



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 109750367 B

(45) 授权公告日 2020.10.16

(21) 申请号 201811614059.4

(22) 申请日 2018.12.27

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 109750367 A

(43) 申请公布日 2019.05.14

(73) 专利权人 江苏恒力化纤股份有限公司  
地址 215226 江苏省苏州市吴江区盛泽镇  
南麻工业区恒力路1号

(72) 发明人 王山水 王丽丽 陈瑞

(74) 专利代理机构 上海统摄知识产权代理事务  
所(普通合伙) 31303

代理人 金利琴

(51) Int. Cl.

D01F 6/84 (2006.01)

C08G 63/695 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 103874732 A, 2014.06.18

CN 102120816 A, 2011.07.13

CN 106381546 A, 2017.02.08

CN 102079811 A, 2011.06.01

CN 1247181 A, 2000.03.15

阳知乾. 含硅化合物改性聚酯纤维的研究.  
《中国优秀硕士学位论文数据库 工程科技I辑》  
.2014,

审查员 郑帅

权利要求书3页 说明书17页

(54) 发明名称

用于汽车气囊的涤纶工业丝及其制备方法

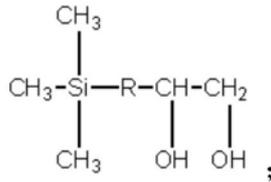
(57) 摘要

本发明涉及一种用于汽车气囊的涤纶工业丝及其制备方法,制备方法为:改性聚酯熔体经固相缩聚增粘和纺丝工艺后制得用于汽车气囊的涤纶工业丝;固相缩聚增粘前改性聚酯的制备方法为:将对苯二甲酸、乙二醇、带三甲硅基侧基的二元醇和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇混合均匀后先后进行酯化反应和缩聚反应。由该涤纶工业丝的制得的安全气囊的使用寿命为8~12年。本发明制备方法简单,成本低廉,通过引入2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇和带三甲硅基侧基的二元醇对聚酯进行改性,与后续上浆工艺配合显著提高工业丝制备的汽车气囊的耐磨性能和使用寿命;制得的产品织造及耐磨性能优良,应用前景好。

1. 用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,其特征是:将改性聚酯熔体进行固相缩聚增粘、熔融、计量、挤出、冷却、上油、拉伸、热定型和卷绕制得用于汽车气囊的涤纶工业丝;

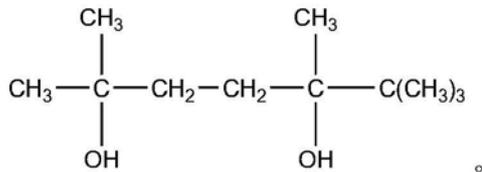
所述固相缩聚增粘前改性聚酯的制备方法为:将对苯二甲酸、乙二醇、带三甲硅基侧基的二元醇和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇混合均匀后先后进行酯化反应和缩聚反应;

带三甲硅基侧基的二元醇的结构式如下:



式中,R为 $-\text{CH}_2-$ 、 $-\text{CH}(\text{CH}_3)-$ 或 $-\text{C}(\text{CH}_3)_2-$ ;

2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的结构式如下:



2. 根据权利要求1所述的用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,其特征在于,所述2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的合成步骤如下:

(1) 按1~1.2:1:1.2~1.3:2.0~3.0的摩尔比将KOH粉末、3-甲基-3-羟基丁炔、3,3-二甲基-2-丁酮和异丙醚混合,在冰浴条件下反应2~4h,反应结束后进行冷却结晶、离心分离、洗涤、精制和干燥得到庚炔二醇;

(2) 按2~3:10:0.01~0.03的重量比将庚炔二醇、乙醇和钯催化剂混合,在40~50℃的温度条件下反应50~60min,反应过程中持续通入氢气,反应结束后进行分离和提纯得到2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇。

3. 根据权利要求2所述的用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,其特征在于,所述带三甲硅基侧基的二元醇的合成步骤如下:

(1) 按1:5~10:10~15的摩尔比将原料烯、过乙酸和二氯甲烷混合,在35~40℃的温度条件下反应5~8h,反应时伴以搅拌,反应结束后去除溶剂,经提纯和精制得到三甲硅基丙烯环氧化物;

(2) 将水、浓硫酸和三甲硅基丙烯环氧化物混合,在搅拌条件下水浴加热至80~85℃,保温反应10~15min,反应结束后冷却至室温,经中和、蒸馏、分离和提纯得到带三甲硅基侧基的二元醇,所述浓硫酸为质量浓度70%的硫酸,反应开始时,三甲硅基丙烯环氧化物与水的摩尔比为1:20~40,浓硫酸的质量占混合物质量之和的0.1~0.15%;

所述带三甲硅基侧基的二元醇的结构式中R为 $-\text{CH}(\text{CH}_3)-$ 和 $-\text{C}(\text{CH}_3)_2-$ 时,所述原料烯对应为3-三甲硅基-3-甲基丙烯和3-三甲硅基-3,3-二甲基丙烯。

4. 根据权利要求3所述的用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,其特征在于,所述固相缩聚增粘前改性聚酯的制备步骤如下:

(1) 酯化反应;

将对苯二甲酸、乙二醇、带三甲硅基侧基的二元醇和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇配成

浆料,加入催化剂、消光剂和稳定剂混合均匀后,在氮气氛围中加压进行酯化反应,加压压力为常压~0.3MPa,酯化反应的温度为250~260℃,当酯化反应中的水馏出量达到理论值的90%以上时为酯化反应终点;

(2) 缩聚反应;

酯化反应结束后,在负压条件下开始低真空阶段的缩聚反应,该阶段压力在30~50min内由常压平稳抽至绝对压力500Pa以下,反应温度为250~260℃,反应时间为30~50min,然后继续抽真空,进行高真空阶段的缩聚反应,使反应压力进一步降至绝对压力100Pa以下,反应温度为270~282℃,反应时间为50~90min。

5. 根据权利要求4所述的用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,其特征在于,所述对苯二甲酸、乙二醇、带三甲硅基侧基的二元醇和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的摩尔比为1:1.2~2.0:0.02~0.03:0.01~0.02,所述催化剂、消光剂和稳定剂的加入量分别为对苯二甲酸加入量的0.03~0.05wt%、0.20~0.25wt%和0.01~0.05wt%。

6. 根据权利要求5所述的用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,其特征在于,所述催化剂为三氧化二锑、乙二醇锑或醋酸锑,所述消光剂为二氧化钛,所述稳定剂为磷酸三苯酯、磷酸三甲酯或亚磷酸三甲酯。

7. 根据权利要求1所述的用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,其特征在于,所述固相缩聚增粘后改性聚酯的特性粘度为1.0~1.2dL/g。

8. 根据权利要求1所述的用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,其特征在于,所述用于汽车气囊的涤纶工业丝的纺丝工艺参数如下:

螺杆各区温度	290~310℃;
箱体温度	295~300℃;
机头压力	140bar;
冷却温度	40-45℃;
卷绕速度	5400~5600m/min;

拉伸、热定型的工艺参数为:

一辊速度	3000~3100m/min;	一辊温度	80±5℃;
二辊速度	4100~4200m/min;	二辊温度	90~100℃;
三辊速度	5500~5700m/min;	三辊温度	245~255℃;
四辊速度	5500~5700m/min;	四辊温度	245~255℃;
五辊速度	5400~5600m/min;	五辊温度	245~255℃。

9. 采用如权利要求1~8任一项所述的用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法制得的用于汽车气囊的涤纶工业丝,其特征是:材质为改性聚酯;

所述改性聚酯的分子链包括对苯二甲酸链段、乙二醇链段、带三甲硅基侧基的二元醇链段和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇链段。

