

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

D01F 1/06

D01F 6/06



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 02111264.9

[43] 公开日 2003 年 10 月 15 日

[11] 公开号 CN 1448549A

[22] 申请日 2002.4.4 [21] 申请号 02111264.9

[71] 申请人 中国石化上海石油化工股份有限公司

地址 200540 上海市金山区金一路 48 号

[72] 发明人 王雪良 富力豪 龚丽琴 闵丽华
奚亮

[74] 专利代理机构 上海东方易知识产权事务所

代理人 沈原

权利要求书 2 页 说明书 7 页

[54] 发明名称 一种阳离子染料可染丙纶的制造方法

[57] 摘要

一种可染丙纶纤维的制造方法，它采用普通纤维级聚丙烯树脂中加入染色添加剂，经共混熔融纺丝制造可染丙纶纤维，纺丝温度为 230 ~ 290℃。染色添加剂包括组份 A 和组份 B，其中组份 A 为聚乙二醇、聚丙二醇或聚丁二醇中的任何一种聚二醇类化合物，其聚合度为 1000 ~ 3000；组份 B 为由对苯二甲酸二甲酯、5-磺酸碱金属盐间(对)苯二甲酸二甲酯、乙二醇共聚而成的共聚物。用于纺丝的染色添加剂的聚丙烯树脂混合物中，组份 A 的含量为 0.5 ~ 3wt%，组份 B 的含量为 5 ~ 15wt%。本发明的优点在于制得的丙纶纤维可用阳离子染料在常压下沸染，上染率达到 75% 以上，色牢度达到 4 级以上。

ISSN 1008-4274

1、一种可染丙纶纤维的制造方法，该方法采用普通纤维级聚丙烯树脂中加入染色添加剂，经共混熔融纺丝制造可染丙纶纤维，纺丝温度为 230~290℃，染色添加剂包括组份 A 和组份 B，其中：

组份 A 为聚乙二醇、聚丙二醇或聚丁二醇中的任何一种聚二醇类化合物，其聚合度为 1000~3000；

组份 B 为由单体 a、b、c 共聚而成的共聚物，该共聚物的特性粘度为 0.30~0.55，熔点为 200~250℃，其中：

a 为对苯二甲酸二甲酯；

b 为 5-磺酸碱金属盐间（对）苯二甲酸二甲酯；

c 为乙二醇，

共聚物中三种单体的比例由以下摩尔比确定：

$$a : b = 100 : 5 \sim 25, \quad a + b : c = 1 : 1 \sim 2.5,$$

用于纺丝的加入了染色添加剂的聚丙烯树脂混合物中，染色添加剂组份 A 的含量为 0.5~3 wt%，组份 B 的含量为 5~15 wt%。

2、根据权利要求 1 所述的可染丙纶纤维的制造方法，其特征在于所述的组份 B 共聚物中三种单体的比例由以下摩尔比确定：

$$a : b = 100 : 8 \sim 15, \quad a + b : c = 1 : 1.5 \sim 2.0 .$$

3、根据权利要求 1 所述的可染丙纶纤维的制造方法，其特征在于所述的用于纺丝加入了染色添加剂的聚丙烯树脂混合物中，染色添加剂组份 A 的含量为 1~2 wt%。

4、根据权利要求 1 所述的可染丙纶纤维的制造方法，其特征在于所述的用于纺丝的加入了染色添加剂的聚丙烯树脂混合物中，染色添加剂组份 B 的含量最好为 6 ~ 12 wt %。

5、根据权利要求 1、2、3 或 4 所述的可染丙纶纤维的制造方法，其特征在于先将所述的染色添加剂与普通的聚丙烯树脂按重量比 10 ~ 30 : 100 混合熔融造粒得到母粒，然后将母粒与其余的聚丙烯树脂共混熔融纺丝。

6、根据权利要求 1、2、3 或 4 所述的可染丙纶纤维的制造方法，其特征在于所述的染色添加剂与普通聚丙烯树脂按所需比例混合直接共混熔融纺丝。

一种阳离子染料可染丙纶的制造方法

技术领域

本发明涉及可染丙纶的制造方法，特别涉及通过在普通纤维级聚丙烯树脂中加入染色改进添加剂，经共混熔融纺丝制造可染丙纶的制造方法。

背景技术

聚丙烯纤维因其原料价格低廉、生产工艺简单、纤维质轻、耐化学药品、较好的保暖性和导湿性等诸多优点，近年来发展迅速，其应用领域也不断扩大。但由于聚丙烯结晶度高，结构紧密，且分子链上不存在可与染料分子结合的极性基团，使其不能用常规的方法进行染色。通常人们采用原液着色或色母粒着色的方法纺制浓色的有色纤维，但这毕竟不如纤维或织物印染可有较高的染色灵活性和色彩多样性。故改善丙纶纤维的染色性能一直深受人们的关注。

