

(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102517976 A

(43) 申请公布日 2012. 06. 27

(21) 申请号 201110406330. 7

(22) 申请日 2011. 12. 08

(71) 申请人 烟台民士达特种纸业股份有限公司

地址 264006 山东省烟台市经济技术开发区
峨眉山路 1 号内 2 号

申请人 烟台泰和新材料股份有限公司

(72) 发明人 邱召明 马千里 王志新 孙静
孙岩磊

(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 王菲 卢新

(51) Int. Cl.

D21H 13/26 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 6 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种纯对位芳纶纸的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种纯对位芳纶纸的制备方法，步骤如下：1. 分别制备对位芳纶短切纤维浆料、对位芳纶沉析纤维浆料和对位芳纶浆粕浆料，三种浆料混合；2. 浆料上网成型；3. 压榨、干燥；4. 高温压光成型。本发明使用对位芳纶沉析纤维作为芳纶纸的粘合材料，提高了纤维之间的界面亲和性，进而提高了纤维纸的抗张强度、撕裂度、耐磨性等机械性能；对位芳纶浆粕具有较高比表面积，加强了纤维之间的氢键结合，使纸具有较高致密度、挺度和强度；同时本发明制备过程中未采用浓硫酸，避免了设备的腐蚀问题和稀硫酸回收复杂问题。

1. 一种纯对位芳纶纸的制备方法,制备步骤如下:

(1) 分别制备长度为 4 ~ 8mm 的对位芳纶短切纤维浆料、打浆度为 30 ~ 45° SR 的对位芳纶沉析纤维浆料和打浆度为 45 ~ 55° SR 的对位芳纶浆粕浆料,三种浆料混合;

(2) 浆料上网成型;

(3) 压榨,干燥;

(4) 高温压光成型。

2. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于:所述步骤(1)中三种浆料混合的质量百分比为:

长度为 4 ~ 8mm 的对位芳纶短切纤维浆料:20 ~ 80%;

打浆度为 30 ~ 45° SR 的对位芳纶沉析纤维浆料:10 ~ 60%;

打浆度为 45 ~ 55° SR 的对位芳纶浆粕浆料:10 ~ 60%。

3. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于:所述步骤(2)浆料上网成型选用斜网成型器斜网成型技术,用压力筛筛选浆料上网,上网浓度为 0.01 ~ 0.10%。

4. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于:所述步骤(3)压榨、干燥步骤如下:

(1) 压榨:采用双辊双毯一道压榨脱水;

(2) 干燥:采用接触式干网辅助烘缸干燥,烘干温度为 90 ~ 120°C,烘干时间为 0.5 ~ 2.5 分钟。

5. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于:所述步骤(4)高温压光成型过程中,高温压光温度为 200 ~ 400°C,以 110 ~ 360Kg/cm 线压条件热压成型。

6. 根据权利要求 1-5 任一项所述的制备方法,其特征在于:所述步骤(1)中对位芳纶短切纤维浆料、对位芳纶沉析纤维浆料和对位芳纶浆粕浆料的制备包括碎浆机碎解、调配浆料浓度和除砂器净化的过程;其中所述对位芳纶短切纤维浆料的碎解浓度为 0.4 ~ 5%,调配后浆料浓度为 0.2 ~ 2%;所述对位芳纶沉析纤维浆料的碎解浓度为 1 ~ 10%,调配后浆料浓度为 0.5 ~ 4%;所述对位芳纶浆粕浆料的碎解浓度为 0.4 ~ 5%,调配后浆料浓度为 0.2 ~ 2%。

一种纯对位芳纶纸的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及合成纤维纸制造技术领域，尤其是涉及一种纯对位芳纶纸的制备方法。

背景技术

[0002] 对位芳纶纸具有高强度、高模量、介电性能优良，耐溶剂性能和热尺寸稳定性优异、重量轻等优点，可作为结构材料、绝缘材料、透波以及过滤材料，广泛用于航空航天、交通、电子等行业。

[0003] 中国专利申请 CN1884692A 采用经过与处理的对位芳纶短切纤维和间位芳纶沉析纤维，采用加入分散剂的方法制备绝缘纸，通过特殊打浆工艺提高纤维的柔软性，增加限位架的结合力，并对芳纶原纸进行特殊的热压处理，极大提高了纸张的武力强度和绝缘性能。

