



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109689952 A

(43)申请公布日 2019.04.26

(21)申请号 201780047214.6

(22)申请日 2017.04.11

(30)优先权数据

62/368444 2016.07.29 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2019.01.29

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/US2017/027000 2017.04.11

(87)PCT国际申请的公布数据

W02018/022152 EN 2018.02.01

(71)申请人 服饰与高级纺织英国有限公司

地址 英国曼彻斯特

(72)发明人 S.P.帕迪尼

(74)专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司 72001

代理人 彭昶 杨思捷

(51)Int.Cl.

D01F 6/70(2006.01)

D01D 5/04(2006.01)

D01F 1/10(2006.01)

D01F 6/72(2006.01)

权利要求书4页 说明书24页

(54)发明名称

从斯潘德克斯聚合物纺丝溶液消除硅油

(57)摘要

一种制成在聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中含有硅氧烷的所述聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的方法,其包括以下步骤:(a)使大分子二醇与二异氰酸酯反应以形成预聚物;(b)使所述预聚物与二胺反应以形成纺丝溶液;(c)纺丝所述纺丝溶液以形成聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱,其中:i.在步骤(a)中,二醇-聚二甲基硅氧烷与所述大分子二醇和所述二异氰酸酯反应;ii.在步骤(b)中,在所述预聚物与所述二胺反应之前,二胺-聚二甲基硅氧烷与所述预聚物反应;或iii.在步骤(b)中,二胺-聚二甲基硅氧烷同时与所述预聚物和二胺反应,并且其中以所述聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的重量计,所述聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱包含小于或等于6重量%的硅氧烷,和由此制成的弹性纤维。一种包括捆绑在一起的两个或更多个在所述聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中包括硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基

甲酸酯脲单纱的弹性纤维,其中以所述纤维的重量计,所述硅氧烷的存在量大于0.01重量%并且小于4.0重量%。在一些方面,所述硅氧烷不含氨基甲酸酯基。

1. 一种制成在聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中含有硅氧烷的所述聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的方法,其包含以下步骤:

- (a) 使大分子二醇与二异氰酸酯反应以形成预聚物;
- (b) 使所述预聚物与二胺反应以形成纺丝溶液;
- (c) 干纺所述纺丝溶液以形成聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱,

其中:

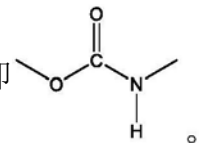
i. 在步骤(a)中,二醇-聚二甲基硅氧烷和大分子二醇的混合物与所述二异氰酸酯反应;

ii. 在步骤(b)中,在所述预聚物与所述二胺反应之前,二胺-聚二甲基硅氧烷与所述预聚物反应;或

iii. 在步骤(b)中,二胺-聚二甲基硅氧烷同时与所述预聚物和二胺反应,并且

其中以所述聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的重量计,所述聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱包含小于或等于6重量%的硅氧烷。

2. 根据权利要求1所述的方法,其中所述硅氧烷不含任何氨基甲酸酯基,即



3. 根据权利要求1所述的方法,其中以所述聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的重量计,所述聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱包含大于0.01重量%并且小于或等于4重量%的硅氧烷。

4. 根据权利要求1所述的方法,其中所述二胺-聚二甲基硅氧烷或二醇-聚二甲基硅氧烷的分子量在约1,460和约5,600克/摩尔之间。

5. 根据权利要求1所述的方法,其进一步包含将2个或更多个含有所述硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱聚结在一起以形成含有硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲纤维。

6. 根据权利要求1所述的方法,其中所述大分子二醇选自以下组成的组:聚(四亚甲基醚)二醇、聚(四亚甲基己二酸酯)二醇、聚(氧基四亚甲基)二醇、聚(ϵ -己内酯)二醇、聚(六亚甲基碳酸酯)二醇、聚(1,2-氧亚丙基)二醇、聚(四亚甲基-共-亚乙基醚)二醇、聚(四亚甲基-共-2-甲基四亚甲基醚)二醇、聚(亚乙基醚)二醇、聚(亚丙基醚)二醇、聚碳酸酯二醇、聚酯二醇和其组合。

7. 根据权利要求1所述的方法,其中所述二异氰酸酯选自以下组成的组:亚甲基二苯基二异氰酸酯、甲苯二异氰酸酯、六亚甲基二异氰酸酯、异佛尔酮二异氰酸酯、亚环己基二异氰酸酯、亚苯基二异氰酸酯、三甲基二甲苯基二异氰酸酯、二甲苯基二异氰酸酯、亚甲基二环己基二异氰酸酯和其组合。

8. 根据权利要求1所述的方法,其中所述二胺选自以下组成的组:乙二胺、甲基五亚甲基二胺、苯二胺丁二胺、六甲基二胺、丙二胺、二甲苯二胺、环己烷二胺和其组合。

9. 根据权利要求1所述的方法,其中所述二胺-聚二甲基硅氧烷为氨基烷基终止的聚二甲基硅氧烷。

10. 根据权利要求1所述的方法,其中所述二醇-聚二甲基硅氧烷为羟基烷基终止的聚

二甲基硅氧烷。

11. 根据权利要求1所述的方法,其进一步包含在步骤(b)之前用二甲基乙酰亚胺稀释所述预聚物的步骤。

12. 根据权利要求11所述的方法,其中所述二胺聚二甲基硅氧烷在稀释所述预聚物期间或紧接在其之后添加或所述二胺-聚二甲基硅氧烷在步骤(b)期间添加。

13. 一种制成在聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中含有硅氧烷的所述聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的方法,其包含以下步骤:

(a) 将聚(四亚甲基醚)二醇与亚甲基二苯基二异氰酸酯混合以形成预聚物;

(b) 使氨基丙基终止的聚二甲基硅氧烷与所述预聚物反应以形成硅氧烷反应的预聚物;

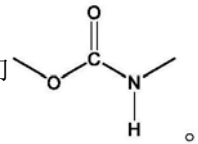
(c) 使所述硅氧烷反应的预聚物与乙二胺反应以形成纺丝溶液;和

(d) 干纺所述纺丝溶液以形成聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱,

其中以所述聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的重量计,所述聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱包含约0.1重量%到1重量%的硅氧烷,并且

其中所述氨基丙基终止的聚二甲基硅氧烷的分子量在约1,460和约5,600克/摩尔之间。

14. 根据权利要求13所述的方法,其中所述硅氧烷不含任何氨基甲酸酯基,即



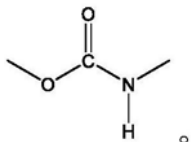
15. 根据权利要求13所述的方法,其进一步包含在步骤(b)之前用二甲基乙酰亚胺稀释所述预聚物的步骤。

16. 根据权利要求15所述的方法,其中所述二胺聚二甲基硅氧烷在稀释所述预聚物期间或紧接在其之后添加或所述二胺-聚二甲基硅氧烷在步骤(b)期间添加。

17. 根据权利要求13所述的方法,其进一步包含将2个或更多个含有所述硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱聚结在一起以形成含有硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲纤维。

18. 一种包含捆绑在一起的两个或更多个在所述聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中包含硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的弹性纤维,其中以所述纤维的重量计,所述硅氧烷的存在量大于0.01重量%并且小于6.0重量%。

19. 根据权利要求18所述的弹性纤维,其中所述硅氧烷不含任何氨基甲酸酯基,即



20. 根据权利要求18所述的弹性纤维,其中以所述纤维的重量计,所述硅氧烷的存在量为约0.05重量%到约4重量%。

21. 根据权利要求18所述的弹性纤维,其中在所述聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中的所述硅氧烷呈多个聚硅氧烷结构域的形式并且所述聚硅氧烷结构域的分子量各自在约1,460和约5,600克/摩尔之间。

22. 一种制成在聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中含有硅氧烷的所述聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的方法,其包含以下步骤:

- (a) 使大分子二醇与二异氰酸酯反应以形成预聚物;
 - (b) 使所述预聚物与二胺反应以形成纺丝溶液;
 - (c) 干纺所述纺丝溶液以形成聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱,
- 其中:

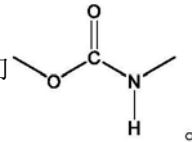
i. 在步骤(a)中,单官能羟基烷基-硅氧烷(如单官能羟基烷基-PDMS)与所述大分子二醇和所述二异氰酸酯反应;

ii. 在步骤(b)中,在所述预聚物与所述二胺反应之前,单官能氨基烷基-硅氧烷(如单官能氨基烷基-PDMS)与所述预聚物反应;或

iii. 在步骤(b)中,单官能氨基烷基-硅氧烷(如单官能氨基烷基-PDMS)同时与所述预聚物和二胺反应,并且

其中以所述聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的重量计,所述聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱包含小于或等于6重量%的硅氧烷。

23. 根据权利要求22所述的方法,其中所述硅氧烷不含任何氨基甲酸酯基,即



24. 根据权利要求22所述的方法,其中以所述聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的重量计,所述聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱包含大于0.01重量%并且小于或等于4重量%的硅氧烷。

25. 根据权利要求22所述的方法,其中所述单官能羟基烷基-硅氧烷或单官能氨基烷基-硅氧烷的分子量在约1,460和约5,600克/摩尔之间。

26. 根据权利要求22所述的方法,其进一步包含将2个或更多个含有所述硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱聚结在一起以形成含有硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲纤维。

27. 根据权利要求22所述的方法,其中所述大分子二醇选自以下组成的组:聚(四亚甲基醚)二醇、聚(四亚甲基己二酸酯)二醇、聚(氧基四亚甲基)二醇、聚(ϵ -己内酯)二醇、聚(六亚甲基碳酸酯)二醇、聚(1,2-氧亚丙基)二醇、聚(四亚甲基-共-亚乙基醚)二醇、聚(四亚甲基-共-2-甲基四亚甲基醚)二醇、聚(亚乙基醚)二醇、聚(亚丙基醚)二醇、聚碳酸酯二醇、聚酯二醇和其组合。

28. 根据权利要求27所述的方法,其中所述大分子二醇为聚(四亚甲基醚)二醇。

29. 根据权利要求27所述的方法,其中所述聚(四亚甲基醚)二醇的分子量在约1,800和约2,000克/摩尔之间。

30. 根据权利要求22所述的方法,其中所述二异氰酸酯选自以下组成的组:亚甲基二苯基二异氰酸酯、甲苯二异氰酸酯、六亚甲基二异氰酸酯、异佛尔酮二异氰酸酯、亚环己基二异氰酸酯、亚苯基二异氰酸酯、三甲基二甲苯基二异氰酸酯、二甲苯基二异氰酸酯、亚甲基二环己基二异氰酸酯和其组合。

31. 根据权利要求30所述的方法,其中所述二异氰酸酯为亚甲基二苯基二异氰酸酯。

32. 根据权利要求22所述的方法,其中所述二胺选自以下组成的组:乙二胺、甲基五亚

甲基二胺、苯二胺丁二胺、六甲基二胺、丙二胺、二甲苯二胺、环己烷二胺和其组合。

33. 根据权利要求32所述的方法,其中所述二胺为乙二胺或乙二胺和甲基五亚甲基二胺的混合物。

34. 根据权利要求22所述的方法,其中所述单官能羟基烷基-硅氧烷为单官能羟基烷基-PDMS。

35. 根据权利要求22所述的方法,其中所述单官能氨基烷基-硅氧烷为单官能氨基烷基-PDMS。

36. 根据权利要求22所述的方法,其进一步包含在步骤 (b) 之前用二甲基乙酰亚胺稀释所述预聚物的步骤。

37. 根据权利要求22所述的方法,其中所述单官能氨基烷基-硅氧烷在稀释所述预聚物期间或紧接在其之后添加或所述单官能氨基烷基-硅氧烷在步骤 (b) 期间添加。

从斯潘德克斯聚合物纺丝溶液消除硅油

技术领域

[0001] 本发明涉及干纺、湿纺或熔纺斯潘德克斯聚合物，其在不存在纺丝加工助剂如硅油（“聚二甲基硅氧烷”或“PDMS”）或硬脂酸镁（“MgSt”）的情况下纺丝时具有改进的纺丝性能和纤维或纱线特性。更具体地，本发明涉及经由用于形成氨基甲酸酯的封端反应的羟基终止的硅氧烷或用于形成脲的扩链反应的胺终止的硅氧烷并入硅氧烷（例如PDMS）作为斯潘德克斯聚合物链主链的非挥发性组分。

