



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 112853537 A

(43) 申请公布日 2021.05.28

(21) 申请号 202110024757.4

(22) 申请日 2021.01.08

(71) 申请人 杭州神起科技有限公司

地址 310000 浙江省杭州市江干区九盛路9  
号26幢3楼2301室

(72) 发明人 邵林

(51) Int. Cl.

D01F 6/96 (2006.01)

C08F 289/00 (2006.01)

C08F 220/44 (2006.01)

C08F 8/40 (2006.01)

权利要求书1页 说明书6页

(54) 发明名称

一种阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维  
及制备方法

(57) 摘要

本发明涉及聚丙烯腈复合纤维技术领域,且公开了一种阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维,2-溴代异丁酯化木质素作为ATRP大分子引发剂,五甲基二乙烯三胺作为配体,溴化亚铜作为催化剂,通过ATRP原子转移自由基聚合,引发丙烯腈单体在木质素基体中原位聚合,得到木质素接枝聚丙烯腈,木质素中的酚羟基具有捕捉自由基的特性,可以抑制聚丙烯腈高温下的自由基降解反应,促进聚丙烯腈热氧化发生离子环化反应,提高聚丙烯腈的热稳定性和耐热性能,磷酸基团作为活性阻燃成分,铵阳离子作为膨胀气源,高成炭率的木质素作为膨胀碳源,形成膨胀阻燃剂体系,起到了优异的抑烟效果和阻燃性能。

1. 一种阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维,其特征在于:所述一种阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维的制法如下:

(1) 向烧瓶中加入N,N-二甲基甲酰胺溶剂、木质素和催化剂,在-5至5℃下,加入2-溴代异丁酰溴,搅拌均匀后进行酯化反应,制得2-溴代异丁酯化木质素;

(2) 向三颈瓶中加入体积比为6-10:1的N,N-二甲基甲酰胺溶剂和四氢呋喃混合溶剂,再加入2-溴代异丁酯化木质素,搅拌溶解后加入丙烯腈和配体,通过冷冻、抽真空和充氮气处理,再加入催化剂,在氮气氛围中,进行ATRP原子转移自由基聚合反应,制得木质素接枝聚丙烯腈;

(3) 向反应瓶中加入蒸馏水溶剂、磷酸和尿素,搅拌均匀后加入木质素接枝聚丙烯腈,进行磷酸胺化改性,制得磷酸胺改性木质素接枝聚丙烯腈;

(4) 向反应瓶中加入二甲亚砷溶剂和磷酸胺改性木质素接枝聚丙烯腈,搅拌12-24h形成静电纺丝液,进行湿法纺丝法,以体积比为100:50-60的二甲亚砷和蒸馏水混合溶剂作为凝固浴相,进行洗涤牵伸处理、高温致密化处理和高倍牵伸处理,得到阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维。

2. 根据权利要求1所述的一种阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维,其特征在于:所述步骤(1)中的催化剂为4-二甲氨基吡啶,木质素、4-二甲氨基吡啶和2-溴代异丁酰溴的质量比为100:6-15:10-25。

3. 根据权利要求1所述的一种阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维,其特征在于:所述步骤(1)中的酯化反应的温度为20-35℃,反应18-36h。

4. 根据权利要求1所述的一种阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维,其特征在于:所述步骤(2)中的配体为五甲基二乙烯三胺,催化剂为溴化亚铜,其中2-溴代异丁酯化木质素、丙烯腈、五甲基二乙烯三胺和溴化亚铜的质量比为4-15:100:1.5-4:1.2-3。

5. 根据权利要求1所述的一种阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维,其特征在于:所述步骤(2)中的ATRP原子转移自由基聚合的反应温度70-90℃,反应6-12h。

6. 根据权利要求1所述的一种阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维,其特征在于:所述步骤(3)中的磷酸、尿素和木质素接枝聚丙烯腈的质量比为30-80:4-10:100。

7. 根据权利要求1所述的一种阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维,其特征在于:所述步骤(3)中的磷酸胺化改性在60-90℃下,反应1-3h。

## 一种阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维及制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及聚丙烯腈复合纤维技术领域,具体为一种阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维及制备方法。

