

# 聚酯纤维纺前着色新工艺试验

沈培 曾德祥

(上海第二棉纺织厂)

## 一、前 言

发展化学纤维纺前着色工艺,在节约能源和减少三废等方面有明显的优点。从世界范围看,粘胶与聚烯烃纤维早已进行纺前着色,而涤纶则到七十年代初才逐步发展。最早用的工艺称全量着色法(Colored Pellet Method),1976年后,有母体着色法(Master Batch Method)和包覆法(即粉状染料与聚酯切片在干燥时混和)两种新工艺问世。近年,注入法(Injection Method)也逐渐形成生产能力,但这种方法对设备的精确度要求高,还存在一些技术性问题,尚未能得到推广。目前,国外使用得最多的方法是母体着色法。除某些特殊色泽外,全量着色法已逐步淘汰。

我国的涤纶纺前着色工艺,于1973年开始试验,1974年投入生产。色泽约10个,大部分是黑色,其余为咖啡、米色、灰色等。主要用的是全量着色法,它的优点是成本低,适于大批量生产;缺点是设备污染严重,着色剂要经受六小时以上280°C左右的高温,可适用的染料不多,品种受到限制。我厂曾用全量着色法生产过有色涤纶短纤维二千余吨,感到此法仅适用于大批量生产,如少于百吨,则由于换色麻烦,带色丝多,生产困难。

1979年初我们与上海市染料研究所应用技术室等单位协作,对新着色剂进行研制试纺,纺制的涤纶有色纤维由本厂自拈纺车间纺纱,供针织和机织用,结果比较满意。

## 二、聚酯纤维纺前着色的 经济价值

聚酯纤维(涤纶)分子结构紧密,结晶度和取向度较高,含极性离子基团少,缺乏亲水吸湿性。通过X射线衍射所得到的聚酯分子链和染料分子模式如图1所示。



图1. 聚酯分子链和染料分子排列比例( $\times 10^9$ )

可见,在聚酯分子的曲折长链间,没有可以容纳染料分子的空隙,染料分子不易透进纤维。故涤纶只能选择分散性染料,用载体、热溶或高温高压等特殊方法进行染色。

纺前着色,是在制造涤纶切片或纺制纤维过程中,加入适当着色剂,溶解或均匀分散在熔体中,纺后能形成皮芯层均一着色的纤维,与常规染色法相比,有以下优点:

1. 节能多 初步统计,每一百吨纺前着色短纤维,比成纤后染色可节约用水一万吨,煤气1.65万立方米,煤280吨和电5.6万度。

2. 三废少 除换色及清理设备时要产生少量废料、废水外,正常生产中几乎没有废水产生。本色纤维染色时,每染一百公斤就

要产生废水 10 吨以上。

**3. 染料利用率高** 纺前着色剂可百分之百利用,当干色含量(纤维中的染料浓度)接近 2% 时,即可获得深色。本色纤维染黑色时,每一百公斤需耗用分散性染料 12~14 公斤,利用率最高只能达 70%。

**4. 成本低** 用有色丝加工的织物,因为简化了染色工艺,成本要比普通染色法降低 55% 以上。如用全量着色法,并由化纤厂自磨色浆,则降低比例还要大。

**5. 设备简化** 年产一万吨染色散纤维的车间,需厂房面积 1,300 平方米,设备投资 250 万元。年产 1000 吨着色涤纶车间,用全量着色法生产并自磨色浆时,只要设备投资 15 万元和 200 平方米的厂房;如用切片包覆法或色母料法,只需增加 2 万元左右的打样小纺丝设备即可。

**6. 着色均匀** 纺前着色纤维不但着色均匀,而且具有很高的色牢度,要比普通染色法高 1~2 级,纤维内在强力不受影响。

现根据国内外的资料 and 我们的实践,将聚酯纤维不同染色法的经济效果比较如下:

表 1: 不同染色法与纺前着色经济效果  
(单位:千元/吨)

费用项目	染色方法 丝束散纤维 染色	筒子染色	纺前着色
染料(黑色)	10~12	10~12	1.5~3
设备折旧	0.380	0.330	0.050
动力和水	0.300	0.340	0.010
企业管理(注1)	0.580	0.600	0.100
污水处理	0.100	0.100	—
助剂	0.270	0.270	0.010
废料损失	0.060	0.060	0.200
工资(注2)	0.540	0.550	0.010
合计	12.23	12.25	1.88~3.38 (注3)