背景技术

[0002] 与传统的非弹性纤维相比，已知氨纶显示出增加的粘性。因为其增加的粘性，斯潘德克斯长丝可在制造期间或之后彼此粘着或替代地粘附到各种表面。

[0003] 过去已经尝试在不存在纺丝助剂如纺丝硅油（PDMS）或纺丝硬脂酸镁（MgSt）的情况下经由纺丝方法由斯潘德克斯聚合物溶液制备斯潘德克斯纤维。由于不可接受的纺丝性能（例如，早成熟的长丝孪晶、单元断裂、纤维粘附到纺丝单元壁、纱线离开聚结射流和纱线在聚结射流中轻拂）和差的纱线特性（差的拉伸特性、差的内聚力和高沿端部旦尼尔变化），这些尝试尚未成功。添加少量的PDMS或MgSt，其在纺丝单元中的纤维表面开花，改变纤维表面能和摩擦特性。

[0004] 已发现存在约0.5%的纺丝PDMS或MgSt大大减少早成熟的长丝孪晶、纤维粘附到纺丝单元壁、纱线离开聚结射流和纱线在聚结射流中轻拂。不利的是，将PDMS添加到聚合物纺丝溶液已导致浆料组成和稳定性问题（尤其含硬脂酸盐的浆料）。此外，PDMS离开聚合物溶液并且在纺丝单元的出口处的二甲基乙酰胺（DMAc）溶剂冷凝物中出现。在DMAc回收方法中从DMAc中去除PDMS是能量密集且成本高的方法。

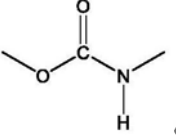
[0005] 目前斯潘德克斯纤维制造商将PDMS或MgSt添加到纺丝溶液。如上文所论述，纺丝硅油方法导致浆料质量和DMAc回收成本增加的问题。

[0006] 已发现，纺丝MgSt方法大大减少了早成熟的长丝孪晶、纤维粘附到纺丝单元壁纱线离开聚结射流和纱线在聚结射流中轻拂。在纺丝单元中的纤维表面开花（改变纤维表面能和摩擦特性）的MgSt为非挥发性添加剂。然而，MgSt方法的缺点是MgSt具有低熔点并且必须在约50℃下注入并且必须在约50℃纺丝溶液温度下纺丝以维持MgSt呈液态。另外，含MgSt纺丝溶液不得加热然后冷却；这样做导致MgSt分解随后再结晶，这产生不可接受高的溶液过滤器积垢率和不可接受短的溶液过滤器寿命。这些MgSt温度限制不适合于某些斯潘德克斯纺丝方法。此外，已示出使用MgSt作为纺丝加工助剂可缩短喷丝头寿命（由于在喷丝头毛细管中不可溶物质的沉积）并引起差的纺丝连续性（纱线纺丝单元断裂）。

[0007] 美国专利第3,725,000号公开具有与其反应的为硅氧烷的润滑修饰的斯潘德克斯组合物。使用的硅氧烷具有通式：

[0008] $R_n(CH_3)_{3-n}Si\{OSi(CH_3)_2\}_x\{OSi(CH_3)R\}_yOSi(CH_3)_{3-n}R_n$

[0009] 其中y为整数，R为 $\text{---R}'\text{---X}_a\text{---R}''\text{---}\overset{\text{O}}{\parallel}\text{---C---}\overset{\text{H}}{\text{N}}\text{---R}'''$ ，并且c为1或2。因此，使用的硅氧烷

必须含有氨基甲酸酯基,即  此外,本公开指示,如果仅或完全甲基取代的硅原子

与R(包括氨基甲酸酯基)取代的硅原子的比率“超过约300:1,那么褪色成为问题,显然由于在硅氧烷和纤维之间的不足量的反应”。(第5栏,11.47-56.)

[0010] 需要具有由干纺斯潘德克斯聚合物制成弹性纤维或纱线的方法,所述斯潘德克斯聚合物具有改进的纺丝性能和纤维或纱线特性,其在没有纺丝加工助剂如硅油(“聚二甲基硅氧烷”或“PDMS”)或硬脂酸镁(“MgSt”)的情况下纺丝,和由这类方法生产的弹性纤维或纱线。

发明内容

[0011] 为了提供需要的方法和弹性纤维或纱线,PDMS经由用于封端反应的羟基终止的PDMS或恰好在扩链反应之前或期间在稀释的封端二醇中的胺终止的PDMS,或两者,作为斯潘德克斯聚合物链的非挥发性组分并入。

[0012] 在本发明的一个实施例中,提供一种制成在聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中含有硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的方法,其包括以下步骤:(a)使大分子二醇与二异氰酸酯反应以形成预聚物;(b)使预聚物与二胺反应以形成纺丝溶液;(c)干纺纺丝溶液以形成聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱,其中:i.在步骤(a)中,二醇-聚二甲基硅氧烷与大分子二醇和二异氰酸酯反应;和/或ii.在步骤(b)中,在预聚物与二胺反应之前,二胺-聚二甲基硅氧烷与预聚物反应;和/或iii.在步骤(b)中,二胺-聚二甲基硅氧烷同时与预聚物和二胺反应,并且其中以聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的重量计,聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱包含小于或等于6重量%的硅氧烷。

[0013] 在本发明的另一个实施例中,提供一种制成在聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中含有硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的方法,其包含以下步骤:(a)将聚(四亚甲基醚)二醇与亚甲基二苯基二异氰酸酯混合以形成预聚物;(b)使氨基丙基终止的聚二甲基硅氧烷与预聚物反应以形成硅氧烷反应的预聚物;(c)使硅氧烷反应的预聚物与乙二胺反应以形成纺丝溶液;和(d)干纺纺丝溶液以形成聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱,其中以聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的重量计,聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱包含约0.01重量%到4重量%的硅氧烷,并且其中氨基丙基终止的聚二甲基硅氧烷的分子量在约1,460和约5,600克/摩尔之间。

[0014] 在本发明的另一实施例中,提供一种制备在聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中含有硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的方法,其包括以下步骤:(a)使大分子二醇与二异氰酸酯反应以形成预聚物;(b)使预聚物与二胺反应以形成纺丝溶液;(c)干纺纺丝溶液以形成聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱,其中:i.在步骤(a)中,二醇-聚二甲基硅氧烷与大分子二醇和二异氰酸酯反应;ii.在步骤(b)中,在预聚物与二胺反应之前,二胺-聚二甲基硅氧烷与预聚物反应;或iii.在步骤(b)中,二胺-聚二甲基硅氧烷同时与预聚物和二胺反应,并且其中以聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的重量计,聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱包含小于或等于6重量%的硅氧烷,并且其中硅氧烷不含任何氨基甲酸酯基。

[0015] 在本发明的又一实施例中,提供一种制成在聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中含有硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的方法,其包含以下步骤:(a)将聚(四亚甲基醚)二醇与亚甲基二苯基二异氰酸酯混合以形成预聚物;(b)使氨基丙基终止的聚二甲基硅氧烷与预聚物反应以形成硅氧烷反应的预聚物;(c)使硅氧烷反应的预聚物与乙二胺反应以形成纺丝溶液;和(d)干纺纺丝溶液以形成聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱,其中以聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的重量计,聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱包含约0.01重量%到4重量%的硅氧烷,并且其中氨基丙基终止的聚二甲基硅氧烷的分子量在约1,460和约5,600克/摩尔之间,并且其中硅氧烷不含任何氨基甲酸酯基。

[0016] 本发明的实施例中,提供一种弹性纤维,其包括捆绑在一起的两个或更多个在聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中包括硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱,其中以纤维的重量计,硅氧烷的存在量大于或等于0.01重量%并且小于或等于4.0重量%。

[0017] 在本发明的另一实施例中,提供一种弹性纤维,其包括捆绑在一起的两个或更多个在聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中包括硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱,其中以纤维的重量计,硅氧烷的存在量大于或等于0.01重量%并且小于或等于4重量%,并且其中硅氧烷不含任何氨基甲酸酯基。

[0018] 在本发明的又一实施例中,提供一种制成在聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中含有硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的方法,其包括以下步骤:(a)使大分子二醇与二异氰酸酯反应以形成预聚物;(b)使预聚物与二胺反应以形成纺丝溶液;(c)干纺纺丝溶液以形成聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱,其中:i.在步骤(a)中,单官能羟基烷基-硅氧烷(如单官能羟基烷基-PDMS)与大分子二醇和二异氰酸酯反应;ii.在步骤(b)中,在预聚物与二胺反应之前,单官能氨基烷基-硅氧烷(如单官能氨基烷基-PDMS)与预聚物反应;或iii.在步骤(b)中,单官能氨基烷基-硅氧烷(如单官能氨基烷基-PDMS)同时与预聚物和二胺反应,并且其中以聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的重量计,聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱包含小于或等于6重量%的硅氧烷。

[0019] 在本发明的又一实施例中,提供一种制成在聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中含有硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的方法,其包括以下步骤:(a)使大分子二醇与二异氰酸酯反应以形成预聚物;(b)使预聚物与二胺反应以形成纺丝溶液;(c)干纺纺丝溶液以形成聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱,其中:i.在步骤(a)中,单官能羟基烷基-硅氧烷(如单官能羟基烷基-PDMS)与大分子二醇和二异氰酸酯反应;ii.在步骤(b)中,在预聚物与二胺反应之前,单官能氨基烷基-硅氧烷(如单官能氨基烷基-PDMS)与预聚物反应;或iii.在步骤(b)中,单官能氨基烷基-硅氧烷(如单官能氨基烷基-PDMS)同时与预聚物和二胺反应,并且其中以聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的重量计,聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱包含小于或等于6重量%的硅氧烷,并且其中硅氧烷不含任何氨基甲酸酯基。

具体实施方式

[0020] 在更详细地描述本公开之前,应理解本公开不限于所描述的具体实施例,因而当然可变化。还应理解,本文所使用的术语仅出于描述具体实施例的目的,并且不旨在为限制性的,因为本公开的范围将仅受到所附权利要求书限制。

[0021] 除非另外规定,否则本文所使用的所有技术和科学术语具有与本公开所属领域的一般技术人员通常所理解相同的含义。尽管在本公开的实践或测试中也可使用与本文所描述的方法和材料类似或等效的任何方法和材料,但是现在描述优选的方法和材料。

[0022] 本说明书中所引用的所有出版物和专利都以引用的方式并入本文中,就如同特定地并单独地指示每一个别出版物或专利以引用的方式并入,并以引用的方式并入本文中以结合所引用的出版物来公开和描述方法和/或材料。对任何出版物的引用是针对申请日之前的其公开内容,且不应解释为承认本公开无权先于依靠先前公开内容的这类出版物。另外,所提供的公开日期可不同于可能需要独立确认的实际公开日期。

[0023] 如所属领域的技术人员在阅读本公开之后将显而易见,本文中所描述和说明的个别实施例中的每一个具有离散组件和特征,其可在不脱离本公开的范围或精神的情况下,容易地与任何其它若干实施例的特征分离或组合。任何所述方法可以所述事件的顺序或以逻辑上可能的任何其它顺序来进行。

[0024] 除非另外指示,否则本公开的实施例将采用在所属领域的技能内的化学、织物、纺织物等的技术。这类技术在文献中有充分解释。

[0025] 提出以下实例以便向所属领域的普通技术人员提供如何执行所述方法和使用本文中所公开和要求的组合物和化合物的完整公开内容和说明。已努力确保关于数字(例如量、温度等)的准确性,但是应考虑一些误差和偏差。除非另外指示,否则份数为重量份,温度以 $^{\circ}\text{C}$ 为单位,并且压力以大气压为单位。标准温度和压力被定义为 25°C 和1大气压。

[0026] 在详细描述本公开的实施例之前,应理解,除非另外指示,否则本公开不限于具体材料、试剂、反应材料、制造方法等,因而当然可变化。还应该理解,在本文中所用的术语仅出于描述具体实施例的目的,并且不旨在为限制性的。在本公开中还可能以不同顺序执行步骤,这在逻辑上是可能的。

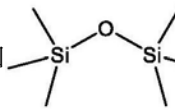
[0027] 必须指出,除非上下文另外明确指明,否则如在说明书和所附权利要求书中所使用,单数形式“一(a/an)”和“所述(the)”包括多个指示物。因此,例如,提及“一个支撑物”包括多个支撑物。在本说明书和后面的权利要求书中,除非明显为相反意图,否则将提及应被定义为具有以下含义的多个术语。

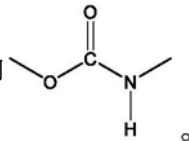
[0028] 定义

[0029] 如本文所用,术语“单纱”或“纤维”是指可为单丝或聚结的长丝的组的丝状材料,其可用于织物和纱线纺织物制作。一个或多个单纱或纤维可用于生产织物或纱线。纱线可根据所属领域中已知的方法充分拉伸或纹理化。“单纱”和“纤维”在本文中可互换地使用。

