

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
D01F 6/86 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200780044671.6

[43] 公开日 2009年9月30日

[11] 公开号 CN 101548036A

[22] 申请日 2007.12.5

[21] 申请号 200780044671.6

[30] 优先权

[32] 2006.12.6 [33] US [31] 11/634, 646

[86] 国际申请 PCT/US2007/025006 2007.12.5

[87] 国际公布 WO2008/070159 英 2008.6.12

[85] 进入国家阶段日期 2009.6.3

[71] 申请人 纳幕尔杜邦公司

地址 美国特拉华州

[72] 发明人 J·C·常 H·B·森卡拉

[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 孙秀武

权利要求书2页 说明书20页

[54] 发明名称

熔纺的弹性酯复丝

[57] 摘要

本发明涉及在商业可行的条件下熔体纺丝聚醚酯热塑性弹性体以生产弹性酯复丝的方法,其中所述聚醚酯热塑性弹性体是聚亚丙基醚酯,其包含聚亚丙基醚二羧酸酯软链段和选自1,3-亚丙基二羧酸酯和/或1,4-亚丁基二羧酸酯硬链段的硬链段。

1. 用于制备弹性酯复丝的方法，所述方法包括以下步骤：
 - (a) 提供聚醚酯热塑性弹性体，所述弹性体包含按所述硬链段和软链段的组合重量计约 80% 至约 40% 重量的聚亚丙基醚二羧酸酯软链段和约 20% 至约 60% 重量的硬链段，所述硬链段选自：1, 3-亚丙基二羧酸酯、1, 4-亚丁基二羧酸酯以及它们的混合物；
 - (b) 通过将弹性体经由一个或多个喷丝头挤出，来熔体纺丝所述弹性体以形成至少 2 根长丝；以及
 - (c) 将所述长丝加工成复丝，
其中所述熔体纺丝以大于约 1200 米/分钟的纺丝速度进行。
2. 权利要求 1 的方法，其中所述二羧酸酯包括对苯二酸酯。
3. 权利要求 1 的方法，其中所述聚亚丙基醚酯包含约 80% 至约 40% 重量的聚亚丙基醚对苯二酸酯软链段和约 20% 至约 60% 重量的 1, 3-亚丙基对苯二酸酯硬链段。
4. 权利要求 1 的方法，其中所述聚亚丙基醚酯包含约 80% 至约 40% 重量的聚亚丙基醚对苯二酸酯软链段和约 20% 至约 60% 重量的 1, 4-亚丁基对苯二酸酯硬链段。
5. 权利要求 1 的方法，其中所述复丝包含具有约 0.5 至约 20 旦尼尔/长丝的长丝。
6. 权利要求 5 的方法，其中所述方法还包括交织和卷绕所述长丝。
7. 权利要求 1 的方法，其中所述复丝是纺丝拉伸的丝，并且所述加工包括以约 1250 至约 5000 米/分钟的拉伸速度拉伸所述长丝，所述拉伸速度是在所述拉伸步骤末端在所述辊处测量的。
8. 权利要求 7 的方法，其中所述加工成纺丝拉伸的复丝包括拉伸、热处理、交织和卷绕所述长丝。
9. 权利要求 1 的方法，其中所述复丝是部分取向的丝。
10. 权利要求 1 的方法，其中所述方法还包括将所述复丝切割成短纤维。

11. 权利要求 1 的方法，其中所述聚醚酯热塑性弹性体包含至少一种添加剂，所述添加剂选自：去光剂、成核剂、热稳定剂、增粘剂、光学增白剂、颜料和抗氧化剂。
12. 权利要求 1 的方法，其中所述复丝是具有约 100% 至约 600% 的伸长率的弹性酯丝。
13. 权利要求 1 的方法，其中所述复丝是具有约 0.5 至约 2.5 克/旦尼尔的强度的弹性酯丝。
14. 用于制备变形复丝的方法，所述变形复丝包含聚亚丙基醚酯的长丝，所述聚亚丙基醚酯包含约 80% 至约 40% 重量的聚亚丙基醚二羧酸酯软链段和约 20% 至约 60% 重量的硬链段，所述硬链段选自：1,3-亚丙基二羧酸酯和 1,4-亚丁基二羧酸酯，所述方法包括：(a)由权利要求 9 的方法制备部分取向的复丝的卷装；(b)从所述卷装上退绕所述丝；(c)拉伸所述长丝以形成拉伸的丝；(d)假捻变形所述拉伸的丝以形成所述变形纱；和(e)将所述丝卷绕到卷装上。
15. 由权利要求 1 的方法制备的复丝。
16. 包含权利要求 15 的复丝的织物。

熔纺的弹性酯复丝

发明领域

本发明涉及在商业可行的条件下熔体纺丝聚醚酯热塑性弹性体以生产弹性酯 (elastoester) 复丝的方法, 其中所述聚醚酯热塑性弹性体是聚亚丙基醚酯, 其包含聚亚丙基醚二羧酸酯软链段和选自 1, 3-亚丙基二羧酸酯和/或 1, 4-亚丁基二羧酸酯硬链段的硬链段。

发明背景

在美国, 名称“弹性酯”是纤维领域中的分类名称, 其包含按重量计至少 50% 的脂族聚醚和按重量计至少 35% 的聚酯。弹性酯像斯潘德克斯弹性纤维一样可拉伸, 易于洗涤, 并且在润湿时能够承受高温。弹性酯据称能够比尼龙和斯潘德克斯弹性纤维更好地保持染料, 并且不易褪色或不易受氯的不良影响, 而不易褪色或不易受氯的不良影响是泳装之类衣服的重要特征。

US6562457 公开了包含聚亚丙基醚酯软链段和 1, 4-亚丁基酯硬链段的聚醚酯热塑性弹性体。US6599625 公开了包含聚亚丙基醚酯软链段和 1, 3-亚丙基酯硬链段的聚醚酯热塑性弹性体。US6905765 公开了包含聚(亚丙基-亚乙基醚)酯软链段和亚烷基酯硬链段的聚醚酯弹性体。

以上公布表明其中所公开的聚醚酯可用于制造纤维、连续长丝或短纤维, 并且该纤维可用于制备织造织物、编织织物和非织造织物。所公开的纤维是可拉伸的, 具有良好的氯耐受性, 可在常见的聚酯染色条件下被染色, 并且具有优良的物理特性, 包括优异的强度和拉伸恢复特性, 尤其是改善的卸载力和应力衰减。

US6562457 和 US6599625 还表明所述纤维可以最高约 1200m/min 的速度由所公开的聚合物熔纺, 并且可被拉伸最多约 6 倍。能够在这些条件下熔体纺丝将是超过溶液纺丝的一个商业优点, 溶液纺丝用于斯潘德克斯弹性纤维或弹力棉, 一种人工制造的包含至少 85% 嵌段式聚氨酯的纤维。

