0.4
纺丝 3 天后	0.5	0.3	0.4
纺丝 7 天后	0.5	0.4	0.4
起毛 (个/10 ⁶ 米)			
纺丝 1 小时后	0.05	0.04	0.05
纺丝 3 天后	0.05	0.03	0.04
纺丝 7 天后	0.04	0.04	0.05
染色不匀 (级别)			
纺丝 1 小时后	1	1	1
纺丝 3 天后	1	1	1
纺丝 7 天后	1	1	1
质量风格	优	优	优
强度 (cN/dtex)	2.6	2.2	1.8
伸长率 (%)	39	33	24

图 1

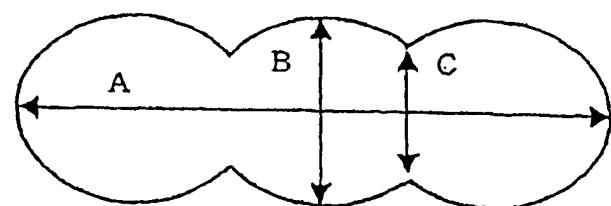


图 2

图 3

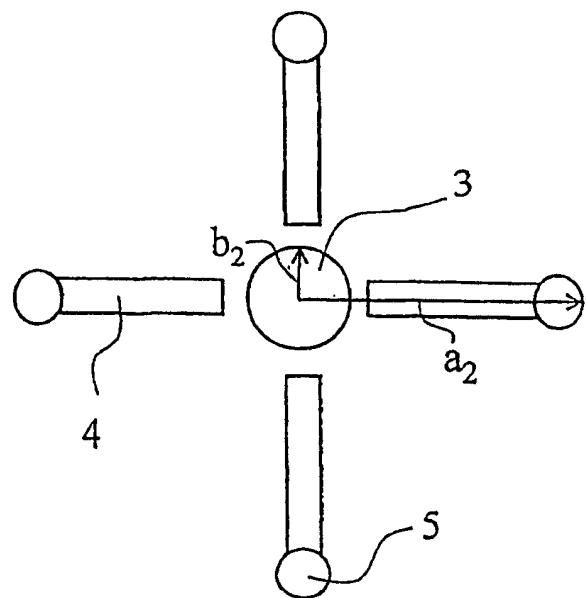
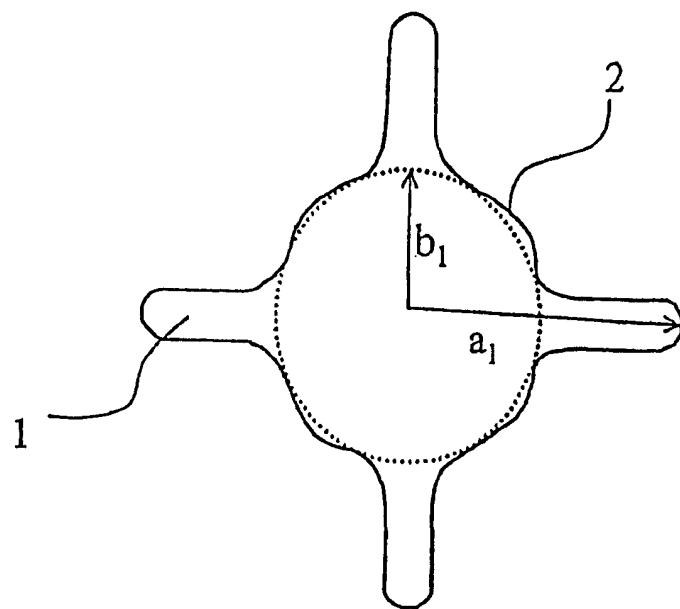