在现有技术中，用共混改性法是为常用的改善丙纶纤维染色性能的方法。它将分子上具有染色基团，并能很好地与聚丙烯树脂共混熔融的染色添加剂掺和到聚丙烯中去，然后进行共混熔融纺丝。该方法在技术上易于施行，且对纤维的力学性能影响较小。如日本专利申请特开平 6-25912 提出将聚丙烯树脂与一定量的聚酯树脂共混熔融纺丝制得可染丙纶纤维。CN93114967.3、CN96105290 等均提出了一种将染色添加剂与聚丙烯树脂进行共混熔融纺丝，制得的纤

维具有良好的染色性能。但这些已有的方法所制得的可染丙纶纤维只能用分散染料进行染色，可用阳离子染料染色并具有较高上色率的却少见报道，而我们知道阳离子染料无论从色彩的鲜艳度、色彩的多样性以及色牢度均要优于分散染料。

发明内容

本发明所要解决的技术问题是提供一种可染丙纶的制造方法，通过在普通聚丙烯树脂中加入染色改进添加剂，经共混熔融纺丝制得的可染丙纶可采用阳离子染料染色。

以下是本发明解决上述技术问题的技术方案：

一种可染丙纶纤维的制造方法，该方法采用普通纤维级聚丙烯树脂中加入染色添加剂，经共混熔融纺丝制造可染丙纶纤维，纺丝温度为 230~290℃，染色添加剂包括组份 A 和组份 B，其中：

组份 A 为聚乙二醇、聚丙二醇或聚丁二醇中的任何一种聚二醇类化合物，其聚合度为 1000~3000；

组份 B 为由单体 a、b、c 共聚而成的共聚物，该共聚物的特性粘度 $[\eta]$ 为 0.30~0.55，共聚物的熔点为 200~250℃。其中：

a 为对苯二甲酸二甲酯；

b 为 5-磺酸碱金属盐间（对）苯二甲酸二甲酯；

c 为乙二醇，

共聚物中三种单体的比例由以下摩尔比确定：

$a : b = 100 : (5 \sim 25)$, $(a + b) : c = 1 : (1 \sim 2.5)$,

用于纺丝的加入了染色添加剂的聚丙烯树脂混合物中，染色添

加剂组份 A 的含量为 0.5 ~ 3 wt %，组份 B 的含量为 5 ~ 15 wt %。

上述组份 B 共聚物中三种单体的比例最好由以下摩尔比确定：

$$a : b = 100 : (8 \sim 15), \quad (a + b) : c = 1 : (1.5 \sim 2.0) ;$$

用于纺丝的加入了染色添加剂的聚丙烯树脂混合物中，染色添加剂组份 A 的含量最好为 1 ~ 2 wt %；染色添加剂组份 B 的含量最好为 6 ~ 12 wt %。

在制造过程中，可以先将所述的染色添加剂与普通的聚丙烯树脂按重量比 10 ~ 30 : 100 混合熔融造粒得到母粒，然后将母粒与其余的聚丙烯树脂共混熔融纺丝。也可以将染色添加剂与普通聚丙烯树脂按所需比例混合直接共混熔融纺丝，制造的丙纶纤维单丝纤度一般为 1.5dtex ~ 7dtex。

在本发明中，其关键在于组份 A 与组份 B 的配合使用，组份 B 的加入提供了供阳离子染料上染的染座，组份 A 的加入可进一步调节丙纶纤维的结晶度，使其处于一合适的范围。这使得大分子的结构变得适度疏松，从而有利于染料向纤维内部扩散。染色添加剂的加入量对纤维的染色性能有显著的影响，发明人发现，组份 A 的含量低于 0.5 wt %，而组份 B 的含量低于 5wt % 时，纤维的上染率明显下降。但由于染色添加剂在熔体体系中呈现相分离的状态，添加剂是以球状分散相均匀地分散在聚丙烯连续相中。随着添加剂含量的增加，分散相尺寸变大，体系的均匀性逐渐变差。当组份 A 的含量超过 3 wt %，而组份 B 的含量超过 15 wt % 时，将影响熔体的纺丝性能以及纤维的物理机械性能。本发明认为，染色添加剂组份 A

的含量为 0.5~3 wt%，以及组份 B 的含量为 5~15wt% 是可行的，但组份 A 的含量最好为 1~2 wt%，以及组份 B 的含量最好为 6~12wt%。