注[1] 企业费包括厂房折旧,准备人员工资和其它的经营管理费。

[2] 工资按月平均 60 元/人和一般的劳动生产率计算。

[3] 3,380 元一项系照全量着色法外购色浆价格计算。

但纺前着色的色谱调节不及一般染色法

灵活,色泽上有一定的局限性,因此它还不能完全取代常规染色法。从世界市场看,用纺前着色的聚酯纤维,约占总产量的 30~40%,主要色泽是海军蓝、黑、草绿和棕色等。我国目前较为流行的铁锈红、烟灰和鹅黄等色泽,已试制成功。从产品品种看,只要色泽适当,无论长短纤维、棉型、毛型、中长纯纺或涤/棉、涤/毛等混纺产品,都能用纺前着色法。

### 三、切片包覆法

#### (一) 切片包覆法探讨

切片包覆法(以下简称包覆法),与常用的全量着色法相比,它的主要特点是:

1. 着色剂(除炭黑外)完全溶解于聚酯熔融物内,无分散困难。

2. 对设备污染少,换色时间短。全量着色换色时需对设备进行全面清洗,至少要 10~12 天时间,还要产生 6~10 吨带色丝。包覆法换色清洗方便,换色一次不超过 24 小时,带色丝不超过 300 公斤。

3. 可省去着色剂砂磨加工等繁复工序。

4. 可在切片纺丝过程中加入着色剂,适合于小化纤厂采用。

5. 着色纤维透明度好,色泽鲜艳,纺丝调头周期长(全量着色法一般为 48 小时,包覆法为 90 小时以上),拼色也较方便。

切片包覆法是基于着色剂能溶于聚酯熔体,最大限度发挥聚酯切片本身特点而形成的一种工艺。经过实验分析证实,涤纶本色切片经转鼓干燥尚处于高温状态时,由于表面摩擦所带的静电较强,能有效地吸附超细粉状的着色剂,使之均匀地包覆在本色切片表面,并具有一定的粘着力,包覆着色剂量可达 2%。这种带色的包覆切片,在高温状态时对真空干燥转鼓内壁几乎不造成污染。由于投放着色剂是在切片干燥后期进行的,着色剂经受高温时间主要是在纺丝阶段,最

多也不会超过 40 分钟。因此,包覆法是工艺最简单、不需另外造粒及增添设备、对着色剂耐热性要求最低的一种涤纶纺前着色方法。但由于包覆法的着色效果取决于着色剂在聚酯熔体中的溶解度和分散性,现阶段还不能生产黑色纤维。

从目前收集的资料看,国外使用包覆法工艺的工厂不多,国内也未见报道,这可能和涤纶有色纤维大多数是生产深色品种有

关。但是用色母料法拼混生产中浅色纤维,纵然用进口色母料,色泽也不易均匀,而包覆法则无此弊病。我国目前中浅色涤纶着色纤维还很需要,将包覆法纺制涤纶有色纤维推向工业生产是可取的。

## (二) 着色剂的筛选

到 1980 年 5 月止,我们筛选出可溶于聚酯熔体用于包覆法的着色剂 10 只如表 2。

可溶于聚酯熔体的着色剂成品规格要求

表 2 筛选出来的聚酯着色剂的性能

项 目 着色剂	最大吸收光谱		熔 点 ( $^{\circ}\text{C}$ )	分解温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	含 水 量 (%)
	最大吸收波峰 ( $m\mu$ )	次吸收波峰 ( $m\mu$ )			
蓝 TD-2294	640	594	>320	300	0.48
荧光橙 TD-8584	470	295	>300	>320	0.29
红 TD-320	520	553	183	295	0.06
紫 TD-882	502	594	195	295	0.33
蓝 TD-670	632	586	240	>320	0.34
蓝 TD-8279	645	600	260	>320	0.23
蓝 TD-729	620	640	241	>320	0.02
黄 TD-8579	460	275	275	>320	0.01
蓝 TD-280	582	622	>315	310	0.21
荧光黄 TD-8879	410~430	460	288	300	0.28

为:

1. 外观:粉状。2. 耐热性:280 $^{\circ}\text{C}$ 经 45 分钟后颜色和力份无明显变化或下降。3. 水分:小于 0.5%。4. 细度:熔点在 260 $^{\circ}\text{C}$ 以上的高于 100 目,260 $^{\circ}\text{C}$ 以下的高于 80 目。5. 聚酯熔体内:溶解度不小于 5%。6. 其他:分子结构中不含与聚酯发生反应的基团,浓度及色光与标准品近,不溶于水,无吸湿性。

