



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104562340 B

(45)授权公告日 2017.02.22

(21)申请号 201410850704.8

D06P 1/16(2006.01)

(22)申请日 2014.12.31

D06P 3/54(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

C07C 229/08(2006.01)

申请公布号 CN 104562340 A

C07C 227/18(2006.01)

(43)申请公布日 2015.04.29

(56)对比文件

CN 101906678 A, 2010.12.08,

(73)专利权人 江苏恒力化纤股份有限公司

CN 103320923 A, 2013.09.25,

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

CN 1940156 A, 2007.04.04,

(72)发明人 汤方明 简维权 马文平 张学东
沈建根

JP S581133 B2, 1983.01.10,

JP S6245720 A, 1987.02.27,

CN 101575745 A, 2009.11.11,

(51)Int.Cl.

审查员 王涵

D02G 3/02(2006.01)

权利要求书3页 说明书21页

D01F 6/92(2006.01)

D01F 1/10(2006.01)

C08G 63/183(2006.01)

(54)发明名称

一种仿棉型异收缩复合丝及其制备方法

(57)摘要

本发明涉及一种仿棉型异收缩复合丝及其制备方法，所述仿棉型异收缩复合丝为改性聚酯POY丝与改性聚酯FDY丝经混纤加工组成的复合丝；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；所述仿棉型异收缩复合丝在温度为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%。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。所述仿棉型异收缩复合丝可用服装面料、床上用品装饰用品等。

1. 一种仿棉型异收缩复合丝，其特征是：所述仿棉型异收缩复合丝为改性聚酯POY丝与改性聚酯FDY丝经混纤加工组成的复合丝，所述改性聚酯POY丝形成细小丝圈围绕在所述改性聚酯FDY丝周围；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；所述仿棉型异收缩复合丝在温度为90~130℃条件下，纤维内部分子链间的自由体积空间增大10~30v/v%；所述仿棉型异收缩复合丝的断裂强度≥2.0cN/dtex，断裂伸长率为18.0±3.0%，卷曲收缩率为4.8±3.0%，网络度为15±5个/m；

所述氨基脂肪酸乙二醇酯占所述仿棉型异收缩复合丝的重量百分比为0.5~2.5%，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所述的一种仿棉型异收缩复合丝，其特征在于，所述仿棉型异收缩复合丝的线密度不匀率CV值≤1.4%，断裂强度CV值≤7.0%，断裂伸长CV值≤9.0%，沸水收缩率为3.0±1.0%，卷曲收缩率变异系数CV值≤9.0%，含油率为3.0±1.0%，纤度：75~150dtex；改性聚酯POY丝的线密度偏差率≤0.2%，断裂强度≥2.6cN/dtex，断裂强度CV值≤3.0%，断裂伸长率为100.0±10.0%，断裂伸长CV值≤6.0%；改性聚酯FDY丝的线密度偏差率≤0.5%，断裂强度≥3.8cN/dtex，断裂强度CV值≤5.0%，断裂伸长率为33.0±3.0%，断裂伸长CV值≤10.0%，条干不匀率CV≤2.00%，沸水收缩率7.5±0.5%，含油率0.90±0.20%。

3. 如权利要求1所述的一种仿棉型异收缩复合丝的制备方法，其特征是将聚酯经计量、挤出、冷却、上油和卷绕，制得POY丝；由聚酯切片经计量、挤出、冷却、上油、拉伸、热定型和卷绕，制得FDY丝；POY丝和FDY丝合股网络、加热拉伸、假捻、热定型和卷绕成型制得仿棉型异收缩复合丝；

改性聚酯POY丝纺丝工艺：

纺丝温度：280~290℃；

冷却温度：20~25℃；

卷绕速度：2550~2880m/min；

改性聚酯FDY丝纺丝工艺：

纺丝温度：280~290℃；

冷却温度：20~25℃；

网络压力：0.20~0.30MPa；

一辊速度：2200~2600m/min；

一辊温度：75~85℃；

二辊速度：3600~3900m/min；

二辊温度：115~135℃；

卷绕速度：3600~3800m/min；

复合丝加工工艺：

纺速400~800m/min；

定型超喂率3.5~5.50%；

卷绕超喂率2.5~5.0%；

加热温度：150~220℃；

热定型温度：100~180℃；

拉伸倍数：1.5~1.9；

摩擦盘的表面速度与丝条离开假捻器的速度之比：1.7~2.2；

网络压力：0.05~0.3MPa；

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，加入质量浓度为40~50%的硫酸反应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所述的一种仿棉型异收缩复合丝的制备方法，其特征在于，所述乙二醇与所述对苯二甲酸的摩尔比为1.2~2.0:1。

5.根据权利要求3所述的一种仿棉型异收缩复合丝的制备方法,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所述的一种仿棉型异收缩复合丝的制备方法,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所述的一种仿棉型异收缩复合丝的制备方法,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所述的一种仿棉型异收缩复合丝的制备方法,其特征在于,用去离子水洗至无溴离子为止,所述溴离子采用硝酸银溶液检测。

9.根据权利要求3所述的一种仿棉型异收缩复合丝的制备方法,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%;所述稀硫酸加入量为二元脂肪酸单甲酯的1~3wt%。

一种仿棉型异收缩复合丝及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属纤维制造技术领域,涉及一种仿棉型异收缩复合丝及其制备方法。