10. 根据权利要求9所述的用于汽车气囊的涤纶工业丝,其特征在于,用于汽车气囊的涤纶工业丝的单丝纤度为2.5~3.5dtex,复丝纤度为1100~2200dtex,断裂强度≥7.2cN/

dtex,线密度偏差率为 $\pm 1.5\%$ ,断裂强度CV值 $\leq 3.0\%$ ,断裂伸长率中心值为 $11.0\sim 13.5\%$ ,断裂伸长CV值 $\leq 8.0\%$ , $4.0\text{cN/dtex}$ 负荷的伸长率的中心值为 $4.8\sim 6.3\%$ ,在 $177^\circ\text{C}\times 10\text{min}\times 0.05\text{cN/dtex}$ 条件下的干热收缩率为 $2.8\sim 3.8\%$ ,网络度为 $(5\sim 8)\pm 2$ 个/m,含油率为 $0.6\pm 0.2\text{wt}\%$ ,初始模量为 $110.0\sim 125.0\text{cN/dtex}$ ;由用于汽车气囊的涤纶工业丝制得的安全气囊的使用寿命为 $8\sim 12$ 年。

## 用于汽车气囊的涤纶工业丝及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于聚酯纤维技术领域,涉及一种用于汽车气囊的涤纶工业丝及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 涤纶工业丝的化学组成与普通涤纶相同,由于其原料具有分子量大且分子量分布窄等特点,涤纶工业丝具有断裂强度高、模量大、伸长小、耐热性能好、耐冲击性能好及耐疲劳性能好等优点,是橡胶骨架和许多工业用纺织品的良好材料。

[0003] 随着我国高速公路的发展和汽车性能的提高,汽车的安全性就变得尤为重要。汽车的安全装备分为主动安全装备和被动安全装备两种,主动安全是指汽车防止发生事故的能力。被动安全是指在万一发生事故的情况下,汽车保护乘员的能力。目前被动安全装备主要有安全带、安全气囊、防撞式车身和安全气囊防护系统等,其中汽车安全气囊对车辆乘员安全的保障作用得到了人们的一致认可,汽车安全气囊近年来得到了迅速地发展和快速普及。气囊袋是汽车安全气囊系统的重要部件,其由化纤纺织品制作而成。

[0004] 为了保证安全气囊能够在汽车发生剧烈碰撞时有效地起到保护乘车人员的安全,气囊袋须具有良好的物理机械性能,这要求其具有强度高、质量轻、良好的摩擦性能、弹性好、合适的热性能、高化学稳定性、抗老化性、折叠体积小及柔软性好(在气囊迅速充涨时不易擦伤乘车人员)的特点。自安全气囊发明以来,尼龙长丝一直是气囊袋的主要原料。但随着气囊织物整理技术的发展,涤纶工业丝由于成本低、强度高、耐化学性好等优点而逐渐被用于气囊织物的加工。安全气囊用的涤纶工业丝,多选用细旦长丝,以降低气囊质量保证其折叠安装性能,同时其还需具有强度高、弹性好的特点。

[0005] 由于合成纤维(涤纶工业丝)端头稀少、表面光滑及化学活性低,较难在界面建立粘合键,一般在将涤纶工业丝织造制成气囊袋前还需对其进行上浆,上浆剂中含有的如-NH<sub>2</sub>等的极性基团能与纤维端基而起作用,降低了纤维在织造过程中损伤,同时增强纤维的耐磨性能,以延长其使用寿命。

[0006] 但涤纶纤维成品为部分结晶的超分子结构,其结晶部分分子链相互平行,大多呈反式构象,而无定形区则多呈顺式构象,其分子排列相当紧密,上浆剂中的活性基团难以渗透到纤维内部进而与纤维内部的端基发生反应,以提高纤维的织造性能,这很大程度上限制了涤纶工业丝制备的产品汽车气囊的耐磨性能的提高,影响了其使用寿命。

[0007] 因此,开发一种能够用于制备耐磨性能好的汽车气囊的涤纶工业丝极具现实意义。

### 发明内容

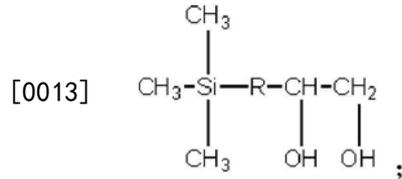
[0008] 本发明的目的是克服现有技术涤纶丝制备的汽车气囊耐磨性能不佳的缺陷,提供一种能够用于制备耐磨性能好的汽车气囊的涤纶工业丝及其制备方法。

[0009] 为达到上述目的,本发明采用的技术方案如下:

[0010] 用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,将改性聚酯熔体进行固相缩聚增粘、熔融、计量、挤出、冷却、上油、拉伸、热定型和卷绕制得用于汽车气囊的涤纶工业丝;

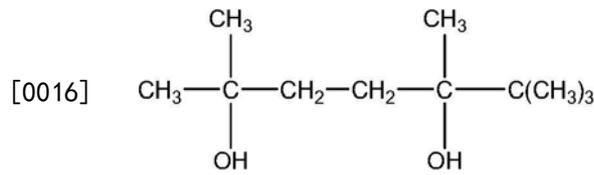
[0011] 所述固相缩聚增粘前改性聚酯的制备方法为:将对苯二甲酸、乙二醇、带三甲硅基侧基的二元醇和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇混合均匀后先后进行酯化反应和缩聚反应;

[0012] 带三甲硅基侧基的二元醇的结构式如下:



[0014] 式中,R为 $-\text{CH}_2-$ 、 $-\text{CH}(\text{CH}_3)-$ 或 $-\text{C}((\text{CH}_3)_2)-$ ;

[0015] 2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的结构式如下:



[0017] 本发明使用带三甲硅基侧基的二元醇(3-三甲硅基-1,2-丙二醇、3-三甲硅基-3-甲基-1,2-丙二醇或3-三甲硅基-3,3-二甲基-1,2-丙二醇)和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇对聚酯进行改性,带三甲硅基侧基的二元醇和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇能够显著增大改性聚酯的空间自由体积,特别是带三甲硅基侧基的二元醇中三甲硅基和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇中叔丁基的存在会引起主链活动性的变化,从而改变了链单元间的相互作用力,分子链单元间的距离亦会发生相应的改变,增大改性聚酯空洞自由体积,空洞自由体积的增大能够降低后续处理过程中上浆剂中活性基团渗透进入改性聚酯纤维内部的难度,更多的活性基团与纤维内部的端基发生反应,进而显著地提高了该涤纶工业丝制得的汽车气囊的耐磨性能,提高了其使用寿命。

[0018] 作为优选的技术方案:

[0019] 如上所述的用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,所述2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的合成步骤如下:

[0020] (1) 按1~1.2:1:1.2~1.3:2.0~3.0的摩尔比将KOH粉末、3-甲基-3-羟基丁炔、3,3-二甲基-2-丁酮和异丙醚混合,在冰浴条件下反应2~4h,反应结束后进行冷却结晶、离心分离、洗涤、精制和干燥得到辛炔二醇;

[0021] (2) 按2~3:10:0.01~0.03的重量比将辛炔二醇、乙醇和钯催化剂混合,在40~50℃的温度条件下反应50~60min,反应过程中持续通入氢气,反应结束后进行分离和提纯得到2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇。

[0022] 如上所述的用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,所述带三甲硅基侧基的二元醇的合成步骤如下:

[0023] (1) 按1:5~10:10~15的摩尔比将原料烯、过乙酸和二氯甲烷混合,在35~40℃的温度条件下反应5~8h,反应时伴以搅拌,反应结束后去除溶剂,经提纯和精制得到三甲硅基丙烯环氧化物;

[0024] (2) 将水、浓硫酸和三甲硅基丙烯环氧化物混合,在搅拌条件下水浴加热至80~85

℃,保温反应10~15min,反应结束后冷却至室温,经中和、蒸馏、分离和提纯得到带三甲硅基侧基的二元醇,所述浓硫酸为质量浓度70%的硫酸,反应开始时,三甲硅基丙烯环氧化物与水的摩尔比为1:20~40,浓硫酸的质量占混合物质量之和的0.1~0.15%;

