

# 异形细旦抗静电丙纶高速纺丝研究

董擎之 施英德 杨竹亭 汤晓东

(华东理工大学石油化工学院, 上海 201512)

**摘要:** 采用抗静电剂与 PP 二次混合、异形、细旦纺丝技术结合, 选择复配抗静电剂体系, 添加质量比为 0.7% 左右, 共混纤维的抗静电效果优良。通过流变性能的测试, 拟定了主要的纺丝工艺, 分析了纺丝温度、纺丝速度、单丝线密度等参数对纤维结构和性能的影响。

**关键词:** 异形纤维 抗静电 丙纶 高速纺丝 流变性能

**中图分类号:** TQ342.9 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-0041(2003)02-0020-04

我国丙纶工业已初具规模, 近年来丙纶生产在我国已形成高速发展的趋势。利用三叶异形截面、细旦技术可赋予聚丙烯纤维表面真丝般的光泽, 使其织物手感滑爽、抗起球、抗污、悬垂性好, 并由于其具有独特的“芯吸效应”, 制成的内衣排汗性好、透气、凉爽; 利用抗静电剂与聚丙烯二次混合, 可提高纤维的抗静电性、吸湿性, 改善了纤维的内在舒适性。但未见有过对抗静电剂与聚丙烯二次混合后原料的流变性能的研究以及此共混原料的异形细旦高速纺丝的研究报道, 故作者从流变性能的分析出发, 寻找较理想的纺丝工艺, 以利于更好地指导实际生产。

## 1 实验

### 1.1 原料

国产 PP 切片(A), 为化学降解处理后的 T30S, *MFI* 为 39, 等规度 96.5%, 熔融温度 170℃, 相对分子质量分布为 3.3, 舒普凡化纤厂提供。

进口 PP 切片(B), 在流变性能分析时作对照试验, *MFI* 为 30, 等规度 98%, 熔融温度 177℃, 相对分子质量分布为 2.2。抗静电剂 1<sup>#</sup>(工业级), 抗静电剂 2<sup>#</sup>, 3<sup>#</sup>(进口分装, 化学纯试剂)。

### 1.2 抗静电母粒制备及纺丝试验

抗静电母粒采用 TE34×34 同向啮合双螺杆混炼挤出机制备, 母粒中抗静电剂总含量为 15%; 母粒与 PP(A) 再次共混后, 在德国 Autom-atic EX30/25D 纺丝机上试纺 POY, 喷丝板规格: 等长三叶形, 叶长 0.7 mm, 叶宽 0.3 mm, 直径

0.5 mm, 孔长 2.0 mm, 孔数 36×2, 异形度 78.37%。

### 1.3 结构及性能测试

**热性能** 采用美国 PERKIN ELMER 公司 PYRIS-1 DSC, 升温速率 20℃/min, 氮气保护。

**熔融指数** XRZ-400 熔融指数测定仪, 毛细管直径 2.095 mm, L 8 mm, 测定温度 230℃, 负荷 2 160 g。

**广角 X 射线衍射** 采用日本 Rigaku X 射线衍射仪, Cu 靶, Ni 滤色, 40 kV, 50 mA,  $2\theta = 5^\circ \sim 35^\circ$ 。有关结晶度的表征参见文献[1]。

**流变性能** 日本岛津 KOKA 流变仪 302 型, 毛细管直径 0.5 mm, 长径比 40。

**纤维比电阻** YG-321 型纤维比电阻仪, 纤维经洗涤、干燥, 在测试环境下平衡 48 h 后测定, 环境温度  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ , 湿度 60%~65%。

**密度** MD-01 型密度梯度仪, 25℃, 在乙醇-水密度梯度管中测定纤维表观密度后计算结晶度<sup>[1]</sup>。

**纤维异形度** Y172 型哈氏纤维切片器, 纤维切片后利用光学显微镜观察截面并计算 20 根纤维截面的异形度的平均值。

**纤维吸湿率** 纤维经洗涤、干燥至恒重后, 得  $W_1$ , 在 SM-SH010 型恒温恒湿箱平衡 48 h 后(环境温度  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ , 湿度 60%~65%), 得  $W_2$ 。