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] 仿棉型异收缩复合丝是具有不同潜在收缩性能的长丝,即高收缩丝POY与低收缩丝FDY经混纤加工组成的复合丝,PET异收缩混纤复合丝的主要特点:高膨松性和柔软的手感。PET仿棉型异收缩复合丝的外观和普通长丝相似。由于两组分收缩率的差异,经热处理后,高收缩部分形成轮廓清晰的芯丝,成为丝的骨架,而低收缩部分形成细小丝圈绕在芯丝周围,其外观酷似变形丝。光泽柔和。由于PET仿棉型异收缩复合丝的膨松以及表面的许多丝圈,消除了化纤丝织物的极光缺陷。优异的保暖性。PET异收缩混纤复合丝的高膨松性,增大纤维之间的空隙。造成PET异收缩混纤复合丝织物中的空气含量增多。

发明内容

[0006] 本发明的目的是提供一种仿棉型异收缩复合丝及其制备方法,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] 本发明的一种仿棉型异收缩复合丝,所述仿棉型异收缩复合丝为改性聚酯POY丝与改性聚酯FDY丝经混纤加工组成的复合丝,所述改性聚酯POY丝形成细小丝圈围绕在所述改性聚酯FDY丝周围;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；所述仿棉型异收缩复合丝在温度为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%；所述仿棉型异收缩复合丝的断裂强度≥2.0cN/dtex，断裂伸长率为18.0±3.0%，卷曲收缩率为4.8±3.0%，网络度为15±5个/m。

[0008] 所述氨基脂肪酸乙二醇酯的分子结构为：

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

[0010] 其中， $n=10\sim 50$ 。

[0011] 作为优选的技术方案：

[0012] 所述的一种仿棉型异收缩复合丝，所述氨基脂肪酸乙二醇酯占所述仿棉型异收缩复合丝的重量百分比为0.5~2.5%。

[0013] 所述的一种仿棉型异收缩复合丝，所述仿棉型异收缩复合丝的线密度不匀率CV值≤1.4%，断裂强度CV值≤7.0%，断裂伸长CV值≤9.0%，沸水收缩率为3.0±1.0%，卷曲收缩率变异系数CV值≤9.0%，含油率为3.0±1.0%，纤度：75~150dtex。改性聚酯POY丝的线密度偏差率≤0.2%，断裂强度≥2.6cN/dtex，断裂强度CV值≤3.0%，断裂伸长率为100.0±10.0%，断裂伸长CV值≤6.0%。；改性聚酯FDY丝的线密度偏差率≤0.5%，断裂强度≥3.8cN/dtex，断裂强度CV值≤5.0%，断裂伸长率为33.0±3.0%，断裂伸长CV值≤10.0%，条干不匀率CV≤2.00%，沸水收缩率7.5±0.5%，含油率0.90±0.20%。

[0014] 本发明还提供了一种仿棉型异收缩复合丝的制备方法，将聚酯切片经计量、挤出、冷却、上油和卷绕，制得POY丝，由聚酯切片经计量、挤出、冷却、上油、拉伸、热定型和卷绕，制得FDY丝；POY丝和FDY丝经导丝管、合股网络、加热拉伸、假捻、热定型和卷绕成型制得仿棉型异收缩复合丝；

[0015] 改性聚酯POY丝纺丝工艺：

[0016] 纺丝温度：280~290℃；

[0017] 冷却温度：20~25℃；

[0018] 卷绕速度：2550~2880m/min；

[0019] 改性聚酯FDY丝纺丝工艺：

[0020] 纺丝温度：280~290℃；

[0021] 冷却温度：20~25℃；

[0022] 网络压力：0.20~0.30MPa；

[0023] 一辊速度：2200~2600m/min；

[0024] 一辊温度：75~85℃；

[0025] 二辊速度：3600~3900m/min；

[0026] 二辊温度：115~135℃；

[0027] 卷绕速度：3600~3800m/min；

[0028] 复合丝加工工艺：

[0029] 纺速400~800m/min；

[0030] 定型超喂率3.5~5.50%；

[0031] 卷绕超喂率2.5~5.0；

[0032] T1:150~220℃;

[0033] T2:100~180℃;

[0034] DR:1.5~1.9;

[0035] D/Y:1.7~2.2;

[0036] 网络压力:0.05~0.3MPa;

[0037] 所述改性聚酯的制备步骤包括:

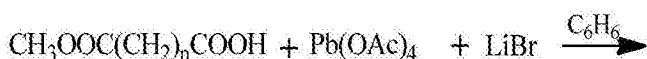
[0038] (1)氨基脂肪酸乙二醇酯的制备:

[0039] 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:

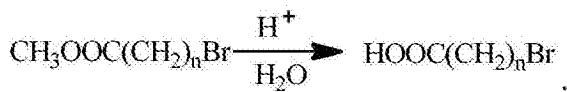


[0041] 其中n=10~50

[0042] 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:



[0043] $\text{CH}_3\text{OOC}(\text{CH}_2)_n\text{Br} + \text{CO}_2 + \text{LiOAc} + \text{Pb}(\text{OAc})_2 + \text{HOAc};$