[0030] 如本文所用,“斯潘德克斯”是指合成聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲纤维,其中形成纤维的物质为包含约85重量%或更多的嵌段聚氨基甲酸酯的长链合成弹性体,其中视为聚氨基甲酸酯脲为这类聚氨基甲酸酯的子类。这类合成纤维可缠绕在圆柱形芯上以形成供应包。斯潘德克斯组合物可通过熔纺、润纺或干纺丝方法制备并且可具有任何各种横截面,如圆横截面或扁平“带状”横截面。替代地,可浇铸并且干燥聚氨基甲酸酯溶液以形成“带”配置。

[0031] 如本文所用,“聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链”是指构成大部分聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲纤维的嵌段聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲。

[0032] 如本文所用,术语“硅氧烷”是指包括硅-氧-硅键,例如  的组合物。硅氧烷可包括聚合硅氧烷和支化硅氧烷。优选的硅氧烷为PDMS。优选的硅氧烷为不含任何氨基甲酸酯基的那些。

[0033] 如本文所用,术语“氨基甲酸酯基”是指为氨基甲酸的酯的基团,即 。

[0034] 讨论

[0035] 本公开的实施例提供含有并入纤维主链的硅氧烷的弹性纤维、制备纤维的方法、使用此纤维的方法、包括纤维的层压物、包括纤维的织物、包括纤维的服装和纺织物等。本公开的实施例改进纱线的纺丝性能。本公开的实施例改进纱线的白度保持力。本公开的实施例改进由于在拉伸条件下热处理的能力损耗的抗性。

[0036] 在本发明的一个实施例中,提供一种制成在聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中含有硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的方法,其包括以下步骤:(a)使大分子二醇与二异氰酸酯反应以形成预聚物;(b)使预聚物与二胺反应以形成纺丝溶液;(c)干纺纺丝溶液以形成聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱,其中:i.在步骤(a)中,二醇-聚二甲基硅氧烷与大分子二醇和二异氰酸酯反应;和/或ii.在步骤(b)中,在预聚物与二胺反应之前,二胺-聚二甲基硅氧烷与预聚物反应;和/或iii.在步骤(b)中,二胺-聚二甲基硅氧烷同时与预聚物和二胺反应,并且其中以聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的重量计,聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱包含小于或等于6重量%的硅氧烷。

[0037] 在实施例中,以聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的重量计,通过本发明方法制成的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱包括约6重量%或更少的硅氧烷。在本发明的实施例中,以聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的重量计,通过本发明方法制成的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱包括约0.01重量%到约4重量%硅氧烷。在本发明的实施例中,以聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的重量计,通过本发明方法制成的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱包括约0.025重量%到约2重量%硅氧烷。在本发明的实施例中,以聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的重量计,通过本发明方法制成的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱包括约0.05重量%、0.1重量%、约0.2重量%、约0.3重量%、约0.4重量%、约0.5重量%、约0.6重量%、约0.7重量%、约0.8重量%、约0.9重量%、约1重量%、约2重量%、约3重量%、约4重量%或约5重量%硅氧烷。

[0038] 用于产生本公开的聚氨基甲酸酯单纱的聚氨基甲酸酯聚合物可大体上在“一步”或“两步”聚合物方法中形成。在一步聚合方法中,聚合二醇(即,大分子二醇)的混合物与例如二异氰酸酯和二醇扩链剂反应以形成聚氨基甲酸酯聚合物。在两步聚合物方法中,NCO-终止预聚物(即,封端的二醇)的混合物与例如二醇扩链剂反应。聚氨基甲酸酯可在没有溶剂的情况下制备并且熔纺。此外,聚氨基甲酸酯可有溶剂,如二甲基乙酰胺、二甲基甲酰胺或N-甲基吡咯烷酮的情况下制备并且干纺(在氮气、空气或任何其它合适的期望气体中)或润纺。

[0039] 用于产生本公开的聚氨基甲酸酯脲单纱的聚氨基甲酸酯脲聚合物可大体上通过

用例如二异氰酸酯封端大分子二醇(即,大分子的二醇)以形成预聚物来制备。预聚物(即,封端的二醇)然后可在合适的溶剂(例如,二甲基乙酰胺(DMAc)、N-甲基吡咯烷酮、二甲基甲酰胺等)中溶解或稀释。封端的二醇然后可用扩链剂(如二胺)以形成聚氨基甲酸酯脲来扩链以形成纺丝溶液。聚氨基甲酸酯脲纺丝溶液可干纺(在氮气、空气或任何其它合适的期望气体中)或润纺。

[0040] 适用于制备纤维或长链合成聚合物的聚氨基甲酸酯脲组合物包括至少85重量%的嵌段聚氨基甲酸酯。通常,这些包括聚合二醇,其与二异氰酸酯反应以形成NCO-终止的预聚物(“封端的二醇”),其然后溶解于中合适的溶剂,如二甲基乙酰胺、二甲基甲酰胺或N-甲基吡咯烷酮,并且其次与双官能扩链剂反应。

[0041] 当扩链剂为二胺时,形成聚氨基甲酸酯脲(聚氨基甲酸酯的子类)。在制备可纺丝成斯潘德克斯的聚氨基甲酸酯脲聚合物时,二醇通过羟基端基与二异氰酸酯和一种或多种二胺的顺序反应扩链。在每种情况下,二醇必须经历扩链以提供具有必需特性(包括粘度)的聚合物。如果需要二月桂酸二丁基锡、辛酸亚锡、无机酸、叔胺(如三乙胺、N,N'-二甲基哌嗪等)和其它已知催化剂可用于辅助封端步骤。

[0042] 本发明的实施例中,硅氧烷通过以下引入到聚氨基甲酸酯单纱的主链:1)在形成最终聚合物期间在存在二醇扩链剂的情况下使二醇-硅氧烷与大分子二醇和二异氰酸酯反应(在一步法中)或2)在形成预聚物(在没有二醇扩链剂的情况下)期间使二醇-硅氧烷与大分子二醇和二异氰酸酯反应并且使预聚物与二醇扩链剂反应以形成纺丝溶液(在两步法中),或3)在形成预聚物(在没有二醇扩链剂的情况下)期间使大分子二醇和二异氰酸酯反应并且使预聚物与二醇-硅氧烷和二醇扩链剂反应以形成纺丝溶液(在两步法中),或4)在形成预聚物(在没有二醇扩链剂的情况下)期间使二醇-硅氧烷与大分子二醇和二异氰酸酯反应并且使预聚物与二醇-硅氧烷和二醇扩链剂反应以形成纺丝溶液(在两步法中)。

[0043] 本发明的实施例中,硅氧烷通过以下引入到聚氨基甲酸酯单纱的主链:1)在形成预聚物期间使二醇-硅氧烷与大分子二醇和二异氰酸酯反应并且使预聚物与二胺扩链剂反应以形成纺丝溶液,或2)在形成预聚物期间使二醇-硅氧烷与大分子二醇和二异氰酸酯反应并且在预聚物与二胺扩链剂反应之前使预聚物与二胺-硅氧烷反应以形成纺丝溶液,或3)在形成预聚物期间使二醇-硅氧烷与大分子二醇和二异氰酸酯反应并且在预聚物与二胺扩链剂反应期间使预聚物与二胺-硅氧烷反应以形成纺丝溶液,或4)在形成预聚物期间使二醇-硅氧烷与大分子二醇和二异氰酸酯反应并且在预聚物与二胺扩链剂反应之前或期间使预聚物与二胺-硅氧烷反应以形成纺丝溶液,或5)在形成预聚物期间使大分子二醇和二异氰酸酯反应并且使预聚物在与二胺扩链剂之前与二胺-硅氧烷反应以形成纺丝溶液,或6)在形成预聚物期间使大分子二醇和二异氰酸酯反应并且在预聚物与二胺扩链剂反应期间使预聚物与二胺-硅氧烷反应以形成纺丝溶液,或7)在形成预聚物期间使大分子二醇和二异氰酸酯反应并且在预聚物与二胺扩链剂反应之前和期间使预聚物与二胺-硅氧烷反应以形成纺丝溶液。

[0044] 在本发明的实施例中,在用合适的溶剂(如二甲基乙酰胺、二甲基甲酰胺或N-甲基吡咯烷酮)稀释预聚物之前或在形成预聚物期间添加二醇-硅氧烷(例如二醇-PDMS)。在本发明的实施例中,在用合适的溶剂(如二甲基乙酰胺、二甲基甲酰胺或N-甲基吡咯烷酮)稀释预聚物期间或紧接在其之后添加二胺-硅氧烷(例如二胺-PDMS)。在本发明的实施例中,在

预聚物与二胺扩链剂反应之前、在其期间,或在其之前和在其期间两者添加二胺-硅氧烷(例如二胺-PDMS)。在本发明的实施例中,在用合适的溶剂(如二甲基乙酰胺、二甲基甲酰胺或N-甲基吡咯烷酮)稀释预聚物之前在形成预聚物期间添加二醇-硅氧烷(例如二醇-PDMS),并且在用合适的溶剂(如二甲基乙酰胺、二甲基甲酰胺或N-甲基吡咯烷酮)稀释预聚物期间或紧接在其之后添加二胺-硅氧烷(例如二胺-PDMS)。在本发明的实施例中,在用合适的溶剂(如二甲基乙酰胺、二甲基甲酰胺或N-甲基吡咯烷酮)稀释预聚物之前在形成预聚物期间添加二醇-硅氧烷(例如二醇-PDMS),并且在用合适的溶剂(如二甲基乙酰胺、二甲基甲酰胺或N-甲基吡咯烷酮)稀释预聚物期间或紧接在其之后添加二胺-硅氧烷(例如二胺-PDMS),并且在预聚物与二胺扩链剂反应期间添加二胺-硅氧烷(例如二胺-PDMS)。在本发明的实施例中,在用合适的溶剂(如二甲基乙酰胺、二甲基甲酰胺或N-甲基吡咯烷酮)稀释预聚物之前在形成预聚物期间添加二醇-硅氧烷(例如二醇-PDMS),并且在预聚物与二胺扩链剂反应之前、在其期间或在其之前和在其期间两者添加二胺-硅氧烷(例如二胺-PDMS)。

[0045] 在本发明的实施例中,二醇-硅氧烷为二醇-PDMS。在本发明的实施例中,二醇-PDMS为羟基烷基终止的PDMS。

[0046] 在本发明的实施例中,二胺-硅氧烷为二胺-PDMS。在本发明的实施例中,二胺-PDMS为氨基烷基终止的PDMS。在本发明的实施例中,氨基烷基终止的PDMS为氨基丙基终止的PDMS。

[0047] 在本发明的实施例中,二醇-PDMS或二胺-PDMS的分子量为约15,000克/摩尔或更少。在本发明的实施例中,二醇-PDMS或二胺-PDMS的分子量在约500和约15,000克/摩尔之间。在本发明的实施例中,二醇-PDMS或二胺-PDMS的分子量在约1,000和约10,000克/摩尔之间。在本发明的实施例中,二醇-PDMS或二胺-PDMS的分子量在约1,460和约5,600克/摩尔之间。

[0048] 在本发明的其它实施例中,硅氧烷通过以下引入到聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的主链:1)在形成最终聚合物(在一步法中,在存在扩链剂二醇的情况下)或预聚物(在两步法中在没有扩链剂二醇的情况下)期间使单官能羟基烷基-硅氧烷(如单官能羟基烷基-PDMS)与大分子二醇和二异氰酸酯反应。和/或2)在预聚物与二胺或二醇反应之前和/或在其期间使预聚物与单官能氨基烷基-硅氧烷(如单官能氨基烷基-PDMS)反应以形成纺丝溶液。

[0049] 在本发明的另一个实施例中,提供一种制成在聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中含有硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的方法,其包括以下步骤:(a)使大分子二醇与二异氰酸酯反应以形成预聚物;(b)使预聚物与二胺反应以形成纺丝溶液;(c)干纺纺丝溶液以形成聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱,其中:i.在步骤(a)中,单官能羟基烷基-硅氧烷(如单官能羟基烷基-PDMS)与大分子二醇和二异氰酸酯反应;和/或ii.在步骤(b)中,在预聚物与二胺反应之前,单官能氨基烷基-硅氧烷(如单官能氨基烷基-PDMS)与预聚物反应;和/或iii.在步骤(b)中,单官能氨基烷基-硅氧烷(如单官能氨基烷基-PDMS)同时与预聚物和二胺反应,并且其中以聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的重量计,聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱包含小于或等于6重量%的硅氧烷。

