

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
D06M 15/00 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 03107039.6

[45] 授权公告日 2007 年 3 月 28 日

[11] 授权公告号 CN 1307338C

[22] 申请日 1993.2.19 [21] 申请号 03107039.6
分案原申请号 93103441.8

[30] 优先权

[32] 1992. 2. 19 [33] US [31] 837,743

[73] 专利权人 因维斯塔技术有限公司

地址 瑞士苏黎世

[72] 发明人 F·H·戴

[56] 参考文献

US3277000A 1966. 10. 4

GB1387640A 1975. 3. 19

US4442249A 1984. 4. 10

US3039895A 1962. 6. 19

审查员 宋琳

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
代理人 郭广迅

权利要求书 3 页 说明书 9 页

[54] 发明名称

润滑整理剂组合物，其使用方法以及用其涂敷的合成纤维

[57] 摘要

一种润滑整理剂组合物以及涂有该整理剂组合物的合成纤维。本发明的组合物包括：大约 80 - 99% 重量的润滑剂；以及大约 1 - 20% 的具有至少 8 个碳原子的支链或非支链脂肪族一元羧酸的碱金属盐。该整理剂组合物在低于大约 150℃ 的温度下为一种液体。

1. 一种用润滑整理剂组合物涂敷的合成纤维，其中所述润滑整理剂组合物包含：

80 - 99 % 重量的润滑剂，该润滑剂是选自由天然和合成酯类以及具有数均分子量至少为 550amu，其碘值低于 15 的天然和合成烃类所组成的一类物质；以及

1 - 20 % 重量的具有至少 8 个碳原子的支链或非支链的脂肪族一元羧酸的碱金属盐，

该整理剂组合物在低于 150℃ 的温度下为一种液体。

2. 根据权利要求 1 所述的合成纤维，其中所述整理剂组合物包含：

85 - 98 % 重量的该润滑剂；以及

2 - 15 % 重量的具有至少 8 个碳原子的支链或非支链的脂肪族一元羧酸的碱金属盐。

3. 根据权利要求 1 所述的合成纤维，其中支链或非支链的脂肪族一元羧酸盐具有至少 14 个碳原子。

4. 根据权利要求 1 所述的合成纤维，其中该整理剂组合物含有 0.05 - 5 % 重量的稳定剂。

5. 根据权利要求 1 所述的合成纤维，其中该整理剂组合物基本上不含非离子型表面活性剂。

6. 根据权利要求 1 所述的合成纤维，其中该纤维是一种由聚酰胺均聚物和共聚物以及聚酯均聚物和共聚物组成的一类物质中选出的聚合物。

7. 根据权利要求 1 所述的合成纤维，其中该整理剂是以 0.2 - 2.0 % 重量的用量使用在该纤维上。

8. 一种作为纯油剂涂敷于合成纤维的润滑整理剂组合物，其中包含：

80 - 99 % 重量的润滑剂，该润滑剂是选自由天然和合成酯类以及具

有数均分子量至少为 550amu, 其碘值低于 15 的天然和合成烃类所组成的一类物质; 以及

1-20%重量的具有至少 8 个碳原子的支链或非支链的脂肪族一元羧酸的碱金属盐, 其中该碱金属盐是在现场通过将碱金属氢氧化物加到一元羧酸中而形成的,

该整理剂组合物在低于 150°C 的温度下为一种液体。

9. 根据权利要求 8 所述的整理剂组合物, 其中包含:

