



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104532392 B

(45)授权公告日 2017.01.11

(21)申请号 201410852397.7

审查员 张超

(22)申请日 2014.12.31

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 104532392 A

(43)申请公布日 2015.04.22

(73)专利权人 江苏恒力化纤股份有限公司

地址 215226 江苏省苏州市吴江市盛泽镇
南麻开发区恒力路1号

(72)发明人 王山水 张建光 熊克 王丽丽
邵义伟

(51)Int.Cl.

D01F 6/92(2006.01)

D01F 1/10(2006.01)

C08G 63/183(2006.01)

C08G 63/78(2006.01)

权利要求书2页 说明书18页

(54)发明名称

一种多孔超亮光聚酯纤维及其制备方法

(57)摘要

本发明涉及一种多孔超亮光聚酯纤维及其制备方法,所述多孔超亮光聚酯纤维主要是通过熔融纺丝、多孔数、截面异形化等,赋予聚酯纤维超亮闪光效果,材料为改性聚酯;所述熔融纺丝过程采用“一”字型喷丝板;所述改性聚酯由聚酯与氨基脂肪酸乙二醇酯构成,所述氨基脂肪酸乙二醇酯分散在所述聚酯的分子链间,所述多孔超亮光聚酯纤维聚酯在温度为90~130℃条件下,纤维内部分子链间的自由体积空间增大20~30v/v%;所述多孔超亮光聚酯纤维可用于仿丝绸织物、仿毛织物、灯芯绒等绒类织物,毛线,装饰织物等。

1. 一种多孔超亮光聚酯纤维,其特征是:所述多孔超亮光聚酯纤维主要是通过熔融纺丝、多孔数、截面异形化,赋予聚酯纤维超亮闪光效果,材料为改性聚酯;所述熔融纺丝过程采用“一”字型喷丝板,喷丝孔的长宽比为20:1;所述改性聚酯由聚酯与氨基脂肪酸乙二醇酯构成,所述氨基脂肪酸乙二醇酯分散在所述聚酯的分子链间,且所述氨基脂肪酸乙二醇酯与所述聚酯的分子链间有氢键作用,使所述氨基脂肪酸乙二醇酯与所述聚酯的分子链的相对位置固定;所述氨基脂肪酸乙二醇酯占所述多孔超亮光聚酯纤维的重量百分比为0.5~2.5%;所述多孔超亮光聚酯纤维聚酯在温度为90~130℃条件下,纤维内部分子链间的自由体积空间增大20~30v/v%;所述改性聚酯在纺丝过程采用环吹风冷却工艺;所述多孔超亮光聚酯纤维的断裂强度 $\geq 3.0\text{cN/dtex}$,断裂伸长率为 $30.0\pm 3.0\%$;

所述氨基脂肪酸乙二醇酯的分子结构为:



其中, $n=10-50$ 。

2. 根据权利要求1所述的一种多孔超亮光聚酯纤维,其特征在于,所述多孔超亮光聚酯纤维的线密度偏差率 $\leq 2.0\%$,断裂强度CV值 $\leq 5.0\%$,断裂伸长CV值 $\leq 10.0\%$,条干不匀率CV $\leq 2.00\%$,沸水收缩率 $7.0\pm 0.5\%$,含油率 $1.00\pm 0.20\%$ 。

3. 如权利要求1所述的一种多孔超亮光聚酯纤维的制备方法,其特征是将改性聚酯经计量、挤出、环吹风冷却、上油、预网络器、拉伸、热定型、主网络和卷绕,制得多孔超亮光聚酯纤维;

所述挤出的温度为280~290℃;

所述冷却的风温为20~23℃;

所述环吹风湿度为80~85℃;

所述油嘴距板面距离为400~800mm;

所述预网络压力为0.02~0.06MPa;

所述网络压力为0.20~0.30MPa;

所述一辊速度为2200~2600m/min;

所述一辊温度为75~85℃;

所述二辊速度为3600~3900m/min;

所述二辊温度为115~135℃;

所述卷绕的速度为3600~3800m/min;

单丝纤度为0.3~0.7dtex;

所述改性聚酯的制备步骤包括:

(1)氨基脂肪酸乙二醇酯的制备:

1)将二元脂肪酸与甲醇以1:1.5摩尔比的量加入反应器中,在浓硫酸的催化下,加热到80~110℃,回流酯化,冷却,分离提纯得到二元脂肪酸单甲酯;所述二元脂肪酸为十二烷二羧酸到五十二烷二羧酸中的一种;

2)将所述二元脂肪酸单甲酯、四乙酸铅和溴化锂按摩尔比1:1:1溶在苯中,其中二元脂肪酸单甲酯的浓度为0.05~0.1mol/L,在氮气氛围下,在80~90℃反应,回流,当不再有气体产生时,加入一定量的稀硫酸反应2~3小时,然后洗涤、提纯及干燥,得到产物溴代脂肪酸;

3)将溴代脂肪酸与15~25wt%的氨水按摩尔比1:2加入到反应器中,搅拌,在室温下反应,再将反应产物加热蒸馏,且用冷水吸收氨气,加热蒸馏的温度不超过70℃,直至无气泡产生,即停止蒸馏,然后进行冷却和抽滤,滤饼用去离子水洗至无溴离子为止,将产品真空干燥得到产物氨基脂肪酸;

4)将乙二醇和氨基脂肪酸按摩尔比为1.1:2搅拌均匀,并按氨基脂肪酸重量的1~3%加入浓度为40~50wt%的硫酸,进行酯化反应,酯化反应温度为160~220℃,酯化水馏出量达到理论值的90%以上为酯化反应终点;反应产物经分离提纯得到氨基脂肪酸乙二醇酯;

(2)改性聚酯的制备,包括酯化反应和缩聚反应:

所述酯化反应:

采用对苯二甲酸和乙二醇作为原料,配成均匀浆料后进行酯化反应,得到酯化产物;酯化反应在氮气氛围中加压,压力控制在常压~0.3MPa,温度在250~260℃,酯化水馏出量达到理论值的90%以上为酯化反应终点;

所述缩聚反应:

包括缩聚反应低真空阶段和缩聚反应高真空阶段:

所述缩聚反应低真空阶段,在酯化产物中加入催化剂和稳定剂,在负压的条件下开始缩聚反应,该阶段压力由常压平稳抽至绝对压力500Pa以下,温度控制在260~270℃,反应时间为30~50分钟;

在所述缩聚反应低真空阶段结束后加入氨基脂肪酸乙二醇酯,并搅拌;

所述缩聚反应高真空阶段,经所述缩聚反应低真空阶段后,继续抽真空,使反应压力降至绝对压力小于100Pa,反应温度控制在275~280℃,反应时间50~90分钟;

制得改性聚酯。

4.根据权利要求3所述的一种多孔超亮光聚酯纤维的制备方法,其特征在于,所述乙二醇与 所述对苯二甲酸的摩尔比为1.2~2.0:1。

5.根据权利要求3所述的一种多孔超亮光聚酯纤维的制备方法,其特征在于,所述催化剂选自三氧化二锑、乙二醇锑和醋酸锑中的一种,催化剂用量为所述对苯二甲酸重量的0.01%~0.05%。

6.根据权利要求3所述的一种多孔超亮光聚酯纤维的制备方法,其特征在于,所述稳定剂选自磷酸三苯酯、磷酸三甲酯和亚磷酸三甲酯中的一种,稳定剂用量为所述对苯二甲酸重量的0.01%~0.05%。

7.根据权利要求3所述的一种多孔超亮光聚酯纤维的制备方法,其特征在于,加入氨基脂肪酸乙二醇酯后的搅拌,时间为15~20分钟。

8.根据权利要求3所述的一种多孔超亮光聚酯纤维的制备方法,其特征在于,用去离子水洗至无溴离子为止,采用硝酸银溶液检测。

9.根据权利要求3所述的一种多孔超亮光聚酯纤维的制备方法,其特征在于,所述浓硫酸是指质量浓度为70~80%的硫酸,浓硫酸加入量为二元脂肪酸的1~3wt%;所述一定量的稀硫酸是指质量浓度为40~50%的硫酸,稀硫酸加入量为二元脂肪酸单甲酯的1~3wt%。

一种多孔超亮光聚酯纤维及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属改性纤维技术领域,涉及一种多孔超亮光聚酯纤维及其制备方法。

背景技术

[0002] 聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)纤维自问世以来,因其优异的性能而得到了迅猛地发展,其产量已经成为世界合成纤维之冠。聚酯纤维具有断裂强度和弹性模量高,回弹性适中,热定型优异,耐热耐光性好以及耐酸耐碱耐腐蚀性等一系列优良性能,且织物具有抗皱、挺括性好等优点,所以,聚酯纤维广泛应用于服装、家纺等领域。

