

文章编号: 1007-8827(2007)01-0047-06

催化处理 Lyocell 纤维在热解过程中的 结构与性能变化

吴琪琳, 龚静华, 张志海, 潘 鼎

(东华大学 纤维材料改性国家重点实验室, 上海 200051)

摘 要: 分别采用扫描电镜(SEM)、广角 X-ray 衍射(WAXD)和小角 X-ray 散射(SAXS)研究分析了经含硫酸和尿素催化剂催化处理的 Lyocell 纤维在热解过程中结构、性能的变化。发现在低温热解前阶段($< 200\text{ }^{\circ}\text{C}$)随着处理温度的升高其密度增大, 高于 $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 后密度有所下降。纤维强度则表现出先下降后升高的变化规律, 并在 $150\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度区存在一个“零强度点”。在此过程中纤维聚合度也发生了类似强度的变化。同时, 纤维结晶结构由纤维素 II 型向碳纤维的二维乱层石墨结构转化。

关键词: Lyocell 纤维; 碳纤维; 结构; 性能

中图分类号: TQ 342⁺.749

文献标识码: A

1 前言

粘胶纤维是较早用于制备碳纤维的原丝材料。自 20 世纪 60 年代以来, 人们就对多种纤维素纤维包括粘胶纤维的热解行为进行了系统的研究, 并提出了相应的热解机理。^[1-7] 但粘胶纤维本身存在强度低、制备过程对环境污染严重等问题。而用新型“绿色”纤维素纤维—Lyocell 纤维来制备碳纤维的设想已初步得以实现, 研究内容主要涉及 Lyocell 纤维与传统粘胶纤维及其相应碳纤维结构性能的对比如^[8-11]。然而, 目前催化处理后制得的 Lyocell 基碳纤维品质不甚理想^[8], 研究者尚不明了存在的关键问题, 鲜见有关热处理过程中 Lyocell 纤维结构性能变化的研究报道。

Lyocell 纤维的化学结构式与传统的粘胶纤维都是 $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_n$, 在没有催化剂的情况下, 均不可能获得性能相对较好的碳纤维。本文主要分析研究经催化处理后 Lyocell 纤维在室温至 $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 热解过程中的物理机械性能、表面形态结构、内部孔洞和结晶结构的变化, 以期优化热解条件, 为制备新型高性能纤维素基碳纤维提供实验依据。

2 实验

2.1 试料及其处理

所用 Lyocell 纤维由本校有关课题组研制提供。

在一定温度下, 将粉碎至一定程度的木浆粕和适量抗氧剂在真空加热搅拌条件下溶解于一定浓度的 N-甲基吗啉-N-氧化物(NMMO)溶剂中, 然后在恒压下, 以水为凝固剂常温纺丝得到 Lyocell 纤维。Lyocell 纤维通过催化剂浸渍处理, 催化剂为一定浓度的硫酸和尿素的混合水溶液, 将催化处理的 Lyocell 纤维记为 c-Lyocell 纤维(Lyocell fibre of catalytic treatment)。再将 c-Lyocell 纤维在空气介质中经四段温度($100\text{ }^{\circ}\text{C}$, $150\text{ }^{\circ}\text{C}$, $200\text{ }^{\circ}\text{C}$, $250\text{ }^{\circ}\text{C}$)的热处理, N_2 保护下于 $1300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 炭化处理得到碳纤维。在每一个温度处理段的尾端取样, 供结构性能的测试分析。

2.2 物性测试与表征

2.2.1 纤维束丝强度

用英国 Testometric Micro 350 万能材料试验机, 对 c-Lyocell 原丝和热处理($\leq 250\text{ }^{\circ}\text{C}$)丝进行测定, 其中拉伸速率为 100 mm/min , 夹距为 200 mm 。 $1300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 处理丝(碳纤维)的强度测定, 按 GB3362-82 进行。将一束纤维均匀上胶后于 $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘 30 min , 拉伸速率为 10 mm/min , 夹距为 200 mm 。

2.2.2 溶解度

取适量纤维在 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度下烘干至衡重 M_0 后, 放入质量分数 2% NaOH 溶液中溶解至平衡, 将残余物过滤后烘干至衡重 M_1 , 溶解度以 $(M_0 - M_1)/M_0$ 计。