85-98%重量的该润滑剂; 以及

2-15%重量的具有至少 8 个碳原子的支链或非支链的脂肪族一元羧酸的碱金属盐。

10. 根据权利要求 8 所述的整理剂组合物, 其中支链或非支链的脂肪族一元羧酸盐具有至少 14 个碳原子。

11. 根据权利要求 8 所述的整理剂组合物, 其中支链或非支链的脂肪族一元羧酸盐是异硬脂酸钾。

12. 根据权利要求 8 所述的整理剂组合物, 其中另外包含 0.05-5%重量的稳定剂。

13. 根据权利要求 8 所述的整理剂组合物, 其中该组合物基本上不含非离子型表面活性剂。

14. 一种将整理剂涂敷于合成纤维的方法, 其中包括以纯油剂方式将如权利要求 8 所述的整理剂组合物涂在该合成纤维上。

15. 根据权利要求 14 所述的方法, 其中当将该整理剂组合物涂到纤维上时, 是在 25°C 至 150°C 的温度。

16. 根据权利要求 14 所述的方法, 其中当将该整理剂组合物涂到纤维上时, 是在 50°C 至 100°C 的温度。

17. 根据权利要求 14 所述的方法, 其中该整理剂是以 0.2-2.0%重量的用量涂敷于该纤维之上。

18. 根据权利要求 14 所述的方法, 其中该纤维包括由聚酰胺均聚物和共聚物以及聚酯均聚物和共聚物组成的一类物质中选出的—种聚合

物。

19. 根据权利要求 14 所述的方法，其中该纤维是一种初纺纤维多股纱线，该纱线在涂上该整理剂组合物后被拉伸。

润滑整理剂组合物、其使用方法以及用其涂敷的合成纤维

本申请是申请日为1993年2月19日、申请号为93103441.8的发明专利申请的分案申请。

本发明所涉及的是一种用于合成纤维的整理剂组合物，更具体地说所涉及的是一种纯油性整理剂组合物以及涂有这种组合物的合成纤维。

典型的用于聚酰胺和聚酯纱线的已知纯油整理剂含有很高百分含量的非离子型表面活性剂，例如，30%重量。它能够给纱线提供良好的消除静电荷，纱线束抱合和理想的湿润特性。然而，在整理剂中这样高的百分含量的非离子型表面活性剂也带来了缺点，因为它们一般来说会增加整理剂的粘度，从而使均匀地施加整理剂变得困难了。另外，非离子型表面活性剂增加了整理剂的所经受的氧化降解的程度，而且在受热的情况下会产生烟雾。在采用高拉伸比和高温来生产高强度聚酰胺和聚酯工业用纱线的过程中，若用这样的整理剂作为“纺丝整理剂”时，则上述缺点就会显得更加显著。

当在织造纤维中使用纱线时，在纯油整理剂中会有非离子型表面活性剂时也会带来麻烦。非离子型表面活性剂有时和浆液，尤其是和聚丙烯酸浆液是不相容的，因而会给纤维制造者带来上浆、织造和洗涤方面的问题。

为了改进含有非离子型表面活性剂的高粘度的纯油整理剂的施用均匀性，有时加入低分子量的稀释剂，如矿油精，以便降低整理剂的粘度。然而，这些稀释剂增加了整理剂的发烟性，因而会带来失火和爆炸的危险性，而且还会造成健康和环境污染等方面的问题。对于含有较高百分含量的非离子型表面活性剂的整理剂来说，采用较高的整

理温度来降低粘度也不是一种理想的方法，因为这样做会增加热降解作用。如果试图减少非离子型表面活性剂的含量，以降低其百分含量，例如减少5%重量的这种表面活性剂，代之以另外的润滑剂，其结果又会在纱线制造和随后的成品使用过程中降低整理剂抗静电的性能。

本发明提供了一种润滑整理剂组合物和涂有这种组合物的合成纤维。本发明的组合物包括：

大约80-90%重量的润滑剂；以及大约1-20%重量的含有至少8个碳原子的支链或非支链脂肪族一元羧酸的碱金属盐。在低于大约150℃的温度下，这种整理剂组合物是一种液体。

优选的润滑剂是选自由天然和合成酯类以及具有数均分子量至少为大约550原子质量单位（amu），其碘值低于15的天然和合成烃类所组成的这一类物质。在本发明的一种优选方案中，整理剂组合物中基本上不含有非离子型表面活性剂，优选的是具有至少大约14个碳原子的支链或非支链脂肪族一元羧酸的盐。

按照本发明，润滑整理剂适合用于作为包括聚酰胺和聚酯多纤维丝纱线在内的合成纤维的纯油性整理剂，特别是适合用作工业用纱线的“纺线整理剂”。本发明的整理剂能够提供静电防护性能，同时又避免了由于采用高百分含量的非离子表面活性剂而带来的高粘度问题。此外，热涂敷试验中所进行的测试表明，含有任意稳定剂的优选的整理剂组合物具有大为改善的热氧化稳定性。该优选的整理剂组合物也显示了低的发烟性能。当纱线用于织造纤维时，该整理剂组合物能够很容易地和聚丙烯酸浆液相容。