尽管上述的一般性公开，US6562457 和 US6599625 仅例示了以 4 倍的拉伸比和约 160m/min 的速度对单丝的熔体纺丝。这些纺丝条件对于所述纤维的实际商业化来说太慢。成功的商业化一般要求纺丝速度大于约 1200m/min 并且拉伸比高达 5 倍，并且还要求纤维是复丝的形式。

发明概述

现已发现，某些聚醚酯热塑性弹性体可以大于约 1200m/min 的纺丝速度熔体纺丝，并且在其它商业可行的条件下生产多纤维丝（复丝）。因此，本发明提供了用于熔体纺丝弹性酯纤维的商业可行的条件，所述弹性酯纤维包含聚亚丙基醚酯聚合物，其包含聚亚丙基醚二羧酸酯软链段和 1,3-亚丙基二羧酸酯或 1,4-亚丁基二羧酸酯硬链段。

根据本发明，提供了用于制备弹性酯复丝的方法，所述方法包括以下步骤：

(a) 提供聚醚酯热塑性弹性体，所述弹性体包含按所述硬链段和软链段的组合重量计约 80% 至约 40% 重量的聚亚丙基醚二羧酸酯软链段和约 20% 至约 60% 重量的硬链段，所述硬链段选自 1,3-亚丙基二羧酸酯、1,4-亚丁基二羧酸酯以及它们的混合物；

(b) 通过将弹性体经由一个或多个喷丝头挤出，来熔体纺丝所述弹性体以形成至少 2 根长丝；以及

(c) 将所述长丝加工成复丝，

其中所述熔体纺丝以大于约 1200 米/分钟的纺丝速度进行。

本发明的方法还可包括将复丝切割成短纤维的步骤。

本发明还涉及通过以上方法制备的复丝和包含如此制备的复丝的织物。

所得的复丝是弹性酯丝，其优选具有约 100% 至约 600% 的伸长率和约 0.5 至约 2.5 克/旦尼尔的强度，并且包含约 0.5 至约 20 旦尼尔/长丝 (dpf) 的长丝。

在本发明的一个优选实施方案中，所述复丝是纺丝拉伸的丝，并且所述步骤包括以约 1250 至约 5000 米/分钟的拉伸速度拉伸长丝，所述拉伸速度在拉伸步骤末端（at the end of the draw step）在辊处测量。优选地，纺丝

拉伸复丝中的步骤包括拉伸、热处理、交织和卷绕长丝。

在另一个优选实施方案中，所述复丝是部分地取向的丝，并且纺丝速度优选大于约1500米/分钟。

变形复丝可通过某种方法由部分地取向的丝制备，所述方法包括：(a) 制备部分地取向的复丝的卷装；(b) 从卷装上退绕所述丝；(c) 拉伸长丝以形成拉伸的丝；(d) 假捻变形所述拉伸的丝以形成变形纱；和(e) 将丝卷绕在卷装上。

优选实施方案详述

如果没有另行指出，本文所提及的所有公布、专利申请、专利和其它参考文献均以充分展示为目的以引用方式并入本文。

除非另行定义，本文所用的所有科技术语的含义与本发明所属领域的普通技术人员通常理解的一样。在发生矛盾的情况下，以本说明书所包括的定义为准。

除非明确指出，商标以大写体表示。

除非另行指出，所有百分比、份数、比率等均按重量计。

当一个数量、浓度或其它数值或参数以范围、优选范围或一些列优选上限数值和优选下限数值给出时，它应被理解为具体地公开由任何范围上限或优选数值和任何范围下限或优选数值的任何一对所构成的所有范围，而无论所述范围是否被单独地公开。凡在本文中给出某一数值范围之处，该范围都旨在包括其端点，以及位于该范围内的所有整数和分数，除非另行指出。当定义一个范围时，不希望将本发明的范围限定于所列举的具体数值。

当术语“约”用于描述值或范围的端点时，公开内容应被理解为包括具体的值或所涉及的端点。

如本文所用，术语“包含”、“包括”、“具有”或它们的任何其它变形都旨在覆盖非排他性的包括。例如，包括一系列要素的工艺、方法、制品或设备不必仅限于那些要素，而是可以包括未明确列出的或该工艺、方法、制品或设备所固有的其它要素。此外，除非另外特别说明，“或”是指包含性的或，而不是指排他性的或。例如，条件A或B满足以下任一情况：A为真实（或存在）的而B为虚假（或不存在的），A为虚假（或不存在的）而B为真实（或存在）的，以及A和B均为真实（或存在）的。

“一个”或“一种”被用于描述本发明的要素或组分。这仅仅是为方便并且给出本发明的一般含义。这种描述应被理解为包括一个或至少一个，并且单数也包括复数，除非很明显地另指他意。

除非具体指明，本文的材料、方法和实施例仅仅是例证性的，并非旨在进行限制。尽管与本文所述方法和材料类似或等同的方法和材料也可用于本发明的实践或测试，但是本文描述了合适的方法和材料。

聚醚酯热塑性弹性体

用于本发明的聚醚酯热塑性弹性体优选包含按所述硬链段和软链段组合重量计：

约 80% 至约 40% 重量，更优选约 75% 至约 50% 重量，并且还更优选约 70% 至约 60% 重量的聚亚丙基醚酯软链段；和

约 20% 至约 60% 重量，更优选约 25% 至约 50% 重量，并且还更优选约 30% 至约 40% 重量的硬链段（聚亚丙基酯和/或聚 1,4-亚丁基酯）。

所述聚醚酯热塑性弹性体优选具有至少约 0.8dl/g，更优选至少约 1.2dl/g，并且优选最多约 2.0dl/g，并且优选最多约 1.6dl/g 的特性粘度。

“聚亚丙基醚酯软链段”和“软链段”与本发明关联使用以用来指聚醚二醇和“二羧酸等同物”通过酯键的反应产物，其中至少约 50% 重量，更优选至少约 85% 重量，并且还更优选约 95% 至 100% 重量的用于形成软链段的聚醚二醇是聚亚丙基醚二醇 (P03G)。

“聚亚丙基酯硬链段”、“聚 1,4-亚丁基酯硬链段”和“硬链段”与本发明关联使用以用来指一种或多种 1,3-丙二醇（1,3-亚丙基二醇）或 1,4-丁二醇（1,4-亚丁基二醇）和一种或多种二羧酸等同物通过酯键的反应产物，其中大于约 50% 摩尔，更优选至少约 75% 摩尔，甚至更优选至少约 85% 摩尔，并且还更优选约 95% 至 100% 摩尔的用于形成硬链段的二醇是 1,3-丙二醇和/或 1,4-丁二醇。