[0050] 可在没有溶剂的情况下制成的在聚合物主链中具有硅氧烷的聚氨基甲酸酯可熔纺和/或可用作在熔纺混合物中的添加剂。在聚合物主链中具有硅氧烷的聚氨基甲酸酯或

聚氨基甲酸酯脲可在可包含纺丝溶液和/或用作在纺丝溶液混合物中的添加剂的溶剂(如二甲基乙酰胺、二甲基甲酰胺或N-甲基吡咯烷酮)存在下制成。然后通过纺丝熔融聚合物或纺丝溶液形成聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱。纺丝溶液可润纺或干纺方法。在干纺时,将纺丝溶液泵送通过多个孔的纺丝头(模具)。在单纱离开纺丝头时,气体(如空气或氮气)用于去除溶剂,使得纤维固化并且可收集纤维。在湿纺时,将单纱直接挤出到液体浴中。挤出到液体中比单纱直接挤出到空气中在长丝上提供更高拖拽力,因此挤出速度小于在干纺的情况下。纺丝溶液挤出到液体中将溶剂抽出,仅留下聚合物。湿纺基于当聚合物被牵引通过纺丝头到非溶剂中时聚合物的沉淀。纺丝可为多组分纺丝(如在Steven W.Smith等人的US2012/0034834 A1中提及)。多组分干纺纤维包括横截面,其中至少所述横截面的第一区域包括弹性体聚氨基甲酸酯,或聚胺甲酸酯脲,或其混合物;并且包括至少一个附加区域,其包括弹性体聚氨基甲酸酯,或聚胺甲酸酯脲,或其混合物和至少一种非挥发性聚合PDMS组分。通过润、干或多组分纺丝方法生产的单纱可具有一种或多种长丝,如单根单丝、双股(两根长丝)、三根长丝等。在纤维具有多于一根长丝的情况下,每根长丝可包括具有两个或更多个区域的多个组分横截面。

[0051] 在实施例中,合适的大分子二醇包括但不限于数均分子量为约600到3,500的聚醚二醇、聚碳酸酯二醇和聚酯二醇。可包括两种或更多种聚合二醇或共聚物的混合物。

[0052] 在实施例中,可使用的聚醚二醇的实例包括但不限于具有两个羟基、来自环氧乙烷、环氧丙烷、氧杂环丁烷、四氢呋喃和3-甲基四氢呋喃的开环聚合和/或共聚,或来自在每个分子中具有小于12个碳原子的多元醇(如二醇或二醇混合物),如乙二醇、1,3-丙二醇、1,4-丁二醇、1,5-戊二醇、1,6-己二醇、2,2-二甲基-1,3-丙二醇、3-甲基-1,5-戊二醇、1,7-庚二醇、1,8-辛二醇、1,9-壬二醇、1,10-癸二醇和1,12-十二烷二醇的缩合聚合的那些二醇。官能度为2的分子量为约1,700到约2,100的聚(四亚甲基醚)二醇,如Terathane® 1800(堪萨斯州威奇托的英威达(INVISTA of Wichita,Kans.))为特定合适的二醇的实例。共聚物可包括聚(四亚甲基-共-亚乙基醚)二醇。

[0053] 在实施例中,可使用的聚酯多元醇的实例包括但不限于通过在每个分子中具有不大于12个碳原子的低分子量的脂肪族多元羧酸和多元醇或其混合物缩合聚合产生的具有两个羟基的那些酯二醇。合适的多元羧酸的实例包括但不限于丙二酸、丁二酸、戊二酸、己二酸、庚二酸、辛二酸、壬二酸、癸二酸、十一烷二酸和十二烷二酸。用于制备聚酯多元醇的合适的多元醇的实例包括但不限于乙二醇、1,3-丙二醇、1,4-丁二醇、1,5-戊二醇、1,6-己二醇、新戊二醇、3-甲基-1,5-戊二醇、1,7-庚二醇、1,8-辛二醇、1,9-壬二醇、1,10-癸二醇和1,12-十二烷二醇。熔融温度为约5°C到50°C的线性双官能聚酯多元醇为特定聚酯多元醇的实例。

[0054] 在实施例中,可使用的聚碳酸酯多元醇的实例包括但不限于通过在每个分子中具有不大于12个碳原子的低分子量光气、氯甲酸酯、碳酸二烷基酯或碳酸二烯丙酯和脂肪族多元醇或其混合物的缩合聚合产生的具有两个或更多个羟基的那些碳酸酯二醇。用于制备聚碳酸酯多元醇的合适的多元醇的实例包括但不限于二乙二醇、1,3-丙二醇、1,4-丁二醇、1,5-戊二醇、1,6-己二醇、新戊二醇、3-甲基-1,5-戊二醇、1,7-庚二醇、1,8-辛二醇、1,9-壬二醇、1,10-癸二醇和1,12-十二烷二醇。熔融温度为约5°C到约°C的线性双官能聚碳酸酯多元醇为特定聚碳酸酯多元醇的实例。

[0055] 在本发明的实施例中,优选的大分子二醇选自以下组成的组:聚(四亚甲基醚)二醇、聚(四亚甲基己二酸酯)二醇、聚(氧基四亚甲基)二醇、聚(ϵ -己内酯)二醇、聚(六亚甲基碳酸酯)二醇、聚(1,2-氧亚丙基)二醇、聚(四亚甲基-共-亚乙基醚)二醇、聚(四亚甲基-共-2-甲基四亚甲基醚)二醇、聚(亚乙基醚)二醇、聚(亚丙基醚)二醇、聚碳酸酯二醇、聚酯二醇和其组合。

[0056] 在本发明的实施例中,大分子二醇为聚(四亚甲基醚)二醇。在本发明的实施例中,大分子二醇为分子量在约600和约3,500克/摩尔之间,或在约1,600和约2,300克/摩尔之间,或在约1,800和约2,000克/摩尔之间聚(四亚甲基醚)二醇。

[0057] 在实施例中,二异氰酸酯可包括单一二异氰酸酯或不同二异氰酸酯的混合物,包括含有4,4'-亚甲基双(苯基异氰酸酯)和2,4'-亚甲基双(苯基异氰酸酯)的二苯基甲烷二异氰酸酯(MDI)的异构体混合物。可包括任何合适的芳香族或脂肪族二异氰酸酯。可使用的二异氰酸酯的实例包括但不限于亚甲基二苯基二异氰酸酯、甲苯二异氰酸酯、六亚甲基二异氰酸酯、异佛尔酮二异氰酸酯、亚环己基二异氰酸酯、亚苯基二异氰酸酯、三甲基二甲苯基二异氰酸酯、二甲苯基二异氰酸酯、亚甲基二环己基二异氰酸酯、4,4'-亚甲基双(苯基异氰酸酯)、2,4'-亚甲基双(苯基异氰酸酯)、4,4'-亚甲基双(环己基异氰酸酯)、1,3-二异氰酸-4-甲基-苯、2,2'-甲苯二异氰酸酯、2,4'-甲苯二异氰酸酯和其混合物。

[0058] 在本发明的实施例中,二异氰酸酯为亚甲基二苯基二异氰酸酯。

[0059] 在实施例中,扩链剂可为用于聚氨基甲酸酯脲的水或二胺扩链剂。根据聚氨基甲酸酯脲和所得纤维的所需特性可包括不同扩链剂的组合。合适的二胺扩链剂的实例包括但不限于:乙二胺、甲基五亚甲基二胺、苯二胺丁二胺、六甲基二胺、丙二胺、二甲苯二胺、环己烷二胺、胼;1,2-乙二胺;1,4-丁二胺;1,2-丁二胺;1,3-丁二胺;1,3-二氨基-2,2-二甲基丁烷;1,6-己二胺;1,12-十二烷二胺;1,2-丙二胺;1,3-丙二胺;2-甲基-1,5-戊二胺;1-氨基-3,3,5-三甲基-5-氨基甲基环己烷;2,4-二氨基-1-甲基环己烷;N-甲胺基-双(3-丙胺);1,2-环己二胺;1,4-环己二胺;4,4'-亚甲基-双(环己胺);异佛尔酮二胺;2,2-二甲基-1,3-丙二胺;间-四甲基二甲苯二胺;1,3-二氨基-4-甲基环己烷;1,3-环己烷二胺;1,1-亚甲基-双(4,4'-二氨基己烷);3-氨基甲基-3,5,5-三甲基环己烷;1,3-戊二胺(1,3-二胺基戊烷);间二甲苯二胺;和Jeffamine®(亨茨曼(Huntsman))。

[0060] 在本发明的实施例中,二胺为乙二胺或乙二胺和甲基五亚甲基二胺的混合物。

[0061] 当需要聚氨基甲酸酯时,扩链剂为二醇。可使用的这类二醇的实例包括但不限于乙二醇、1,3-丙二醇、1,2-丙二醇、3-甲基-1,5-戊二醇、2,2-二甲基-1,3-丙二醇、2,2,4-三甲基-1,5-戊二醇、2-甲基-2-乙基-1,3-丙二醇、1,4-双(羟基乙氧基)苯和1,4-丁二醇、己二醇和其混合物。

[0062] 在实施例中,可任选地包括单官能醇或伯/仲单官能胺以控制聚合物的分子量。还可包括一种或多种单官能醇与一种或多种单官能胺的共混物。适用于本公开的单官能醇的实例包括但不限于选自以下组成的组至少一个成员:具有1到18个碳的脂肪族和环脂族伯和仲醇、酚、取代的酚、分子量小于约750(包括分子量小于500)的乙氧基化烷基酚和乙氧基化脂肪醇、羟胺、羟基甲基和羟基乙基取代的叔胺、羟基甲基和羟基乙基取代的杂环化合物,和其组合,包括糠醇、四氢糠醇、N-(2-羟基乙基)丁二酰亚胺、4-(2-羟基乙基)吗啉、甲醇、乙醇、丁醇、新戊醇、己醇、环己醇、环己烷甲醇、苄醇、辛醇、十八醇、N,N-二乙基羟胺、2-

(二乙氨基)乙醇、2-二甲氨基乙醇和4-哌啶乙醇和其组合。合适的单官能二烷基胺阻断剂的实例包括(但不限于):N,N-二乙胺、N-乙基-N-丙胺、N,N-二异丙胺、N-叔丁基-N-甲胺、N-叔丁基-N-苯甲胺、N,N-二环己胺、N-乙基-N-异丙胺、N-叔丁基-N-异丙胺、N-异丙基-N-环己胺、N-乙基-N-环己胺、N,N-二乙醇胺和2,2,6,6-四甲基哌啶。

[0063] 在本发明的另一个实施例中,提供一种制成在聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中含有硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的方法,其包含以下步骤:(a)将聚(四亚甲基醚)二醇与亚甲基二苯基二异氰酸酯混合以形成预聚物;(b)使氨基丙基终止的聚二甲基硅氧烷与预聚物反应以形成硅氧烷反应的预聚物;(c)使硅氧烷反应的预聚物与乙二胺反应以形成纺丝溶液;和(d)干纺纺丝溶液以形成聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱,其中以聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的重量计,聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱包含约0.01重量%到4重量%的硅氧烷,并且其中氨基丙基终止的聚二甲基硅氧烷的分子量在约1,460和约5,600克/摩尔之间。

[0064] 在本发明的另一实施例中,提供一种制成在聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中含有硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的方法,其包括以下步骤:(a)使大分子二醇与二异氰酸酯反应以形成预聚物;(b)使预聚物与二胺反应以形成纺丝溶液;(c)干纺纺丝溶液以形成聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱,其中:i.在步骤(a)中,二醇-聚二甲基硅氧烷与大分子二醇和二异氰酸酯反应;和/或ii.在步骤(b)中,在预聚物与二胺反应之前,二胺-聚二甲基硅氧烷与预聚物反应;和或iii.在步骤(b)中,二胺-聚二甲基硅氧烷同时与预聚物和二胺反应,并且其中以聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的重量计,聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱包含小于或等于6重量%的硅氧烷,并且其中硅氧烷不含任何氨基甲酸酯基。

[0065] 在本发明的又一实施例中,提供一种制成在聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中含有硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的方法,其包含以下步骤:(a)将聚(四亚甲基醚)二醇与亚甲基二苯基二异氰酸酯混合以形成预聚物;(b)使氨基丙基终止的聚二甲基硅氧烷与预聚物反应以形成硅氧烷反应的预聚物;(c)使硅氧烷反应的预聚物与乙二胺反应以形成纺丝溶液;和(d)干纺纺丝溶液以形成聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱,其中以聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的重量计,聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱包含约0.01重量%到4重量%的硅氧烷,并且其中氨基丙基终止的聚二甲基硅氧烷的分子量在约1,460和约5,600克/摩尔之间,并且其中硅氧烷不含任何氨基甲酸酯基。

[0066] 在本发明的实施例中,聚结两个或更多个在聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中包括硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱以形成含有硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲纤维。

