



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105986474 B

(45)授权公告日 2018.09.04

(21)申请号 201510079824.7  
(22)申请日 2015.02.13  
(65)同一申请的已公布的文献号  
    申请公布号 CN 105986474 A  
(43)申请公布日 2016.10.05  
(73)专利权人 吉林吉盟腈纶有限公司  
    地址 132115 吉林省吉林市九站街516-1号  
(72)发明人 王立 杜万洪 李洪晨 孙小君  
    刘建军 高岩 韩嵩 柳长青  
    王海涛 马雪松 于晓建 安继东  
    谢永江 王伟  
(74)专利代理机构 北京元中知识产权代理有限  
    责任公司 11223  
    代理人 王明霞

(51)Int.Cl.  
*D06M 11/63*(2006.01)  
*D06M 11/38*(2006.01)  
*D06M 11/56*(2006.01)  
*D06M 11/13*(2006.01)  
*D06M 11/155*(2006.01)  
*D06M 11/65*(2006.01)  
*D06P 3/74*(2006.01)  
*D06P 3/85*(2006.01)  
*D06M 101/28*(2006.01)

(56)对比文件  
    CN 101514526 A,2009.08.26,说明书第2页  
    第4-5段.  
    CN 102877288 A,2013.01.16,说明书第21-  
    25段,实施例2.

审查员 王萌

权利要求书1页 说明书10页

(54)发明名称

一种耐高温阻燃聚丙烯腈纤维及其制备方法

(57)摘要

本发明涉及聚丙烯腈纤维,具体讲,涉及一种耐高温阻燃聚丙烯腈纤维及其制备方法。具体为:将聚丙烯腈纤维置于浓度为7~20wt%的联氨溶液中处理后放入浓度为3~10wt%碱性溶液中处理,然后水洗至中性放入到浓度为3~10wt%金属离子盐的水溶液中处理,最后进行上油处理,脱水、烘干得到耐高温阻燃聚丙烯腈纤维。本发明得到的阻燃纤维,阻燃性能LOI可达到40~45,阻燃级别为M1,并且在燃烧产生的烟气十分低,有毒气体级别为F0,烟气量低于其它阻燃纤维。本发明得到的阻燃纤维,回潮率较高,同时吸水率高、可染性好、沸水收缩率低。

1. 一种耐高温阻燃聚丙烯腈纤维的制备方法,包括以下步骤:

(1) 在0.3~0.4MPa 的压力下,将聚丙烯腈纤维置于浓度为7~20wt%的联氨溶液中处理3~7小时,温度为80~120℃;

(2) 将步骤(1)得到的纤维水洗后放入浓度为3~10wt%的氢氧化钠溶液中处理1~4小时,温度为70~110℃,然后水洗至中性;

(3) 将水洗后的纤维放入到浓度为3~10wt%金属离子盐的水溶液中处理1~4小时,温度为80~120℃,然后水洗,所述金属离子选自锌离子、铜离子或钙离子;所述的金属离子盐选自硫酸铜、硫酸锌、硫酸钙、氯化铜、氯化锌、氯化钙、硝酸铜、硝酸锌或硝酸钙;

(4) 将步骤(3)得到的纤维进行上油处理,最后脱水、烘干。

2. 根据权利要求1所述的耐高温阻燃聚丙烯腈纤维的制备方法,其特征在于,将丙烯腈和醋酸乙烯按比例混合,制备得到聚丙烯腈纤维。

3. 根据权利要求2所述的耐高温阻燃聚丙烯腈纤维的制备方法,其特征在于,将丙烯腈和醋酸乙烯按比例混合,通过水相悬浮聚合,按照二甲基乙酰胺湿法二步法纺丝生产技术生产出聚丙烯腈纤维。

4. 根据权利要求1所述的耐高温阻燃聚丙烯腈纤维的制备方法,其特征在于,在步骤(1)中,先将聚丙烯腈纤维置于浓度为7~15wt%的联氨溶液中处理1~2小时后,晾干,然后再置于浓度为10~18wt%的联氨溶液中处理1~3小时。