本发明的整理剂组合物包含80-99%重量润滑剂，优选的为大约85-98%重量。该润滑剂应是适合用于纯油性整理剂的一种

润滑剂或多种润滑剂的混合物，并且，从而在纱线的纺丝或在随后的成品使用过程中不至于在发热的机器部件上过多地产生烟雾。优选的是，该润滑剂选自由天然和合成酯类以及具有数均分子量至少为大约 550 amu 的天然和合成烃类所组成的一类物质。

该润滑剂在室温或者低于室温的温度下可以呈液态，以便既使在低的温度下也能够方便地进行操作，并具有一致的成品使用性能。然而对于某些成品应用场合来说，在室温或高于室温的温度下熔化的固态的润滑剂可能更为理想。无论如何，润滑剂的熔点不应过高，因为为了使组合物成为一种有效的纯油性整理剂，有必要让整理剂组合物在低于大约 150 °C 的温度下为一种液体。为了防止氧化降解，尤其是在高温处理过程中进行涂敷时，该润滑剂其不饱和程度应该低，以碘值来测量的不饱和程度最好低于大约 15。某些适用的天然和合成酯类润滑剂的例子包括单酯、双酯或聚酯，例如季戊四醇四壬酸酯，椰子油，新戊基乙二醇二异硬脂酸酯，十八烷酰硬脂酸酯。适用的天然和合成烃类的例子是矿物油和聚 α -烯烃，例如氢化癸烯四聚物。

该整理剂组合物还包括大约 1 - 20 % 重量的含有至少 8 个碳原子的优选的为至少 14 个碳原子的支链或非支链的脂肪族一元羧酸的碱金属的盐。为了方便起见，具有至少 8 个碳原子的支链或非支链的脂肪族单羧酸的碱金属盐将在下文中称之为“皂”，优选的是，该组合物包括大约 2 % 至 15 % 重量的皂。

该皂可以是单独一种皂；也可以是由例如天然一元羧酸或者部分由天然一元羧酸制成的皂的混合物。该皂也可以是用于某种特定成品用途的特制混合物。此外，为了提高防止氧化降解的性能，上述支链或非支链一元羧酸的皂类应包含的碳——碳双键最好不超过一个。

有必要在组合物中采用使该组份在低于 150°C 的温度下呈液态的皂类，从而使组合物在使用到纤维上的温度下为一种液体。使用纯油性整理剂的温度范围为 $25^{\circ}\text{C}-150^{\circ}\text{C}$ ，优选的为 $50^{\circ}\text{C}-100^{\circ}\text{C}$ ，因此，优选的是，该整理剂组合物在低于大约 100°C 的温度下是液体。根据本发明，可以在一个较宽的范围内选择皂类，例如硬脂酸钾，异硬脂酸钾，硬脂酸钠，异硬脂酸钠等等。然而，某些皂类在使用中是困难的，尤其是要取决于用于制备它们的碱金属氢氧化物，因为这样的皂类可能导致组合物的凝胶化。采用由钾盐或者钾盐与其他碱金属氢氧化物的混合物制成的皂类是优选的。

在整理剂中的皂起到了作为表面活性剂和抗静电的作用，因此在制作和成品使用处理过程中能够消除在纱线上积聚的静电荷。

可以将皂加入到整理剂中或者与其他整理剂组合相混合来获得整理剂组合物，或者优选的是，在使用现场将碱金属氢氧化物加入到经过搅拌的混合了一种或多种其他整理剂成份，（例如润滑剂，非离子型表面活性剂（如果有的话）和稳定剂（如果有的话））的一元羧酸之中来制备。然而，在现场制备的过程中，通常不应使加入的润滑剂含量明显地超过所加入的一元羧酸含量，因为过多的润滑剂会妨碍正常的混合作用，并且在加入碱金属盐时会形成固体。应该在皂制备完之后，再将全部的或所剩的润滑剂加入并进行混合，以形成整理剂组合物。

