



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103556308 B

(45) 授权公告日 2015. 10. 28

(21) 申请号 201310531142. 6

(22) 申请日 2013. 10. 31

(73) 专利权人 香港理工大学
地址 中国香港九龙红磡

(72) 发明人 费宾 李剑华 忻浩忠

(74) 专利代理机构 深圳市顺天达专利商标代理有限公司 44217
代理人 郭伟刚

(51) Int. Cl.

D01F 9/22(2006. 01)

D01F 1/10(2006. 01)

D01F 11/06(2006. 01)

D01F 6/54(2006. 01)

D01D 1/02(2006. 01)

D01D 5/04(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101250770 A , 2008. 08. 27, 具体实施

方式 .

CN 101612565 A , 2009. 12. 30, 具体实施方式 .

CN 102443883 A , 2012. 05. 09, 说明书第 7-29 段 .

CN 102534870 A , 2012. 07. 04, 具体实施方式 .

CN 1544723 A , 2004. 11. 10, 具体实施方式 .

审查员 白亚莉

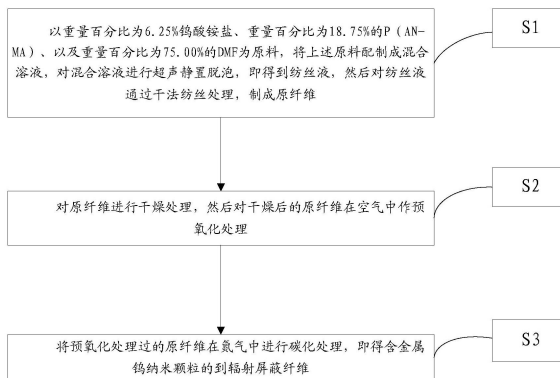
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种辐射屏蔽纤维及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种辐射屏蔽纤维及其制备方法,该辐射屏蔽纤维的原料组分按重量百分比包括:1~10%的钨酸铵盐、5~20%的聚丙烯腈共聚物,70~95%的DMF;该辐射屏蔽纤维的制备方法则是按比例配备原料,并按照先后顺序投料,从而得到淡黄色透明澄清均一相的混合溶液,超声静置脱泡,即得到纺丝液,然后通过干法纺丝处理,制备出原纤维;将得到的原纤维进行干燥,在空气存在的条件下,把干燥后的原纤维作预氧化处理;将预氧化处理过的原纤维在氮气的氛围中进行碳化处理,即得到含金属钨纳米颗粒的辐射屏蔽纤维。实施本发明的有益效果:既具有纤维物的性能,同时又具有金属钨的抗辐射功能,并且可根据不同的配比制造出不同密度的产品。



1. 一种辐射屏蔽纤维的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

S1、以重量百分比为 1 ~ 10% 钨酸铵盐、重量百分比为 5 ~ 20% 的聚丙烯腈共聚物、以及重量百分比为 70 ~ 95% 的 DMF 为原料,将上述原料配制成混合溶液,对所述混合溶液进行超声静置脱泡,即得到纺丝液,然后对所述纺丝液通过干法纺丝处理,制成原纤维;

S2、对所述原纤维进行干燥处理,然后对干燥后的原纤维在空气中作预氧化处理;

S3、将预氧化处理过的原纤维在氮气中进行碳化处理,即得到含金属钨纳米颗粒的辐射屏蔽纤维。

2. 根据权利要求 1 所述的辐射屏蔽纤维的制备方法,其特征在于,所述步骤 S1 中配制所述混合溶液的方法是:先将聚丙烯腈共聚物溶解在 DMF 中形成聚丙烯腈共聚物的 DMF 溶液,然后往聚丙烯腈共聚物的 DMF 溶液中添加钨酸铵盐,在 25 ~ 100°C 的温度下进行机械搅拌,直至钨酸铵盐完全溶解,且所形成的聚丙烯腈共聚物与钨酸铵盐在 DMF 中的混合溶液呈现出透明的均一相,该呈现出透明的均一相的聚丙烯腈共聚物与钨酸铵盐在 DMF 中的混合溶液即为可进行后续的超声静置脱泡操作的混合溶液。