[0025] 所述带三甲硅基侧基的二元醇的结构式中R为-CH(CH<sub>3</sub>)-和-C((CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>)-时,所述原料烯对应为3-三甲硅基-3-甲基丙烯和3-三甲硅基-3,3-二甲基丙烯。

[0026] 如上所述的用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,所述固相缩聚增粘前改性聚酯的制备步骤如下:

[0027] (1) 酯化反应;

[0028] 将对苯二甲酸、乙二醇、带三甲硅基侧基的二元醇和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇配成浆料,加入催化剂、消光剂和稳定剂混合均匀后,在氮气氛围中加压进行酯化反应,加压压力为常压~0.3MPa,酯化反应的温度为250~260℃,当酯化反应中的水馏出量达到理论值的90%以上时为酯化反应终点;

[0029] (2) 缩聚反应;

[0030] 酯化反应结束后,在负压条件下开始低真空阶段的缩聚反应,该阶段压力在30~50min内由常压平稳抽至绝对压力500Pa以下,反应温度为250~260℃,反应时间为30~50min,然后继续抽真空,进行高真空阶段的缩聚反应,使反应压力进一步降至绝对压力100Pa以下,反应温度为270~282℃,反应时间为50~90min。

[0031] 如上所述的用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,所述对苯二甲酸、乙二醇、带三甲硅基侧基的二元醇和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的摩尔比为1:1.2~2.0:0.02~0.03:0.01~0.02,所述催化剂、消光剂和稳定剂的加入量分别为对苯二甲酸加入量的0.03~0.05wt%、0.20~0.25wt%和0.01~0.05wt%。本发明带三甲硅基侧基的二元醇和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的加入量并不限于此,本领域技术人员可实际情况进行调整,但调整幅度不宜过大,带三甲硅基侧基的二元醇的添加量过大对聚酯大分子结构的规整性破坏太大,对纤维的结晶度以及力学性能影响过大,不利于纤维的生产和应用,带三甲硅基侧基的二元醇的添加量过低,则效果(对纤维织造性能及耐磨性能的提高)不明显;2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的添加量过多,对聚酯大分子结构的规整性破坏太大,对纤维的结晶度以及力学性能(刚性)影响过大,不利于纤维的生产和应用;添加量过少,对聚酯空洞自由体积的增大不明显,难以显著提升纤维的织造性能及耐磨性能。

[0032] 如上所述的用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,所述催化剂为三氧化二锑、乙二醇锑或醋酸锑,所述消光剂为二氧化钛,所述稳定剂为磷酸三苯酯、磷酸三甲酯或亚磷酸三甲酯。

[0033] 如上所述的用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,所述固相缩聚增粘后改性聚酯的特性粘度为1.0~1.2dL/g。

[0034] 如上所述的用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,所述用于汽车气囊的涤纶工业丝的纺丝工艺参数如下:

	螺杆各区温度	290~310℃;
	箱体温度	295~300℃;
[0035]	机头压力	140bar;
	冷却温度	40-45℃;
	卷绕速度	5400~5600m/min;
[0036]	拉伸、热定型的工艺参数为:	
	一辊速度	3000~3100m/min; 一辊温度 80±5℃;
	二辊速度	4100~4200m/min; 二辊温度 90~100℃;
[0037]	三辊速度	5500~5700m/min; 三辊温度 245~255℃;
	四辊速度	5500~5700m/min; 四辊温度 245~255℃;
	五辊速度	5400~5600m/min; 五辊温度 245~255℃。

[0038] 本发明的纺丝工艺的具体参数并不仅限于此,此处仅给出一可行的工艺参数。

[0039] 本发明还提供一种采用如上所述的用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法制得的用于汽车气囊的涤纶工业丝,材质为改性聚酯;

[0040] 所述改性聚酯的分子链包括对苯二甲酸链段、乙二醇链段、带三甲硅基侧基的二元醇链段和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇链段。

[0041] 作为优选的技术方案:

[0042] 如上所述的用于汽车气囊的涤纶工业丝,用于汽车气囊的涤纶工业丝的单丝纤度为2.5~3.5dtex,复丝纤度为1100~2200dtex,断裂强度 $\geq 7.2\text{cN/dtex}$ ,线密度偏差率为 $\pm 1.5\%$ ,断裂强度CV值 $\leq 3.0\%$ ,断裂伸长率中心值为11.0~13.5%,断裂伸长CV值 $\leq 8.0\%$ ,4.0cN/dtex负荷的伸长率的中心值为4.8~6.3%,在177℃ $\times 10\text{min} \times 0.05\text{cN/dtex}$ 条件下的干热收缩率为2.8~3.8%,网络度为(5~8) $\pm 2$ 个/m,含油率为 $0.6 \pm 0.2\text{wt}\%$ ,初始模量为110.0~125.0cN/dtex,本发明通过引入带三甲硅基侧基的二元醇和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇对聚酯进行改性,所制得的纤维的上述力学性能并未下降,与现有技术相当;

[0043] 由用于汽车气囊的涤纶工业丝制得的安全气囊的使用寿命为8~12年,由现有技术的普通涤纶工业丝(未添加带三甲硅基侧基的二元醇和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇)制得的安全气囊的使用寿命为5~10年,本发明通过引入带三甲硅基侧基的二元醇和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇对聚酯进行改性,增大了聚酯的空洞自由体积,有利于上浆剂聚丙烯酰胺中分子活性基团如-NH<sub>2</sub>等在热处理过程中扩散进入到纤维空隙中,进而获得良好的界面结合,提高织造效率高,使得安全气囊的使用寿命获得提高。

[0044] 发明机理:

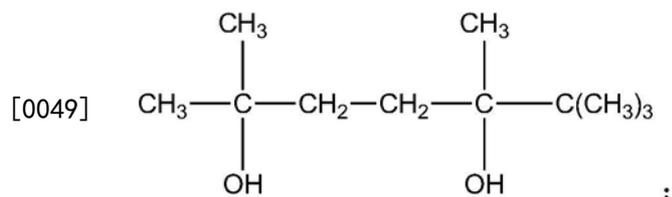
[0045] 聚合物中的大分子链不是完全紧密的堆砌,在大分子链之间总是有空隙存在,这部分空隙体积即为自由体积。要使小分子渗透到高分子内部,高分子内或高分子间要有足够大的空隙,所以小分子的渗透率和扩散性与高分子结构中的空隙大小(即自由体积的尺寸)有关,在一定范围内,自由体积的尺寸越大,小分子的渗透率越高,扩散性越好。自由体积又分为空洞自由体积和狭缝自由体积,空洞自由体较狭缝自由体积具更大的空间尺寸,

对于小分子的渗透率的提升,空洞自由体积较狭缝自由体积效果更加明显。

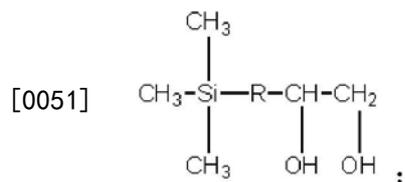
[0046] 自由体积的尺寸和类型主要取决于聚合物的结构,影响聚合物结构的主要因素为立体阻碍、侧基大小、侧基结构等。当聚合物主链上某一位置被侧基取代时,必然引起主链活动性的变化,从而改变了链与链间的相互作用力,链与链间的距离亦会发生相应的改变,结果导致内聚能和自由体积的变化,高分子侧链上的取代基的极性、大小、长短等对分子链的刚性、分子间的相互作用乃至聚合物结构的自由体积分数都有一定的影响,因此,取代基不同产生的效应不同,往往导致聚合物的渗透分离性能也各不相同。

