

文章编号: 0253-9721(2008)05-0015-04

# PTT 纤维碱处理工艺条件的优化

白秀娥, 管新海

(苏州大学 材料工程学院, 江苏 苏州 215021)

**摘要** 分别讨论 PTT 纤维碱处理工艺条件对减量率的影响, 通过正交试验设计得出 PTT 纤维碱处理的最佳工艺条件。同时探讨碱处理对 PTT 纤维结构性能及其表面形态的影响。结果表明: PTT 纤维经碱处理后, 表面形成明显的坑穴, 强度降低, 吸湿性能、染色性能提高, 当减量率达到 15.97% 时, 其上染率明显提高; 在促进剂(1631)浓度为 0.003 mol/L 条件下, PTT 纤维碱处理的最佳工艺条件为 NaOH 浓度 0.875 mol/L, 处理时间 60 min, 温度 90 °C, PTT 纤维的减量率可达到 15.97%。

**关键词** PTT 纤维; 碱处理; 工艺条件; 正交试验; 结构; 性能

中图分类号: TQ 342 文献标识码: A

## Process optimization of alkali treatment of PTT fibers

BAI Xiu'e, GUAN Xinhai

(School of Material Engineering, Soochow University, Suzhou, Jiangsu 215021, China)

**Abstract** The article studied the effect of alkali treatment conditions on the weight reduction, structure and morphology of PTT fibers, and the optimal process conditions were determined by orthogonal design analysis. The results showed that many pits are distributed on the surface of the fibers. The mechanical property has decreased a little, but the wettability and dyeability have improved. When the weight less is 15.97%, their dyeability obviously increases. When the concentration of promoter (1631) is 0.003 mol/L, the optimal process conditions for alkaline treatment of PTT fibers are as follows: the concentration of sodium hydroxide solution, 0.875 mol/L; treating at 90 °C for 60 minutes.

**Key words** PTT fiber; alkali treatment; process condition; orthogonal experiment; structure; property

PTT(聚对苯二甲酸丙二酯)纤维是以 1,3-丙二醇与对苯二甲酸为原料经聚合、熔融纺丝而获得的新一代聚酯纤维<sup>[1-4]</sup>。聚酯纤维虽以强度高,热稳定性好,织物耐洗可穿而著称,但存在吸湿性较差,难染色,静电大,易污染、起球等缺点,而碱处理可改善纤维的手感、亲水性和去污性,同时减少静电和起球倾向。对 PET 纤维碱处理的研究已相当广泛,但针对 PTT 纤维碱处理的系统研究报道较少<sup>[5-6]</sup>。本文系统研究了 PTT 纤维碱处理工艺条件对减量率的影响,结合 PTT 纤维与 PET 纤维的对比试验,分别作出减量率与碱浓度、时间、温度的关系曲线,并用正交试验法分析影响 PTT 纤维碱处理的各个因素,得出 PTT 纤维碱处理的最佳工艺条件。同时探讨碱处理对 PTT 纤维的表面形态以及力学性能、吸湿性

能和染色性能的影响。为改善 PTT 纤维的染色性能,实现 PTT 纤维混纺或交织产品同浴碱处理提供一定的参考。

## 1 试验

### 1.1 材料

PTT 长丝: 44.4 dtex/12f; PET 长丝: 110 dtex/36 f; NaOH、促进剂(1631)均为化学纯。

### 1.2 正交试验设计

在固定促进剂(1631)浓度为 0.003 mol/L, 浴比为 1:50 的条件下, 确定 5 水平 3 因素的正交试验条件(见表 1)。采用  $L_{25}(5^6)$  正交试验表, 根据实际情

收稿日期: 2007-06-05 修回日期: 2007-10-09

作者简介: 白秀娥(1963—), 女, 副教授, 学士。主要从事纤维成型加工及结构性能研究。E-mail: baixiue@suda.edu.cn.

况,把误差考虑进去,选用 1,3,6 列,其余列空着,用作误差处理,正交表数据处理见表 2。

表 1 正交试验条件

Tab.1 Orthogonal experimental conditions

水平	A	B	C
	碱浓度/(mol·L <sup>-1</sup> )	时间/min	温度/℃
1	0.625	30	50
2	0.750	40	60
3	0.875	50	70
4	1.000	60	80
5	1.125	70	90