5. 根据权利要求4所述的耐高温阻燃聚丙烯腈纤维的制备方法,其特征在于,在步骤(1)中,先将聚丙烯腈纤维置于浓度为7~15wt%的联氨溶液中处理1~2小时后,在通风条件下常温干燥1~3小时,然后再置于浓度为10~18wt%的联氨溶液中处理1~3小时。

6. 根据权利要求1所述的耐高温阻燃聚丙烯腈纤维的制备方法,其特征在于,在步骤(1)中,处理温度为90~120℃。

7. 根据权利要求6所述的耐高温阻燃聚丙烯腈纤维的制备方法,其特征在于,在步骤(1)中,处理温度为100~110℃。

8. 根据权利要求1所述的耐高温阻燃聚丙烯腈纤维的制备方法,其特征在于,在步骤(2)中,所述的氢氧化钠溶液浓度为5~10wt%;反应温度为80~100℃,反应时间为2~3小时。

9. 根据权利要求1所述的耐高温阻燃聚丙烯腈纤维的制备方法,其特征在于,在步骤(4)中,放入到浓度为1~3%油剂中进行上油处理,处理时间为0.5~2小时;烘干温度为90~100℃。

10. 一种如权利要求1~9任一权利要求所述的方法制备得到的耐高温阻燃聚丙烯腈纤维。

## 一种耐高温阻燃聚丙烯腈纤维及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及聚丙烯腈纤维,具体讲,涉及一种耐高温阻燃聚丙烯腈纤维及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 腈纶纤维具有良好的保暖性,独特的手感和优良的染色性能,广泛应用于日常生活和工业生产中。但腈纶易燃烧,氧指数LOI仅为18-19%,在合成纤维中最低,是一种易燃烧纤维,因而阻燃腈纶纤维的开发与研究尤为重要,目前生产阻燃腈纶主要采用共聚阻燃改性、共混改性和后处理的方法。共聚阻燃改性是用丙烯腈与氯乙烯或是偏二氯乙烯通过共聚法生产的,然后在纺丝原液中再加入定量的 $\text{SB}_2\text{O}_3$ 粉末,作为阻燃协效剂,由于锑-卤协同作用,大大提高了腈纶纤维阻燃性,但此类含卤素的阻燃腈纶产品燃烧时,会产生HCL、HCN等高浓度毒性和腐蚀性气体,同时该纤维的耐热性也差。共混改性是在纺丝原液中加入添加型阻燃剂,要求共混阻燃聚丙烯腈纤维中阻燃剂的含量不能太高,且溶解性、分散性以及和聚丙烯腈的相容性要好,因此阻燃剂的选择难度较大,并且阻燃效果不如共聚法,耐洗涤性、耐高温性均较差,目前已工业化的共混阻燃腈纶纤维的品种很少。后处理法就是在腈纶或织物表面涂覆阻燃整理剂,是较方便的阻燃法,缺点是阻燃效果不持久,多次水洗后便失去阻燃效果。

[0003] 专利ZL200810111816.6涉及一种聚丙烯腈基阻燃纤维的制备方法,将普通工业用聚丙烯腈纤维浸渍在 $\text{ZnCl}_2$ 与酸混合的水溶液中进行浸渍化学改性,改性过程中同时对纤维施加牵伸,浸渍改性后的腈纶纤维在空气介质中干燥处理,获得改性腈纶纤维,再将改性腈纶纤维进行预氧化,得到聚丙烯腈基阻燃纤维。

[0004] 专利ZL200910013789.3涉及一种阻燃腈纶及其制造方法,首先将腈纶加入到含铜离子水溶液中反应制成含铜离子的腈纶,然后将含铜离子腈纶加入到水合肼、羟胺、碱和亚硫酸钠组成的混合溶液中反应制成阻燃腈纶;也可将腈纶直接加入到由铜离子、水合肼、羟胺、碱和亚硫酸钠组成的混合溶液中反应制成阻燃腈纶。