收稿日期: 2006-05-11; 修回日期: 2006-11-20

基金项目: 国家自然科学基金(20074005)。

作者简介: 吴琪琳(1970-), 女, 安徽人, 博士, 副研究员, 主要研究方向: 高性能纤维及其复合材料。Tel: +86-21-62373647,

E-mail: wql@mail.dhu.edu.cn

2.2.3 密度

用粉末法测定。先将纤维剪成极细的粉末,取少量放入试管中萃取,将萃取后的样品放入由轻液、重液混合的组成液试管中,在 25℃下,不断向试管中滴加轻液或重液,直至粉末在试管中达到分散平衡,再采用 PZB-5 型液体比重天平测定平衡液(试样)的比重。

2.2.4 表面形态

将纤维分散并固定在试样架上,喷金,用日本 JSM-5600LV 型扫描电镜(SEM)观察纤维表面形态(分辨率 < 3.5 nm)。

2.2.5 孔径分布

把一定的样品丝束绕在样品架上(在样品架上的缠绕圈数完全相同),用日本 RIGAKUDMAX-rB 型 X-ray 衍射仪,用小角 X-ray 散射测试试样的孔径大小及分布。参数设定: Cu 靶,电压 40 kV,电流 100 mA,扫描速率 0.5°/min,扫描范围 0.05°~5°。

2.2.6 结晶结构

将样品剪成粉末状,压入样品架内,在日本 RIGAKUDMAX-rB 型 X-ray 衍射仪上旋转 2 θ ,得到广角衍射曲线。参数设定:电压 40 kV,电流 30 mA,扫描速率 6°/min,范围 6°~50°。

3 结果与讨论

3.1 力学性能的变化

在空气介质中于 $\leq 250^{\circ}\text{C}$ 温度分段热处理后, c-Lyocell 纤维最直观的变化为颜色变化。由表 1 热处理后 c-Lyocell 纤维的物性变化可见, 150℃时纤维已由白色变为黄色, 200℃时纤维呈褐色, 250℃时已变为黑色。显然, 分段热处理后 c-Lyocell 纤维的结构发生了变化。

表 1 不同温度热处理后 c-Lyocell 纤维的性能					
Table 1 Properties for c-Lyocell fibers subjected to thermal treatments at different temperatures					
Temperature $t/^{\circ}\text{C}$	Color	Tensile strength σ/MPa	Break elongation $\varepsilon/\%$	Solution in 2% NaOH $\omega/\%$	Density $\rho/\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$
25	White	120	11.0	0	1.513
100	White	90	9.0	5	1.537
150	Yellow	30	2.0	23	1.570
200	Brown	20	0.9	57	1.565
250	Black	27	1.2	3	1.549
1300	Black	800	1.7	0	

为更好地分析 c-Lyocell 纤维结构与性能的变化,

笔者将其与国产粘胶原丝和俄罗斯粘胶原丝进行对比。图 1 为三种纤维热处理后的密度变化曲线。可以看出, c-Lyocell 原丝密度略高于其他两种粘胶原丝, 这与纺丝方法有直接的关系^[10]。粘胶纤维在湿法纺丝过程中由于双扩散的作用, 纤维不可避免存在皮芯结构, 芯层具有较多孔洞且结构相对疏松; 而 Lyocell 纤维是利用浆粕在 NMMO(N-甲基吗啉- N-氧化物) 中溶解后再纺制的纤维, 在整个纺丝过程中无化学反应, 形成的几乎是全皮层结构, 且结构致密, 结晶度较高^[8,10], 因此 c-Lyocell 原丝密度相对较高。

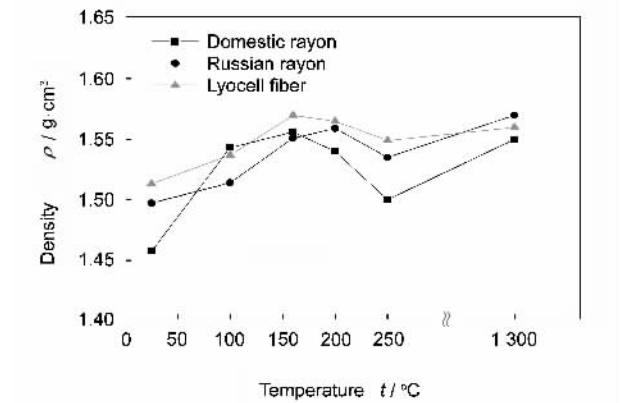


图 1 不同温度热处理后三种纤维的密度变化
Fig. 1 Density changes of different fibers subjected to thermal treatments at different temperatures