“二羧酸等同物”是指二羧酸和它们的等同物，其是在与聚合二醇和二醇的反应中基本上像二羧酸一样起作用的化合物，同样一般将被相关领域的普通技术人员所认识。除了二羧酸之外，用于本发明目的的二羧酸等同物还包括例如二羧酸是单酯和二酯，和形成二酯的衍生物如酸的卤化物（例如

酸的氯化物)和酸酐。

用于软链段的聚醚二醇

出于本发明的目的, P03G 是低聚的和/或聚合的醚二醇, 其中至少 50% 的重复单元为亚丙基醚单元。更优选地, 约 75% 至 100%, 还更优选约 90% 至 100%, 甚至更优选约 99% 至 100% 的重复单元为亚丙基醚单元。

P03G 优选地由包括 1,3-丙二醇的单体缩聚制备, 从而产生含有 $-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})-$ 链结 (例如, 亚丙基醚重复单元) 的聚合物或共聚物。

除了亚丙基醚单元外, 还可存在较少量的其它单元, 如其它聚亚烷基醚重复单元。在此公开内容的上下文中, 术语“聚亚丙基醚二醇”涵盖了由基本上纯的 1,3-丙二醇以及包含按重量计最多 50% 共聚单体的那些低聚物和聚合物而制得的 P03G。

用于制备 P03G 的 1,3-丙二醇可以通过各种已知的化学途径中的任何途径或通过生物化学转化途径而获得。优选的途径描述于例如 US5015789、US5276201、US5284979、US5334778、US5364984、US5364987、US5633362、US5686276、US5821092、US5962745、US6140543、US6232511、US6235948、US6277289、US6297408、US6331264、US6342646、US7038092、US20040225161A1、US20040260125A1、US20040225162A1 和 US20050069997A1 中。

优选地, 1,3-丙二醇以生化方式由可再生来源 (“生物衍生的” 1,3-丙二醇) 获得。

尤其优选的 1,3-丙二醇来源是经由使用可再生生物来源的发酵方法获得。作为来自可再生来源的原料的例证性实例, 已经描述了利用由生物且可再生资源 (如玉米原料) 产生的原料以得到 1,3-丙二醇 (PDO) 的生化途径。例如, 能够将甘油转化为 1,3-丙二醇的细菌菌株存在于菌种克雷白氏杆菌 (*Klebsiella*)、柠檬酸杆菌 (*Citrobacter*)、梭菌 (*Clostridium*) 和乳酸杆菌 (*Lactobacillus*) 中。所述技术公开于几个公布中, 包括前面并入的 US5633362、US5686276 和 US5821092。US5821092 特别公开了一种使用重组生物体由甘油生物制备 1,3-丙二醇的方法。所述方法引入了对 1,2-丙二醇具有特异性的异源 pdu 二醇脱水酶基因转化的大肠杆菌。转化过的大肠杆菌在作为碳源的甘油存在下生长, 并且从生长培养基中分离出 1,3-丙二

醇。由于细菌和酵母都能够将糖浆（如玉米糖）或其它碳水化合物转化为甘油，公开于这些公布中的方法提供了快速、廉价且环保的 1,3-丙二醇单体来源。

生物衍生的 1,3-丙二醇（例如由上文所述和参考的方法制备）包含来自植物所吸收的大气二氧化碳的碳，该植物构成了 1,3-丙二醇的生产原料。这样，优选用于本发明上下文的生物衍生的 1,3-丙二醇仅包含可再生的碳，而不包含基于化石燃料或基于石油的碳。因此，基于利用生物衍生的 1,3-丙二醇的 P03G 和弹性体对环境具有较小的影响，这是因为组合物中所使用的 1,3-丙二醇没有耗减化石燃料，并且降解后释放碳回到大气中以被植物再次利用。因此，本发明的组合物可表征为更加天然，并且对环境的影响比包含石油基二醇的类似组合物更小。

生物衍生的 1,3-丙二醇、和 P03G 以及基于它们的弹性体可通过双碳同位素指纹分析来与由石化来源或由化石燃料来源的碳所生产的类似化合物相区别。该方法可用于区别化学上相同的物质，并且按生物圈（植物）组成的生长来源（可能是年）来分配共聚物中的碳。同位素 ^{14}C 和 ^{13}C 为该问题带来了补充信息。放射性碳年代测定同位素 (^{14}C)（其核半衰期是 5730 年）能够明确地使得在化石（“死的”）和生物圈（“活的”）原料之间分配样品碳（Currie, L. A. "Source Apportionment of Atmospheric Particles," Characterization of Environmental Particles, J. Buffle 和 H.P. van Leeuwen 编, IUPAC Environmental Analytical Chemistry Series (Lewis Publishers, Inc) (1992) 3-74) 第 I 卷中的 1。放射性碳年代测定法的基本假设是大气中 ^{14}C 的浓度是恒定不变的，其使得活的生物体中 ^{14}C 恒定不变。当处理分离的样品时，样品的年代可以通过如下关系近似地推导出：

$$t = (-5730/0.693) \ln(A/A_0)$$

其中 t = 年代，5730 年是放射性碳的半衰期，而 A 和 A_0 分别是样品和现代标准物的具体 ^{14}C 活性 (Hsieh, Y., Soil Sci. Soc. Am J., 56, 460, (1992))。然而，由于从 1950 年开始的大气核试验和 1850 年开始的化石燃料燃烧， ^{14}C 已获得了第二个地球化学时间特征。在 20 世纪 60 年代中

期，在核试验高峰期，它在大气 CO_2 中并因此在活的生物圈中的浓度大约翻倍。从那之后，其已逐渐恢复至稳态的由宇宙射线产生的（大气）基线同位素比例 ($^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$)（大约 1.2×10^{-12} ），具有大约 7-10 年的延长“半衰期”。（后一种半衰期不能按字面意思理解；而是人们必须使用详细的大气核输入/衰变函数来追踪大气和生物圈中 ^{14}C 在核年代开始之后的变化。）正是后一种生物圈 ^{14}C 的时间特征呈现出了对近代生物圈碳进行年代测定的希望。 ^{14}C 可通过加速器质谱 (AMS) 来测量，结果以“现代碳的份数” (f_M) 为单位给出。 f_M 由 National Institute of Standards and Technology (NIST) 标准参考物质 (SRM) 4990B 和 4990C（分别称为草酸标准 HOxI 和 HOxII）定义。基本定义涉及 0.95 乘以 $^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$ 同位素比率 HOxI（参考 AD 1950）。这大致相当于衰变校正过的工业革命前的木材。对于当前的活生物圈（植物材料）， $f_M \approx 1.1$ 。

