



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105463619 A

(43) 申请公布日 2016.04.06

(21) 申请号 201511018038.2

D01D 7/00(2006.01)

(22) 申请日 2015.12.29

(71) 申请人 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 晏金龙 王力军 林贵

(51) Int. Cl.

D01F 6/92(2006.01)

D01F 1/10(2006.01)

C08G 63/86(2006.01)

C08G 63/83(2006.01)

C08G 63/183(2006.01)

C08G 63/90(2006.01)

D01D 5/08(2006.01)

D01D 5/088(2006.01)

权利要求书2页 说明书9页

(54) 发明名称

一种低色差聚酯 POY 丝及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种低色差聚酯 POY 丝及其制备方法,所述低色差聚酯 POY 丝由聚酯纺丝而得,所述高上染率聚酯纤维 POY 丝的断裂强度 $\geq 2.6\text{cN/dtex}$,断裂伸长率为 $100.0\pm 10.0\%$,色差 ΔE 小于 0.200,本发明中的乙二醇镁比较温和,其热降解系数很小,在反应过程中引发的副反应较少,减少了在加工过程中低聚物的产生;齐聚物质量百分比含量小于 0.5%,二甘醇的质量百分比含量小于 0.5%。聚合过程中低聚物的减少,溶洗过程中低聚物进一步减少,使得聚酯纤维染色及后加工热定形中,低聚物从纤维内向外迁移的量降低,减少了色斑和条花出现,保证了纤维匀染性和摩擦牢度。

1. 一种低色差聚酯POY丝,其特征是:所述低色差聚酯POY丝由聚酯经溶洗后纺丝而得,所述低色差聚酯POY丝的断裂强度 $\geq 2.6\text{cN/dtex}$,断裂伸长率为 $100.0\pm 10.0\%$,色差 ΔE 小于0.200,所述聚酯为对苯二甲酸和乙二醇经酯化和在乙二醇镁和乙二醇锑的混合物催化作用下缩聚,再经切粒得到聚酯切片;

所述产业用聚酯的切片中,齐聚物质量百分比含量小于0.5%,二甘醇的质量百分比含量小于0.5%;

所述乙二醇镁的分子式为 $\text{Mg}(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2$;

所述溶洗是指造粒后的切片经水与溶洗剂在 $120\sim 130^\circ\text{C}$ 与 $0.2\sim 0.3\text{MPa}$ 条件下煮泡和洗涤。

2. 根据权利要求1所述的一种低色差聚酯POY丝,其特征在于,所述低色差聚酯POY丝的线密度偏差率 $\leq 0.2\%$,断裂强度CV值 $\leq 3.0\%$,断裂伸长CV值 $\leq 6.0\%$ 。

3. 根据权利要求1所述的一种低色差聚酯POY丝,其特征在于,所述乙二醇镁和乙二醇锑的混合物中,乙二醇镁与乙二醇锑质量比为 $2\sim 3:1$ 。

4. 如权利要求1~3中任一项所述的一种低色差聚酯POY丝的制备方法,其特征是:对苯二甲酸和乙二醇经酯化和在乙二醇镁和乙二醇锑的混合物催化作用下缩聚制得聚酯,再经切粒得到聚酯切片,然后将聚酯切片溶洗后即制得聚酯;再经计量、挤出、冷却、上油和卷绕,制得低色差聚酯纤维POY丝。

5. 根据权利要求4的一种低色差聚酯POY丝的制备方法,其特征在于,主要工艺包括:

(1) 催化剂乙二醇镁的制备:

在单室电解槽内加入乙二醇,支持电解质为氯化镁,金属镁块为阳极,阴极为石墨;通直流电,起始电压 $6\sim 10\text{V}$,阴极电流密度为 $150\sim 200\text{mA}$, $50\sim 60^\circ\text{C}$ 时电解 $10\sim 12$ 小时,电解结束后取出电极,得白色悬浊液;减压过滤,白色固体用无水乙醇洗涤,干燥后得到乙二醇镁;