[0005] 为了解决现有技术中存在的问题,特提出本发明。

### 发明内容

[0006] 本发明的首要发明目的在于提出了耐高温阻燃聚丙烯腈纤维的制备方法。

[0007] 本发明的第二发明目的在于提出该制备方法制备得到的耐高温阻燃聚丙烯腈纤维。

[0008] 为了实现本发明的目的,采用的技术方案为:

[0009] 本发明涉及一种耐高温阻燃聚丙烯腈纤维的制备方法,包括以下步骤:

[0010] (1) 在0.3~0.4Mpa的压力下,将聚丙烯腈纤维置于浓度为7~20wt%的联氨溶液中处理3~7小时,温度为80~120℃;

[0011] (2) 将步骤(1)得到的纤维水洗后放入浓度为3~10wt%碱性溶液中处理1~4小

时,温度为70~110℃,然后水洗至中性;

[0012] (3) 将水洗后的纤维放入到浓度为3~10wt%金属离子盐的水溶液中处理1~4小时,温度为80~120℃,然后水洗;

[0013] (4) 将步骤(3)得到的纤维进行上油处理,最后脱水、烘干。

[0014] 本发明的第一优选技术方案为:将丙烯腈和醋酸乙烯按比例混合,制备得到聚丙烯腈纤维;优选,将丙烯腈和醋酸乙烯按比例混合,通过水相悬浮聚合,按照二甲基乙酰胺湿法二步法纺丝生产技术生产出聚丙烯腈纤维。

[0015] 本发明的第二优选技术方案为:在步骤(1)中,先将聚丙烯腈纤维置于浓度为7~15wt%的联氨溶液中处理1~2小时后,晾干,然后再置于浓度为温度为10~18wt%的联氨溶液中处理1~3小时;优选在通风条件下常温干燥1~3小时。

[0016] 本发明的第三优选技术方案为:处理温度为90~120℃,优选100~110℃。

[0017] 本发明的第四优选技术方案为:在步骤(2)中,所述的碱性溶液选自氢氧化钠溶液、氢氧化钾溶液,浓度为5~10wt%;反应温度为80~100℃,反应时间为2~3小时。

[0018] 本发明的第五优选技术方案为:在步骤(3)中,所述的金属离子选自锌离子、铜离子或钙离子;所述的金属离子盐选自硫酸铜、硫酸锌、硫酸钙、氯化铜、氯化锌、氯化钙、硝酸铜、硝酸锌或硝酸钙。

[0019] 本发明的第六优选技术方案为:在步骤(4)中,放入到浓度为1~3%油剂中进行上油处理,处理时间为0.5~2小时;烘干温度为90~100℃。

[0020] 本发明的第七优选技术方案为:在步骤(3)完成后,加入纤维质量百分比为0.5~3.5wt%浓度的酸性染料,染色1~2小时,温度为90~100℃,pH值为2~3。

[0021] 本发明的第八优选技术方案为:将聚丙烯腈纤维长丝通过丝饼制作设备制备成一定质量、高度和厚度的丝饼。

[0022] 本发明还涉及采用上述方法制备得到的耐高温阻燃聚丙烯腈纤维。

[0023] 下面对本发明的技术方案做进一步的解释和说明。

[0024] 本发明将丙烯腈和醋酸乙烯按一定比例通过水相悬浮聚合反应制成聚合物粉末,采用二甲基乙酰胺湿法二步法纺丝生产技术生产出聚丙烯腈纤维。在一定压力下,把聚丙烯腈纤维放到强还原剂溶液中进行热处理;把水洗后的纤维后放入碱溶液中进行处理;把水洗至中性后的纤维放入到金属离子盐溶液中进行处理;把水洗后的纤维放入到油剂中进行上油处理;最后对纤维进行脱水、烘干处理。本发明的纤维在上油前,可直接进行染色处理,可以和羊毛同浴染色,比其它阻燃纤维易染色。

[0025] 本发明通过对反应条件的精细研究,研制得到了一套制备阻燃聚丙烯腈的新工艺。首先,本发明可选用一般方法制备得到的聚丙烯腈纤维,并优选:将丙烯腈和醋酸乙烯按比例混合,通过水相悬浮聚合,按照二甲基乙酰胺湿法二步法纺丝生产技术生产出聚丙烯腈纤维。