经 100℃、150℃处理后, 三种纤维密度均逐渐增大。这是由于 100℃处理后纤维的结晶度增加(随后的 X-ray 衍射分析将证明这一点), 并且纤维内部的孔洞部分缩小。150℃时发生脱水反应, 纤维中的纤维素大分子链主要以 H₂O 分子的方式除去 H、O 杂原子, 这些因素均可导致纤维密度增加。在 200℃、250℃处理阶段, 纤维失重显著(接近 60%)。尽管碳的相对含量是逐渐增加的, 但产生的大量挥发性气体如 CO、CO₂ 等, 将导致纤维内部形成新的孔洞^[12,13]。另外, 在此阶段纤维的结晶度明显下降(随后的 X-ray 衍射分析将予说明), 致使纤维密度有所下降。纤维经 1300℃炭化后, H、O 原子进一步脱除, 碳的四碳碎片结构逐渐形成了碳网平面并堆叠成石墨的二维乱层结构^[1,3], c-Lyocell 基炭纤维的密度达到 1.55 g/cm³, 与常规粘胶基炭纤维密度(1.5 g/cm³~1.6 g/cm³)相当。

Lyocell 原丝的抗拉强度较粘胶纤维要高得多, 几乎是后者的 2 倍^[8]。图 2 给出了不同温度热处理后纤维力学性能的变化。可见, 经催化和 100℃处

理后,纤维抗拉强度略微下降。 $>150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 后,纤维抗拉强度和断裂伸长的下降与其热降解有关。笔者发现,纤维在 $150\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围存在一个“零强度”点,几乎无抗拉强度。这就要求要通过控制温度、速度等处理条件,以避免“零强度”点出现在处理炉的转辊处。 $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 纤维强度才开始回升,但伸长仍小于 2% 。经炭化处理后,制得的 c-Lyocell 基炭纤维抗拉强度达 0.8 GPa 。

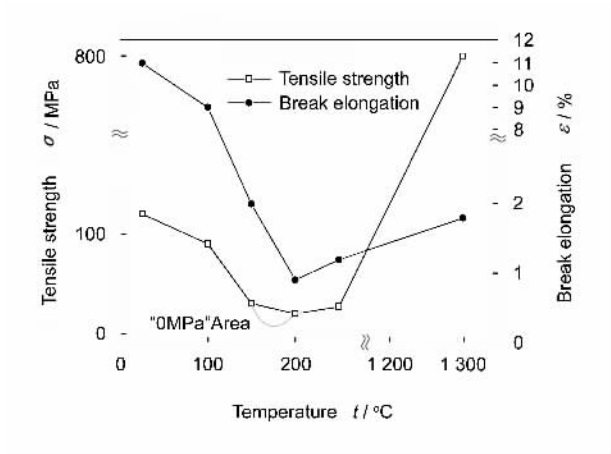


图 2 不同温度热处理后 c-Lyocell 纤维的强伸度变化
Fig. 2 The tensile strength and break elongation of c-Lyocell fibers subjected to thermal treatments at different temperatures

3.2 聚合度的变化

纤维抗拉强度与其聚合度有一定相关性,纤维在质量分数 2% NaOH 溶液中溶解程度可表征聚合度的变化^[3]。图 3 为热处理后 c-Lyocell 纤维在质量分数 2% NaOH 溶液中的溶解度。由图 3 可见, Lyocell 原丝(聚合度约 600)在 NaOH 溶液中是不溶的;经过 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 处理后,纤维溶解度上升为 5% ,这主要是由于吸附的催化剂溶于水造成的;经

