

DOI: 10.3969/j.issn.1671-024x.2026.02.001

新型聚酰胺酰亚胺纤维的制备及其力学性能增强

李玉瑶, 崔旺, 杨彬, 刘雍
(天津工业大学 纺织科学与工程学院, 天津 300387)

摘要: 为有效提升聚酰胺酰亚胺(PAI)纤维的力学性能,促进其在阻燃防护领域的应用,采用湿法纺丝制备PAI纤维。首先探究PAI浓度、针头规格对PAI初生纤维力学性能的影响,其次通过改变热处理工艺和采用“循环湿法纺丝法”,实现了PAI纤维力学性能的显著提升。结果表明:当PAI质量分数为24%并且针头规格为26G时,PAI初生纤维的力学性能最佳,其应力和应变分别为21.20 MPa和20.62%;对PAI初生纤维进行高温处理引发其热亚胺化反应,随着温度的升高,热亚胺化反应愈发剧烈,PAI纤维的力学性能越优异,最佳热亚胺化反应温度为340℃,此时PAI-340纤维的应力和应变分别为86.16 MPa和19.12%;以340℃为终止温度,通过阶梯式升温对PAI初生纤维进行高温处理,设置的温度越多,阶梯式升温所提供的热量越少,热亚胺化反应程度越低,PAI纤维的力学性能提升程度越低;“循环湿法纺丝法”采用经220℃预加热后的PAI纤维为原料,再次通过湿法纺丝-热处理制备高强PAI纤维,所获得的PAI@220-340纤维的应力和应变分别为92.15 MPa和20.76%;该高强PAI纤维离火自熄,在阻燃防护领域具有巨大应用潜力。

关键词: 聚酰胺酰亚胺;力学性能;热亚胺化反应;热处理工艺;湿法纺丝

中图分类号: TS102.52

文献标志码: A

文章编号: 1671-024X(2026)02-0001-08

Preparation of novel polyamide-imide fibers and enhancement of their mechanical properties

Li Yuyao, Cui Wang, Yang Bin, Liu Yong

(School of Textile Science and Engineering, Tiangong University, Tianjin 300387, China)

Abstract: In order to effectively enhance the mechanical properties of polyamide-imide (PAI) fibers and promote their application in the field of flame retardant protection, PAI fibers were prepared via wet-spinning. Firstly, the influences of PAI mass fraction and needle specification on the mechanical properties of PAI as-spun fibers were investigated. Secondly, by modifying the heat treatment process and adopting a "cyclic wet-spinning method", significant improvements were achieved in the mechanical properties of PAI as-spun fibers. The results demonstrated that when the PAI mass fraction was 24% and needle gauge was 26G, PAI as-spun fibers exhibited optimal mechanical properties with a breaking strength of 21.20 MPa and a breaking elongation of 20.62%. Furthermore, high-temperature treatment was employed to induce thermal imidization reaction in PAI as-spun fibers. It was found that with the increase of temperature, the intensity of thermal imidization reaction was enhanced leading to superior mechanical properties of PAI fibers. The optimum temperature for thermal imidization reaction was determined to be 340℃, resulting in a breaking strength of 86.16 MPa and breaking elongation values of 19.12% for PAI-340 fibers at this condition. The PAI as-spun fibers were subsequently subjected to high-temperature treatment through stepwise heating, with a termination temperature of 340℃. It was observed that increasing the number of temperature stages resulted in reduced heat input during the process, leading to a lower degree of thermal imidization reaction and consequently less improvement in the mechanical properties of the PAI fibers. Finally, "cyclic wet-spinning method" in which raw materials comprised of PAI-220 fibers were utilized followed by subsequent wet-spinning and heat treatment processes to produce high-strength PAI fibers. The resulting breaking strength and breaking elongation values for these newly developed fiber samples

收稿日期: 2024-05-05 基金项目: 国家自然科学基金项目(52203048)

第一作者: 李玉瑶(1992—),女,博士,副教授,主要研究方向为新型纤维制备技术及其应用。E-mail:liyuyao@tiangong.edu.cn

通信作者: 刘雍(1979—),男,博士,教授,主要研究方向为功能纺织材料与纺织品。E-mail:liuyong@tiangong.edu.cn

(PAI@220–340) were measured as 92.15 MPa and 20.76%, respectively. These high-strength PAI fibers were self-extinguishable after removal away from the flame and exhibited great application potential in the field of flame-retardant protection.

Key words: polyamide-imide; mechanical properties; thermal imidization reaction; heat treatment process; wet-spinning

聚酰胺酰亚胺(PAI)是一种分子链上同时含有酰胺基团和酰亚胺基团的高分子聚合物^[1-3],具有优异的力学性能、耐高温性、化学稳定性和耐辐射性等特征^[4-6]。PAI作为聚酰亚胺(PI)的一种改性材料^[9],相比于PI具有更好的溶解性和可加工性,并且在保留PI原有优异性能的基础上,具有更加优异的耐热性和化学稳定性,可与多种物质进行复合,是一种综合性能优异的特种工程塑料^[7-8],在航空、航天、化工设备、特种装备以及电子工业等极端严苛的工况下,都有着非常广阔的应用前景^[9-11]。

