

No.6.

# ECDP/PET共纺混纤仿毛纤维的研究

蔡 英

辽化研究院

中国纺织大学

## ECDP/PET共纺混纤仿毛纤维的研究

蔡英、李玉凡(辽化研究院)

赖朝生、金惠芬(中国纺织大学)

随着人们生活水平的提高,人们对服装的要求趋于多样化、高档化和个性化。由于天然羊毛织物具有良好的蓬松性和弹性,手感柔软、丰满、保暖性好,穿着舒适,因而倍收人们的青睐。但天然羊毛产量有限,远远不能满足人类对它的需求。我国羊毛原料严重短缺,国家每年要花大量外汇进口羊毛,因此通过化纤改性,研制既有羊毛优点,又有化纤特色的仿毛纤维是化纤行业的当务之急。

在众多仿毛技术当中,长丝混纤仿毛是近年来发展起来的一项新技术。混纤丝的生产方法,起初是将不同种类、不同性能、不同纤度的纤维在变形过程中进行并股交络。这种方法工序较多,而且在后道并股过程中张力不均匀,混纤效果不十分理想。本文所述混纤仿毛技术是利用复合纺丝机,通过特殊的喷丝组件纺制混纤

长丝的方法。这种新技术不仅简化了工艺流程，而且能得到更加有效、更加细腻的混纤效果。ECDP为阳离子染料常压易染型改性聚酯，该纤维手感柔软、吸湿性高，染色性好，与PET混纤后所得混纤长丝具有异染，异收缩功能，是仿毛织物良好的原料纤维。

## 二、实验部分

### (一) 原料及其质量指标

表1 原料及其质量指标

性能 切片	[ $\eta$ ]	$T_m$	三组分 含量	四组分 含量	生产厂家
单位	dl/g	°C	%	%	
ECDP	0.56	230-255	2-4	2-8	辽化
PET	0.64-0.66	261	--	--	辽化
PET	0.64-0.66	230-265	--	--	仪征

### (二) 主要设备及仪器

- 1、 $\phi 20$ mm双螺杆复合纺丝机，VC-460卷绕机；
- 2、西德 $\phi 25$ mm双螺杆复合纺丝机；
- 3、四锭双区热牵伸机及VC443A型双区热牵伸机；
- 4、36孔皮芯排列混纤喷丝板；
- 5、用Du Pont 1090 DSC热分析仪进行差热分析。
- 6、用PPM-1声速脉冲传播仪测纤维声速取向及声

模量。

7、用Rigaku9015型X衍射仪测纤维结晶度和取向度。

8、用密度梯度法测纤维密度、结晶度。

9、用YG-002型电子强力仪做S-S曲线。

#### (四) 工艺流程

PET切片 → 真空干燥 → 切片料斗 →

ECDP切片 → 真空干燥 → 切片料斗 →

A螺杆熔融 → 计量泵

B螺杆熔融 → 计量泵

箱体 → 喷丝组件 →

冷却成型 → 上油 → 卷绕 → 拉伸

(五) 在合适的纺丝、拉伸及变形工艺条件下，纤维的性能指标为：

项目	品种	单位	混纤牵伸丝	混纤弹力丝	混纤空度丝
纤度		dT/f	80/36	80/36	385/144
强度		CN/dT	3.1-3.4	2.5-2.8	2.5-2.9
延伸度		%	15-25	15-20	15-19
纤维卷曲收缩率		%		13-17	
纤维卷曲弹性		%		100	

### 三、实验结果与讨论

#### (一) 切片干燥工艺

干燥温度对切片干燥过程影响<sup>很大</sup>。干燥温度越高，达到工艺含水率要求的时间越短。但干燥温度过高，易引起聚合物降解，因此要选择恰当。干燥时间与干燥温度有关，还与升温速度与真空度有关。升温速度过快，由于切片还未充分结晶，软化点低，易发生粘结，使切片内部水分不易抽吸出来。因此要逐步升温，防止切片结块。对于ECDP，由于大分子中含磺酸基团，有一定亲水性，而且大分子规整性降低，结构较松，含湿率较高，因此干燥条件更加苛刻。由于ECDP的软化点和结晶速率都比PET低，因此升温速率还要放慢。一般要求在低温预烘几小时，随后<sup>逐步</sup>逐到工艺温度，否则切片易结块，影响内部水分的蒸发。ECDP切片的回潮率约0.78%，所以干燥后切片应尽量少接触空气。

