



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103046427 A

(43) 申请公布日 2013.04.17

(21) 申请号 201210560248.4

(22) 申请日 2012.12.20

(71) 申请人 华南理工大学

地址 510641 广东省广州市天河区五山路
381 号

(72) 发明人 杨仁党 余梦娇 杨飞 刘德桃

(74) 专利代理机构 广州市华学知识产权代理有
限公司 44245

代理人 裘晖 苏运贞

(51) Int. Cl.

D21H 13/26 (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

一种利用静电纺丝技术制备芳酰胺纤维纸基材料的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种利用静电纺丝技术制备芳酰胺纤维纸基材料的方法,属于芳纶纸的制备领域。所述芳酰胺纤维纸的具体制备步骤为:(1)制备芳酰胺纤维纺丝液;(2)芳酰胺纤维纺丝液在高压纺丝下喷射形成芳酰胺纤维膜;(3)芳酰胺纤维膜先经过水浴、干燥,再经过高温压光处理,热压成型,制得芳酰胺纤维纸基材料。传统造纸法制备出的芳酰胺纤维纸基材料存在纤维分散差、成型强度较低、成纸均匀性不好、热压性能难以保证、抄造性能要求严格等问题,制约了其规模化发展。而本发明采用高压多喷头纺芳酰胺纤维溶液的方法制备出的芳酰胺纤维纸基材料,不仅操作简单易行,而且制得的芳酰胺纤维纸基材料性能更加优异,性质更加稳定。

1. 一种利用静电纺丝技术制备芳酰胺纤维纸基材料的方法,其特征在于包括以下步骤:

(1) 将芳酰胺纤维浆粕溶解于溶剂体系中,在 80℃下搅拌 2h,取出后在室温下静置 30 ~ 60min,充分润胀溶解去除气泡后得到质量分数为 5% ~ 15% 的芳酰胺纤维纺丝溶液;

(2) 将步骤(1)制得的芳酰胺纤维纺丝溶液注入静电纺丝装置中,进行高压静电纺丝,纺成芳酰胺纤维膜;

(3) 芳酰胺纤维膜去除膜表面残留的溶剂后,再经过高温压光成型,即可得到芳酰胺纤维纸。

2. 根据权利要求 1 所述的利用静电纺丝技术制备芳酰胺纤维纸的方法,其特征在于:步骤(1)所述的溶剂体系是由卤盐和可与卤盐形成络合的阳离子极性氧基团的溶剂组成。

3. 根据权利要求 2 所述的利用静电纺丝技术制备芳酰胺纤维纸基材料的方法,其特征在于:步骤(1)所述的溶剂体系为 DMAc/LiCl, NMP/LiCl, DMF/LiCl, DMAc/CaCl₂, NMP/CaCl₂, DMF/CaCl₂, DMAc/MgCl₂, NMP/MgCl₂ 或 DMF/MgCl₂ 中的至少一种;卤盐在溶剂体系中的质量分数为 4%~10%。

4. 根据权利要求 1 所述的利用静电纺丝技术制备芳酰胺纤维纸基材料的方法,其特征在于:步骤(2)中所述的高压静电纺丝的条件为高压 18 ~ 30kv,喷射针头与接收滚筒距离 8 ~ 12cm,纺丝液推进速度 0.1 ~ 1.2ml/h,温度 30 ~ 40℃,相对湿度 20 ~ 30%,转速 4.8 ~ 6.2r/min。

5. 根据权利要求 1 所述的利用静电纺丝技术制备芳酰胺纤维纸基材料的方法,其特征在于:步骤(2)中所述静电纺丝装置的喷射针头数量 100 ~ 2000 个,喷射针头的内径为 0.6 ~ 1.5mm。

6. 根据权利要求 1 所述的利用静电纺丝技术制备芳酰胺纤维纸基材料的方法,其特征在于:步骤(2)所述的静电纺丝装置的接收装置为辊筒收集或平板收集。

7. 根据权利要求 1 所述的利用静电纺丝技术制备芳酰胺纤维纸基材料的方法,其特征在于:步骤(3)中所述去除膜表面残留溶剂的方法为用去离子水浸渍 2h,在 80℃真空下干燥 2h。

8. 根据权利要求 1 所述的利用静电纺丝技术制备芳酰胺纤维纸基材料的方法,其特征在于:步骤(3)中所述的高温压光条件为工作温度 160 ~ 250℃,120 ~ 320kg/cm 线压条件热压成型。