近年来,国内外在PAI树脂的合成、结构改性及功能化应用领域已取得突破性进展。研究人员通过醚键引入、三氟甲基修饰、协同结构构建等精准分子设计策略,有效调控了PAI材料的微观结构,显著提升了其耐磨、疏水及耐热等核心性能^[12-13]。在PAI纤维纺丝成型研究领域,现有成果多集中于静电纺丝技术制备PAI纳米纤维^[14],但静电纺丝工艺存在明显弊端,如纺丝效率偏低、纤维直径均匀性较差、规模化生产难度大、设备投入成本较高等,限制了其工业化应用进程^[15-16]。相较于静电纺丝技术,湿法纺丝技术凭借工艺参数可控性强、生产成本适中、可实现规模化连续生产等突出优势,已成为高性能PAI纤维可控制备的重要技术路径^[17-18]。但目前,针对湿法纺丝制备PAI纤维的系统性研究仍较为薄弱,尤其对于纺丝液浓度、针头规格等关键工艺参数与纤维微观结构、力学性能之间的关系缺乏深入系统的解析,这也成为制约湿法纺丝PAI纤维性能提升与工业化应用的关键瓶颈。

本文以PAI聚合物为原料,通过湿法纺丝技术制备PAI初生纤维,探究不同PAI浓度、针头规格、热处理工艺对PAI初生纤维力学性能的影响,分析热亚胺化反应对纤维力学性能提升的作用原理,并采用垂直燃烧法考察PAI纤维的阻燃性能,以期扩展PAI纤维的应用场景,助力该材料的推广、产业化进程。

1 实验部分

1.1 试剂与仪器

试剂:聚酰胺酰亚胺(PAI),重均相对分子质量为6 000,化学纯,南通博联材料科技有限公司;N,N-二

甲基甲酰胺(DMF),分析纯,上海市麦克林化学试剂有限公司;去离子水,天津蓝洋工业用水经营部。

仪器:MS105DU/A型电子天平,中国梅特勒-托利多国际有限公司;MS300型磁力搅拌器,上海沪粤明科学仪器有限公司;DU-3GW型恒温磁力搅拌水浴锅,上海一恒科学仪器有限公司;SPLab02型注射泵,上海度科工业科技有限公司;HZ-SF-12型牵伸卷绕机,青岛诺康环保科技有限公司;GZX-9076MBE型电热鼓风干燥箱,上海博讯实业有限公司;LK-53型科研级荧光显微镜,天津徠科光学仪器有限公司;SX-G01163型马弗炉,天津中环电炉股份有限公司;YG026型电子单纤维强力仪,温州际高测试仪器有限公司;Gemini SEM500型热场发射扫描电子显微镜,德国Zeiss公司;Nicolet iS50型傅里叶变换红外光谱仪,美国Thermo Fisher Scientific公司;PL-GPC50型凝胶渗透色谱,美国Agilent Technologies公司。

1.2 PAI初生纤维制备

使用电子天平分别称取1.5、1.8、2.1和2.4 g的PAI聚合物粉末,将其分别溶解于8.5、8.2、7.9和7.6 g的DMF中,在磁力搅拌器上搅拌2 h直至PAI完全溶解,得到质量分数分别为15%、18%、21%和24%的溶液,并静置2 h以排除气泡,即进行湿法纺丝。PAI纤维湿法纺丝示意如图1所示^[19]。

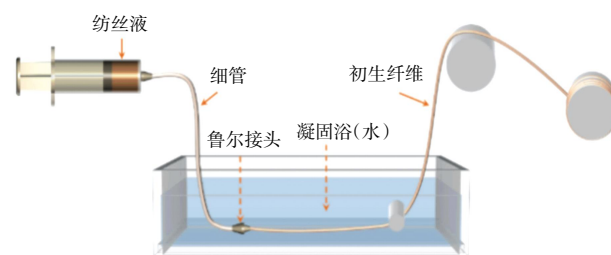


图 1 湿法纺丝示意

Fig.1 Schematic of wet-spinning

首先,将纺丝液抽入至注射器中,保证注射器内为均匀透明的溶液且没有气泡,然后将注射器通过鲁尔接头连接到规格分别为18G(外径1.27 mm,内径0.84 mm)、20G(外径0.91 mm,内径0.60 mm)、23G(外径0.63 mm,内径0.33 mm)或26G(外径0.45 mm,内径0.23 mm)的针头。随后,将注射器固定在注射泵上,将纺丝液注入到凝固浴为去离子水的凝固浴槽当

中,并通过牵伸卷绕机收集纤维。最后,将收集的纤维置于电热鼓风干燥箱中进行干燥得到 PAI 初生纤维。

1.3 热处理制备 PAI 纤维

对 PAI 初生纤维进行以下 3 种热处理:

(1) 将 PAI 初生纤维置于马弗炉中,分别以 220、260、300、340 和 380 °C 的温度进行高温煅烧 1 h,获取 PAI 纤维。

(2) 将 PAI 初生纤维置于马弗炉中,分别以 220-340 °C、220-280-340 °C、220-260-300-340 °C 等 3 种阶梯式升温进行高温煅烧合计 1 h,获取 PAI 纤维。

(3) 将通过 220 °C 高温煅烧获得的 PAI 纤维进行研磨粉碎,将其溶于 DMF 中获取纺丝液,并将纺丝液通过湿法纺丝制备 PAI 初生纤维。将上述 PAI 初生纤维置于马弗炉中,分别以 220、260、300 和 340 °C 的温度进行高温煅烧 1 h,获取 PAI 纤维。经过不同热处理工艺制备所得 PAI 纤维的命名如表 1 所示。

表 1 不同热处理工艺 PAI 纤维的命名

Tab.1 Nomenclature of PAI fibers with different heat treatment processes

热处理工艺	纤维命名
未加热	PAI
220 °C, 1 h	PAI-220
260 °C, 1 h	PAI-260
300 °C, 1 h	PAI-300
340 °C, 1 h	PAI-340
380 °C, 1 h	PAI-380
220-340 °C, 共 1 h	PAI-220-340
220-280-340 °C, 共 1 h	PAI-220-280-340
220-260-300-340 °C, 共 1 h	PAI-220-260-300-340
PAI-220 纤维溶解纺丝获取新纤维	PAI@220
PAI@220 初生纤维, 220 °C, 1 h	PAI@220-220
PAI@220 初生纤维, 260 °C, 1 h	PAI@220-260
PAI@220 初生纤维, 300 °C, 1 h	PAI@220-300
PAI@220 初生纤维, 340 °C, 1 h	PAI@220-340

