



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 112708942 B

(45) 授权公告日 2022.07.12

(21) 申请号 201911015674.8

D01D 10/02 (2006.01)

(22) 申请日 2019.10.24

D01F 6/38 (2006.01)

D01F 9/22 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 112708942 A

(56) 对比文件

(43) 申请公布日 2021.04.27

CN 105671668 A, 2016.06.15

CN 101318367 A, 2008.12.10

(73) 专利权人 中国石油化工股份有限公司

JP S6269829 A, 1987.03.31

地址 100728 北京市朝阳区朝阳门北大街
22号

CN 201092591 Y, 2008.07.30

CN 205000012 U, 2016.01.27

专利权人 中国石油化工股份有限公司上海
石油化工研究院

审查员 朱敏

(72) 发明人 张静 沈志刚 李磊 赵微微

(51) Int. Cl.

D01D 1/10 (2006.01)

D01D 5/06 (2006.01)

D01D 5/098 (2006.01)

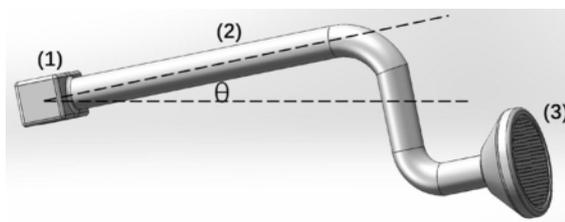
权利要求书2页 说明书6页 附图1页

(54) 发明名称

聚丙烯腈基碳纤维原丝的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种聚丙烯腈基碳纤维原丝的制备方法,主要解决现有技术中采用普通喷丝排泡方法,气泡多,断丝率大,纺丝所得的碳纤维原丝强度低,性能不稳定的问题。本发明通过一种聚丙烯腈基碳纤维原丝的制备方法,包括纺丝原液制备、喷丝挤出、凝固成型、牵伸及水洗、上油及干燥致密化、蒸汽牵伸、蒸汽热定型及收丝的步骤;其中,所述喷丝挤出步骤中纺丝原液经纺丝组件排泡后挤出,所述喷丝组件包括底座、鹅颈管和喷头,设鹅颈管与底座连接的管段与水平夹角为 θ ,则所述排泡包括在 $0 < \theta < 180^\circ$ 下进行排泡的步骤的技术方案较好的解决了该问题,可用于的碳纤维原丝的工业生产中。



1. 一种聚丙烯腈基碳纤维原丝的制备方法,包括纺丝原液制备、喷丝挤出、凝固成型、牵伸及水洗、上油及干燥致密化、蒸汽牵伸、蒸汽热定型及收丝的步骤;其中,所述喷丝挤出步骤中纺丝原液经喷丝组件排泡后挤出,所述喷丝组件包括底座、鹅颈管和喷头,设鹅颈管与底座连接的管段与水平夹角为 θ ,则所述排泡包括在 $0^\circ < \theta < 180^\circ$ 下进行排泡的步骤;所述 θ 为两个或两个以上范围,且其中一个角度范围为 $60^\circ < \theta \leq 120^\circ$ 。

2. 根据权利要求1所述的聚丙烯腈基碳纤维原丝的制备方法,其特征在于当 $0^\circ < \theta \leq 60^\circ$ 时,排泡时间 $\geq 45\text{min}$;当 $60^\circ < \theta \leq 120^\circ$ 时,排泡时间 $\geq 45\text{min}$;当 $120^\circ < \theta < 180^\circ$ 时,排泡时间 $\geq 45\text{min}$ 。

3. 根据权利要求1所述的聚丙烯腈基碳纤维原丝的制备方法,其特征在于所述制备方法具体包括以下步骤:

(1) 原液制备:将溶剂、第一单体、第二单体和引发剂聚合得到聚合液,聚合液经脱单、脱泡、过滤,得到纺丝原液;

(2) 喷丝挤出:采用湿法纺丝,纺丝原液经过计量、再次过滤后,由喷丝组件经排泡后挤出纺丝原液;

(3) 凝固成型:挤出的纺丝原液经过凝固浴,得到初生纤维;