[0067] 本发明的实施例中,提供弹性纤维,其包括捆绑在一起的两个或更多个在聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中包括硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱,其中以纤维的重量计,硅氧烷的存在量大于0.01重量%并且小于或等于6重量%。

[0068] 在本发明的另一实施例中,提供一种弹性纤维,其包括捆绑在一起的两个或更多个在聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中包括硅氧烷的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱,其中以纤维的重量计,硅氧烷的存在量大于0.01重量%并且小于或等于6重量%,并且其中硅氧烷不含任何氨基甲酸酯基。

[0069] 在本发明的实施例中,在弹性纤维的两个或更多个聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中的硅氧烷呈多个聚硅氧烷结构域的形式,并且聚硅氧烷结构域的分子量各自为约15,000克/摩尔或更少。在本发明的实施例中,在弹性纤维的两个或更多个聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中的硅氧烷呈多个聚硅氧烷结构域的形式,并且聚硅氧烷结构域的分子量各自为约500和15,000克/摩尔。在本发明的实施例中,在弹性纤维的两个或更多个聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中的硅氧烷呈多个聚硅氧烷结构域的形式,并且聚硅氧烷结构域的分子量各自为约1,000和约10,000克/摩尔。在本发明的实施例中,在弹性纤维的两个或更多个聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲主链中的硅氧烷呈多个聚硅氧烷结构域的形式,并且聚硅氧烷结构域的分子量各自为约1,460和5,600克/摩尔。

[0070] 在实施例中,本公开的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱可含有出于特定目的添加的附加传统添加剂,如抗氧化剂、热稳定剂、抗粘剂(如硬脂酸镁、硬脂酸钙或乙烯双(硬脂酰胺)、UV稳定剂、颜料和去光剂(例如二氧化钛)、染料和染料增强剂、增强抗氯降解的添加剂(例如氧化锌;氧化镁和碳钙镁石和水菱镁矿的混合物)等,只要这类添加剂与本公开的聚氨基甲酸酯或聚氨基甲酸酯脲单纱不生产拮抗作用。

[0071] 本公开的实施例包括包含本公开的弹性纤维的制品。这些制品包括但不限于织物和层压结构。

[0072] 层压结构可通过粘合剂、超声粘结、热粘结或其组合粘合。层压结构可包含一次性卫生制品,如尿布、训练裤、成人失禁制品或女性卫生制品。

[0073] 实例

[0074] 已描述本公开的实施例,一般来说,以下实例描述本公开的一些附加实施例。尽管结合以下实例和对应本文和附图描述本公开的实施例,但是不旨在将本公开的实施例限于本说明书。相反,旨在涵盖包括在本公开的实施例的精神和范围内的所有替代方案、修改和等效物。

[0075] 1. 评估样品的生产

[0076] 执行初始筛选测试以检验聚合PDMS对纺丝性能和纱线特性的影响。如在表1中报告,来自初始筛选测试的斯潘德克斯聚合物在实验室规模分批法中制备并且在1-纺线干纺丝方法中纺丝。将羟基烷基终止的PDMS(“HATS”)添加到封端反应容器。在扩链反应之前,将胺终止的PDMS(“APTS”)添加到稀释封端二醇。用于这些实验的二醇为标称1800分子量PTMEG。扩链剂由EDA组成。共扩链剂由Dytek® A组成。终止剂由DEA组成。支化剂由DETA组成。

[0077] 测试部分A1用0.5%纺丝PDMS制成。测试部分B1在没有纺丝PDMS的情况下制成。测试部分C1和C2(表1)用分子量为约2,850克/摩尔的APTS制备。测试部分D1(表1)用分子量为约27,000克/摩尔的APTS制备。测试部分E1(表1)用分子量为约5,600克/摩尔的HATS制备。

[0078] 在表1中报告的所有聚合物样品在1-纺线纺丝机上在典型斯潘德克斯干纺条件下以2,500英尺每分钟纺丝成40旦尼尔三根长丝纱线。在纱线样品中的残余DMAc含量小于1%。施用到纱线表面的含有硅的整理剂在3%到4%的范围内。

[0079] 表1:实验室分批聚合物配方

[0080]

测试部分	NCO (%)	二醇 (%)	HATS (%)	MDI (%)	扩链剂 (%)	共扩链剂 (%)	终止剂 (%)	支化剂 (%)	APTS (%)	PDMS (%)
A1	2.60	79.1326	0.0000	18.7145	1.5438	0.3316	0.2528	0.0247	0.0000	0.50

[0081]

B1	2.60	79.1326	0.0000	18.7145	1.5438	0.3316	0.2528	0.0247	0.0000	0.00
C1	2.60	77.9658	0.0000	18.2931	1.4932	0.3207	0.2926	0.0250	1.6096	0.00
C2	2.60	78.5847	0.0000	18.4383	1.5211	0.3268	0.2926	0.0250	0.8115	0.00
D1	2.60	78.5388	0.0000	18.5606	1.5299	0.3287	0.2528	0.0247	0.7645	0.00
E1	2.60	78.4172	0.7921	18.6383	1.5435	0.3315	0.2527	0.0247	0.0000	0.00

[0082] 在初始筛选测试之后,执行按比例放大测试以进一步研究聚合PDMS对在聚结射流和DMAc冷凝物中的轻拂。如在表2中报告,来自按比例放大测试的斯潘德克斯聚合物在科技实验室连续聚合器(Tech Lab Continuous Polymerizer) (“TLCP”)中制备并且在24-纺线干纺丝方法中纺丝。在扩链反应之前将APTS添加到稀释封端二醇。用于这些实验的二醇为标称1,800分子量PTMEG。扩链剂由EDA组成。共扩链剂由Dytek®A组成。终止剂由DEA组成。支化剂由DETA组成。样品A2含有0.5%纺丝PDMS,不含有纺丝MgSt并且不含有反应的APTS。样品B2不含有纺丝PDMS,不含有纺丝MgSt并且不含有反应的APTS。用于测试部分C3、C4和C5(表2)的APTS为分子量为约2,750克/摩尔的NH40D。

[0083] 在表2中报告的所有聚合物样品在典型斯潘德克斯干纺条件下以2,850英尺每分钟纺丝成40旦尼尔四根长丝纱线。在纱线样品中的残余DMAc含量小于1%。施用到纱线表面的含有硅的整理剂在3%到4%的范围内。

[0084] 表2:科技实验室CP聚合物配方

[0085]

测试部分	NCO (%)	二醇 (%)	MDI (%)	扩链剂 (%)	共扩链剂 (%)	终止剂 (%)	支化剂 (%)	APTS (%)	PDMS (%)
A2	2.60	79.2142	18.5860	1.5510	0.3332	0.2926	0.0230	0.0000	0.50
B2	2.60	79.2142	18.5860	1.5510	0.3332	0.2926	0.0230	0.0000	0.00
C3	2.60	78.8978	18.5118	1.5368	0.3302	0.2926	0.0230	0.4000	0.00
C4	2.60	79.0304	18.5429	1.5427	0.3314	0.2926	0.0230	0.2400	0.00
C5	2.60	79.1190	18.5637	1.5467	0.3323	0.2926	0.0230	0.1200	0.00

[0086] 一旦完成科技实验室规模连续聚合器测试,执行第三测试系列以研究在标称约0.3%和约0.1%含量下制成不同供应商的APTS类型的影响。来自供应商-APTS-类型测试系列的聚合物组合物在下表3中报告。在表3中报告的所有聚合物在实验室规模分批法中制备。在扩链反应之前将APTS添加到稀释封端二醇。用于这些实验的二醇为标称1,800分子量PTMEG。扩链剂由EDA组成。共扩链剂由Dytek®A组成。终止剂由DEA组成。支化剂由DETA组成。

[0087] 在表3中报告的所有聚合物样品在1-纺线纺丝机上在典型斯潘德克斯干纺条件下以2,500英尺每分钟纺丝成40旦尼尔3-长丝纱线。在纱线样品中的残余DMAc含量小于1%。施用到纱线表面的含有硅的整理剂在3%到5%的范围内。

[0088] 表3: 供应商APTS类型实验室分批聚合物配方

[0089]

测试部分	APTS 类型	APTS MW	NCO (%)	二醇 (%)	MDI (%)	EDA (%)	MPMD (%)	DEA (%)	DETA (%)	APTS (%)
V0			2.60	79.1057	18.6945	1.5510	0.3332	0.2926	0.0230	0.0000
V1	C6252	~2540	2.60	78.8727	18.6395	1.5405	0.3310	0.2926	0.0230	0.3007
V2	C6252	~2540	2.60	79.0302	18.6767	1.5475	0.3325	0.2926	0.0230	0.0975
V3	C5379	~1460	2.60	78.8574	18.6359	1.5341	0.3296	0.2926	0.0230	0.3274
V4	C5379	~1460	2.60	79.0226	18.6749	1.5453	0.3320	0.2926	0.0230	0.1096
V5	NH40D	~2750	2.60	78.8816	18.6416	1.5407	0.3310	0.2926	0.0230	0.2895
V6	NH40D	~2750	2.60	79.0302	18.6767	1.5475	0.3325	0.2926	0.0230	0.0975
V7	奥德里奇 (Aldrich)	~2850	2.60	78.9024	18.6465	1.5411	0.3311	0.2926	0.0230	0.2633
V8	奥德里奇	~2850	2.60	79.0372	18.6784	1.5477	0.3325	0.2926	0.0230	0.0886
V9	DMSA15	~3100	2.60	78.8726	18.6394	1.5409	0.3311	0.2926	0.0230	0.3004
V10	DMSA15	~3100	2.60	79.0278	18.6761	1.5477	0.3325	0.2926	0.0230	0.1003

[0090] 一旦完成供应商-APTS-类型系列, 执行一系列干纺斯潘德克斯-聚合物-组合物测试以研究不同NCO%、扩链剂/共扩链剂类型 (EDA、MPMD、PDA) 和扩链剂/共扩链剂摩尔比、终止剂类型 (DEA、CHA) 和含量和APTS含量的影响。聚合物组合物在下表4中报告。在表4中报告的所有聚合物在实验室规模分批法中制备。在扩链反应之前将APTS添加到稀释封端二醇。用于这些实验的二醇为标称1,800分子量PTMEG。支化剂由DETA组成。用于此系列实验的APTS为奥德里奇APTS (其中分子量为约2,850克/摩尔)。

[0091] 在表4中报告的所有聚合物样品在1-纺线纺丝机上在典型斯潘德克斯干纺条件下以2,500英尺每分钟纺丝成40旦尼尔3-长丝丝线。在纱线样品中的残余DMAc含量小于1%。施用到纱线表面的含有硅的整理剂在2.5%到5%的范围内。

[0092] 表4: 不同斯潘德克斯聚合物组合物实验室分批聚合物配方

[0093]