收稿日期: 2002-09-17; 修订日期: 2003-01-12。

作者简介: 董擎之(1951-), 男, 上海市人, 教授。研究方向为合成纤维改性、复合材料。

基金项目: 中国石化股份有限公司资助(200050)。

吸湿率 =  $1 - (W_1/W_2)$ 。

纤维强力和伸长 采用瑞士 - II Statimat 强力试验仪测定。

声速取向因子 采用 SOM - 2 声速仪测定声速取向因子  $f_s$  [1]。

## 2 结果与讨论

### 2.1 抗静电剂的选择与复配

筛选出抗静电剂 1<sup>#</sup>及抗静电剂 2<sup>#</sup>,经分析比较后选出抗静电剂 1<sup>#</sup>(添加量为 1.0%时,体积比电阻为  $5.5 \times 10^7 \Omega \cdot \text{cm}$ )作为抗静电剂的主要成份。但经洗涤后抗静电性能恢复较差,耐洗性不理想。为此,又将抗静电剂 2<sup>#</sup>,抗静电剂 3<sup>#</sup>等与抗静电剂 1<sup>#</sup>复配,进行试验。结果发现抗静电剂 1<sup>#</sup>与抗静电剂 3<sup>#</sup>以 7 : 3 复配,进行纺丝,效果很好,可明显改善纤维多次洗涤后的抗静电性能(见表 1)。

表 1 不同抗静电剂配方的共混 PP 纤维的抗静电性能

Tab. 1 Antistatic properties of blend PP fibers with different antistatic agent formulation

抗静电剂	配方	体积比电阻/ $\Omega \cdot \text{cm}$		
		洗涤 1 次	洗涤 2 次	洗涤 20 次
1 <sup>#</sup> /3 <sup>#</sup>	7 : 3	$5.3 \times 10^7$	$3.6 \times 10^8$	$4.9 \times 10^9$
1 <sup>#</sup> /2 <sup>#</sup>	7 : 3	$2.1 \times 10^9$	$4.6 \times 10^{10}$	$7.6 \times 10^{13}$
1 <sup>#</sup> /2 <sup>#</sup> /3 <sup>#</sup>	7 : 2 : 1	$4.4 \times 10^8$	$2.5 \times 10^9$	$1.2 \times 10^{12}$

注:总添加量为 1.0%,纺丝速度 3 000 m/min,纺丝温度 230℃,单丝线密度 1.8 dtex。

### 2.2 抗静电剂的添加量

表 2 列出了抗静电剂添加量改变对纤维抗静电性能影响的试验结果。从表 2 可以看到,抗静电剂用量达到聚丙烯质量的 0.7% 左右,抗静电效果已经变化不大。

表 2 抗静电剂添加量对共混纤维的抗静电性能的影响

Tab. 2 Effect of antistatic agent amount on antistatic properties of blend fibers

总添加量, %	体积比电阻/ $\Omega \cdot \text{cm}$	
	洗涤 1 次	洗涤 2 次
0	$> 10^{13}$	$> 10^{13}$
0.25	$3.2 \times 10^8$	$6.6 \times 10^{11}$
0.5	$6.7 \times 10^7$	$8.8 \times 10^9$
0.75	$4.2 \times 10^7$	$6.7 \times 10^8$
1	$5.9 \times 10^7$	$5.6 \times 10^8$
3	$5.3 \times 10^7$	$9.9 \times 10^8$

注:抗静电剂 1<sup>#</sup>/3<sup>#</sup>配方 7 : 3。

### 2.3 流变性能测试

根据以往对进口切片 B 的纺丝经验,在特定

的工艺条件下,纺丝温度为 270℃ 时可纺性较好,测得其流动曲线(图略),求得非牛顿指数 ( $n$ ),作 Rabinowitch 校正后,得图 1 中曲线 a,曲线 b、c、d 分别为抗静电剂总用量为聚丙烯质量的 0.7% 的二次共混 PP(国产切片 A)在 270℃ (d) 的流动曲线作 Rabinowitch 校正后的结果。