1.4 性能测试与结构表征

(1) 力学性能:使用 LK-53 型科研级荧光显微镜测量纤维样品的直径,随后使用 YG026 型电子单纤维强力仪测量其力学性能。测试条件为室温、相对湿度为 30%,预加张力为 0.25 cN,拉伸间距为 10 mm,拉伸速率为 10 mm/min。纤维应力的计算公式为:

$$S = \pi r^2 \quad (1)$$

$$P = F/S \quad (2)$$

式中: S 为纤维横截面积(mm^2); r 为纤维半径(mm); P 为纤维应力(MPa); F 为纤维断裂强力(N)。

(2) 形貌观察:将纤维样品在液氮中淬断,获得纤维的横截面;采用电沉积法对纤维的表面和横截面样品进行喷金,通过 Gemini SEM500 型热场发射扫描电镜在 10.0 kV 的加速电压下观察纤维样品的形貌。

(3) 红外光谱测试:采用 Nicolet iS 50 型傅里叶变换红外光谱仪分别对 PAI 初生纤维和 PAI-340 纤维进行红外表征,扫描范围为 $4\,000\sim 500\text{ cm}^{-1}$,分辨率为 2 cm^{-1} 。

(4) 相对分子质量测试:分别溶解 PAI 聚合物粉末和 PAI-220 纤维至 DMF 中,溶液质量浓度控制在 5 mg/mL ,采用 PL-GPC50 型凝胶渗透色谱对样品进行相对分子质量测试。

(5) 阻燃性能:采用垂直燃烧法对 PAI 纤维样品进行阻燃性能测试,将 PAI 纤维样品悬空并垂直于地面,使用打火机在 PAI 纤维样品下端将其点燃,并通过摄像机记录燃烧过程。

2 结果与讨论

2.1 PAI 初生纤维的形貌分析

在湿法纺丝制备 PAI 初生纤维的过程中,PAI 浓度和针头规格均会影响纤维的尺寸,在不同 PAI 质量分数、针头规格条件下所制备 PAI 初生纤维的直径如表 2 所示。针头规格为 26G 时,不同 PAI 质量分数条件下所制备的 PAI 初生纤维的表观形貌如图 2 所示。

表 2 PAI 初生纤维的直径

Tab.2 Diameter of PAI as-spun fibers

PAI 质量分数/%	针头规格			
	18G	20G	23G	26G
15	713.09	490.86	295.14	225.68
18	705.31	478.35	285.78	218.32
21	699.36	477.78	279.31	210.82
24	692.91	473.71	270.5	202.38

结合表 2 和图 2 可知,针头规格相同时,PAI 初生纤维直径随着 PAI 质量分数的增加而减小。当针头规格为 26G 时,随着 PAI 质量分数从 15% 增加到 24%,PAI 初生纤维直径由 225.68 降低至 $202.38\ \mu\text{m}$ 。这是由于随着 PAI 质量分数的增加,PAI 纺丝液的黏度增加所导致的。由图 2 可知,PAI 初生纤维表面较为光滑,横截面展现出指状多孔结构,这是由溶剂 DMF 和凝固浴去离子水之间的逆流扩散形成的^[20-21]。

PAI 质量分数为 24% 时,不同针头所制备的 PAI 初生纤维的表观形貌如图 3 所示。

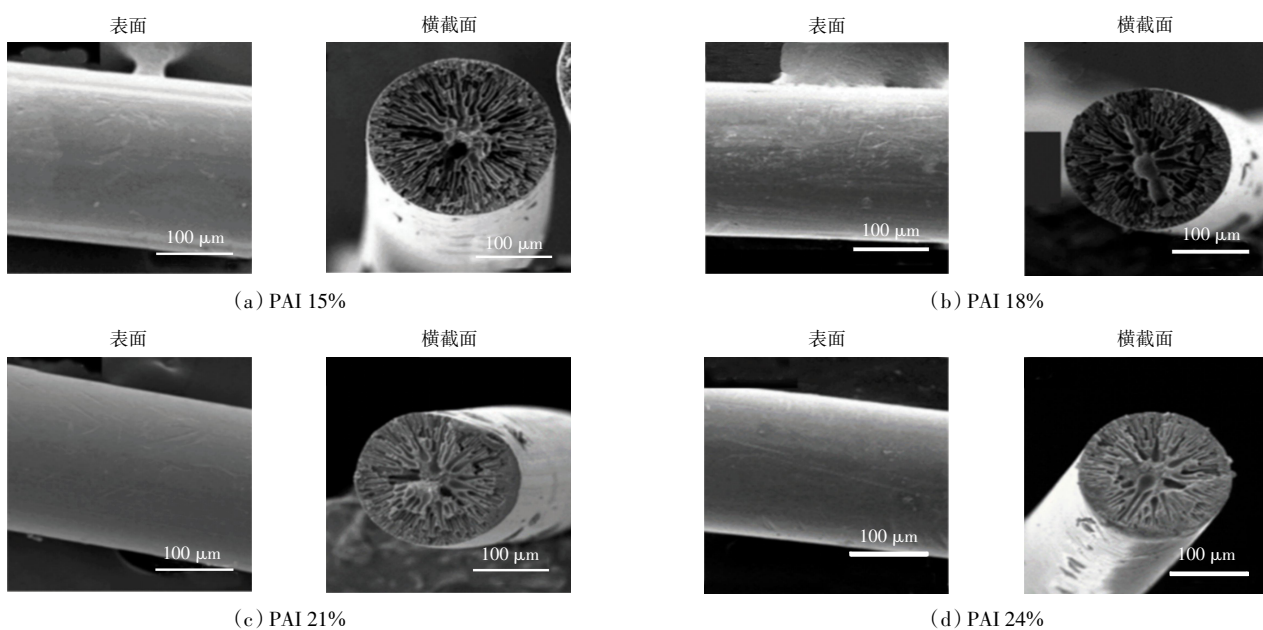


图 2 针头规格为 26G 时不同 PAI 质量分数的 PAI 初生纤 FESEM 图

Fig.2 FESEM images of PAI as-spun fibers for different PAI mass fractions with needle size 26G

