

波炉中。微波辐射功率为600瓦，操作时间为4分钟，并且炉与织物不进行相对旋转，辊筒中水温始终不超过80℃，辐射频率 24×10^9 Hz。4分钟后，把织物从炉中取出，在冷水中漂洗，平展在干燥表面晒干。这样棉布衬衫就被染成粉红色，并达色彩渐次变化的理想效果。

例2

把一定量绿色温水性染料加入盛有0.57升温水的微波阻尼辊筒中。把一块米色尼龙织物揉绉并放入其中，再一同置于微波炉中处理3分钟，然后取出在冷水中漂洗，再放在转筒式干燥器中甩干。最后尼龙织物染成绿色，色彩渐次变化的效果理想。

接着再把这块绿色尼龙织物揉绉，置于盛有0.57升温水和事先溶解有一定量蓝染料的辊筒中。筒在微波炉中辐射4分钟，后取出织物在冷水中漂洗，随之进行干燥处理，于是织物色调更为复杂，色彩渐变更为理想。

韩效钊摘译自《欧洲专利》0325448

周帮友校

本文收到日期1991年1月10日。

高强度聚丙烯纤维的生产

本发明介绍一种高强度的聚丙烯纤维。目前最广泛使用的增加纤维强度的技术是增加其拉伸率。

日本公开专利第5432855号介绍过一种方法，即在制粒机中减小聚丙烯的分子量以增强纤维的强度。但任何一种增强强度的常用技术都有一定的局限性，因而有必要寻找进一步改进聚丙烯纤维强度的措施。

本文介绍的这种高强度聚丙烯纤维，掺有乙烯环烷系聚

合物，它在纤维中含量为0.05~10000 ppm。所用的乙烯环烷系聚合物主要包括乙烯环烷系均聚物、各类乙烯环烷系共聚物以及含有摩尔比为20%的 α -烯烃或苯乙烯单体的乙烯环烷系共聚物。乙烯环烷系聚合物可用游离基催化聚合、阳离子催化聚合、阴离子催化聚合、配位阴离子催化聚合制取，其中以配位阴离子聚合生产的产品最佳。该聚合反应最好是在Ziegler、Natta催化剂的作用下进行，其中主要包括过渡金属化合物和有机金属化合物的催化剂，而后者最常见于 α -烯烃的聚合反应中。另外，通过苯乙烯聚合物的氢化作用也可获得乙烯环烷系聚合物。

作为单体的乙烯环烷烃主要包括乙烯环戊烷、乙烯环己烷、乙烯环辛烷、 α -甲基乙烯环己烷、3-甲基乙烯环己烷、4-甲基乙烯环己烷、3-乙基乙烯环己烷、4-乙基乙烯环己烷、丙烯环戊烷以及丙烯环己烷等。

含有上述乙烯环烷系聚合物的聚丙烯纤维可用如下方法制取：

(1) 混合乙烯环烷系聚合物和聚丙烯，用常规成熟技术，把这两种聚合物的粉体或球粒混和，以及在聚丙烯熔化时使混合物被捏合，或者使乙烯环烷系聚合物和聚丙烯皆以熔解状态相混合，然后除去溶剂。

(2) 使乙烯环烷系单体进行均聚或共聚反应。反应第一阶段在催化剂存在下进行配位阴离子聚合，第二阶段进行丙烯的均聚合或丙烯与其它 α -烯烃的共聚反应。

(3) 聚合反应次序可以与上述两个阶段相反，或重复进行这两个阶段的反应。

(4) 使一般的聚丙烯与含有方法(2)或方法(3)制取的乙烯环烷系

聚合物的聚丙烯相混合。

本发明用的聚丙烯是结晶体，含有丙烯均聚物、丙烯和摩尔比为5%的其它 α -烯烃的共聚物。其中 α -烯烃最好是上述乙烯环烷系共聚物的单体。另外，它还含有乙烯化合物如顺式丁烯二酸酐，或将苯乙烯接枝到聚丙烯共聚物中。为使纺丝和拉丝易于进行，应使聚丙烯在135℃的1,2,3,4-四氢化萘中的内粘度为1.1~3.5dl/g，最好通过加热或采用有机过氧化物使其内粘度减小到这一数据的 $\frac{1}{5} \sim \frac{7}{10}$ 。

这种聚丙烯可以在同普通聚丙烯一样的条件下纺丝及拉丝，例如在200~280℃下纺丝，在50~150℃下拉丝，并可加入各类常用的添加剂如填料和助染剂等。

实例

在合成聚丙烯纤维时，按附表所给的三种乙烯环己烷在反应混合物中的含量，依下述一则实例相同的合成方法分别制取三种产品。

1. 聚丙烯乙烯环己烷聚合物的合成
在氮气氛下，向1000毫升脱水正庚烷中连续加入2.0克的二乙基铝氯化物及25.0克三氧化钛催化剂。加热混合溶液至60℃后，逐滴加入350毫升乙烯环己烷，并不停搅拌2.5小时以加快聚合反应。所得浆料用正庚烷清洗，在减压下干燥，即得聚合物粉体（每克三氯化钛催化剂可使反应生成9.85克乙烯环己烷）。

在含有活性三氯化钛催化剂的252克上述粉体及180克二乙基铝氯化物中进行丙烯均聚反应，反应混合物中还应加有150升正庚烷，反应温度60℃，时间1.5小时，反应器上方气体总压 9.0×10^4 Pa，其中氢气分压为 6×10^3 Pa。

反应完成后，催化剂失活，用n-丁烯

醇回收聚丙烯（每克三氯化钛催化剂可使1045克丙烯聚合）。

反应生成物中，乙烯环己烷聚合物的含量可由乙烯环己烷和丙烯聚合的多少计算而知，一般为94%，其内粘度为1.7dl/g。

2. 纺丝聚丙烯造粒

向三组100份普通丙烯均聚物（内粘度为2.7dl/g）中分别加入附表例1粉体0.065份、例2粉体0.65份，例3粉体0.65份（这三种粉体制备方法皆同上）。再向这三组混合物中分别加入0.1份甲叉-3（3', 5'-二特丁基-4'-羟基苯）丙酸酯、0.2份二硬脂酸-3, 3'-三硫二丙酸酯、0.5份2-(2-羟基-3'-特丁基-5'-苯甲基)-5-氯苯三唑以及作为阻聚剂的0.1份2, 5-二甲基-2, 5-二特丁基过氧己烷。再使混合物被捏合造粒。所得球粒内粘度分别为0.91dl/g、0.89dl/g或0.91dl/g。

3. 纺丝和拉丝

上述(2)所得球粒在240℃下进行纺丝，纺丝速度为280m/min。未经拉伸纺成的纤丝在110℃下以拉伸率为3进行拉丝。最后检测拉伸纤丝强度，结果如表。

几种长纤丝的强度比较

例号	乙烯环己烷含量(ppm)	纤度(旦尼尔)	纤维强度(N/d)	拉伸率
例1	6	16	0.022	88
例2	60	16	0.024	106
例3	573	15	0.025	93
比较例	—	18	0.017	91

比较例：如上述同样方法制取无乙烯环烷系聚合物的普通聚丙烯纤维，检测其强度，结果见表。

杨如义摘译自《欧洲专利》0316187A2
单承湘校

本文于1991年3月25日收到。