



# 皮芯负氧离子涤纶长丝的研制

凌荣根<sup>1</sup>, 孙福<sup>1</sup>, 钱建华<sup>1</sup>, 马立东<sup>2</sup>, 袁文冲<sup>2</sup>, 冯家骏<sup>2</sup>

(1. 先进纺织材料与制备技术教育部重点实验室(浙江理工大学), 浙江 杭州 310018;

2. 荣盛石化股份有限公司, 浙江 杭州 311247)

**摘要** 将负氧离子粉体添加到聚酯载体中制备功能母粒,与常规聚酯(PET)复合纺丝制成皮芯负氧离子长丝。通过差示扫描量热仪(DSC)、流变仪、熔融指数仪对负氧离子功能母粒的结晶温度、熔融温度、流变性、表观黏度等可纺性能进行了表征,对负氧离子纤维的纺丝工艺进行了研究,并对复合功能纤维的负氧离子释放浓度、回潮率、比电阻进行了测试。结果表明,负氧离子母粒的结晶温度降低,熔融温度变化不大;在相同剪切速率下,负氧离子母粒的剪切黏度比PET大;当温度达到280℃时,负氧离子母粒和PET 2种熔体才能进行复合纺丝;负氧离子母粒的熔融温度及纺丝温度要比PET高;功能纤维释放负氧离子浓度达到郊外田野的水平,回潮率比PET提高了1倍,并具有一定的抗静电性能。

**关键词** 负氧离子;功能母粒;可纺性;皮芯纤维;涤纶长丝

中图分类号:TQ 342 文献标志码:A

## Development of sheath-core oxygen anionic polyester filament

LING Ronggen<sup>1</sup>, SUN Fu<sup>1</sup>, QIAN Jianhua<sup>1</sup>, MA Lidong<sup>2</sup>, YUAN Wenchong<sup>2</sup>, FENG Jiajun<sup>2</sup>

(1. Key Laboratory of Advanced Textile Materials and Manufacturing Technology (Zhejiang Sci-Tech University),

Ministry of Education, Hangzhou, Zhejiang 310018, China; 2. Rongsheng Petrochemical

Group Corporation Limited, Hangzhou, Zhejiang 311247, China)

**Abstract** The functional master-batch was prepared by adding oxygen anionic powder into polyester carrier, then the sheath-core oxygen anionic fiber was produced through compound spinning by using functional master-batch and PET. The crystallizing temperature, melting temperature, rheological property, and apparent viscosity of the functional master-batch and PET were characterized by differential scanning calorimetry (DSC), rheometer, and melting index analysis (MI). The compound spinning process of oxygen anionic fiber was investigated. The oxygen anion release, moisture regain, and specific resistivity of compound functional fiber were tested. The results showed that the crystallizing temperature of master-batch was lower than that of ordinary PET, but the melting temperature change was little. The shear viscosity of the master-batch was higher than that of PET at the same shear rate. The master-batch melt and PET melt could be compound spun only when the temperature was above 280℃. The melting temperature and spinning temperature of master-batch was higher than those of PET. The oxygen anion release level of functional fiber was close to that of suburban fields, the moisture regain was one time higher than that of ordinary PET, and the functional fiber had antistatic property.

**Key words** oxygen anion; functional master-batch; spinnability; sheath-core fiber; polyester filament

负氧离子纤维具有远红外发射性、负离子发生性,能够起到消除人体异味,抑制机体内部细菌生长,增强人体免疫功能的保健作用<sup>[1-5]</sup>,具有染色性

能好、耐磨性好、抗菌性佳等优点<sup>[6-8]</sup>,与其他纤维混纺或交织,能开发出多种保健性纺织品,产品具有较大的竞争力和良好的市场前景<sup>[9-10]</sup>。