(2) 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,加入防醚剂,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 $\sim 0.3\text{MPa}$,温度在 $250\sim 260^\circ\text{C}$,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 $260\sim 270^\circ\text{C}$,反应时间为 $30\sim 50$ 分钟;所述催化剂为乙二醇镁和乙二醇锑的混合物;

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 $275\sim 280^\circ\text{C}$,反应时间 $50\sim 90$ 分钟;

制得聚酯,经切粒得到聚酯切片;

(3) 溶洗

所述聚酯切片经水与溶洗剂在 $120\sim 130^\circ\text{C}$ 与 $0.2\sim 0.3\text{MPa}$ 条件下煮泡 $3\sim 5$ 小时,后经洗涤;得到聚酯。

(4) 纺丝主要工艺参数:

所述挤出的温度为 $280\sim 290^{\circ}\text{C}$;

所述冷却的风温为 $20\sim 25^{\circ}\text{C}$;

所述卷绕的速度为 $2500\sim 3000\text{m}/\text{min}$;

单丝纤度为 $0.3\sim 2.0\text{dtex}$ 。

6. 根据权利要求4或5所述的一种低色差聚酯POY丝的制备方法, 其特征在于, 所述乙二醇与所述对苯二甲酸的摩尔比为 $1.2\sim 2.0:1$ 。

7. 根据权利要求5所述的一种低色差聚酯POY丝的制备方法, 其特征在于, 所述乙二醇镁和乙二醇锶的混合物中, 乙二醇镁与乙二醇锶质量比为 $2\sim 3:1$; 所述催化剂用量为所述对苯二甲酸质量的 $0.01\%\sim 0.05\%$; 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 $0.01\%\sim 0.05\%$ 。

8. 根据权利要求5所述的一种低色差聚酯POY丝的制备方法, 其特征在于, 所述水与溶洗剂的质量比例为 $100:3\sim 4$, 聚酯切片与水与溶洗剂的比例, 即固液比为 $1:5\sim 10$; 所述溶洗剂为乙二醇一乙醚、乙二醇一丙醚和乙二醇一丁醚中的一种。

9. 根据权利要求5所述的一种低色差聚酯POY丝的制备方法, 其特征在于, 所述洗涤是指煮泡后聚酯切片用 $70\sim 80^{\circ}\text{C}$ 热水洗 $10\sim 15\text{min}$, 然后用冷水洗净, 烘干冷却备用。

10. 根据权利要求5所述的一种低色差聚酯POY丝的制备方法, 其特征在于, 所述防醚剂为醋酸钠和醋酸钙中的一种, 防醚剂用量为所述对苯二甲酸重量的 $0.01\%\sim 0.05\%$ 。

一种低色差聚酯POY丝及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属聚酯制备技术领域,涉及一种低色差聚酯POY丝及其制备方法,特别是一种缩聚催化剂采用乙二醇镁和乙二醇锑的混合物以及聚酯切片经水与溶洗剂在120~130℃,0.2~0.3MPa条件下煮泡、洗涤的低色差聚酯POY丝及其制备方法。

背景技术

[0002] 聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)是一种性能优良的聚合物,PET以其模量高、强度高、挺括、保形性好、纯净卫生、阻隔性能好等,被广泛应用于纤维、瓶包装、薄膜和片材等领域,产量逐年递增,行业地位显著提升。

[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,这种结构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。由于它分子中没有亲水基团,吸湿性很差,这导致涤纶的染色比较困难。涤纶分散染料染色主要高温高压染色法方法

[0004] 聚酯纤维中的低聚物是一种低分子量的酯或醚,主要是指聚合度小于10的齐聚物、二甘醇,是以副产物的形式产生。其中齐聚物分为线性齐聚物和环状齐聚物,其中以环状聚体特别是环状三聚体居多,齐聚物主要涉及到异相成核、纺丝加工、染色等,对聚酯的性能及后道加工造成一定的不良影响。对苯二甲酸乙二醇酯聚合物(PET)大约含低聚物3~4%,当纤维表面出现低聚物就会给染色和后加工带来麻烦。低聚物的扩散出来最容易发生在染色时的控温升温 and 保温阶段。当降温时,和染料一样由于低聚物在水中的溶解度随温度降低急剧减小,因此会结晶析出,析出的染料和低聚物附着在纤维表面极不容易洗去,从而给染色及后加工带来很多麻烦,染色过程中,聚集的染料和低聚物粘附在纤维表面,出现染料色点、斑渍、色花等现象。沉积在染色机的管道和阀门中,阻碍液流循环,导致染色困难。消除低聚物关键在于消除齐聚物环状三聚物和二甘醇,一方面是在聚合过程中减少低聚物的产生,另一方面是在染色前或染色中去除。