#### (二) 纺丝工艺

两种聚合物进行共纺，最难的技术就是如何解决二者纺丝温度问题。尽管两种物料的特性粘度、熔点、热稳定性等有一定的差异，但它们最终要在同一喷丝组件

通过，而箱体温度是相同的，如果两种聚合物纺丝温度相差太大，则很难实现纺丝混纤。

本实验所用PET特性粘度比ECDP高，如表1所示。在温度相近，剪切速率相同的情况下，PET的熔体表现粘度也比ECDP高，如图(1)所示。这是因为PET分子链排列规整，分子间作用力较大，大分子几何缠结和键合缠结密度较高，所以熔体粘度较大，而ECDP加入第三、第四组分后，分子呈无规则分布，分子间作用力减小，缠结密度降低，熔体粘度相应也较低。另一方面，PET的熔点也比ECDP高。考虑到PET特性粘度高，熔点高，稳定性好，ECDP的特性粘度低，熔体表现粘度低，熔点较低，稳定性较差的特点，我们对PET的纺丝温度采用“高温”熔融“低温”挤出的纺丝工艺，这样既满足了PET特性粘度高的特点，又克服了ECDP稳定性差，表现粘度低的困难，改善了两

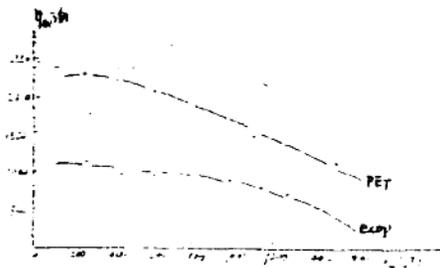


图1 PET、ECDP熔体的表现粘度与剪切速率的关系

种聚合物的流动性能，当挤出时温度比较接近，实现了两种聚合物在同一喷丝组件混纤纺丝的目的。

纺丝混纤的另一重要问题是两组分的混纤比。混纤比不同，对纤维及织物的性能和风格影响很大。根据仿毛织物要有一定弹性，蓬松性和柔软性的要求，我们利用ECDP纤维柔软、收缩率较大，PET刚性较强、收缩率较小的特点，采用PET:ECDP=1:2的混纤比，PET在内圈，ECDP在外圈，所得织物具有羊毛织物的风格和特性。

### (三) 拉伸工艺

拉伸是化纤制造过程中必不可少的重要工序，它不仅是提高纤维力学性能的重要手段，而且也是检验前纺工艺是否合理的关卡。因而拉伸工艺直接影响到成品纤维的质量。虽然单组分PET纤维拉伸工艺比较成熟，但ECDP的拉伸工艺未见详细报道，而ECDP/PET混纤丝的拉伸工艺更是一个新课题。由于二者大分子结构不同，结晶性能不一样，它们在拉伸过程中超分子结构和热机械性能随拉伸工艺参数改变发生不同变化，为此我们做了以下的工作：

#### 1、应力—应变曲线

为了掌握ECDP/PET混纤丝在拉伸过程中应力和应变

的关系，<sup>3</sup>拉伸倍数的确定提供依据，我们对PET、 ECDP和ECDP/PET混纤丝作了拉伸曲线(即应力—应变曲线)。如图(2)。由图可见：

A、PET、 ECDP和ECDP/PET混纤丝具有相似的拉伸曲线。

B、PET刚性强，因此屈服点最高，ECDP柔性较大，屈服点最低，而ECDP/PET混纤丝的屈服点介于两者之间。

C、PET的卷绕丝基本上是无定形的，因此自然拉伸倍数较大，即自然拉伸区最大。ECDP由于醚基的引入，部分链段有少量结晶，对应变不利，而且由于磺酸基团的引入，存在空间位阻，对链段活动不利，因此自然拉伸区比PET小。而ECDP/PET混纤丝介于两者之间，表现为一定的加和性。

卷绕丝的拉伸倍数，应选择在自然拉伸区以上，以保证丝条支数的均匀性。(实验表明，拉伸倍数应选择在3以上。如在3倍以下，出现细颈，直径不匀)。但拉伸倍数太大造成拉伸张力过大，出现毛丝，对纤维品质也不利。从图(2)曲线上看，断裂点在6.5倍左右，但实际拉伸时速度比电子强力仪作S—S曲线的拉伸速度要高得多，因此最大拉伸倍数比S—S曲线所得出的拉伸最大倍数要