对于现场制备来说，应将碱金属盐溶解在水中，以利于中和反应的进行。然而，碱金属氢氧化物在水中的浓度应足够高，从而保证所得到整理剂中所含有的水量不是太多，而造成在所获得的整理剂中发生的相分离作用。另一方面，如果采用低的碱金属氢氧化物浓度，可

以在中和反应之后去掉多余的水份，从而改善整理剂的均匀性。适当的能够避免随后除去水份的碱金属氢氧化物的浓度范围为 45-55% 重量。当采用两种碱金属氢氧化物来形成皂时，可以将它们一起加入或者按照需要依次加入。

本发明的整理剂可以与完全被中和后的皂类或者与包含多余的一元羧酸或多余的碱金属氢氧化物的皂类相混合。对于绝大多数使用场合来说，据信最好是采用具有多余一元羧酸的皂类，以便获得整理剂的均匀性，并避免整理剂的凝胶化，或者降低刺激性以满足与职业健康有关的要求。另一方面，在不产生相分离作用或高粘度问题的前提下，要想获得尽可能高的氧化稳定性，碱金属氢氧化物稍有过剩也是理想的。在现场制备皂的情况下，通过调整一元羧酸和碱金属氢氧化物的比例能够方便地获得所需要的皂。

优选的是，按照本发明的整理剂基本上不含有非离子型表面活性剂。然而，为了改善成品使用性能，最好使整理剂组合物含有不超过 5% 重量的非离子型表面活性剂。通常，为了获得任何显著的效果，非离子型表面活性剂的含量应大于 0.1%。可以采用的非离子型表面活性剂有乙氧基羧酸和乙氧基醇。当足量的非离子型表面活性剂存在时，它们可能成为现场制备皂的适当的反应介质，并且只需要加入很少的润滑剂或者不需要加入润滑剂，直至生成皂。

优选的是，为了获得进一步的热氧化稳定性，该整理剂组合物包括大约 0.05-5% 重量的稳定剂。该稳定剂可以是一种单一的化合物，例如一种抗氧化剂，也可以是稳定剂的组合，它包含某种抗氧化剂与附加的用于增强氧化稳定性的材料在一起的组分。只要能够改善整理剂的性能，任何已知的用于整理的广泛的多种稳定剂均可以用于本发

明的整理剂。按照本发明，所使用的适宜的稳定剂例如是由三月桂亚磷酸盐和聚二甲基硅氧烷所组成的稳定剂组份。

根据本发明，该整理剂组合物是用来作为一种纯油性剂，以涂敷在合成纤维上，即当涂敷时，该整理剂所含的水份少于大约5%重量。优选的是将这种整理剂用于由聚酰胺均聚物和共聚物以及聚酯均聚物和共聚物所组成的一类物质中所选出的一种聚合物。在整理剂具有若干种能够产生有益的用途的同时，当该整理剂用于一种随后被拉伸（特别是在高拉伸比和采用高温的情况下）的初纺纤维的多股纱线时，它非常适合于用作“纺丝整理剂”。可以采用多种用于施加纯油性整理剂的已知方法中的任何一种方法来使用本发明的整理剂，例如采用一个旋转滚筒或计量的尖端给液器。优选的是，该整理剂组合物是在大约25℃至150℃的温度下使用，较优选的是50℃至100℃。优选的整理剂施加量为大约0.2-2.0%重量。

测试方法：

碘值 (AOCS 方法 Cd 1-25) 是由 Wijs 方法来确定，并表示为每克润滑油所吸收的碘的百分度数。

粘度是采用美国马塞诸塞州 Stoughton 的 Brookfield 工程实验室公司的粘度计来测量的，该粘度计的商标为 BROOKFIELD® SYNCHRO - ELECTRIC。

pH 值是采用 pH 计，作为在软化水中分散5%重量来计量。

%涂敷—薄膜烘箱试验 准确地称出 0.30-0.35 克整理剂，将其放入预先称过重量，57 mm 的铝盘中，为若干次测试整理剂和标准整理剂的重复实验作好准备。将这些铝盘任意地放在 41cm x 23cm x