发明内容

[0005] 本发明的目的是提供一种低色差聚酯POY丝及其制备方法,是一种缩聚催化剂采用乙二醇镁和乙二醇锑的混合物的聚酯以及低色差聚酯POY丝及其制备方法。本发明采用乙二醇镁和乙二醇锑的混合物为缩聚催化剂,将热降解减少到最低,以及聚酯切片经水与溶洗剂在130℃,0.3MPa条件下煮泡、洗涤;减少齐聚物、二甘醇含量对聚酯POY丝染色的的影响。

[0006] 本发明的一种低色差聚酯POY丝,为所述聚酯为对苯二甲酸和乙二醇经酯化和在乙二醇镁和乙二醇锑的混合物催化作用下缩聚、造粒和溶洗后纺丝制得;

[0007] 所述产业用聚酯的切片中,齐聚物质量百分比含量小于0.5%,二甘醇的质量百分比含量小于0.5%;

[0008] 所述乙二醇镁的分子式为 $Mg(OCH_2CH_2OH)_2$;

[0009] 所述溶洗是指造粒后的切片经水与溶洗剂在 $120\sim 130^\circ C$ 与 $0.2\sim 0.3MPa$ 条件下煮泡和洗涤。

[0010] 所述低色差聚酯POY丝由聚酯溶洗后纺丝而得,所述低色差聚酯POY丝的断裂强度 $\geq 2.6cN/dtex$,断裂伸长率为 $100.0\pm 10.0\%$,色差 ΔE 小于 0.200 ,

[0011] 在聚酯纤维染色及后加工中,影响表面低聚物析出的因素很多,主要有温度和时间等因素。提高染色温度将加剧低聚物的迁移,特别是当有某些助剂或染料存在时,迁移速度提高更快。染液循环持续的时间越长,低聚物从纤维内向外迁移的量增加,经常冷热循环以及一些助剂、染料的存在会大大加剧低聚物的移出与沉积。同时热定形的温度和时间对低聚物迁移速度和迁移量有很大影响。对合成纤维染整加工来说热定形是一个极其重要的工序,其主要目的是消除织物上已有的皱痕和提高织物的尺寸稳定性以及改善织物的强力、手感、起毛起球和表面平整等性能。但是,在色织物定形过程中经常发生这样的现象,即热定形后的织物表面容易出现色斑和条花,匀染性和摩擦牢度也显著下降,尤其是对于超细涤纶织物,影响尤为严重,低聚物在热作用下由内向外的迁移是主要原因之一。现有的技术都集中在染色环节来解决低聚物对染色的影响,这只是一种治标的方法,只有从源头上解决才是治本的根本。

[0012] 采用乙二醇镁与乙二醇锑混合物作为缩聚催化剂,乙二醇镁属于比较温和的一类,其热降解系数很小,在反应过程中引发的副反应较少,减少了在加工过程中低聚物的产生。引起热降解的主要因素是高温和催化剂,高温是反应强度过高,导致降解加速,产生了端羧基,同时也使环状齐聚物增加;催化剂则与催化剂的降解反应常数相关,在缩聚过程中,催化剂的作用不仅在于能催化生成主反应,从而影响反应的速率与产量,同时还能催化热降解和醚键生成,增加环状齐聚物和二甘醇的含量。

[0013] 如上所述的一种低色差聚酯POY丝的线密度偏差率 $\leq 0.2\%$,断裂强度CV值 $\leq 3.0\%$,断裂伸长CV值 $\leq 6.0\%$ 。