(4) 牵伸及水洗:初生纤维经过热水牵伸及水洗;

(5) 上油及干燥致密化:将步骤(4)得到的纤维,进行上油及干燥致密化;

(6) 蒸汽牵伸:将步骤(5)得到的纤维进行蒸汽牵伸;

(7) 蒸汽热定型及收丝:将步骤(6)得到的纤维进行蒸汽热定型后收丝,得到所述聚丙烯腈基碳纤维原丝。

4. 根据权利要求3所述的聚丙烯腈基碳纤维原丝的制备方法,其特征在于所述溶剂为二甲基亚砜,第一单体为丙烯腈,第二单体为衣康酸,引发剂为偶氮引发剂;所述干燥致密化的温度为 $40\sim 160^\circ\text{C}$;所述蒸汽牵伸的压力为 $0.1\sim 0.3\text{MPa}$,牵伸比为 $1\sim 4$ 倍;所述蒸汽热定型的压力为 $0.1\sim 0.3\text{MPa}$ 。

5. 根据权利要求4所述的聚丙烯腈基碳纤维原丝的制备方法,其特征在于所述引发剂为偶氮二异丁腈。

6. 根据权利要求1~3任一所述的聚丙烯腈基碳纤维原丝的制备方法,其特征在于所述凝固成型采用多级凝固方式,凝固浴介质为二甲基亚砜/二甲基亚砜水溶液,凝固浴的浓度采用阶梯浓度凝固,浓度在 $10\%\sim 80\%$ 之间,凝固浴的温度均控制在 $20\sim 70^\circ\text{C}$,首道凝固浴为负牵伸,牵伸比为 $-5\%\sim -50\%$,后几道凝固的牵伸比为 $1\sim 3$ 。

7. 根据权利要求6所述的聚丙烯腈基碳纤维原丝的制备方法,其特征在于所述凝固浴浓度为 $20\%\sim 70\%$ 之间,凝固浴的温度为 $30\sim 60^\circ\text{C}$,首道凝固浴为负牵伸,牵伸比为 $-20\%\sim -40\%$ 。

8. 根据权利要求1~3任一所述的聚丙烯腈基碳纤维原丝的制备方法,其特征在于所述牵伸为多道热水牵伸。

9. 根据权利要求8所述的聚丙烯腈基碳纤维原丝的制备方法,其特征在于每道热水牵伸为采用 $60\sim 90^\circ\text{C}$ 热水进行牵伸,热水牵伸比均控制在 $1\sim 3$ 倍。

10. 根据权利要求1~3任一所述的聚丙烯腈基碳纤维原丝的制备方法,其特征在于所述水洗为多道水洗,采用阶梯升温的方式,水洗阶段不进行牵伸。

11. 根据权利要求10所述的聚丙烯腈基碳纤维原丝的制备方法,其特征在于水洗温度

采用40~80℃。

12. 根据权利要求1~3任一所述的聚丙烯腈基碳纤维原丝的制备方法,其特征在于所述上油采用的油剂为氨改性硅油,油剂的浓度为0.1wt%~1wt%。

13. 根据权利要求1~3任一所述的聚丙烯腈基碳纤维原丝的制备方法,其特征在于所述干燥致密化的温度为60~140℃。

聚丙烯腈基碳纤维原丝的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种聚丙烯腈基碳纤维原丝的制备方法。

背景技术

[0002] 聚丙烯腈(PAN)基碳纤维是1960年代迅速发展起来的新型材料,因其具有质量轻、比强度高、比模量高、耐高温、耐腐蚀、耐磨、抗疲劳、导电、导热等优异性能,被广泛应用于卫星、运载火箭、战术导弹、宇宙飞船等军工行业,已成为航天航空工业中不可缺少的材料。优异的碳纤维用原丝应该具有耐热性高、孔隙构造少、表面缺陷少、结构致密、拉伸性好等特点。

[0003] 原丝是制取高性能碳纤维的前提,而在纺丝过程中,原液经喷丝组件挤出后,气泡的多少往往决定了纤维的断丝率及线密度的稳定性,影响最终得到原丝的性能,从而直接影响了碳纤维的性能,所以说在原液挤出过程中使用气泡少的原液是获得稳定优质碳纤维原丝的基础。而合适喷丝排泡方法有利于减少原液中的气泡,顺利喷出,所形成的纤维断丝率小,线密度稳定。