测试部分	NCO (%)	二醇 (%)	MDI (%)	EDA (%)	MPMD (%)	PDA (%)	DEA (%)	CHA (%)	DETA (%)	APTS (%)
AV0	2.22	80.4875	17.7341	1.4535	0.0000	0.0000	0.2999	0.0000	0.0250	0.0000
AV1	2.22	80.4085	17.7167	1.4498	0.0000	0.0000	0.2999	0.0000	0.0250	0.1001
AV3	2.22	80.2506	17.6819	1.4426	0.0000	0.0000	0.2999	0.0000	0.0250	0.3000
BV0	2.30	80.2359	17.9291	1.5027	0.0000	0.0000	0.3073	0.0000	0.0250	0.0000
BV1	2.30	80.1570	17.9115	1.4990	0.0000	0.0000	0.3073	0.0000	0.0250	0.1002
BV3	2.30	79.9993	17.8762	1.4917	0.0000	0.0000	0.3073	0.0000	0.0250	0.3005
CV0	2.40	79.9176	18.1716	1.5566	0.0000	0.0000	0.3292	0.0000	0.0250	0.0000
CV1	2.40	79.8423	18.1545	1.5530	0.0000	0.0000	0.3292	0.0000	0.0250	0.0960
CV3	2.40	79.6920	18.1203	1.5458	0.0000	0.0000	0.3292	0.0000	0.0250	0.2877
DV0	2.40	79.8044	18.1459	1.4259	0.3063	0.0000	0.2925	0.0000	0.0250	0.0000
DV1	2.40	79.7263	18.1281	1.4225	0.3056	0.0000	0.2925	0.0000	0.0250	0.1000
DV3	2.40	79.5706	18.0927	1.4158	0.3042	0.0000	0.2925	0.0000	0.0250	0.2992
EV0	2.60	79.1057	18.6945	1.5510	0.3332	0.0000	0.2926	0.0000	0.0230	0.0000
EV1	2.60	79.0372	18.6784	1.5477	0.3325	0.0000	0.2926	0.0000	0.0230	0.0886
EV3	2.60	78.9024	18.6465	1.5411	0.3311	0.0000	0.2926	0.0000	0.0230	0.2633
FV0	2.65	78.8830	18.7189	1.4092	0.6812	0.0000	0.2927	0.0000	0.0150	0.0000
FV1	2.65	78.8059	18.7006	1.4061	0.6797	0.0000	0.2927	0.0000	0.0150	0.1000
FV3	2.65	78.6518	18.6641	1.3999	0.6767	0.0000	0.2927	0.0000	0.0150	0.2998
GV0	2.70	78.9376	18.8900	1.5233	0.0000	0.3316	0.2925	0.0000	0.0250	0.0000
GV1	2.70	78.8602	18.8715	1.5199	0.0000	0.3308	0.2925	0.0000	0.0250	0.1001
GV3	2.70	78.7054	18.8345	1.5132	0.0000	0.3294	0.2925	0.0000	0.0250	0.3000
HV0	3.80	74.3458	21.1947	0.7551	3.4068	0.0000	0.2926	0.0000	0.0050	0.0000
HV1	3.80	74.2737	21.1741	0.7537	3.4006	0.0000	0.2926	0.0000	0.0050	0.1003
HV3	3.80	74.1294	21.1330	0.7509	3.3880	0.0000	0.2926	0.0000	0.0050	0.3011
IV0	2.60	79.0963	18.6116	1.5437	0.3317	0.0000	0.0000	0.3967	0.0200	0.0000
IV1	2.60	79.0188	18.5934	1.5402	0.3309	0.0000	0.0000	0.3967	0.0200	0.1000
IV3	2.60	78.8637	18.5569	1.5332	0.3294	0.0000	0.0000	0.3967	0.0200	0.3001
JV0	2.60	79.1194	18.6170	1.5484	0.3327	0.0000	0.1100	0.2475	0.0250	0.0000
JV1	2.60	79.0419	18.5988	1.5449	0.3319	0.0000	0.1100	0.2475	0.0250	0.1000
JV3	2.60	78.8870	18.5624	1.5379	0.3304	0.0000	0.1100	0.2475	0.0250	0.2998
KV0	2.60	79.1400	18.6219	1.5488	0.3328	0.0000	0.1832	0.1483	0.0250	0.0000
KV1	2.60	79.0625	18.6037	1.5453	0.3320	0.0000	0.1832	0.1483	0.0250	0.1000
KV3	2.60	78.9076	18.5672	1.5383	0.3305	0.0000	0.1832	0.1483	0.0250	0.2999

[0094] 一旦完成干纺斯潘德克斯-聚合物-组合物测试,执行一系列测试以研究提高反应的APTS的含量的影响。聚合物组合物在下表5a中报告。在表5中报告的所有聚合物在实验室规模分批法中制备。在扩链反应之前将APTS添加到稀释封端二醇。用于这些实验的二醇为标称1,800分子量PTMEG。用于此系列实验的APTS为奥德里奇APTS(其中分子量为约2,850克/摩尔)。

[0095] 在表5中报告的所有聚合物样品在1-纺线纺丝机上在典型斯潘德克斯干纺条件下以2,500英尺每分钟纺丝成40旦尼尔3-长丝纱线。在纱线样品中的残余DMAc含量小于1%。施用到纱线表面的含有硅的整理剂在3%到5%的范围内。

[0096] 表5:提高反应的APTS的含量实验室分批聚合物配方

[0097]

测试部分	NCO (%)	二醇 (%)	MDI (%)	EDA (%)	MPMD (%)	DEA (%)	DETA (%)	APTS (%)
P1	2.60	79.0202	18.5405	1.5423	0.3314	0.2926	0.0230	0.2500
P2	2.60	78.8263	18.4951	1.5335	0.3295	0.2926	0.0230	0.5000
P3	2.60	77.5037	18.3826	1.4864	0.3193	0.2779	0.0230	2.0071
P4	2.60	75.9407	18.0120	1.4263	0.3064	0.2487	0.0230	4.0429
P5	2.60	74.3962	17.6456	1.3592	0.2920	0.2414	0.0230	6.0426

[0098] 一旦完成干纺斯潘德克斯-聚合物-提高-含量的-反应的APTS测试,执行一系列测试以研究降低含量的反应的APTS的影响和纺丝MgSt的影响。聚合物组合物在下表6中报告,在没有纺丝PDMS的TLCP中制备。在扩链反应之前将APTS添加到稀释封端二醇。用于这些实验的二醇为标称1,800分子量PTMEG。用于此系列实验的APTS为NH40D(其中分子量为约2,750克/摩尔)。具有纺丝MgSt的选择的样品由没有反应的APTS的聚合物制备。在完成聚合物合成之后并且在纺丝之前将MgSt注入并且混合到聚合物纺丝溶液中。

[0099] 在表6中报告的所有聚合物样品圆形单元或矩形单元纺丝机器上在典型斯潘德克斯干纺条件下以各种纺丝速度纺丝成40旦尼尔3-长丝纱线。在纱线样品中的残余DMAc含量小于1%。施用到纱线表面的含有硅的整理剂在3%到5%的范围内。

[0100] 表6:降低反应的APTS的含量科技实验室CP聚合物配方

[0101]

测试部分	NCO (%)	二醇 (%)	MDI (%)	EDA (%)	MPMD (%)	DEA (%)	DETA (%)	APTS (%)	MgSt (%)
TL0	2.60	79.2268	18.5885	1.5386	0.3306	0.2926	0.0230	0.0000	0.00
TL1	2.60	79.2268	18.5885	1.5386	0.3306	0.2926	0.0230	0.0000	0.50
TL2	2.60	79.2268	18.5885	1.5386	0.3306	0.2926	0.0230	0.0000	0.25
TL3	2.60	79.0052	18.6035	1.5440	0.3317	0.2926	0.0230	0.2000	0.00
TL4	2.60	79.0826	18.6218	1.5475	0.3325	0.2926	0.0230	0.1000	0.00
TL5	2.60	79.1213	18.6309	1.5493	0.3329	0.2926	0.0230	0.0500	0.00
TL6	2.60	79.1408	18.6355	1.5501	0.3330	0.2926	0.0230	0.0250	0.00

[0102] 一旦完成干纺斯潘德克斯-聚合物-降低-含量的-反应的APTS测试,执行一系列测试以研究在有和没有纺丝颜料添加剂的情况下反应的APTS和HATS对UV白度保持力的影响。在没有颜料添加剂的情况下制成的样品具有纺丝1.35重量%的三乙二醇双(3-叔丁基-4-羟基-5-甲基苯基)丙酸酯。具有颜料添加剂的样品具有纺丝1.35重量%的三乙二醇双(3-叔丁基-4-羟基-5-甲基苯基)丙酸酯,加0.17重量%TiO₂,加1.5重量%的碳钙镁石和水菱镁矿混合物。聚合物组合物在下表7中报告。在表7中报告的所有聚合物在实验室规模分批法中制备。在扩链反应之前,将HATS添加到二醇和二异氰酸酯混合物以用于封端的二醇预聚物。在扩链反应之前将APTS添加到稀释封端二醇。用于这些实验的二醇为标称1,800分子量PTMEG。用于此系列实验的HATS为奥德里奇HATS(其中分子量为约5,600克/摩尔)。用于此系列实验的APTS为奥德里奇APTS(其中分子量为约2,850克/摩尔)。

[0103] 在表7中报告的所有聚合物样品在1-纺线纺丝机上在典型斯潘德克斯干纺条件下以2,500英尺每分钟纺丝成40旦尼尔3-长丝纱线。在纱线样品中的残余DMAc含量小于1%。施用到纱线表面的含有硅的整理剂在3%到5%的范围内。

[0104] 表7:用于UV白度保持力的反应的APTS和HATS实验室分批配方

[0105]

测试部分	NCO (%)	二醇 (%)	MDI (%)	EDA (%)	MPMD (%)	DEA (%)	DETA (%)	APTS (%)	HATS (%)	TiO ₂
UV0	2.60	79.2206	18.5875	1.5566	0.3344	0.2779	0.0230	0.0000	0.0000	是
UV1	2.60	79.2123	18.5856	1.5562	0.3343	0.2779	0.0230	0.0107	0.0000	是
UV2	2.60	79.2012	18.5830	1.5557	0.3342	0.2779	0.0230	0.0250	0.0000	是
UV3	2.60	79.1538	18.5984	1.5493	0.3329	0.2926	0.0230	0.0500	0.0000	是
UV4	2.60	79.1150	18.5894	1.5475	0.3325	0.2926	0.0230	0.1000	0.0000	是
UV5	2.60	79.0376	18.5711	1.5440	0.3317	0.2926	0.0230	0.2000	0.0000	是
UV6	2.60	78.8033	18.5227	1.5376	0.3304	0.2816	0.0230	0.5014	0.0000	是
UV7	2.60	77.6677	18.2558	1.5297	0.2398	0.2743	0.0230	2.0097	0.0000	是
UV8	2.60	76.1339	17.8953	1.5001	0.1527	0.2670	0.0230	4.0280	0.0000	是
UV9	2.60	78.3454	18.6633	1.5494	0.3329	0.2926	0.0250	0.0000	0.7914	是
UV10	2.60	77.7586	18.4546	1.5494	0.3329	0.2926	0.0250	0.0000	1.5869	是
UV11	2.60	78.7996	18.5218	1.5335	0.3295	0.2926	0.0230	0.5000	0.0000	否
UV12	2.60	77.6670	18.2556	1.5256	0.2392	0.2852	0.0230	2.0044	0.0000	否
UV13	2.60	76.1373	17.8961	1.4961	0.1523	0.2779	0.0230	4.0173	0.0000	否

[0106] 2. 样品的评估

[0107] 测试方法

[0108] PDMS聚合成斯潘德克斯的聚合物主链的效力通过制备以下确定:

[0109] A) 没有以下的斯潘德克斯聚合物:1) 纺丝PDMS, 2) 纺丝MgSt, 和3) 聚合的PDMS;

[0110] B) 仅具有纺丝PDMS的斯潘德克斯聚合物;和

[0111] C) 仅具有纺丝MgSt的斯潘德克斯聚合物;和

[0112] D) 仅具有聚合PDMS和在有或没有颜料添加剂的情况下的斯潘德克斯聚合物。

[0113] 然后聚合物样品在1-纺线纺丝机上纺丝成40旦尼尔三-长丝纱线,或在24-纺线圆形单元纺丝机上纺丝成40旦尼尔四-长丝纱线,或在24-纺线圆形单元纺丝机上纺丝成40旦尼尔三-长丝纱线,或在24-纺线矩形单元纺丝机上纺丝成40旦尼尔三-长丝纱线。在纺丝测试聚合物期间,进行视觉观察以确定在聚结射流中存在或不存在“轻拂”,和存在或不存在纱线粘附到纺丝单元壁。

[0114] 收集纺丝纱线的样品饼,并且测量纱线拉伸特性、长丝内聚力和沿端部旦尼尔均匀性。在连续聚合器24-纺线纺丝测试的情况下,记录纺丝断裂的频率,收集无整理剂的纱线样品,并且试验存在或不存在作为纺丝添加剂或聚合物主链的聚合组分的PDMS,并且对于每个聚合物测试部分,收集来自纺丝方法的出口DMAc冷凝物的样品并且试验存在或不存在PDMS。

[0115] 测试结果

[0116] 初始实验室规模分批方测试的结果在表8中示出。仅具有纺丝PDMS的测试部分A1显示在聚结射流中无轻拂并且具有可接受的纤维特性。没有纺丝PDMS、没有纺丝MgSt并且没有聚合PDMS的测试部分B1显示在聚结射流中轻拂和可接受的纱线特性。仅具有聚合APTS(其中分子量为约2,850)的测试部分C1和C2显示在聚结射流中没有轻拂和可接受的纱线特性。仅具有聚合APTS(其中分子量为约27,000)的测试部分D1显示在聚结射流中没有轻拂但

是具有相对低但是可接受的长丝与长丝内聚力(“COH”)和高于可接受限制的旦尼尔变化系数(“CDV”)。仅具有聚合HATS(其中分子量为约5,600)的测试部分E1显示在聚结射流中没有轻拂和可接受的纱线特性。

[0117] 从这些结果明显看出:

[0118] 1) 仅具有纺丝PDMS的聚合物显示在聚结射流中没有轻拂;

[0119] 2) 仅具有纺丝MgSt的聚合物显示在聚结射流中没有轻拂;

[0120] 3) 仅具有聚合PDMS的聚合物导致在聚结射流中没有轻拂;和

[0121] 4) 没有纺丝PDMS、没有纺丝MgSt并且没有聚合PDMS的聚合物显示在聚结射流中轻拂。

[0122] 表8:实验室分批聚合物1-纺线纤维特性

[0123]