低。从我们工艺试验情况看，最大拉伸倍数不超过5倍。

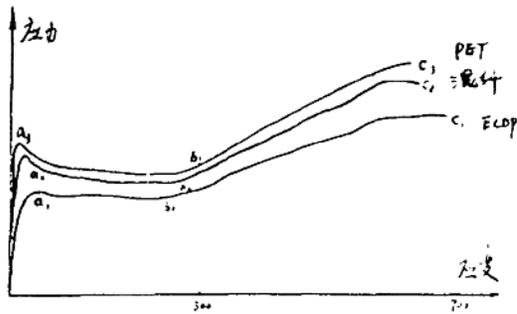


图2 PET、ECDP和PET/ECDP三种纤维的S—S曲线

## 2、拉伸倍数的选择

为了进一步探索拉伸倍数对ECDP力学性能的影响，我们用600m/min纺速取得的卷绕丝进行不同拉伸倍数的试验，拉伸温度采用 $70^{\circ}\text{C}/150^{\circ}\text{C}$ ，拉伸速度为200m/min。测定ECDP纤维的强伸度、取向度和结晶度等数据，得到图(3)—图(5)的结果。

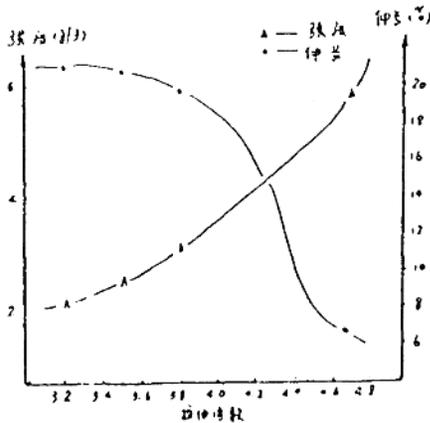


图3 拉伸倍数对ECDP纤维强伸度的影响

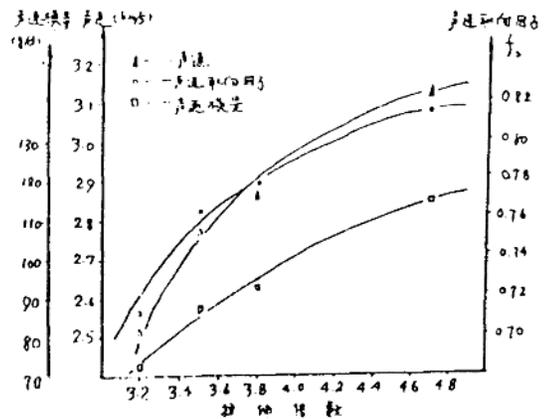


图4 拉伸倍数对ECDP纤维取向、结晶度的影响

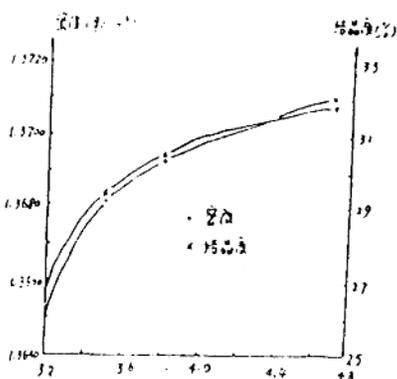


图5 拉伸倍数对ECDP纤维结晶度的影响

由图可见，随着拉伸倍数DR的增加，纤维强度增加，延伸度下降。这是因为DR增加，无定型区的大分子以及晶区中一些微晶、片晶都随着纤维轴取向。同时，取向诱导结晶，使结晶度提高。从图(4)和图(5)可以清楚看到，取向因子 $f_s$ 与结晶度、密度都随DR增加。这样大分子间作用力增加，纤维强度增加。但延伸度随DR增加而下降。因为分子间作用力加强，大分子结构紧密，分子活动的区域减小，使大分子应变能力下降，导致延伸度的下降。然而DR过分大，可能引起拉伸应力的急剧上升，使纤维内部造成局部应力集中，损伤结构，出现毛丝，对强伸度反而不利。实验表明，ECDP的DR控制在3.8—4.0倍比较合适。当纺速增加时，DR可适当降低。PET的DR在4倍时，力学性能较优越。因此混纤丝的DR一般控制在3.8—4.0倍。纺速提高时可适当降低DR。