[0004] 中国专利申请 CN1710196A 采用在水中加入对位芳族聚酰胺短纤维、对位芳族聚酰胺浆粕、分散助剂，原料分散后得到浆料。将对位芳族聚酰胺溶液均匀浸渍在所得到的纤维纸上，经热压或冷压处理，凝固浴成型，吸取溶剂，脱水、压榨、干燥，得到全对位芳纶酰胺纸。

[0005] 中国专利申请 CN1942629 通过混合对位芳纶浆粕、间位芳纶沉析纤维和絮状物制备芳纶纸。

[0006] 中国专利申请 CN101343845A 采用对位芳纶纤维和间位芳纶沉析纤维辅以聚酯纤维，生产芳纶蜂窝芯原纸。该纤维纸具有轻质、柔软、高比强、高比模、耐高温、耐疲劳、抗化学腐蚀、低膨胀系数、渗透性适中等优点。

[0007] 上述专利的共同点是在制备对位芳纶纸的过程中加入了间位芳纶纤维和分散助剂。间位芳族聚酰胺的吸湿性较大，导致高湿度下的尺寸稳定性出问题，难以满足高精度产品的而要求。分散助剂价格昂贵，若在制备过程中加入分散助剂，污水处理程序复杂，且分散剂的存在影响纸的耐温性。CN1710196A 中将对位芳纶浓硫酸溶液涂覆于纤维纸上，然后利用压力的作用使之充分浸渍纤维纸，此工艺没有解决浓硫酸的腐蚀设备问题，增加了稀硫酸的回收处理，使造纸工艺更加复杂。

发明内容

[0008] 本发明所解决的技术问题是提供一种纯对位芳纶纸的制备方法，根据此方法可以制备得到具有更好均匀度、机械强度、耐热性、介电性和尺寸稳定性的纯对位芳纶纸。

[0009] 本发明所使用的技术术语：“纯对位芳纶纸”指的是用于制备对位芳纶纸的所有纤维原料都是对位芳纶纤维原料。

[0010] 为了达到上述目的，本发明采用的技术方案是：

[0011] 一种纯对位芳纶纸的制备方法，制备步骤如下：

[0012] (1) 分别制备长度为 4 ~ 8mm 的对位芳纶短切纤维浆料、打浆度为 30 ~ 45° SR 的对位芳纶沉析纤维浆料和打浆度为 45 ~ 55° SR 的对位芳纶浆粕浆料，三种浆料混合；

[0013] (2) 浆料上网成型；

[0014] (3) 压榨，干燥；

[0015] (4) 高温压光成型。

[0016] 本发明的制备方法中所使用的对位芳纶短切纤维、对位芳纶沉析纤维和对位芳纶浆粕原料均是工业生产的成品或副产品，可以直接购买得到，或通过加工生产得到。所述原料获取后，将其溶解于水中，经过常规技术处理，即可得到相应的浆料。

[0017] 本发明的制备方法，其中所述步骤(1)中三种浆料混合的质量百分比优选为：

[0018] 长度为4～8mm的对位芳纶短切纤维浆料：20～80%；

[0019] 打浆度为30～45°SR的对位芳纶沉析纤维浆料：10～60%；

[0020] 打浆度为45～55°SR的对位芳纶浆粕浆料：10～60%。

[0021] 本发明的制备方法，其中所述步骤(2)浆料上网成型选用斜网成型器斜网成型技术，用压力筛筛选优良浆料上网，上网浓度为0.01～0.10%。

[0022] 本发明的制备方法，其中所述步骤(3)压榨、干燥步骤如下：

[0023] (1) 压榨：采用双辊双毯一道压榨脱水；

[0024] (2) 干燥：采用接触式干网辅助烘缸干燥，烘干温度为90～120℃，烘干时间为0.5～2.5分钟。

[0025] 本发明的制备方法，其中所述步骤(4)高温压光成型过程中，高温压光温度为200～400℃，以110～360Kg/cm线压条件热压成型。

[0026] 本发明的制备方法，其中所述步骤(1)中对位芳纶短切纤维浆料、对位芳纶沉析纤维浆料和对位芳纶浆粕浆料的制备根据获取原料的差别，可以包括碎浆机碎解、调配浆料浓度和除砂器净化的过程；其中所述对位芳纶短切纤维浆料的碎解浓度优选为0.4～5%，调配后浆料浓度优选为0.2～2%；所述对位芳纶沉析纤维浆料的碎解浓度优选为1～10%，调配后浆料浓度为优选0.5～4%；所述对位芳纶浆粕浆料的碎解浓度优选为0.4～5%，调配后浆料浓度优选为0.2～2%。即可满足本发明的制备方法的需要。