[0026] 在环化、交联的过程中,本发明对联氨溶液的浓度进行了选择,从而可以进一步提高聚丙烯腈纤维的阻燃性能,并进一步优选两步法处理:先将聚丙烯腈纤维置于浓度为7~15wt%的联氨溶液中处理1~2小时后,晾干,然后再置于浓度为温度为10~18wt%的联氨溶液中处理1~3小时;优选在通风条件下常温干燥1~3小时;处理温度为90~120℃,优选100~110℃。两步法处理,通过纤维燃烧残渣中的碳含量分析可知,通过两步法处理后的纤

维的碳含量提高10~20wt%，从而说明其纤维的交联度得到很大的提高。

[0027] 在碱性水解的步骤中，本发明进一步优选氢氧化钠，并对水解的时间、温度、碱性溶液的浓度进一步优化选择，从而增加纤维与氢氧化钠的水解反应程度，使纤维中钠离子的结合率大大提高，并且在碱性水解完成后，本发明将纤维水洗至中性，保留了纤维中的钠离子含量，通过纤维燃烧残渣中的含量分析可知，通过该步骤处理后的纤维的钠含量为8wt%。从而可以在不损伤纤维强度的条件下大大提高纤维的阻燃性能。而如果用酸中和的话，不仅会增加纤维的损伤，降低产品的机械性能，并且将纤维上结合的钠离子全部解离（钠含量小于0.02wt%）。

[0028] 在与金属离子盐反应的步骤中，本发明可选用锌离子、铜离子或钙离子的盐，并优选盐酸盐、硫酸盐或硝酸盐。在该步反应中，金属离子与纤维上的有机基团螯合，从而形成螯合交联结构。

[0029] 最后，经上油、脱水、烘干，得到本发明的耐高温阻燃聚丙烯腈纤维。

[0030] 采用本发明的方法制备的耐高温阻燃纤维具有极高的极限氧指数达到40以上，在火焰中，纤维不会熔融，不会收缩，不会熔滴，不会阴燃，耐火等级为M1级，属于不燃级别，燃烧时烟气释放量低，烟气等级为F0级，同时该纤维具有耐酸、碱性好，耐紫外性优异，隔热性好的特点，可以连续在200℃高温下长期使用。火灾发生时，本发明的阻燃纤维所制的织物有更长的逃逸时间，且不产生剧烈浓烟，保护人的生命安全。同时，本发明的阻燃纤维可以和羊毛、棉、芳纶等纤维混纺制成阻燃纱线，用于制做防火服、阻燃军装、工业防护服装、阻燃床上用品、装饰用品等。

[0031] 本发明的阻燃纤维具有优异的耐热性能，极限氧指数LOI值高于聚苯硫醚(PPS)和芳纶，仅次于腈纶预氧纤维，可用于制做防火毯、耐高温滤材、耐高温过滤袋等耐高温材料。

[0032] 本发明的有益效果为：

[0033] 1. 本发明生产全过程可采用全自动化控制，适合大规模工业化生产，可以保证最终阻燃纤维产品质量均一、稳定，保证了后序产品在纺纱、织布过程的顺利进行。本方法只需要简单的设备就可以把腈纶处理成阻燃腈纶，大大简化了现有阻燃腈纶制造技术，并且生产工艺简单，设备投资少，生产成本低，容易实现工业化。

[0034] 2. 本发明得到的阻燃纤维，阻燃性能LOI可达到40~45，阻燃级别为M1（检测标准NFP92-503-507）。

[0035] 3. 本发明得到的阻燃纤维燃烧产生的烟气十分低，含有微量的CO<sub>2</sub>、CO和H<sub>2</sub>O与可以忽略不计的HCN、NH<sub>3</sub>、SOX等。有毒气体级别为F0（检测标准NF F16-101），烟气量低于其它阻燃纤维。