拉伸倍数与纤维沸水收缩率BWS的关系见图(6)。由

解取向度

图可以看到，随着DR的提高，BWS增加，增至3.8时，BWS达到最大值，随后随着DR的增加，BWS下降。（这是因为BWS与非晶区取向有关。随着DR提高，非晶区取向增加，在沸水中热松弛时，解取向也大，导致BWS的增加）但DR过分增大，正如上述所说，由于取向诱导结晶，结晶度提高比较多，相对的非晶区含量就减少了，因此由非晶区在热松弛时的解取向所作的贡献也就相应减少，使BWS下降。

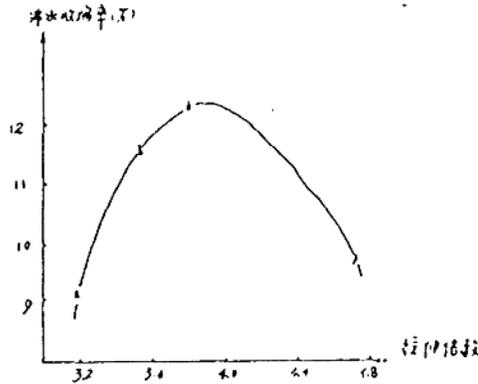


图6 拉伸倍数与ECDP纤维收缩率的关系

### 3、拉伸温度的选择

拉伸过程是大分子链重排的过程，必须使大分子链获得一定的活动性。要求拉伸温度在玻璃化温度 $T_g$ 以上，但又不能高于软化温度，温度过高，使大分子解取向加剧，影响纤维力学性能，因此应选择最佳的拉伸温度。

PET的 $T_g$ 为 $77^{\circ}\text{C}$ ，其拉伸热<sup>盘</sup>温度为 $80^{\circ}\text{C}$ ，热板温度为 $180^{\circ}\text{C}$ ，是常用的拉伸工艺温度。为了对ECDP/PET混纤丝的拉伸温度进行选择，我们对ECDP的拉伸温度作了系统试验。

### (1) 热盘温度对ECDP纤维结构性能的影响

纤维拉伸时，热盘不仅对纤维进行预热，降低拉伸应力，而且是纤维拉伸点发生之处。热盘温度对纤维微观结构和力学性能都有较大的影响。ECDP的 $T_g$ 为 $69.5^{\circ}\text{C}$ ，一般要求热盘温度在该温度以上。当然在 $T_g$ 以下也可发生高弹形变，但拉伸应力太大。反之温度过高，大分子解取向增加，易造成熔化、断头、毛丝等。图(7)和图(8)为热盘温度与纤维强伸度，取向度的关系。

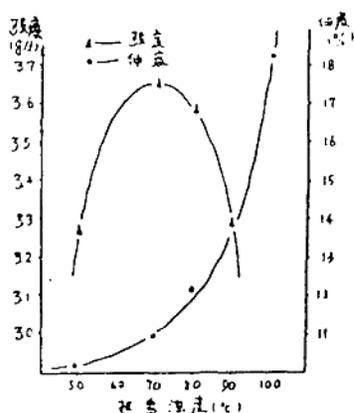


图7 热盘温度与ECDP强伸度的关系

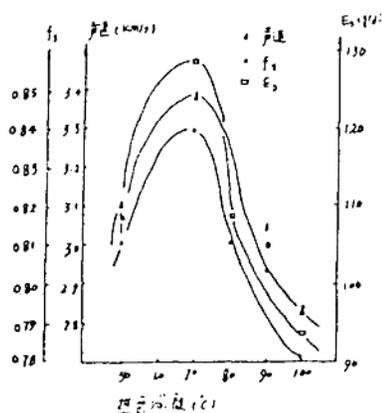


图8 热盘温度与ECDP纤维取向因子与模量的影响

上述实验结果得出：

A、热盘温度在 $70^{\circ}\text{C}$ ，ECDP强度、声速、声速取向因子存在最大值，高于或低于该温度时，上述指标呈下降趋势。

B、热盘温度在 $70^{\circ} - 90^{\circ}\text{C}$ 范围，纤维拉伸过程正常，无毛丝产生，纤维性能良好，说明ECDP可拉伸温度范围较宽。