[0027] 根据本发明的制备方法生产的纯对位芳纶纸能实现更好的均匀度、机械强度、耐热性、介电性和尺寸稳定性，可满足高温、高精度、高湿度、高密度、轻量化等严格工作条件下的产品要求。

[0028] 相对于已有技术，本发明的制备方法有以下优点：

[0029] (1) 使用对位芳纶沉析纤维作为芳纶纸的粘合材料，没有添加间位芳纶和其它纤维材料，显著提高了纤维之间的界面亲和性，进而提高了纤维纸的抗张强度、撕裂度、耐磨性等机械性能；

[0030] (2) 对位芳纶浆粕具有较高比表面积，加强了纤维之间的氢键结合，使纸具有较高致密度、挺度和强度；

[0031] (3) 摒弃了现有其它技术中原料分散对辅助化学原料的依赖，将现有的分散问题解决在对位芳纶纤维原料制造阶段，不使用任何化学助剂就可以实现造纸浆料的均匀分散，不使用化学试剂，不仅消除了原料成本中分散剂的昂贵费用，更消除了白水会用过程中化学品积累导致的污水处理负担加大的问题，而且解决了成纸含有分散剂分子影响耐温性的问题；

[0032] (4) 本发明制备过程中未采用浓硫酸，避免了设备的腐蚀问题和稀硫酸回收复杂

问题。

附图说明

[0033] 图 1 为本发明的纯对位芳纶纸的制备方法的流程图。

具体实施方式

[0034] 为进一步说明本发明,结合以下实施例具体说明:

[0035] 本发明采用原料为:烟台泰和新材料股份有限公司生产的对位芳纶短切纤维、对位芳纶浆粕和对位芳纶沉析纤维;其中对位芳纶浆粕的平均长度为 0.5~0.8mm;对位芳纶沉析纤维的长度为 1.5~1.8mm。

[0036] 对位芳纶沉析纤维的制备可以采用下述方法:将 NMP(N-甲基吡咯烷酮)、CaCl₂ 和 AlCl₃ 混合制成 NMP-CaCl₂-AlCl₃ 溶剂,氮气保护下加入对苯二胺溶解,5℃下加入对苯二甲酰氯进行预缩聚反应,预缩聚反应中对苯二胺与对苯二甲酰氯的摩尔比为 1:0.6;预缩聚反应结束后加入对苯二甲酰氯剧烈搅拌进行缩聚反应,缩聚反应中加入的对苯二甲酰氯与预缩聚反应中对苯二胺的摩尔比为 1:0.4,反应过程中产生胶体时停止搅拌,氮气氛围中 50~80℃熟化;熟化后的胶体溶液与对位芳纶浆粕悬浮液进入转速为 1000~3000rpm 的沉析器进行沉析,沉析后通过水洗、打浆、脱水干燥得到对位芳纶沉析纤维。

[0037] 本发明对纯对位芳纶纸样品进行了性能指标检测,检测项目及方法如下:

[0038] 厚度:参照 GB/T451.3-2002;

[0039] 密度:参照 GB/T451.3-2002;

[0040] 抗张强度:参照 GB/T12914-1991;

[0041] 伸长率:参照 GB/T12914-1991;

[0042] 边缘撕裂度:参照 IEC60819-2:2001.