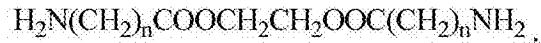
[0044] 3)将溴代二元脂肪酸与15~25wt%的氨水按摩尔比1:2加入到反应器中,搅拌,在室温下反应,再将反应产物加热蒸馏,且用冷水吸收氨气,加热蒸馏的温度不超过70℃,直至无气泡产生,即停止蒸馏,然后进行冷却和抽滤,滤饼用去离子水洗至无溴离子为止,将产品真空干燥得到产物氨基脂肪酸;真空干燥的温度可采用60~70℃;反应方程式为:



[0046] 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:



[0047]



[0048] (2)改性聚酯的制备,包括酯化反应和缩聚反应:

[0049] 所述酯化反应:

[0050] 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；

[0051] 所述缩聚反应：

[0052] 包括缩聚反应低真空阶段和缩聚反应高真空阶段；

[0053] 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；

[0054] 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；

[0055] 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；

[0056] 制得改性聚酯；

[0057] 如上所述的一种仿棉型异收缩复合丝的制备方法，所述乙二醇与所述对苯二甲酸的摩尔比为1.2～2.0:1。

[0058] 如上所述的一种仿棉型异收缩复合丝的制备方法，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%。

[0059] 如上所述的一种仿棉型异收缩复合丝的制备方法，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%。

[0060] 如上所述的一种仿棉型异收缩复合丝的制备方法，用去离子水洗至无溴离子为止采用硝酸银溶液检测。

[0061] 如上所述的一种仿棉型异收缩复合丝的制备方法，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%。

[0062] 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个阶段：

[0063] 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。

[0064] 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，染料分子难以渗透到纤维内部。因此，提高对纤维分子间的自由体积将有助于染色的进行。

[0065] 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。

[0066] 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。

[0067] 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。

[0068] 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,由于氨基和羧基互相影响,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。

[0069] 增加了氨基脂肪酸酯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。

[0070] 有益效果:

[0071] 1.本发明所得的仿棉型异收缩复合丝,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。

[0072] 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在聚酯中的分散,最大限度地减少了迁移。

[0073] 3.本发明所得的仿棉型异收缩复合丝,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。

[0074] 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。

[0075] 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。

[0076] 6.本发明所得的仿棉型异收缩复合丝的膨松以及表面的许多丝圈,消除了化纤丝织物的极光缺陷,具有优异的保暖性,且异收缩混纤复合丝的高膨松性,增大了纤维之间的空隙。

具体实施方式

[0077] 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用以限制本发明的范围。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。

[0078] 本发明的一种仿棉型异收缩复合丝,为改性聚酯POY丝与改性聚酯FDY丝经混纤加工组成的复合丝,所述改性聚酯POY丝形成细小丝圈围绕在所述改性聚酯FDY丝周围;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；所述仿棉型异收缩复合丝在温度为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%；所述仿棉型异收缩复合丝的断裂强度≥2.0cN/dtex，断裂伸长率为18.0±3.0%，卷曲收缩率为4.8±3.0%，网络度为15±5个/m。

[0079] 所述氨基脂肪酸乙二醇酯的分子结构为：

[0080] $\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_n\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{OOC}(\text{CH}_2)_n\text{NH}_2$ ；

[0081] 其中， $n=10\sim50$ 。

[0082] 所述的一种仿棉型异收缩复合丝，所述氨基脂肪酸乙二醇酯占所述仿棉型异收缩复合丝的重量百分比为0.5~2.5%。

[0083] 所述的一种仿棉型异收缩复合丝，所述仿棉型异收缩复合丝的线密度不匀率CV值≤1.4%，断裂强度CV值≤7.0%，断裂伸长CV值≤9.0%，沸水收缩率为3.0±1.0%，卷曲收缩率变异系数CV值≤9.0%，含油率为3.0±1.0%，纤度：75~150dtex。改性聚酯POY丝的线密度偏差率≤0.2%，断裂强度≥2.6cN/dtex，断裂强度CV值≤3.0%，断裂伸长率为100.0±10.0%，断裂伸长CV值≤6.0%。改性聚酯FDY丝的线密度偏差率≤0.5%，断裂强度≥3.8cN/dtex，断裂强度CV值≤5.0%，断裂伸长率为33.0±3.0%，断裂伸长CV值≤10.0%，条干不匀率CV≤2.00%，沸水收缩率7.5±0.5%，含油率0.90±0.20%。

[0084] 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℃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℃人染，升温至90℃、100℃、110℃、120℃各恒温染色1h。

[0085] 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，是待测染液中的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。

$$[\text{0086}] \quad \text{上染百分率} = 100\% \times (1 - \frac{A_1}{A_0})$$

[0087] 上式中， A_0 和 A_1 分别为染色原液和染色残液的吸光度。

[0088] 实施例1

[0089] 一种仿棉型异收缩复合丝的制备方法，包括以下步骤：

[0090] (1)氨基脂肪酸乙二醇酯的制备：

[0091] 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%；

[0092] 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%；

[0093] 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;

[0094] 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;

[0095] (2)改性聚酯的制备,包括酯化反应和缩聚反应:

[0096] 所述酯化反应:

[0097] 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;

[0098] 所述缩聚反应:

[0099] 包括缩聚反应低真空阶段和缩聚反应高真空阶段:

[0100] 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;

[0101] 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

[0102] 氨基十一烷羧酸乙二醇酯,加入量为改性聚酯的0.5wt%;

[0103] 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;

[0104] 制得改性聚酯,粘均分子量为15000;

[0105] (3)仿棉型异收缩复合丝的制备:

[0106] 将改性聚酯经计量、挤出、冷却、上油和卷绕,制得改性聚酯POY丝;