[0004] 中国专利CN104313717B公开了一种高强度聚丙烯腈纤维的生产方法,通过减少聚丙烯腈纤维内应力,生产具有高强度聚丙烯腈纤维的一种方法,该方法包括纺丝液制备及湿法纺丝、多级牵伸机水洗处理和热定型等步骤,但没有提及如何减少挤出原液中的气泡问题,由于碳纤维原丝的制备比一般纤维制备的工艺要求更高,集束性要求也高,如果从喷丝孔出来后纤维断丝率太大,将会使得纤维纺制过程发生毛丝等现象,从而最终影响到碳纤维的性能,所以选择合适的排泡方法来解决这一问题。

发明内容

[0005] 本发明涉及一种聚丙烯腈基碳纤维原丝的制备方法,主要解决现有技术中采用普通喷丝排泡方法,气泡多,断丝率大,纺丝所得的碳纤维原丝强度低,性能不稳定的问题。本发明通过一种聚丙烯腈基碳纤维原丝的制备方法,通过采用喷丝组件经过多角度排泡,之后经凝固、牵伸、水洗、上油、干燥致密化、蒸汽牵伸及蒸汽热定型后收丝,可以得到高致密性、高强度的碳纤维原丝的技术方案较好的解决了该问题,可用于的碳纤维原丝的工业生产中。

[0006] 为解决上述技术问题,本发明采用的技术方案如下:一种聚丙烯腈基碳纤维原丝的制备方法,包括纺丝原液制备、喷丝挤出、凝固成型、牵伸及水洗、上油及干燥致密化、蒸汽牵伸、蒸汽热定型及收丝的步骤:其中,所述喷丝挤出步骤中纺丝原液经纺丝组件排泡后挤出,所述喷丝组件包括底座、鹅颈管和喷头,设鹅颈管与底座连接的管段与水平夹角为 θ ,则所述排泡包括在 $0^\circ < \theta < 180^\circ$ 下进行排泡的步骤。

[0007] 上述技术方案中,所述 θ 的优选方案为:当 $0^\circ < \theta \leq 60^\circ$ 时,挤出时间 $\geq 45\text{min}$;当 $60^\circ < \theta \leq 120^\circ$ 时,排泡时间 $\geq 45\text{min}$;当 $120^\circ < \theta < 180^\circ$ 时,排泡时间 $\geq 45\text{min}$ 。

[0008] 上述技术方案中,所述 θ 优选包括两个或两个以上上述范围,且其中一个角度范围

为 $60^{\circ} < \theta \leq 120^{\circ}$ 。

[0009] 上述技术方案中,所述制备方法优选具体包括以下步骤:

[0010] (1) 原液制备:将溶剂、第一单体、第二单体和引发剂聚合得到聚合液,聚合液经脱单、脱泡、过滤,得到纺丝原液;

[0011] (2) 喷丝挤出:采用湿法纺丝,纺丝原液经过计量、再次过滤后,由喷丝组件经排泡后挤出纺丝原液;

[0012] (3) 凝固成型:挤出的纺丝原液经过凝固浴,得到初生纤维;

[0013] (4) 牵伸及水洗:初生纤维经过热水牵伸及水洗;

[0014] (5) 上油及干燥致密化:将步骤(4)得到的纤维,进行上油及干燥致密化;

[0015] (6) 蒸汽牵伸:将步骤(5)得到的纤维进行蒸汽牵伸;

[0016] (7) 蒸汽热定型及收丝:将步骤(6)得到的纤维进行蒸汽热定型后收丝,得到所述聚丙烯腈基碳纤维原丝;

[0017] 其中,所述溶剂优选为二甲基亚砷,第一单体优选为丙烯腈,第二单体优选为衣康酸,引发剂优选为偶氮引发剂,更优选为偶氮二异丁腈;所述干燥致密化的温度优选为 $40 \sim 160^{\circ}\text{C}$;所述蒸汽牵伸的压力优选为 $0.1 \sim 0.3\text{MPa}$,牵伸比优选为 $1 \sim 4$ 倍;所述蒸汽热定型的压力优选为 $0.1 \sim 0.3\text{MPa}$ 。