着色剂筛选工作,分割析、试制、试纺三个阶段进行。剖析和试制主要由染料研究所和应用室承担。先测定了国外一些着色剂,发现除黑色是炭黑外,其余大部分是耐热性很好的分散性染料,少数为  $\beta$ -酞菁兰。参照这些结果,试制出 20 多只不含任何扩散助剂、耐热性优越、纯度很高的可溶于聚酯熔体的染料小样,由我厂进行小纺丝试验。然后对耐热性、色光牢度和溶解性能等指标进行检验。

小样试纺工艺流程:

切片干燥  
染料干燥

→ 拌和 → 纺丝 → 牵伸

→ 卷曲

切片干燥用 DZ 60 型电热恒温真空干燥箱(创新医疗器械厂制造)。预结晶 100 $^{\circ}\text{C}$ × 2 小时及 120 $^{\circ}$ ~130 $^{\circ}\text{C}$ × 2 小时,降温至 110 $^{\circ}\text{C}$ 保温 8 小时(真空度 >750 毫米汞柱),烘后含水率 <0.02%,染料称重后置于称量瓶中,在烘箱中烘燥,温度 106~110 $^{\circ}\text{C}$ × 2 小时。烘好后的切片放入贮桶,立即加入准确称重的干燥染料,密闭贮桶,手工滚动拌和。

纺丝分别在 2 立升炉栅纺丝机和  $\phi 30$  毫米的螺杆挤压机上进行,每次投料 1~2 公斤,着色剂含量均为 1%。计量泵规格为 1.2 毫升/转,纺丝头规格  $\phi 0.3$  毫米× 39 孔。

牵伸机用旧的织物强力机加装远红外电热板代替,总牵伸倍数 10~11 倍,热板温度

105~110°C。

油剂配方与正常生产相同。丝束在油剂中全部浸湿后，分绞成束牵伸。牵伸后的纤维在 SR-561 型填塞箱卷曲机（邯鄯纺织造）

上卷曲，随大车烘干，手工切断，即为成品。

在试纺中，经两次调整工艺后仍有色变或纺丝不畅的即认为不适合，如着色剂红 TD-95、TD-12 和黄 TD-9569 等。

表 3 经筛选的着色剂小样试纺纤维的性能

着色剂名称	项 目	烘后切片含水 (%)	切片特性粘度 [η]	熔点 (°C)	成品纤度 (旦)	成品强力 (克/旦)	伸长 (%)
蓝 TD-2294		0.016	0.687	250	2.87	2.8	34.5
荧光橙 TD-8584		0.008	0.680	250	3.60	3.1	56.7
红 TD-320		0.012	0.682	250	2.95	2.9	51.2
紫 TD-882		0.017	0.692	251	3.81	2.4	59.2
蓝 TD-670		0.013	0.684	250	2.84	3.4	49
蓝 TD-8279		0.019	0.670	244	2.83	3.6	48
蓝 TD-729		0.017	0.691	246	2.90	3.8	57
黄 TD-8579		0.006	0.695	248	2.73	2.7	39.5
蓝 TD-280		0.014	0.680	248	2.79	3.2	46.2
荧光黄 TD-8879		0.014	0.680	248	2.27	3.4	60.7

注：因后牵伸设备较简陋，成品的纤度、强力等参考价值不大，但作为色谱选择和耐热性试验是可以的。

表 4：着色纤维色牢度（小样散纤维）

着色剂 (含量 1%)	项 目	日 (氙灯)	皂洗(95°C)			汗渍		
			原样 变化	白布 沾色	涤纶 沾色	原样 变化	白布 沾色	涤纶 沾色
蓝 TD-2294		6-7	4	4-5	4-5	4	4-5	4-5
荧光橙 TD-8584		6-7	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5
红 TD-320		6-7	4	4-5	3	4	4-5	4-5
紫 TD-882		5-6	4	4-5	4	4	4-5	4-5
蓝 TD-670		5-6	3-4	4-5	4-5	4	4-5	4-5
蓝 TD-8279		6-7	4	4	3	4	4-5	4-5
蓝 TD-729		5-6	3-4	4-5	3	4	4-5	4-5
黄 TD-8579		5-6	4	4-5	4	4	4-5	4-5
蓝 TD-280		6-7	4	4-5	4	4	4-5	4-5
荧光黄 TD-8879		6-7	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5