[0047] 对于乙二醇此类二元醇直链分子,主链上的C原子处于一上一下呈锯齿形排列,当主链上某个亚甲基上的两个H原子被甲基(-CH<sub>3</sub>)取代时,这两个侧基上的C原子与主链C原子不在同一平面内,于是,中心C上的四个sp<sup>3</sup>杂化轨道分别与周围四个C原子上的空轨道重叠,形成四个完全相同的σ键,呈正四面体排列,四个碳原子分别位于正四面体的四个顶点,当甲基的三个氢进一步被甲基或三甲硅基取代时,能够形成一个更大的四面体结构,这种呈正四面体形排列的分子链相对于呈锯齿形排列的分子链,空洞自由体积明显增大了很多,能够显著提高小分子的渗透率和扩散性,此外,由于三甲硅基中碳硅键的键长大于碳碳键的键长,有利于原子自由旋转,进而有利于增大空洞自由体积;而当主链上某个亚甲基上的两个H原子被长支链取代基取代时,主要增大的是狭缝自由体积,增大幅度较小,对小分子的渗透率和扩散性的提升效果有限,同时由于长支链取代基的刚性较小,分子链之间容易发生缠结,不利于自由体积的增大。

[0048] 本发明通过在聚酯分子链中引入2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇和带三甲硅基侧基的二元醇显著提升了涤纶工业丝制备的汽车气囊的耐磨性能和使用寿命,2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的结构式如下:



[0050] 带三甲硅基侧基的二元醇的结构式如下:



[0052] 式中,R为-CH<sub>2</sub>- (带三甲硅基侧基的二元醇为3-三甲硅基-1,2-丙二醇)、-CH(CH<sub>3</sub>)- (带三甲硅基侧基的二元醇为3-三甲硅基-3-甲基-1,2-丙二醇)或-C((CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>)- (带三甲硅基侧基的二元醇为3-三甲硅基-3,3-二甲基-1,2-丙二醇);

[0053] 2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇中叔丁基和带三甲硅基侧基的二元醇中三甲硅基的存在会引起主链活动性的变化,从而改变了链单元间的相互作用力,分子链单元间的距离亦会发生相应的改变,导致改性聚酯的空洞自由体积增大。与短支链取代基(如甲基、乙基等基团)相比,叔丁基和三甲硅基占据了较大的空间位置,在分子链排列的方式上将获得更大的自由体积;与长支链取代基相比,一方面叔丁基和三甲硅基增大的是空洞自由体积,而

长支链取代基增大的是狭缝自由体积,另一方面叔丁基和三甲硅基的刚性大于长支链取代基,减少了分子链之间的缠结,因而叔丁基和三甲硅基较长支链取代基在分子链排列的方式上具有更多的自由体积。空洞自由体积增大有利于后续上浆剂聚丙烯酰胺中分子活性基团如-NH<sub>2</sub>等在热处理过程中扩散进入到纤维空隙中,进而获得良好的界面结合,提高织造效率高,使得安全气囊的使用寿命获得提高。

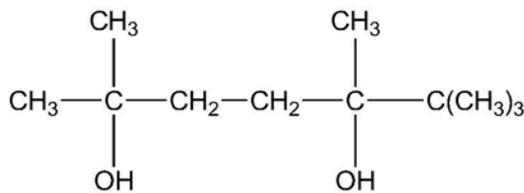
[0054] 有益效果:

[0055] (1) 本发明的一种用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,工艺简单,成本低廉,通过在聚酯中引入2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇和带三甲硅基侧基的二元醇对聚酯进行改性,增大了聚酯的空洞自由体积,与后续上浆工艺配合显著提高工业丝制备的气囊的耐磨性能以及使用寿命;

[0056] (2) 本发明的一种用于汽车气囊的涤纶工业丝,机械性能好,由其制得的汽车气囊使用寿命长,应用前景广阔。

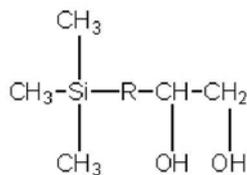
### 具体实施方式

[0057] 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。



式(I)

[0058]



式(II)

[0059] 实施例1

[0060] 一种用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,具体步骤如下:

[0061] (1) 制备改性聚酯;

[0062] (1.1) 2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的合成步骤如下:

[0063] (1.1.1) 按1:1:1.2:2.0的摩尔比将KOH粉末、3-甲基-3-羟基丁炔、3,3-二甲基-2-丁酮和异丙醚混合,在冰浴条件下反应2h,反应结束后进行冷却结晶、离心分离、洗涤、精制和干燥得到辛炔二醇;

[0064] (1.1.2) 按2:10:0.01的重量比将辛炔二醇、乙醇和钨催化剂混合,在40℃的温度条件下反应50min,反应过程中持续通入氢气,反应结束后进行分离和提纯得到2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇,2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的结构式如式(I)所示;

[0065] (1.2) 酯化反应;

[0066] 将摩尔比为1:1.2:0.02:0.01的对苯二甲酸、乙二醇、3-三甲硅基-1,2-丙二醇和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇配成浆料,加入三氧化二锑、二氧化钛和磷酸三苯酯混合均匀后,在氮气氛围中加压进行酯化反应,加压压力为0.1MPa,酯化反应的温度为250℃,当酯化反应中的水馏出量达到理论值的93%时为酯化反应终点,三氧化二锑、二氧化钛和磷酸三苯酯的加入量分别为对苯二甲酸加入量的0.03wt%、0.20wt%和0.02wt%;

[0067] (1.3) 缩聚反应;

[0068] 酯化反应结束后,在负压条件下开始低真空阶段的缩聚反应,该阶段压力在30min内由常压平稳抽至绝对压力为480Pa,反应温度为250℃,反应时间为31min,然后继续抽真空,进行高真空阶段的缩聚反应,使反应压力进一步降至绝对压力为100Pa,反应温度为270℃,反应时间为50min,制得改性聚酯;

[0069] (1.4) 对改性聚酯进行固相缩聚增粘得到特性粘度为1.0dL/g的改性聚酯熔体;

[0070] (2) 将改性聚酯熔体进行固相缩聚增粘、熔融、计量、挤出、冷却、上油、拉伸、热定型和卷绕制得用于汽车气囊的涤纶工业丝,纺丝工艺参数如下:

螺杆各区温度 290℃;

箱体温度 295℃;

[0071] 机头压力 140bar;

冷却温度 40℃;

卷绕速度 5400m/min;

[0072] 拉伸、热定型的工艺参数为:

一辊速度 3000m/min; 一辊温度 75℃;

[0073] 二辊速度 4100m/min; 二辊温度 90℃;

三辊速度 5500m/min; 三辊温度 245℃;

四辊速度 5500m/min; 四辊温度 245℃;

[0074]

五辊速度 5400m/min; 五辊温度 245℃。

[0075] 最终制得的用于汽车气囊的涤纶工业丝的单丝纤度为3.5dtex,复丝纤度为2200dtex,断裂强度为7.9cN/dtex,线密度偏差率为0.5%,断裂强度CV值为2.4%,断裂伸长率中心值为13.5%,断裂伸长CV值为6.4%,4.0cN/dtex负荷的伸长率的中心值为6.3%,在177℃×10min×0.05cN/dtex条件下的干热收缩率为3.8%,网络度为10个/m,含油率为0.8wt%,初始模量为125.0cN/dtex;由用于汽车气囊的涤纶工业丝制得的安全气囊的使用寿命为8年。

[0076] 对比例1

[0077] 一种涤纶工业丝的制备方法,具体步骤与实施例1基本相同,不同在于,步骤(1)中未添加3-三甲硅基-1,2-丙二醇和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇。最终制得的涤纶工业丝的单丝纤度为3.5dtex,复丝纤度为2200dtex,断裂强度为7.8cN/dtex,线密度偏差率为0.5%,断裂强度CV值为2.4%,断裂伸长率中心值为13.0%,断裂伸长CV值为6.4%,4.0cN/

dtex负荷的伸长率的中心值为6.3%，在177℃×10min×0.05cN/dtex条件下的干热收缩率为3.9%，网络度为10个/m，含油率为0.8wt%，初始模量为122.0cN/dtex；由该涤纶工业丝制得的安全气囊的使用寿命为5年。