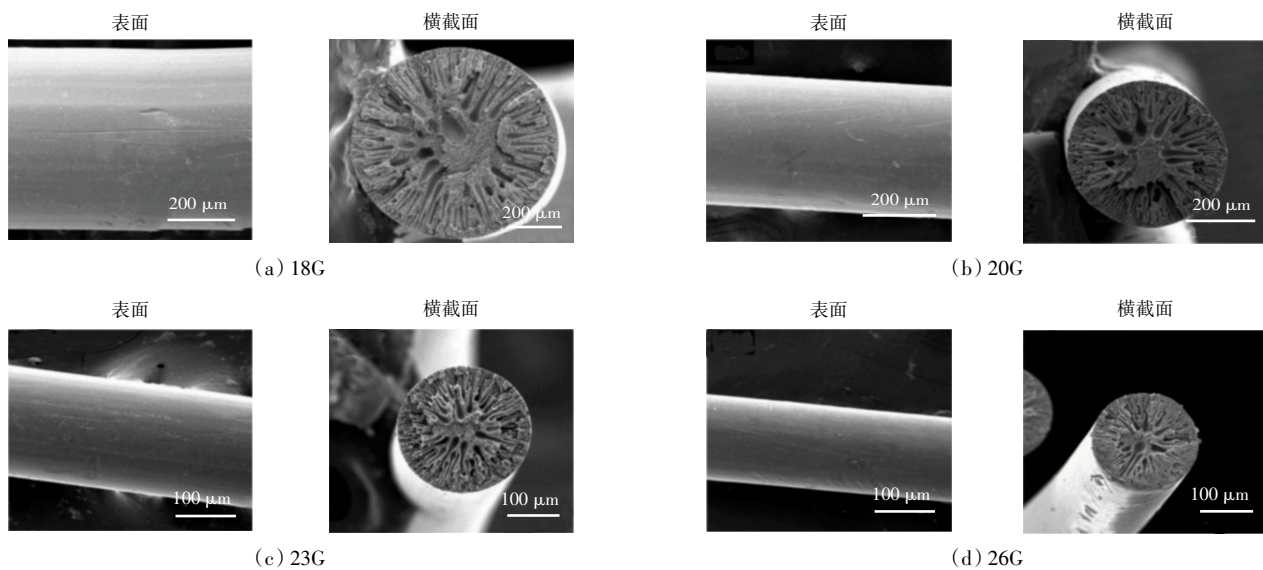


图 3 PAI 质量分数为 24% 时不同针头规格的 PAI 初生纤维 FESEM 图

Fig.3 FESEM images of PAI as-spun fibers for different needle sizes at PAI mass fraction of 24%

结合表 2 和图 3 可知, PAI 质量分数相同时, 随着针头规格的减小即针头内外径的减小, PAI 初生纤维的直径呈现大幅下降的趋势, 18G、20G、23G 和 26G 的 PAI 初生纤维的平均直径分别为 692.91、473.71、270.50 和 202.38 μm , 并且纤维的横截面展现出指状多孔结构。

2.2 PAI 初生纤维的力学性能分析

湿法纺丝制备过程中 PAI 浓度和针头规格同样会影响 PAI 初生纤维的力学性能, 在不同 PAI 质量分数、针头规格条件下所制备 PAI 初生纤维的应力和应变如表 3 所示。在 26G 针头规格下, PAI 质量分数对

PAI 初生纤维力学性能的影响如图 4 所示。

表 3 不同 PAI 质量分数、不同针头规格下 PAI 初生纤维的力学性能

Tab.3 Mechanical properties of PAI as-spun fibers with different PAI mass fractions and needle specifications

针头规格	应力/MPa				应变/%			
	15%	18%	21%	24%	15%	18%	21%	24%
18G	2.06	3.74	5.62	10.54	2.17	2.59	3.60	5.34
20G	3.22	4.55	6.97	13.34	3.09	3.42	4.33	8.52
23G	5.01	8.26	13.83	20.20	4.09	9.27	12.61	19.21
26G	5.62	9.52	13.87	21.20	7.01	11.36	13.94	20.62

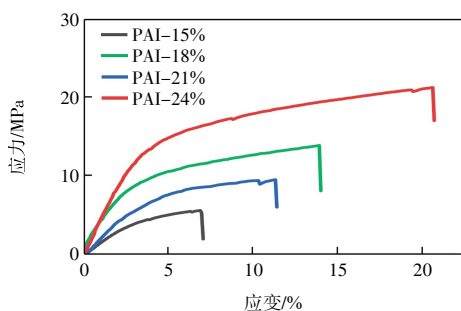


图4 针头规格为26G时不同PAI初生纤维的应力-应变曲线
Fig.4 Stress-strain curves of different PAI as-spun fibers with needle size 26G