[0003] PET属于对称性的直链大分子,分子链不含有侧链基团,规整性非常好,它的主链含有刚性的苯环和柔性的烃基,而直接与苯环相连接的酯基与苯环又构成了刚性的共轭体系,从而制约了其柔性链段的自由旋转。这种结构对玻璃化转变温度的影响是明显的,增加了分子链段运动的壁垒,PET的玻璃化转变温度较高,需要在很高的温度下染色,促进染料分子向纤维内部的扩散。另外,PET的分子链规整,结晶性好,分子链排列紧密,并且分子链上没有与染料分子发生作用的极性基团,使聚酯纤维的上色更加困难。

[0004] 为解决PET纤维染色困难的问题,现采用技术或方法主要是通过引入染料分子接受基或增加聚酯无定型区域量的方法,虽然可以提高聚酯的染色性能,破坏了PET的链段规整性,以降低聚酯纤维的性能来获得染色性能的提高。在不破坏聚酯纤维结晶性和整列度的情况下,目前采用的方法有载体法、高温高压法和高温热溶法等三种染色方法。

[0005] 多孔超亮光聚酯纤维,主要是通过熔融纺丝、多孔数、截面异形化等,赋予聚酯纤维具有真丝般的光泽和柔软、织物明亮感和柔和高雅的丝绸光感,不仅具有优良的光学特性外,由于纤维的根数大,纤维之间的排列无法紧密,空隙相应增大,从而织物手感更厚实,蓬松性、透气性好,具有超亮闪光效果。其产品主要用于仿丝绸织物、仿毛织物、灯芯绒等绒类织物,毛线,装饰织物等。尤其在衣着、装饰及产业用纺织品三大领域内有着广阔的市场前景和经济效益。

发明内容

[0006] 本发明的目的是提供一种多孔超亮光聚酯纤维及其制备方法,本发明利用氨基脂肪酸乙二醇酯在一定温度条件时,自由体积的增加幅度远远大于聚酯大分子链的特性,通过提高分散染料微小颗粒进入聚酯内部的程度,来提高聚酯的染色性能;同时由于氨基脂肪酸乙二醇酯分子中在首位氨基的存在,增加其与聚酯大分子链之间的氢键作用,增加了它与聚酯的相容性以及在聚酯中的分散,最大限度地减少了迁移。同时对聚酯结构规整性、结晶性没有破坏,保持了聚酯的优良性能。

[0007] 本发明的一种多孔超亮光聚酯纤维,由改性聚酯纺丝而得,所述多孔超亮光聚酯纤维主要是通过熔融纺丝、多孔数、截面异形化等,赋予聚酯纤维超亮闪光效果,所述熔融纺丝过程采用“一”字型喷丝板,喷丝孔的长宽比为20:1,所述改性聚酯是由聚酯与氨基脂肪酸乙二醇酯构成,所述氨基脂肪酸乙二醇酯分散在所述聚酯的分子链间,且所述氨基脂

肪酸乙二醇酯与所述聚酯的分子链间有氢键作用,使所述氨基脂肪酸乙二醇酯与所述聚酯的分子链的相对位置固定;所述多孔超亮光聚酯纤维在温度为90~130℃条件下,纤维内部分子链间的自由体积空间增大20~30%;所述改性聚酯在纺丝过程采用环吹风冷却工艺;所述多孔超亮光聚酯纤维的断裂强度 $\geq 3.0\text{cN/dtex}$,断裂伸长率为 $30.0\pm 3.0\%$;

[0008] 所述氨基脂肪酸乙二醇酯的分子结构为:

[0009] $\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_n\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{OOC}(\text{CH}_2)_n\text{NH}_2$;

[0010] 其中, $n=10\sim 50$ 。

[0011] 作为优选的技术方案:

[0012] 所述的一种多孔超亮光聚酯纤维,所述多孔超亮光聚酯纤维的线密度偏差率 $\leq 2.0\%$,断裂强度CV值 $\leq 5.0\%$,断裂伸长CV值 $\leq 10.0\%$,条干不匀率CV $\leq 2.00\%$,沸水收缩率 $7.0\pm 0.5\%$,含油率 $1.00\pm 0.20\%$ 。

[0013] 所述的一种多孔超亮光聚酯纤维,所述氨基脂肪酸乙二醇酯占所述多孔超亮光聚酯纤维的重量百分比为0.5~2.5%。

[0014] 本发明还提供了一种多孔超亮光聚酯纤维的制备方法,将改性聚酯经计量、挤出、环吹风冷却、上油、预网络器、拉伸、热定型、主网络和卷绕,制得多孔超亮光聚酯纤维;

[0015] 所述挤出的温度为280~290℃;

[0016] 所述冷却的风温为21~23℃;

[0017] 所述环吹风湿度为80~85℃;

[0018] 所述油嘴距板面距离为400~800mm;

[0019] 所述预网络压力为0.02~0.06Mpa;

[0020] 所述网络压力为0.20~0.30Mpa;

[0021] 所述一辊速度为2200~2600m/min;

[0022] 所述一辊温度为75~85℃;

[0023] 所述二辊速度为3600~3900m/min;

[0024] 所述二辊温度为115~135℃;

[0025] 所述卷绕的速度为3600~3800m/min;

[0026] 单丝纤度为0.3~0.7dtex;

[0027] 所述改性聚酯的制备步骤包括:

[0028] (1)氨基脂肪酸乙二醇酯的制备:

[0029] (1)氨基脂肪酸乙二醇酯的制备:

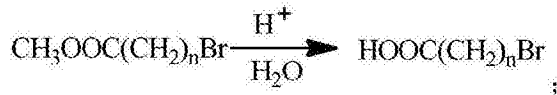
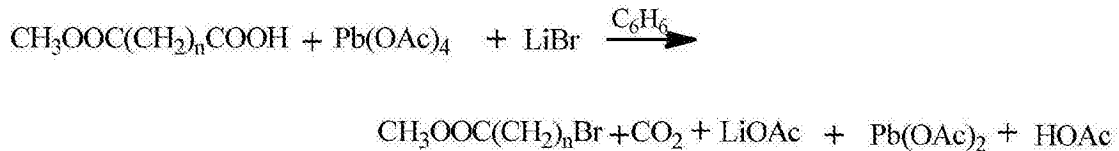
[0030] 1)将二元脂肪酸与甲醇以1:1.5摩尔比的量加入反应器中,在浓硫酸的催化下,加热到80~110℃,回流酯化,冷却,分离提纯得到二元脂肪酸单甲酯;所述二元脂肪酸为十二烷二羧酸到五十二烷二羧酸中的一种;反应方程式为:

[0031] $\text{HOOC}(\text{CH}_2)_n\text{COOH}+\text{CH}_3\text{OH}\rightarrow\text{CH}_3\text{OOC}(\text{CH}_2)_n\text{COOH}$

[0032] 其中 $n=10\sim 50$;

[0033] 2)将所述二元脂肪酸单甲酯、四乙酸铅和溴化锂按摩尔比1:1:1溶在苯中,其中二元脂肪酸单甲酯的浓度为0.05~0.1mol/L,在氮气氛围下,在80~90℃反应,回流,当不再有气体产生时,加入一定量的稀硫酸反应2~3小时,然后洗涤、提纯及干燥,得到产物溴代脂肪酸;反应方程式为:

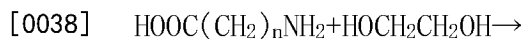
[0034]



[0035] 3)将溴代脂肪酸与15~25wt%的氨水按摩尔比1:2加入到反应器中,搅拌,在室温下反应,再将反应产物加热蒸馏,且用冷水吸收氨气,加热蒸馏的温度不超过70℃,直至无气泡产生,即停止蒸馏,然后进行冷却和抽滤,滤饼用去离子水洗至无溴离子为止,将产品真空干燥得到产物氨基脂肪酸;真空干燥的温度可采用60~70℃;反应方程式为:



[0037] 4)将乙二醇和氨基脂肪酸按摩尔比为1.1:2搅拌均匀,并按氨基脂肪酸重量的百分之一加入浓度为40~50wt%的硫酸为催化剂,进行酯化反应,酯化反应温度为160~220℃,酯化水馏出量达到理论值的90%以上为酯化反应终点;反应产物经分离提纯得到氨基脂肪酸乙二醇酯;反应方程式为:



[0040] (2)改性聚酯的制备,包括酯化反应和缩聚反应:

[0041] 所述酯化反应:

[0042] 采用对苯二甲酸和乙二醇作为原料,配成均匀浆料后进行酯化反应,得到酯化产物;酯化反应在氮气氛围中加压,压力控制在常压~0.3MPa,温度在250~260℃,酯化水馏出量达到理论值的90%以上为酯化反应终点;

[0043] 所述缩聚反应:

[0044] 包括缩聚反应低真空阶段和缩聚反应高真空阶段:

[0045] 所述缩聚反应低真空阶段,在酯化产物中加入催化剂和稳定剂,在负压的条件下开始缩聚反应,该阶段压力由常压平稳抽至绝对压力500Pa以下,温度控制在260~270℃,反应时间为30~50分钟;

[0046] 在所述缩聚反应低真空阶段结束后加入氨基脂肪酸乙二醇酯,并搅拌,通常搅拌15~20分钟;

[0047] 所述缩聚反应高真空阶段,经所述缩聚反应低真空阶段后,继续抽真空,使反应压力降至绝对压力小于100Pa,反应温度控制在275~280℃,反应时间50~90分钟;

[0048] 制得改性聚酯。

[0049] 如上所述的一种多孔超亮光聚酯纤维的制备方法,所述乙二醇与所述对苯二甲酸的摩尔比为1.2~2.0:1。

[0050] 如上所述的一种多孔超亮光聚酯纤维的制备方法,所述催化剂选自三氧化二锑、乙二醇锑和醋酸锑中的一种,催化剂用量为所述对苯二甲酸重量的0.01%~0.05%。

[0051] 如上所述的一种多孔超亮光聚酯纤维的制备方法,所述稳定剂选自磷酸三苯酯、磷酸三甲酯和亚磷酸三甲酯中的一种,稳定剂用量为所述对苯二甲酸重量的0.01%~

0.05%。

[0052] 如上所述的一种多孔超亮光聚酯纤维的制备方法,用去离子水洗至无溴离子为止采用硝酸银溶液检测。

[0053] 如上所述的一种多孔超亮光聚酯纤维的制备方法,所述浓硫酸是指质量浓度为70~80%的硫酸,浓硫酸加入量为二元脂肪酸的1~3wt%;所述一定量的稀硫酸是指质量浓度为40~50%的硫酸,稀硫酸加入量为二元脂肪酸单甲酯的1~3wt%。

[0054] 聚酯纤维在染色时,分散染料对聚酯纤维的上染过程可分为以下四个阶段:

[0055] 1)分散染料在染液中随染液的流动逐渐靠近纤维界面;2)分散染料靠近纤维界面迅速被纤维表面吸附;3)分散染料被吸附到纤维表面后,在纤维内产生一个浓度差或内外染料化学位差,染料将向纤维内部扩散;4)分散染料扩散速度与纤维无定型区含量,孔隙或自由体积含量有关,因此分散染料的上染速度除了染料在溶液中的溶解度以外,还决定于纤维的结构外以及染色时纤维的溶胀程度有关。

[0056] 涤纶纤维是疏水性的合成纤维,涤纶分子结构中缺少象纤维素或蛋白质纤维那样的能和染料发生结合的活性基团,涤纶分子排列得比较紧密,纤维中只存在较小的空隙,在在染色时潮湿条件下,聚酯纤维不会像棉纤维那样能通过剧烈溶胀而使空隙增大,染料分子难以参透到纤维内部。因此,提高对纤维分子间的自由体积将有助于染色的进行。

[0057] 聚酯的分子链结构是含有苯环结构的线性大分子,分子链上的官能团排列整齐,无支链,大分子链的柔性较差。同时聚酯的规整性好和刚性都较大,分子间的作用力较大。与其他高分子材料相比,聚酯的分子链发生滑移、旋转都较为困难,这些特性阻碍了染料进入聚酯内部,因而染色性能较差。

[0058] 氨基脂肪酸乙二醇酯主要是以C-C,C-O键为主,同时具有一定分子量,即具有一定长度的分子链,分子链柔软性较大,氨基脂肪酸乙二醇酯的卷曲程度较苯环结构的线性大分子更大,同时对温度的敏感较含有苯环结构的线性大分子强。当温度变化时,氨基脂肪酸乙二醇酯先于含有苯环结构的线性大分子运动,运动所产生的自由体积远远大于含有苯环结构的线性大分子所产生的。

[0059] 通过脂肪酸酯增加了聚酯纤维的自由体积以增加染料的扩散程度,提高聚酯纤维的染色性能,使纤维获得高的上染率。

[0060] 脂肪酸酯里的氧可以形成氢键,但是氧在中间位置时,由于空间位阻效应以及脂肪酸酯分子的卷曲等因素降低了其与聚酯大分子链中的氢形成氢键的数量;若氨基在 α 位上,即氨基酸类,由于氨基和羰基互相影响,也不利于氨基与聚酯大分子链中的氢形成氢键;当氨基脂肪酸酯的氨基在大分子的端位时,大分子的卷曲对其影响不大,增加了氨基脂肪酸酯中的氨基与聚酯大分子链中的氢形成氢键的形成,同时提高了氨基脂肪酸酯与聚酯大分子链之间的作用力,减少了氨基脂肪酸酯的滑移和迁移。

[0061] 增加了氨基脂肪酸酯与聚酯的相容性以及其在聚酯中的分散,最大限度地减少了迁移。同时对聚酯结构规整性、结晶性没有破坏,保持了聚酯的优良性能。

[0062] 有益效果:

[0063] 1.本发明所得的改性聚酯,由于氨基脂肪酸乙二醇酯是以C-C为主,同时具有一定分子量,即具有一定长度的分子链,分子链柔软性较大,氨基增加了与聚酯的相容性,所得的纤维与氨基脂肪酸乙二醇酯的相容性好。

[0064] 2. 由于氨基脂肪酸乙二醇酯分子中在首位氨基的存在, 增加与它与聚酯大分子链之间的氢键作用, 增加了它与聚酯的相容性以及其在聚酯中的分散, 最大限度地减少了迁移。

[0065] 3. 本发明所得的改性聚酯, 由于氨基脂肪酸乙二醇酯的含量较小, 对聚酯结构规整性、结晶性没有破坏, 保持了聚酯的优良性能。

[0066] 4. 氨基脂肪酸乙二醇酯的卷曲程度较苯环结构的线性大分子更大, 同时对温度的敏感较含有苯环结构的线性大分子强。当温度变化时, 先于含有苯环结构的线性大分子运动, 氨基脂肪酸乙二醇酯的运动所产生的自由体积远远大于含有苯环结构的线性大分子所产生的, 增加添加物的扩散程度, 来提高聚酯的功能性。

[0067] 5. 脂肪酸酯增加了聚酯纤维的自由体积以增加染料的扩散程度, 提高聚酯纤维的染色性能。

[0068] 6. 多孔超亮光聚酯纤维具有真丝般的光泽和柔软、织物明亮感和柔和高雅的丝绸光感, 不仅具有优良的光学特性外, 织物手感更厚实, 蓬松性、透气性好, 具有超亮闪光效果。

具体实施方式

[0069] 下面结合具体实施方式, 进一步阐述本发明。应理解, 这些实施例仅用于说明本发明而并不用于限制本发明的范围。此外应理解, 在阅读了本发明讲授的内容之后, 本领域技术人员可以对本发明作各种改动或修改, 这些等价形式同样落于本申请所附权利要求书所限定的范围。

[0070] 本发明的一种多孔超亮光聚酯纤维, 材料为改性聚酯, 所述改性聚酯由聚酯与氨基脂肪酸乙二醇酯构成, 所述氨基脂肪酸乙二醇酯分散在所述聚酯的分子链间, 且所述氨基脂肪酸乙二醇酯与所述聚酯的分子链间有氢键作用, 使所述氨基脂肪酸乙二醇酯与所述聚酯的分子链的相对位置固定; 所述多孔超亮光聚酯纤维在温度为 $90\sim 130^{\circ}\text{C}$ 条件下, 纤维内部分子链间的自由体积空间增大 $20\sim 30\text{v/v}\%$; 所述改性聚酯在纺丝过程采用环吹风冷却工艺; 所述多孔超亮光聚酯纤维的断裂强度 $\geq 3.0\text{cN/dtex}$, 断裂伸长率为 $30.0\pm 3.0\%$;

[0071] 所述氨基脂肪酸乙二醇酯的分子结构为:

[0072] $\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_n\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{OOC}(\text{CH}_2)_n\text{NH}_2$;

[0073] 其中, $n=10\sim 50$ 。

[0074] 所述的一种多孔超亮光聚酯纤维, 所述多孔超亮光聚酯纤维的线密度偏差率 $\leq 2.0\%$, 断裂强度CV值 $\leq 5.0\%$, 断裂伸长CV值 $\leq 10.0\%$, 条干不匀率CV $\leq 2.00\%$, 沸水收缩率 $7.0\pm 0.5\%$, 含油率 $1.00\pm 0.20\%$ 。