表 2 正交表数据处理

Tab.2 Orthogonal data processing

试验号	A		B			C	减量率/%
	1	2	3	4	5	6	
1	1	1	1	1	1	1	1.059
2	1	2	2	2	2	2	1.116
3	1	3	3	3	3	3	1.821
4	1	4	4	4	4	4	5.980
5	1	5	5	5	5	5	11.197
6	2	1	2	3	4	5	7.214
7	2	2	3	4	5	1	1.264
8	2	3	4	5	1	2	1.523
9	2	4	5	1	2	3	3.352
10	2	5	1	2	3	4	2.820
11	3	1	3	5	2	4	4.848
12	3	2	4	1	3	5	15.965
13	3	3	5	2	4	1	1.407
14	3	4	1	3	5	2	1.840
15	3	5	2	4	1	3	2.237
16	4	1	4	2	5	3	3.374
17	4	2	5	3	1	4	6.329
18	4	3	1	4	2	5	6.402
19	4	4	2	5	3	1	1.101
20	4	5	3	1	4	2	1.647
21	5	1	5	4	3	2	1.778
22	5	2	1	5	4	3	1.498
23	5	3	2	1	5	4	5.005
24	5	4	3	2	1	5	16.351
25	5	5	4	3	2	1	1.335
I <sub>j</sub>	4.235	3.654	2.724	5.405	5.540	1.237	
II <sub>j</sub>	3.234	5.235	3.335	5.053	3.415	1.564	
III <sub>j</sub>	5.259	3.231	5.226	3.712	4.697	2.321	
IV <sub>j</sub>	3.771	5.765	5.639	3.532	3.549	4.997	
V <sub>j</sub>	5.237	3.851	4.812	4.033	4.536	11.466	
S	2.025	2.534	2.915	1.873	2.215	10.229	

### 1.3 碱处理

试样的碱处理是将反应器置于电热恒温水浴锅中进行,固定促进剂(1631)浓度为0.003 mol/L,浴比为1:50,按表 2 所示的试验号 1~25 依次进行试验,根据处理前后的纤维质量求得减量率 W(见表 2)。

$$W = (W_1 - W_2) / W_1 \times 100\%$$

式中 W<sub>1</sub>、W<sub>2</sub> 分别为碱处理前后纤维的质量。

### 1.4 测试

#### 1.4.1 力学性能测定

用 YG003 型单纤维强力仪测定不同减量率 PTT 纤维的断裂强度。

#### 1.4.2 吸湿性能测定

试样烘干后在 20~25 ℃和 60%~65% 相对湿度下平衡 24 h,根据其质量变化计算回潮率 G。

$$G = (G_2 - G_1) / G_1 \times 100\%$$

式中 G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub> 分别为烘干试样吸湿前后的质量。

#### 1.4.3 染色性能测定

将不同减量率的 PTT 纤维放入温度为 90 ℃,浴比为 1:60 的含 1% (o. w. f) 分散红 R-60 染料的溶液中,恒温加热 120 min,然后取出水洗晾干,用 Ultrascan XE 型测色仪测定不同减量率的 PTT 纤维的 K/S 值。

#### 1.4.4 表面形态观察

用 DXS-10A DG SE01 型扫描电子显微镜观察不同减量率的 PTT 纤维的表面形态。

## 2 结果与分析

### 2.1 正交试验结果分析

方差分析表见表 3。由表 2、3 可知:1) 温度、时间与碱浓度对减量率的影响大小为 C > B > A。2) 温度对减量率有显著的影响,由表 2 可以看出,选取 5 水平即温度为 90 ℃为好。3) 时间、浓度对减量率的影响较小,由表 2 可以看出,时间选取 4 或 3 水平为好,即 60 min 或 50 min; 碱浓度选取 3 或 5 水平为好,即 0.875 mol/L 或 1.125 mol/L。4) 由试验得到最优工艺条件为 1) A<sub>3</sub>B<sub>4</sub>C<sub>5</sub>, 即碱浓度为 35 g/L, 时间为 60 min, 温度为 90 ℃, 相对应的减量率为 15.97%; 2) A<sub>5</sub>B<sub>3</sub>C<sub>5</sub>, 即碱浓度为 1.125 mol/L, 时间为 50 min, 温度为 90 ℃, 相对应的减量率为 16.35 %。

表 3 方差分析表

Tab.3 Variance analysis

方差来源	偏差平方和	自由度	F 比	显著性
A	16.037	4	0.296	⊙
B	31.593	4	0.584	⊙
C	359.447	4	6.639	*
误差	162.42	12		

注: \* 表示对试验结果有显著的影响, ⊙ 表示对试验结果有一定的影响。

### 2.2 碱浓度与减量率的关系

减量率与碱浓度的关系见图 1。由图可知,当

浓度大于0.75 mol/L时,随着碱浓度的增加减量率增加。这是由于随着碱浓度的增加,体系中羟基的含量增大,羟基进攻酯键的几率增大,加快了反应速度,从而减量率增加。将 PTT 纤维与 PET 纤维比较可发现,在同一条件下,PTT 纤维减量率明显低于 PET 纤维减量率,PTT 纤维减量率的增加幅度也明显低于 PET 纤维减量率增加幅度,这是由于 PET 纤维的吸水率比 PTT 纤维高<sup>[7]</sup>,使 PET 纤维在相同的时间里吸收更多的碱,更快地发生“剥皮反应”。这也说明在浓度较低时(如小于0.75 mol/L),PTT 纤维吸收的碱量不足以发生“剥皮反应”,而是吸附在纤维表面,从而使减量率有所降低。