测试部分	HATS (%)	APTS (%)	PDMS (%)	在射流中轻拂	TEN (gf)	ELO (%)	TP2 (gf)	TM2 (gf)	COH	CDV
A1	0.0000	0.0000	0.50	否	51	512	5.6	1.02	8.4	15
B1	0.0000	0.0000	0.00	是	49	498	5.8	1.08	8.9	14
C1	0.0000	1.6096	0.00	否	42	495	5.4	1.08	6.5	15
C2	0.0000	0.8115	0.00	否	46	502	6.4	1.05	7.4	16
D1	0.0000	0.7645	0.00	否	43	482	7.4	1.10	5.2	25
E1	0.7921	0.0000	0.00	否	46	487	7.0	1.11	6.8	14

[0124] 按比例放大TLCP测试的结果在表9a和9b中示出。此测试的目的为确认来自筛选测试的在聚结射流中的轻拂结果,观察存在或不存在纱线粘附到纺丝单元壁,量化在DMAc冷凝物中PDMS的相对含量,量化在纺丝纱线中PDMS的相对含量,和量化纺丝性能并且测量纤维特性。

[0125] 如表9a所示,仅具有纺丝PDMS的测试部分A2显示在聚结射流中没有轻拂,没有纱线粘附到纺丝单元壁,并且没有纺丝断裂。没有纺丝PDMS、没有纺丝MgSt并且没有聚合PDMS的测试部分B2显示在聚结射流中轻拂、纱线粘附到纺丝单元壁,并且每天4次纺丝断裂。仅具有聚合PDMS的测试部分C3、C4和C5显示在聚结射流中没有轻拂,没有纱线粘附到纺丝单元壁,并且没有纺丝断裂。

[0126] 测试部分A2的分析指示在DMAc冷凝物中存在901ppm的PDMS和在无整理剂纱线中存在12.3ppm的PDMS。测试部分B2的分析指示在DMAc冷凝物中存在小于1ppm的PDMS和在无整理剂纱线中存在2.9ppm的PDMS。测试部分C3的分析指示在DMAc冷凝物中存在小于1ppm的PDMS和在无整理剂纱线中存在29.1ppm的PDMS。测试部分C4的分析指示在DMAc冷凝物中存在小于1ppm的PDMS和在无整理剂纱线中存在18.9ppm的PDMS。测试部分C5的分析指示在DMAc冷凝物中存在小于1ppm的PDMS和在无整理剂纱线中存在11.4ppm的PDMS。

[0127] 这些结果明确表明PDMS聚合到聚合物主链中的益处,即,1) 在聚结射流中没有轻拂,2) 可接受的纺丝断裂,3) 没有纱线粘附到纺丝单元壁,和4) 由于PDMS永久附接到聚合物链,在DMAc冷凝物中没有PDMS。

[0128] 表9a:科技实验室CP聚合物24-纺线纺丝分析

[0129]

测试部分	APTS (%)	PDMS (%)	在射流中轻拂	纱线粘附到单元壁	每天纺丝断裂	DMAc 冷凝物 PDMS (ppm)	无整理剂纱线 PDMS (ppm)
A2	0.0000	0.50	否	否	0	901	12.3
B2	0.0000	0.00	是	是	4	<1	2.9
C3	0.4000	0.00	否	否	0	<1	29.1
C4	0.2400	0.00	否	否	0	<1	18.9
C5	0.1200	0.00	否	否	0	<1	11.4

[0130] 如表9b所示,对于所有测试部分,除测试部分B2(其由于对于所述测试部分在聚结射流中高频率的轻拂具有不可接受地高CDV)之外,纤维拉伸特性为可接受的。

[0131] 表9b:科技实验室CP聚合物24-纺线纤维特性

[0132]

测试部分	APTS (%)	PDMS (%)	TEN (gf)	ELO (%)	TP2 (gf)	TM2 (gf)	COH	CDV
A2	0.0000	0.50	42	490	7.0	1.11	6.6	16
B2	0.0000	0.00	41	494	6.8	1.08	6.3	23
C3	0.4000	0.00	46	474	7.1	1.11	6.9	14
C4	0.2400	0.00	44	486	6.9	1.12	6.9	15
C5	0.1200	0.00	43	480	7.1	1.09	7.6	15

[0133] 来自供应商APTS类型实验室分批聚合物系列的结果在表10中示出。此测试的目的为确定在标称0.3%和0.1%反应物含量下制成的不同供应商的APTS类型的性能。

[0134] 这些实验的结果指示各个供应商提供不同类型的APTS,其产生良好纺丝性能、可接受的纱线特性,并且在射流中没有轻拂。对照测试部分V0(在没有纺丝PDMS、没有纺丝MgSt并且没有聚合APTS的情况下制成)显示在聚结射流中轻拂。测试样品V1、V2、V3、V4、V5、V6、V7和V8(分别为在标称0.3%和0.1%反应物含量下的C6252、C5379、NH40D和奥德里奇供应的APTS)产生可接受的结果。这些样品提供可接受的纱线特性并且在聚结射流中没有轻拂。测试样品V9和V10(分别为在标称0.3%和0.1%反应物含量下的DMSA15APTS)未产生可接受的结果,可能部分由于在DMSA15中存在杂质。这些测试部分显示在射流中轻拂,相对于对照没有改进。

[0135] 表10:供应商APTS类型实验室分批聚合物1-纺线纤维特性

[0136]

测试部分	APTS 类型	TEN (gf)	ELO (%)	TP2 (gf)	TM2 (gf)	SET (%)	COH	在射流中轻拂
V0		46.1	490	5.20	1.14	23.0	9.2	是
V1	C6252	44.8	502	4.85	1.07	23.8	9.7	否
V2	C6252	46.7	506	5.08	1.12	22.8	9.4	否
V3	C5379	50.9	527	4.65	1.09	24.0	8.9	否
V4	C5379	43.6	482	5.49	1.12	23.9	7.9	否
V5	NH40D	36.4	507	4.66	1.17	24.6	8.2	否
V6	NH40D	45.1	489	6.08	1.17	20.1	5.8	否
V7	奥德里奇	49.4	496	5.11	1.14	21.8	4.2	否
V8	奥德里奇	47.1	501	5.20	1.12	22.2	8.7	否
V9	DMSA15	41.2	492	4.71	1.07	21.4	9.5	是
V10	DMSA15	50.5	502	5.16	1.19	21.8	9.1	是

[0137] 来自不同斯潘德克斯聚合物组合物实验室分批聚合物系列的结果在表11中示出。此测试的目的为通过改变NCO%、扩链剂/共扩链剂类型(EDA、MPMD、PDA)和扩链剂/共扩链剂摩尔比、终止剂类型(DEA、CHA)和含量和APTS含量确定一系列斯潘德克斯-聚合物-组合物的性能。

[0138] 这些实验的结果指示由没有纺丝PDMS、没有纺丝MgSt并且没有聚合APTS的各种聚合物组合物制成的纤维显示在聚结射流中轻拂。相比之下,由具有在标称0.3%和0.1%反应物含量下反应到聚合物主链中的APTS的各种聚合物组合物制成的纤维显示在聚结射流中没有轻拂和可接受的纱线特性。

[0139] 因此,发现APTS在宽范围的NCO%(约2.2%到约3.8%)、扩链剂/共扩链剂含量和类型(约1.56%到约0.75%EDA和约0.68%到0%MPMD和约0.33%到约0%PDA)以及终止剂含量和类型(约0.31%到约0%DEA和约0.4%到约0%CHA)内有效。在此实验工作的过程中观察到几个例外,即:1)测试部分IV1未良好纺丝并且从分析中排除,2)没有反应的APTS的JV0未显示在射流中轻拂,和3)具有0.1%反应的APTS的FV1确实显示在射流中轻拂。

[0140] 表11:不同斯潘德克斯聚合物组合物实验室分批聚合物1-TL纤维特性

[0141]

测试部分	APTS (%)	TEN (gf)	ELO (%)	TP2 (gf)	TM2 (gf)	SET (%)	COH	在射流中轻拂
AV0	0.0000	48.2	541	4.79	1.14	22.1	7.5	是
AV1	0.1001	49.0	540	4.81	1.08	21.7	5.9	否
AV3	0.3000	39.3	480	3.42	0.96	20.8	7.8	否
BV0	0.0000	52.0	562	4.64	1.14	21.9	9.2	是
BV1	0.1002	46.7	556	3.84	0.96	21.5	7.8	否
BV3	0.3005	51.1	564	3.81	0.99	21.7	6.2	否
CV0	0.0000	50.7	548	5.20	1.12	22.0	9.6	是
CV1	0.0960	40.4	555	4.92	1.07	23.1	5.5	否
CV3	0.2877	37.2	542	5.30	1.09	22.8	8.5	否
DV0	0.0000	50.3	510	5.08	1.12	21.7	7.9	是
DV1	0.1000	49.0	509	5.14	1.14	21.3	9.9	否
DV3	0.2992	49.1	516	5.14	1.15	21.4	9.1	否
EV0	0.0000	46.1	490	5.20	1.14	23.0	9.2	是
EV1	0.0886	47.1	501	5.20	1.12	22.2	8.7	否
EV3	0.2633	49.4	496	5.11	1.14	21.8	4.2	否
FV0	0.0000	49.4	483	5.59	1.10	21.8	6.8	是
FV1	0.1000	54.1	487	5.69	1.09	21.5	7.9	是
FV3	0.2998	52.7	496	5.33	1.11	20.7	9.8	否
GV0	0.0000	53.0	509	5.88	1.19	27.1	5.9	是
GV1	0.1001	46.4	497	7.08	1.19	24.7	3.5	否
GV3	0.3000	51.0	488	6.53	1.22	25.0	3.2	否
HV0	0.0000	32.2	415	3.97	0.97	19.5	8.1	是
HV1	0.1003	29.5	395	4.80	0.99	16.8	9.5	否
HV3	0.3011	45.4	427	5.20	1.04	15.7	8.6	否
IV0	0.0000	36.6	526	5.07	1.02	27.1	6.8	是
IV1	0.1000							
IV3	0.3001	51.6	552	5.19	1.07	25.3	9.4	否
JV0	0.0000	55.0	543	5.15	1.05	24.2	8.6	否
JV1	0.1000	49.8	533	5.12	1.08	22.7	8.2	否
JV3	0.2998	55.4	514	5.42	1.10	23.0	8.7	否
KV0	0.0000	54.8	495	6.18	1.19	22.3	7.8	是
KV1	0.1000	40.1	456	5.94	1.19	22.2	9.8	否
KV3	0.2999	48.7	482	5.75	1.14	22.7	9.9	否

[0142] 来自研究提高反应的APTS的含量的影响的一系列实验的结果在表12中示出。此测试的目的为通过改变APTS含量确定一系列斯潘德克斯-聚合物-组合物的性能。

[0143] 这些实验的结果指示由没有纺丝PDMS、没有纺丝MgSt并且具有聚合APTS的聚合物组合物制成的纤维显示在聚结射流中没有轻拂。由具有0.25%到小于或等于6.04%含量的反应到聚合物主链中的APTS的聚合物组合物制成的纤维显示可接受的纱线特性和可接受的COH。由具有在4.04%含量下的反应到聚合物主链中的APTS的聚合物组合物制成的纤维具有边界可接受的CDV,并且在6.04%含量下具有高于可接受的限制的CDV。因此,发现聚合的APTS有效消除在射流中轻拂,产生可接受的纱线特性,并且提供至多6%含量的可接受的

COH。

[0144] 表12:提高反应的APTS的含量的影响

[0145]

测试部分	APTS (%)	TEN (gf)	ELO (%)	TP2 (gf)	TM2 (gf)	SET (%)	COH	CDV	在射流中轻拂
P1	0.25	47.3	513	4.98	1.13	20.9	6.6	12	否
P2	0.50	43.9	493	4.76	0.96	24.3	4.1	17	否
P3	2.00	41.4	464	4.94	1.11	22.2	8.0	15	否
P4	4.04	45.2	495	4.63	1.10	22.7	8.0	21	否
P5	6.04	45.5	471	5.59	1.12	21.9	7.0	29	否

[0146] 来自研究降低反应的APTS的含量的影响的一系列实验的结果在表13a (对于圆形单元纺丝机) 和表13b (矩形单元纺丝机) 中示出。此测试的目的为通过改变APTS含量确定一系列斯潘德克斯-聚合物-组合物的性能。