[0043] 实施例 1

[0044] (1) 在 100 份水中加入长度为 6mm 的对位芳纶短切纤维 0.4 份,利用碎浆机对混合液机械分散 10 分钟;再加入 100 份水继续用碎浆机分散 5 分钟;

[0045] (2) 在 40 份水中加入打浆度为 35° SR 的对位芳纶沉析纤维 0.4 份,利用碎浆机对混合液机械分散 5 分钟;再加入 40 份水继续用碎浆机分散 5 分钟;

[0046] (3) 在 300 份水中加入打浆度为 55° SR 的对位芳纶浆粕 1.2 份,利用碎浆机对混合液机械分散 20 分钟;再加入 300 份水继续用碎浆机分散 5 分钟;

[0047] (4) 将上述三种浆料混合、搅拌;

[0048] (5) 选用斜网成型器斜网成型技术,用压力筛筛选优良浆料上网,上网浓度为 0.10%;

[0049] (6) 压榨脱水后,采用接触式干网辅助烘缸干燥,烘干温度为 90℃,烘干时间为 2.5 分钟;

[0050] (7) 高温压光处理工序中,高温压光温度为 400℃,以 300Kg/cm 线压条件热压成型。

[0051] 实施例 2

[0052] (1) 在 100 份水中加入长度为 6mm 的对位芳纶短切纤维 1.0 份,利用碎浆机对混合

液机械分散 10 分钟；再加入 100 份水继续用碎浆机分散 5 分钟；

[0053] (2) 在 200 份水中加入打浆度为 35° SR 的对位芳纶沉析纤维 3.0 份，利用碎浆机对混合液机械分散 15 分钟；再加入 200 份水继续用碎浆机分散 5 分钟；

[0054] (3) 在 100 份水中加入打浆度为 45° SR 的对位芳纶浆粕 1.0 份，利用碎浆机对混合液机械分散 20 分钟；再加入 100 份水继续用碎浆机分散 5 分钟；

[0055] (4) 将上述三种浆料混合、搅拌；

[0056] (5) 选用斜网成型器斜网成型技术，用压力筛筛选优良浆料上网，上网浓度为 0.05%；

[0057] (6) 压榨脱水后，采用接触式干网辅助烘缸干燥，烘干温度为 110℃，烘干时间为 2.0 分钟；

[0058] (7) 高温压光处理工序中，高温压光温度为 200℃，以 360Kg/cm 线压条件热压成型。

[0059] 实施例 3

[0060] (1) 在 100 份水中加入长度为 6mm 的对位芳纶短切纤维 0.7 份，利用碎浆机对混合液机械分散 20 分钟；再加入 100 份水继续用碎浆机分散 5 分钟；

[0061] (2) 在 10 份水中加入打浆度为 30° SR 的对位芳纶沉析纤维 0.1 份，利用碎浆机对混合液机械分散 15 分钟；再加入 10 份水继续用碎浆机分散 5 分钟；

[0062] (3) 在 50 份水中加入打浆度为 55° SR 的对位芳纶浆粕 0.2 份，利用碎浆机对混合液机械分散 15 分钟；再加入 50 份水继续用碎浆机分散 5 分钟；

[0063] (4) 将上述三种浆料混合、搅拌；

[0064] (5) 选用斜网成型器斜网成型技术，用压力筛筛选优良浆料上网，上网浓度为 0.05%；

[0065] (6) 压榨脱水后，采用接触式干网辅助烘缸干燥，烘干温度为 110℃，烘干时间为 2.0 分钟；

[0066] (7) 高温压光处理工序中，高温压光温度为 350℃，以 360Kg/cm 线压条件热压成型。

[0067] 实施例 4

[0068] (1) 在 300 份水中加入长度为 6mm 的对位芳纶短切纤维 0.6 份，利用碎浆机对混合液机械分散 20 分钟；再加入 100 份水继续用碎浆机分散 5 分钟；

[0069] (2) 在 20 份水中加入打浆度为 45° SR 的对位芳纶沉析纤维 0.2 份，利用碎浆机对混合液机械分散 15 分钟；再加入 20 份水继续用碎浆机分散 5 分钟；

[0070] (3) 在 50 份水中加入打浆度为 45° SR 的对位芳纶浆粕 0.2 份，利用碎浆机对混合液机械分散 15 分钟；再加入 50 份水继续用碎浆机分散 5 分钟；

[0071] (4) 将上述三种浆料混合、搅拌；

[0072] (5) 选用斜网成型器斜网成型技术，用压力筛筛选优良浆料上网，上网浓度为 0.01%；

[0073] (6) 压榨脱水后，采用接触式干网辅助烘缸干燥，烘干温度为 90℃，烘干时间为 2.0 分钟；

[0074] (7) 高温压光处理工序中，高温压光温度为 300℃，以 350Kg/cm 线压条件热压成

型。

[0075] 实施例 5

[0076] (1) 在 100 份水中加入长度为 6mm 的对位芳纶短切纤维 5.0 份, 利用碎浆机对混合液机械分散 20 分钟; 再加入 150 份水继续用碎浆机分散 5 分钟;