[0075] 所述的一种多孔超亮光聚酯纤维, 所述氨基脂肪酸乙二醇酯占所述多孔超亮光聚酯纤维的重量百分比为 $0.5\sim 2.5\%$ 。

[0076] 染色方法: 染色用分散染料为分散红3B, 分散蓝SE-2R分散翠蓝S-GL, 纤维分别在高温高压机中染色。染前纤维用非离子表面活性剂在 60°C 处理30分钟。染料用量为 2.0% (o.w.f); 分散剂NN01.2g/L, pH值为5, 浴比为1:50, 60°C 入染, 升温至 90°C 、 100°C 、 110°C 、 120°C 各恒温染色1h。

[0077] 上染百分率采用残液比色法确定, 吸取适量的染色原液和染色残液, 加入N,N-2甲基甲酰胺(DMF)和蒸馏水, 使待测染液中的DMF和水的比例为70/30(v/v), 染液吸光度采用

紫外-可见分光光度计测定,用下式计算上染百分率。

$$[0078] \quad \text{上染百分率} = 100\% \times \left(1 - \frac{A_1}{A_0}\right)$$

[0079] 上式中,A0和A1分别为染色原液和染色残液的吸光度。

[0080] 实施例1

[0081] 一种多孔超亮光聚酯纤维的制备方法,包括以下步骤

[0082] (1)氨基脂肪酸乙二醇酯的制备:

[0083] 1)将十二烷二羧酸与甲醇以1:1.5摩尔比的量加入反应器中,在浓硫酸的催化下,加热到80℃,回流酯化,冷却,分离提纯得到十二烷二羧酸单甲酯;所述浓硫酸是指质量浓度为70%的硫酸,浓硫酸加入量为十二烷二羧酸的3wt%;

[0084] 2)将所述十二烷二羧酸单甲酯、四乙酸铅和溴化锂溶在苯中(摩尔比1:1:1),其中十二烷二羧酸单甲酯浓度为0.05mol/L,在氮气氛围下,在80℃反应,回流,当不再有气体产生时,加入一定量的稀硫酸反应2小时,然后洗涤、提纯及干燥,得到产物溴代十一烷羧酸;所述一定量的稀硫酸是指质量浓度为40%的硫酸,稀硫酸加入量为十二烷二羧酸单甲酯的3wt%;

[0085] 3)将溴代十一烷羧酸与15wt%的氨水按摩尔比1:2加入到反应器中,搅拌,在室温下反应,再将反应产物加热蒸馏,且用冷水吸收氨气,加热蒸馏的温度为60℃,直至无气泡产生,即停止蒸馏,然后进行冷却和抽滤,滤饼用去离子水洗至无溴离子为止,采用硝酸银溶液检测,将产品真空干燥得到产物氨基十一烷羧酸;

[0086] 4)将乙二醇和氨基十一烷羧酸按摩尔比为1.1:2搅拌均匀,并按氨基十一烷羧酸重量的1%加入浓度为40wt%的硫酸,进行酯化反应,酯化反应温度为160℃,酯化水馏出量达到理论值的90%以上为酯化反应终点;反应产物经分离提纯得到氨基十一烷羧酸乙二醇酯;

[0087] (2)改性聚酯的制备,包括酯化反应和缩聚反应:

[0088] 所述酯化反应:

[0089] 采用摩尔比为1:1.2的对苯二甲酸和乙二醇作为原料,配成均匀浆料后进行酯化反应,得到酯化产物;酯化反应在氮气氛围中加压,压力控制在0.3MPa,温度为250℃,酯化水馏出量达到理论值的90%以上为酯化反应终点;

[0090] 所述缩聚反应:

[0091] 包括缩聚反应低真空阶段和缩聚反应高真空阶段:

[0092] 所述缩聚反应低真空阶段,在酯化产物中加入对苯二甲酸重量的0.01%的三氧化二锑和对苯二甲酸重量0.01%的磷酸三苯酯,在负压的条件下开始缩聚反应,该阶段压力由常压平稳抽至绝对压力500Pa以下,温度控制在260℃,反应时间为50分钟;

[0093] 在所述缩聚反应低真空阶段结束后加入氨基十一烷羧酸乙二醇酯,并搅拌15分钟;所述氨基十一烷羧酸乙二醇酯,加入量为改性聚酯的0.5wt%;

[0094] 所述缩聚反应高真空阶段,经所述缩聚反应低真空阶段后,继续抽真空,使反应压力降至绝对压力小于100Pa,反应温度控制在275℃,反应时间90分钟;

[0095] 制得改性聚酯。

[0096] (3)多孔超亮光聚酯纤维的制备

[0097] 将改性聚酯经计量、挤出、环吹风冷却、上油、预网络器、拉伸、热定型、主网络和卷绕,制得多孔超亮光聚酯纤维;

[0098] 所述挤出的温度为290℃;

[0099] 所述冷却的风温为21℃;

[0100] 所述环吹风湿度为80℃;

[0101] 所述油嘴距板面距离为400mm;

[0102] 所述预网络压力为0.02Mpa;

[0103] 所述网络压力为0.20Mpa;

[0104] 所述一辊速度为2200m/min;

[0105] 所述一辊温度为75℃;

[0106] 所述二辊速度为3600m/min;

[0107] 所述二辊温度为115℃;

[0108] 所述卷绕的速度为3800m/min;

[0109] 单丝纤度为0.7dtex;

[0110] 所得多孔超亮光聚酯纤维在温度为90℃条件下,纤维内部分子链间的自由体积空间增大20v/v%,线密度偏差率-2.0%,断裂强度3.0cN/dtex,断裂强度CV值5.0%,断裂伸长率为33.0%,断裂伸长CV值10.0%,条干不匀率CV值2.00%,沸水收缩率6.5%,含油率1.20%。将多孔超亮光聚酯纤维进行染色,其上染率如下:

[0111] 纤维的上染百分率(%)

[0112]

染料	温度	90℃	100℃	110℃	120℃	130℃
分散红3B	改性纤维	48.8	80.1	89.7	90.5	91.4
	普通纤维	28.2	46.3	78.5	81.7	90.2
分散蓝SE-2R	改性纤维	52.5	85.1	92.1	93.4	93.4
	普通纤维	12.3	35.2	73.4	88.9	91.3
分散翠蓝S-GL	改性纤维	48.5	73.8	84.6	87.1	88.7
	普通纤维	11.8	36.3	70.9	75.6	82.6

[0113] 实施例2

[0114] 一种多孔超亮光聚酯纤维的制备方法,包括以下步骤:

[0115] (1)氨基脂肪酸乙二醇酯的制备:

[0116] 1)将五十二烷二羧酸与甲醇以1:1.5摩尔比的量加入反应器中,在浓硫酸的催化下,加热到110℃,回流酯化,冷却,分离提纯得到五十二烷二羧酸单甲酯;所述浓硫酸是指质量浓度为70%的硫酸,浓硫酸加入量为五十二烷二羧酸的3wt%;

[0117] 2)将所述五十二烷二羧酸单甲酯、四乙酸铅和溴化锂溶在苯中(摩尔比1:1:1),其中五十二烷二羧酸单甲酯浓度为0.07mol/L,在氮气氛围下,在85℃反应,回流,当不再有气体产生时,加入一定量的稀硫酸反应3小时,然后洗涤、提纯及干燥,得到产物溴代五十一烷羧酸;所述一定量的稀硫酸是指质量浓度为40%的硫酸,稀硫酸加入量为五十二烷二羧酸单甲酯的3wt%;

[0118] 3)将溴代五十一烷羧酸与25wt%的氨水按摩尔比1:2加入到反应器中,搅拌,在室

温下反应,再将反应产物加热蒸馏,且用冷水吸收氨气,加热蒸馏的温度为62℃,直至无气泡产生,即停止蒸馏,然后进行冷却和抽滤,滤饼用去离子水洗至无溴离子为止,采用硝酸银溶液检测,将产品真空干燥得到产物氨基五十一烷羧酸;

[0119] 4)将乙二醇和氨基五十一烷羧酸按摩尔比为1.1:2搅拌均匀,并按氨基五十一烷羧酸重量的2%加入浓度为45wt%的硫酸,进行酯化反应,酯化反应温度为220℃,酯化水馏出量达到理论值的90%以上为酯化反应终点;反应产物经分离提纯得到氨基五十一烷羧酸乙二醇酯;

[0120] (2)改性聚酯的制备,包括酯化反应和缩聚反应:

[0121] 所述酯化反应:

[0122] 采用摩尔比为1:2.0的对苯二甲酸和乙二醇作为原料,配成均匀浆料后进行酯化反应,得到酯化产物;酯化反应在氮气氛围中加压,压力控制在0.2MPa,温度在260℃,酯化水馏出量达到理论值的90%以上为酯化反应终点;

[0123] 所述缩聚反应:

[0124] 包括缩聚反应低真空阶段和缩聚反应高真空阶段:

[0125] 所述缩聚反应低真空阶段,在酯化产物中加入对苯二甲酸重量的0.05%的三氧化二锑和对苯二甲酸重量0.05%的磷酸三苯酯,在负压的条件下开始缩聚反应,该阶段压力由常压平稳抽至绝对压力500Pa以下,温度控制在270℃,反应时间为30分钟;

[0126] 在所述缩聚反应低真空阶段结束后加入氨基五十一烷羧酸乙二醇酯,并搅拌20分钟;所述氨基五十一烷羧酸乙二醇酯加入量为改性聚酯的重量百分比为2.5%;

[0127] 所述缩聚反应高真空阶段,经所述缩聚反应低真空阶段后,继续抽真空,使反应压力降至绝对压力小于100Pa,反应温度控制在280℃,反应时间50分钟;

[0128] 制得改性聚酯。

[0129] (3)多孔超亮光聚酯纤维的制备

[0130] 将改性聚酯经计量、挤出、环吹风冷却、上油、预网络器、拉伸、热定型、主网络和卷绕,制得多孔超亮光聚酯纤维;

[0131] 所述挤出的温度为280℃;

[0132] 所述冷却的风温为23℃;

[0133] 所述环吹风湿度为85℃;

[0134] 所述油嘴距板面距离为800mm;

[0135] 所述预网络压力为0.06Mpa;

[0136] 所述网络压力为0.30Mpa;

[0137] 所述一辊速度为2600m/min;

[0138] 所述一辊温度为85℃;

[0139] 所述二辊速度为3900m/min;

[0140] 所述二辊温度为135℃;

[0141] 所述卷绕的速度为3600m/min;

[0142] 单丝纤度为0.3dtex;

[0143] 所得多孔超亮光聚酯纤维在温度为100℃条件下,纤维内部分子链间的自由体积空间增大25v/v%,线密度偏差率2.0%,断裂强度4.0cN/dtex,断裂强度CV值4.0%,断裂伸

长率为27.0%，断裂伸长CV值9.0%，条干不匀率CV值1.50%，沸水收缩率7.5%，含油率0.80%。将多孔超亮光聚酯纤维进行染色，其上染率如下：

[0144] 纤维的上染百分率(%)

[0145]

染料	温度	90℃	100℃	110℃	120℃	130℃
分散红3B	改性纤维	48.4	80.3	89.9	90.8	91.6
	普通纤维	28.2	46.3	78.5	81.7	90.2
分散蓝SE-2R	改性纤维	52.4	85.8	92.4	93.8	94.1
	普通纤维	12.3	35.2	73.4	88.9	91.3
分散翠蓝S-GL	改性纤维	48.7	74.0	84.8	87.3	88.9
	普通纤维	11.8	36.3	70.9	75.6	82.6

[0146] 实施例3

[0147] 一种多孔超亮光聚酯纤维的制备方法，包括以下步骤：

[0148] (1)氨基脂肪酸乙二醇酯的制备：

[0149] 1)将十五烷二羧酸与甲醇以1:1.5摩尔比的量加入反应器中，在浓硫酸的催化下，加热到85℃，回流酯化，冷却，分离提纯得到十五烷二羧酸单甲酯；所述浓硫酸是指质量浓度为70%的硫酸，浓硫酸加入量为十五烷二羧酸的3wt%；

[0150] 2)将所述十五烷二羧酸单甲酯、四乙酸铅和溴化锂溶在苯中(摩尔比1:1:1)，其中十五烷二羧酸单甲酯浓度为0.08mol/L，在氮气氛围下，在90℃反应，回流，当不再有气体产生时，加入一定量的稀硫酸反应2.5小时，然后洗涤、提纯及干燥，得到产物溴代十四烷羧酸；所述一定量的稀硫酸是指质量浓度为50%的硫酸，稀硫酸加入量为十五烷二羧酸单甲酯的3wt%；

[0151] 3)将溴代十四烷羧酸与20wt%的氨水按摩尔比1:2加入到反应器中，搅拌，在室温下反应，再将反应产物加热蒸馏，且用冷水吸收氨气，加热蒸馏的温度为60℃，直至无气泡产生，即停止蒸馏，然后进行冷却和抽滤，滤饼用去离子水洗至无溴离子为止，采用硝酸银溶液检测，将产品真空干燥得到产物氨基十四烷羧酸；

[0152] 4)将乙二醇和氨基十四烷羧酸按摩尔比为1.1:2搅拌均匀，并按氨基十四烷羧酸重量的2%加入浓度为50wt%的硫酸，进行酯化反应，酯化反应温度为190℃，酯化水馏出量达到理论值的90%以上为酯化反应终点；反应产物经分离提纯得到氨基十四烷羧酸乙二醇酯；

[0153] (2)改性聚酯的制备，包括酯化反应和缩聚反应：

[0154] 所述酯化反应：

[0155] 采用摩尔比为1:1.6的对苯二甲酸和乙二醇作为原料，配成均匀浆料后进行酯化反应，得到酯化产物；酯化反应在氮气氛围中加压，压力控制在0.3MPa，温度在255℃，酯化水馏出量达到理论值的90%以上为酯化反应终点；

[0156] 所述缩聚反应：

[0157] 包括缩聚反应低真空阶段和缩聚反应高真空阶段：

[0158] 所述缩聚反应低真空阶段，在酯化产物中加入对苯二甲酸重量的0.03%的三氧化二锑和对苯二甲酸重量0.03%的磷酸三苯酯，在负压的条件下开始缩聚反应，该阶段压力

由常压平稳抽至绝对压力500Pa以下,温度控制在265℃,反应时间为40分钟;

[0159] 在所述缩聚反应低真空阶段结束后加入氨基十四烷羧酸乙二醇酯,并搅拌16分钟;所述氨基十四烷羧酸乙二醇酯加入量为改性聚酯的重量百分比为1.0%;

[0160] 所述缩聚反应高真空阶段,经所述缩聚反应低真空阶段后,继续抽真空,使反应压力降至绝对压力小于100Pa,反应温度控制在276℃,反应时间70分钟;

[0161] 制得改性聚酯。

[0162] (3)多孔超亮光聚酯纤维的制备

[0163] 将改性聚酯经计量、挤出、环吹风冷却、上油、预网络器、拉伸、热定型、主网络和卷绕,制得多孔超亮光聚酯纤维;

[0164] 所述挤出的温度为285℃;

[0165] 所述冷却的风温为21℃;

[0166] 所述环吹风湿度为81℃;

[0167] 所述油嘴距板面距离为450mm;

[0168] 所述预网络压力为0.03Mpa;

[0169] 所述网络压力为0.22Mpa;

[0170] 所述一辊速度为2300m/min;

[0171] 所述一辊温度为77℃;

[0172] 所述二辊速度为3700m/min;

[0173] 所述二辊温度为120℃;

[0174] 所述卷绕的速度为3700m/min;

[0175] 单丝纤度为0.5dtex;

[0176] 所得多孔超亮光聚酯纤维在温度为130℃条件下,纤维内部分子链间的自由体积空间增大30v/v%,线密度偏差率-1.0%,断裂强度3.3cN/dtex,断裂强度CV值5.3%,断裂伸长率为31.0%,断裂伸长CV值9.8%,条干不匀率CV值1.90%,沸水收缩率6.6%,含油率1.00%。将多孔超亮光聚酯纤维进行染色,其上染率如下:

[0177] 纤维的上染百分率(%)

[0178]

染料	温度	90℃	100℃	110℃	120℃	130℃
分散红3B	改性纤维	48.5	79.8	89.1	90.3	91.0
	普通纤维	28.2	46.3	78.5	81.7	90.2
分散蓝SE-2R	改性纤维	52.7	85.0	91.5	93.0	93.5
	普通纤维	12.3	35.2	73.4	88.9	91.3
分散翠蓝S-GL	改性纤维	48.1	73.4	84.2	87.1	88.5
	普通纤维	11.8	36.3	70.9	75.6	82.6

[0179] 实施例4

[0180] 一种多孔超亮光聚酯纤维的制备方法,包括以下步骤:

[0181] (1)氨基脂肪酸乙二醇酯的制备:

[0182] 1)将二十烷二羧酸与甲醇以1:1.5摩尔比的量加入反应器中,在浓硫酸的催化下,加热到85℃,回流酯化,冷却,分离提纯得到二十烷二羧酸单甲酯;所述浓硫酸是指质量浓

度为70%的硫酸,浓硫酸加入量为二十烷二羧酸的3wt%;

[0183] 2)将所述二十烷二羧酸单甲酯、四乙酸铅和溴化锂溶在苯中(摩尔比1:1:1),其中二十烷二羧酸单甲酯浓度为0.09mol/L,在氮气氛围下,在80℃反应,回流,当不再有气体产生时,加入一定量的稀硫酸反应2.1小时,然后洗涤、提纯及干燥,得到产物溴代十九烷羧酸;所述一定量的稀硫酸是指质量浓度为43%的硫酸,稀硫酸加入量为二十烷二羧酸单甲酯的2wt%;

[0184] 3)将溴代十九烷羧酸与16wt%的氨水按摩尔比1:2加入到反应器中,搅拌,在室温下反应,再将反应产物加热蒸馏,且用冷水吸收氨气,加热蒸馏的温度为69℃,直至无气泡产生,即停止蒸馏,然后进行冷却和抽滤,滤饼用去离子水洗至无溴离子为止,采用硝酸银溶液检测,将产品真空干燥得到产物氨基十九烷羧酸;

[0185] 4)将乙二醇和氨基十九烷羧酸按摩尔比为1.1:2搅拌均匀,并按氨基十九烷羧酸重量的2%加入浓度为42wt%的硫酸,进行酯化反应,酯化反应温度为160℃,酯化水馏出量达到理论值的90%以上为酯化反应终点;反应产物经分离提纯得到氨基十九烷羧酸乙二醇酯;

[0186] (2)改性聚酯的制备,包括酯化反应和缩聚反应:

[0187] 所述酯化反应:

[0188] 采用摩尔比为1:1.2的对苯二甲酸和乙二醇作为原料,配成均匀浆料后进行酯化反应,得到酯化产物;酯化反应在氮气氛围中加压,压力控制在0.15MPa,温度在251℃,酯化水馏出量达到理论值的90%以上为酯化反应终点;

[0189] 所述缩聚反应:

[0190] 包括缩聚反应低真空阶段和缩聚反应高真空阶段:

[0191] 所述缩聚反应低真空阶段,在酯化产物中加入对苯二甲酸重量的0.02%的三氧化二锑和对苯二甲酸重量0.02%的磷酸三苯酯,在负压的条件下开始缩聚反应,该阶段压力由常压平稳抽至绝对压力500Pa以下,温度控制在262℃,反应时间为33分钟;

[0192] 在所述缩聚反应低真空阶段结束后加入氨基十九烷羧酸乙二醇酯,并搅拌17分钟;所述氨基十九烷羧酸乙二醇酯加入量为改性聚酯的重量百分比为1.5%;

[0193] 所述缩聚反应高真空阶段,经所述缩聚反应低真空阶段后,继续抽真空,使反应压力降至绝对压力小于100Pa,反应温度控制在277℃,反应时间55分钟;

[0194] 制得改性聚酯。

[0195] (3)多孔超亮光聚酯纤维的制备

[0196] 将改性聚酯经计量、挤出、环吹风冷却、上油、预网络器、拉伸、热定型、主网络和卷绕,制得多孔超亮光聚酯纤维;

[0197] 所述挤出的温度为288℃;

[0198] 所述冷却的风温为22℃;

[0199] 所述环吹风湿度为82℃;

[0200] 所述油嘴距板面距离为500mm;

[0201] 所述预网络压力为0.04Mpa;

[0202] 所述网络压力为0.24Mpa;

[0203] 所述一辊速度为2400m/min;

[0204] 所述一辊温度为79℃；

[0205] 所述二辊速度为3800m/min；

[0206] 所述二辊温度为125℃；

[0207] 所述卷绕的速度为3800m/min；

[0208] 单丝纤度为0.6dtex

[0209] 所得多孔超亮光聚酯纤维在温度为120℃条件下,纤维内部分子链间的自由体积空间增大30v/v%,线密度偏差率-0.5%,断裂强度3.8cN/dtex,断裂强度CV值4.9%,断裂伸长率为32.0%,断裂伸长CV值9.7%,条干不匀率CV值1.70%,沸水收缩率6.8%,含油率1.10%。将多孔超亮光聚酯纤维进行染色,其上染率如下:

[0210] 纤维的上染百分率(%)

[0211]

染料	温度	90℃	100℃	110℃	120℃	130℃
分散红3B	改性纤维	49.0	80.4	88.9	90.7	91.7
	普通纤维	28.2	46.3	78.5	81.7	90.2
分散蓝SE-2R	改性纤维	52.9	85.5	92.4	93.9	93.9
	普通纤维	12.3	35.2	73.4	88.9	91.3
分散翠蓝S-GL	改性纤维	48.8	74.0	84.9	87.4	88.3
	普通纤维	11.8	36.3	70.9	75.6	82.6

[0212] 实施例5

[0213] 一种多孔超亮光聚酯纤维的制备方法,包括以下步骤:

[0214] (1)氨基脂肪酸乙二醇酯的制备:

[0215] 1)将三十烷二羧酸与甲醇以1:1.5摩尔比的量加入反应器中,在浓硫酸的催化下,加热到90℃,回流酯化,冷却,分离提纯得到三十烷二羧酸单甲酯;所述浓硫酸是指质量浓度为70%的硫酸,浓硫酸加入量为三十烷二羧酸的3wt%;

[0216] 2)将所述三十烷二羧酸单甲酯、四乙酸铅和溴化锂溶在苯中(摩尔比1:1:1),其中三十烷二羧酸单甲酯浓度为0.10mol/L在氮气氛围下,在85℃反应,回流,当不再有气体产生时,加入一定量的稀硫酸反应2.3小时,然后洗涤、提纯及干燥,得到产物溴代二十九烷羧酸;所述一定量的稀硫酸是指质量浓度为40%的硫酸,稀硫酸加入量为三十烷二羧酸单甲酯的3wt%;

[0217] 3)将溴代二十九烷羧酸与18wt%的氨水按摩尔比1:2加入到反应器中,搅拌,在室温下反应,再将反应产物加热蒸馏,且用冷水吸收氨气,加热蒸馏的温度为67℃,直至无气泡产生,即停止蒸馏,然后进行冷却和抽滤,滤饼用去离子水洗至无溴离子为止,采用硝酸银溶液检测,将产品真空干燥得到产物氨基二十九烷羧酸;

[0218] 4)将乙二醇和氨基二十九烷羧酸按摩尔比为1.1:2搅拌均匀,并按氨基二十九烷羧酸重量的2%加入浓度为48wt%的硫酸,进行酯化反应,酯化反应温度为170℃,酯化水馏出量达到理论值的90%以上为酯化反应终点;反应产物经分离提纯得到氨基二十九烷羧酸乙二醇酯;

[0219] (2)改性聚酯的制备,包括酯化反应和缩聚反应:

[0220] 所述酯化反应:

[0221] 采用摩尔比为1:1.5的对苯二甲酸和乙二醇作为原料,配成均匀浆料后进行酯化反应,得到酯化产物;酯化反应在氮气氛围中加压,压力控制在0.3MPa,温度在254℃,酯化水馏出量达到理论值的90%以上为酯化反应终点;

[0222] 所述缩聚反应:

[0223] 包括缩聚反应低真空阶段和缩聚反应高真空阶段:

[0224] 所述缩聚反应低真空阶段,在酯化产物中加入对苯二甲酸重量的0.01%的乙二醇锑和对苯二甲酸重量0.03%的磷酸三甲酯,在负压的条件下开始缩聚反应,该阶段压力由常压平稳抽至绝对压力500Pa以下,温度控制在266℃,反应时间为39分钟;

[0225] 在所述缩聚反应低真空阶段结束后加入氨基二十九烷羧酸乙二醇酯,并搅拌18分钟;所述氨基二十九烷羧酸乙二醇酯加入量为改性聚酯的重量百分比为2.5%;

[0226] 所述缩聚反应高真空阶段,经所述缩聚反应低真空阶段后,继续抽真空,使反应压力降至绝对压力小于100Pa,反应温度控制在278℃,反应时间60分钟;

[0227] 制得改性聚酯。

[0228] (3)多孔超亮光聚酯纤维的制备

[0229] 将改性聚酯经计量、挤出、环吹风冷却、上油、预网络器、拉伸、热定型、主网络和卷绕,制得多孔超亮光聚酯纤维;

[0230] 所述挤出的温度为282℃;

[0231] 所述冷却的风温为21℃;