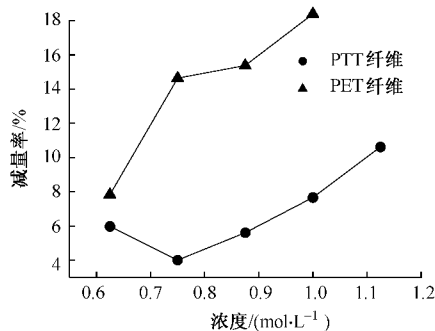


图1 减量率与碱浓度的关系

Fig.1 Relationship between weight loss and concentration

## 2.3 时间与碱减量率的关系

减量率与时间的关系见图2。由图可知减量率随着时间的增加而增大,但随时间的延长,增大的幅度趋于缓和,这是因为随着反应的进行,体系内的OH<sup>-</sup>的浓度降低,使水解反应速度变慢。PTT 纤维与 PET 纤维相对比,时间对其减量率的影响相类似。

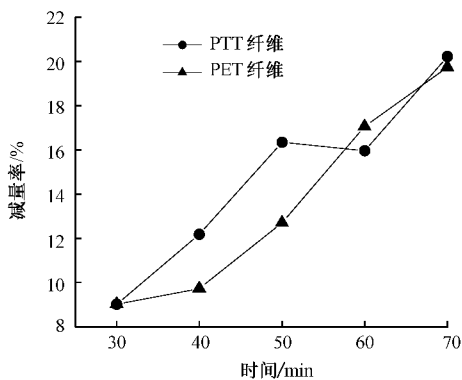


图2 减量率与时间的关系

Fig.2 Relationship between weight loss and treatment time

## 2.4 温度与碱减量率的关系

减量率与温度的关系见图3。由图可知,PTT 纤维和 PET 纤维一样,其减量率随温度的增高而增大,在70 °C左右减量率随温度的增加迅速上升。这是因为:1) 温度升高,羟基热运动的能力增强,渗透能力增大;2) 温度升高,大分子的运动能力增强,分子内产生瞬间空隙的几率增大,羟基可以通过空隙顺利渗透进入纤维并反应;3) 当温度超过玻璃化温度(PET 纤维和 PTT 纤维的  $T_g$  分别为 45 ~ 65 °C 和 70 ~ 80 °C<sup>[7]</sup>)后,温度的影响更为显著。

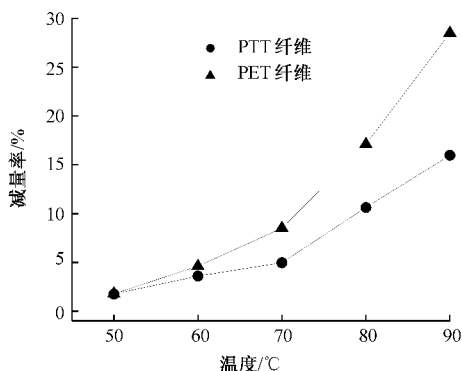


图3 减量率与温度的关系

Fig.3 Relationship between weight loss and temperature

## 2.5 碱处理对纤维表面形态的影响

处理前后 PTT 纤维的表面形态见图4。可以看出,未经碱减量处理的 PTT 纤维表面光滑、平整、圆润,结构紧密,减量后的 PTT 纤维由于表层分子被水解,表面出现明显坑穴。

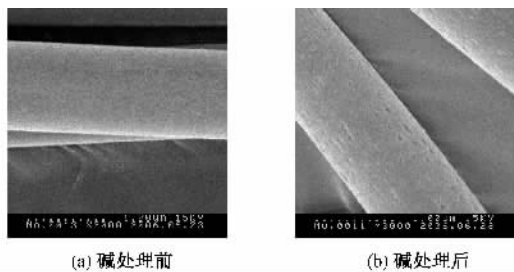


图4 碱处理前后 PTT 纤维的表面形态

Fig.4 PTT fiber morphology before (a) and after (b) alkali treatment

## 2.6 碱处理对纤维力学性能的影响

减量率与纤维力学性能的关系见图5。由图可知,随减量率的增加,减量后的 PTT 纤维的断裂强度下降。这是由于经碱减量处理后,纤维表面遭剥蚀,形成的坑穴成为纤维力学性能的缺陷,从而导致纤维的强度下降,但断裂伸长变化不大。