稳定的碳同位素比率 ($^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$) 提供了来源辨别和分配的补充途径。在给定的生物来源物质中， $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 比率是在二氧化碳固定时大气二氧化碳中 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 的比率，并且还反映了精确的代谢途径。还发生了区域变化。石油、 C_3 植物（阔叶）、 C_4 植物（草本）、及海相碳酸盐均在 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 和相应的 $\delta^{13}\text{C}$ 值上显示出显著差异。此外，由于代谢途径的原因， C_3 和 C_4 植物的类脂物质的分解与衍生自相同植物的碳水化合物组分的物质不同。在测量的精密度内，由于同位素分馏效应 ^{13}C 显示出很大的变化，对于本发明来说最显著的是光合作用机制。植物中碳同位素比率差异的主要原因与植物中光合作用碳代谢途径的差异密切相关，尤其是在初级羧化反应期间所发生的反应，即大气 CO_2 的最初固定。两大类植物是采用“ C_3 ”（或 Calvin-Benson）光合循环的那些和采用“ C_4 ”（或 Hatch-Slack）光合循环的那些。硬木和针叶之类的 C_3 型植物主要在温带气候区。在 C_3 型植物中，初级 CO_2 固定或羧化反应涉及酶核酮糖-1,5-二磷酸羧化酶，并且第一个稳定的产物是 3-碳化合物。另一方面， C_4 型植物包括如热带牧草、玉米和甘蔗之类的植物。在 C_4 型植物中，涉及另一种酶、磷酸烯醇式丙酮酸羧化酶的另外的羧化反应是初级羧化反应。第一个稳定的碳化合物是 4-碳酸，其随后被脱羧。由此释放的 CO_2 由 C_3 循环再次固定。

C_4 和 C_3 型植物均表现出一定范围的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 同位素比率，但是典型的值

为约 -10 至 -14 每千 (C_4) 和 -21 至 -26 每千 (C_3) (Weber 等人, J. Agric. Food Chem., 45, 2942 (1997))。煤和石油一般落在后一个范围内。 ^{13}C 测量度最初是以美国南卡罗来纳州白垩纪皮狄组层位中的拟箭石化石 (PDB) 石灰岩为零来定义, 其中数值以与此材料的偏差的千分数给出。“ $\delta^{13}C$ ” 值以千分数 (千分之几) 表示, 缩写为‰, 计算如下:

$$\delta^{13}C \equiv \frac{(^{13}C/^{12}C)_{\text{样本}} - (^{13}C/^{12}C)_{\text{标准}}}{(^{13}C/^{12}C)_{\text{标准}}} \times 1000\text{‰}$$

由于 PDB 标准物质 (RM) 已被耗尽, IAEA、USGS、NIST 和其它所选择的国际同位素实验室合作开发出了一系列可供选择的 RM。与 PDB 的偏差千分数用 $\delta^{13}C$ 表示。通过高精度的稳定比率质谱 (IRMS) 在质量为 44、45 和 46 的分子离子上对 CO_2 进行测量。

因此, 生物衍生的 1,3-丙二醇和包含生物衍生的 1,3-丙二醇的组合物可以根据 ^{14}C (FM) 和显示新物质组成的双碳同位素指纹分析而与石化衍生的与它们相当的物质完全区别开。区分这些产物的能力有利于跟踪商业中的这些物质。例如, 包含“新”和“旧”两种碳同位素特征图的产品可以与仅由“旧”物质制成的产品区别开。因此, 可以在商业上根据其独特的特征图来密切关注即用材料, 并且用于限定竞争、确定储存寿命, 以及尤其用于评估对环境的影响的目的。

当通过气相色谱分析来测定时, 用作反应物或用作反应物组分的 1,3-丙二醇具有的纯度按重量计优选大于约 99% 重量, 并且更优选大于约 99.9% 重量。尤其优选的是如先前并入的 US7038092、US20040260125A1、US20040225161A1 和 US20050069997A1 中所公开的纯化的 1,3-丙二醇, 以及如 US20050020805A1 中所公开制备的 P03G。

纯化的 1,3-丙二醇优选具有下列特性:

(1) 220nm 处的紫外吸收小于约 0.200, 并且在 250nm 处小于约 0.075, 并且在 275nm 处小于约 0.075; 和/或

(2) 组合物具有的 $L^*a^*b^*$ “ b^* ” 色值小于约 0.15 (ASTM D6290), 并且在 270nm 处的吸收小于约 0.075; 和/或

(3) 过氧化物组合物小于约 10ppm; 和/或

(4) 当采用气相色谱测量时, 总有机杂质 (除 1, 3-丙二醇之外的有机化合物) 的浓度小于约 400ppm, 更优选小于约 300ppm, 并且还更优选小于约 150ppm。

制备 P03G 的原料将取决于所需的 P03G、原料的可利用性、催化剂、设备等, 并且包含“1, 3-丙二醇反应物”。“1, 3-丙二醇反应物”是指 1, 3-丙二醇和 1, 3-丙二醇的低聚物和预聚物 (优选具有 2 至 9 的聚合度), 以及它们的混合物。在某些情况下, 期望使用最多 10% 或更多的低分子量低聚物 (当它们可利用时)。因此, 原料优选包含 1, 3-丙二醇及其二聚体和三聚体。尤其优选的原料由按重量计约 90% 重量或更多的 1, 3-丙二醇, 并且更优选基于 1, 3-丙二醇反应物的重量计约 99% 重量或更多的 1, 3-丙二醇构成。

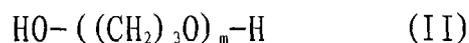
P03G 可通过多种本领域已知的方法制备, 如 US6977291 和 US6720459 中所公开。优选的方法如先前并入的 US20050020805A1 中所提出。

如上所示, 除了 1, 3-亚丙基醚单元外, P03G 还可包含较少量的其它聚亚烷基醚重复单元。因此, 用于制备聚亚丙基醚二醇的单体除了 1, 3-丙二醇反应物外, 还可包含最多 50% 重量 (优选约 20% 重量或更少, 更优选约 10% 重量或更少, 并且还更优选约 2% 重量或更少) 的共聚单体多元醇。合适的共聚单体多元醇包括脂族二醇, 例如乙二醇、1, 6-己二醇、1, 7-庚二醇、1, 8-辛二醇、1, 9-壬二醇、1, 10-癸二醇、1, 12-十二烷二醇、3, 3, 4, 4, 5, 5-六氟-1, 5-戊二醇、2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5-八氟-1, 6-己二醇和 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8, 9, 9, 10, 10-十六氟-1, 12-十二烷二醇; 脂环族二醇, 例如 1, 4-环己二醇、1, 4-环己烷二甲醇和异山梨醇; 以及多羟基化合物, 例如甘油、三羟甲基丙烷和季戊四醇。共聚单体二醇的优选组选自: 乙二醇、2-甲基-1, 3-丙二醇、2, 2-二甲基-1, 3-丙二醇、2, 2-二乙基-1, 3-丙二醇、2-乙基-2-(羟甲基)-1, 3-丙二醇、 $C_6 - C_{10}$ 二醇 (如 1, 6-己二醇、1, 8-辛二醇和 1, 10-癸二醇) 和异山梨醇、以及它们的混合物。除 1, 3-丙二醇之外, 尤其优选的二醇是乙二醇、2-甲基-1, 3-丙二醇和 $C_6 - C_{10}$ 二醇。