[0232] 所述环吹风湿度为83℃;

[0233] 所述油嘴距板面距离为550mm;

[0234] 所述预网络压力为0.05Mpa;

[0235] 所述网络压力为0.26Mpa;

[0236] 所述一辊速度为2300m/min;

[0237] 所述一辊温度为81℃;

[0238] 所述二辊速度为3700m/min;

[0239] 所述二辊温度为126℃;

[0240] 所述卷绕的速度为3600m/min;

[0241] 单丝纤度为0.4dtex;

[0242] 所得多孔超亮光聚酯纤维在温度为120℃条件下,纤维内部分子链间的自由体积空间增大30v/v%,线密度偏差率-0.1%,断裂强度4.0cN/dtex,断裂强度CV值4.4%,断裂伸长率为28.0%,断裂伸长CV值9.0%,条干不匀率CV值1.60%,沸水收缩率6.9%,含油率0.80%。将多孔超亮光聚酯纤维进行染色,其上染率如下:

[0243] 纤维的上染百分率(%)

[0244]

染料	温度	90℃	100℃	110℃	120℃	130℃
分散红3B	改性纤维	49.7	80.6	89.8	90.9	91.7
	普通纤维	28.2	46.3	78.5	81.7	90.2
分散蓝SE-2R	改性纤维	53.3	86.1	92.4	93.7	94.8
	普通纤维	12.3	35.2	73.4	88.9	91.3

分散翠蓝S-GL	改性纤维	48.8	74.5	84.9	87.5	89.5
	普通纤维	11.8	36.3	70.9	75.6	82.6

[0245] 实施例6

[0246] 一种多孔超亮光聚酯纤维的制备方法,包括以下步骤:

[0247] (1)氨基脂肪酸乙二醇酯的制备:

[0248] 1)将三十五烷二羧酸与甲醇以1:1.5摩尔比的量加入反应器中,在浓硫酸的催化下,加热到95℃,回流酯化,冷却,分离提纯得到三十五烷二羧酸单甲酯;所述浓硫酸是指质量浓度为70%的硫酸,浓硫酸加入量为三十五烷二羧酸的2wt%;

[0249] 2)将所述三十五烷二羧酸单甲酯、四乙酸铅和溴化锂溶在苯中(摩尔比1:1:1),其中三十五烷二羧酸单甲酯浓度为0.09mol/L在氮气氛围下,在90℃反应,回流,当不再有气体产生时,加入一定量的稀硫酸反应2.6小时,然后洗涤、提纯及干燥,得到产物溴代三十四烷羧酸;所述一定量的稀硫酸是指质量浓度为45%的硫酸,稀硫酸加入量为三十五烷二羧酸单甲酯的1wt%

[0250] 3)将溴代三十四烷羧酸与20wt%的氨水按摩尔比1:2加入到反应器中,搅拌,在室温下反应,再将反应产物加热蒸馏,且用冷水吸收氨气,加热蒸馏的温度为69℃,直至无气泡产生,即停止蒸馏,然后进行冷却和抽滤,滤饼用去离子水洗至无溴离子为止,采用硝酸银溶液检测,将产品真空干燥得到产物氨基三十四烷羧酸;

[0251] 4)将乙二醇和氨基三十四烷羧酸按摩尔比为1.1:2搅拌均匀,并按氨基三十四烷羧酸重量的1%加入浓度为50wt%的硫酸,进行酯化反应,酯化反应温度为180℃,酯化水馏出量达到理论值的90%以上为酯化反应终点;反应产物经分离提纯得到氨基三十四烷羧酸乙二醇酯;

[0252] (2)改性聚酯的制备,包括酯化反应和缩聚反应:

[0253] 所述酯化反应:

[0254] 采用摩尔比为1:1.6的对苯二甲酸和乙二醇作为原料,配成均匀浆料后进行酯化反应,得到酯化产物;酯化反应在氮气氛围中加压,压力控制在0.4MPa,温度在256℃,酯化水馏出量达到理论值的90%以上为酯化反应终点;

[0255] 所述缩聚反应:

[0256] 包括缩聚反应低真空阶段和缩聚反应高真空阶段:

[0257] 所述缩聚反应低真空阶段,在酯化产物中加入对苯二甲酸重量的0.04%的醋酸铈和对苯二甲酸重量0.02%的亚磷酸三甲酯,在负压的条件下开始缩聚反应,该阶段压力由常压平稳抽至绝对压力500Pa以下,温度控制在267℃,反应时间为40分钟;

[0258] 在所述缩聚反应低真空阶段结束后加入氨基三十四烷羧酸乙二醇酯,并搅拌18分钟;所述氨基三十四烷羧酸乙二醇酯加入量为改性聚酯的重量百分比为2.0%;

[0259] 所述缩聚反应高真空阶段,经所述缩聚反应低真空阶段后,继续抽真空,使反应压力降至绝对压力小于100Pa,反应温度控制在275℃,反应时间70分钟;

[0260] 制得改性聚酯。

[0261] (3)多孔超亮光聚酯纤维的制备

[0262] 将改性聚酯经计量、挤出、环吹风冷却、上油、预网络器、拉伸、热定型、主网络和卷绕,制得多孔超亮光聚酯纤维;

- [0263] 所述挤出的温度为288℃；
 [0264] 所述冷却的风温为23℃；
 [0265] 所述环吹风湿度为84℃；
 [0266] 所述油嘴距板面距离为650mm；
 [0267] 所述预网络压力为0.02Mpa；
 [0268] 所述网络压力为0.28Mpa；
 [0269] 所述一辊速度为2400m/min；
 [0270] 所述一辊温度为83℃；
 [0271] 所述二辊速度为3800m/min；
 [0272] 所述二辊温度为130℃；
 [0273] 所述卷绕的速度为3800m/min；
 [0274] 单丝纤度为0.6dtex
 [0275] 所得多孔超亮光聚酯纤维在温度为110℃条件下,纤维内部分子链间的自由体积空间增大25v/v%,线密度偏差率0.8%,断裂强度3.6cN/dtex,断裂强度CV值4.3%,断裂伸长率为30.0%,断裂伸长CV值9.7%,条干不匀率CV值1.90%,沸水收缩率7.0%,含油率0.90%。将多孔超亮光聚酯纤维进行染色,其上染率如下:
 [0276] 纤维的上染百分率(%)

[0277]

染料	温度	90℃	100℃	110℃	120℃	130℃
分散红3B	改性纤维	49.4	81.3	89.2	90.7	91.0
	普通纤维	28.2	46.3	78.5	81.7	90.2
分散蓝SE-2R	改性纤维	53.5	85.0	92.0	93.7	93.0
	普通纤维	12.3	35.2	73.4	88.9	91.3
分散翠蓝S-GL	改性纤维	48.7	73.2	84.9	87.6	88.6
	普通纤维	11.8	36.3	70.9	75.6	82.6

[0278] 实施例7

[0279] 一种多孔超亮光聚酯纤维的制备方法,包括以下步骤:

[0280] (1)氨基脂肪酸乙二醇酯的制备:

[0281] 1)将四十烷二羧酸与甲醇以1:1.5摩尔比的量加入反应器中,在浓硫酸的催化下,加热到100℃,回流酯化,冷却,分离提纯得到四十烷二羧酸单甲酯;所述浓硫酸是指质量浓度为70%的硫酸,浓硫酸加入量为四十烷二羧酸的3wt%;

[0282] 2)将所述四十烷二羧酸单甲酯、四乙酸铅和溴化锂溶在苯中(摩尔比1:1:1),其中四十烷二羧酸单甲酯浓度为0.06mol/L在氮气氛围下,在80℃反应,回流,当不再有气体产生时,加入一定量的稀硫酸反应2.7小时,然后洗涤、提纯及干燥,得到产物溴代三十九烷羧酸;所述一定量的稀硫酸是指质量浓度为48%的硫酸,稀硫酸加入量为四十烷二羧酸单甲酯的2wt%;

[0283] 3)将溴代三十九烷羧酸与22wt%的氨水按摩尔比1:2加入到反应器中,搅拌,在室温下反应,再将反应产物加热蒸馏,且用冷水吸收氨气,加热蒸馏的温度为60℃,直至无气泡产生,即停止蒸馏,然后进行冷却和抽滤,滤饼用去离子水洗至无溴离子为止,采用硝酸

银溶液检测,将产品真空干燥得到产物氨基三十九烷羧酸;

[0284] 4)将乙二醇和氨基三十九烷羧酸按摩尔比为1.1:2搅拌均匀,并按氨基三十九烷羧酸重量的2%加入浓度为46wt%的硫酸,进行酯化反应,酯化反应温度为190℃,酯化水馏出量达到理论值的90%以上为酯化反应终点;反应产物经分离提纯得到氨基三十九烷羧酸乙二醇酯;