目前关于负氧离子纤维的研究报道有很多,但关于皮芯型负氧离子纤维的研究报道较少,大多为纤维后整理研究,而直接纺制负氧离子长丝产品在技术上难度较大,尚未形成规模化生产。本文将能释放负氧离子的纳米级复合粉体加入聚酯载体中,经皮芯型复合纺丝法制备具有持久释放负氧离子功能的长丝。

## 1 实验部分

### 1.1 实验原料

纳米级负氧离子粉体,北京矿冶研究院提供;聚酯载体,实验室120 L半连续聚合釜合成;常规聚酯,浙江荣盛石化股份有限公司提供;聚乙烯蜡分散剂,市售;钛酸四丁酯偶联剂,市售;1010、亚磷酸酯抗氧剂,市售;硬脂酸钙润滑剂,市售。

### 1.2 实验设备及仪器

SJSH-30 型双螺杆配混挤出机,南京橡塑机械厂生产;ZG-450 型动态真空干燥机,浙江理工大学研制;CMS-25 型复合纺丝试验机,上海经纬机械制造有限公司生产;PQ668 型平牵机,南昌友联纺织机械厂生产;Pyris Diamond 1 型差示扫描量热仪(DSC),Perkin-Elmer公司生产;Rosand RH7 型毛细管流变仪,Malvern公司生产;RL-11B 型熔融指数仪,上海思尔达科学仪器有限公司生产。

### 1.3 实验方法

将聚酯载体干燥后与负氧离子粉体、分散剂、抗氧化剂、润滑剂等助剂按一定比例混合,通过双螺杆挤出机制备负氧离子功能母粒。经实验验证,负氧离子粉体质量分数为 5% 的母粒其可纺性及释放负氧离子浓度均达到最佳,因此本文选择质量分数为 5% 的负氧离子母粒进行实验。为了摸索纺丝工艺条件,通过 DSC、流变仪、熔融指数仪对负氧离子母粒及 PET 的相关性能进行了测试。母粒及常规聚酯(PET)经真空干燥后,通过双螺杆复合纺丝机纺制皮芯型负氧离子纤维,经牵伸成为 DT 丝。对纤维的强伸性能、回潮率、体积比电阻、释放负氧离子浓度、远红外发射率进行了测试。

## 2 结果与讨论

### 2.1 负氧离子母粒的性能

#### 2.1.1 差热分析

图 1 示出负氧离子母粒及 PET 的 DSC 曲线。

从图中可以明显看到,添加了纳米级负氧离子粉体的母粒其结晶温度( $T_c$ )比 PET 降低了 15 °C 左右,而玻璃化温度( $T_g$ )和熔融温度( $T_m$ )基本上相同。说明纳米级负氧离子粉体材料的加入,导致母粒中的 PET 能在较低温度下结晶,这是因为纳米材料的粒子起到了成核剂的作用,改变了 PET 的晶核类型,使母粒中的 PET 由均相成核转变为异相成核<sup>[11]</sup>,因此负氧离子母粒中的 PET 更易结晶。所以在干燥生产过程中,可将母粒结晶温度适当降低,但干燥温度还需与 PET 相同。

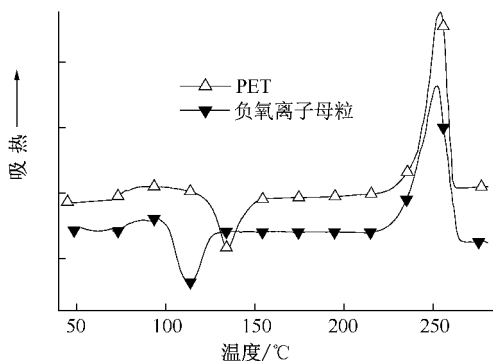


图 1 负氧离子母粒及 PET 的 DSC 曲线

Fig. 1 DSC curves of oxygen anionic master-batch and PET

#### 2.1.2 流变性能分析

图 2 示出负氧离子母粒及 PET 的流变曲线。从图中可以看出,负氧离子母粒与 PET 的流动特征比较相似,其剪切黏度均随着剪切速率的增大而减小;在高剪切速率区,2 种熔体的剪切黏度趋于接近。对比 2 条曲线可以看出,在相同剪切速率下,母粒的剪切黏度比 PET 的剪切黏度要高,这说明纳米材料的加入使高聚物的熔融流动性能变差。因此在复合纺丝时母粒的纺丝温度比 PET 的温度要稍高些,才能使 2 种流体的流动性能接近,实现顺利纺丝。

