



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101736431 A

(43) 申请公布日 2010.06.16

(21) 申请号 200910259778.3

(22) 申请日 2009.12.24

(71) 申请人 烟台氨纶股份有限公司

地址 264006 山东省烟台市烟台经济技术开发区黑龙江路10号

(72) 发明人 宋翠艳 宋西全 王寅超 王学高东

(74) 专利代理机构 北京双收知识产权代理有限公司 11241

代理人 卢新

(51) Int. Cl.

*D01F 6/60* (2006.01)

*C08G 69/32* (2006.01)

*D01D 5/06* (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

高强高模间位芳纶超短纤维的生产方法

(57) 摘要

本发明公开了一种高强高模间位芳纶超短纤维制备方法,包括在酰胺化合物为有机溶剂的体系中用间苯二甲酰氯和间苯二胺进行溶液聚合,得到包含间苯二甲酰间苯二胺为重复单元的间位芳香族聚酰胺溶液,用氧化钙或氢氧化钙进行中和反应生成的盐酸,得纺丝原液,使纺丝原液的比浓对数粘度在 3-6;然后经湿法纺丝、清洗、热处理、卷绕、切断、打包即得制成长度为 0.5-20 毫米的高强高模间位芳纶超短纤维。本发明的间位芳纶超短纤维的强度和模量相对现有同类产品均有较大提高。

1. 一种高强高模间位芳纶超短纤维的制备方法,其特征在于包括如下步骤:

在酰胺化合物为有机溶剂的体系中用间苯二甲酰氯和间苯二胺进行溶液聚合,得到包含间苯二甲酰间苯二胺为重复单元的间位芳香族聚酰胺溶液,用氧化钙或氢氧化钙进行中和反应生成的盐酸,得纺丝原液,使纺丝原液的比浓对数粘度在 3-6;

经湿法纺丝、清洗、热处理、卷绕、切断、打包即制成长度为 0.5-20 毫米的高强高模间位芳纶超短纤维。

2. 如权利要求书 1 所述的高强高模间位芳纶超短纤维的制备方法,其特征在于所述湿法纺丝是将纺丝原液脱泡并通过直径为 0.01-2 毫米的喷丝孔的喷丝头挤出,在温度为 20-50℃的水溶液凝固浴形成长丝,在含有氯化钙水溶液中经过 2-10 倍的牵伸使其具有一定的物理机械性能。

3. 如权利要求 2 所述的高强高模间位芳纶超短纤维的制备方法,其特征在于,所述热处理步骤为,在定型温度为 350-450℃下进行高温定型。

4. 按照权利要求书 3 所述的高强高模间位芳纶超短纤维的制备方法,其特征在于所述酰胺化合物选自二甲基甲酰胺或二甲基乙酰胺。

## 高强高模间位芳纶超短纤维的生产方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于芳纶纤维制备领域,特别涉及高强高模间位芳纶超短纤维制备方法。

### 背景技术

[0002] 芳纶纤维(Aramid fiber)是一种新型高科技合成纤维,主要分为两种,对位芳酰胺纤维(PPTA)和间位芳酰胺纤维(PMIA),具有超高强度、高模量和耐高温、耐酸耐碱、重量轻等优良性能,其强度是钢丝的5~6倍,模量为钢丝或玻璃纤维的2~3倍,韧性是钢丝的2倍,而重量仅为钢丝的1/5左右,在560°C的温度下,不分解,不融化。它具有良好的绝缘性和抗老化性能,具有很长的生命周期。芳纶的发现,被认为是材料界一个非常重要的历史进程。间位芳纶超短纤维是生产芳纶纸所用的主要原料之一,具有广泛的应用前景,目前的普通间位芳纶超短纤维生产的芳纶纸的强度和模量均不理想。

### 发明内容

[0003] 本发明目的在于提供一种高强度和高膜量的芳纶超短纤维的生产方法。

[0004] 本发明的高强高模间位芳纶超短纤维的制备方法,其中包括如下步骤:

[0005] 在以酰胺化合物为有机溶剂的体系中用间苯二甲酰氯和间苯二胺进行溶液聚合,得到包含间苯二甲酰间苯二胺为重复单元的间位芳族聚酰胺溶液,用氧化钙或氢氧化钙进行中和反应生成的盐酸,得纺丝原液,使纺丝原液的比浓对数粘度在3-6;

[0006] 经湿法纺丝、清洗、热处理、卷绕、切断、打包即得制成长度为0.5-20毫米的高强高模间位芳纶超短纤维。

[0007] 本发明的高强高模间位芳纶超短纤维的制备方法,其中湿法纺丝是将纺丝原液脱泡并通过直径为0.01-2毫米的喷丝孔的喷丝头挤出,在温度为20-50°C的水溶液凝固浴中形成长丝,在含有氯化钙水溶液中经过2-10倍的牵伸使其具有一定的物理机械性能。

[0008] 本发明的高强高模间位芳纶超短纤维的制备方法,其中热处理步骤为,在定型温度为350-450°C下进行高温定型。

[0009] 本发明的高强高模间位芳纶超短纤维的制备方法,其中酰胺化合物选自二甲基甲酰胺或二甲基乙酰胺。

[0010] 本发明在聚合反应时分一次添加间苯二甲酰氯,仅一次中和,控制合理的原液的比浓对数粘度、牵伸的大小、热处理的条件,从而使制得的芳纶超短纤维具有更高的强度和模量。