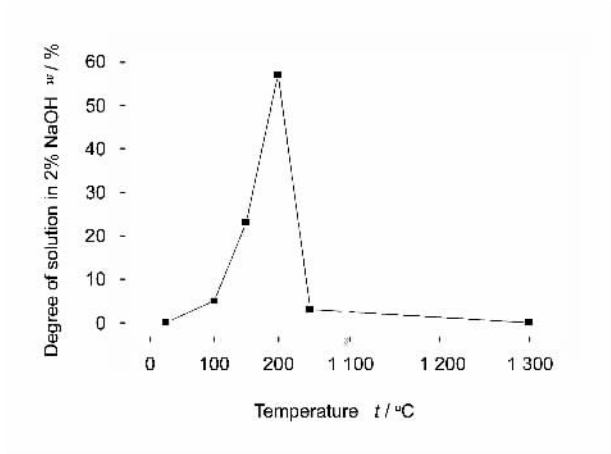


图 3 不同温度热处理后 c-Lyocell 纤维在 2% NaOH 溶液中的溶解度
Fig. 3 The solution degree in 2% NaoH for c-Lyocell fibers subjected to thermal treatments at different temperatures

$150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 处理后,纤维在质量分数 2% NaOH 溶液中的溶解度迅速上升,达到 60% ,表明由于热解,纤维聚合度明显下降;但经 $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 处理后,纤维的溶解却急剧下降至 3% 左右,表明在此温度下纤维已开始芳构化或形成分子间交联,直至炭化形成碳的六元环结构^[3,5],在质量分数 2% NaOH 溶液中的溶解度不再变化。

3.3 表面形态结构的变化

图 4 为热处理后 c-Lyocell 纤维的扫描电镜照片。可以看出,热解过程中 c-Lyocell 纤维表面形态发生了明显变化。 $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下, c-Lyocell 原丝表面光滑、无裂痕,与粘胶纤维表面结构完全不同^[9]。 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,纤维表面凹凸不平,这是由于表面发生脱水反应和催化剂中的有机盐析出所致。温度进一步升高至 $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,纤维表面开始出现明显的沿纤维轴向的裂纹和裂缝,颜色变黄,纤维强度下降,表明热解反应加剧。当温度升高至 $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,表面缺陷更加明显,甚至出现了沿轴向分布的几微米至几十微米的裂缝,此时纤维失重显明,纤维强度也急剧下降,这均表明纤维聚合度以及形态结构的改变。然而,当温度升高至 $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,纤维的表面又呈现与原丝相近的光滑平整状态。笔者认为,这是由于纤维的表层脱落所致。炭化后,纤维表面结构基本保留了 $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时的形态,但出现了表面孔洞。需要指出,这些孔洞缺陷对纤维性能有较大的影响,应该严格控制处理过程,尽量减少孔洞的生成^[14, 15]。

3.4 纤维内部孔洞的变化

承受外力时炭纤维发生脆性断裂,在很大程度上是由组织缺陷引起的^[13],这些缺陷主要包括表面裂纹以及表面和内部孔洞。就内部孔洞而言,主要研究内容局限于高温炭化区($>1000\text{ }^{\circ}\text{C}$)^[3]。可以认为, c-Lyocell 纤维在形成炭纤维的整个热解过程中(室温 $\sim 1300\text{ }^{\circ}\text{C}$),均会导致内部孔洞结构的形成和变化。处理温度不同,孔洞尺度及其分布将发生变化。通过 SAXS 分析发现 c-Lyocell 与粘胶原丝相似,内部以小于 2.0 nm 的微孔为主^[13],其比例占到了近 90% (国产粘胶原丝和俄罗斯原丝微孔分别占 99.7% 和 99.5%)。经 $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 处理后 c-Lyocell 纤维内部的微孔比例增大到 98% ,中孔比例有所下降。说明在此温度下,纤维内部孔洞尺寸有所缩小。需要指出的是,这时内部产生了 0.1% 的孔径为 234.7 nm 的大孔。大孔的出现与表面的裂纹、缝有关,SEM 观察也证实了这一点(图 4)。 $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 处理后,大、中孔洞尺寸有所缩小。由图 5 热