### 背景技术

[0002] 聚丙烯腈纤维是以丙烯腈等单体聚合,并通过静电纺丝、湿法纺丝等过程得到的纤维材料,聚丙烯腈纤维的性能类似与羊毛,弹性好、拉伸性高、耐候性和耐晒性能优良,具有柔软、蓬松、色泽鲜艳、耐光等优点,可以织成毛毯、地毯、衣料和室内用品等材料,木质素木质素是一种具有三维网络的天然高分子聚合物,碳含量丰富,成炭率高,在碳纤维材料中具有广阔的前景,并且木质素具有一定抗菌、抗氧化、抗紫外线等特点,可以与聚丙烯腈等纤维共混纺丝,得到性能优异的复合纤维材料,但是传统的聚丙烯腈纤维阻燃性较差,溶液燃烧,并且燃烧会产生氰化氢等有毒气体,严重污染了环境并危害人体健康,因此提高聚丙烯腈纤维的热稳定性和阻燃性成为研究热点。

[0003] 阻燃剂是赋予高分子材料难燃性的功能性材料,常用的阻燃剂主要有氮磷系阻燃剂、膨胀阻燃剂、卤素阻燃剂等,根据添加方式可以分为添加型阻燃剂和反应型阻燃剂,其中反应型阻燃剂使阻燃剂成分通过共聚、化学改性等方式,与高分子材料有机结合,赋予材料永久性的高阻燃性能,并且反应型阻燃剂对材料的使用性能影响较小。

[0004] (一)解决的技术问题

[0005] 针对现有技术的不足,本发明提供了一种阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维及制备方法,解决了聚丙烯腈纤维的热稳定性和阻燃性较差的问题。

[0006] (二)技术方案

[0007] 为实现上述目的,本发明提供如下技术方案:一种阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维,所述阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维的制法如下:

[0008] (1)向烧瓶中加入N,N-二甲基甲酰胺溶剂、木质素和催化剂4-二甲氨基吡啶,在-5至5℃下,加入2-溴代异丁酰溴,控制木质素、4-二甲氨基吡啶和2-溴代异丁酰溴的质量比为100:6-15:10-25,搅拌均匀后在20-35℃下,进行酯化反应18-36h,加入蒸馏水析出沉淀,过滤溶剂,蒸馏水洗涤纯化,制得2-溴代异丁酯化木质素。

[0009] (2)向三颈瓶中加入体积比为6-10:1的N,N-二甲基甲酰胺溶剂和四氢呋喃混合溶剂,再加入2-溴代异丁酯化木质素,搅拌溶解后加入丙烯腈和配体五甲基二乙烯三胺,通过冷冻、抽真空和充氮气处理,再加入催化剂溴化亚铜,控制2-溴代异丁酯化木质素、丙烯腈、五甲基二乙烯三胺和溴化亚铜的质量比为4-15:100:1.5-4:1.2-3,在氮气氛围中,70-90℃下,进行ATRP原子转移自由基聚合反应6-12h,置于冰水浴至冷却,加入甲醇进行沉淀,过滤溶剂,甲醇和蒸馏水洗涤纯化,制得木质素接枝聚丙烯腈。

[0010] (3)向反应瓶中加入蒸馏水溶剂、质量比为30-80:4-10:100的磷酸、尿素和木质素接枝聚丙烯腈,在60-90℃下,进行磷酸胺化改性反应1-3h,过滤溶剂,蒸馏水洗涤纯化,制得磷酸胺改性木质素接枝聚丙烯腈。

[0011] (4) 向反应瓶中加入二甲亚砷溶剂和磷酸铵改性木质素接枝聚丙烯腈, 搅拌12-24h形成静电纺丝液, 进行湿法纺丝法, 以体积比为100:50-60的二甲亚砷和蒸馏水混合溶剂作为凝固浴相, 进行洗涤牵伸处理、高温致密化处理和高倍牵伸处理, 得到阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维。

[0012] (三) 有益的技术效果

[0013] 与现有技术相比, 本发明具备以下化学机理和有益技术效果:

[0014] 该一种阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维, 2-溴代异丁酰溴的酰溴基团与木质素的部分羟基, 发生酯化反应, 得到2-溴代异丁酯化木质素, 以其作为ATRP大分子引发剂, 五甲基二乙烯三胺作为配体, 溴化亚铜作为催化剂, 通过高效可控的ATRP原子转移自由基聚合, 引发丙烯腈单体在木质素基体中原位聚合, 得到木质素接枝聚丙烯腈, 通过化学共价键接枝的方法, 加强了木质素和聚丙烯腈结合度和界面亲和性, 由于聚丙烯腈和木质素都含有强极性基团和强分子间作用力, 如果只是简单的物理混合, 会导致二者之间容易发生相分离, 从而形成内部孔隙缺陷, 影响材料的热稳定性和阻燃性等综合性能, 而化学共价键接枝很好的解决了这些问题。

[0015] 该一种阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维, 木质素中的酚羟基具有捕捉自由基的特性, 可以抑制聚丙烯腈高温下的自由基降解反应, 促进聚丙烯腈热氧化发生离子环化反应, 从而提高聚丙烯腈的热稳定性和耐热性能, 木质素接枝聚丙烯腈中的羟基与磷酸和尿素反应, 得到磷酸铵改性木质素接枝聚丙烯腈, 再通过湿法纺丝法, 得到阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维, 以磷酸铵改性木质素组分作为反应型阻燃剂, 磷酸基团作为活性阻燃成分, 铵阳离子作为膨胀气源, 高成炭率的木质素作为膨胀碳源, 形成膨胀阻燃剂体系, 使阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维在高温燃烧下, 产生致密而连续的炭层, 抑制了氧气和热量向材料内部渗入, 阻碍了燃烧的进程, 在协同作用下, 起到了优异的抑烟效果和阻燃性能。

### 具体实施方式

[0016] 为实现上述目的, 本发明提供如下具体实施方式和实施例: 一种阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维, 制备方法如下所示:

[0017] (1) 向烧瓶中加入N,N-二甲基甲酰胺溶剂、木质素和催化剂4-二甲氨基吡啶, 在-5至5℃下, 加入2-溴代异丁酰溴, 控制木质素、4-二甲氨基吡啶和2-溴代异丁酰溴的质量比为100:6-15:10-25, 搅拌均匀后在20-35℃下, 进行酯化反应18-36h, 加入蒸馏水析出沉淀, 过滤溶剂, 蒸馏水洗涤纯化, 制得2-溴代异丁酯化木质素。

[0018] (2) 向三颈瓶中加入体积比为6-10:1的N,N-二甲基甲酰胺溶剂和四氢呋喃混合溶剂, 再加入2-溴代异丁酯化木质素, 搅拌溶解后加入丙烯腈和配体五甲基二乙烯三胺, 通过冷冻、抽真空和充氮气处理, 再加入催化剂溴化亚铜, 控制2-溴代异丁酯化木质素、丙烯腈、五甲基二乙烯三胺和溴化亚铜的质量比为4-15:100:1.5-4:1.2-3, 在氮气氛围中, 70-90℃下, 进行ATRP原子转移自由基聚合反应6-12h, 置于冰水浴至冷却, 加入甲醇进行沉淀, 过滤溶剂, 甲醇和蒸馏水洗涤纯化, 制得木质素接枝聚丙烯腈。

[0019] (3) 向反应瓶中加入蒸馏水溶剂、质量比为30-80:4-10:100的磷酸、尿素和木质素接枝聚丙烯腈, 在60-90℃下, 进行磷酸胺化改性反应1-3h, 过滤溶剂, 蒸馏水洗涤纯化, 制

得磷酸铵改性木质素接枝聚丙烯腈。

[0020] (4) 向反应瓶中加入二甲亚砷溶剂和磷酸铵改性木质素接枝聚丙烯腈, 搅拌12-24h形成静电纺丝液, 进行湿法纺丝法, 以体积比为100:50-60的二甲亚砷和蒸馏水混合溶剂作为凝固浴相, 进行洗涤牵伸处理、高温致密化处理和高倍牵伸处理, 得到阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维。

[0021] 实施例1

[0022] (1) 向烧瓶中加入N,N-二甲基甲酰胺溶剂、木质素和催化剂4-二甲氨基吡啶, 在-5℃下, 加入2-溴代异丁酰溴, 控制木质素、4-二甲氨基吡啶和2-溴代异丁酰溴的质量比为100:6:10, 搅拌均匀后在20℃下, 进行酯化反应18h, 加入蒸馏水析出沉淀, 过滤溶剂, 蒸馏水洗涤纯化, 制得2-溴代异丁酯化木质素。