包含共聚单体的一种优选的 P03G 是聚(亚丙基-亚乙基醚)二醇, 如 US20040030095A1 中所述。优选的聚(亚丙基-亚乙基醚)二醇通过酸催化下

大于 50% 至约 99% 摩尔 (优选约 60% 至约 98% 摩尔, 并且更优选约 70% 至约 98% 摩尔) 的 1,3-丙二醇与最多 50% 至约 1% 摩尔 (优选约 40% 至约 2% 摩尔, 并且更优选约 30% 至约 2% 摩尔) 的乙二醇进行缩聚反应来制备。

优选地, 纯化后的 P03G 基本上不含酸催化剂端基, 但是可含有极低含量的不饱和端基, 主要是烯丙基端基, 范围为约 0.003 至约 0.03meq/g。可认为此类 P03G 包含 (基本上由其组成) 具有以下分子式 (II) 和 (III) 的化合物:



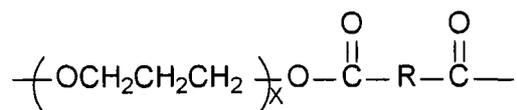
其中 m 在一定范围内使得 M_n (数均分子量) 在约 200 至约 5000 的范围内, 分子式 (III) 的化合物以一定量存在, 使得烯丙基端基 (优选所有的不饱和末端或端基) 的存在量在约 0.003 至约 0.03meq/g 的范围内。P03G 中少量的烯丙基端基用于控制弹性体分子量, 而不过度限制它, 使得可制备完美适合例如纤维最终用途的组合物。

用于本发明中的优选 P03G 具有至少约 750, 更优选至少约 1000, 并且还更优选至少约 2000 的 M_n 。所述 M_n 优选小于约 5000, 更优选小于约 4000, 还更优选小于约 3500。还可使用 P03G 的共混物。例如, P03G 可包含较高分子量的和较低分子量的 P03G 的共混物, 优选地其中较高分子量的 P03G 具有约 1000 至约 5000 的数均分子量, 而较低分子量的 P03G 具有约 200 至约 950 的数均分子量。共混的 P03G 的 M_n 优选地仍然在上述范围内。

优选可用于本文的 P03G 通常为多分散聚合物, 其具有优选约 1.0 至约 2.2, 更优选约 1.2 至约 2.2, 并且还更优选约 1.5 至约 2.1 的多分散性 (即 M_w/M_n)。多分散性可通过使用 P03G 的共混物来调节。

用于本发明的 P03G 优选具有小于约 100 APHA, 并且更优选小于约 50 APHA 的色值。

当基本上基于 1,3-丙二醇的 P03G 用于形成软链段时, 所述软链段可被表示成包含由以下结构代表的单元:

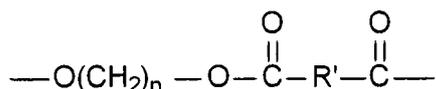


其中 R 代表将羧基官能团从二羧酸等同物中除去后剩下的二价基团，而 x 是代表 P03G 中 1,3-亚丙基醚单元数目的整数。

用于制备聚醚酯的聚亚丙基醚酯软链段的聚醚二醇还可包括除 P03G 外最多 50% 重量的聚醚二醇。优选的此类其它的聚醚二醇包括例如聚亚乙基醚二醇、聚亚丙基醚二醇、聚亚丁基醚二醇、聚亚己基醚二醇、四氢呋喃和 3-烷基四氢呋喃的共聚物、以及它们的混合物。

用于硬链段的二醇

当 1,3-亚丙基/1,4-亚丁基二醇用于形成硬链段时，所述硬链段可被表示成包含具有以下结构的单元：



其中 n 为 3 (1,3-亚丙基) 或 4 (1,4-亚丁基)，并且 R' 代表将羧基官能团从二羧酸等同物中除去后剩下的二价基团。在多数情况中，用于制备软链段的二羧酸等同物和用于本发明中的聚醚酯弹性体的硬链段将是相同的。

所述硬链段还可用小于 50% 摩尔 (优选最多约 25% 摩尔，更优选最多约 15% 摩尔) 的除 1,3-亚丙基二醇或 1,4-亚丁基二醇以外的二醇制备，所述二醇优选具有小于约 400 的分子量。其它的二醇优选是脂族二醇，并且可以是无环的或环状的。优选的是具有最多约 15 个碳原子的二醇如乙二醇、异丁二醇、1,4-丁二醇、1,5-戊二醇、2,2-二甲基-1,3-丙二醇、2-甲基-1,3-丙二醇、1,6-己二醇和 1,10-癸二醇、二羟基环己烷、环己烷二甲醇、对苯二酚二(2-羟基乙基)醚。尤其优选的是包含 2 至 8 个碳原子的脂族二醇。最优选的是乙二醇。可使用两种或更多种其它二醇。

二羧酸等同物

二羧酸等同物可以是芳族的、脂族的或脂环族的。在这点上，“芳族二羧酸等同物”是其中每个羧基连接到苯环体系中碳原子上的二羧酸等同物，如以下提到的那些。“脂族二羧酸等同物”是其中每个羧基连接到完全

饱和的碳原子上或烯属双键的一部分的碳原子上的二羧酸等同物。如果碳原子在环上，则所述等同物是“脂环族的”。所述二羧酸等同物可包含任何取代基或它们的组合，只要该取代基不干扰聚合反应或严重影响聚醚酯产品的特性。