[0011] 下面通过具体实施方式对本发明做进一步说明。

### 具体实施方式

[0012] 实施例1

[0013] 1、在二甲基乙酰胺的溶液用单体间苯二甲酰氯(IPC)和单体间苯二胺(MPDA)进行溶液聚合,用氢氧化钙进行中和反应生成的盐酸,得纺丝原液;

[0014] 湿法纺丝前采用的纺丝溶液为低盐纺丝溶液,进行聚合反应时分一次添加间苯二甲酰氯,一次中和,通过控制间苯二甲酰氯的添加量和加入适当终止剂,使纺丝原液的比浓对数粘度为 4.3-4.6。

[0015] 2、湿法纺丝:将纺丝原液经脱泡后通过直径为 0.01-2 毫米的喷丝孔中挤出,通过温度为 20℃的水溶液形成长丝,经过一种特制牵伸机在一种含有氯化钙的水溶液中,牵伸 2 倍使其具有良好的机械性能,水洗、烘干纤维;

[0016] 3、对烘干后的产品进行 350℃热处理,进一步提高纤维的机械性能;

[0017] 4、经过热处理后的纤维经卷绕络筒后成高强高模间位芳纶长丝束,再使用特制切断机进行切断,切断后的短纤维长度一般为 0.5-20 毫米之间,经筛分后,打包装箱。

[0018] 实施例 2

[0019] 1、在二甲基甲酰胺的溶液中用单体间苯二甲酰氯(IPC)和单体间苯二胺(MPDA)进行溶液聚合,用氧化钙进行中和反应生成的盐酸,得纺丝原液;纺丝原液的比浓对数粘度为 4.6-4.9。

[0020] 2、湿法纺丝:将纺丝原液经脱泡后通过直径为 0.01-2 毫米的喷丝孔重挤出,通过温度为 40℃的水溶液形成长丝,经过一种特制牵伸机在一种含有氯化钙的水溶液中,牵伸 6 倍使其具有良好的机械性能,水洗、烘干纤维;

[0021] 3、对烘干后的产品进行 400℃热处理;

[0022] 4、经过热处理后的纤维经卷绕络筒后成高强高模间位芳纶长丝束,再使用特制切断机进行切断,切断后的短纤维长度一般为 0.5-20 毫米之间,经筛分后,打包装箱。

[0023] 实施例 3

[0024] 1、在二甲基乙酰胺的溶液中用单体间苯二甲酰氯(IPC)和单体间苯二胺(MPDA)进行溶液聚合,用氢氧化钙进行中和反应生成的盐酸,得纺丝原液;纺丝原液的比浓对数粘度为 5.4-5.7。

[0025] 2、湿法纺丝:将纺丝原液经脱泡后通过直径为 0.01-2 毫米的喷丝孔重挤出,通过温度为 50℃的水溶液形成长丝,经过一种特制牵伸机在一种含有氯化钙的水溶液中,牵伸 10 倍使其具有良好的机械性能,水洗、烘干纤维;

[0026] 3、对烘干后的产品进行 450℃热处理,进一步提高纤维的机械性能;

[0027] 4、经过热处理后的纤维经卷绕络筒后成高强高模间位芳纶长丝束,再使用特制切断机进行切断,切断后的短纤维长度一般为 0.5-20 毫米之间,经筛分后,打包装箱。

[0028] 从上述各个实施例的结果可以得知,原液的比浓对数粘度、牵伸的大小、以及热处理的效果决定了纤维的强度及模量,实验证明,纤维的物理机械性能与以上所述的几种因素成正比例对应关系,但也不能过度,在达到极限值后,纤维的性能会降低。普通间位芳纶纤维与本实施例 1 的高强高模纤维的测试结果见对比表 1,高强高模短切纤维更好的解决了造纸生产过程中纤维分散不均,产品强度差等缺点。短切纤维的实际利用率提高 10%,用本发明的高强高模超切纤维制得的芳纶纸的强度也有很大提高,更好的满足客户要求,与普通芳纶纸具体对比情况请见下表 2。

[0029] 表 1:普通间位芳纶纤维与本实施例 1 的高强高模纤维的测试结果

[0030]

	强度 (CN/DTEX)	模量
普通纤维	3.5-4.1	30-50
高强高模纤维	4.3-4.6	70-90

[0031] 表 2 :不同芳纶纸的强度对比

[0032]

	抗张强度 (KN/M)		撕裂度 (N)	
	纵向	横向	纵向	横向
普通短切纤维的纸	2.5-3.5	1.5-1.8	0.5	1.0
高强高模纤维的纸	3.0-4.0	1.8-2.1	0.6-0.7	1.1-1.2

[0033] 以上所述实施例仅仅是本发明的优选实施方式进行描述,并非对本发明的范围进行限定,在不脱离本发明设计精神的前提下,本领域普通技术人员对本发明的技术方案作出的各种变形和改进,均应落入本发明的权利要求书确定的保护范围内。