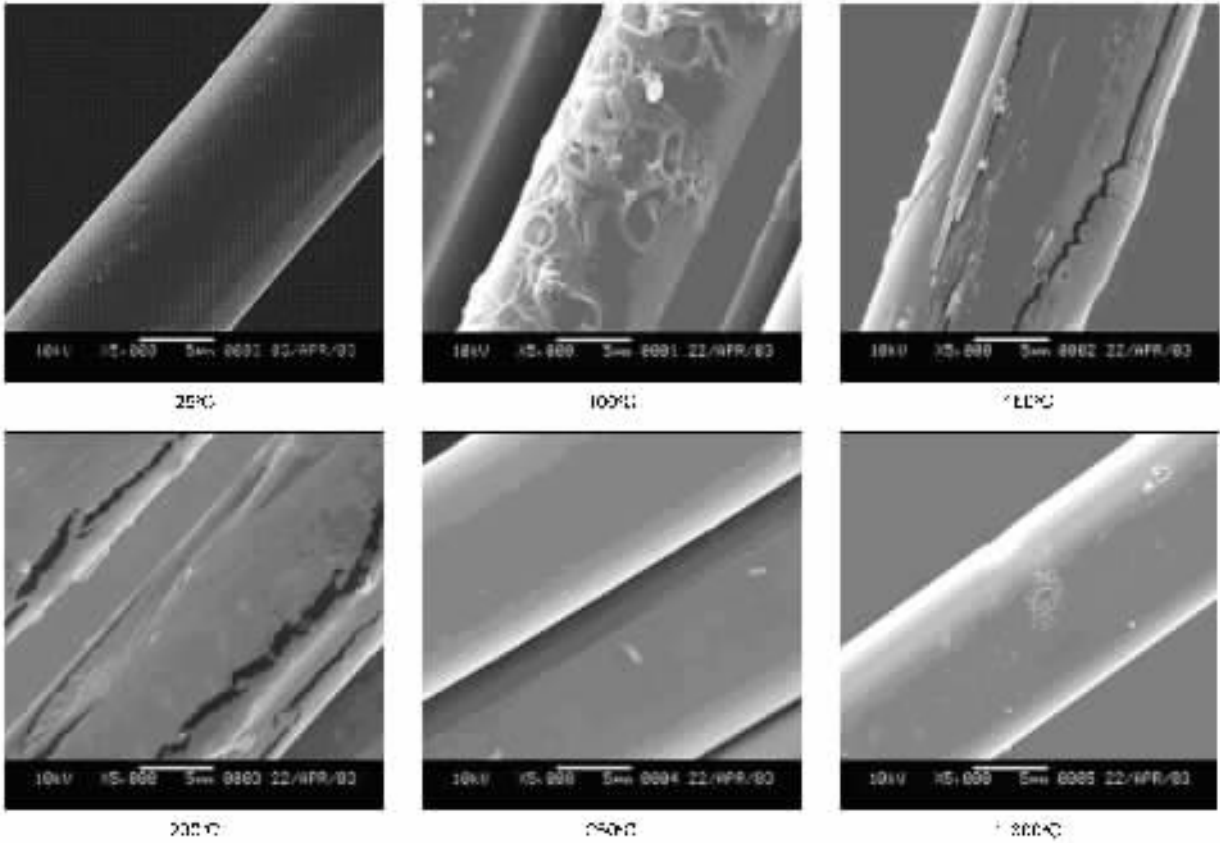


图 4 不同温度热处理后 c-Lyocell 纤维的扫描电镜照片

Fig. 4 SEM photos of c-Lyocell fibers subjected to thermal treatments at different temperatures

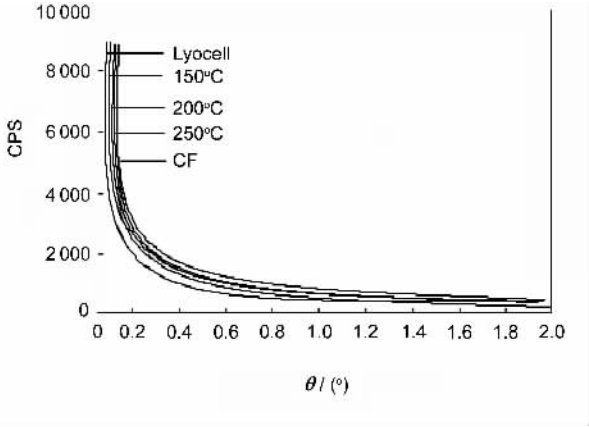


图 5 不同温度热处理后 c-Lyocell 纤维的 SAXS 曲线

Fig. 5 SAXS Curves of c-Lyocell subjected to thermal treatments at different temperatures

处理后 c-Lyocell 纤维的 SAXS 曲线可见,该温度范围处理的 c-Lyocell 纤维的散射强度还是增加的,这可解释为由于孔的总量增加所致。在此阶段,纤维可能发生了复杂的化学变化(已在后续的 TG-MS、GC/MS 研究中得到证实),产生了多种挥发性副产物^[5,7],气体的排除可能导致新孔洞的产生^[13]。炭化后纤维内部未出现 > 100 nm 的大孔,并且中孔比