[0077] (2) 在 6.3 份水中加入打浆度为 45° SR 的对位芳纶沉析纤维 0.63 份, 利用碎浆机对混合液机械分散 5 分钟; 再加入 9.45 份水继续用碎浆机分散 5 分钟;

[0078] (3) 在 12.6 份水中加入打浆度为 50° SR 的对位芳纶浆粕 0.63 份, 利用碎浆机对混合液机械分散 10 分钟; 再加入 18.9 份水继续用碎浆机分散 5 分钟;

[0079] (4) 将上述三种浆料混合、搅拌;

[0080] (5) 选用斜网成型器斜网成型技术, 用压力筛筛选优良浆料上网, 上网浓度为 0.10%;

[0081] (6) 压榨脱水后, 采用接触式干网辅助烘缸干燥, 烘干温度为 120℃, 烘干时间为 0.5 分钟;

[0082] (7) 高温压光处理工序中, 高温压光温度为 350℃, 以 110Kg/cm 线压条件热压成型。

[0083] 实施例 6

[0084] (1) 在 200 份水中加入长度为 6mm 的对位芳纶短切纤维 1.0 份, 利用碎浆机对混合液机械分散 20 分钟; 再加入 100 份水继续用碎浆机分散 5 分钟;

[0085] (2) 在 50 份水中加入打浆度为 35° SR 的对位芳纶沉析纤维 0.6 份, 利用碎浆机对混合液机械分散 15 分钟; 再加入 50 份水继续用碎浆机分散 5 分钟;

[0086] (3) 在 100 份水中加入打浆度为 55° SR 的对位芳纶浆粕 0.4 份, 利用碎浆机对混合液机械分散 20 分钟; 再加入 50 份水继续用碎浆机分散 5 分钟;

[0087] (4) 将上述三种浆料混合、搅拌;

[0088] (5) 选用斜网成型器斜网成型技术, 用压力筛筛选优良浆料上网, 上网浓度为 0.05%;

[0089] (6) 压榨脱水后, 采用接触式干网辅助烘缸干燥, 烘干温度为 110℃, 烘干时间为 1.5 分钟;

[0090] (7) 高温压光处理工序中, 高温压光温度为 250℃, 以 300Kg/cm 线压条件热压成型。

[0091] 实施例 7

[0092] (1) 在 200 份水中加入长度为 6mm 的对位芳纶短切纤维 0.8 份, 利用碎浆机对混合液机械分散 20 分钟; 再加入 100 份水继续用碎浆机分散 5 分钟;

[0093] (2) 在 50 份水中加入打浆度为 40° SR 的对位芳纶沉析纤维 0.6 份, 利用碎浆机对混合液机械分散 15 分钟; 再加入 50 份水继续用碎浆机分散 5 分钟;

[0094] (3) 在 100 份水中加入打浆度为 50° SR 的对位芳纶浆粕 0.6 份, 利用碎浆机对混合液机械分散 15 分钟; 再加入 100 份水继续用碎浆机分散 5 分钟;

[0095] (4) 将上述三种浆料混合、搅拌;

[0096] (5) 选用斜网成型器斜网成型技术, 用压力筛筛选优良浆料上网, 上网浓度为 0.03%;

[0097] (6) 压榨脱水后,采用接触式干网辅助烘缸干燥,烘干温度为 120℃,烘干时间为 1.0 分钟;

[0098] (7) 高温压光处理工序中,高温压光温度为 400℃,以 30Kg/cm 线压条件热压成型。

[0099] 实施例 8

[0100] (1) 在 200 份水中加入长度为 6mm 的对位芳纶短切纤维 1.2 份,利用碎浆机对混合液机械分散 20 分钟;再加入 200 份水继续用碎浆机分散 5 分钟;

[0101] (2) 在 50 份水中加入打浆度为 35° SR 的对位芳纶沉析纤维 0.6 份,利用碎浆机对混合液机械分散 15 分钟;再加入 50 份水继续用碎浆机分散 5 分钟;