[0107] 改性聚酯POY丝纺丝工艺:

[0108] 纺丝温度:290℃;

[0109] 冷却温度:25℃;

[0110] 卷绕速度:2550m/min;

[0111] 改性聚酯POY丝的线密度偏差率0.19%,断裂强度2.7cN/dtex,断裂强度CV值2.9%,断裂伸长率为90.0%,断裂伸长CV值5.9%;

[0112] 由聚酯切片经计量、挤出、冷却、上油、拉伸、热定型和卷绕,制得改性聚酯FDY丝;

[0113] 改性聚酯FDY丝纺丝工艺:

[0114] 纺丝温度:290℃;

[0115] 冷却温度:25℃;

[0116] 网络压力:0.20MPa;

[0117] 一辊速度:2200m/min;

[0118] 一辊温度:75℃;

[0119] 二辊速度:3600m/min;

- [0120] 二辊温度:115℃;
- [0121] 卷绕速度:3600m/min;
- [0122] 改性聚酯FDY丝的线密度偏差率0.4%,断裂强度3.9cN/dtex,断裂强度CV值4.9%,断裂伸长率为30.0%,断裂伸长CV值9.8%,条干不匀率CV1.95%,沸水收缩率7.0%,含油率0.70%;
- [0123] 然后将改性聚酯POY丝和改性聚酯FDY丝经合股网络、加热拉伸、假捻、热定型和卷绕成型制得仿棉型异收缩复合丝;
- [0124] 复合丝加工工艺:
- [0125] 纺速400m/min;
- [0126] 定型超喂率3.5%;
- [0127] 卷绕超喂率2.5;
- [0128] T1:150℃;
- [0129] T2:100℃;
- [0130] DR:1.5;
- [0131] D/Y:1.7;
- [0132] 网络压力:0.05MPa;
- [0133] 所得仿棉型异收缩复合丝在温度为90℃条件下,纤维内部分子链间的自由体积空间增大20v/v%,线密度不匀率CV值1.4%,断裂强度2.0cN/dtex,断裂强度CV值7.0%,断裂伸长率为21.0%,断裂伸长CV值9.0%,沸水收缩率为4.0%,卷曲收缩率为7.8%,卷曲收缩率变异系数CV值9.0%,含油率为4.0%,纤度:75dtex,网络度为10个/m。
- [0134] 将所述的仿棉型异收缩复合丝进行染色后,获得的上染百分率如下表所示:
- [0135] 纤维的上染百分率(%)
- [0136]

染料	温度	90℃	100℃	110℃	120℃	130℃
分散红3B	改性纤维	50.5	81.8	91.6	92.4	91.2
	普通纤维	29.1	48.4	80.3	84.2	90.7
分散蓝SE-2R	改性纤维	52.4	87.6	92.6	92.4	92.7
	普通纤维	16.3	38.2	76.9	89.7	92.6
分散翠蓝S-GL	改性纤维	45.5	74.8	86.0	87.5	90.3
	普通纤维	14.3	39.2	73.4	76.7	84.6

- [0137] 实施例2
- [0138] 一种仿棉型异收缩复合丝的制备方法,包括以下步骤:
- [0139] (1)氨基脂肪酸乙二醇酯的制备:
- [0140] 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%;
- [0141] 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%；

[0142] 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；

[0143] 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；

[0144] (2)改性聚酯的制备，包括酯化反应和缩聚反应：

[0145] 所述酯化反应：

[0146] 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；

[0147] 所述缩聚反应：

[0148] 包括缩聚反应低真空阶段和缩聚反应高真空阶段：

[0149] 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；

[0150] 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%；

[0151] 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；

[0152] 制得改性聚酯，粘均分子量为30000；

[0153] (3)仿棉型异收缩复合丝的制备：

[0154] 将改性聚酯经计量、挤出、冷却、上油和卷绕，制得改性聚酯POY丝；

[0155] 改性聚酯POY丝纺丝工艺：

[0156] 纺丝温度：280℃；

[0157] 冷却温度：20℃；

[0158] 卷绕速度：2700m/min；

[0159] 改性聚酯POY丝的线密度偏差率1.8%，断裂强度2.9cN/dtex，断裂强度CV值2.7%，断裂伸长率为100.0%，断裂伸长CV值5.6%；

[0160] 由聚酯切片经计量、挤出、冷却、上油、拉伸、热定型和卷绕，制得改性聚酯FDY丝；

[0161] 改性聚酯FDY丝纺丝工艺：

[0162] 纺丝温度：280℃；

[0163] 冷却温度：20℃；

[0164] 网络压力：0.25MPa；

[0165] 一辊速度：2400m/min；

- [0166] 一辊温度:80℃;
- [0167] 二辊速度:3750m/min;
- [0168] 二辊温度:125℃;
- [0169] 卷绕速度:3700m/min;
- [0170] 改性聚酯FDY丝的线密度偏差率0.43%,断裂强度4.0cN/dtex,断裂强度CV值4.8%,断裂伸长率为33.0%,断裂伸长CV值9.8%,条干不匀率CV≤1.96%,沸水收缩率7.5%,含油率0.90%;
- [0171] 然后将改性聚酯POY丝和改性聚酯FDY丝经合股网络、加热拉伸、假捻、热定型和卷绕成型制得仿棉型异收缩复合丝;
- [0172] 复合丝加工工艺:
- [0173] 纺速800m/min;
- [0174] 定型超喂率5.50%;
- [0175] 卷绕超喂率5.0;
- [0176] T1:220℃;
- [0177] T2:180℃;
- [0178] DR:1.9;
- [0179] D/Y:2.2;
- [0180] 网络压力:0.3MPa;