一种利用静电纺丝技术制备芳酰胺纤维纸基材料的方法

技术领域

[0001] 本发明属于芳纶纸的制备领域,特别涉及一种利用静电纺丝技术制备芳酰胺纤维纸基材料的方法。

背景技术

[0002] 随着材料科学的发展和造纸技术的进步,造纸的原料除采用传统的植物纤维之外,已经开始应用其他有机合成纤维来制造纸基材料。芳纶纤维具有高强度、耐高温、耐化学腐蚀、阻燃和优良的电绝缘性能,且具有优异的湿加工性能和增强性能,因而可以用于制造特种功能材料。芳酰胺纤维纸,也称聚间芳酰胺纸,就是利用纯芳酰胺纤维(聚间苯二甲酰间苯二胺)制成的一种特殊功能材料,适用于高温、高湿等恶劣环境中,广泛应用于航空航天、国防工业、交通运输、电工绝缘等特殊领域。但是由于传统造纸法制备芳纶纸面临很多技术难题,如芳纶切断处理、纤维分散、纸页成形、原纸热轧等关键技术难题,国内的相关研究大部分停留于科研试验阶段,一些生产企业对芳纶纸的工程设备、生产线、工艺过程监控等系统工程研究不足,从而使得国产芳纶纸的性能还处于中低档水平。

[0003] 传统造纸法采用混合芳纶纤维浆料、斜网(圆网)成型、压榨、干燥、高温压光成型的方法制备芳酰胺纤维纸,制备出的芳酰胺纤维纸时存在纤维分散差、成型强度较低、成纸均匀性不好、热压性能难以保证、抄造性能要求严格等问题,制约了其规模化发展。

[0004] 静电纺丝是一种新型纺丝技术,不仅简便易行,而且设备和实验成本较低,纤维产率较高。静电纺丝是利用高压静电力驱使聚合物溶液(或熔体)喷射形成聚合物纤维的过程。随着国内外对芳纶纸需求量的增加和质量要求的提高,利用高压静电纺丝技术对芳酰胺纤维溶液进行纺丝制备芳纶纸具有重要的现实意义。

发明内容

[0005] 本发明的目的是在于克服现有技术的缺点与不足,提供一种利用静电纺丝技术制备芳酰胺纤维纸基材料的方法,该芳酰胺纤维纸基材料是采用静电纺丝技术纺出先驱体芳纶膜,经高温压光制得的芳酰胺纤维纸基材料。

[0006] 本发明的目的通过下述技术方案实现:

[0007] (1) 将芳酰胺纤维浆粕溶解于溶剂体系中,在 80℃下搅拌 2h,取出后在室温下静置 30 ~ 60min,充分润胀溶解去除气泡后得到质量分数为 5% ~ 15% 的芳酰胺纤维纺丝溶液;

[0008] (2) 将步骤(1)制得的芳酰胺纤维纺丝溶液注入静电纺丝装置中,进行高压静电纺丝,纺成芳酰胺纤维膜;

[0009] (3) 芳酰胺纤维膜去除膜表面残留的溶剂后,再经过高温压光成型,即可得到芳酰胺纤维纸基材料;

[0010] 步骤(1)所述的溶剂体系是由卤盐和可与卤盐形成络合的阳离子极性氧基团的溶剂组成,溶剂体系具体为 DMAc (二甲基乙酰胺)/LiCl, NMP (甲基吡咯烷酮)/LiCl, DMF (二

甲基甲酰胺)/LiCl, DMAc/CaCl₂, NMP/CaCl₂, DMF/CaCl₂, DMAc/MgCl₂, NMP/MgCl₂ 或 DMF/MgCl₂ 中的至少一种; 卤盐在溶剂体系中的质量分数为 4%-10%;

[0011] 步骤(2)中所述的高压静电纺丝的条件为高压 18 ~ 30kv, 喷射针头与接收滚筒距离 8 ~ 12cm, 纺丝液推进速度 0.1 ~ 1.2ml/h, 温度 30 ~ 40℃, 相对湿度 20 ~ 30%, 转速 4.8 ~ 6.2r/min;

[0012] 步骤(2)中所述静电纺丝装置的喷射针头数量为几百或几千, 优选为 100 ~ 2000 个, 喷射针头的内径为 0.6 ~ 1.5mm;

[0013] 步骤(2)所述的静电纺丝装置的接收装置为辊筒收集或平板收集;

[0014] 步骤(3)中所述去除膜表面残留溶剂的方法为用去离子水浸渍 2h, 在 80℃真空下干燥 2h;

[0015] 步骤(3)中所述的高温压光条件为工作温度 160 ~ 250℃, 120 ~ 320kg/cm 线压条件热压成型。

[0016] 本发明的优点是:

[0017] 1. 本发明提供的制备芳酰胺纤维纸基材料的静电纺丝法与传统造纸法相比简单易行, 不需要经过碎浆、打浆、筛选、抄纸等传统造纸过程。

[0018] 2. 所得到的芳酰胺纤维纸基材料与传统造纸法制备的芳酰胺纤维纸相比, 重量轻、强度高、力学性能和耐热性能好。

[0019] 3. 芳酰胺纤维纺丝液配置工艺简单、效率高, 适于纺丝, 对静电纺丝设备无特殊要求。

具体实施方式

[0020] 下面结合实施例对本发明作进一步详细的描述, 但本发明的实施方式不限于此。

[0021] 实施例 1:

[0022] 1. 取 53ml 二甲基乙酰胺(DMAc)和无水氯化锂 2g 于锥形瓶中, 密封后置于油浴锅中, 在 80℃下搅拌约 20min 后氯化锂溶解, 准确加入称好的 2.5g 芳酰胺纤维浆粕, 密封后在 80℃下搅拌 2h, 浆粕润涨溶解形成均匀半透明的淡黄色溶液, 取出后在室温下静置 30min, 充分润涨溶解去除气泡后形成均匀透明的 5% 芳酰胺纤维溶液。

[0023] 2. 将配制好的芳酰胺纤维溶液在高压条件下进行静电纺丝, 静电纺丝的条件为: 电压 18kv, 纺丝液推进速度 0.1ml/h, 温度 30℃, 相对湿度 20%, 转速 4.8r/min, 接收距离 8cm, 其中静电纺丝装置的接收装置为平板收集。

[0024] 3. 芳酰胺纤维膜用去离子水浸渍 2h, 在 80℃真空下干燥 2h。芳酰胺纤维膜再经过高温压光工作温度 160℃, 120kg/cm 线压条件热压成型, 即可得到芳酰胺纤维纸基材料。获得的芳酰胺纤维纸基材料平均厚度 0.025mm, 抗张指数 114.2N·m·g⁻¹, 撕裂指数 71.9mN·m²·g⁻¹, 伸长率 32% 的芳酰胺纤维纸基材料。厚度、抗张指数、撕裂指数、伸长率分别按照国家标准 GB/T451.3、GB/T12914、GB/T455、GB/T12914-91 测量。

[0025] 实施例 2:

[0026] 1. 取 53ml 二甲基乙酰胺(DMAc)和无水氯化锂 3.5g 于锥形瓶中, 密封后置于油浴锅中, 在 80℃下搅拌约 20min 后氯化锂溶解, 准确加入称好的 5g 芳酰胺纤维浆粕, 密封后在 80℃下搅拌 2h, 浆粕润涨溶解形成均匀半透明的淡黄色溶液, 取出后在室温下静置 45min,

充分润胀溶解去除气泡后形成均匀透明的 10% 芳酰胺纤维溶液。

[0027] 2. 将配制好的芳酰胺纤维溶液在高压条件下进行静电纺丝, 静电纺丝的条件为: 电压 24kv, 纺丝液推进速度 0.7ml/h, 温度 35℃, 相对湿度 25%, 转速 5.2r/min, 接收距离 10cm, 其中静电纺丝装置的接收装置为辊筒收集。

[0028] 3. 芳酰胺纤维膜用去离子水浸渍 2h, 在 80℃真空下干燥 2h。芳酰胺纤维膜再经过高温压光工作温度 200℃, 200kg/cm 线压条件热压成型, 即可得到芳酰胺纤维纸基材料。获得的芳酰胺纤维纸平均厚度 0.034mm, 抗张指数 $128.3\text{N}\cdot\text{m}\cdot\text{g}^{-1}$, 撕裂指数 $82.1\text{mN}\cdot\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$, 伸长率 35% 的芳酰胺纤维纸。厚度、抗张指数、撕裂指数、伸长率分别按照国家标准 GB/T451.3、GB/T12914、GB/T455、GB/T12914-91 测量。

[0029] 实施例 3:

[0030] 1. 取 53ml 二甲基乙酰胺(DMAc)和无水氯化锂 5g 于锥形瓶中, 密封后置于油浴锅中, 在 80℃下搅拌约 20min 后氯化锂溶解, 准确加入称好的 7.5g 芳酰胺纤维浆粕, 密封后在 80℃下搅拌 2h, 浆粕润胀溶解形成均匀半透明的淡黄色溶液, 取出后在室温下静置 60min, 充分润胀溶解去除气泡后形成均匀透明的 15% 芳酰胺纤维溶液。

[0031] 2. 将配制好的芳酰胺纤维溶液在高压条件下进行静电纺丝, 静电纺丝的条件为: 电压 30kv, 纺丝液推进速度 1.2ml/h, 温度 40℃, 相对湿度 30%, 转速 6.2r/min, 接收距离 12cm, 其中静电纺丝装置的接收装置为辊筒收集。

[0032] 3. 芳酰胺纤维膜用去离子水浸渍 2h, 在 80℃真空下干燥 2h。芳酰胺纤维膜再经过高温压光工作温度 250℃, 320kg/cm 线压条件热压成型, 即可得到芳酰胺纤维纸基材料。获得的芳酰胺纤维纸平均厚度 0.045mm, 抗张指数 $125.7\text{N}\cdot\text{m}\cdot\text{g}^{-1}$, 撕裂指数 $93.4\text{mN}\cdot\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$, 伸长率 40% 的芳酰胺纤维纸基材料。厚度、抗张指数、撕裂指数、伸长率分别按照国家标准 GB/T451.3、GB/T12914、GB/T455、GB/T12914-91 测量。

[0033] 上述实施例为本发明较佳的实施方式, 但本发明的实施方式并不受上述实施例的限制, 其他的任何未背离本发明的精神实质与原理下所作的改变、修饰、替代、组合、简化, 均应为等效的置换方式, 都包含在本发明的保护范围之内。