3. 根据权利要求 1 所述的辐射屏蔽纤维的制备方法,其特征在于,所述步骤 S1 中所述干法纺丝处理的方法是:使用干法纺丝装置进行干法纺丝处理,且干法纺丝处理的工作参数为:计量泵挤出速度 20-80ml/r,计量泵压力小于 5.0MPa,热甬道纺丝温度 100-400°C,氮气循环量 20-100ml/min,纺丝速度 150-400m/min,水洗温度 60-90°C,拉伸倍数 3.3-6 倍。

4. 根据权利要求 1 所述的辐射屏蔽纤维的制备方法,其特征在于,所述步骤 S2 中,对所述原纤维进行的所述干燥处理是在温度为 70 ~ 120°C 的环境下进行的。

5. 根据权利要求 1 所述的辐射屏蔽纤维的制备方法,其特征在于,所述步骤 S2 中,对所述干燥后的原纤维进行的所述预氧化处理的方法是:将所述干燥后的原纤维在 180 ~ 300°C 的温度范围内进行加热处理,处理时间为 20 ~ 90 分钟。

6. 根据权利要求 1 所述的辐射屏蔽纤维的制备方法,其特征在于,所述步骤 S3 中所述的碳化处理的方法是:将预氧化处理过的原纤维,在氮气中加热,加热温度在 400 ~ 1300°C 之间,处理时间为 9-15 分钟。

7. 一种基于权利要求 1 所述的辐射屏蔽纤维的制备方法的辐射屏蔽纤维,其特征在于,该辐射屏蔽纤维的原料组分按重量百分比包括:钨酸铵盐:1 ~ 10%;聚丙烯腈共聚物:5 ~ 20%;DMF:70 ~ 95%。

8. 根据权利要求 7 所述的辐射屏蔽纤维,其特征在于,所述钨酸铵盐包括正钨酸铵、仲钨酸铵、偏钨酸铵中的至少一种。

9. 根据权利要求 7 所述的辐射屏蔽纤维,其特征在于,所述聚丙烯腈共聚物是丙烯腈-丙烯酸酯聚合物、丙烯腈-甲基丙烯酸酯聚合物、丙烯腈-丙烯酸聚合物、丙烯腈-衣康酸聚合物、丙烯腈-马来酸聚合物中的至少一种。

一种辐射屏蔽纤维及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及辐射防护材料领域,尤其涉及一种具有电离辐射防护功能的辐射屏蔽纤维及其制备方法。

背景技术

[0002] 随着现代科学技术的迅猛发展,各种高能射线(如 X-射线)在工业、农业、医学、国防等领域得到越来越广泛的应用。在给人们带来巨大经济和社会效益的同时,这些高能射线对人体的伤害和对环境的破坏也变得日趋严重。由于人们对辐射生物效应认识的不断深入,高能射线的防护已经引起人们的高度重视。X-射线是一种电离辐射,它不同于一般的电磁辐射,它对人体具有更大的破坏性。ICRP(国际放射防护委员会)已将 X-射线列为致癌物质,它对人体的各种代谢、造血功能、免疫系统、生殖系统及中枢神经系统造成显著影响,同时可引起微循环障碍、癌变、染色体畸变等。所以为预防辐射的致癌作用和因细胞变异导致的遗传效应,对 X-射线的防护已刻不容缓。X-射线的防护可采用时间防护、距离防护和屏蔽防护等 3 种方式。而屏蔽防护就是在放射源和人员之间使用或设置一种能有效吸收 X-射线的屏蔽材料,从而减弱或消除 X-射线对人体的危害。