[0181] 所得仿棉型异收缩复合丝在温度为130℃条件下,内部分子链间的自由体积空间增大30v/v%,线密度不匀率CV值1.3%,断裂强度2.1cN/dtex,断裂强度CV值6.9%,断裂伸长率为21.0%,断裂伸长CV值8.9%,沸水收缩率为2.0%,卷曲收缩率为1.8%,卷曲收缩率变异系数CV值8.1%,含油率为2.0%,纤度:150dtex,网络度为20个/m。

[0182] 将所述的仿棉型异收缩复合丝进行染色后,获得的上染百分率如下表所示:

[0183] 纤维的上染百分率(%)

[0184]

染料	温度	90℃	100℃	110℃	120℃	130℃
分散红3B	改性纤维	51.2	82.5	92.3	93.2	92.5
	普通纤维	29.1	48.4	80.3	84.2	90.7
分散蓝SE-2R	改性纤维	53.4	88.3	93.3	93.1	93.4
	普通纤维	16.3	38.2	76.9	89.7	92.6
分散翠蓝S-GL	改性纤维	46.2	75.2	87.1	88.3	90.9
	普通纤维	14.3	39.2	73.4	76.7	84.6

[0185] 实施例3

[0186] 一种仿棉型异收缩复合丝的制备方法,包括以下步骤:

[0187] (1)氨基脂肪酸乙二醇酯的制备:

[0188] 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%;

[0189] 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%；

[0190] 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；

[0191] 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；

[0192] (2)改性聚酯的制备，包括酯化反应和缩聚反应：

[0193] 所述酯化反应：

[0194] 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；

[0195] 所述缩聚反应：

[0196] 包括缩聚反应低真空阶段和缩聚反应高真空阶段：

[0197] 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；

[0198] 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%；

[0199] 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；

[0200] 制得改性聚酯，粘均分子量为22500；

[0201] (3)仿棉型异收缩复合丝的制备：

[0202] 将改性聚酯经计量、挤出、冷却、上油和卷绕，制得改性聚酯POY丝；

[0203] 改性聚酯POY丝纺丝工艺：

[0204] 纺丝温度：287℃；

[0205] 冷却温度：23℃；

[0206] 卷绕速度：2880m/min；

[0207] 改性聚酯POY丝的线密度偏差率0.2%，断裂强度2.6cN/dtex，断裂强度CV值2.9%，断裂伸长率为110.0%，断裂伸长CV值6.0%；

[0208] 由聚酯切片经计量、挤出、冷却、上油、拉伸、热定型和卷绕，制得改性聚酯FDY丝；

[0209] 改性聚酯FDY丝纺丝工艺：

[0210] 纺丝温度：287℃；

[0211] 冷却温度：23℃；

- [0212] 网络压力:0.30MPa;
- [0213] 一辊速度:2600m/min;
- [0214] 一辊温度:85℃;
- [0215] 二辊速度:3900m/min;
- [0216] 二辊温度:135℃;
- [0217] 卷绕速度:3800m/min;
- [0218] 改性聚酯FDY丝的线密度偏差率0.5%,断裂强度3.8cN/dtex,断裂强度CV值5.0%,断裂伸长率为36.0%,断裂伸长CV值9.9%,条干不匀率CV2.00%,沸水收缩率8.0%,含油率1.1%。;
- [0219] 然后将改性聚酯POY丝和改性聚酯FDY丝经合股网络、加热拉伸、假捻、热定型和卷绕成型制得仿棉型异收缩复合丝;
- [0220] 复合丝加工工艺:
- [0221] 纺速600m/min;
- [0222] 定型超喂率4.5%;
- [0223] 卷绕超喂率3.0;
- [0224] T1:180℃;
- [0225] T2:140℃;
- [0226] DR:1.7;
- [0227] D/Y:2.0;
- [0228] 网络压力:0.15MPa;
- [0229] 所得仿棉型异收缩复合丝在温度为100℃条件下,内部分子链间的自由体积空间增大 $20v/v\%$,线密度不匀率CV值1.2%,断裂强度 ≥ 2.2 cN/dtex,断裂强度CV值6.8%,断裂伸长率为18.0%,断裂伸长CV值8.8%,沸水收缩率为3.0%,卷曲收缩率为4.8%,卷曲收缩率变异系数CV值8.2%,含油率为3.0%,纤度:105dtex,网络度为15个/m。改性聚酯POY丝的线密度偏差率0.2%,断裂强度2.6cN/dtex,断裂强度CV值2.9%,断裂伸长率为110.0%,断裂伸长CV值6.0%。;改性聚酯FDY丝的线密度偏差率0.5%,断裂强度3.8cN/dtex,断裂强度CV值5.0%,断裂伸长率为36.0%,断裂伸长CV值9.9%,条干不匀率CV2.00%,沸水收缩率8.0%,含油率1.1%。

[0230] 将所述的仿棉型异收缩复合丝进行染色后,获得的上染百分率如下表所示:

[0231] 纤维的上染百分率(%)

[0232]