[0018] 上述技术方案中,所用原料质量配比优选为:偶氮二异庚腈:第一单体与第二单体之和 = $(0.0040 \sim 0.0080) : 1$,第一单体与第二单体之和:反应原料总质量 = $(0.20 \sim 0.30) : 1$;丙烯腈:衣康酸 = $(96 \sim 99.9) : 0.1$ 。

[0019] 上述技术方案中,所述脱单采用真空脱单的方式;所述凝固成型优选采用多级凝固方式,凝固浴介质优选为二甲基亚砷或二甲基亚砷水溶液,凝固浴的浓度采用阶梯浓度凝固,浓度在 $10\% \sim 80\%$ 之间,凝固浴的温度均控制在 $20 \sim 70^{\circ}\text{C}$,首道凝固浴为负牵伸,牵伸比为 $-5\% \sim -50\%$,后几道凝固的牵伸比为 $1 \sim 3$;凝固浴浓度优选 $20\% \sim 70\%$ 之间,凝固浴的温度优选 $30 \sim 60^{\circ}\text{C}$,首道凝固浴为负牵伸,牵伸比优选为 $-20\% \sim -40\%$;所述热水牵伸优选采用多道热水牵伸,更优选为采用 $60 \sim 90^{\circ}\text{C}$ 热水进行牵伸,热水牵伸比均控制在 $1 \sim 3$ 倍;所述水洗优选为多道水洗,水洗温度优选采用 $40 \sim 80^{\circ}\text{C}$ 水洗,采用阶梯升温的方式,水洗阶段不进行牵伸;所述上油采用的油剂优选为氨改性硅油,油剂的浓度优选为 $0.1\text{wt}\% \sim 1\text{wt}\%$;所述干燥致密化的温度优选为 $40 \sim 140^{\circ}\text{C}$ 。

[0020] 本发明中由于选用了多角度排泡方法,使得挤出的纺丝原液更均匀,气泡更少,喷丝板不易堵塞,能长效保持纺丝的稳定性的稳定性。这种设计可以有效地控制从喷丝板出来的纤维的断丝率,从而保证纤维纤度的稳定性,可以得到高致密性、高强度的碳纤维原丝。

[0021] 采用本发明的方案,使得挤出的纺丝原液更均匀,气泡更少,喷丝板不易堵塞,能长效保持纺丝的稳定性的稳定性。这种设计可以有效地控制从喷丝板出来的纤维的断丝率,从而保证纤维纤度的稳定性,可以得到高致密性、高强度的碳纤维原丝得到的聚丙烯腈碳纤维原丝,原丝纤度为 $0.6 \sim 1.2\text{dtex}$,单丝强度为 $5 \sim 8\text{cN/dtex}$,原丝体密度为 $1.17 \sim 1.19$,取得了较好的技术效果。

附图说明

[0022] 图1为本发明喷丝组件结构示意图。

[0023] 图1中,1为底座;2为鹅颈管;3为喷头。

[0024] 下面通过实施例对本发明做进一步的阐述:

具体实施方式

[0025] 【实施例1】

[0026] 1、原液制备:将经蒸馏的丙烯腈(AN)、衣康酸(IA)按比例97:3、固含量20%,偶氮二异丁腈(AIBN)占共聚单体的0.4wt%,以二甲基亚砜(DMSO)为溶剂加入到反应器中,在氮气保护下,在38℃的恒定温度下反应20小时,得到二元丙烯腈共聚物纺丝液。然后纺丝液经减压脱除残余单体和气泡后,经过5 μ m过滤材料的过滤,得到高性能聚丙烯腈共聚物纺丝原液。

[0027] 2、多角度排泡:采用湿法纺丝的方法进行制备,纺丝原液经过计量泵计量、再次过滤后,通过喷丝组件挤出; θ 在45°左右,排泡50min,之后 θ 在90°左右,排泡50min。