### (三) 大车生产工艺

从 1979 年 11 月开始，我们逐步将包覆法推向生产。根据小样试纺、着色剂性能和包覆法特点等分析，大车生产应掌握以下几个关键：

1. 染料干燥和加入切片内进行拌和的时间，要掌握到既能达到含水要求，又不污染真空泵。

2. 冷却区温度不宜过低，以防止着色剂粉末在进料区散落形成润滑层，影响进料。

但过高则可能造成部分着色剂在进料段凝聚而使进料不畅。具体温度应视螺杆型号及加工精度确定，一般 VD403 型 φ80 毫米螺杆纺丝机冷却区温度以 70~100°C 较好。

3. 熔融区温度可适当提高，以利着色剂溶解。弯管温度适当偏低，以利纺丝成型。

4. 停车一段时间后再开车时，螺杆各区及箱体起始温度应普遍升高 10~20°C。

5. 着色剂称重应有一单独的秤料室，防止飞扬而影响其它色泽。同样原因，加料时应有密闭装置。

目前大车试纺的工艺流程和条件如下：

#### ① 工艺流程：

筛粒→切片烘燥(VC352 真空烘燥机)及染料拌和→纺丝卷绕(VD403 型纺丝机)→集束→牵伸(VD525、526 型五辊牵伸机)→卷曲(SR561 型卷曲机)→履带式松弛烘燥定型→切断(VD541 型)→打包(VD703 型)。

#### ② 工艺条件：

##### 1. 切片烘燥：

预结晶 (120°C×5 小时)，保温烘燥

表5 投料及着色剂使用量(每批一吨)

料名 色别	荧光橙 TD-8584	红 TD-320	蓝 TD-2294	本色有光 聚酯切片	硬脂酸钙
黄	5公斤			995公斤	60克
红		10公斤		990公斤	60克
蓝			5公斤	995公斤	60克

(125~130°C×7小时),真空度大于750毫米汞柱。加着色剂时先解除真空,关闭真空阀,开盖,按处方倒入染料紧盖,常压运转110°C×1小时,使染料与切片拌匀,并开启真空管道阀自然排湿。烘后切片含水率小于0.015%。

2. 纺丝卷绕:

喷丝头规格为φ0.3毫米×400孔,计量泵规格为9毫升/转,油剂浓度为1.5%。

冷却区	<100°C	螺杆转速	40±2转/分
一区	278±2°C	计量泵转速	20转/分
二区	280±2°C	泵供量	216±2克/分
三区	292±2°C	熔体温度	276°C
四区	285±2°C	予牵伸	80倍
五区	282±2°C	环吹风速	0.2~0.3米/秒
法兰区	280±2°C	环吹头套距板	110毫米
弯管区	278±2°C (水银表252±2°C)	丝室温度	38~40°C
		卷绕速度	507米/分
箱体	288±2°C (水银表280±2°C)	喂入轮速度	620~640转/分
		卷重	10.7±0.3克/25米

3. 集束:

30万旦(6头纺丝,50桶/批)。

4. 牵伸:

头二三道分别为32、144、160转/分,

总牵伸倍数为5倍(1~2道4.4倍)。

油浴温度为68±2°C,油槽浓度为2~3%。

过热蒸汽为125±5°C。

油剂配方,前后纺统一油剂(抗静电剂SN:25%,甘油:25%,平平加:50%)。

5. 卷曲:

速度>160转/分,蒸汽温度80°C。

6. 干燥:

时间12分钟,一区(105~110°C),二区(130~135°C),三区(115~120°C)。

7. 切断:

48牙沟轮×3把刀,长71毫米。

成品性能见表6、7。

表6 成品物理性能

项目 色别	细度 (旦)	强力 (克/旦)	伸长 (%)	过长 纤维 (%)	长度 差异 (%)	疵点 (毫克/ 100克)	倍长 (毫克/ 100克)	含油 (%)
黄	2.43	4.6	32.7	0.6	+0.3	0.2	—	0.16
红	2.34	5.0	38.5	0.2	-1.3	6.4	—	0.13
蓝	2.43	4.4	39.7	0.4	+1.8	2.8	—	0.16

表7 成品染色牢度

着色剂 含量	项目 日晒 (日)	皂洗(95°C)			汗渍		
		原样 变化	白布 沾色	涤纶 沾色	原样 变化	白布 沾色	涤纶 沾色
0.5% 荧光橙TD-8584	6-7	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5
0.5% 蓝TD-2294	6-7	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5
1% 红TD-320	6-7	4	4-5	3-4	4	4-5	4-5