染料	温度	90℃	100℃	110℃	120℃	130℃
分散红3B	改性纤维	50.4	81.7	91.4	92.3	91.5
	普通纤维	29.1	48.4	80.3	84.2	90.7
分散蓝SE-2R	改性纤维	52.4	87.5	92.5	92.1	93.0
	普通纤维	16.3	38.2	76.9	89.7	92.6
分散翠蓝S-GL	改性纤维	45.4	74.1	86.3	88.0	90.2
	普通纤维	14.3	39.2	73.4	76.7	84.6

[0233] 实施例4

- [0234] 一种仿棉型异收缩复合丝的制备方法,包括以下步骤:
- [0235] (1)氨基脂肪酸乙二醇酯的制备:
- [0236] 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%;
- [0237] 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%;
- [0238] 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;
- [0239] 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;
- [0240] (2)改性聚酯的制备,包括酯化反应和缩聚反应:
- [0241] 所述酯化反应:
- [0242] 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;
- [0243] 所述缩聚反应:
- [0244] 包括缩聚反应低真空阶段和缩聚反应高真空阶段:
- [0245] 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;
- [0246] 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%;
- [0247] 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
- [0248] 至绝对压力小于100Pa,反应温度控制在277℃,反应时间55分钟;
- [0249] 制得改性聚酯,粘均分子量为16000;
- [0250] (3)仿棉型异收缩复合丝的制备:
- [0251] 将改性聚酯经计量、挤出、冷却、上油和卷绕,制得改性聚酯POY丝;
- [0252] 改性聚酯POY丝纺丝工艺:
- [0253] 纺丝温度:287℃;
- [0254] 冷却温度:21℃;

- [0255] 卷绕速度:2650m/min;
- [0256] 改性聚酯POY丝的线密度偏差率0.17%,断裂强度2.7cN/dtex,断裂强度CV值2.6%,断裂伸长率为109.0%,断裂伸长CV值5.6%;
- [0257] 由聚酯切片经计量、挤出、冷却、上油、拉伸、热定型和卷绕,制得改性聚酯FDY丝;
- [0258] 改性聚酯FDY丝纺丝工艺:
- [0259] 纺丝温度:287℃;
- [0260] 冷却温度:21℃;
- [0261] 网络压力:0.21MPa;
- [0262] 一辊速度:2300m/min;
- [0263] 一辊温度:76℃;
- [0264] 二辊速度:3650m/min;
- [0265] 二辊温度:117℃;
- [0266] 卷绕速度:3650m/min;
- [0267] 改性聚酯FDY丝的线密度偏差率0.45%,断裂强度4.1cN/dtex,断裂强度CV值4.4%,断裂伸长率为35.0%,断裂伸长CV值9.2%,条干不匀率CV1.99%,沸水收缩率7.9%,含油率0.95%。
- [0268] 然后将改性聚酯POY丝和改性聚酯FDY丝经合股网络、加热拉伸、假捻、热定型和卷绕成型制得仿棉型异收缩复合丝;
- [0269] 复合丝加工工艺:
- [0270] 纺速500m/min;
- [0271] 定型超喂率4.0%;
- [0272] 卷绕超喂率3.0;
- [0273] T1:160℃;
- [0274] T2:110℃;
- [0275] DR:1.6;
- [0276] D/Y:1.8;
- [0277] 网络压力:0.10MPa;
- [0278] 所得仿棉型异收缩复合丝在温度为100℃条件下,纤维内部分子链间的自由体积空间增大22v/v%,线密度不匀率CV值1.1%,断裂强度2.4cN/dtex,断裂强度CV值6.5%,断裂伸长率为19.0%,断裂伸长CV值8.2%,沸水收缩率为3.5%,卷曲收缩率为6.8%,卷曲收缩率变异系数CV值8.8%,含油率为3.5%,纤度:80dtex,网络度为16个/m。
- [0279] 将所述的仿棉型异收缩复合丝进行染色后,获得的上染百分率如下表所示:
- [0280] 纤维的上染百分率(%)
- [0281]

染料	温度	90℃	100℃	110℃	120℃	130℃
分散红3B	改性纤维	50.2	81.8	91.5	92.5	91.1
	普通纤维	29.1	48.4	80.3	84.2	90.7
分散蓝SE-2R	改性纤维	53.1	88.5	93.4	92.9	93.5
	普通纤维	16.3	38.2	76.9	89.7	92.6

分散翠蓝S-GL	改性纤维	45.8	75.0	86.8	88.4	90.7
	普通纤维	14.3	39.2	73.4	76.7	84.6

[0282] 实施例5

[0283] 一种仿棉型异收缩复合丝的制备方法,包括以下步骤:

[0284] (1)氨基脂肪酸乙二醇酯的制备:

[0285] 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%;

[0286] 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%;

[0287] 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;

[0288] 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;

[0289] (2)改性聚酯的制备,包括酯化反应和缩聚反应:

[0290] 所述酯化反应:

[0291] 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;

[0292] 所述缩聚反应:

[0293] 包括缩聚反应低真空阶段和缩聚反应高真空阶段:

[0294] 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;

[0295] 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%;

[0296] 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;

[0297] 制得改性聚酯,粘均分子量为22000;

[0298] (3)仿棉型异收缩复合丝的制备:

[0299] 将改性聚酯经计量、挤出、冷却、上油和卷绕,制得改性聚酯POY丝;

[0300] 改性聚酯POY丝纺丝工艺:

- [0301] 纺丝温度:285℃;
- [0302] 冷却温度:23℃;
- [0303] 卷绕速度:2800m/min;
- [0304] 改性聚酯POY丝的线密度偏差率0.15%,断裂强度3.0cN/dtex,断裂强度CV值2.9%,断裂伸长率为108.0%,断裂伸长CV值5.5%;
- [0305] 由聚酯经计量、挤出、冷却、上油、拉伸、热定型和卷绕,制得改性聚酯FDY丝;
- [0306] 改性聚酯FDY丝纺丝工艺:
- [0307] 纺丝温度:285℃;
- [0308] 冷却温度:23℃;
- [0309] 网络压力:0.22MPa;
- [0310] 一辊速度:2400m/min;
- [0311] 一辊温度:77℃;
- [0312] 二辊速度:3800m/min;
- [0313] 二辊温度:119℃;
- [0314] 卷绕速度:3750m/min;
- [0315] 改性聚酯FDY丝的线密度偏差率0.44%,断裂强度4.2cN/dtex,断裂强度CV值4.3%,断裂伸长率为34.0%,断裂伸长CV值9.3%,条干不匀率CV1.85%,沸水收缩率7.8%,含油率0.99%;
- [0316] 然后将改性聚酯POY丝和改性聚酯FDY丝经合股网络、加热拉伸、假捻、热定型和卷绕成型制得仿棉型异收缩复合丝;
- [0317] 复合丝加工工艺:
- [0318] 纺速700m/min;
- [0319] 定型超喂率5.0%;
- [0320] 卷绕超喂率4.5;
- [0321] T1:210℃;
- [0322] T2:170℃;
- [0323] DR:1.8;
- [0324] D/Y:2.1;
- [0325] 网络压力:0.25MPa;
- [0326] 所得仿棉型异收缩复合丝在温度为90℃条件下,纤维内部分子链间的自由体积空间增大23v/v%,线密度不匀率CV值1.1%,断裂强度2.5cN/dtex,断裂强度CV值6.7%,断裂伸长率为16.0%,断裂伸长CV值8.6%,沸水收缩率为2.5%,卷曲收缩率为2.5%,卷曲收缩率变异系数CV值8.4%,含油率为3.7%,纤度:140dtex,网络度为19个/m。
- [0327] 将所述的仿棉型异收缩复合丝进行染色后,获得的上染百分率如下表所示:
- [0328] 纤维的上染百分率(%)
- [0329]

染料	温度	90℃	100℃	110℃	120℃	130℃
[0330]						
分散红3B	改性纤维	51.2	82.9	92.1	93.4	92.5

	普通纤维	29.1	48.4	80.3	84.2	90.7
分散蓝SE-2R	改性纤维	53.0	88.1	93.4	92.8	93.5
	普通纤维	16.3	38.2	76.9	89.7	92.6
分散翠蓝S-GL	改性纤维	45.3	74.5	86.0	87.4	90.3
	普通纤维	14.3	39.2	73.4	76.7	84.6

[0331] 实施例6

[0332] 一种改性聚酯的制备方法,包括以下步骤:

[0333] (1)氨基脂肪酸乙二醇酯的制备:

[0334] 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%;

[0335] 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%

[0336] 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;

[0337] 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;

[0338] (2)改性聚酯的制备,包括酯化反应和缩聚反应:

[0339] 所述酯化反应:

[0340] 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;

[0341] 所述缩聚反应:

[0342] 包括缩聚反应低真空阶段和缩聚反应高真空阶段:

[0343] 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%的醋酸锑和对苯二甲酸重量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;

[0344] 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%;

[0345] 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;

[0346] 制得改性聚酯,粘均分子量为24000;

- [0347] (3)仿棉型异收缩复合丝的制备：
- [0348] 将改性聚酯经计量、挤出、冷却、上油和卷绕，制得改性聚酯POY丝；
- [0349] 改性聚酯POY丝纺丝工艺：
- [0350] 纺丝温度：287℃；
- [0351] 冷却温度：23℃；
- [0352] 卷绕速度：2550m/min；
- [0353] 改性聚酯POY丝的线密度偏差率0.18%，断裂强度3.0cN/dtex，断裂强度CV值3.1%，断裂伸长率为105.0%，断裂伸长CV值5.7%；
- [0354] 由聚酯切片经计量、挤出、冷却、上油、拉伸、热定型和卷绕，制得改性聚酯FDY丝；
- [0355] 改性聚酯FDY丝纺丝工艺：
- [0356] 纺丝温度：285℃；
- [0357] 冷却温度：21℃；
- [0358] 网络压力：0.20MPa；
- [0359] 一辊速度：2600m/min；
- [0360] 一辊温度：77℃；
- [0361] 二辊速度：3800m/min；
- [0362] 二辊温度：120℃；
- [0363] 卷绕速度：3700m/min；
- [0364] 改性聚酯FDY丝的线密度偏差率0.44%，断裂强度3.8cN/dtex，断裂强度CV值4.8%，断裂伸长率为36.0%，断裂伸长CV值9.7%，条干不匀率CV1.89%，沸水收缩率7.7%，含油率0.90%；
- [0365] 然后将改性聚酯POY丝和改性聚酯FDY丝经合股网络、加热拉伸、假捻、热定型和卷绕成型制得仿棉型异收缩复合丝；
- [0366] 复合丝加工工艺：
- [0367] 纺速400m/min；
- [0368] 定型超喂率5.50%；
- [0369] 卷绕超喂率4.0；
- [0370] T1：200℃；
- [0371] T2：130℃；
- [0372] DR：1.7；
- [0373] D/Y：1.9；
- [0374] 网络压力：0.20MPa；
- [0375] 所得仿棉型异收缩复合丝在温度为110℃条件下，内部分子链间的自由体积空间增大24v/v%，线密度不匀率CV值0.9%，断裂强度2.8cN/dtex，断裂强度CV值6.1%，断裂伸长率为17.5%，断裂伸长CV值8.9%，沸水收缩率为3.0%，卷曲收缩率为6.8%，卷曲收缩率变异系数CV值8.1%，含油率为3.5%，纤度：120dtex，网络度为14个/m。
- [0376] 将所述的仿棉型异收缩复合丝进行染色后，获得的上染百分率如下表所示：
- [0377] 纤维的上染百分率(%)