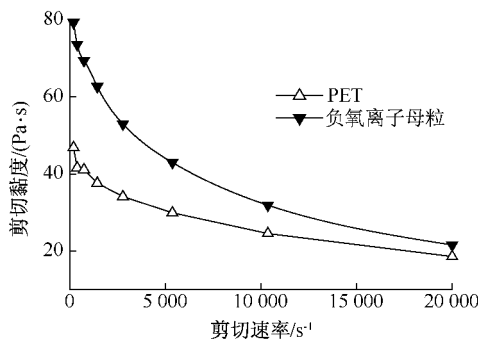


图 2 负氧离子母粒及 PET 的流变曲线

Fig. 2 Rheological curves of oxygen anionic master-batch and PET

### 2.1.3 熔融指数分析

图 3 示出负氧离子母粒及 PET 的熔融指数倒数 ( $1/MI$ ) 与温度的关系。可以看出, 熔融指数倒数均随温度的升高而变小, 特别是在  $280\text{ }^{\circ}\text{C}$  以下更加明显, 说明升高温度能够改善母粒的流动性能, 当温度达到  $280\text{ }^{\circ}\text{C}$  时, 2 条曲线比较接近,  $1/MI$  值随温度的变化较小, 说明在  $280\text{ }^{\circ}\text{C}$  以上时熔体表观黏度随温度的变化较小, 2 种熔体能够进行复合纺丝。这为皮芯纤维复合纺丝工艺的制定提供了参考。

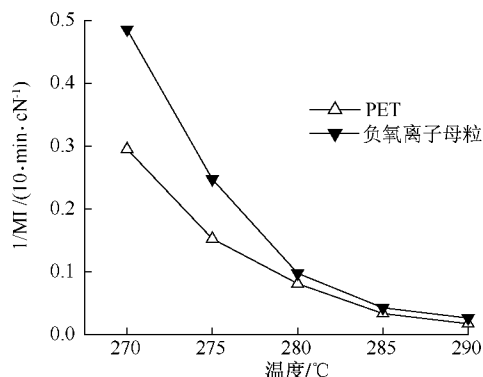


图 3 负氧离子母粒及 PET 的  $1/MI$  与温度的关系

Fig.3 Relations between  $1/MI$  and temperature of oxygen anionic master-batch and PET

## 2.2 负氧离子纤维的纺丝性能

通过对母粒的可纺性能研究, 并经纺丝验证, 获得 POY 纺丝的工艺条件列于表 1。从表中可知, 母粒的熔融温度及纺丝温度均比 PET 提高了  $2\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 其目的是为了使其 2 种熔体的表观黏度更加接近, 从而保证在 2 种熔体进入纺丝组件时的压力接近, 使 2 种熔体在喷丝板处平稳会合, 避免出丝时出现勾头丝。

表 1 皮芯负氧离子长丝纺丝工艺参数

Tab.1 Spinning process parameters of sheath-core oxygen anionic filament

组分	螺杆温度/ $^{\circ}\text{C}$			箱体温度/ $^{\circ}\text{C}$	纺丝速度/ $(\text{m}\cdot\text{min}^{-1})$
	一区	二区	三区		
PET	265	280	285	285	2 500
母粒	265	282	287	287	2 500

注: 测吹风速为  $0.5\text{ m/min}$ , 吹风温度为  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