说明: <1>由于试样为散纤维,故摩擦牢度、升华牢度等试验无法进行。<2>测试试样未经皂洗等处理,上述染色牢度数据可能低于实际值。

(四) 拼色

开始时,包覆法工艺在生产中使用的着色剂都是单色(主要是红、黄、蓝),为了增加色谱,我们利用φ30毫米的小螺杆进行二拼色和三拼色试纺,取得了成功。

用光谱测定,将各种着色剂按要求预先混合均匀,然后再加入本色切片内拌和纺丝。目前已试纺成功的二拼色有锈红,三拼色有咖啡、蓝灰、铁灰、墨绿等,其中铁灰和墨绿色已用于正式生产。

四、色母料法试验

(一) 10%色母料的试制

国外介绍的色母料制造方法都比较繁复。一般均需用聚酯共聚体作为载体,或先将聚酯切片在液氮中进行冷却后,粉碎成直径1毫米左右的粒子,再与粉状染料拌和,在双螺杆挤压机上挤压造粒。

我们限于设备条件,无法按上述方法进行试验。通过实践证明,如着色剂在聚酯中的溶解度达到5%,就可投入超量着色剂融

熔挤压,使其部分溶解,另一部分分散于聚酯内,经冷却造粒形成色母料。当此色母料加入本色聚酯切片混合纺丝时,由于着色剂浓度大量降低,处于分散状态的染料会很快溶解于聚酯熔体中,达到纺前均一着色的效果。我们对红、黄、蓝、紫四种着色剂进行含量10%的色母料试制,取得初步成功。

制备色母料是在炉栅纺丝机上进行的,选用小粒有光聚酯切片为载体,取可溶于聚酯熔体的粉状着色剂10%,在热料状态下密闭拌和,然后加入炉栅熔融室中升温熔融。熔体充氮压出,通过一已拆除齿轮的计量泵(当作铸带头用)流入下面一个预置的水槽中冷却成形后切粒。

熔融时,炉栅先升温至295°C,投料后温度下降至270~280°C,保持5分钟。继续升温至280~285°C,保温8~10分钟后,充氮出料,熔体在炉栅内的总停留时间不超过40分钟,混合效果好。

表8:自制色母料的特性粘度和熔点

着色剂	红	紫	蓝	黄
	TD-320	TD-882	TD-2294	TD-8879
测定项目				
特性粘度 [η]	0.392	0.352	0.321	0.380
熔点 [°C]	242	244	242	248

## (二) 小样试纺

色母料制成后,取100克与900克聚酯有光本色切片混合,按小样试纺法进行切片干燥、熔融纺丝、牵伸、卷曲等工序。将成品试样与同一着色剂的包覆法试样进行对比,色泽相同,确证10%的色母料配比正确,试制过程中染料未受损失。

纺丝工艺与包覆法相比,差异不大(具体实例可参考1978和1979年上棉三十一厂和上棉二厂的试验报告),但应注意下列几点:

1. 冷却区和纺丝温度应根据色泽决定,不能统一。如黑色母料纺丝时,一般温度应比红、黄等色升高10~15°C。

2. 使用黑色母料拼色时(特别在用量百分率较少的情况下)要十分谨慎,最好先试小

样再投产。一般说来,黑色不宜在拼中浅色(如米色)时使用,否则易造成色泽不匀。

3. 除黑色和蓝色外,其余母料与本色切片拌和干燥后,切片表面均略有沾色(因染料的泳移造成),但不影响色泽牢度。

## 五、几点意见

### (一) 着色剂在纤维中的作用

纺前着色的机理与纤维染色不同,它不需要被着色的高分子聚合体对着色剂有结合力及亲和力,只要求着色剂微粒在熔体中均匀分散或溶解。着色熔体经纺丝成形后,使用的着色剂类别产生两种情况:

1. 微粒着色剂均匀分布在纤维中如图2。

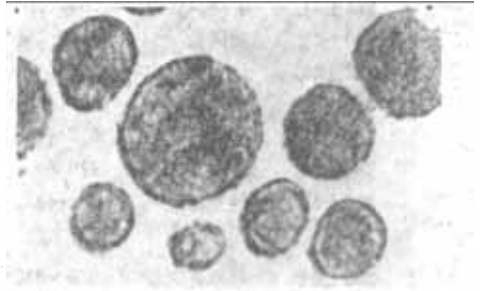


图2 炭黑着色纤维断面(500:1)