[0023] (2) 向三颈瓶中加入体积比为6:1的N,N-二甲基甲酰胺溶剂和四氢呋喃混合溶剂, 再加入2-溴代异丁酯化木质素, 搅拌溶解后加入丙烯腈和配体五甲基二乙烯三胺, 通过冷冻、抽真空和充氮气处理, 再加入催化剂溴化亚铜, 控制2-溴代异丁酯化木质素、丙烯腈、五甲基二乙烯三胺和溴化亚铜的质量比为4:100:1.5:1.2, 在氮气氛围中, 70℃下, 进行ATRP原子转移自由基聚合反应6h, 置于冰水浴至冷却, 加入甲醇进行沉淀, 过滤溶剂, 甲醇和蒸馏水洗涤纯化, 制得木质素接枝聚丙烯腈。

[0024] (3) 向反应瓶中加入蒸馏水溶剂、质量比为30:4:100的磷酸、尿素和木质素接枝聚丙烯腈, 在60℃下, 进行磷酸胺化改性反应1h, 过滤溶剂, 蒸馏水洗涤纯化, 制得磷酸铵改性木质素接枝聚丙烯腈。

[0025] (4) 向反应瓶中加入二甲亚砷溶剂和磷酸铵改性木质素接枝聚丙烯腈, 搅拌12h形成静电纺丝液, 进行湿法纺丝法, 以体积比为100:50的二甲亚砷和蒸馏水混合溶剂作为凝固浴相, 进行洗涤牵伸处理、高温致密化处理和高倍牵伸处理, 得到阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维。

[0026] 实施例2

[0027] (1) 向烧瓶中加入N,N-二甲基甲酰胺溶剂、木质素和催化剂4-二甲氨基吡啶, 在5℃下, 加入2-溴代异丁酰溴, 控制木质素、4-二甲氨基吡啶和2-溴代异丁酰溴的质量比为100:8:15, 搅拌均匀后在35℃下, 进行酯化反应18h, 加入蒸馏水析出沉淀, 过滤溶剂, 蒸馏水洗涤纯化, 制得2-溴代异丁酯化木质素。

[0028] (2) 向三颈瓶中加入体积比为7:1的N,N-二甲基甲酰胺溶剂和四氢呋喃混合溶剂, 再加入2-溴代异丁酯化木质素, 搅拌溶解后加入丙烯腈和配体五甲基二乙烯三胺, 通过冷冻、抽真空和充氮气处理, 再加入催化剂溴化亚铜, 控制2-溴代异丁酯化木质素、丙烯腈、五甲基二乙烯三胺和溴化亚铜的质量比为8:100:2.2:1.8, 在氮气氛围中, 90℃下, 进行ATRP原子转移自由基聚合反应12h, 置于冰水浴至冷却, 加入甲醇进行沉淀, 过滤溶剂, 甲醇和蒸馏水洗涤纯化, 制得木质素接枝聚丙烯腈。

[0029] (3) 向反应瓶中加入蒸馏水溶剂、质量比为45:6:100的磷酸、尿素和木质素接枝聚丙烯腈, 在70℃下, 进行磷酸胺化改性反应2h, 过滤溶剂, 蒸馏水洗涤纯化, 制得磷酸铵改性木质素接枝聚丙烯腈。

[0030] (4) 向反应瓶中加入二甲亚砷溶剂和磷酸铵改性木质素接枝聚丙烯腈, 搅拌12h形成静电纺丝液, 进行湿法纺丝法, 以体积比为100:54的二甲亚砷和蒸馏水混合溶剂作为凝

固浴相,进行洗涤牵伸处理、高温致密化处理和高倍牵伸处理,得到阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维。

#### [0031] 实施例3

[0032] (1) 向烧瓶中加入N,N-二甲基甲酰胺溶剂、木质素和催化剂4-二甲氨基吡啶,在0℃下,加入2-溴代异丁酰溴,控制木质素、4-二甲氨基吡啶和2-溴代异丁酰溴的质量比为100:12:20,搅拌均匀后在25℃下,进行酯化反应24h,加入蒸馏水析出沉淀,过滤溶剂,蒸馏水洗涤纯化,制得2-溴代异丁酯化木质素。