[0028] 3、凝固成型:通过喷丝头挤出后进入第1道凝固浴,凝固浴温度20℃,浓度为50%,牵伸比为-30%,第2道凝固浴为40℃,浓度为40%,牵伸比为100%,第3道凝固浴为60℃,浓度为30%,牵伸比为105%,得到初生纤维。

[0029] 4、牵伸及水洗:初生纤维通过3道凝固后,进行热水3道牵伸,3道热水牵伸温度分别为70℃、80℃和90℃,牵伸倍数分别为1.2、1.4和2.0。经过3道热水牵伸后,丝条进行9道水洗,采用阶梯升温的方式,1-3道水洗温度为50℃,4-6道水洗温度为60℃,7-9道水洗温度为70℃,水洗阶段不进行牵伸。

[0030] 5、上油及干燥致密化:将步骤3得到的纤维进行1道上油后进行干燥致密化,温度为90℃,随后再进行一次上油,上油后,进行第2道干燥致密化,干燥致密化的温度为120℃。

[0031] 6、蒸汽牵伸:将步骤4得到的纤维进行蒸汽牵伸,蒸汽牵伸的压力为0.2Mpa,牵伸比为2倍。

[0032] 7、蒸汽热定型及收丝:将步骤5得到的纤维进行蒸汽热定型后收丝,得到高性能碳纤维原丝,蒸汽热定型的压力为0.2Mpa。

[0033] 所得原丝的纤度为1.21dtex,单丝强度为6.5cN/dtex,原丝密度为1.177。

[0034] 【实施例2】

[0035] 1、原液制备:将经蒸馏的丙烯腈(AN)、衣康酸(IA)按比例97:3、固含量20%,偶氮二异丁腈(AIBN)占共聚单体的0.4wt%,以二甲基亚砜(DMSO)为溶剂加入到反应器中,在氮气保护下,在38℃的恒定温度下反应20小时,得到二元丙烯腈共聚物纺丝液。然后纺丝液经减压脱除残余单体和气泡后,经过5 μ m过滤材料的过滤,得到高性能聚丙烯腈共聚物纺丝原液。

[0036] 2、多角度排泡:采用湿法纺丝的方法进行制备,纺丝原液经过计量泵计量、再次过滤后,通过喷丝组件挤出; θ 在30°左右,排泡50min,之后 θ 在100°左右,排泡50min。

[0037] 其余步骤按照实施例1。

[0038] 所得原丝的纤度为1.21dtex,单丝强度为6.6cN/dtex,原丝密度为1.177。

[0039] 【实施例3】

[0040] 1、原液制备:将经蒸馏的丙烯腈(AN)、衣康酸(IA)按比例97:3、固含量20%,偶氮二异丁腈(AIBN)占共聚单体的0.4wt%,以二甲基亚砜(DMSO)为溶剂加入到反应器中,在氮

气保护下,在38℃的恒定温度下反应20小时,得到二元丙烯腈共聚物纺丝液。然后纺丝液经减压脱除残余单体和气泡后,经过5 μ m过滤材料的过滤,得到高性能聚丙烯腈共聚物纺丝原液。

[0041] 2、多角度排泡:采用湿法纺丝的方法进行制备,纺丝原液经过计量泵计量、再次过滤后,通过喷丝组件挤出; θ 在135°左右,排泡50min,之后 θ 在90°左右,排泡50min。

[0042] 其余步骤按照实施例1。

[0043] 所得原丝的纤度为1.21dtex,单丝强度为6.7cN/dtex,原丝密度为1.178。

[0044] **【实施例4】**

[0045] 1、原液制备:将经蒸馏的丙烯腈(AN)、衣康酸(IA)按比例97:3、固含量20%,偶氮二异丁腈(AIBN)占共聚单体的0.4wt%,以二甲基亚砜(DMSO)为溶剂加入到反应器中,在氮气保护下,在38℃的恒定温度下反应20小时,得到二元丙烯腈共聚物纺丝液。然后纺丝液经减压脱除残余单体和气泡后,经过5 μ m过滤材料的过滤,得到高性能聚丙烯腈共聚物纺丝原液。