[0078] 对比例2

[0079] 一种涤纶工业丝的制备方法，具体步骤与实施例1基本相同，不同在于，步骤(1)中未添加3-三甲硅基-1,2-丙二醇。最终制得的涤纶工业丝的单丝纤度为3.5dtex，复丝纤度为2200dtex，断裂强度为7.7cN/dtex，线密度偏差率为0.5%，断裂强度CV值为2.4%，断裂伸长率中心值为13.2%，断裂伸长CV值为6.4%，4.0cN/dtex负荷的伸长率的中心值为6.3%，在177℃×10min×0.05cN/dtex条件下的干热收缩率为3.8%，网络度为10个/m，含油率为0.8wt%，初始模量为121.0cN/dtex；由该涤纶工业丝制得的安全气囊的使用寿命为7年。

[0080] 对比例3

[0081] 一种涤纶工业丝的制备方法，具体步骤与实施例1基本相同，不同在于，步骤(1)中未添加2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇。最终制得的涤纶工业丝的单丝纤度为3.5dtex，复丝纤度为2200dtex，断裂强度为7.6cN/dtex，线密度偏差率为0.5%，断裂强度CV值为2.4%，断裂伸长率中心值为13.3%，断裂伸长CV值为6.4%，4.0cN/dtex负荷的伸长率的中心值为6.3%，在177℃×10min×0.05cN/dtex条件下的干热收缩率为3.8%，网络度为10个/m，含油率为0.8wt%，初始模量为125.0cN/dtex；由该涤纶工业丝制得的安全气囊的使用寿命为7年。

[0082] 综合分析实施例1及对比例1~3可以发现，本发明通过添加3-三甲硅基-1,2-丙二醇和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇显著提升了纤维的织造性能进而提高了由其制得安全气囊的使用寿命，其3-三甲硅基-1,2-丙二醇和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇相互协同共同提高了聚酯的空洞自由体积，降低了上浆剂聚丙烯酰胺中分子活性基团如-NH<sub>2</sub>等进入纤维内部的难度，提高了织造性能。此外，3-三甲硅基-1,2-丙二醇和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的添加对纤维其他性能影响较小，并不影响其加工性能及机械性能。

[0083] 对比例4

[0084] 一种涤纶工业丝的制备方法，具体步骤与实施例1基本相同，不同在于，步骤(1)采用1,2十二烷基二醇替代2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇。最终制得的涤纶工业丝的单丝纤度为3.5dtex，复丝纤度为2200dtex，断裂强度为7.7cN/dtex，线密度偏差率为0.5%，断裂强度CV值为2.4%，断裂伸长率中心值为13.0%，断裂伸长CV值为6.4%，4.0cN/dtex负荷的伸长率的中心值为6.3%，在177℃×10min×0.05cN/dtex条件下的干热收缩率为3.8%，网络度为10个/m，含油率为0.8wt%，初始模量为122.0cN/dtex；由该涤纶工业丝制得的安全气囊的使用寿命为7年。

[0085] 与实施例1对比可以发现，2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇相对于含长支链取代基的1,2十二烷基二醇更有利于提升纤维的染色性能，这主要是因为一方面2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇中的叔丁基增大的自由体积更多的是空洞自由体积，而1,2十二烷基二醇中的长支链取代基增大的自由体积更多的是狭缝自由体积，另一方面2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇中的叔丁基的刚性大于1,2十二烷基二醇中的长支链取代基，减少了分子链之间的缠结，因而2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇较1,2十二烷基二醇在聚酯分子链排列的方式上具有更

多的自由体积,有利于上浆剂聚丙烯酰胺中分子活性基团如-NH<sub>2</sub>等进入纤维内部,进而更有利于提升纤维的织造性能。

[0086] 对比例5

[0087] 一种涤纶工业丝的制备方法,具体步骤与实施例1基本相同,不同在于,步骤(1)采用1,2-十二烷基二醇替代3-三甲硅基-1,2-丙二醇。最终制得的涤纶工业丝的单丝纤度为3.5dtex,复丝纤度为2200dtex,断裂强度为7.7cN/dtex,线密度偏差率为0.5%,断裂强度CV值为2.4%,断裂伸长率中心值为13.0%,断裂伸长CV值为6.4%,4.0cN/dtex负荷的伸长率的中心值为6.3%,在177℃×10min×0.05cN/dtex条件下的干热收缩率为3.8%,网络度为10个/m,含油率为0.8wt%,初始模量为121.0cN/dtex;由该涤纶工业丝制得的安全气囊的使用寿命为7年。

[0088] 与实施例1对比可以发现,三甲硅基相对于长支链取代基更有利于提升纤维的染色性能,这主要是因为一方面三甲硅基增大的自由体积更多的是空洞自由体积,而长支链取代基增大的自由体积更多的是狭缝自由体积,另一方面三甲硅基的刚性大于长支链取代基,减少了分子链之间的缠结,因而三甲硅基较长支链取代基在分子链排列的方式上具有更多的自由体积,有利于上浆剂聚丙烯酰胺中分子活性基团如-NH<sub>2</sub>等进入纤维内部,进而更有利于提升纤维的织造性能。

[0089] 实施例2

[0090] 一种用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,具体步骤如下:

[0091] (1) 制备改性聚酯;

[0092] (1.1) 2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的合成步骤如下:

[0093] (1.1.1) 按1.1:1:1.2:2.3的摩尔比将KOH粉末、3-甲基-3-羟基丁炔、3,3-二甲基-2-丁酮和异丙醚混合,在冰浴条件下反应2h,反应结束后进行冷却结晶、离心分离、洗涤、精制和干燥得到辛炔二醇;

[0094] (1.1.2) 按2:10:0.01的重量比将辛炔二醇、乙醇和钯催化剂混合,在45℃的温度条件下反应50min,反应过程中持续通入氢气,反应结束后进行分离和提纯得到2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇,2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的结构式如式(I)所示;

[0095] (1.2) 制备3-三甲硅基-3-甲基-1,2-丙二醇;

[0096] (1.2.1) 按1:5:10的摩尔比将3-三甲硅基-3-甲基丙烯、过乙酸和二氯甲烷混合,在35℃的温度条件下反应5h,反应时伴以搅拌,反应结束后去除溶剂,经提纯和精制得到三甲硅基丙烯环氧化物;

[0097] (1.2.2) 将水、浓硫酸和三甲硅基丙烯环氧化物混合,在搅拌条件下水浴加热至80℃,保温反应10min,反应结束后冷却至室温,经中和、蒸馏、分离和提纯得到如式(II)所示的3-三甲硅基-3-甲基-1,2-丙二醇,式(II)中的R为-CH(CH<sub>3</sub>)-,浓硫酸为质量浓度为70%的硫酸,反应开始时,三甲硅基丙烯环氧化物与水的摩尔比为1:20,浓硫酸的质量占混合物质量之和的0.1%;

[0098] (1.3) 酯化反应;

[0099] 将摩尔比为1:1.5:0.025:0.015的对苯二甲酸、乙二醇、3-三甲硅基-3-甲基-1,2-丙二醇和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇配成浆料,加入乙二醇锑、二氧化钛和磷酸三甲酯混合均匀后,在氮气氛围中加压进行酯化反应,加压压力为常压,酯化反应的温度为251℃,当

酯化反应中的水馏出量达到理论值的92%时为酯化反应终点,乙二醇梯、二氧化钛和磷酸三甲酯的加入量分别为对苯二甲酸加入量的0.04wt%、0.22wt%和0.01wt%;

[0100] (1.4) 缩聚反应;

[0101] 酯化反应结束后,在负压条件下开始低真空阶段的缩聚反应,该阶段压力在30min内由常压平稳抽至绝对压力为500Pa,反应温度为252℃,反应时间为30min,然后继续抽真空,进行高真空阶段的缩聚反应,使反应压力进一步降至绝对压力为100Pa,反应温度为271℃,反应时间为55min,制得改性聚酯;