[0014] 如上所述的一种低色差聚酯POY丝,所述乙二醇镁和乙二醇锑的混合物中,乙二醇镁与乙二醇锑质量比为 $2\sim 3:1$ 。

[0015] 本发明还提供了一种低色差聚酯POY丝的制备方法,一种低色差聚酯POY丝的制备方法,为对苯二甲酸和乙二醇经酯化和在乙二醇镁和乙二醇锑的混合物催化作用下缩聚得聚酯,再经切粒得到聚酯切片,然后将聚酯切片溶洗后即制得聚酯;再经计量、挤出、冷却、上油和卷绕,制得低色差聚酯纤维POY丝;主要工艺为:

[0016] (1)催化剂乙二醇镁的制备:

[0017] 在单室电解槽内加乙二醇,支持电解质为氯化镁,金属镁块为阳极,阴极为石墨;通直流电,起始电压 $6\sim 10V$,阴极电流密度为 $150\sim 200mA$, $50\sim 60^\circ C$ 时电解 $10\sim 12$ 小时,电解结束后取出电极,得白色悬浊液;减压过滤,白色固体用无水乙醇洗涤,干燥后得到乙二醇镁;

[0018] (2)聚酯的制备,包括酯化反应和缩聚反应:

[0019] 所述酯化反应:

[0020] 采用对苯二甲酸和乙二醇作为原料,加入防醚剂,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 $\sim 0.3MPa$,温度在 $250\sim 260$

℃,酯化水馏出量达到理论值的90%以上为酯化反应终点;

[0021] 所述缩聚反应:

[0022] 包括缩聚反应低真空阶段和缩聚反应高真空阶段:

[0023] 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;所述催化剂为乙二醇镁和乙二醇锑的混合物;

[0024] 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;

[0025] 制得聚酯,经切粒得到聚酯切片;

[0026] (3)溶洗

[0027] 所述聚酯切片经水与溶洗剂在120~130℃与0.2~0.3MPa条件下煮泡3-5小时,后经洗涤;得到聚酯。

[0028] (4)纺丝主要工艺参数:

[0029] 所述挤出的温度为280~290℃;

[0030] 所述冷却的风温为20~25℃;

[0031] 所述卷绕的速度为2500~3000m/min;

[0032] 单丝纤度为0.3~2.0dtex;

[0033] 如上所述的一种低色差聚酯POY丝的制备方法,所述乙二醇与所述对苯二甲酸的摩尔比为1.2~2.0:1。

[0034] 如上所述的一种低色差聚酯POY丝的制备方法,所述乙二醇镁和乙二醇锑的混合物中,乙二醇镁与乙二醇锑质量比为2~3:1;所述催化剂用量为所述对苯二甲酸质量的0.01%~0.05%。

[0035] 如上所述的一种低色差聚酯POY丝的制备方法,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%。稳定剂主要以磷酸酯为主,主要作用是在聚合过程中捕捉反应产生的自由基,减少副反应。

[0036] 如上所述的一种低色差聚酯POY丝的制备方法,所述水与溶洗剂的质量比例为100:3~4,聚酯切片与水与溶洗剂的比例,即固液比为1:5-10;所述溶洗剂为乙二醇一乙醚、乙二醇一丙醚和乙二醇一丁醚中的一种,在水中加入少量的溶洗剂,溶洗剂溶于水,同时也可溶解大多数低分子的醚和酯,有利于提高洗涤的效果和低聚物的减少。

[0037] 如上所述的一种低色差聚酯POY丝的制备方法,所述洗涤是指煮泡后聚酯切片用70~80℃热水洗10~15min,然后用冷水洗净,烘干冷却备用。

[0038] 如上所述的一种低色差聚酯POY丝的制备方法,所述防醚剂为醋酸钠和醋酸钙中的一种,防醚剂用量为所述对苯二甲酸重量的0.01%~0.05%。防醚剂通过加入少量NaAc减少在酸性条件下醚的生成,从而降低了乙二醇反应生成二甘醇的活性。