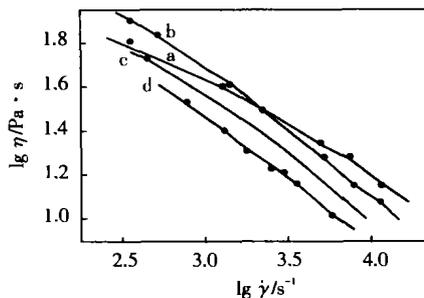


图 1 两种 PP 切片在不同温度下的流变性能

Fig. 1 Rheological behavior of two different PP chips at temperatures

a. 切片 B; b. 抗静电 PP, 230℃;

c. 抗静电 PP, 250℃; d. 抗静电 PP, 270℃。

结果表明,抗静电共混体系为非牛顿流体,表现为切力变稀,非牛顿性比进口切片 B 严重。对照共混体系和切片 B 两种原料分别在 230℃ 和 270℃ 的流变曲线,发现  $\dot{\gamma}$  在  $10^3 \sim 10^4 \text{ s}^{-1}$  时,这两条流变曲线交叉并基本接近,即在特定的工艺条件下,共混体系和切片 B 两种原料分别在 230℃ 和 270℃ 的粘度相近。这对拟定纺丝工艺有较大的参考价值,共混丙纶的试纺温度较切片 B 纺丝温度下降 40℃ 左右。

### 2.4 纺丝温度对纤维结构性能的影响

PP 熔体粘流活化能比其他高聚物高 2 倍以上 [2],说明温度控制对其可纺性至关重要,尤其对于非牛顿性较大的抗静电共混体系,更易引起熔体粘度波动,可纺性变差,条干不匀等。由表 3 可以发现,纺丝温度 230℃ 纤维力学性能最佳,这一结论与以上的流变性能预测结果一致。X 光与密度梯度法测得的结晶度趋势相同,随着纺丝温度的降低,结晶度提高,取向度也提高,根据 Jinan [3] 等对高速纤维取向和结晶的发展理论,随着取向的提高,引起大分子取向诱导结晶以及分子取向后结晶转变温度降低,结晶度提高。随温度的升高,熔体细流挤出喷丝孔时的粘度降低,粘度下降使熔体细流趋向圆形截面的阻力下降,因而纤维异形度随温度的升高而下降。但纺丝温度过低,可纺性变差。

表3 纺丝温度对纤维结构与性能的影响

Tab. 3 Effect of spinning temperature on structure and property of the resulted fiber

项目	纺丝温度/°C			
	210	230	250	270
强度/cN·dtex <sup>-1</sup>	2.03	2.38	2.27	2.09
伸长率,%	79	88	89	97
结晶度(X光),%	48.2	45.2	44.8	45.5
结晶度(密度),%	56.3	54.8	53.7	53.2
声速取向因子	0.58	0.58	0.52	0.48
体积比电阻/Ω·cm	9.6×10 <sup>8</sup>	8.6×10 <sup>7</sup>	5.2×10 <sup>8</sup>	9.8×10 <sup>8</sup>
异形度,%	63.6	62.7	60.1	59.7

注: 纺丝速度 3.2 km/min; 抗静电剂总用量 0.7%; 抗静电剂比例 1<sup>#</sup>/3<sup>#</sup> 为 7:3; 单丝线密度 1.2 dtex(下同)。

### 2.5 纺丝速度对纤维结构与性能的影响

由表4可见,随纺丝速度提高,声速取向因子、结晶度也提高,纺丝速度在 2.4~2.8 km/min 结晶度和声速取向因子基本趋于饱和,同时,强度增大,伸长减小。体积比电阻随纺丝速度的增大而有减小的趋势,抗静电性能提高,但不明显。异形度随纺丝速度的增大而增大,见图2。