[0102] (1.5) 对改性聚酯进行固相缩聚增粘得到特性粘度为1.0dL/g的改性聚酯熔体;

[0103] (2) 将改性聚酯熔体进行固相缩聚增粘、熔融、计量、挤出、冷却、上油、拉伸、热定型和卷绕制得用于汽车气囊的涤纶工业丝,纺丝工艺参数如下:

螺杆各区温度 310℃;

箱体温度 300℃;

[0104] 机头压力 140bar;

冷却温度 45℃;

卷绕速度 5600m/min;

[0105] 拉伸、热定型的工艺参数为:

一辊速度 3100m/min; 一辊温度 85℃;

[0106] 二辊速度 4200m/min; 二辊温度 100℃;

三辊速度 5700m/min; 三辊温度 255℃;

[0107] 四辊速度 5700m/min; 四辊温度 255℃;

五辊速度 5600m/min; 五辊温度 255℃。

[0108] 最终制得的用于汽车气囊的涤纶工业丝的单丝纤度为3.0dtex,复丝纤度为1600dtex,断裂强度为7.5cN/dtex,线密度偏差率为0.7%,断裂强度CV值为2.7%,断裂伸长率中心值为12.2%,断裂伸长CV值为7.2%,4.0cN/dtex负荷的伸长率的中心值为5.3%,在177℃×10min×0.05cN/dtex条件下的干热收缩率为3.3%,网络度为7个/m,含油率为0.6wt%,初始模量为117.0cN/dtex;由用于汽车气囊的涤纶工业丝制得的安全气囊的使用寿命为10年。

[0109] 实施例3

[0110] 一种用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,具体步骤如下:

[0111] (1) 制备改性聚酯;

[0112] (1.1) 2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的合成步骤如下:

[0113] (1.1.1) 按1.2:1:1.25:2.0的摩尔比将KOH粉末、3-甲基-3-羟基丁炔、3,3-二甲基-2-丁酮和异丙醚混合,在冰浴条件下反应3h,反应结束后进行冷却结晶、离心分离、洗涤、精制和干燥得到辛炔二醇;

[0114] (1.1.2) 按3:10:0.03的重量比将辛炔二醇、乙醇和钨催化剂混合,在40℃的温度条件下反应50min,反应过程中持续通入氢气,反应结束后进行分离和提纯得到2,5,6,6-四

甲基-2,5-庚二醇,2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的结构式如式(I)所示;

[0115] (1.2) 制备3-三甲硅基-3-甲基-1,2-丙二醇;

[0116] (1.2.1) 按1:10:15的摩尔比将3-三甲硅基-3-甲基丙烯、过乙酸和二氯甲烷混合,在40℃的温度条件下反应8h,反应时伴以搅拌,反应结束后去除溶剂,经提纯和精制得到三甲硅基丙烯环氧化物;

[0117] (1.2.2) 将水、浓硫酸和三甲硅基丙烯环氧化物混合,在搅拌条件下水浴加热至85℃,保温反应15min,反应结束后冷却至室温,经中和、蒸馏、分离和提纯得到如式(II)所示的3-三甲硅基-3-甲基-1,2-丙二醇,式(II)中的R为-CH(CH<sub>3</sub>)-,浓硫酸为质量浓度为70%的硫酸,反应开始时,三甲硅基丙烯环氧化物与水的摩尔比为1:40,浓硫酸的质量占混合物质量之和的0.15%;

[0118] (1.3) 酯化反应;

[0119] 将摩尔比为1:1.8:0.022:0.013的对苯二甲酸、乙二醇、3-三甲硅基-3-甲基-1,2-丙二醇和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇配成浆料,加入醋酸锑、二氧化钛和亚磷酸三甲酯混合均匀后,在氮气氛围中加压进行酯化反应,加压压力为常压,酯化反应的温度为252℃,当酯化反应中的水馏出量达到理论值的90%时为酯化反应终点,醋酸锑、二氧化钛和亚磷酸三甲酯的加入量分别为对苯二甲酸加入量的0.04wt%、0.23wt%和0.03wt%;

[0120] (1.4) 缩聚反应;

[0121] 酯化反应结束后,在负压条件下开始低真空阶段的缩聚反应,该阶段压力在35min内由常压平稳抽至绝对压力为450Pa,反应温度为253℃,反应时间为35min,然后继续抽真空,进行高真空阶段的缩聚反应,使反应压力进一步降至绝对压力为90Pa,反应温度为274℃,反应时间为60min,制得改性聚酯;

[0122] (1.5) 对改性聚酯进行固相缩聚增粘得到特性粘度为1.1dL/g的改性聚酯熔体;

[0123] (2) 将改性聚酯熔体进行固相缩聚增粘、熔融、计量、挤出、冷却、上油、拉伸、热定型和卷绕制得用于汽车气囊的涤纶工业丝,纺丝工艺参数如下:

螺杆各区温度 300℃;

箱体温度 298℃;

[0124] 机头压力 140bar;

冷却温度 42℃;

卷绕速度 5500m/min;

[0125] 拉伸、热定型的工艺参数为:

一辊速度 3050m/min; 一辊温度 80℃;

二辊速度 4150m/min; 二辊温度 95℃;

[0126] 三辊速度 5600m/min; 三辊温度 250℃;

四辊速度 5600m/min; 四辊温度 250℃;

五辊速度 5500m/min; 五辊温度 250℃。

[0127] 最终制得的用于汽车气囊的涤纶工业丝的单丝纤度为3.2dtex,复丝纤度为

1800dtex,断裂强度为7.2~7.9cN/dtex,线密度偏差率为-0.6%,断裂强度CV值为2.6%,断裂伸长率中心值为12.5%,断裂伸长CV值为6.9%,4.0cN/dtex负荷的伸长率的中心值为5.5%,在177℃×10min×0.05cN/dtex条件下的干热收缩率为3.5%,网络度为8个/m,含油率为0.65wt%,初始模量为120.0cN/dtex;由用于汽车气囊的涤纶工业丝制得的安全气囊的使用寿命为9年。

[0128] 实施例4

[0129] 一种用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,具体步骤如下:

[0130] (1) 制备改性聚酯;

[0131] (1.1) 2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的合成步骤如下:

[0132] (1.1.1) 按1.2:1:1.3:2.5的摩尔比将KOH粉末、3-甲基-3-羟基丁炔、3,3-二甲基-2-丁酮和异丙醚混合,在冰浴条件下反应3h,反应结束后进行冷却结晶、离心分离、洗涤、精制和干燥得到辛炔二醇;

[0133] (1.1.2) 按2.5:10:0.02的重量比将辛炔二醇、乙醇和钨催化剂混合,在45℃的温度条件下反应60min,反应过程中持续通入氢气,反应结束后进行分离和提纯得到2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇,2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的结构式如式(I)所示;

[0134] (1.2) 制备3-三甲硅基-3-甲基-1,2-丙二醇;

[0135] (1.2.1) 按1:10:10的摩尔比将3-三甲硅基-3-甲基丙烯、过乙酸和二氯甲烷混合,在36℃的温度条件下反应6h,反应时伴以搅拌,反应结束后去除溶剂,经提纯和精制得到三甲硅基丙烯环氧化物;

[0136] (1.2.2) 将水、浓硫酸和三甲硅基丙烯环氧化物混合,在搅拌条件下水浴加热至84℃,保温反应12min,反应结束后冷却至室温,经中和、蒸馏、分离和提纯得到如式(II)所示的3-三甲硅基-3-甲基-1,2-丙二醇,式(II)中的R为-CH(CH<sub>3</sub>)-,浓硫酸为质量浓度为70%的硫酸,反应开始时,三甲硅基丙烯环氧化物与水的摩尔比为1:30,浓硫酸的质量占混合物质量之和的0.14%;

[0137] (1.3) 酯化反应;