[0378]

染料	温度	90℃	100℃	110℃	120℃	130℃
分散红3B	改性纤维	50.1	82.4	92.6	92.5	92.2
	普通纤维	29.1	48.4	80.3	84.2	90.7
分散蓝SE-2R	改性纤维	52.3	87.9	93.4	92.4	93.4
	普通纤维	16.3	38.2	76.9	89.7	92.6
分散翠蓝S-GL	改性纤维	45.4	74.0	86.0	87.8	90.8
	普通纤维	14.3	39.2	73.4	76.7	84.6

[0379] 实施例7

[0380] 一种改性聚酯的制备方法,包括以下步骤:

[0381] (1)氨基脂肪酸乙二醇酯的制备:

[0382] 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%;

[0383] 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%;

[0384] 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;

[0385] 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;

[0386] (2)改性聚酯的制备,包括酯化反应和缩聚反应:

[0387] 所述酯化反应:

[0388] 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;

[0389] 所述缩聚反应:

[0390] 包括缩聚反应低真空阶段和缩聚反应高真空阶段:

[0391] 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268℃,反应时间为45分钟;

[0392] 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%;

- [0393] 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;
- [0394] 制得改性聚酯,粘均分子量为25000;
- [0395] (3)仿棉型异收缩复合丝的制备:
- [0396] 将改性聚酯经计量、挤出、冷却、上油和卷绕,制得改性聚酯POY丝;
- [0397] 改性聚酯POY丝纺丝工艺:
- [0398] 纺丝温度:286℃;
- [0399] 冷却温度:23℃;
- [0400] 卷绕速度:2800m/min;
- [0401] 改性聚酯POY丝的线密度偏差率0.17%,断裂强度3.0cN/dtex,断裂强度CV值2.4%,断裂伸长率为98%,断裂伸长CV值5.8%;
- [0402] 由聚酯切片经计量、挤出、冷却、上油、拉伸、热定型和卷绕,制得改性聚酯FDY丝;
- [0403] 改性聚酯FDY丝纺丝工艺:
- [0404] 纺丝温度:285℃;
- [0405] 冷却温度:22℃;
- [0406] 网络压力:0.30MPa;
- [0407] 一辊速度:2400m/min;
- [0408] 一辊温度:79℃;
- [0409] 二辊速度:3650m/min;
- [0410] 二辊温度:123℃;
- [0411] 卷绕速度:3700m/min;
- [0412] 改性聚酯FDY丝的线密度偏差率4.5%,断裂强度4.0cN/dtex,断裂强度CV值4.6%,断裂伸长率为32.0%,断裂伸长CV值9.7%,条干不匀率CV1.99%,沸水收缩率7.3%,含油率1.10%;
- [0413] 然后将改性聚酯POY丝和改性聚酯FDY丝经合股网络、加热拉伸、假捻、热定型和卷绕成型制得仿棉型异收缩复合丝;
- [0414] 复合丝加工工艺:
- [0415] 纺速600m/min;
- [0416] 定型超喂率3.5%;
- [0417] 卷绕超喂率3.0;
- [0418] T1:190℃;
- [0419] T2:140℃;
- [0420] DR:1.5;
- [0421] D/Y:2.2;
- [0422] 网络压力:0.10MPa;
- [0423] 所得仿棉型异收缩复合丝在温度为120℃条件下,内部分子链间的自由体积空间增大27v/v%,线密度不匀率CV值1.0%,断裂强度2.7cN/dtex,断裂强度CV值6.3%,断裂伸长率为14.0%,断裂伸长CV值8.8%,沸水收缩率为3.8%,卷曲收缩率为5.5%,卷曲收缩率变异系数CV值8.4%,含油率为2.7%,纤度:135dtex,网络度为12个/m。

[0424] 将所述的仿棉型异收缩复合丝进行染色后,获得的上染百分率如下表所示:

[0425] 纤维的上染百分率(%)

[0426]

染料	温度	90℃	100℃	110℃	120℃	130℃
分散红3B	改性纤维	50.8	82.1	91.8	92.7	91.8
	普通纤维	29.1	48.4	80.3	84.2	90.7
分散蓝SE-2R	改性纤维	52.9	87.7	93.0	92.7	93.1
	普通纤维	16.3	38.2	76.9	89.7	92.6
分散翠蓝S-GL	改性纤维	45.7	74.8	86.5	88.0	90.6
	普通纤维	14.3	39.2	73.4	76.7	84.6