优选的是选自由二羧酸和二羧酸的二酯组成的组的二羧酸等同物。更优选的是二羧酸的二甲酯。

优选的是芳族二羧酸或它们的二酯，或者具有少量的脂族或脂环族二羧酸或二酯。尤其优选的是芳族二羧酸的二甲酯。

用于本发明中的代表性的芳族二羧酸包括对苯二酸、异酞酸、联苯二甲酸、萘二酸、具有苯核心的取代的二羧基化合物如二(对羧基苯基)甲烷、1,5-萘二酸、2,6-萘二酸、2,7-萘二酸、4,4'-磺酰基联苯二甲酸、以及C1-C10 烷基和其它环取代衍生物如卤代、烷氧基或芳基衍生物。只要还存在芳族二羧酸，就可以使用羟基酸如对-(羟基乙氧基)苯甲酸。用于本发明中的代表性的脂族和脂环族二羧酸是癸二酸、1,3-或1,4-环己二酸、己二酸、十二烷二酸、戊二酸、琥珀酸、草酸、壬二酸、二乙基丙二酸、富马酸、柠康酸、烯丙基丙二酸、4-环己烯-1,2-二羧酸、庚二酸、辛二酸、2,5-二乙基己二酸、2-乙基辛二酸、2,2,3,3-四甲基琥珀酸、环戊二酸、十氢-1,5-(或2,6-)萘二酸、4,4'-二环己基二酸、4,4'-亚甲基二(环己基二酸)、3,4-呋喃二酸、以及1,1-环丁二酸。上述脂族二羧酸的二酯、酸卤化物和酸酐形式的二羧酸等同物也可用于提供本发明的聚醚酯。代表性的芳族二酯包括对苯二酸二甲酯、联苯二甲酸二甲酯、异酞酸二甲酯、邻苯二甲酸二甲酯和萘二甲酸二甲酯。

以上之中，优选的是对苯二酸、联苯二甲酸、异酞酸和萘二酸；对苯二酸二甲酯、联苯二甲酸二甲酯、异酞酸二甲酯、萘二甲酸二甲酯和邻苯二甲酸二甲酯；以及它们的混合物。尤其优选的二羧酸等同物是亚苯基二羧酸等同物，尤其是选自下列的那些：对苯二酸和异酞酸以及它们的二酯，尤其是二甲酯，对苯二酸二甲酯和异酞酸二甲酯。此外，可使用两种或更多种二羧酸等同物。例如，对苯二酸和/或对苯二酸二甲酯可与少量的其它二羧酸等同物一起使用。

在一个优选的实施方案中，至少约70%摩尔（更优选至少约80%摩

尔, 还更优选至少约 90% 摩尔, 并且还更优选约 95% 至 100% 摩尔) 的二羧酸等同物是对苯二酸和/或对苯二酸二甲酯。

聚醚酯弹性体的制备

用于本发明纺丝工艺中的聚醚酯优选通过提供并且反应以下物质来制备: (a) 聚亚丙基醚二醇, (b) 1, 3-亚丙基二醇或 1, 4-亚丁基二醇或它们的混合物, 和 (c) 二羧酸、酯、酸的氯化物或酸酐。还可提供并且反应如上所述的其它二元醇、二醇等。包含聚亚丙基醚酯软链段和 1, 3-亚丙基酯硬链段的聚醚酯弹性体的制备步骤详细地公开于 US6599625 中。包含聚亚丙基醚酯软链段和 1, 4-亚丁基酯硬链段的聚醚酯弹性体的制备步骤详细地公开于 US6562457 中。

添加剂

所述聚醚酯热塑性弹性体可以是混合物的形式, 所述混合物除了弹性体之外还包含一种或多种添加剂, 所述添加剂包括但不限于选自下列的那些: 去光剂、成核剂、热稳定剂、增粘剂、光学增白剂、颜料和抗氧化剂。二氧化钛或其它颜料可被加到例如聚合物或纤维制造中。

还可使用 US2003-0083441A1 和 W001/034693 中所述的添加剂使聚醚酯弹性体酸性染料可染。W001/034693 的添加剂以有效量包含仲胺或仲胺盐以提升酸性染料可染的和酸性染料染色的组合物的酸性染料可染性。优选地, 所述聚合物混合物中的仲胺单元以至少约 0.5% 摩尔, 更优选至少约 1% 摩尔的量存在。所述聚合物混合物中的仲胺单元基于所述混合物的重量计优选以约 15% 摩尔或更少, 更优选约 10% 摩尔或更少, 并且还更优选约 5% 摩尔或更少的量存在。US2003-0083441A1 的添加剂是基于叔胺的聚合添加剂。所述聚合添加剂由 (i) 包含仲胺或仲胺盐单元的三胺和 (ii) 一种或多种其它单体和/或聚合物单元制备。一种优选的聚合添加剂包含聚酰胺, 所述聚酰胺选自: 聚-亚氨基-二亚烷基-对苯二甲酰胺、-异酞酰胺和-1, 6-萘二酰胺、以及它们的盐。

还使用可染性调节剂 (如 US6312805 中所述的那些) 使得用于本发明中的聚醚酯阳离子可染。

长丝和丝的制备

为了纺丝, 将聚合物加热至其熔点以上的温度, 然后在约 175°C 至约

295℃，优选至少约 200℃，并且最多约 275℃，最优选最多约 270℃的温度，将其通过喷丝头挤出，优选通过多孔喷丝头挤出。较高的温度用于短的滞留时间。

可拉伸或不拉伸纤维。当它们被拉伸时，拉伸比率为至少 1.01，优选最多约 5，更优选最多约 4，并且最优选最多约 3。

在本发明的一个优选实施方案中，所述方法被有利地用来制备纺丝拉伸的丝，也被称为“全拉伸丝”。制造纺丝拉伸的丝的优选步骤包括纺丝、拉伸、任选地热处理、任选地交织、以及卷绕长丝，其与制备聚(对苯二甲酸乙二酯)丝使用的那些相似。通过本发明方法生产的纺丝拉伸的丝优选是复丝。

本发明的一个优点是纺丝拉伸的丝可使用比用于相同聚醚酯的 US6562457 和 US6599625 中所公开的更高的拉伸比。这可通过使用比平常更低的纺丝速度，然后以先前使用的速度拉伸而实现。当执行该方法时，遇到的中断比以前更少。

拉伸速度（当在拉伸步骤末端在辊处测量）高于约 1200m/m，并且优选至少约 3000m/m，更优选至少约 3200m/m，并且优选最多约 8000m/m，更优选最多约 7000m/m。本发明的另一个优点是纺丝拉伸的丝可在以前用于纺聚(对苯二甲酸乙二酯)纺丝拉伸的丝的设备上纺丝。

纺丝拉伸的丝通常可被绕在卷装上，并且可用来制备纤维或进一步处理成其它类型的丝，如变形纱。

尽管以下例示了本发明的用于制备纺丝拉伸的丝的方法，但是本发明还可用于制备部分取向的丝。

制造部分取向的丝的基本步骤包括纺丝、交织和卷绕聚(1,3-亚丙基对苯二甲酸酯)长丝，所述步骤描述于 US6287688、US6333106 和 US2001-030378A1 中。可使用那些步骤或常规用于制备部分取向的聚酯丝的其它步骤来实施本发明。