图 4

图 5

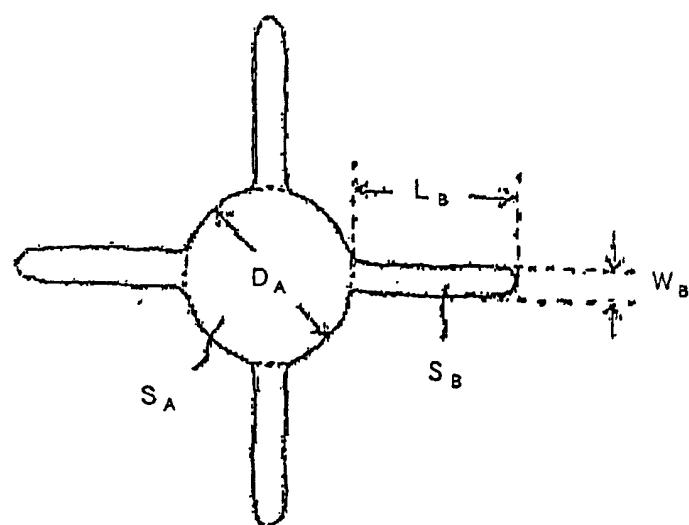


图 6

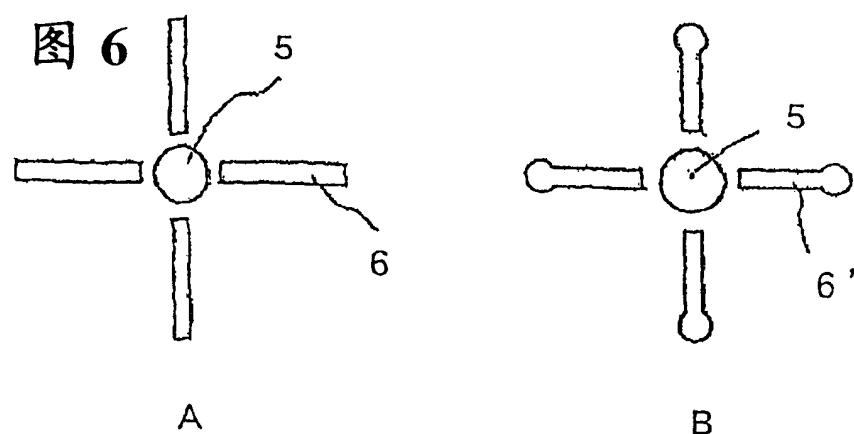


图 7

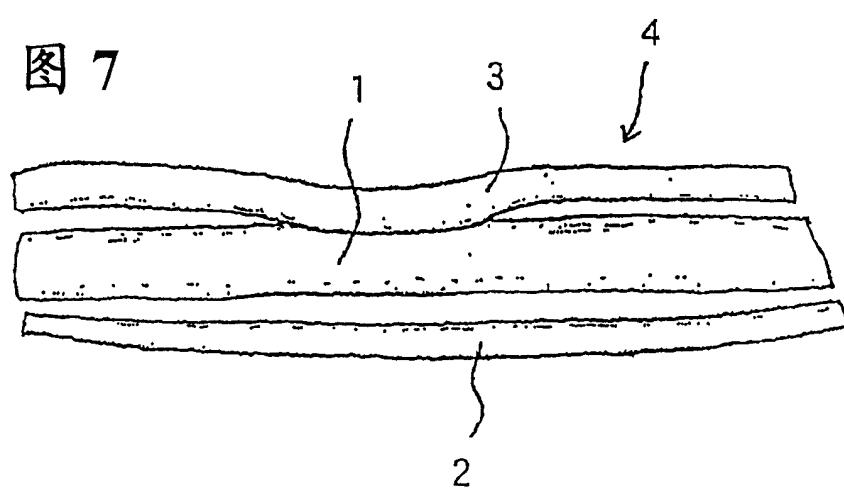


图 8

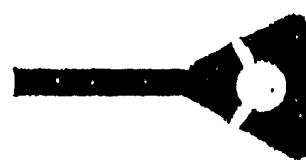
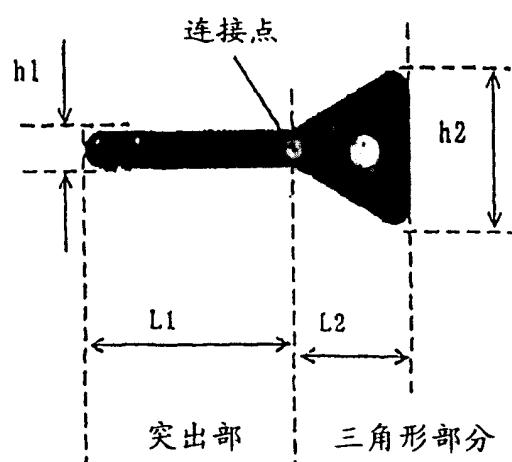


图 9