[0046] 2、多角度排泡:采用湿法纺丝的方法进行制备,纺丝原液经过计量泵计量、再次过滤后,通过喷丝组件挤出; θ 在140°左右,排泡50min,之后 θ 在80°左右,排泡50min。

[0047] 其余步骤按照实施例1。

[0048] 所得原丝的纤度为1.21dtex,单丝强度为6.6cN/dtex,原丝密度为1.178。

[0049] **【实施例5】**

[0050] 1、原液制备:将经蒸馏的丙烯腈(AN)、衣康酸(IA)按比例97:3、固含量20%,偶氮二异丁腈(AIBN)占共聚单体的0.4wt%,以二甲基亚砜(DMSO)为溶剂加入到反应器中,在氮气保护下,在38℃的恒定温度下反应20小时,得到二元丙烯腈共聚物纺丝液。然后纺丝液经减压脱除残余单体和气泡后,经过5 μ m过滤材料的过滤,得到高性能聚丙烯腈共聚物纺丝原液。

[0051] 2、多角度排泡:采用湿法纺丝的方法进行制备,纺丝原液经过计量泵计量、再次过滤后,通过喷丝组件挤出; θ 在135°左右,排泡80min,之后 θ 在90°左右,排泡70min。

[0052] 其余步骤按照实施例1。

[0053] 所得原丝的纤度为1.21dtex,单丝强度为6.8cN/dtex,原丝密度为1.180。

[0054] **【实施例6】**

[0055] 1、原液制备:将经蒸馏的丙烯腈(AN)、衣康酸(IA)按比例97:3、固含量20%,偶氮二异丁腈(AIBN)占共聚单体的0.4wt%,以二甲基亚砜(DMSO)为溶剂加入到反应器中,在氮气保护下,在38℃的恒定温度下反应20小时,得到二元丙烯腈共聚物纺丝液。然后纺丝液经减压脱除残余单体和气泡后,经过5 μ m过滤材料的过滤,得到高性能聚丙烯腈共聚物纺丝原液。

[0056] 2、多角度排泡:采用湿法纺丝的方法进行制备,纺丝原液经过计量泵计量、再次过滤后,通过喷丝组件挤出; θ 在40°左右,排泡50min,之后 θ 在130°左右,排泡50min,最后 θ 在90°左右,排泡50min。

[0057] 其余步骤按照实施例1。

[0058] 所得原丝的纤度为1.21dtex,单丝强度为6.8cN/dtex,原丝密度为1.181。

[0059] **【比较例1】**

[0060] 1、原液制备：将经蒸馏的丙烯腈(AN)、衣康酸(IA)按比例97:3、固含量20%，偶氮二异丁腈(AIBN)占共聚单体的0.4wt%，以二甲基亚砜(DMSO)为溶剂加入到反应器中，在氮气保护下，在38℃的恒定温度下反应20小时，得到二元丙烯腈共聚物纺丝液。然后纺丝液经减压脱除残余单体和气泡后，经过5 μ m过滤材料的过滤，得到高性能聚丙烯腈共聚物纺丝原液。

[0061] 2、多角度排泡：采用湿法纺丝的方法进行制备，纺丝原液经过计量泵计量、再次过滤后，通过喷丝组件挤出； θ 在45°左右，排泡30min。

[0062] 3、凝固成型：通过喷丝头挤出后进入第1道凝固浴，凝固浴温度20℃，浓度为50%，牵伸比为-30%，第2道凝固浴为40℃，浓度为40%，牵伸比为100%，第3道凝固浴为60℃，浓度为30%，牵伸比为105%，得到初生纤维。

[0063] 4、牵伸及水洗：初生纤维通过3道凝固后，进行热水3道牵伸，3道热水牵伸温度分别为70℃、80℃和90℃，牵伸倍数分别为1.2、1.4和2.0。经过3道热水牵伸后，丝条进行9道水洗，采用阶梯升温的方式，1-3道水洗温度为50℃，4-6道水洗温度为60℃，7-9道水洗温度为70℃，水洗阶段不进行牵伸。

[0064] 5、上油及干燥致密化：将步骤3得到的纤维进行1道上油后进行干燥致密化，温度为90℃，随后再进行一次上油，上油后，进行第2道干燥致密化，干燥致密化的温度为120℃。