[0138] 将摩尔比为1:1.9:0.025:0.015的对苯二甲酸、乙二醇、3-三甲硅基-3-甲基-1,2-丙二醇和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇配成浆料,加入醋酸锑、二氧化钛和磷酸三苯酯混合均匀后,在氮气氛围中加压进行酯化反应,加压压力为0.3MPa,酯化反应的温度为254℃,当酯化反应中的水馏出量达到理论值的96%时为酯化反应终点,醋酸锑、二氧化钛和磷酸三苯酯的加入量分别为对苯二甲酸加入量的0.03wt%、0.25wt%和0.05wt%;

[0139] (1.4) 缩聚反应;

[0140] 酯化反应结束后,在负压条件下开始低真空阶段的缩聚反应,该阶段压力在40min内由常压平稳抽至绝对压力为410Pa,反应温度为255℃,反应时间为32min,然后继续抽真空,进行高真空阶段的缩聚反应,使反应压力进一步降至绝对压力为95Pa,反应温度为275℃,反应时间为70min,制得改性聚酯;

[0141] (1.5) 对改性聚酯进行固相缩聚增粘得到特性粘度为1.2dL/g的改性聚酯熔体;

[0142] (2) 将改性聚酯熔体进行固相缩聚增粘、熔融、计量、挤出、冷却、上油、拉伸、热定型和卷绕制得用于汽车气囊的涤纶工业丝,纺丝工艺参数如下:

	螺杆各区温度	300℃;
	箱体温度	300℃;
[0143]	机头压力	140bar;
	冷却温度	45℃;
	卷绕速度	5600m/min;
[0144]	拉伸、热定型的工艺参数为:	
	一辊速度	3100m/min; 一辊温度 82℃;
	二辊速度	4200m/min; 二辊温度 90℃;
[0145]	三辊速度	5500m/min; 三辊温度 255℃;
	四辊速度	5500m/min; 四辊温度 255℃;
	五辊速度	5400m/min; 五辊温度 245℃。

[0146] 最终制得的用于汽车气囊的涤纶工业丝的单丝纤度为2.9dtex,复丝纤度为1500dtex,断裂强度为7.4cN/dtex,线密度偏差率为0.8%,断裂强度CV值为2.5%,断裂伸长率中心值为12.6%,断裂伸长CV值为7.5%,4.0cN/dtex负荷的伸长率的中心值为5.5%,在177℃×10min×0.05cN/dtex条件下的干热收缩率为3.4%,网络度为8个/m,含油率为0.62wt%,初始模量为118.0cN/dtex;由用于汽车气囊的涤纶工业丝制得的安全气囊的使用寿命为11年。

[0147] 实施例5

[0148] 一种用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,具体步骤如下:

[0149] (1) 制备改性聚酯;

[0150] (1.1) 2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的合成步骤如下:

[0151] (1.1.1) 按1:1:1.3:3.0的摩尔比将KOH粉末、3-甲基-3-羟基丁炔、3,3-二甲基-2-丁酮和异丙醚混合,在冰浴条件下反应4h,反应结束后进行冷却结晶、离心分离、洗涤、精制和干燥得到辛炔二醇;

[0152] (1.1.2) 按2.5:10:0.02的重量比将辛炔二醇、乙醇和钯催化剂混合,在50℃的温度条件下反应55min,反应过程中持续通入氢气,反应结束后进行分离和提纯得到2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇,2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的结构式如式(I)所示;

[0153] (1.2) 制备3-三甲硅基-3,3-二甲基-1,2-丙二醇;

[0154] (1.2.1) 按1:8:12的摩尔比将3-三甲硅基-3,3-二甲基丙烯、过乙酸和二氯甲烷混合,在40℃的温度条件下反应5h,反应时伴以搅拌,反应结束后去除溶剂,经提纯和精制得到三甲硅基丙烯环氧化物;

[0155] (1.2.2) 将水、浓硫酸和三甲硅基丙烯环氧化物混合,在搅拌条件下水浴加热至85℃,保温反应10min,反应结束后冷却至室温,经中和、蒸馏、分离和提纯得到如式(II)所示的3-三甲硅基-3,3-二甲基-1,2-丙二醇,式(II)中的R为-C((CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>)-,浓硫酸为质量浓度为70%的硫酸,反应开始时,三甲硅基丙烯环氧化物与水的摩尔比为1:25,浓硫酸的质量占混合物质量之和的0.12%;

[0156] (1.3) 酯化反应;

[0157] 将摩尔比为1:2.0:0.024:0.016的对苯二甲酸、乙二醇、3-三甲硅基-3,3-二甲基-1,2-丙二醇和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇配成浆料,加入乙二醇锑、二氧化钛和亚磷酸三甲酯混合均匀后,在氮气氛围中加压进行酯化反应,加压压力为0.2MPa,酯化反应的温度为256℃,当酯化反应中的水馏出量达到理论值的99%时为酯化反应终点,乙二醇锑、二氧化钛和亚磷酸三甲酯的加入量分别为对苯二甲酸加入量的0.03wt%、0.20wt%和0.04wt%;

[0158] (1.4) 缩聚反应;

[0159] 酯化反应结束后,在负压条件下开始低真空阶段的缩聚反应,该阶段压力在45min内由常压平稳抽至绝对压力为490Pa,反应温度为257℃,反应时间为40min,然后继续抽真空,进行高真空阶段的缩聚反应,使反应压力进一步降至绝对压力为90Pa,反应温度为277℃,反应时间为75min,制得改性聚酯;

[0160] (1.5) 对改性聚酯进行固相缩聚增粘得到特性粘度为1.05dL/g的改性聚酯熔体;

[0161] (2) 将改性聚酯熔体进行固相缩聚增粘、熔融、计量、挤出、冷却、上油、拉伸、热定型和卷绕制得用于汽车气囊的涤纶工业丝,纺丝工艺参数如下:

螺杆各区温度 310℃;

箱体温度 295℃;

[0162] 机头压力 140bar;

冷却温度 45℃;

卷绕速度 5400m/min;

[0163] 拉伸、热定型的工艺参数为:

一辊速度 3100m/min; 一辊温度 80℃;

二辊速度 4100m/min; 二辊温度 100℃;

[0164] 三辊速度 5500m/min; 三辊温度 255℃;

四辊速度 5600m/min; 四辊温度 250℃;

五辊速度 5600m/min; 五辊温度 250℃。

[0165] 最终制得的用于汽车气囊的涤纶工业丝的单丝纤度为3.0dtex,复丝纤度为1400dtex,断裂强度为7.3cN/dtex,线密度偏差率为-0.6%,断裂强度CV值为2.5%,断裂伸长率中心值为11.8%,断裂伸长CV值为7.6%,4.0cN/dtex负荷的伸长率的中心值为5.2%,在177℃×10min×0.05cN/dtex条件下的干热收缩率为2.98%,网络度为5个/m,含油率为0.55wt%,初始模量为115.0cN/dtex;由用于汽车气囊的涤纶工业丝制得的安全气囊的使用寿命为9年。

[0166] 实施例6

[0167] 一种用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,具体步骤如下:

[0168] (1) 制备改性聚酯;

[0169] (1.1) 2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的合成步骤如下:

[0170] (1.1.1) 按1.1:1:1.2:3.0的摩尔比将KOH粉末、3-甲基-3-羟基丁炔、3,3-二甲基-

2-丁酮和异丙醚混合,在冰浴条件下反应4h,反应结束后进行冷却结晶、离心分离、洗涤、精制和干燥得到辛炔二醇;

[0171] (1.1.2)按3:10:0.03的重量比将辛炔二醇、乙醇和钨催化剂混合,在50℃的温度条件下反应60min,反应过程中持续通入氢气,反应结束后进行分离和提纯得到2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇,2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的结构式如式(I)所示;

[0172] (1.2)制备3-三甲硅基-3,3-二甲基-1,2-丙二醇;