结合表3和图4可知,随着PAI质量分数的增加,PAI初生纤维的应力和应变均呈现增加的趋势。针头规格为26G时,与PAI质量分数为15%的初生纤维相比,PAI质量分数为24%的初生纤维的应力和应变分别提升了15.58 MPa和13.61个百分点。这是由于PAI质量分数的增加,可有效强化分子链缠结网络与分子间相互作用,同时提升分子链取向度与结晶度,最终实现纤维应力与应变的同步提升,赋予其更优异的力学性能。

当PAI质量分数为24%时,针头规格对PAI初生纤维的力学性能影响如图5所示。结合表2和图5可知,随着针头规格的减小,PAI初生纤维的应力和应变均呈现增加的趋势,18G的PAI初生纤维的应力和应变分别为10.54 MPa和5.34%,26G的PAI初生纤维的应力和应变分别为21.20 MPa和20.62%,应力和应变分别提升了10.66 MPa和15.28个百分点。针头规格减小通过细化纤维直径、强化分子链沿纤维轴向取向,并优化凝固成型过程的均匀性,最终实现了PAI初生纤维应力和应变的同步提升。

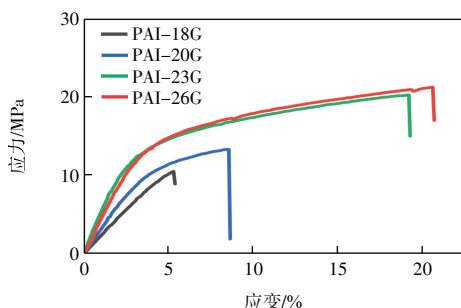


图5 PAI质量分数为24%时不同PAI初生纤维的应力-应变曲线

Fig.5 Stress-strain curves of different PAI as-spun fibers with PAI mass fraction of 24%

综上所述,PAI质量分数为24%且针头为26G时,PAI初生纤维的力学性能最佳。但由于其较高的PAI浓度和较小的针头规格,在湿法纺丝过程中的纺丝速

率仅为0.02 mL/min,纤维成型慢,纺丝效率低。当PAI质量分数为24%并且针头规格为23G时,纺丝速率可提升4倍(0.08 mL/min),且此时PAI初生纤维的应力和应变分别为20.20 MPa和19.21%,接近于PAI质量分数为24%并且针头为26G的PAI初生纤维。综合考虑PAI初生纤维的力学性能和纺丝效率,本文选择最佳PAI质量分数为24%,最佳针头规格为23G,并将该条件下所制备PAI初生纤维用于后续研究。

2.3 PAI纤维的红外光谱

PAI初生纤维和PAI-340纤维的红外光谱见图6。

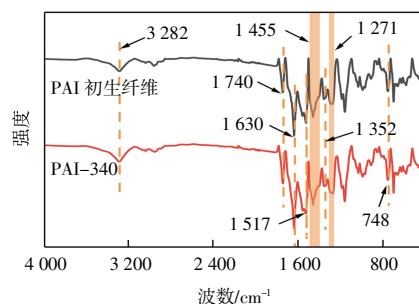


图6 PAI初生纤维和PAI-340纤维的红外光谱

Fig.6 FTIR spectra of PAI as-spun fibers and PAI-340 fibers

由图6可知,3282 cm^{-1} 处为N—H的特征振动峰,1740和1630 cm^{-1} 处为酰亚胺结构中的C=O对称和非对称振动峰,1352和748 cm^{-1} 处为酰亚胺环中C—N—C的伸缩振动特征峰,这些特征峰均为PAI的特征峰,符合PAI的红外光谱要求。进一步对PAI聚合物的热亚胺化反应进行分析,1271 cm^{-1} 处为环氧基团的特征吸收峰,1455 cm^{-1} 处为OH的弯曲振动峰。由图6可以看出,经340 $^{\circ}\text{C}$ 的热亚胺化反应后,环氧基团和OH的2个特征峰的强度均有明显的下降趋势,说明环氧基团和OH基团随着热亚胺化反应的进行被消耗。此外,根据Lambert-beer法则^[9],通常用1350 cm^{-1} 处酰亚胺环中C—N—C的伸缩振动特征峰与1520 cm^{-1} 处苯环吸收峰的强度表征PAI的热亚胺化反应,比值越高,则说明热亚胺化反应程度越高。未经热亚胺化反应的PAI初生纤维比值为1.0773,经340 $^{\circ}\text{C}$ 热亚胺化反应的PAI-340纤维比值为1.1070。由此表明,在340 $^{\circ}\text{C}$ 条件下对PAI初生纤维进行热处理,热亚胺化反应程度较高,改变了PAI的分子结构。

2.4 PAI纤维相对分子质量分析

PAI聚合物粉末和PAI-220纤维的相对分子质量如图7和表4所示。PAI聚合物粉末的重均相对分子质量为5972,PAI-220纤维的重均相对分子质量为27486,进一步佐证了PAI聚合物在高温环境下进行热亚胺化反应改变了PAI的分子结构,形成了更大的PAI分子。PAI聚合物粉末的多分散性指数为1.46,

PAI-220 纤维的多分散性指数为 2.73, 说明 PAI 聚合物在高温环境下进行热亚胺化反应形成了具有多样性相对分子质量的 PAI 聚合物。

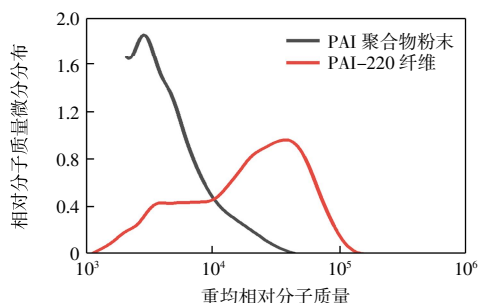


图 7 PAI 聚合物粉末和 PAI-220 纤维的相对分子质量分布曲线
Fig.7 Relative molecular mass distribution curves of PAI polymer powder and PAI-220 fibers