[0033] (2) 向三颈瓶中加入体积比为8:1的N,N-二甲基甲酰胺溶剂和四氢呋喃混合溶剂,再加入2-溴代异丁酯化木质素,搅拌溶解后加入丙烯腈和配体五甲基二乙烯三胺,通过冷冻、抽真空和充氮气处理,再加入催化剂溴化亚铜,控制2-溴代异丁酯化木质素、丙烯腈、五甲基二乙烯三胺和溴化亚铜的质量比为12:100:3:2.4,在氮气氛围中,80℃下,进行ATRP原子转移自由基聚合反应10h,置于冰水浴至冷却,加入甲醇进行沉淀,过滤溶剂,甲醇和蒸馏水洗涤纯化,制得木质素接枝聚丙烯腈。

[0034] (3) 向反应瓶中加入蒸馏水溶剂、质量比为60:8:100的磷酸、尿素和木质素接枝聚丙烯腈,在80℃下,进行磷酸胺化改性反应2h,过滤溶剂,蒸馏水洗涤纯化,制得磷酸铵改性木质素接枝聚丙烯腈。

[0035] (4) 向反应瓶中加入二甲亚砷溶剂和磷酸铵改性木质素接枝聚丙烯腈,搅拌18h形成静电纺丝液,进行湿法纺丝法,以体积比为100:57的二甲亚砷和蒸馏水混合溶剂作为凝固浴相,进行洗涤牵伸处理、高温致密化处理和高倍牵伸处理,得到阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维。

#### [0036] 实施例4

[0037] (1) 向烧瓶中加入N,N-二甲基甲酰胺溶剂、木质素和催化剂4-二甲氨基吡啶,在5℃下,加入2-溴代异丁酰溴,控制木质素、4-二甲氨基吡啶和2-溴代异丁酰溴的质量比为100:15:25,搅拌均匀后在35℃下,进行酯化反应36h,加入蒸馏水析出沉淀,过滤溶剂,蒸馏水洗涤纯化,制得2-溴代异丁酯化木质素。

[0038] (2) 向三颈瓶中加入体积比为10:1的N,N-二甲基甲酰胺溶剂和四氢呋喃混合溶剂,再加入2-溴代异丁酯化木质素,搅拌溶解后加入丙烯腈和配体五甲基二乙烯三胺,通过冷冻、抽真空和充氮气处理,再加入催化剂溴化亚铜,控制2-溴代异丁酯化木质素、丙烯腈、五甲基二乙烯三胺和溴化亚铜的质量比为15:100:4:3,在氮气氛围中,90℃下,进行ATRP原子转移自由基聚合反应12h,置于冰水浴至冷却,加入甲醇进行沉淀,过滤溶剂,甲醇和蒸馏水洗涤纯化,制得木质素接枝聚丙烯腈。

[0039] (3) 向反应瓶中加入蒸馏水溶剂、质量比为80:10:100的磷酸、尿素和木质素接枝聚丙烯腈,在90℃下,进行磷酸胺化改性反应3h,过滤溶剂,蒸馏水洗涤纯化,制得磷酸铵改性木质素接枝聚丙烯腈。

[0040] (4) 向反应瓶中加入二甲亚砷溶剂和磷酸铵改性木质素接枝聚丙烯腈,搅拌24h形成静电纺丝液,进行湿法纺丝法,以体积比为100:60的二甲亚砷和蒸馏水混合溶剂作为凝固浴相,进行洗涤牵伸处理、高温致密化处理和高倍牵伸处理,得到阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维。

#### [0041] 对比例1

[0042] (1) 向烧瓶中加入N,N-二甲基甲酰胺溶剂、木质素和催化剂4-二甲氨基吡啶,在0℃下,加入2-溴代异丁酰溴,控制木质素、4-二甲氨基吡啶和2-溴代异丁酰溴的质量比为100:2:25,搅拌均匀后在25℃下,进行酯化反应36h,加入蒸馏水析出沉淀,过滤溶剂,蒸馏水洗涤纯化,制得2-溴代异丁酯化木质素。