所述部分取向的丝是复丝。所述丝（也称为“丝束”）优选包含至少约 2 根，并且更优选至少约 25 根长丝。所述丝通常具有约 1 至约 500，优选至少约 20，更优选至少约 50，并且甚至更优选约 50 至约 300 的总旦尼尔。

长丝优选为至少约 0.5 旦尼尔/长丝 (dpf)，更优选至少约 1dpf，并且最多约 20 或更多的 dpf，更优选最多约 7dpf。典型的长丝为约 3 至 7dpf，而细长丝为约 0.5 至约 2.5dpf。

纺丝速度大于约 1200，并且最多可以为约 5000 米/分钟 (“m/m”) 或更高。它们优选为至少约 1500m/m，并且更优选至少约 3000m/m。就本发明来说，纺丝速度一般被限定为最大的加工速度，并且被看作拉伸辊的速度。因此，本发明的一个优点是所述方法能够在比用于相同聚醚酯的 US6562457 和 US6599625 中所公开的那些更高的速度下进行。

本发明的一个优点是聚醚酯的部分取向的丝可在以前用于纺聚(对苯二甲酸乙二酯)的部分取向的丝的设备上纺丝，因此纺丝速度优选最高约 4000m/m，更优选最高约 3500m/m。

部分取向的丝通常可被绕在卷装上，并且可用来制备纤维或进一步加工成其它类型的丝，如变形纱。在制备织物或进一步加工之前，还可将它们储存在罐中，或者可直接使用而不形成卷装或其它贮存。

变形纱可以由部分取向的丝或纺丝拉伸的丝制备。主要区别是部分取向的丝通常需要拉伸，而纺丝拉伸的丝是已经拉伸的。

US6287688、US6333106 和 US2001-030378A1 均描述了由部分取向的丝制造变形纱的基本步骤。可使用那些步骤或常规用于制备部分取向的聚酯丝的其它步骤来实施本发明。所述基本步骤包括从包上退绕丝，拉伸，加捻，热定形，退捻，并且卷绕在卷装上。通过一般已知为假捻变形的的方法，通过加捻、热定形和退捻，变形将赋予卷曲。谨慎控制假捻变形以避免丝和长丝过度破损。

如 US6287688、US6333106 和 US2001-030378A1 中所述，摩擦假捻的优选方法包括将部分取向的丝加热至 140°C 至 220°C 的温度，使用加捻装置加捻，使得在介于加捻装置和加热器入口之间的区域，所述丝具有约 46° 至 52° 的捻回角，并且将丝卷绕在卷绕机上。

当由纺丝拉伸的丝制备时，方法是相同的，不同的是将拉伸降低至非常低的程度（例如拉伸比可低至 1.01）。

这些复丝（也称为“丝束”）包含与部分取向的丝和纺丝拉伸的丝（长丝由其制备）相同数目的长丝。因此，它们优选包含至少约 2 根，并且

甚至更优选至少约 25 根长丝。所述丝通常具有约 1 至约 500，优选至少约 20，优选至少约 50，并且更优选约 50 至约 300 的总旦尼尔。长丝优选为至少约 0.1dpf，更优选至少约 0.5dpf，更优选至少约 0.8dpf，并且最多约 10dpf 或更多，更优选最多约 5dpf，并且更优选最多约 3dpf。

短纤维和产品可以由本发明的聚醚酯制备。一种优选的方法包括：(a) 提供聚亚丙基醚酯，所述聚亚丙基醚酯包含约 80% 至约 40% 重量的聚亚丙基醚二羧酸酯软链段和约 20% 至约 60% 重量的硬链段（选自：1,3-亚丙基二羧酸酯、1,4-亚丁基二羧酸酯），(b) 在约 245 至约 285℃ 的温度将聚亚丙基醚酯熔体纺丝成长丝，(c) 将长丝骤冷，(d) 拉伸骤冷过的长丝，(e) 使用机械卷缩机以约 8 至约 30 卷每英寸（约 3 至约 12 卷/cm）的卷曲度卷曲拉伸过的长丝，(f) 在约 50 至约 120℃ 的温度松弛卷曲的长丝，和(g) 将松弛的长丝切割成短纤维，所述短纤维优选具有约 0.2 至约 6 英寸（约 0.5 至约 15cm）的长度。在该方法的一个优选实施方案中，拉伸过的长丝在卷曲前在约 85 至约 115℃ 热处理。优选使用加热过的辊在张力下进行热处理。在另一个优选的实施方案中，拉伸过的长丝在卷曲前不进行热处理。

短纤维用于制备纺织用纱和纺织物或非织造织物，并且还可用于絮填应用和制造地毯。

本发明的纺丝工艺还可用于改善膨化长丝（“BCF”）的制备中的纺丝喂料。BCF 丝和它们的制造描述于例如 US5645782、US6109015、US6113825、US6576340、US6723799、US6740276 和 US2003-0175522 A1 中。BCF 丝被用于制备各种类型的地毯以及纺织物。本发明的组合物可用于提高制备它们的纺丝速度。

涉及制备膨化长丝的优选步骤包括纺丝（例如挤压、冷却和涂覆（纺丝油剂）长丝）；在约 80 至约 200℃ 并且以约 1.1 至约 5，优选至少约 1.5，并且优选最多约 4.5 的拉伸比单级或多级拉伸（优选使用加热过的辊、加热过的销轴或热的流体辅助物（例如蒸汽或空气））；在约 120 至约 200℃ 的温度热处理；膨化；缠绕（其可与膨化在一个步骤中或在随后单独的步骤中进行）；任选地松弛；并且将长丝卷绕在卷装上以随后使用。

可使用熟知的技术将膨化长丝制成地毯。通常许多丝是复捻在一起的，并且在装置如高压釜中热定形，然后束入到初级衬底中。然后应用胶乳

和次级衬底。

单独的长丝可以是圆形的或具有其它形状，如八叶形、三角形、旭日形（也称为“sol”）、有圆齿的椭圆形、三叶形、四槽形（也称为“四个槽”）、有圆齿的带状、带状、放射状等。它们可以是实心的、中空的或多孔的。