图 4 为负氧离子皮芯纤维的横截面图。由于暴露在纤维外面的部分才能起到释放负氧离子的作用, 而纤维里面的部分就失去了释放负氧离子的功能, 因此本文选用皮芯型复合纺丝组件, 以负氧离子母粒作为皮层, 常规 PET 作为芯层, 纤维中皮层和芯层的质量分数各占  $50\%$ 。这样既提高了纤维的

强度, 又节约了纤维的制造成本, 同时又使含负氧离子粉体的皮层能够最大限度地暴露在外面, 以使其能最大量释放负氧离子<sup>[12]</sup>。

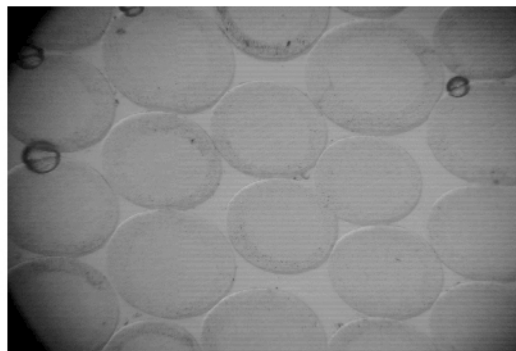


图 4 皮芯负氧离子长丝横截面图

Fig.4 Cross section photo of sheath-core oxygen anionic filament

## 2.3 负氧离子纤维性能

表 2 示出经 1.8 倍牵伸后负氧离子长丝的性能指标。由表可知: 该纤维释放负氧离子的浓度超过  $5\text{ }000\text{ 个}/\text{cm}^3$ , 为普通涤纶的 10 倍以上 (普通涤纶为  $420\text{ 个}/\text{cm}^3$ ); 功能上已经超过都市公园里负氧离子的浓度, 达到了郊外田野中负氧离子的浓度水平 ( $5\text{ }000\sim 50\text{ }000\text{ 个}/\text{cm}^3$ ); 纤维的远红外线发射率达到  $84\%$ , 具有良好的远红外线保健功能; 功能纤维的回潮率为常规聚酯纤维回潮率的 2 倍, 这一方面是因为负氧离子粉体材料具有较强的吸湿性, 另一方面是因为纳米材料加入到高分子材料中, 导致大分子间结合力减弱, 结晶区比较松散<sup>[13]</sup>, 因而纤维回潮率提高; 功能纤维的体积比电阻较常规 PET ( $1\times 10^{14}\sim 1\times 10^{15}\ \Omega\cdot\text{cm}$ ) 降低了 5 个数量级以上, 已经具有一定的抗静电性能, 这是由于负氧离子纤维皮层中的纳米级粉体含有铝、铁、镁等金属元素以及纤维的回潮率提高所致。

表 2 皮芯负氧离子涤纶牵伸长丝的性能

Tab.2 Properties of sheath-core oxygen anionic PET filament

断裂强度/ $(\text{cN}\cdot\text{dtex}^{-1})$	断裂伸 长率/%	负氧离子浓度 ( $\text{个}\cdot\text{cm}^{-3}$ )	远红外线发 射率/%	回潮 率/%	体积比电 阻/ $(\Omega\cdot\text{cm})$
3.1	21	5 040	84	0.8	$8.12\times 10^8$

## 3 结 论

负氧离子母粒中 PET 的结晶温度降低, 熔融温度变化不大, 在相同剪切速率下, 负氧离子母粒的剪

切黏度比 PET 大,在温度达到 280 ℃ 时,负氧离子母粒和 PET 2 种熔体才能进行复合纺丝。

负氧离子母粒的熔融温度及纺丝温度均比 PET 高;所制备的功能纤维释放负氧离子浓度超过 5 000 个/cm<sup>3</sup>,为普通涤纶丝的 10 倍以上,远红外线发射率达到 84%,回潮率比 PET 纤维提高了 1 倍,具有一定的抗静电性能。