[0036] 4. 本发明得到的阻燃纤维，回潮率较高，达12~15%，比普通的腈纶高出10%左右，吸水率高达45%，在阻燃纤维领域里这两项指标均高于其它纤维，应用到服装领域，可提高服装吸湿性，减少静电，因此在服用领域比其它阻燃纤维穿着更舒适，更类似羊毛的性能，其它纤维无法相比。同时吸水率高，纤维就具有吸湿发热功能，在户外运动服装领域更具有优势。其他的阻燃纤维都不具有这项功能。由于处理后纤维分子含有氨基和羧基，所以回潮率和吸湿性非常好。

[0037] 5. 本发明得到的阻燃纤维可染性好，可以和羊毛同浴染色，染料可使用常见的酸性染料，比其它阻燃纤维容易染色，利用染厂现有设备和工艺就可以染色。经染色实验证

明,由于处理后的纤维,含有大量氨基,可以和酸性染料以离子键的方式结合,所以可染性好。

[0038] 6. 本发明得到的阻燃纤维沸水收缩率低,近似0%,避免了下游纺纱过程的收缩问题,有效的保证了织物的尺寸稳定性能。其它阻燃纤维的沸水收缩率均高于本发明所得的阻燃纤维。因为腈纶纤维通过一系列的高温高压处理后,纤维内部的分子应力已经消除,所以沸水收缩率近似0%。

[0039] 7. 本发明中每个步骤处理后的处理液和水洗水排放后,将废液收集到废水收集罐,经污水处理后排放,达到环保要求,最终处理后污水排放COD $\leq$ 100mg/L。

[0040] 8. 本发明的阻燃纤维,耐水洗,经碱性皂液水洗10次以上,能保证其阻燃性能。

[0041] 本发明的具体实施方式仅限于进一步解释和说明本发明,并不对本发明的内容构成限制。

### 具体实施方式

[0042] 实施例1

[0043] 一种耐高温阻燃聚丙烯腈纤维,其方法制备为:

[0044] 1. 在0.3Mpa的压力下,将聚丙烯腈纤维置于浓度为20wt%的联氨溶液中处理5小时,温度为110 $^{\circ}$ C;

[0045] 2. 将步骤1得到的纤维水洗后放入浓度为10wt%氢氧化钠中处理4小时,温度为110 $^{\circ}$ C,然后水洗至中性;

[0046] 3. 将水洗后的纤维放入到浓度为3wt%钙离子盐的水溶液中处理1~4小时,温度为120 $^{\circ}$ C,然后水洗;

[0047] 4. 将步骤3得到的纤维放入到浓度为2%油剂中进行上油处理,处理时间为2小时;最后脱水,烘干,烘干温度为90 $^{\circ}$ C。将聚丙烯腈纤维长丝通过丝饼按照规格要求制作设备制备成一定质量、高度和厚度的丝饼。

[0048] 实施例2

[0049] 一种耐高温阻燃聚丙烯腈纤维,其方法制备为:

[0050] 1. 在0.4Mpa的压力下,将聚丙烯腈纤维置于浓度为7wt%的联氨溶液中处理6小时,温度为120 $^{\circ}$ C;

[0051] 2. 将步骤1得到的纤维水洗后放入浓度为5wt%氢氧化钠溶液中处理1~4小时,温度为120 $^{\circ}$ C,然后水洗至中性;

[0052] 3. 将水洗后的纤维放入到浓度为5wt%钙离子盐的水溶液中处理3小时,温度为80 $^{\circ}$ C,然后水洗;

[0053] 4. 将步骤3得到的纤维放入到浓度为1%油剂中进行上油处理,处理时间为0.5~2小时;最后脱水、烘干,烘干温度为100 $^{\circ}$ C。将聚丙烯腈纤维长丝通过丝饼按照规格要求制作设备制备成一定质量、高度和厚度的丝饼。

[0054] 实施例3

[0055] 一种耐高温阻燃聚丙烯腈纤维,其方法制备为:

[0056] 1. 将丙烯腈和醋酸乙烯按比例混合,通过水相悬浮聚合,按照二甲基乙酰胺湿法二步法纺丝生产技术生产出聚丙烯腈纤维;