C、热盘温度对BWS影响不是很明显，其变化规律与取向度的变化一致。

D、随热盘温度升高，纤维断裂伸长率呈增加的趋势。

根据以上ECDP的热盘温度试验和PET热盘温度范围，选择ECDP/PET混纤拉伸热盘温度范围为 $75 - 80^{\circ}\text{C}$ 。

## (2) 热板温度对ECDP纤维结构性能的影响

(在拉伸过程中，热板加热主要作用是降低拉伸应力，改善纤维拉伸性能和纤维物理机械性能，同时使纤维进一步结晶，降低沸水收缩率，对纤维起定型的作用) 由于纤维经热盘拉伸后，取向和结晶已有一定的发展，玻璃化温度相应有所提高，同时为了加速结晶，热板温度应

选择在结晶温度的范围内。根据拉伸速度不同，一般PET的热板温度在160—180℃。

在拉伸速度为200m/min条件下，我们作了ECDP不同热板温度的拉伸试验，测定纤维有关的性能，得到图(9)——图(12)的结果。

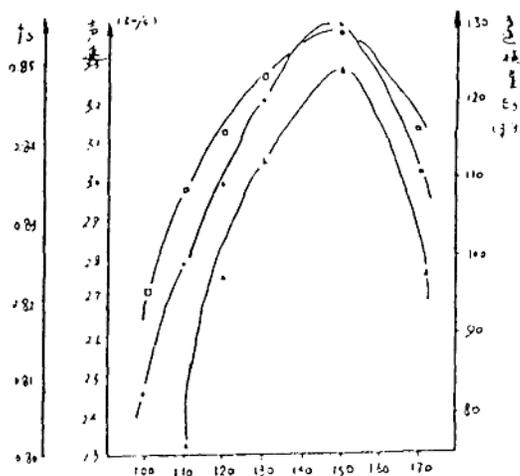
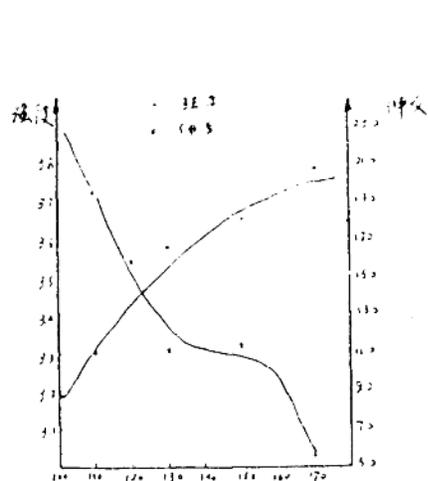


图9 热板温度与ECDP纤维伸长度的关系 图10 热板温度与ECDP强取向与弹性模量的关系

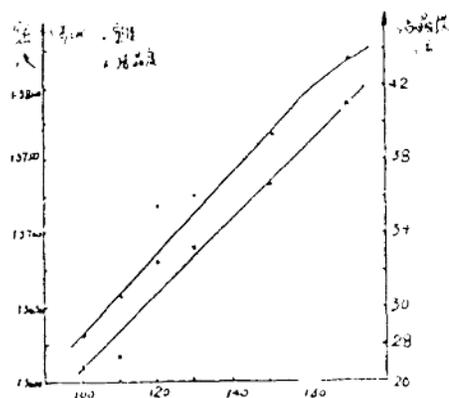
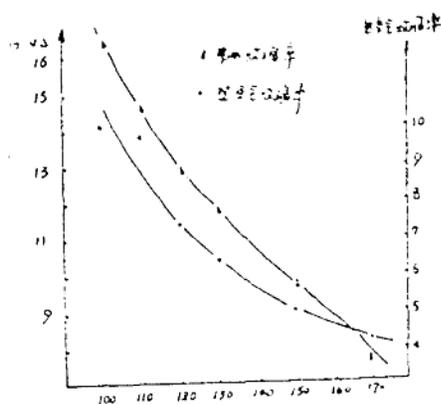


图11 热板温度与ECDP沸水收缩率的关系 图12 热板温度与ECDP纤维结晶度关系

这些结果表明:

A、随着热板温度的增加, 纤维强度增加, 延伸度下降。这是由于取向、结晶随热板温度提高而上升。当热板温度达到 $150^{\circ}\text{C}$ 时, 取向度开始下降, 但结晶度仍有提高, 故纤维强度仍趋于缓慢增加。

B、随着热板温度的增加, ECDP结晶度的增加非常明显。ECDP大分子由于第三、第四组分的加入, 大分子规整性降低, 但由于醚基的引入, 柔性增加。所以, 结晶温度比PET低, 但结晶速率比PET小。随着热板温度的提高, 对于ECDP结晶<sup>速</sup>率的增加是有利的。