[0285] (2)改性聚酯的制备,包括酯化反应和缩聚反应:

[0286] 所述酯化反应:

[0287] 采用摩尔比为1:1.8的对苯二甲酸和乙二醇作为原料,配成均匀浆料后进行酯化反应,得到酯化产物;酯化反应在氮气氛围中加压,压力控制在0.2MPa,温度在258℃,酯化水馏出量达到理论值的90%以上为酯化反应终点;

[0288] 所述缩聚反应:

[0289] 包括缩聚反应低真空阶段和缩聚反应高真空阶段:

[0290] 所述缩聚反应低真空阶段,在酯化产物中加入对苯二甲酸重量的0.05%的醋酸铋和对苯二甲酸重量0.03%的磷酸三甲酯,在负压的条件下开始缩聚反应,该阶段压力由常压平稳抽至绝对压力500Pa以下,温度控制在268℃,反应时间为45分钟;

[0291] 在所述缩聚反应低真空阶段结束后加入氨基三十九烷羧酸乙二醇酯,并搅拌16分钟;所述氨基三十九烷羧酸乙二醇酯加入量为改性聚酯的重量百分比为1.5%;

[0292] 所述缩聚反应高真空阶段,经所述缩聚反应低真空阶段后,继续抽真空,使反应压力降至绝对压力小于100Pa,反应温度控制在275℃,反应时间75分钟;

[0293] 制得改性聚酯。

[0294] (3)多孔超亮光聚酯纤维的制备

[0295] 将改性聚酯经计量、挤出、环吹风冷却、上油、预网络器、拉伸、热定型、主网络和卷绕,制得多孔超亮光聚酯纤维;

[0296] 所述挤出的温度为286℃;

[0297] 所述冷却的风温为22℃;

[0298] 所述环吹风湿度为80℃;

[0299] 所述油嘴距板面距离为700mm;

[0300] 所述预网络压力为0.05Mpa;

[0301] 所述网络压力为0.29Mpa;

[0302] 所述一辊速度为2500m/min;

[0303] 所述一辊温度为84℃;

[0304] 所述二辊速度为3700m/min;

[0305] 所述二辊温度为132℃;

[0306] 所述卷绕的速度为3700m/min;

[0307] 单丝纤度为0.4dtex;

[0308] 所得多孔超亮光聚酯纤维在温度为100℃条件下,纤维内部分子链间的自由体积空间增大20v/v%,线密度偏差率1.1%,断裂强度4.0cN/dtex,断裂强度CV值4.5%,断裂伸长率为31.0%,断裂伸长CV值9.0%,条干不匀率CV值1.60%,沸水收缩率7.2%,含油率0.90%。将多孔超亮光聚酯纤维进行染色,其上染率如下:

[0309] 纤维的上染百分率(%)

[0310]

染料	温度	90℃	100℃	110℃	120℃	130℃
分散红3B	改性纤维	48.3	80.0	89.4	90.9	91.5
	普通纤维	28.2	46.3	78.5	81.7	90.2
分散蓝SE-2R	改性纤维	52.7	85.9	92.4	93.0	93.1
	普通纤维	12.3	35.2	73.4	88.9	91.3
分散翠蓝S-GL	改性纤维	48.4	73.4	84.9	88.5	88.4
	普通纤维	11.8	36.3	70.9	75.6	82.6

[0311] 实施例8

[0312] 一种多孔超亮光聚酯纤维的制备方法,包括以下步骤:

[0313] (1)氨基脂肪酸乙二醇酯的制备:

[0314] 1)将四十五烷二羧酸与甲醇以1:1.5摩尔比的量加入反应器中,在浓硫酸的催化下,加热到110℃,回流酯化,冷却,分离提纯得到四十五烷二羧酸单甲酯;所述浓硫酸是指质量浓度为70%的硫酸,浓硫酸加入量为四十五烷二羧酸的2wt%;

[0315] 2)将所述四十五烷二羧酸单甲酯、四乙酸铅和溴化锂溶在苯中(摩尔比1:1:1),其中四十五烷二羧酸单甲酯浓度为0.07mol/L,在氮气氛围下,在88℃反应,回流,当不再有气体产生时,加入一定量的稀硫酸反应2.3小时,然后洗涤、提纯及干燥,得到产物溴代四十四烷羧酸;所述一定量的稀硫酸是指质量浓度为45%的硫酸,稀硫酸加入量为四十五烷二羧酸单甲酯的2wt%;

[0316] 3)将溴代四十四烷羧酸与25wt%的氨水按摩尔比1:2加入到反应器中,搅拌,在室温下反应,再将反应产物加热蒸馏,且用冷水吸收氨气,加热蒸馏的温度不超过70℃,直至无气泡产生,即停止蒸馏,然后进行冷却和抽滤,滤饼用去离子水洗至无溴离子为止,采用硝酸银溶液检测,将产品真空干燥得到产物氨基四十四烷羧酸;

[0317] 4)将乙二醇和氨基四十四烷羧酸按摩尔比为1.1:2搅拌均匀,并按氨基四十四烷羧酸重量的1%加入浓度为50wt%的硫酸,进行酯化反应,酯化反应温度为210℃,酯化水馏出量达到理论值的90%以上为酯化反应终点;反应产物经分离提纯得到氨基四十四烷羧酸乙二醇酯;

[0318] (2)改性聚酯的制备,包括酯化反应和缩聚反应:

[0319] 所述酯化反应:

[0320] 采用摩尔比为1:2.0的对苯二甲酸和乙二醇作为原料,配成均匀浆料后进行酯化反应,得到酯化产物;酯化反应在氮气氛围中加压,压力控制在0.3MPa,温度在260℃,酯化水馏出量达到理论值的90%以上为酯化反应终点;

[0321] 所述缩聚反应:

[0322] 包括缩聚反应低真空阶段和缩聚反应高真空阶段:

[0323] 所述缩聚反应低真空阶段,在酯化产物中加入对苯二甲酸重量的0.02%的乙二醇锑和对苯二甲酸重量0.05%的磷酸三甲酯,在负压的条件下开始缩聚反应,该阶段压力由常压平稳抽至绝对压力500Pa以下,温度控制在270℃,反应时间为50分钟;

[0324] 在所述缩聚反应低真空阶段结束后加入氨基四十四烷羧酸乙二醇酯,并搅拌20分

钟;所述氨基四十四烷羧酸乙二醇酯加入量为改性聚酯的重量百分比为2.0%;

[0325] 所述缩聚反应高真空阶段,经所述缩聚反应低真空阶段后,继续抽真空,使反应压力降至绝对压力小于100Pa,反应温度控制在280℃,反应时间85分钟

[0326] 制得改性聚酯。

[0327] (3)多孔超亮光聚酯纤维的制备

[0328] 将改性聚酯经计量、挤出、环吹风冷却、上油、预网络器、拉伸、热定型、主网络和卷绕,制得多孔超亮光聚酯纤维;

[0329] 所述挤出的温度为286℃;

[0330] 所述冷却的风温为21℃;

[0331] 所述环吹风湿度为85℃;

[0332] 所述油嘴距板面距离为750mm;

[0333] 所述预网络压力为0.06Mpa;

[0334] 所述网络压力为0.30Mpa;

[0335] 所述一辊速度为2600m/min;

[0336] 所述一辊温度为84℃;

[0337] 所述二辊速度为3800m/min;

[0338] 所述二辊温度为134℃;

[0339] 所述卷绕的速度为3600m/min;

[0340] 单丝纤度为0.4dtex;

[0341] 所得多孔超亮光聚酯纤维在温度为110℃条件下,纤维内部分子链间的自由体积空间增大25v/v%,线密度偏差率1.6%,断裂强度4.0cN/dtex,断裂强度CV值4.5%,断裂伸长率为31.0%,断裂伸长CV值9.0%,条干不匀率CV值1.60%,沸水收缩率7.4%,含油率0.90%。将多孔超亮光聚酯纤维进行染色,其上染率如下:

[0342] 纤维的上染百分率(%)

[0343]

染料	温度	90℃	100℃	110℃	120℃	130℃
分散红3B	改性纤维	48.4	80.0	89.4	90.9	91.5
	普通纤维	28.2	46.3	78.5	81.7	90.2
分散蓝SE-2R	改性纤维	52.7	85.8	92.4	93.0	93.1
	普通纤维	12.3	35.2	73.4	88.9	91.3
分散翠蓝S-GL	改性纤维	48.4	73.4	84.9	88.5	88.4
	普通纤维	11.8	36.3	70.9	75.6	82.6