[0173] (1.2.1)按1:10:10的摩尔比将3-三甲硅基-3,3-二甲基丙烯、过乙酸和二氯甲烷混合,在35℃的温度条件下反应6h,反应时伴以搅拌,反应结束后去除溶剂,经提纯和精制得到三甲硅基丙烯环氧化物;

[0174] (1.2.2)将水、浓硫酸和三甲硅基丙烯环氧化物混合,在搅拌条件下水浴加热至80℃,保温反应15min,反应结束后冷却至室温,经中和、蒸馏、分离和提纯得到如式(II)所示的3-三甲硅基-3,3-二甲基-1,2-丙二醇,式(II)中的R为-C((CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>)-,浓硫酸为质量浓度为70%的硫酸,反应开始时,三甲硅基丙烯环氧化物与水的摩尔比为1:35,浓硫酸的质量占混合物质量之和的0.14%;

[0175] (1.3)酯化反应;

[0176] 将摩尔比为1:1.2:0.03:0.02的对苯二甲酸、乙二醇、3-三甲硅基-3,3-二甲基-1,2-丙二醇和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇配成浆料,加入三氧化二锑、二氧化钛和磷酸三甲酯混合均匀后,在氮气氛围中加压进行酯化反应,加压压力为0.2MPa,酯化反应的温度为258℃,当酯化反应中的水馏出量达到理论值的95%时为酯化反应终点,三氧化二锑、二氧化钛和磷酸三甲酯的加入量分别为对苯二甲酸加入量的0.04wt%、0.23wt%和0.01wt%;

[0177] (1.4)缩聚反应;

[0178] 酯化反应结束后,在负压条件下开始低真空阶段的缩聚反应,该阶段压力在35min内由常压平稳抽至绝对压力为430Pa,反应温度为258℃,反应时间为40min,然后继续抽真空,进行高真空阶段的缩聚反应,使反应压力进一步降至绝对压力为94Pa,反应温度为280℃,反应时间为80min,制得改性聚酯;

[0179] (1.5)对改性聚酯进行固相缩聚增粘得到特性粘度为1.1dL/g的改性聚酯熔体;

[0180] (2)将改性聚酯熔体进行固相缩聚增粘、熔融、计量、挤出、冷却、上油、拉伸、热定型和卷绕制得用于汽车气囊的涤纶工业丝,纺丝工艺参数如下:

螺杆各区温度 310℃;

箱体温度 300℃;

[0181] 机头压力 140bar;

冷却温度 40℃;

卷绕速度 5500m/min;

[0182] 拉伸、热定型的工艺参数为:

	一辊速度	3000m/min;	一辊温度	80℃;
	二辊速度	4200m/min;	二辊温度	95℃;
[0183]	三辊速度	5600m/min;	三辊温度	250℃;
	四辊速度	5600m/min;	四辊温度	250℃;
	五辊速度	5500m/min;	五辊温度	250℃。

[0184] 最终制得的用于汽车气囊的涤纶工业丝的单丝纤度为2.5dtex,复丝纤度为1100dtex,断裂强度为7.2cN/dtex,线密度偏差率为-1.5%,断裂强度CV值为3.0%,断裂伸长率中心值为11.0%,断裂伸长CV值为8.0%,4.0cN/dtex负荷的伸长率的中心值为4.8%,在177℃×10min×0.05cN/dtex条件下的干热收缩率为2.8%,网络度为3个/m,含油率为0.5wt%,初始模量为110.0cN/dtex;由用于汽车气囊的涤纶工业丝制得的安全气囊的使用寿命为12年。

[0185] 实施例7

[0186] 一种用于汽车气囊的涤纶工业丝的制备方法,具体步骤如下:

[0187] (1) 制备改性聚酯;

[0188] (1.1) 2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的合成步骤如下:

[0189] (1.1.1) 按1.2:1:1.2:3.0的摩尔比将KOH粉末、3-甲基-3-羟基丁炔、3,3-二甲基-2-丁酮和异丙醚混合,在冰浴条件下反应3h,反应结束后进行冷却结晶、离心分离、洗涤、精制和干燥得到辛炔二醇;

[0190] (1.1.2) 按3:10:0.02的重量比将辛炔二醇、乙醇和钨催化剂混合,在42℃的温度条件下反应55min,反应过程中持续通入氢气,反应结束后进行分离和提纯得到2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇,2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇的结构式如式(I)所示;

[0191] (1.2) 制备3-三甲硅基-3,3-二甲基-1,2-丙二醇;

[0192] (1.2.1) 按1:5:15的摩尔比将3-三甲硅基-3,3-二甲基丙烯、过乙酸和二氯甲烷混合,在37℃的温度条件下反应7h,反应时伴以搅拌,反应结束后去除溶剂,经提纯和精制得到三甲硅基丙烯环氧化物;

[0193] (1.2.2) 将水、浓硫酸和三甲硅基丙烯环氧化物混合,在搅拌条件下水浴加热至82℃,保温反应12min,反应结束后冷却至室温,经中和、蒸馏、分离和提纯得到如式(II)所示的3-三甲硅基-3,3-二甲基-1,2-丙二醇,式(II)中的R为-C((CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>)-,浓硫酸为质量浓度为70%的硫酸,反应开始时,三甲硅基丙烯环氧化物与水的摩尔比为1:29,浓硫酸的质量占混合物质量之和的0.13%;

[0194] (1.3) 酯化反应;

[0195] 将摩尔比为1:2.0:0.03:0.02的对苯二甲酸、乙二醇、3-三甲硅基-3,3-二甲基-1,2-丙二醇和2,5,6,6-四甲基-2,5-庚二醇配成浆料,加入乙二醇锑、二氧化钛和磷酸三苯酯混合均匀后,在氮气氛围中加压进行酯化反应,加压压力为0.3MPa,酯化反应的温度为260℃,当酯化反应中的水馏出量达到理论值的91%时为酯化反应终点,乙二醇锑、二氧化钛和磷酸三苯酯的加入量分别为对苯二甲酸加入量的0.05wt%、0.25wt%和0.05wt%;

[0196] (1.4) 缩聚反应;

[0197] 酯化反应结束后,在负压条件下开始低真空阶段的缩聚反应,该阶段压力在50min

内由常压平稳抽至绝对压力为400Pa,反应温度为260℃,反应时间为50min,然后继续抽真空,进行高真空阶段的缩聚反应,使反应压力进一步降至绝对压力为88Pa,反应温度为282℃,反应时间为90min,制得改性聚酯;

[0198] (1.5)对改性聚酯进行固相缩聚增粘得到特性粘度为1.15dL/g的改性聚酯熔体;

[0199] (2)将改性聚酯熔体进行固相缩聚增粘、熔融、计量、挤出、冷却、上油、拉伸、热定型和卷绕制得用于汽车气囊的涤纶工业丝,纺丝工艺参数如下:

	螺杆各区温度	290℃;	
[0200]	箱体温度	300℃;	
	机头压力	140bar;	
	冷却温度	45℃;	
[0201]	卷绕速度	5400m/min;	
[0202]	拉伸、热定型的工艺参数为:		
	一辊速度	3000m/min;	一辊温度 80℃;
	二辊速度	4200m/min;	二辊温度 100℃;
[0203]	三辊速度	5500m/min;	三辊温度 245℃;
	四辊速度	5500m/min;	四辊温度 255℃;
	五辊速度	5400m/min;	五辊温度 255℃。

[0204] 最终制得的用于汽车气囊的涤纶工业丝的单丝纤度为2.6dtex,复丝纤度为1200dtex,断裂强度为7.3cN/dtex,线密度偏差率为1.5%,断裂强度CV值为2.9%,断裂伸长率中心值为11.4%,断裂伸长CV值为7.8%,4.0cN/dtex负荷的伸长率的中心值为4.9%,在177℃×10min×0.05cN/dtex条件下的干热收缩率为2.85%,网络度为4个/m,含油率为0.44wt%,初始模量为112cN/dtex;由用于汽车气囊的涤纶工业丝制得的安全气囊的使用寿命为12年。