[0057] 2. 在0.3Mpa的压力下,先将聚丙烯腈纤维置于浓度为15wt%的联氨溶液中处理1小时后,通风条件下常温干燥2小时,然后再置于浓度为温度为18wt%的联氨溶液中处理2小时;处理温度为110℃;

[0058] 3. 将步骤2得到的纤维水洗后放入浓度为8wt%氢氧化钠溶液中处理4小时,温度为100℃,然后水洗至中性;

[0059] 4. 将水洗后的纤维放入到浓度为6wt%铜离子盐的水溶液中处理4小时,温度为90℃,然后水洗;

[0060] 5. 将步骤4得到的纤维放入到浓度为3%油剂中进行上油处理,处理时间为0.5~2小时;最后脱水、烘干,烘干温度为100℃。将聚丙烯腈纤维长丝通过丝饼按照规格要求制作设备制备成一定质量、高度和厚度的丝饼。

[0061] 实施例4

[0062] 一种耐高温阻燃聚丙烯腈纤维,其方法制备为:

[0063] 1. 将丙烯腈和醋酸乙烯按比例混合,通过水相悬浮聚合,按照二甲基乙酰胺湿法二步法纺丝生产技术生产出聚丙烯腈纤维;

[0064] 2. 在0.4Mpa的压力下,先将聚丙烯腈纤维置于浓度为12wt%的联氨溶液中处理2小时后,在通风条件下常温干燥2小时,然后再置于浓度为温度为18wt%的联氨溶液中处理2小时;处理温度为100℃;

[0065] 3. 将步骤1得到的纤维水洗后放入浓度为7wt%氢氧化钠溶液中处理4小时,温度为90℃,然后水洗至中性;

[0066] 4. 将水洗后的纤维放入到浓度为6wt%铜离子盐的水溶液中处理3小时,温度为100℃,然后水洗;

[0067] 5. 将步骤3得到的纤维进行上油处理,最后脱水、烘干。放入到浓度为2%油剂中进行上油处理,处理时间为1小时;烘干温度为90℃。将聚丙烯腈纤维长丝通过丝饼按照规格要求制作设备制备成一定质量、高度和厚度的丝饼。

[0068] 实施例1~4制备得到的纤维的性能为:

[0069] 表1:

[0070]

	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4
颜色	粉红	粉红	粉红	粉红
强度 (cN/Tex)	13	13	15	15
伸长率 (%)	33	34	38	39
导热性 (mW/m°C)	45	45	46	46
吸水性 (%)	47	47	48	48
回潮 (%)	10	11	13	13
密度 (g/cm <sup>3</sup> )	1.5	1.5	1.5	1.5
热值 (Kcal/KG)	4200	4200	4000	4000
燃点(100% O <sub>2</sub> )	435°C	435°C	440°C	440°C
极限氧指数(LOI)	40	40	42	43
10 次皂洗后极限氧指数	39	40	41	42
生成烟气	CO <sub>2</sub> 、CO 与少量 HCN、NH <sub>3</sub>			
耐酸碱性	非常好, 24 小时后仍保有 100%初始强度			
沸水收缩	近似 0%	近似 0%	近似 0%	近似 0%
温度极变点	300°C	300°C	300°C	300°C
紫外线稳定性	非常好	非常好	非常好	非常好
抗水解性	非常好	非常好	非常好	非常好

[0071] 实施例1~4的明火检验:

[0072] 表2:

[0073]

	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4
NF P92-503 and NF P92-507	M1	M1	M1	M1
UNI 9175	I-I-M	I-I-M	I-I-M	I-I-M
ISO5660 25KW/M <sup>2</sup>	不燃	不燃	不燃	不燃
ISO5660 50KW/M <sup>2</sup>	5 分钟燃烧	5 分钟燃烧	7 分钟燃烧	5 分钟燃烧
FAR-JAR Part 25	合格	合格	合格	合格

[0074] 实施例1~4的烟气检验:

[0075] 表3:

[0076]

	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4



[0077]

NF F16-101	F0	F0	F0	F0
ISO 5659-2				
ISO 5659-2+FTIR				

[0078] 实施例1的烟密度检测:

[0079] 表4:

[0080]

描述	ISO5659-2 检验情况		
	25KW/M <sup>2</sup> 无焰燃烧	25KW/M <sup>2</sup> 有焰燃烧	50KW/M <sup>2</sup> 有焰燃烧
比光密度 (Ds) 最大	1,89	1,57	2,87
至比光密度 (Ds) 最大 时间 (秒)	907	917	320
4 分钟时比光密度(Ds)	0,38	0,21	0,14
10 分钟时比光密度 (Ds)	1,05	0,18	0,08

[0081] 实施例2的烟密度检测:

[0082] 表5:

[0083]

描述	ISO5659-2 检验情况		
	25KW/M <sup>2</sup> 无焰燃烧	25KW/M <sup>2</sup> 有焰燃烧	50KW/M <sup>2</sup> 有焰燃烧
比光密度 (Ds) 最大	1,89	1,57	2,87
至比光密度 (Ds) 最大 时间 (秒)	907	917	320
4 分钟时比光密度(Ds)	0,38	0,21	0,14
10 分钟时比光密度 (Ds)	1,05	0,18	0,08

[0084] 实施例3的烟密度检测:

[0085] 表6:

[0086]

描述	ISO5659-2 检验情况		
	25KW/M <sup>2</sup> 无焰燃烧	25KW/M <sup>2</sup> 有焰燃烧	50KW/M <sup>2</sup> 有焰燃烧
比光密度 (Ds) 最大	1,89	1,57	2,87
至比光密度 (Ds) 最大时间 (秒)	907	917	320

[0087]

4 分钟时比光密度 (Ds)	0,38	0,21	0,14
10 分钟时比光密度 (Ds)	1,05	0,18	0,08

[0088] 实施例4的烟密度检测:

[0089] 表7:

[0090]

描述	ISO5659-2 检验情况		
	25KW/ M <sup>2</sup> 无焰燃烧	25KW/ M <sup>2</sup> 有焰燃烧	50KW/ M <sup>2</sup> 有焰燃烧
比光密度 (Ds) 最大	1,89	1,57	2,87
至比光密度 (Ds) 最大 时间 (秒)	907	917	320
4 分钟时比光密度 (Ds)	0,38	0,21	0,14
10 分钟时比光密度 (Ds)	1,05	0,18	0,08

[0091] 实施例5

[0092] 一种耐高温阻燃聚丙烯腈纤维,其方法制备为:

[0093] 1.将丙烯腈和醋酸乙烯按比例混合,通过水相悬浮聚合,按照二甲基乙酰胺湿法二步法纺丝生产技术生产出聚丙烯腈纤维;

[0094] 2.在0.3Mpa的压力下,将聚丙烯腈纤维置于浓度为20wt%的联氨溶液中处理5小时,温度为110℃;

[0095] 3.将步骤2得到的纤维水洗后放入浓度为8wt%氢氧化钠溶液中处理4小时,温度为100℃,然后水洗至中性;

[0096] 4.将水洗后的纤维放入到浓度为6wt%铜离子盐的水溶液中处理3小时,温度为90℃,然后水洗;

[0097] 5.加入纤维质量百分比为2wt%浓度的酸性红ACID RED 182,染色1.5小时,温度为100℃,pH值为3;

[0098] 6.将步骤5得到的纤维放入到浓度为3%油剂中进行上油处理,处理时间为0.5~2小时;最后脱水、烘干,烘干温度为100℃。将聚丙烯腈纤维长丝通过丝饼按照规格要求制作设备制备成一定质量、高度和厚度的丝饼。

[0099] 实施例6

[0100] 一种耐高温阻燃聚丙烯腈纤维,其方法制备为:

[0101] 1.将丙烯腈和醋酸乙烯按比例混合,通过水相悬浮聚合,按照二甲基乙酰胺湿法二步法纺丝生产技术生产出聚丙烯腈纤维;

[0102] 2.在0.4Mpa的压力下,先将聚丙烯腈纤维置于浓度为14wt%的联氨溶液中处理2小时后,在通风条件下常温干燥2小时,然后再置于浓度为温度为16wt%的联氨溶液中处理2小时;处理温度为100℃;