与现有技术相比，本发明的优点在于制得的丙纶纤维可用阳离子染料在常压下沸染，上染率达到 75% 以上，色牢度达到 4 级以上。

具体实施方式

下面将列举一些实施例来进一步对本发明的细节进行描述，在实施例中，纤维的上色率的测试方法以及上色率的定义见下。

测试方法：

仪器：小样染色机、721 型分光光度计；

试剂：孔雀石绿、阳离子染料（黄 8GL、红 5GN、蓝 RL）；

染液配制：浴比为 1:100，1g 纤维的用量为 0.2% 孔雀石绿或阳离子染料 5ml，配以无离子水 95ml；

染色条件：70℃ 入染，20 分钟内加热至 100℃，沸染 40 分钟，停止加热维持 30 分钟，取出样品冷却至室温后水洗。

染色残液光密度的测定：取 20ml 染色残液，与染色样品水洗液合并后移入容量瓶，用分光光度计测其光密度；

染色原液光密度的测定：取 20ml 染色原液，移入容量瓶用与染色样品水洗液相同量的无离子水稀释，用分光光度计测其光密度。

$$\text{上色率} = \frac{\text{染色原液光密度} - \text{染色残液光密度}}{\text{染色原液光密度}} \times 100\%$$

【实施例 1~8】

先将染色添加剂与普通的聚丙烯树脂按 20:100 的重量比投入至旋转混合器中混合均匀,该混合物采用双螺杆挤出机在 150~200℃ 温度下熔融造粒制得母粒,然后将母粒与所需量的聚丙烯树脂混合均匀,在短丝纺丝设备上熔融纺丝,纺丝温度为 230~290℃,生产丙纶短纤维,其规格为 2.78dtex×67mm 以及 5.78dtex×102mm。纺丝的其它工艺条件与一般丙纶纤维纺丝相同,这为该领域的普通技术人员所熟知。各实施例的染色添加剂组份 A、组份 B 见表 1,用于纺丝的加入了染色添加剂的聚丙烯树脂混合物中,染色添加剂组份 A 和组份 B 的含量见表 2,纤维的性能见表 3。

【实施例 9~11】

将染色添加剂与普通聚丙烯树脂按所需比例混合均匀后直接共混熔融纺丝,其余同【实施例 1~8】。各实施例的染色添加剂组份 A、组份 B 见表 1,用于纺丝的加入了染色添加剂的聚丙烯树脂混合物中,染色添加剂组份 A 和组份 B 的含量见表 2,纤维的性能见表 3。

表 1.

	组份 A	组份 B		
		a : b (摩尔比)	a+b : c (摩尔比)	[η] (泊)
实施例 1	聚乙二醇	100 : 5	1 : 2.5	0.55
实施例 2	聚丙二醇	100 : 15	1 : 2	0.53
实施例 3	聚丁二醇	100 : 25	1 : 1	0.50
实施例 4	聚乙二醇	100 : 8	1 : 1	0.54
实施例 5	聚乙二醇	100 : 12	1 : 1.5	0.52
实施例 6	聚丁二醇	100 : 20	1 : 2.5	0.49
实施例 7	聚丙二醇	100 : 25	1 : 1	0.48
实施例 8	聚丙二醇	100 : 8	1 : 1.5	0.52
实施例 9	聚乙二醇	100 : 12	1 : 1	0.44
实施例 10	聚乙二醇	100 : 25	1 : 1.5	0.38
实施例 11	聚丁二醇	100 : 15	1 : 1.5	0.31

注：组份 A 的聚合度为 1000 ~ 3000；组份 B 为单体 a、b、c 共聚的共聚物，其中：a 为对苯二甲酸二甲酯；b 为 5-磺酸碱金属盐间（对）苯二甲酸二甲酯；c 为乙二醇。[η] 为共聚物的特性粘度，共聚物的熔点为 200 ~ 250℃。

表 2.

	组份 A (wt %)	组份 B (wt %)
实施例 1	0.5	5
实施例 2	0.5	10
实施例 3	0.5	15
实施例 4	1	6
实施例 5	1	8
实施例 6	1	10
实施例 7	1	12
实施例 8	2	8
实施例 9	2	12
实施例 10	2	15
实施例 11	3	8

表 3.

	上染率 (%)				断裂强度 (CN/dtex)
	阳离子黄 8GL	阳离子红 5GN	阳离子蓝 RL	孔雀	
实施例 1	73.25	73.10	72.18	72.30	3.42
实施例 2	83.53	83.80	82.20	85.26	3.31
实施例 3	91.10	90.80	90.66	90.10	3.10
实施例 4	88.50	88.36	89.40	89.40	3.44
实施例 5	94.16	93.98	94.30	94.20	3.42
实施例 6	96.53	97.76	98.20	98.14	3.40
实施例 7	96.70	97.90	98.40	98.45	3.33
实施例 8	96.20	97.24	97.80	95.68	3.30
实施例 9	97.10	97.30	98.00	98.05	3.20
实施例 10	98.08	98.26	98.30	98.48	3.12
实施例 11	98.10	98.20	98.32	98.50	3.06