FZXB

#### 参考文献:

- [ 1 ] 邱发贵,李全明,张梅,等.负离子纤维及其纺织品的研究进展[J].高科技纤维及应用,2008,33(3):19-23.  
QIU Fagui,LI Quanming,ZHANG Mei,et al. New research progress in anion fiber and textile[J]. Hi-Tech Fiber & Application,2008,33(3):19-23.
- [ 2 ] 钱建华,孙福,凌荣根.负氧离子聚酯纤维的研制及性能[J].纺织学报,2007,28(4):16-18.  
QIAN Jianhua,SUN Fu,LING Ronggen. Preparation and property of anionic polyester fiber[J]. Journal of Textile Research,2007,28(4):16-18.
- [ 3 ] 栾凤祥.关于负离子远红外线纺织品应用理论的探讨[J].天津纺织科技,2000,38(4):10-12.  
LUAN Fengxiang. Discussion on application theory of anion far infrared textile [ J ]. Tianjin Textile Science & Technology,2000,38(4):10-12.
- [ 4 ] 叶远静,袁小红.负离子纺织品研究进展及应用[J].现代纺织技术,2006,14(3):52-54.  
YE Yuanjing,YUAN Xiaohong. Research progress and application of anion textiles [ J ]. Advanced Textile Technology,2006,14(3):52-54.
- [ 5 ] 高洁,李青山,周可富,等.负离子添加剂在纺织品中的应用[J].纺织科学研究,2004,15(1):27-30.  
GAO Jie,LI Qingshan,ZHOU Kefu,et al. Application of anion additions in textile[J]. Textile Scientific Research,2004,15(1):27-30.
- [ 6 ] 赵博.多功能负氧离子纤维的性能特点及产品开发[J].江苏丝绸,2007(3):8-9,17.

- ZHAO Bo. Performance characteristic and product development of multi-function anion fiber[J]. Jiangsu Silk,2007(3):8-9,17.
- [ 7 ] 李青山,倪士民,王新伟,等.负离子功能纤维与纺织品研究进展[J].材料导报,2005,19(6):32-35.  
LI Qingshan,NI Shimin,WANG Xinwei,et al. Development of negative-ion function fiber and textile[J]. Materials Review,2005,19(6):32-35.
- [ 8 ] 毕鹏宇,陈跃华,李汝勤.负离子纺织品及其应用的研究[J].纺织学报,2003,24(6):99-101.  
BI Pengyu,CHEN Yuehua,LI Ruqin. Study on anion textile and application[J]. Journal of Textile Research,2003,24(6):99-101.
- [ 9 ] 苍风波.负离子功能纺织品的现状及其发展趋势[J].纺织科技进展,2005(2):7-9.  
CANG Fengbo. The actuality and development trends of negative ion function textile [ J ]. Progress in Textile Science & Technology,2005(2):7-9.
- [ 10 ] 张艳,陈跃华,陈杰华,等.负离子纺织品的研究与应用[J].上海纺织科技,2002,30(5):52.  
ZHANG Yan,CHEN Yuehua,CHEN Jiehua,et al. Research and application of anion textile [ J ]. Shanghai Textile Science & Technology,2002,30(5):52.
- [ 11 ] POLYAKOVA A,STEPANOV E V. Effect of crystallization on oxygen-barrier properties of copolyesters based on ethylene terephthalat[J]. J Polym Sci: Polym Phys,2001,39:1911-1919.
- [ 12 ] 杨瑞玲,曾新.负离子涤纶短纤维的研制[J].合成纤维,2005(5):29-31.  
YANG Ruiling,ZENG Xin. Trial production of anion polyester staple fiber [ J ]. Synthetic Fiber in China,2005(5):29-31.
- [ 13 ] 姚穆,周锦芳,黄淑珍,等.纺织材料学[M].2版.北京:中国纺织出版社,1997:468.  
YAO Mu,ZHOU Jinfang,HUANG Shuzhen,et al. Textile Materials[M]. 2nd ed. Beijing:China Textile & Apparel Press,1997:468.