[0103] 3.将步骤1得到的纤维水洗后放入浓度为7wt%氢氧化钠溶液中处理4小时,温度为90℃,然后水洗至中性;

[0104] 4.将水洗后的纤维放入到浓度为6wt%铜离子盐的水溶液中处理3小时,温度为100℃,然后水洗;

[0105] 5.加入纤维质量百分比为2wt%浓度的酸性绿染料Acid Green 73,染色1.5小时,温度为90℃,pH值为2;

[0106] 6.将步骤3得到的纤维进行上油处理,最后脱水、烘干。放入到浓度为2%油剂中进行上油处理,处理时间为1小时;烘干温度为90℃。将聚丙烯腈纤维长丝通过丝饼按照规格要求制作设备制备成一定质量、高度和厚度的丝饼。

[0107] 实施例7

[0108] 一种耐高温阻燃聚丙烯腈纤维,其方法制备为:

[0109] 1.在0.3Mpa的压力下,将聚丙烯腈纤维置于浓度为20wt%的联氨溶液中处理5小时,温度为110℃;

[0110] 2.将步骤2得到的纤维水洗后放入浓度为8wt%氢氧化钠溶液中处理4小时,温度为100℃,然后水洗至中性;

[0111] 3.将水洗后的纤维放入到浓度为6wt%锌离子盐的水溶液中处理4小时,温度为90℃,然后水洗;

[0112] 4.将步骤3得到的纤维放入到浓度为3%油剂中进行上油处理,处理时间为0.5~2小时;最后脱水、烘干,烘干温度为100℃。将聚丙烯腈纤维长丝通过丝饼按照规格要求制作设备制备成一定质量、高度和厚度的丝饼。

[0113] 实施例8

[0114] 一种耐高温阻燃聚丙烯腈纤维,其方法制备为:

[0115] 1.将丙烯腈和醋酸乙烯按比例混合,通过水相悬浮聚合,按照二甲基乙酰胺湿法二步法纺丝生产技术生产出聚丙烯腈纤维;

[0116] 2.在0.4Mpa的压力下,先将聚丙烯腈纤维置于浓度为7wt%的联氨溶液中处理2小时后,在通风条件下常温干燥2小时,然后再置于浓度为温度为18wt%的联氨溶液中处理2小时;处理温度为100℃;

[0117] 3.将步骤1得到的纤维水洗后放入浓度为4wt%氢氧化钠溶液中处理4小时,温度为95℃,然后水洗至中性;

[0118] 4.将水洗后的纤维放入到浓度为5wt%锌离子盐的水溶液中处理3小时,温度为100℃,然后水洗;

[0119] 5.将步骤3得到的纤维进行上油处理,最后脱水、烘干。放入到浓度为2%油剂中进行上油处理,处理时间为1小时;烘干温度为90℃。将聚丙烯腈纤维长丝通过丝饼按照规格要求制作设备制备成一定质量、高度和厚度的丝饼。

[0120] 实验例1

[0121] 对比例1:按照实施例1的方法制备阻燃聚丙烯腈纤维,其区别在于,在步骤2中,省略水洗步骤,直接干燥;

[0122] 对比例2:按照实施例1的方法制备阻燃聚丙烯腈纤维,其区别在于,在步骤2中,省略水洗步骤,改用pH为2的盐酸中和;

[0123] 对比例3:按照实施例1的方法制备阻燃聚丙烯腈纤维,其区别在于,在步骤3中,省略水洗步骤;

[0124] 对比例1~4制备得到的纤维的性能为：

[0125] 表8：

[0126]

	对比例1	对比例2	对比例3
颜色	粉红	粉红	粉红
强度 (cN/Tex)	12	9	12
伸长率 (%)	25	21	22
吸水性 (%)	30	30	31
回潮 (%)	9	10	10
燃点 (100%O <sub>2</sub> ) (°C)	435	435	440
极限氧指数 (LOI)	36	32	36
10次皂洗后极限氧指数	30	29	30
温度极变点 (°C)	295	285	295