[0003] 目前对于 X-射线防护材料及现有技术而言,主要是采用密度大的金属材料作屏蔽,来防护 X-射线的电离辐射,如用铅板、铅橡胶以及含金属铅的复合物等,如专利 CN200420114740. X、CN200620081066. 9 及 CN201220320504. 8 等。虽然这些材料能达到防护的效果,但是毕竟这些铅制品舒适性差,而且铅的氧化物还是具有毒性,对环境有污染。为此开发一种具有防 X-射线又环保的纤维具有很大应用前景。

[0004] 金属钨是稀有高熔点金属,化学性质很稳定。与金属铅相比,其密度(19.3g/cm³)高于铅(11.3g/cm³),屏蔽电离辐射效果优于铅,同时其对人体无毒,不会造成环境的污染。但是金属钨材料成型困难,只能简单加工成金属钨板,不能加工成复杂形状的保护装置或者屏障。中国专利 CN200710023999. 1 报道了一种金属与塑料复合新材料的制备方法,通过金属钨粉与塑料进行共混注塑成型,从而得到防辐射屏蔽复合材料。

[0005] 目前,尚未见关于具有 X-射线防护功能含金属钨的纤维的专利报道。

发明内容

[0006] 本发明要解决的技术问题在于,针对现有技术的上述缺陷,提供一种辐射屏蔽纤维及其制备方法。

[0007] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案是:一种辐射屏蔽纤维,该辐射屏蔽纤维的原料组分按重量百分比包括:钨酸铵盐:1~10%;聚丙烯腈共聚物:5~20%;DMF:70~95%。

[0008] 优选地,所述钨酸铵盐包括正钨酸铵、仲钨酸铵、偏钨酸铵中的至少一种。

[0009] 优选地,所述聚丙烯腈共聚物是丙烯腈-丙烯酸酯聚合物、丙烯腈-甲基丙烯酸酯聚合物、丙烯腈-丙烯酸聚合物、丙烯腈-衣康酸聚合物、丙烯腈-马来酸聚合物中的至少

一种。

[0010] 一种辐射屏蔽纤维的制备方法,包括以下步骤:

[0011] S1、以重量百分比为 1~10% 钨酸铵盐、重量百分比为 5~20% 的聚丙烯腈共聚物、以及重量百分比为 70~95% 的 DMF 为原料,将上述原料配制成混合溶液,对所述混合溶液进行超声静置脱泡,即得到纺丝液,然后对所述纺丝液通过干法纺丝处理,制成原纤维;

[0012] S2、对所述原纤维进行干燥处理,然后对干燥后的原纤维在空气中作预氧化处理;

[0013] S3、将预氧化处理过的原纤维在氮气中进行碳化处理,即得到含金属钨纳米颗粒的辐射屏蔽纤维。

[0014] 优选地,所述步骤 S1 中配制所述混合溶液的方法是:先将聚丙烯腈共聚物溶解在 DMF 中形成聚丙烯腈共聚物的 DMF 溶液,然后往聚丙烯腈共聚物的 DMF 溶液中添加钨酸铵盐,在 25~100°C 的温度下进行机械搅拌,直至钨酸铵盐完全溶解,且所形成的聚丙烯腈共聚物与钨酸铵盐在 DMF 中的混合溶液呈现出透明的均一相,该呈现出透明的均一相的聚丙烯腈共聚物与钨酸铵盐在 DMF 中的混合溶液即为可进行后续的超声静置脱泡操作的混合溶液。

[0015] 优选地,所述步骤 S1 中所述干法纺丝处理的方法是:使用干法纺丝装置进行干法纺丝处理,且干法纺丝处理的工作参数为:计量泵挤出速度 20-80ml/r,计量泵压力小于 5.0MPa,热甬道纺丝温度 100-400°C,氮气循环量 20-100ml/min,纺丝速度 150-400m/min,水洗温度 60-90°C,拉伸倍数 3.3-6 倍。

[0016] 优选地,所述步骤 S2 中,对所述原纤维进行的所述干燥处理是在温度为 70~120°C 的环境下进行的。

[0017] 优选地,所述步骤 S2 中,对所述干燥后的原纤维进行的所述预氧化处理的方法是:将所述干燥后的原纤维在 180~300°C 的温度范围内进行加热处理,处理时间为 20~90 分钟。