[0147] 圆形单元纺丝实验的结果指示没有纺丝PDMS、没有纺丝MgSt并且没有聚合的APTS制成的纤维具有在聚结射流中轻拂和粘附到单元壁的不可接受的纺丝性能。由没有纺丝PDMS、没有纺丝MgSt和聚合的APTS的各种聚合物组合物制成的纤维显示在聚结射流中没有轻拂。由具有大于或等于0.025%聚合的APTS的聚合物组合物制成的纤维产生可接受的纱线特性,并且由具有大于0.025%聚合的APTS的聚合物组合物制成的纤维产生可接受的纺丝性能。尽管由具有0.025%聚合的APTS的聚合物组合物制成的纤维样品具有可接受的纱线特性,但是具有差的纺丝性能,因为纱线将粘附到纺丝单元壁。在任何这些测试部分中没有证据表明早成熟长丝孪晶。

[0148] 表13a:降低反应的APTS的含量对圆形单元纺丝的影响

[0149]

测试部分	APTS (%)	TEN (gf)	ELO (%)	TP2 (gf)	TM2 (gf)	SET (%)	COH	CDV	射流 P (psi)	在射流中轻拂	纱线粘附到单元壁
TL0	0.000	39.4	476	6.55	1.09	23.2	7.7	15.5	3.5	是	是
TL3	0.200	49.2	497	6.01	1.14	21.9	9.2	13.8	3.5	否	否
TL4	0.100	45.8	494	6.03	1.14	22.1	8.4	13.1	3.5	否	否
TL5	0.050	44.1	484	6.05	1.09	23.0	9.7	12.3	3.5	否	否
TL6	0.025	41.4	485	5.81	1.10	22.2	9.1	14.2	3.5	否	是

[0150] 矩形单元纺丝实验的结果指示没有纺丝PDMS、没有纺丝MgSt并且没有聚合的APTS制成的纤维具有在聚结射流中轻拂 (但是没有粘附到单元壁) 和高于目标CDV的不可接受的纺丝性能。没有纺丝PDMS、具有纺丝MgSt并且没有聚合的APTS制成的纤维具有在射流中没有轻拂和没有粘附到单元壁的可接受的纺丝性能。由没有纺丝PDMS、没有纺丝MgSt并且具有聚合的APTS的聚合物组合物制成的纤维显示在聚结射流中没有轻拂和没有粘附到单元壁。由具有大于或等于0.025%聚合的APTS聚合物组合物制成的纤维产生可接受的纱线特性和纺丝性能。在任何这些测试部分中没有证据表明早成熟长丝孪晶。这些测试结果指示粘附到单元壁为圆形单元纺丝机的问题,但不是矩形单元纺丝机的问题。相较于圆形单元纺丝机,矩形单元纺丝机在纺丝纺线和加热的纺丝单元壁之间具有更大的距离。因此,聚合

的APTS在0.025%含量下有效消除在射流中轻拂,并且提供良好纺丝性能和可接受的纤维特性。

[0151] 表13b:降低反应的APTS的含量对矩形单元纺丝的影响

[0152]

测试部分	APTS (%)	MgSt (%)	TEN (gf)	ELO (%)	TP2 (gf)	TM2 (gf)	SET (%)	COH	CDV	在射流中轻拂	纱线粘附到单元壁
TL0	0.000	0.00	39.0	463	7.56	1.16	23.0	5.0	23.6	是	否
TL1	0.000	0.50	37.1	480	7.20	1.07	23.9	5.3	14.2	否	否
TL2	0.000	0.25	35.8	479	7.26	1.07	24.0	5.9	15.6	否	否
TL3	0.200	0.00	42.1	471	5.99	1.14	22.5	7.1	15.2	否	否
TL4	0.100	0.00	41.4	471	6.02	1.14	22.4	6.6	14.8	否	否
TL5	0.050	0.00	39.4	464	6.06	1.13	22.7	8.2	14.3	否	否
TL6	0.025	0.00	40.2	468	5.80	1.13	22.6	7.9	14.5	否	否

[0153] 一旦完成降低APTS的含量的影响的纺丝性能测试,决定通过使纱线样品在保持在拉伸状态中时经受热处理来测试纱线样品的热恢复力损失或“能力保持”。通过比较纺丝纤维恢复力与在将纱线拉伸3.0×,在190℃下加热2分钟,并且然后在130℃下蒸汽处理30分钟,并且然后在水中煮沸30分钟之后的纤维恢复力来确定纤维恢复力变化。结果在表13c中给出,示出在热处理之后,在具有纺丝MgSt并且没有聚合APTS的纱线中比由具有聚合的APTS并且没有纺丝MgSt的聚合物制成的纤维出现更高的恢复力降低。

[0154] 表13c:在拉伸3×时热处理之后纤维恢复力的变化

[0155]

测试部分	APTS (%)	MgSt (%)	初始恢复力 (gf/den)	最终恢复力 (gf/den)	恢复力变化 (%)
TL0	0.000	0.00	0.0253	0.0245	-3.0
TL1	0.000	0.50	0.0245	0.0209	-14.7
TL2	0.000	0.25	0.0250	0.0219	-12.4
TL3	0.200	0.00	0.0256	0.0241	-5.8
TL4	0.100	0.00	0.0253	0.0237	-6.3

[0156] 由于在拉伸下时热处理纤维恢复力更高的降低指示更高的织物恢复能力损失和在热定型和染色处理步骤之后更高的织物外倾。因此,将预期来自从聚合的APTS的聚合物纺丝的纱线将提供相较于在有纺丝MgSt的情况下制成的纱线在磨机织物处理步骤之后具有优异织物性能(每重量的斯潘德克斯,更高的恢复)的纱线。

[0157] 来自研究反应的反应APTS和HATS对白度保持力的影响的一系列实验的纤维特性结果在表14a中示出。此测试的目的为通过改变APTS和HATS含量确定一系列斯潘德克斯-聚合物-组合物的纱线白度保持力。

[0158] 这些实验的结果指示由没有纺丝PDMS、没有纺丝MgSt并且没有聚合APTS或HATS的聚合物组合物制成的纤维显示在聚结射流中轻拂。由没有纺丝PDMS、没有纺丝MgSt并且具有在0.01%到小于或等于4.02%的范围内的聚合APTS或HATS的聚合物组合物制成的纤维显示在聚结射流中没有轻拂。在有或没有颜料添加剂的情况下,由具有0.01%到小于或等于4.02%含量的反应到聚合物主链中的APTS或HATS的聚合物组合物制成的纤维显示可接受的纱线拉伸特性和可接受的COH和可接受的CDV。因此,发现聚合的APTS或HATS在有或没

有颜料添加剂的情况下有效消除在射流中轻拂,产生可接受的纱线特性,并且提供0.01%至多4%含量的可接受的COH和CDV。

[0159] 表14a:提高反应的APTS和HATS的含量对纤维特性的影响

[0160]

测试部分	APTS (%)	HATS (%)	TiO ₂	TEN (gf)	ELO (%)	TP2 (gf)	TM2 (gf)	SET (%)	COH	CDV	在射流中轻拂
UV0	0.0000	0.0000	是	37.6	473	4.91	1.13	22.3	9.1	样品断裂	是
UV1	0.0107	0.0000	是	38.2	483	4.92	1.13	22.0	8.5	30	否
UV2	0.0250	0.0000	是	43.0	486	5.10	1.18	21.5	没有数据	31	否
UV3	0.0500	0.0000	是	36.3	478	4.72	1.11	22.6	8.9	11	否
UV4	0.1000	0.0000	是	37.6	495	4.81	1.16	22.6	9.3	10	否
UV5	0.2000	0.0000	是	39.3	479	4.85	1.13	23.0	9.1	15	否
UV6	0.5014	0.0000	是	35.3	448	5.45	1.15	22.0	7.8	18	否
UV7	2.0097	0.0000	是	47.0	491	5.07	1.14	23.3	7.8	18	否
UV8	4.0280	0.0000	是	32.7	475	4.79	1.07	24.7	7.8	18	否
UV9	0.0000	0.7914	是	36.2	465	6.14	1.08	24.1	8.2	8	否
UV10	0.0000	1.5869	是	35.1	468	6.18	1.06	23.3	6.8	10	否

[0161]

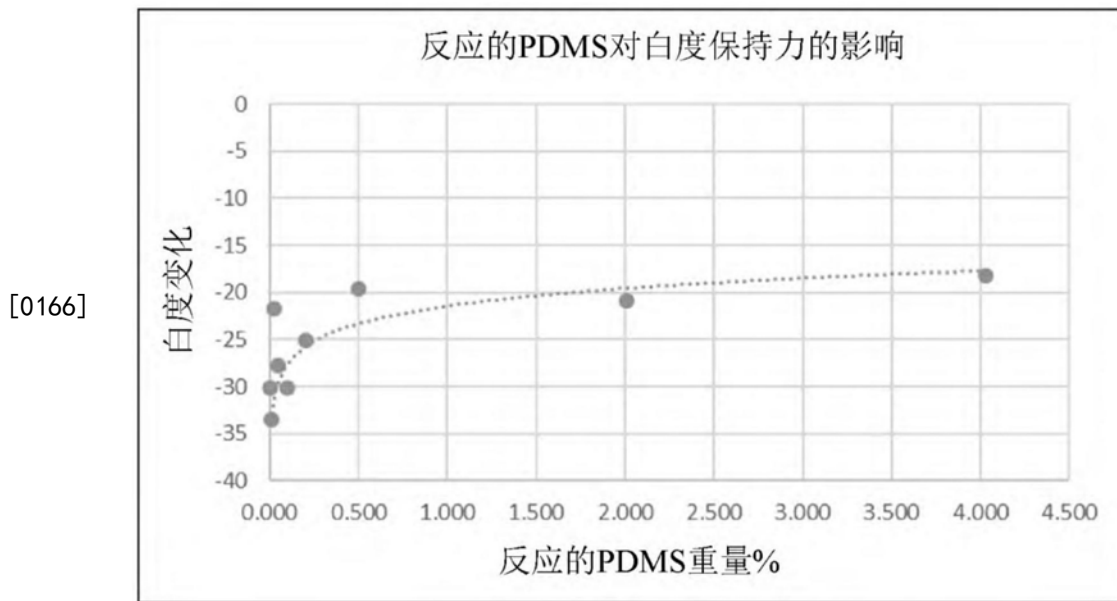
UV11	0.5000	0.0000	否	40.8	469	5.09	1.21	22.0	8.8	17	否
UV12	2.0044	0.0000	否	44.2	484	4.80	1.13	23.0	9.1	17	否
UV13	4.0173	0.0000	否	50.6	514	4.69	1.13	22.5	8.1	21	否

[0162] 在暴露于氙UV灯12小时之后,在Atlas UV老化试验机中,评估在表14a中列出的样品的白度保持力。纤维样品在卡上缠绕并且热定形、洗涤和假染定形。然后将样品放置在Datacolor 650分光光度计上并且测量初始白度水平(使用Bat Gant-Griesser白度公式)。然后将卡悬挂在老化试验机中并且暴露于UV光源12小时。然后将样品放置在分光光度计上并且测量最终白度水平(使用Bat Gant-Griesser白度公式)。通过从最终白度值减去初始白度值计算白度保持力。在最终和初始白度值之间的差越小,白度保持力越大。白度保持力测试的结果在表14b中给出并且在图1中示出。

[0163] 表14b:提高反应的APTS和HATS的含量对白度保持力的影响

测试部分	APTS (%)	HATS (%)	TiO ₂	白度变化
UV0	0.0000	0.0000	是	-30
UV1	0.0107	0.0000	是	-34
UV2	0.0250	0.0000	是	-22
UV3	0.0500	0.0000	是	-28
UV4	0.1000	0.0000	是	-30
UV5	0.2000	0.0000	是	-25
UV6	0.5014	0.0000	是	-20
UV7	2.0097	0.0000	是	-21
UV8	4.0280	0.0000	是	-18
UV9	0.0000	0.7914	是	-21
UV10	0.0000	1.5869	是	-17
UV11	0.5000	0.0000	否	-22
UV12	2.0044	0.0000	否	-25
UV13	4.0173	0.0000	否	-18

[0165] 图1:提高反应的APTS和HATS的含量对白度保持力的影响



[0167] 这些结果指示在有或没有颜料添加剂的情况下具有0.5%到4%反应的APTS或HATS具有优于具有0.5%到0%反应的APTS或HATS的纱线样品的优异白度保持力。具有0.5%到4%反应的APTS或HATS的纱线样品指示相较于没有反应的APTS或HATS的样品,白度保持力改进大约10个单位。根据这些数据,反应的APTS或HATS的白度保持力益处高于0.5%时达到稳定

[0168] 尽管已描述被认为是某些期望的本发明的实施例的实施例,但是所属领域的技术人员将认识到可不偏离本发明的精神的情况下对其进行改变和修改,并且旨在将所有这类改变和修改包括为落入本发明的真正范围内。