[0039] 本发明的目的是提供一种低色差聚酯POY丝,采用较温和的一类缩聚催化剂乙二醇镁,在反应过程中引发的较少副反应较少以及加工过程中的较少热降解,减少了在加工过程中低聚物的产生。聚酯切片经水与溶洗剂在130℃,0.3MPa条件下煮泡有利于提高洗涤的效果和低聚物的减少。低聚物的减少,使得聚酯纤维染色及后加工热定形中,低聚物从纤维内向外迁移的量降低,减少了色斑和条花出现,保证了纤维匀染性和摩擦牢度。

[0040] 有益效果:

[0041] ●采用乙二醇镁与乙二醇锑混合物作为缩聚催化剂,乙二醇镁属于比较温和的一类,其热降解系数很小,在反应过程中引发的副反应较少,减少了在加工过程中端羧基和低聚物的产生。

[0042] ●聚酯切片的齐聚物质量百分比含量小于0.5%,二甘醇的质量百分比含量小于0.5%,有利于进一步提高纤维的品质。

[0043] ●聚酯切片经水与溶洗剂在120~130°C与0.2~0.3MPa条件下煮泡有利于提高洗涤的效果和低聚物的减少。

[0044] ●防醚剂通过加入少量NaAc减少在酸性条件下醚的生成,从而降低了乙二醇反应生成二甘醇的活性。

[0045] ●聚合过程中低聚物的减少,溶洗过程中低聚物进一步减少,使得聚酯纤维染色及后加工热定形中,低聚物从纤维内向外迁移的量降低,减少了色斑和条花出现,保证了纤维匀染性和摩擦牢度。

具体实施方式

[0046] 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不适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。

[0047] 本发明的一种低色差聚酯POY丝,低色差聚酯POY丝由聚酯经溶洗后纺丝而得,低色差聚酯POY丝的断裂强度 $\geq 2.6\text{cN/dtex}$,断裂伸长率为 $100.0\pm 10.0\%$,色差 ΔE 小于0.200,聚酯为对苯二甲酸和乙二醇经酯化和在乙二醇镁和乙二醇锑的混合物催化作用下缩聚,再经切粒得到聚酯切片;产业用聚酯的切片中,齐聚物质量百分比含量小于0.5%,二甘醇的质量百分比含量小于0.5%;乙二醇镁的分子式为 $\text{Mg}(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2$;溶洗是指造粒后的切片经水与溶洗剂在120~130°C与0.2~0.3MPa条件下煮泡和洗涤。

[0048] 其中,低色差聚酯POY丝的线密度偏差率 $\leq 0.2\%$,断裂强度CV值 $\leq 3.0\%$,断裂伸长CV值 $\leq 6.0\%$ 。

[0049] 其中,乙二醇镁和乙二醇锑的混合物中,乙二醇镁与乙二醇锑质量比为2~3:1。

[0050] 1、染料:

[0051] 分散艳蓝2BLN,5%(o.w.f)

[0052] 2、染色工艺:

[0053] 纤维在70~80°C入染保温10~15min,升温速率1.0~2.0°C/min,120~130°C保温40~60min,降温,70~80°C还原清洗20~30min。

[0054] 3、上染百分率的测定

[0055] 按上述工艺进行染色,并分别吸取染前液,残留液各2ml于10ml容量瓶中,加入丙酮4ml,使染料充分溶解。用蒸馏水稀释至刻度,再用分光光度计测 λ_{max} 、时染色前后染料的吸光度 A_0 、 A_1 则:

[0056] 上染百分率($\%$) $= (1 - A_1/A_0) \times 100\%$

[0057] 式中: A_0 —染前液的吸光度

[0058] A1—残留液的吸光度

[0059] 4、染色牢度的测定

[0060] 按GB3920-83,GB251-64,GB3921-83测试

[0061] 5、得色量和色差的测定

[0062] 采用测色配色仪测试。

[0063] 6、表观颜色深度(K/S)的测定

[0064] 利用库贝尔卡—蒙克(kubelka-munk)函数计算: $K/S=(1-R)^2/2R$ 。式中,K为被测物体的吸收系数;S为被测物体的散射系数;R为被测物体无限厚时的反射率。应用SF600X Datacolor测色配色仪测试,每样品在不同区域测试5次,取其数学平均值。

[0065] 实施例1

[0066] 一种低色差聚酯POY丝的制备方法,主要工艺包括:

[0067] (1)催化剂乙二醇镁的制备:

[0068] 在单室电解槽内加入乙二醇,支持电解质为氯化镁,金属镁块为阳极,阴极为石墨;通直流电,起始电压6V,阴极电流密度为150mA,50℃时电解10小时,电解结束后取出电极,得白色悬浊液;减压过滤,白色固体用无水乙醇洗涤,干燥后得到乙二醇镁;

[0069] (2)聚酯的制备,包括酯化反应和缩聚反应:

[0070] 酯化反应:

[0071] 采用对苯二甲酸和乙二醇作为原料,乙二醇与对苯二甲酸的摩尔比为1.2:1,加入防醚剂醋酸钠,醋酸钠用量为对苯二甲酸重量的0.01%,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,温度在250℃,酯化水馏出量达到理论值的91%为酯化反应终点;

[0072] 缩聚反应:

[0073] 包括缩聚反应低真空阶段和缩聚反应高真空阶段:

[0074] 缩聚反应低真空阶段,在酯化产物中加入催化剂和稳定剂磷酸三苯酯,催化剂用量为对苯二甲酸质量的0.01%,磷酸三苯酯用量为对苯二甲酸重量的0.01%,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498Pa,温度控制在260℃,反应时间为30分钟;催化剂为乙二醇镁和乙二醇锑的混合物,乙二醇镁与乙二醇锑质量比为2:1;

[0075] 缩聚反应高真空阶段,经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96Pa,反应温度控制在275℃,反应时间50分钟;制得聚酯,经切粒得到聚酯切片;

[0076] (3)溶洗

[0077] 聚酯切片经水与溶洗剂乙二醇一乙醚在120℃与0.2MPa条件下煮泡3小时,后经洗涤,即煮泡后聚酯切片用70℃热水洗10min,然后用冷水洗净,烘干冷却备用;得到聚酯,水与溶洗剂的质量比例为100:3,聚酯切片与水与溶洗剂的比例,即固液比为1:5。

[0078] (4)纺丝主要工艺参数:

[0079] 挤出的温度为280℃;

[0080] 冷却的风温为20℃;

[0081] 卷绕的速度为2500m/min;

[0082] 单丝纤度为0.3dtex;制得低色差聚酯POY丝的断裂强度为2.6cN/dtex,断裂伸长率为110.0%;低色差聚酯POY丝的线密度偏差率为0.2%,断裂强度CV值为3.0%,断裂伸长

CV值为6.0%。

[0083] (5)染色

[0084]

| 样 品 | 上染率% | K/S 值 | 色差 ΔE | 皂洗牢度 | | 干摩擦牢度 | 湿摩擦牢度 |
|-------|------|-------|---------------|------|-----|-------|-------|
| | | | | 涤沾色 | 棉沾色 | | |
| 常规产品 | 78.8 | 18.51 | 0.563 | 4 | 4 | 4 | 3 |
| 低色差产品 | 88.1 | 20.65 | 0.128 | 5 | 5 | 5 | 4 |

[0085] 实施例2

[0086] 一种低色差聚酯POY丝的制备方法,主要工艺包括:

[0087] (1)催化剂乙二醇镁的制备:

[0088] 在单室电解槽内加入乙二醇,支持电解质为氯化镁,金属镁块为阳极,阴极为石墨;通直流电,起始电压10V,阴极电流密度为200mA,60°C时电解12小时,电解结束后取出电极,得白色悬浊液;减压过滤,白色固体用无水乙醇洗涤,干燥后得到乙二醇镁;

[0089] (2)聚酯的制备,包括酯化反应和缩聚反应:

[0090] 酯化反应:

[0091] 采用对苯二甲酸和乙二醇作为原料,乙二醇与对苯二甲酸的摩尔比为2.0:1,加入防醚剂醋酸钙,醋酸钙用量为对苯二甲酸重量的0.05%,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°C,酯化水馏出量达到理论值的92%为酯化反应终点;

[0092] 缩聚反应:

[0093] 包括缩聚反应低真空阶段和缩聚反应高真空阶段:

[0094] 缩聚反应低真空阶段,在酯化产物中加入催化剂和稳定剂磷酸三甲酯,催化剂用量为对苯二甲酸质量的0.05%,磷酸三甲酯用量为对苯二甲酸重量的0.05%,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496Pa,温度控制在270°C,反应时间为50分钟;催化剂为乙二醇镁和乙二醇锑的混合物,乙二醇镁与乙二醇锑质量比为3:1;

[0095] 缩聚反应高真空阶段,经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95Pa,反应温度控制在280°C,反应时间90分钟;制得聚酯,经切粒得到聚酯切片;

[0096] (3)溶洗

[0097] 聚酯切片经水与溶洗剂乙二醇一丙醚在130°C与0.3MPa条件下煮泡5小时,后经洗涤,即煮泡后聚酯切片用80°C热水洗15min,然后用冷水洗净,烘干冷却备用;得到聚酯,水与溶洗剂的质量比例为100:4,聚酯切片与水与溶洗剂的比例,即固液比为1:10。

[0098] (4)纺丝主要工艺参数:

[0099] 挤出的温度为290°C;

[0100] 冷却的风温为25°C;

[0101] 卷绕的速度为3000m/min;

[0102] 单丝纤度为2.0dtex;制得低色差聚酯POY丝的断裂强度为2.7cN/dtex,断裂伸长率为90%;低色差聚酯POY丝的线密度偏差率为0.15%,断裂强度CV值为2.5%,断裂伸长CV

值为5.5%。

[0103] (5)染色

[0104]

| 样品 | 上染率% | K/S 值 | 色差 ΔE | 皂洗牢度 | | 干摩擦牢度 | 湿摩擦牢度 |
|-------|------|-------|---------------|------|-----|-------|-------|
| | | | | 涤纶沾色 | 棉沾色 | | |
| 常规产品 | 78.8 | 18.51 | 0.563 | 5 | 4 | 5 | 4 |
| 低色差产品 | 91.2 | 23.36 | 0.165 | 5 | 5 | 5 | 5 |

[0105] 实施例3

[0106] 一种低色差聚酯POY丝的制备方法,主要工艺包括:

[0107] (1)催化剂乙二醇镁的制备:

[0108] 在单室电解槽内加入乙二醇,支持电解质为氯化镁,金属镁块为阳极,阴极为石墨;通直流电,起始电压7V,阴极电流密度为160mA,55°C时电解11小时,电解结束后取出电极,得白色悬浊液;减压过滤,白色固体用无水乙醇洗涤,干燥后得到乙二醇镁;

[0109] (2)聚酯的制备,包括酯化反应和缩聚反应:

[0110] 酯化反应:

[0111] 采用对苯二甲酸和乙二醇作为原料,乙二醇与对苯二甲酸的摩尔比为1.5:1,加入防醚剂醋酸钠,醋酸钠用量为对苯二甲酸重量的0.02%,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255°C,酯化水馏出量达到理论值的92%为酯化反应终点;

[0112] 缩聚反应:

[0113] 包括缩聚反应低真空阶段和缩聚反应高真空阶段:

[0114] 缩聚反应低真空阶段,在酯化产物中加入催化剂和稳定剂亚磷酸三甲酯,催化剂用量为对苯二甲酸质量的0.02%,亚磷酸三甲酯用量为对苯二甲酸重量的0.02%,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496Pa,温度控制在265°C,反应时间为35分钟;催化剂为乙二醇镁和乙二醇锑的混合物,乙二醇镁与乙二醇锑质量比为3:1;

[0115] 缩聚反应高真空阶段,经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98Pa,反应温度控制在277°C,反应时间60分钟;制得聚酯,经切粒得到聚酯切片;

[0116] (3)溶洗

[0117] 聚酯切片经水与溶洗剂乙二醇一丁醚在125°C与0.2MPa条件下煮泡3小时,后经洗涤,即煮泡后聚酯切片用70°C热水洗15min,然后用冷水洗净,烘干冷却备用;得到聚酯,水与溶洗剂的质量比例为100:4,聚酯切片与水和溶洗剂的比例,即固液比为1:10。