表4 纺丝速度对纤维结构与性能的影响

Tab. 4 Effect of spinning speed on structure and property of the fiber

项目	纺丝速度/km·min <sup>-1</sup>			
	2.0	2.4	2.8	3.2
强度/cN·dtex <sup>-1</sup>	2.03	2.15	2.27	2.38
伸长率,%	108	99	92	88
结晶度(X光),%	42.6	45.8	46.3	45.2
结晶度(密度),%	46.8	54.6	54.7	54.8
声速取向因子	0.44	0.59	0.58	0.58
体积比电阻/Ω·cm	6×10 <sup>8</sup>	1.6×10 <sup>8</sup>	3.8×10 <sup>8</sup>	8.6×10 <sup>7</sup>
异形度,%	58.6	58.6	60.7	60.1



a. 异形度 62.7%  
纺丝速度 3.2 km/min  
b. 异形度 58.6%  
纺丝速度 2.0 km/min

图2 纺丝速度对纤维异形度的影响

Fig. 2 Effect of spinning speed on degree of profile

### 2.6 单丝线密度对纤维结构与性能的影响

在纺丝速度为 3.2 km/min, 纺丝温度 230°C, 纺制了 4 种不同单丝线密度的纤维, 分别测定其结构和性能, 从表5可见, 随单丝线密度的升高, 声速取向因子降低, 结晶度随之降低, 力学性能变差。随单丝线密度的升高, 熔体细流冷却减慢, 丝

束凝固点下移, 轴向速度梯度变小, 有利于大分子解取向, 同时, 纺程上固化区的长度缩短, 从而导致纺程上张应力降低, 取向减小, 结晶度降低。体积比电阻随线密度的降低而有减小的趋势, 抗静电性能提高, 但不明显。吸湿率均在 1.5% 以上, 比纯丙纶有很大改善。异形度随纺丝线密度的增大而降低, 但不明显。

表5 线密度对纤维结构与性能的影响

Tab. 5 Effect of dpf on structure and property of the fiber

项目	线密度/dtex			
	3.5	2.8	2.0	1.2
强度/cN·dtex <sup>-1</sup>	2.02	2.08	2.18	2.38
伸长率,%	105	96	97	88
结晶度(X光),%	43.9	44.7	45.1	45.2
结晶度(密度),%	50.3	51.9	52.6	54.8
声速取向因子	0.49	0.50	0.56	0.58
体积比电阻/Ω·cm	5.9×10 <sup>8</sup>	6.4×10 <sup>8</sup>	7.8×10 <sup>9</sup>	8.6×10 <sup>7</sup>
异形度,%	62.7	65.4	68.5	67.2
吸湿率,%	1.5	1.6	1.5	1.8

注: 纺丝温度 230°C。

### 3 结论

a. 选择 1<sup>#</sup>, 3<sup>#</sup> 抗静电剂以质量比 7:3 复配, 总添加量 0.7%, 可明显改善纤维多次洗涤后的抗静电性能, 体积比电阻可降到 10<sup>7</sup>~10<sup>9</sup> Ω·cm。

b. 随着纺丝温度的降低, 结晶度和声速取向因子提高, 异形度随着温度的升高而降低, 体积比电阻基本不变。纺丝温度在 230°C 左右时, 力学性能最佳。

c. 随纺丝速度的提高, 声速取向因子、结晶度不断提高, 纤维的强度增大, 伸长减小, 纺丝速度达 2.4~2.8 m/min 时结晶度和取向因子基本趋于饱和, 抗静电性能随纺丝速度的增大而提高, 但不明显, 异形度随纺丝速度的增大而增大。

d. 随单丝线密度的升高, 声速取向因子、结晶度降低, 力学性能变差。抗静电性能变化不明显。吸湿率均在 1.5% 以上, 比纯丙纶有很大改善。异形度随纺丝线密度的增大而降低。