[0018] 优选地,所述步骤 S3 中所述的碳化处理的方法是:将预氧化处理过的原纤维,在氮气中加热,加热温度在 400~1300°C 之间,处理时间为 9-15 分钟。

[0019] 实施本发明的有益效果:原材料来源方便,工艺稳定可靠,整体采用现有的纺丝与碳化设备,产品应用安全无毒性,相比于铅板,钨板等,该纤维具有轻便,环保等特点;获得了具有电离辐射防护作用的整束或者单根纤维,该材料中金属钨呈纳米颗粒并与纤维紧密结合,不会从纤维中脱落,既具有纤维物的性能,同时又具有金属钨的抗辐射功能,并且可根据不同的配比制造出不同密度的产品,开拓金属钨材料在织物领域的应用。

附图说明

[0020] 下面将结合附图及实施例对本发明作进一步说明,附图中:

[0021] 图 1 是本发明一种辐射屏蔽纤维的制备方法的方法实施例 1 的流程图;

[0022] 图 2 是本发明一种辐射屏蔽纤维的制备方法的方法实施例 1 中干法纺丝装置的结构示意图。

具体实施方式

[0023] 产品实施例 1

[0024] 一种辐射屏蔽纤维,该辐射屏蔽纤维的原料组分按重量百分比包括:

[0025] 钨酸铵盐:1~10%;聚丙烯腈共聚物:5-20%;DMF(N,N-二甲基甲酰胺):70-95%。

[0026] 本实施例中,钨酸铵盐是指偏钨酸铵。

[0027] 本实施例中,聚丙烯腈共聚物是指丙烯腈-丙烯酸甲酯聚合物(P(AN-MA))。

[0028] P(AN-MA)与DMF重量比1:4的比例;偏钨酸铵与P(AN-MA)重量比是1:3,具体的重量百分比数据为:偏钨酸铵:6.25%;P(AN-MA)18.75%;DMF:75.00%。

[0029] 方法实施例 1:

[0030] 一种辐射屏蔽纤维的制备方法,如图1所示,其制备步骤包括:

[0031] S1、以重量百分比为6.25%钨酸铵盐、重量百分比为18.75%的P(AN-MA)、以及重量百分比为75.00%的DMF为原料,将上述原料配制成混合溶液,对混合溶液进行超声静置脱泡,即得到纺丝液,然后对纺丝液通过干法纺丝处理,制成原纤维;

[0032] S2、对原纤维进行干燥处理,然后对干燥后的原纤维在空气中作预氧化处理;

[0033] S3、将预氧化处理过的原纤维在氮气中进行碳化处理,即得到含金属钨纳米颗粒的辐射屏蔽纤维。

[0034] 制备步骤S1中的投料先后顺序是:先将P(AN-MA)粉末溶解在DMF中形成混合溶液,然后往二者的混合溶液中添加钨酸铵盐,在70°C的温度下进行机械搅拌,直至钨酸铵盐完全溶解,且所形成的P(AN-MA)与钨酸铵盐在DMF中的混合溶液呈现出透明的均一相,该呈现出透明的均一相的混合溶液即为可进行后续的超声静置脱泡操作的纺丝溶液。

[0035] 制备步骤S1中的干法纺丝处理,该方法使用干法纺丝装置进行干法纺丝处理,如图2所示,纺丝液1沿着A方向被储存在套筒6内,纺丝时,纺丝液1流经计量泵2,然后被挤出至喷丝头3进行纺丝,在这个过程中,热氮气流沿着B方向进入热甬道4并从C方向流出,纺好的丝需要经过水洗装置5的水洗,之后进行拉伸处理,干法纺丝处理的工作参数为:计量泵挤出速度20-80ml/r,计量泵压力小于5.0MPa,热甬道纺丝温度100-400°C,氮气循环量20-100ml/min,纺丝速度150-400m/min,水洗温度60-90°C,拉伸倍数3.3-6倍。在本实施例中,计量泵挤出速度优选60ml/r,计量泵压力优选4.0MPa,热甬道纺丝温度优选350°C,氮气循环量优选80ml/min,纺丝速度优选250m/min,水洗温度优选85°C,拉伸倍数优选3.8倍。