## 2.7 碱处理对纤维吸湿性能的影响

减量率与纤维回潮率的关系见图6。由图可

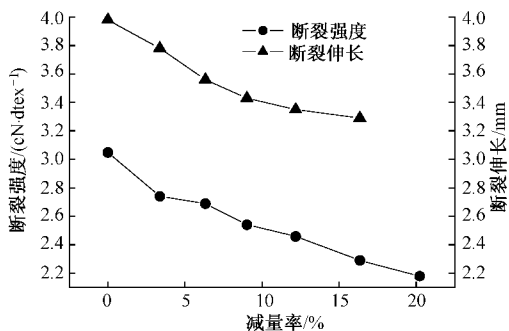


图 5 减量率与纤维力学性能的关系

Fig.5 Relationship between weight loss and tensile elongation

知,随着减量率的增加,回潮率略有增大。这是因为 PTT 纤维和 PET 纤维一样,均为疏水性纤维,但由于经碱减量处理后纤维表面出现了坑穴,纤维表面的非结合水分增加,所以回潮率略有增大。

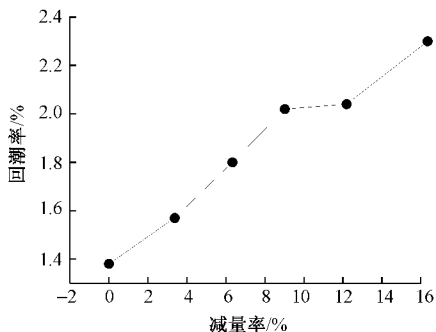


图 6 减量率与纤维回潮率的关系

Fig.6 Relationship between weight loss and moisture regain

### 2.8 碱处理对纤维染色性能的影响

减量率与纤维  $K/S$  值的关系见图 7。由图可知,当减量率小于 15.97% 时,  $K/S$  值变化不大,当减量率大于 15.97% 时,其  $K/S$  值明显上升。这是由于在相同染色条件下,上染率的大小与纤维的超分子结构和表面形态有关。一方面,碱处理后非晶区被优先水解,晶区含量相对增加,使上染率下降;另一方面,碱处理后纤维表面产生坑穴,纤维变细,纤维比表面积增加,染料分子可通过更多的纤维表面进行扩散,使上染率增加,当减量率大于 15.97% 时,第 2 个因素起主导作用,所以  $K/S$  值明显提高。

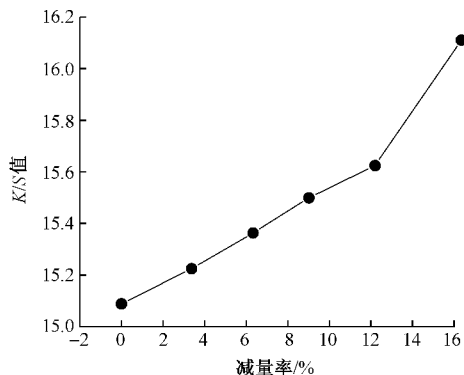


图 7 减量率与纤维  $K/S$  值的关系

Fig.7 Relationship between weight loss and  $K/S$  value

## 3 结 论

1)在 PTT 纤维的碱处理过程中,减量率随温度、时间、浓度的增加而增加。处理温度对减量率的影响最为显著,其次为时间,碱浓度影响最小。

2)PTT 纤维碱处理的最佳工艺条件为:碱浓度 0.875 mol/L,时间 60 min,温度 90 °C,相对应的减量率为 15.97%;碱浓度 1.125 mol/L,时间 50 min,温度 90 °C,相对应的减量率为 16.35%。均具有较好的碱处理效果。

3)在试验范围内,碱处理后 PTT 纤维强度有所下降,回潮率有所提高,当减量率小于 15.97% 时,PTT 纤维的  $K/S$  值变化不大,当减量率大于 15.97% 时,  $K/S$  值明显上升。

FZXB

### 参考文献:

[ 1 ] 沈云,郁从珍.聚对苯二甲酸丙二酯纤维及其开发进展[J].合成技术及应用,1997,12(1):24-28.

[ 2 ] 廖镜华,新型聚酯纤维 PTT[J].广西化纤通讯,1999,27(2):2-6.

[ 3 ] 王兴良,辛长征,黄象安.PTT 纤维结构与性能的研究现状[J].产业用纺织品,2002,20(9):1-4.

[ 4 ] 刘越,李宪科.PTT 纤维的发展及其染色加工探讨[J].合成技术及应用,2003,18(2):30-33.

[ 5 ] 郑敏,尚宜昌,孙全成.超声波/碱处理去除 PTT 纤维染色中的表面低聚物[J].印染,2004,30(9):4-6.

[ 6 ] 胡韵,朱亚伟,陆佳英.PTT 和 PET 纤维碱减量的差异[J].四川丝绸,2005(2):24-26.

[ 7 ] 黄立新.PTT 纤维及其产品的开发与应用[J].上海纺织科技,2002,30(2):16-17.