### 参考文献

- [1] 陈稀, 黄象安. 化学纤维实验教程[M]. 北京: 纺织工业出版社, 1988. 176, 201, 251
- [2] 董擎之. 聚丙烯切片流变性能的研究[J]. 金山化纤, 1995, 14(1): 1~4
- [3] Jinan C, Kikutant T, Takaku A. Nonisothermal Orientation-induced Crystallization in Melt Spinning of Polypropylene[J]. J Appl Polym Sci, 1989, (37): 2 633~2 697

## Study on high - speed spinning of fine profiled antistatic polypropylene fiber

Dong Qingzhi, Shi Yingde, Yang Zuting, Tang Xiaodong

(Petrochemical Institute, East China University of Science and Technology, Shanghai 201512)

**Abstract:** The technical combination of secondary mixing with antistatic agent, profile spinning and fine denier spinning was used to produce fine profiled antistatic polypropylene fiber. The weight ratio of built antistatic system about 0.7% offered good antistatic effect. The main spinning technology was drawn up by rheological investigation. The effects of the spinning parameters, such as spinning temperature, spinning speed, dpf, etc., on the structure and properties of the resulted fiber were also analyzed.

**Key words:** profile fiber; antistatic; polypropylene fiber; high - speed spinning; rheological behavior

## 广 告 索 引

- |                                       |      |
|---------------------------------------|------|
| 1. 德国阿加菲工程设计公司 .....                  | 封面   |
| 2. 南京艾迪尔科技有限公司 .....                  | 封二   |
| 3. 立达亚洲有限公司 .....                     | 封三   |
| 4. 江苏天音化工股份有限公司 .....                 | 封四   |
| 5. 巴陵石油化工设计院 .....                    | 插一   |
| 6. 浙江金湖塑料机械有限公司 .....                 | 插二   |
| 7. 北京北科麦恩自动化工程有限公司 .....              | 插三   |
| 8. 上海思尔达科学仪器有限公司 .....                | 插四   |
| 9. 中国石化股份公司巴陵分公司己内酰胺产品部 .....         | 插五   |
| 10. 孝感市五岳传感器有限公司 .....                | 插六   |
| 11. 2003 年第二届纺织机械及缝制设备(长沙)展览会 .....   | 插七   |
| 12. 扬州惠通聚酯技术有限公司 .....                | 插八   |
| 13. 中国无锡大源机械厂 .....                   | 插九   |
| 14. 岛津(香港)有限公司北京代表处 .....             | 插十   |
| 15. 北京光华建业商贸有限公司 .....                | HB1  |
| 16. 巴陵石油化工有限责任公司化工厂 .....             | HB2  |
| 17. 厦门市金润通科技有限公司 .....                | HB3  |
| 18. 浙大人工环境工程技术有限公司 .....              | HB4  |
| 19. 大连北方测控工程有限公司 .....                | HB5  |
| 20. 华东理工大学 .....                      | HB6  |
| 21. 山东寿光联盟精细化工有限公司 .....              | HB7  |
| 22. 郑州八达空调有限公司 .....                  | HB8  |
| 23. 盐城华强化纤机械有限公司 .....                | HB9  |
| 24. 上海久星化工有限公司 .....                  | HB10 |
| 25. 江苏盛泽化纤科技有限公司招聘启事 .....            | HB11 |
| 26. 德国司马化学(香港)有限公司北京代表处 .....         | HB12 |
| 27. 2003 年第三届国际纺织面料、纱线及家用纺织品展览会 ..... | HB13 |
| 28. 营口摩迪特种纤维有限公司 .....                | HB14 |
| 29. 郑州康创电气设备有限公司 .....                | HB15 |
| 30. 河南正通化工有限公司 .....                  | HB16 |
| 31. 无锡市大源机械厂 .....                    | HB17 |
| 32. 浙江皇马化工集团 .....                    | HB18 |
| 33. 上海峰液工贸有限公司雷帝工控设备分公司 .....         | HB19 |
| 34. 扬州英赛特化工技术有限公司 .....               | HB20 |
| 35. 浙江双利技术贸易有限公司 .....                | HB21 |
| 36. 太原先导自动控制设备有限公司 .....              | HB22 |