2. 可溶于聚酯熔体的着色剂与聚酯分子“浑然一体”,在显微镜下观察纤维的横断面分散情况如图3,优于微粒着色剂:



图3 可溶于聚酯熔体的着色纤维断面(500:1)

根据上述情况,我们认为涤纶纺前着色是一种物理变化,聚酯纤维和着色剂分子结构均不发生影响。至于着色后的无油丝特性

粘度降低和成品强力不及本色纤维的原因，主要是掺入着色剂的“杂质”造成，对聚酯本身并无化学损伤，甚至某些产品的牢度还有所提高。如用炭黑为着色剂的黑色纤维，由于这种良好的黑体能吸收紫外线和红外线的辐射，实际上就成为聚酯分子的防辐射和热氧化保护剂，提高了纤维的光牢度。这个特点，在其它类似着色剂中也同样存在。

日光对纤维强力的影响可见图4、5。

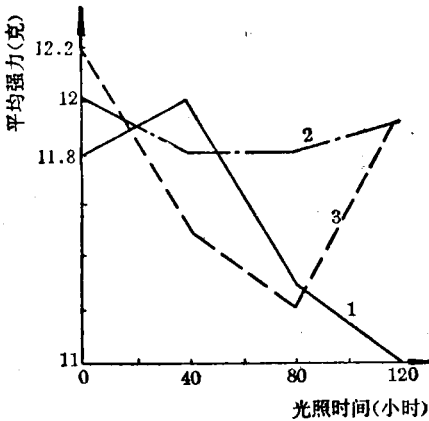


图4 切片包覆法着色与本色纤维光照后强力损失比较

1-本色(半消光切片); 2-橙色; 3-梅红色。

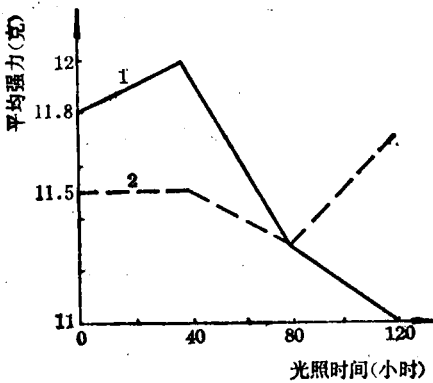


图5 色母体法着色与本色纤维光照后强力损失比较

1-本色(半消光切片); 2-铁锈红色(瑞士母体)。

据国外报道：用炭黑为基础拼混的着色涤纶纤维，织造成布后可使红外扫描侦察失去作用，是纺前着色的一个特殊优点。

## (二) 根据不同色泽使用不同的着色法

涤纶纺前着色应根据不同色谱要求用不同的着色法。如黑色、咖啡、藏青等深色，在我国目前需用量甚大，它们的基本着色剂都是价格最低的炭黑。在由炭黑制备色母料的方法未研究成功前，上述色泽的涤纶有色纤维用全量着色法生产是比较可取的。即使在黑色母料研究成功后的相当时间内，大批量生产使用全量着色法仍有实际经济意义。

一般中等色泽(纺前着色以不生产浅色调为好，以有利于后加工发展混纺拼色产品)和鲜艳度要求高的颜色，宜使用包覆法生产。只有当色母料的成本接近包覆法，或批量少于10吨时，用色母料法生产才有实际意义。

## (三) 积极宣传和推广有色纤维的应用

我厂近两年来就使用了260多吨有色涤纶纤维。1980年8月和11月，上海市纺织工业局组织有关单位，先后对我厂色纺超大牵伸自拈纱和包覆法涤纶有色纤维进行了技术鉴定。认为切片包覆法纺制的有色短纤维，质量达到有色涤纶短纤维的标准，与常规染色相比，具有工艺简单、色牢度高、成本低、节能、少污染、节约投资等优点，在生产中、浅色产品时，是各种纺前着色法中较为简便而易行的方法。技术比较成熟，可推广。对于棉纺流程用色纺工艺，鉴定意见认为是可行的，可纺制仿毛型品种，有降低染整成本、消除三废处理、节约大量能源等优点。用色纺纱线织制的高支薄型派力司和条花呢织物，以及针织圆机、横机产品，都受到商业部门和市场欢迎。

过去，在环锭上试纺很难通过的咖啡色短纤维，最近也在华东纺织工学院办工厂纯纺成功，已用20余吨，目前尚在继续生产中。我们认为，只要色泽适当，无论棉型、毛型或中长型涤纶，都可进行着色生产。长丝的纺前着色法，也可进行研究试制。