表 4 PAI 粉末和 PAI-220 纤维的相对分子质量和多分散性指数
Tab.4 Relative molecular mass and PDI of PAI polymer powder and PAI-220 fibers

参数	PAI 粉末	PAI-220 纤维
峰尖相对分子质量	2 927	37 894
数均相对分子质量	4 072	10 067
重均相对分子质量	5 972	27 486
Z 均相对分子质量	10 441	47 259
多分散性指数	1.46	2.73

2.5 热处理工艺对 PAI 纤维力学性能的影响

PAI 聚合物能够在高温环境下进行热亚胺化反应^[2], 从而会导致 PAI 分子结构改变, 使其性能得到提升。本文采用不同工艺对 PAI 初生纤维进行热处理, 研究热处理工艺对 PAI 纤维力学性能的影响。

2.5.1 热处理温度的影响

不同热处理温度对所制备 PAI 纤维力学性能的影响如图 8 所示。

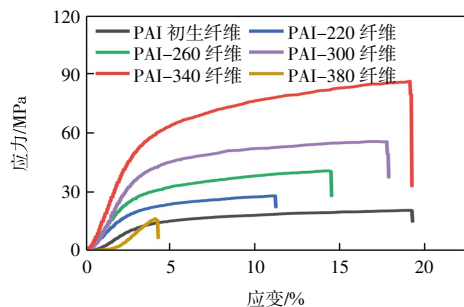


图 8 不同热处理温度条件下 PAI 纤维的力学性能
Fig.8 Mechanical properties of PAI fibers under different heat treatment temperatures

由图 8 可知, PAI 初生纤维经过高温煅烧后其应力得到了显著提升, 并随着热处理温度的升高所制备 PAI 纤维的应力逐渐提升, 由 PAI 初生纤维的 20.54 MPa 提升至 PAI-340 纤维的 86.16 MPa, 提升了 65.62 MPa;

随着热处理温度的升高 PAI 纤维的应变先降低然后逐渐增加, 直至 340 °C 时恢复至 19.12%。这是因为在 220、260 和 300 °C 的热处理条件下所提供的热量不足, PAI 聚合物的热亚胺化反应程度不完整, 而在 340 °C 进行热处理后 PAI 聚合物的热亚胺化反应程度最佳。此外, PAI-380 纤维的应力和应变均已受损, 这是因为过高的温度会导致 PAI 聚合物受损, 使其性能下降甚至失效。因此, 本文选择对 PAI 初生纤维进行热处理的温度为 340 °C。

PAI 初生纤维在热处理过程中引发的热亚胺化反应将导致纤维收缩, 如图 9 所示, PAI 初生纤维的直径为 270.50 μm, 经 340 °C 煅烧 1 h 后, PAI-340 纤维的直径为 240 μm。纤维直径降低, 促使纤维内部结构更加紧密, 在单位面积上所能承载的强力增加, 这也是纤维力学性能提升的原因之一。

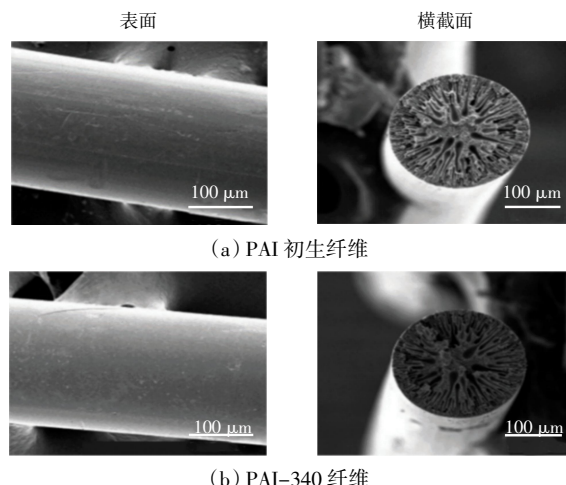


图 9 PAI 初生纤维和 PAI-340 纤维的 FESEM 图

Fig.9 FESEM images of PAI as-spun fibers and PAI-340 fibers

2.5.2 阶梯式升温的影响

考虑到热处理的温度为 340 °C, 以 340 °C 为终止温度, 进一步探索阶梯式升温对 PAI 纤维力学性能的影响。不同阶梯式升温方式对所制备 PAI 纤维力学性能的影响如图 10 所示。

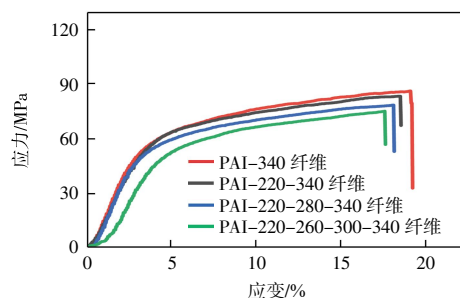


图 10 阶梯式升温热处理对 PAI 纤维力学性能的影响
Fig.10 Effect of stepwise heating treatment on mechanical properties of PAI fibers

由图 10 可以看出,PAI-220-340、PAI-220-280-340 和 PAI-220-260-280-340 纤维的应力和应变较 PAI-340 纤维均有所降低,且阶梯式升温设置的温度阶梯越多,PAI 纤维的应力和应变降低越明显。PAI-220-260-300-340 纤维的应力和应变分别为 75.14 MPa 和 17.6%,相较于 PAI-340 纤维,其应力和应变分别降低了 11.02 MPa 和 1.52 个百分点。这是因为阶梯式升温进行高温煅烧合计 1 h 所提供的热量相较于直接以 340 °C 进行高温煅烧 1 h 所提供的热量较少,使 PAI 聚合物的热亚胺化反应程度降低,导致力学性能降低。