[0036] 制备步骤S2中的干燥处理,其干燥温度为70-120°C,以便能处理掉原纤维中多余的有机溶剂。在本实施例中,干燥温度优选为110°C。

[0037] 制备步骤S2中的预氧化处理,即将干燥后的原纤维在温度180-300°C范围内进行加热处理,处理时间为20-90分钟,得到具有梯形环状结构的原纤维。在本实施例中,将干燥后的原纤维放置于马弗炉内进行预氧化,预氧化的气氛为空气,预氧化的温度分别为210、250和290°C三个温区,每个温区分别停留20分钟。

[0038] 步骤S3中所述的碳化处理的方法是:将预氧化处理过的原纤维,在氮气中加热,加热温度在400~1300°C之间,处理时间为9-15分钟。所谓碳化处理,即将预氧化过的原纤维,在氮气的保护下,加热使高分子聚合物纤维转变成碳纤维,同时里面的钨酸铵盐也分解出金属钨。在本实施例中,将经过预氧化处理过的原纤维,在氮气氛围的保护下进行碳化处理,氮气的流速为70ml/min,在415,520,600°C各处理2分钟,再在700,925,1050°C各

处理 1 分钟,从而得到具有抗电离辐射的纤维。

[0039] 所得到的纤维经机织工艺得到平纹坯布,优选机织工艺为:经向密度 60 根/10cm,纬向密度 60 根/10cm,得到幅宽 100cm,厚度为 1mm 的微米坯布。

[0040] X-射线防护功能评定采用西门子 Multix 射线源在 70kV 运行,使用 Radcal-MDH2025 电离腔剂量计在样品下方 15 厘米处测定透过剂量,计算等效铅板厚度。本实施例收集到的纤维累计厚度为 0.75mm,经 X 射线评定,其等效铅板厚度为 0.35mm。

[0041] 对这些平纹坯布进行常规的后续处理,即可以制备出防辐射屏蔽功能的穿着衣物等。

[0042] 实施本发明的有益效果:原材料来源方便,工艺稳定可靠,整体采用现有的纺丝与碳化设备,产品应用安全无毒性,相比于铅板,钨板等,该纤维具有轻便,环保等特点。获得了具有电离辐射防护作用的整束或者单根纤维,该纤维材料中金属钨呈纳米颗粒并与纤维紧密结合,不会从纤维中脱落。既具有纤维物的性能,同时又具有金属钨的抗辐射功能,并且可根据不同的配比制造出不同密度的产品,开拓金属钨材料在织物领域的应用。

[0043] 以上结合具体实施例,进一步阐述本发明。但这些实施例仅用于说明本发明而不是用于限制本发明的实施范围。此外还应该理解,在阅读本发明的内容之后,本领域相关技术人员可以对本发明作各种改动和修改,这些等价形式同样落于本申请所附要求书中所限定的范围。