5cm (16" x 19" x 2") 涂有搪瓷的钢盘中，并将它放入一个电热式压力通风烘箱之中。在 225 °C 的温度下经过 16 小时之后，将铅盘取出，让其在室温下冷却，然后再重新测量带有整理剂残留物的铅盘的重量。然后在铅盘中加入 10 - 20 克丙酮，以便去掉可以溶解的残留物。放置 10 分钟后，将丙酮从称重的铅盘中倒出，用塑料挤瓶挤出的丙酮液流进行冲洗，将丙酮可以溶化的残留物清除干净。让铅盘在 75 °C 的烘箱中干燥大约 10 分钟，然后在室温下冷却，最后测量铅盘重量以计算出不能溶解于丙酮的涂层占原来样品重量的百分比。

浆液排出测试 在烧杯中装入由 5 克聚丙烯酸活性浆液和 9.5 克水组成的溶液，并进行搅拌，然后将 3 克光滑剂加入其中。经过 5 分钟之后，停止搅拌。放置一天之后，如果在胶溶液的表面上形成了浆液的粘性膜，或者在浆液的底部形成了一层粘性沉淀物，则该整理剂就算没有通过浆液排出测试。

实施例 1

整理剂样品 A - D 及比较

整理剂样品 A 和 B 的组分与组合物如表 1 所示，其制备方法是将除了季戊四醇四壬酸酯润滑剂和氢氧化钾 (KOH) 之外的所有组份放入到一个容器中，用机械搅拌，在现场加入氢氧化钾的 4.5% 水溶液，以形成异硬脂酸钾的皂，在加入后，继续搅拌另外的 10 分钟，以确保完全反应，然后在进行搅拌的同时缓慢地加入季戊四醇四壬酸酯润滑剂，以完成纯油性整理剂的制备。

整理剂 C 和 D 的组分与组合物如表 1 所示，其制备方法与上述方法相似。然而，由于这些整理剂不包含非离子型表面活性剂，因而在

形成皂的中和步骤之前应在现场加入一部分季戊四醇四壬酸酯润滑剂（与异硬脂酸的重量相等）。

对上述整理剂进行若干测试，以便预计其使用的性能，测试结果列在表 2 中。用于作参照的整理剂是已经在商业中使用的纯油性整理剂，其组份如下：

69%重量的椰子油；

30%重量的山梨醇乙氧化酯（非离子表面活性剂）；

1%重量的受阻苯酚抗氧化剂

实施例 2

用整理剂 D 作为纺丝整理剂来制作一种 1260 旦尼尔（纤度单位），其韧性为 9.8 gpd（每克旦数）的尼龙 66 工业用纱线，其工艺方法如美国专利 3,311,691 号所述。该整理剂的施加温度大约为 80℃，其使用量为大约 1.0%重量。所观察到的纺丝性能良好，即对于纺丝拉断或断丝来说没有不好的作用。

表 1

	整理剂样品			
	A	B	C	D
季戊四醇四壬酸酯	89.16	88.16	90.86	91.96
山梨醇/30EO/1月桂酸的/4油酸的	5.0	5.0	-	-
POE(14)异硬脂酸酯	-	-	1.0	-
异硬脂酸	5.0	5.0	7.0	7.0
氢氧化钾	0.3	0.3	0.5	0.5

(45% 重量浓度)	(0.67)	(0.67)	(1.11)	(1.11)
二(2-乙基己基)硫代琥珀酸钠	-	1.0	0.1	-
(75% 重量浓度)	-	(1.33)	(0.13)	-
三月桂亚磷酸盐	0.5	0.5	0.5	0.5
聚二甲基硅氧烷(粘度为50cst)	0.04	0.04	0.04	0.04

表 2

	整 理 剂 样 品				比 较 整 理 剂
	A	B	C	D	
粘度@ 30℃	48.0	54.9	53.5	50.0	71.0
pH@ 浓度5%	9.30	9.15	9.58	9.66	6.07
% 涂 敷					
1	0.79	2.42	0.63	0.07	20.14
2	0.63	2.11	0.56	-0.03	18.64
3	1.02	1.86	0.33	0.06	20.21
4	0.62	1.35	0.13	0.03	17.83
5	0.79	3.21	0.56	0.00	16.96
6	0.36	2.49	0.36	0.03	18.81
平均值	0.70	2.42	0.43	0.03	18.76
浆液排出试验	未通过	通过	通过	通过	未通过