[0118] (4)纺丝主要工艺参数:

[0119] 挤出的温度为285°C;

[0120] 所述冷却的风温为24°C;

[0121] 所述卷绕的速度为2700m/min;

[0122] 单丝纤度为1.3dtex;制得低色差聚酯POY丝的断裂强度2.6cN/dtex,断裂伸长率

为100.0%；低色差聚酯POY丝的线密度偏差率0.2%，断裂强度CV值3.0%，断裂伸长CV值6.0%。

[0123] (5)染色

[0124]

| 样品 | 上染率% | K/S 值 | 色差 ΔE | 皂洗牢度 | | 干摩擦牢度 | 湿摩擦牢度 |
|-------|------|-------|-------|------|-----|-------|-------|
| | | | | 涤沾色 | 棉沾色 | | |
| 常规产品 | 78.8 | 18.51 | 0.563 | 4 | 4 | 4-5 | 3 |
| 低色差产品 | 89.1 | 21.55 | 0.130 | 5 | 5 | 5 | 4 |

[0125] 实施例4

[0126] 一种低色差聚酯POY丝的制备方法,主要工艺包括:

[0127] (1)催化剂乙二醇镁的制备:

[0128] 在单室电解槽内加入乙二醇,支持电解质为氯化镁,金属镁块为阳极,阴极为石墨;通直流电,起始电压7V,阴极电流密度为170mA,58℃时电解11小时,电解结束后取出电极,得白色悬浊液;减压过滤,白色固体用无水乙醇洗涤,干燥后得到乙二醇镁;

[0129] (2)聚酯的制备,包括酯化反应和缩聚反应:

[0130] 酯化反应:

[0131] 采用对苯二甲酸和乙二醇作为原料,乙二醇与所述对苯二甲酸的摩尔比为1.8:1,加入防醚剂醋酸钠,醋酸钠用量为对苯二甲酸重量的0.02%,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250℃,酯化水馏出量达到理论值的98%为酯化反应终点;

[0132] 缩聚反应:

[0133] 包括缩聚反应低真空阶段和缩聚反应高真空阶段:

[0134] 缩聚反应低真空阶段,在酯化产物中加入催化剂和稳定剂磷酸三苯酯,催化剂用量为所述对苯二甲酸质量的0.02%,磷酸三苯酯用量为对苯二甲酸重量的0.02%,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496Pa,温度控制在264℃,反应时间为38分钟;催化剂为乙二醇镁和乙二醇锑的混合物,乙二醇镁与乙二醇锑质量比为3:1;

[0135] 缩聚反应高真空阶段,经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99Pa,反应温度控制在280℃,反应时间90分钟;制得聚酯,经切粒得到聚酯切片;

[0136] (3)溶洗

[0137] 聚酯切片经水与溶洗剂乙二醇一乙醚在120℃与0.3MPa条件下煮泡3小时,后经洗涤,即煮泡后聚酯切片用70℃热水洗15min,然后用冷水洗净,烘干冷却备用;得到聚酯,水与溶洗剂的质量比例为100:4,聚酯切片与水与溶洗剂的比例,即固液比为1:8。

[0138] (4)纺丝主要工艺参数:

[0139] 挤出的温度为285℃;

[0140] 冷却的风温为25℃;

[0141] 卷绕的速度为3000m/min;

[0142] 单丝纤度为2.0dtex;制得低色差聚酯POY丝的断裂强度为2.8cN/dtex,断裂伸长率为105%;低色差聚酯POY丝的线密度偏差率为0.18%,断裂强度CV值为2.8%,断裂伸长CV值为5.6%。

[0143] (5)染色

[0144]

| 样 品 | 上染率% | K/S 值 | 色差 ΔE | 皂洗牢度 | | 干摩擦牢度 | 湿摩擦牢度 |
|-------|------|-------|-------|------|-----|-------|-------|
| | | | | 涤沾色 | 棉沾色 | | |
| 常规产品 | 78.8 | 18.51 | 0.563 | 4 | 4 | 4 | 3 |
| 低色差产品 | 90.2 | 22.65 | 0.135 | 5 | 5 | 5 | 4 |