2.5.3 预加热的影响

一般情况下,对于相同聚合物材料,分子质量高的材料相较于分子质量低材料性能较好^[22]。考虑到 PAI 聚合物的热亚胺化反应将形成分子质量更大的 PAI 聚合物,因此提出“循环湿法纺丝法”制备力学性能更优异的 PAI 纤维。本文循环湿法纺丝法是指将 PAI-220 纤维进行研磨粉碎,以此为原料再次进行湿法纺丝获取 PAI@220 初生纤维,并以 220、260、300 或 340 °C 的温度进行高温煅烧 1 h 获取 PAI@220-220、PAI@220-260、PAI@220-300 和 PAI@220-340 纤维,其力学性能如图 11 所示。

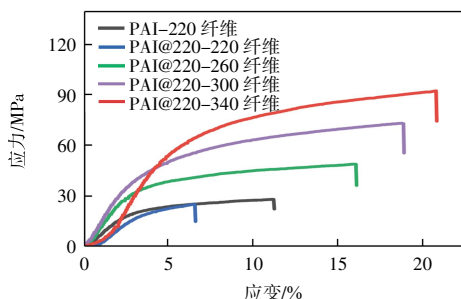


图 11 循环湿法纺丝所制备 PAI 纤维的力学性能

Fig.11 Mechanical properties of PAI fibers fabricated by cyclic wet-spinning

由图 11 可知,除 PAI@220-220 纤维的力学性能较 PAI-220 纤维有所降低外,随着温度的升高,PAI@220-260、PAI@220-300 和 PAI@220-340 纤维的应力和应变均得到相应的提升。此外,相同温度进行高温煅烧 1 h 获得的 PAI@220-*n* 纤维相较于 PAI-*n* 纤维(*n* = 260、300 或 340,分别代表相应热处理温度)具有更好的应力和应变,其中 PAI@220-340 纤维的应力和应变分别为 92.15 MPa 和 20.76%,相较于 PAI-340 纤维的应力和应变分别提升了 5.99 MPa 和 1.64 个百分点。由此表明,通过对 PAI 初生纤维进行 220 °C 的预加热,并以此作为聚合物原料,能够获得具有更加优异力学性能的 PAI 纤维。

2.6 PAI 纤维的阻燃性能

PAI 聚合物具有高极限氧指数(> 40),是一种难

燃的聚合物材料,采用垂直燃烧法对 PAI@220-340 纤维进行阻燃性能测试,结果如图 12 所示。PAI@220-340 纤维在离开火源后表现出快速自熄的现象,且火焰较小,在火灾中对人体的保护具有重要意义。PAI 纤维不仅可应用于医院、军队和消防防护服以及家纺产品,还可以应用于汽车、火车、飞机中的阻燃纺织品和航空航天领域的阻燃复合材料等领域。

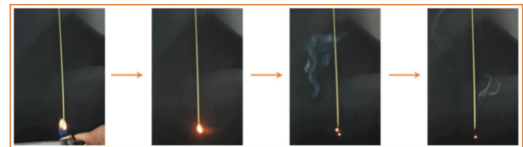


图 12 PAI@220-340 纤维的垂直燃烧测试

Fig.12 Vertical burning test of PAI@220-340 fibers

3 结论

本文通过湿法纺丝探索不同 PAI 浓度和针头规格对 PAI 初生纤维的影响,并通过不同的热处理工艺成功提升了 PAI 纤维的力学性能。研究表明:

(1) 在湿法纺丝过程中,随着 PAI 浓度的升高和针头规格的减小,PAI 初生纤维的力学性能逐渐提升。当 PAI 质量分数为 24% 并且针头规格为 26G 时,PAI 初生纤维的力学性能最佳,其应力和应变分别为 21.20 MPa 和 20.62%。

(2) PAI 纤维的力学性能与 PAI 聚合物发生热亚胺化反应的程度息息相关,随着热处理温度的升高,热亚胺化反应程度越高,PAI 纤维的力学性能越优异。最佳热亚胺化反应温度为 340 °C,PAI-340 纤维的应力和应变分别为 86.16 MPa 和 19.12%。

(3) 采用阶段式升温热处理所得 PAI 纤维的力学性能相较于 PAI-340 纤维均有所降低,且阶梯式升温设置的温度越多,降低幅度越明显,其中 PAI-220-260-300-340 纤维的应力和应变分别降低了 11.02 MPa 和 1.52 个百分点,这是由于阶梯式升温提供热量不足,使 PAI 聚合物的热亚胺化反应程度降低所导致的。

(4) 采用“循环湿法纺丝法”制备出的 PAI 纤维具有更加优异的力学性能,PAI@220-340 纤维的应力和应变分别为 92.15 MPa 和 20.76%,相较于 PAI-340 纤维的应力和应变分别提升了 5.99 MPa 和 1.64 个百分点。

(5) PAI@220-340 纤维因其高极限氧指数(> 40),具有优异的阻燃性能,离火自熄,能够对人体进行防火保护,在阻燃防护领域具有巨大的应用潜力。

参考文献:

- [1] Bai R X, Shao H, Chang H B, et al. Novel piezoelectric prop-

- erties of electrospun polyamide-imide nanofiber membranes[J]. *Journal of Materials Chemistry A*, 2023, 11(47): 26230–26241.
- [2] Lao H J, Mushtaq N, Chen G F, et al. Synthesis and properties of transparent random and multi-block polyamide-imide films with high modulus and low CTE[J]. *European Polymer Journal*, 2021, 153: 110512.
- [3] Kobayashi Y, Fujiwara Y, Kitaoka T, et al. Synthesis of highly transparent poly(amide-imide)s based on trimellitic acid and dependence of thermal properties on monomer sequence[J]. *Reactive and Functional Polymers*, 2016, 108: 78–85.
- [4] 李桂花, 冶银平, 马彦军, 等. 聚酰胺酰亚胺/聚四氟乙烯复合涂层的制备及其摩擦学性能和耐腐蚀性能[J]. *摩擦学学报*, 2021, 41(4): 455–466.
Li Guihua, Ye Yinping, Ma Yanjun, et al. Preparation of polyamideimide/polytetrafluoroethylene composite coatings and its tribological and anti-corrosion properties[J]. *Tribology*, 2021, 41(4): 455–466(in Chinese).
- [5] Zabegaeva O N, Kosolapov A F, Semjonov S L, et al. Polyamide-imides as novel high performance primary protective coatings of silica optical fibers: Influence of the structure and molecular weight[J]. *Reactive and Functional Polymers*, 2024, 194: 105775.
- [6] Johari A, Razmjouei M, Mansourizadeh A, et al. Fabrication of blend hydrophilic polyamide imide (Torlon®)-sulfonated poly(ether ether ketone) hollow fiber membranes for oily wastewater treatment[J]. *Polymer Testing*, 2020, 91: 106733.
- [7] Hua Y Z, Li Y Y, Ji Z K, et al. Dual-bionic, fluffy, and flame resistant polyamide-imide ultrafine fibers for high-temperature air filtration[J]. *Chemical Engineering Journal*, 2023, 452: 139168.
- [8] Kim K H, Ingole P G, Lee H K. Membrane dehumidification process using defect-free hollow fiber membrane[J]. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2017, 42(38): 24205–24212.
- [9] 李伶通, 曲延涛, 褚然然, 等. 异氰酸酯法合成聚酰胺酰亚胺粉料的性能与研究[J]. *化工设计通讯*, 2024, 50(3): 93–95.
Li Lingtong, Qu Yantao, Chu Ranran, et al. Performance and study of polyamide imide powder synthesized by isocyanate method[J]. *Chemical Engineering Design Communications*, 2024, 50(3): 93–95(in Chinese).
- [10] Cao L D, Wen Y Q, Fang X Z, et al. Synthesis of highly thermoplastic polyamide-imides with high transparency and low coefficient of thermal expansion[J]. *Polymer*, 2023, 282: 126093.
- [11] Mushtaq N, Wang Q D, Chen G F, et al. Synthesis of polyamide-imides with different monomer sequence and effect on transparency and thermal properties[J]. *Polymer*, 2020, 190: 122218.
- [12] Zhong H, Deng J P. Preparation and chiral applications of optically active polyamides[J]. *Macromolecular Rapid Communications*, 2021, 42(19): 2100341.
- [13] Dodda J M, Bělský P. Progress in designing poly(amide imide)s (PAI) in terms of chemical structure, preparation methods and processability[J]. *European Polymer Journal*, 2016, 84: 514–537.
- [14] Yalcinkaya B, Buzgo M. Optimization of electrospun TORLON® 4000 polyamide-imide (PAI) nanofibers: Bridging the gap to industrial-scale production[J]. *Polymers*, 2024, 16(11): 1516.
- [15] Feng Y, Xiong T R, Xu H B, et al. Polyamide-imide reinforced polytetrafluoroethylene nanofiber membranes with enhanced mechanical properties and thermal stabilities[J]. *Materials Letters*, 2016, 182: 59–62.
- [16] Jang W G, Jeon K S, Byun H S. The preparation of porous polyamide-imide nanofiber membrane by using electrospinning for MF application[J]. *Desalination and Water Treatment*, 2013, 51(25/26/27): 5283–5288.
- [17] Li Y Y, Cui W, Wang X, et al. Topological polymer networks-enabled mechanically strong polyamide-imide aerogel fibers for thermal insulation in harsh environments[J]. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 2024, 16(30): 39993–40003.
- [18] 崔旺. 基于聚酰胺酰亚胺的多孔气凝胶纤维结构构筑及应用研究[D]. 天津: 天津工业大学, 2024.
Cui Wang. Study on structural construction and application of porous aerogel fiber based on polyamideimide[D]. Tianjin: Tiangong University, 2024(in Chinese).
- [19] Sheng Z Z, Liu Z W, Hou Y L, et al. The rising aerogel fibers: Status, challenges, and opportunities[J]. *Advanced Science*, 2023, 10(9): 2205762.
- [20] Yue X Y, Jia Y Y, Wang X Z, et al. Highly stretchable and durable fiber-shaped strain sensor with porous core-sheath structure for human motion monitoring[J]. *Composites Science and Technology*, 2020, 189: 108038.
- [21] Qu X Y, Wu Y C, Ji P, et al. Crack-based core-sheath fiber strain sensors with an ultralow detection limit and an ultrawide working range[J]. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 2022, 14(25): 29167–29175.
- [22] Liu X, Wu H H, Xu W, et al. Ultrastrong and high-tough thermoset epoxy resins from hyperbranched topological structure and subnanoscaled free volume[J]. *Advanced Materials*, 2024, 36(9): 2308434.

本文引文格式:

李玉瑶, 崔旺, 杨彬, 等. 新型聚酰胺酰亚胺纤维的制备及其力学性能增强[J]. *天津工业大学学报*, 2026, 45(2): 1–8.

Li Yuyao, Cui Wang, Yang Bin, et al. Preparation of novel polyamide-imide fibers and enhancement of their mechanical properties[J]. *Journal of Tiangong University*, 2026, 45(2): 1–8(in Chinese).

(责任编辑: 孙广宇)