虽然可能使用单独的喷丝头以纱束制备具有不同横截面几何形状的长丝，但是优选通过由一个喷丝头纺丝一种类型的长丝横截面来实施本发明。

实施例

以下实施例是为了说明本发明的目的而呈现，而不旨在进行限制。除非另外指明，所有份数、百分比等均按重量计。

特性粘度

特性粘度(IV)测量按照 ASTM Method 2857-70 进行。在称量前，将聚合物样本在 70°C 干燥 3 小时。在 30°C 使用 0.5% 的间甲酚溶液运行样本。为了提高效率、准确度和精确度，使用 AUTOVISC[®] Automatic Measuring System(Cannon Instrument Company, State College, Pa., U. S. A.) 自动化粘度测量系统。使用高密度红外纤维光学检测系统代替人操作者，并且使用空气浴代替通常用来提供恒定温度的油浴或水浴。所述 AUTOVISC[®] 超过了 ASTM D-445 (Standard Test Method For Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids) 的准确度规格。

数均分子量

依照 ASTM D 5296-97 使用分子量约为 44,000 的聚(对苯二甲酸乙二酯)校准基准和六氟异丙醇溶剂来计算数均分子量。

硬链段百分比

如 US6562457 中所述，测定硬链段百分比。

纤维强度和伸长率

断裂强度 T (以克/旦尼尔(gpd)表示)和断裂伸长百分比 E 在装有 Series 2712(002)Pneumatic Action Grips (装有丙烯酸树脂接触面)的 INSTRON. RTM. Tester 上测量。重复检测三次。报道结果的平均值。

用于强度和伸长率测量中的纤维的平均旦尼尔作为“旦尼尔 1”报道。

纤维卸载力、应力衰减和变形百分比

用于测量卸载力、应力衰减和变形百分比的纤维的平均旦尼尔作为“旦尼尔 2”报道。

卸载力以 $\text{dN}/\text{texeff} \times 1000$ 测量。每次测量使用一根 2 英寸 (5cm) 标距的长丝。使用零-至-300% 伸长循环进行单独的测量。每分钟以 100% 的恒定伸长率将样本循环五次，然后在第五次伸长后保持在 300% 的伸长率半分钟，在这之后测量卸载力（即具体伸长率的应力）。当从最后一次伸长卸载时，以各种伸长率测量应力或卸载力。本文使用通式“UPx/y”以有效的卸载力报道卸载力，其中 x 是纤维循环五次的伸长百分比，而 y 是测量应力或卸载力的伸长百分比。

在第五次负载循环结束时，在将样本保持在 300% 的伸长率 30 秒后，测量应力衰减为纤维上应力损耗的百分比。

$$S = ((F - C) * 100) / F$$

其中 S=应力衰减%

F=全伸长时的应力

C=30 秒后的应力

由记录在图表纸上的应力/应变曲线来测量变形百分比。

实施例 1

如 US6562457 中所述，该实施例描述了具有聚亚丙基醚酯软链段和 1,4-亚丁基酯硬链段的聚醚酯弹性体的制备。将该聚合物设计成具有 72/28 的软链段与硬链段的重量比。使用批量方法由对苯二酸二甲酯、1,4-丁二醇和聚亚丙基醚二醇制备所述聚合物。

在装有搅拌器、抽空器和蒸馏器的高压釜中还装入 8.81kg 的对苯二酸二甲酯、8.94kg 的 1,4-丁二醇、20.2kg 的聚亚丙基醚二醇（数均分子量为 2019）、22g 的钛酸四异丙酯聚合催化剂、以及 37.5g 的 ETHANOX 330 抗氧化剂 (Albemarle Corporation)。将反应器的温度逐渐升至 210°C，并且通过蒸馏从反应器回收约 2.6kg 的甲醇。在 250°C 减压下，继续再反应 1.5 小

时以增加分子量。将所得的聚合物从反应器中挤出并且转变成小丸，在进一步使用前将其在 80 至 90°C 减压下干燥过夜。所述聚合物的性质如下：

特性粘度:	1.403dL/g
Mn:	31400
分子量:	61200
软链段的玻璃化转变温度:	-67°C
硬链段的熔融温度:	170°C
硬链段百分比:	28%

以下纤维纺丝实施例用实施例 1 的聚合物进行。

纺丝步骤

将实施例 1 的聚合物通过砂滤器纺丝组合件和多孔喷丝头（0.3mm 直径和 0.56mm 毛细管深度的孔，孔的数目显示在以下表 1 中）挤出并保持在 273°C。用 21°C 的空气将离开喷丝头的细丝流骤冷，并且聚成一束。前（喂料）辊具有下表中所述的表面速度，以下表 1 中所述的速度将丝束依次递送给一组拉伸辊、交织喷嘴、一组松弛辊和卷绕机。用于所述丝的纺丝条件描述在表 1 中。所得丝的性质描述在表 2 中。

为了与实施例 2 至 9 的数据比较，比较例 1 和 2 显示了两种不同的可商购获得的斯潘德克斯弹性纤维的性质。

表 1

纺丝条件

实施例	长丝数目	g/min	喂料辊速度 (mpm)	拉伸辊速度 (mpm)	拉伸比率	松弛辊速度 (mpm)	卷绕速度 (mpm)
2	3	7.95	760	2660	3.5	2515	2500
3	3	7.95	760	2660	3.5	2515	2580
4	3	7.95	760	2660	3.5	2515	2590
5	3	7.95	760	2660	3.5	2515	2590
6	3	7.95	2000	2660	1.33	2515	2610

7	6	10.5	760	2660	3.5	2515	2590
8	6	10.5	760	2660	3.5	2515	2590
9	6	10.5	760	2660	3.5	2515	2590

表 2
丝的性質

实施例	旦尼 尔 1	强度 (g/den)	伸 长 百分比	旦尼 尔 2	5 个循环 的 拉 伸 百分比	强度 (g/den)	伸 长 百分比	衰 减 百分比	变 形 百分比	卸 载 (g/den)
2	53.5	1.00	303	49.1	300	0.83	320	18.8	52.2	18.9
3	51.6	1.11	256	51.8	300	1.04	255	16.0	21.1	21.4
4	53.0	1.07	255	52.0	200	1.05	260	16.0	21.4	21.4
5	48.1	1.13	256	50.0	200	0.96	235	16.0	20.8	20.7
6	41.1	1.07	275	43.0	200	1.03	291	14.1	20.9	14.9
7	72.5	1.08	260	78.0	200	0.96	264	15.5	18.5	29.4
8	68.3	1.19	253	70.9	200	1.14	272	16.1	19.2	30.4
9	80.3	1.02	245	80.0	200	1.13	278	16.7	19.7	33.9
C1	71.2	0.92	490	70.8	300	1.02	514	27.6	16.9	9.7
C2	41.9	1.30	487	41.3	300	1.32	495	29.0	13.4	7.3

表 1 中的数据清楚地显示，所使用的聚醚酯弹性体可根据本发明以商业可行的速度（其比 US6562457 和 US6599625 中所报道的那些快得多）纺成丝。此外，比较数据证实，由本发明方法获得的丝概括了弹性酯的性质。