[0043] (2) 向三颈瓶中加入体积比为8:1的N,N-二甲基甲酰胺溶剂和四氢呋喃混合溶剂,再加入2-溴代异丁酯化木质素,搅拌溶解后加入丙烯腈和配体五甲基二乙烯三胺,通过冷冻、抽真空和充氮气处理,再加入催化剂溴化亚铜,控制2-溴代异丁酯化木质素、丙烯腈、五甲基二乙烯三胺和溴化亚铜的质量比为1.5:100:0.8:0.6,在氮气氛围中,80℃下,进行ATRP原子转移自由基聚合反应12h,置于冰水浴至冷却,加入甲醇进行沉淀,过滤溶剂,甲醇和蒸馏水洗涤纯化,制得木质素接枝聚丙烯腈。

[0044] (3) 向反应瓶中加入蒸馏水溶剂、质量比为15:2:100的磷酸、尿素和木质素接枝聚丙烯腈,在80℃下,进行磷酸胺化改性反应2h,过滤溶剂,蒸馏水洗涤纯化,制得磷酸铵改性木质素接枝聚丙烯腈。

[0045] (4) 向反应瓶中加入二甲亚砷溶剂和磷酸铵改性木质素接枝聚丙烯腈,搅拌24h形成静电纺丝液,进行湿法纺丝法,以体积比为100:46的二甲亚砷和蒸馏水混合溶剂作为凝固浴相,进行洗涤牵伸处理、高温致密化处理和高倍牵伸处理,得到阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维。

[0046] 对比例2

[0047] (1) 向烧瓶中加入N,N-二甲基甲酰胺溶剂、木质素和催化剂4-二甲氨基吡啶,在-5℃下,加入2-溴代异丁酰溴,控制木质素、4-二甲氨基吡啶和2-溴代异丁酰溴的质量比为100:3:5,搅拌均匀后在35℃下,进行酯化反应24h,加入蒸馏水析出沉淀,过滤溶剂,蒸馏水洗涤纯化,制得2-溴代异丁酯化木质素。

[0048] (2) 向三颈瓶中加入体积比为10:1的N,N-二甲基甲酰胺溶剂和四氢呋喃混合溶剂,再加入2-溴代异丁酯化木质素,搅拌溶解后加入丙烯腈和配体五甲基二乙烯三胺,通过冷冻、抽真空和充氮气处理,再加入催化剂溴化亚铜,控制2-溴代异丁酯化木质素、丙烯腈、五甲基二乙烯三胺和溴化亚铜的质量比为18:100:5:3.8,在氮气氛围中,80℃下,进行ATRP原子转移自由基聚合反应12h,置于冰水浴至冷却,加入甲醇进行沉淀,过滤溶剂,甲醇和蒸馏水洗涤纯化,制得木质素接枝聚丙烯腈。

[0049] (3) 向反应瓶中加入蒸馏水溶剂、质量比为100:12:100的磷酸、尿素和木质素接枝聚丙烯腈,在70℃下,进行磷酸胺化改性反应2h,过滤溶剂,蒸馏水洗涤纯化,制得磷酸铵改性木质素接枝聚丙烯腈。

[0050] (4) 向反应瓶中加入二甲亚砷溶剂和磷酸铵改性木质素接枝聚丙烯腈,搅拌18h形成静电纺丝液,进行湿法纺丝法,以体积比为100:64的二甲亚砷和蒸馏水混合溶剂作为凝固浴相,进行洗涤牵伸处理、高温致密化处理和高倍牵伸处理,得到阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维。

[0051] 使用TGA-1000热重分析仪,测试阻燃性木质素接枝聚丙烯腈复合纤维的初始分解温度和完全分解温度,国家标准为GB/T 37631-2019。

项目	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4	对比例 1	对比例 2
[0052] 初始分解 温度(°C)	182.5	187.8	190.4	186.8	175.4	171.7
完全分解 温度(°C)	488.7	511.4	506.8	491.7	471.1	472.8

[0053] 使用F101D极限氧指数仪测试复合纤维的极限氧指数,国家标准为GB/T 5454-1997。

项目	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4	对比例 1	对比例 2
[0054] 极限氧指 数	27.9	29.4	29.1	27.2	22.8	25.0