[0102] (3) 在 50 份水中加入打浆度为 55° SR 的对位芳纶浆粕 0.2 份,利用碎浆机对混合液机械分散 20 分钟;再加入 50 份水继续用碎浆机分散 5 分钟;

[0103] (4) 将上述三种浆料混合、搅拌;

[0104] (5) 选用斜网成型器斜网成型技术,用压力筛筛选优良浆料上网,上网浓度为 0.05%;

[0105] (6) 压榨脱水后,采用接触式干网辅助烘缸干燥,烘干温度为 110℃,烘干时间为 2.5 分钟;

[0106] (7) 高温压光处理工序中,高温压光温度为 350℃,以 350Kg/cm 线压条件热压成型。

[0107] 表 2 实施例测试结果

[0108]

指标 实施例	厚度 mm	密度 g/cm ³	抗张强度 KN/m		伸长率 %		边缘撕裂度 N	
			纵向	横向	纵向	横向	纵向	横向
实施例 1	0.051	0.75	5.5	3.0	4.81	4.05	21.6	14.2
实施例 2	0.061	0.79	5.1	2.8	5.17	4.21	17.5	10.7
实施例 3	0.058	0.72	5.2	2.9	5.08	4.10	18.7	11.5
实施例 4	0.055	0.80	5.0	2.8	4.77	4.02	23.3	15.9
实施例 5	0.060	0.77	5.5	3.1	4.21	4.30	19.5	13.6
实施例 6	0.058	0.71	5.0	2.9	5.11	4.17	20.5	13.3
实施例 7	0.052	0.75	5.4	3.0	5.33	4.56	22.1	14.7
实施例 8	0.051	0.74	5.3	3.0	5.01	4.02	18.1	11.6

[0109] 以上所述的实施例仅仅是对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,本领域普通工程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。

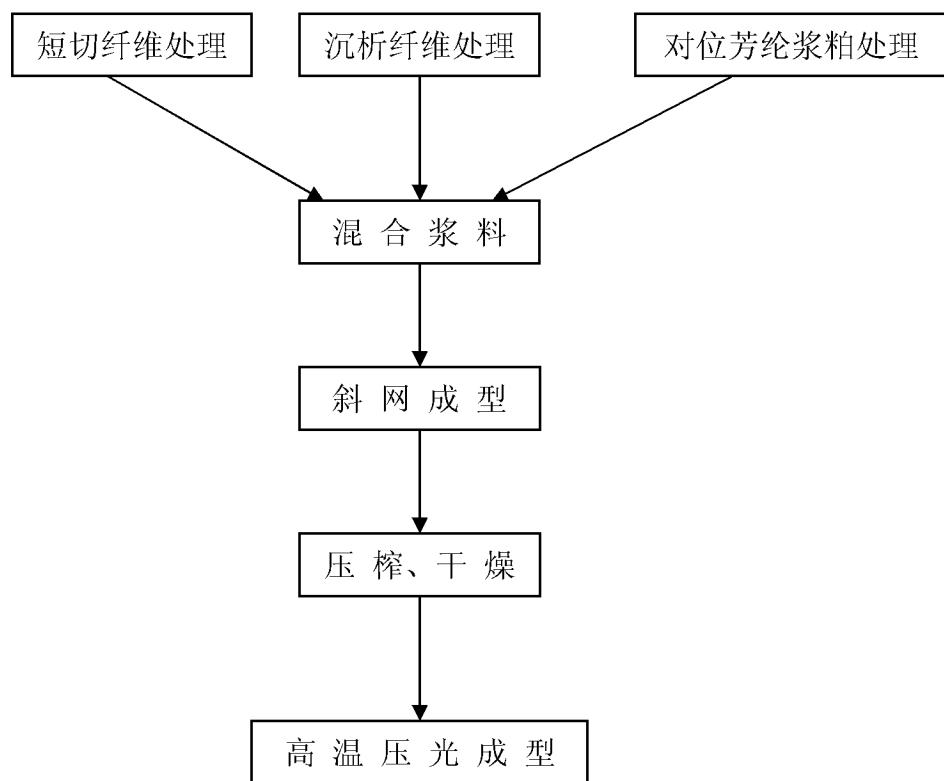


图 1