[0065] 6、蒸汽牵伸：将步骤4得到的纤维进行蒸汽牵伸，蒸汽牵伸的压力为0.2Mpa，牵伸比为2倍。

[0066] 7、蒸汽热定型及收丝：将步骤5得到的纤维进行蒸汽热定型后收丝，得到高性能碳纤维原丝，蒸汽热定型的压力为0.2Mpa。

[0067] 纺丝过程不稳定，毛丝多，所得原丝的纤度为1.21dtex，单丝强度为4.3cN/dtex，原丝密度为1.173。

[0068] 【比较例2】

[0069] 1、原液制备：将经蒸馏的丙烯腈(AN)、衣康酸(IA)按比例97:3、固含量20%，偶氮二异丁腈(AIBN)占共聚单体的0.4wt%，以二甲基亚砜(DMSO)为溶剂加入到反应器中，在氮气保护下，在38℃的恒定温度下反应20小时，得到二元丙烯腈共聚物纺丝液。然后纺丝液经减压脱除残余单体和气泡后，经过5 μ m过滤材料的过滤，得到高性能聚丙烯腈共聚物纺丝原液。

[0070] 2、多角度排泡：采用湿法纺丝的方法进行制备，纺丝原液经过计量泵计量、再次过滤后，通过喷丝组件挤出； θ 在45°左右，排泡50min，之后 θ 在135°左右，排泡50min。

[0071] 其余步骤按照比较例1。

[0072] 纺丝过程不稳定，毛丝多，所得原丝的纤度为1.21dtex，单丝强度为4.8cN/dtex，原丝密度为1.175。

[0073] 【比较例3】

[0074] 1、原液制备：将经蒸馏的丙烯腈(AN)、衣康酸(IA)按比例97:3、固含量20%，偶氮二异丁腈(AIBN)占共聚单体的0.4wt%，以二甲基亚砜(DMSO)为溶剂加入到反应器中，在氮气保护下，在38℃的恒定温度下反应20小时，得到二元丙烯腈共聚物纺丝液。然后纺丝液经减压脱除残余单体和气泡后，经过5 μ m过滤材料的过滤，得到高性能聚丙烯腈共聚物纺丝原液。

[0075] 2、多角度排泡：采用湿法纺丝的方法进行制备，纺丝原液经过计量泵计量、再次过滤后，通过喷丝组件挤出； θ 在 45° 左右，排泡20min，之后 θ 在 135° 左右，排泡20min。

[0076] 其余步骤按照比较例1。

[0077] 纺丝过程不稳定，毛丝多，所得原丝的纤度为1.21dtex，单丝强度为4.2cN/dtex，原丝密度为1.173。

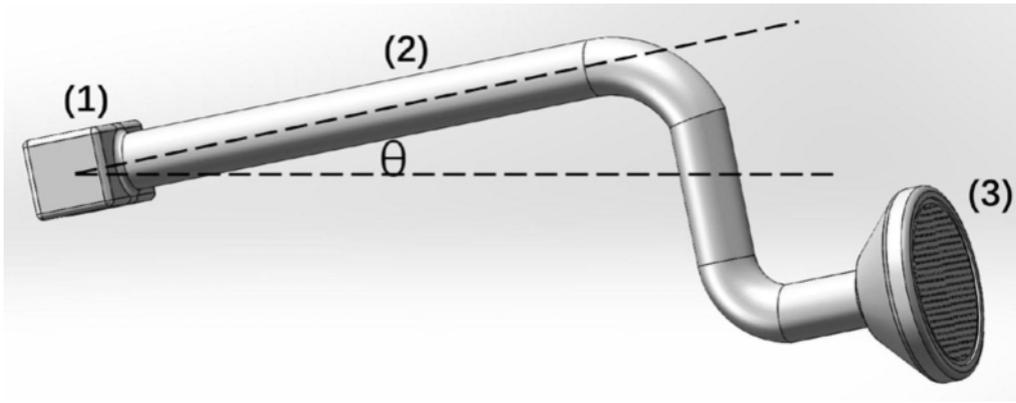


图1