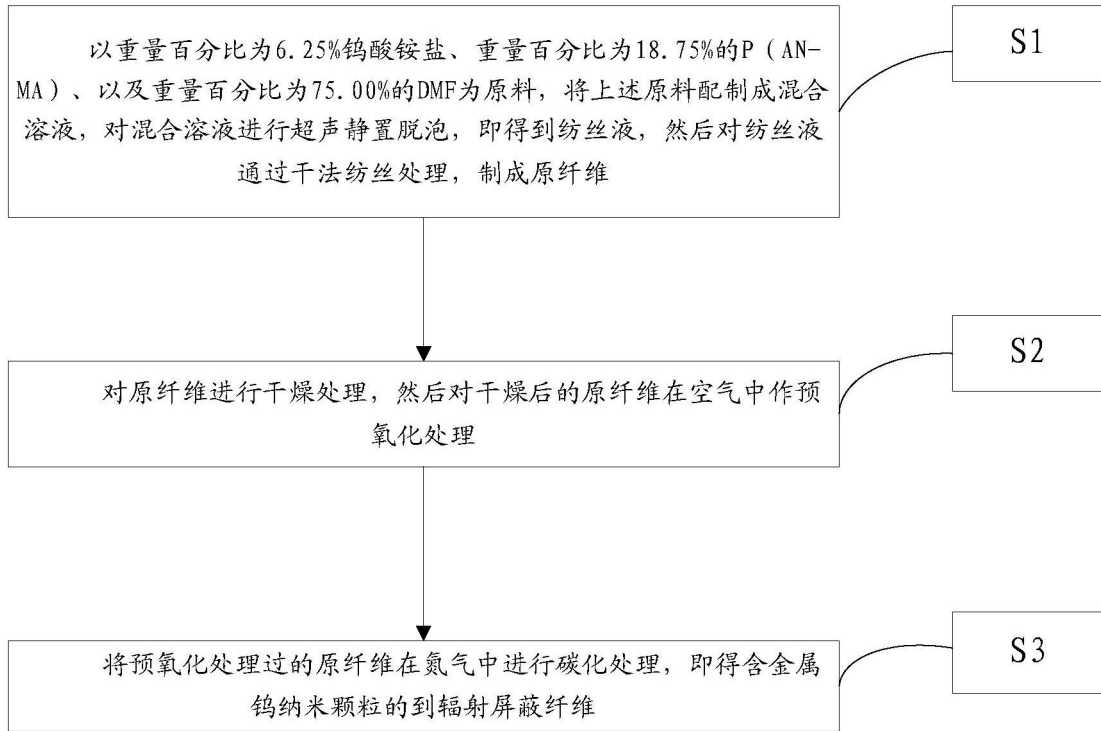


图 1

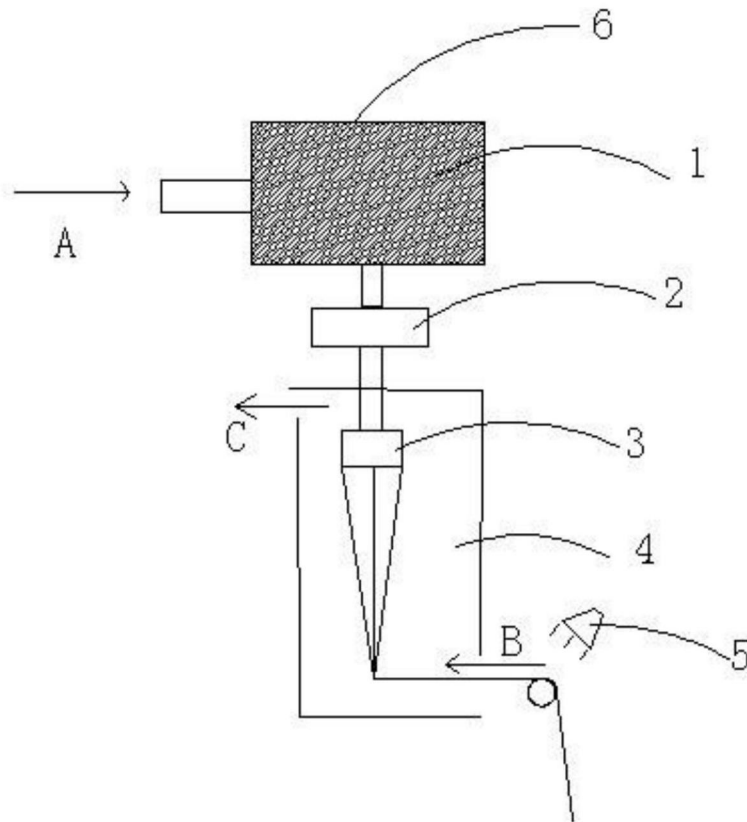


图 2