C、随着热板温度的增加, 纤维收缩率呈下降趋势。这是因为结晶度提高, 使无定形区含量相应下降, 因此由于无定形区热松弛对纤维收缩的贡献相应减小。

根据上述试验, ECDP纤维拉伸热板温度范围为 $150-170^{\circ}\text{C}$ 。而PET纤维为 $160-180^{\circ}\text{C}$ , 因此, ECDP/PET混纤丝拉伸热板温度可控制在 $170^{\circ}\text{C}$ 左右。

#### (四) 热定型工艺

纤维经热板拉伸起到一定的定型作用, 但纤维经历的时间短, 大分子没有充分时间松弛, 超分子结构不够

完善和稳定，因此纤维在做好织物后要经过一定热定型，使结构完善和稳定。这里着重讨论了热定型温度对混纤丝各项性能的影响，见图(13)—图(16)。

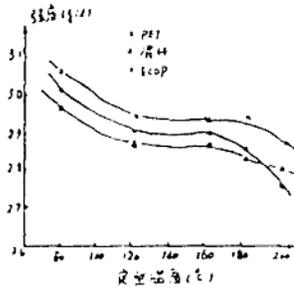


图13 定型温度对纤维强度的影响

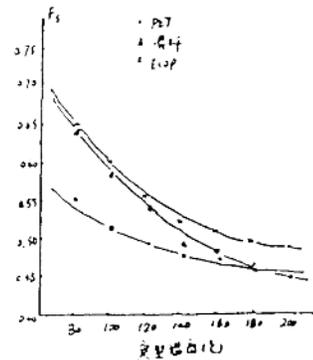


图14 定型温度对纤维取向的关系

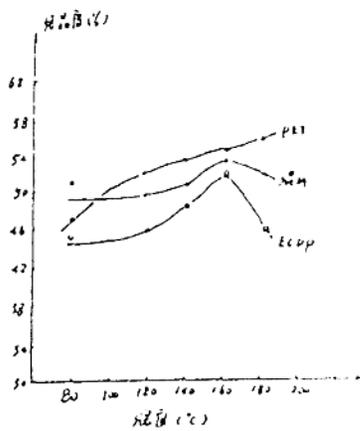


图15 定型温度与纤维结晶度的关系

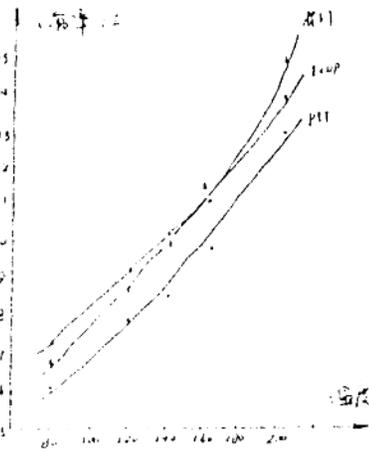


图16 定型温度与纤维沸水收缩率的关系

结果如下：

A、随着热定型温度的提高，混纤丝和PET的强度先是明显下降，到120—160℃，强度下降不明显，到160℃

以后ECDP强度又呈下降趋势，而PET纤维到180°C后才呈下降趋势。

B、随着热定型温度的提高，大分子解取向使取向因子 $f_s$ 下降。ECDP和ECDP/PET混纤丝的 $f_s$ 的下降幅度比PET大。因为PET大分子规整性好，结构比较紧密，因此解取向的程度相对比ECDP小。

C、随着热定型温度提高，纤维结晶度增加，当ECDP和ECDP/PET混纤丝热定型温度超过160°C后，结晶度反而有所下降。而PET没有这种情况，这是ECDP热稳定性比PET差所致。

D、随着热定型温度的提高，纤维收缩率增加。ECDP和ECDP/PET混纤丝的热收缩率比PET高。这是大分子解取向所致。由于在热处理过程中ECDP的取向下降程度比PET

大，而且其结晶度比PET低，相应非晶区含量较高，两者原因都使ECDP的收缩率比PET大。

综上所述，混纤丝的定型温度应不超过160°C。

#### 四、结论

1、 ECDP/PET共纺混纤丝不仅改善了纤维染色性和吸湿性，而且两种组分收缩差较大。有利于提高织物的