例只有 0.9%,优于中孔比例达 1.5% 的粘胶基炭纤维^[13]。由 Griffith 理论可知,决定纤维强度的正是大尺寸缺陷,大尺寸孔所占比例的降低对其强度的提高十分有利。

基于上述分析笔者认为,碳纤维内部的孔洞由两部分组成:一部分来源于原丝,另一部分产生于热解过程。要提高炭纤维强度必须控制其内部孔洞的总量和尺寸,其原丝制备工艺以及热解、炭化工艺的优化均尤为重要。

3.5 结晶结构变化

纤维素主要有四种结晶变体^[16]:纤维素 I、纤维素 II、纤维素 III 和纤维素 IV,其中纤维素 III 和纤维素 IV 还各有两种结晶变体,即纤维素 III(I)、纤维素 III(II)和纤维素 IV(I)、纤维素 IV(II)。在一定条件下有些结晶变体之间可以相互转化,而有些则只能单向转化。天然纤维素均为纤维素 I,而经过碱处理、溶解和纤维素酯皂化等加工手段处理后的纤维素则可转化为纤维素 II。纤维素的各

寸等参数的计算结果。

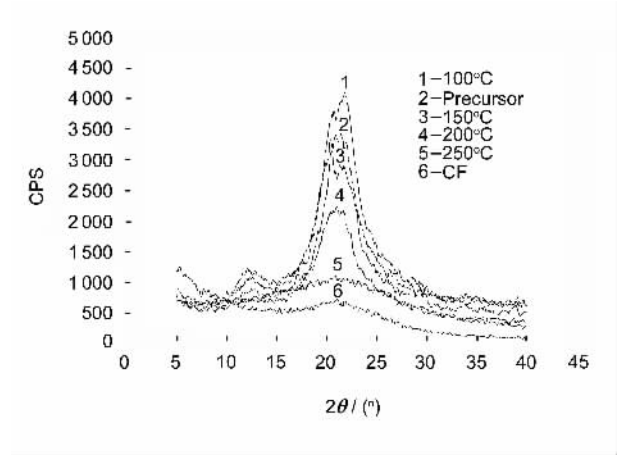


图 6 经热解处理的 c-Lyocell 纤维的 X-ray 衍射曲线
Fig. 6 WAXD curves of c-Lyocell subject to thermal treatments at different temperatures

在 250℃处理之前,c-Lyocell 纤维衍射曲线(图 6 中曲线 1~曲线 4)中主要有 12°附近的 101、20°附近的 10 $\bar{1}$ 和 22°附近的 002 三个衍射峰。当其经

100℃处理后,可以看到纤维的结晶度由原丝的 62.88%增大到 70.97%,说明其晶区有所增长。但当温度升高到 150℃时,纤维衍射曲线强度下降,结晶度减小,说明伴随着脱水反应,晶区的结构开始被破坏,且极有可能是从表面晶区开始进行的。当温度升至 250℃时,纤维的结晶度大幅下降,尖锐峰已经不存在,表明原有纤维素 II 型的晶区结构已完全被破坏。炭化后的纤维结晶曲线与 250℃的馒头衍射峰有所不同,而与粘胶基炭纤维的衍射曲线极其相似,笔者的前期研究也证实了这点^[17]。馒头峰峰值均出现在 21.8°附近,说明结晶结构已从纤维素的单斜晶系转变为炭纤维的二维乱层石墨结构。但馒头衍射峰的出现说明 c-Lyocell 炭纤维的结晶结构不完整。根据 002 面晶粒尺寸推算,晶区只存在于 3 层~5 层碳网平面的堆叠,并且仅通过衍射曲线很难计算其结晶度。要获得高强度 c-Lyocell 炭纤维还需优化工艺条件,使其六元环结构碳网平面尺寸更大,排列更规整,晶粒尺寸更大。

表 2 不同温度热处理后 c-Lyocell 纤维的结晶参数
Table 2 Crystal parameters of c-Lyocell fibers subject to thermal treatments at different temperatures

Temperature t/℃	Crystal w/%	2θ/(°)			L _{hkl} /nm		
		101	10 $\bar{1}$	002	101	10 $\bar{1}$	002
Precursor	62.88	12.2	20.3	22.0	2.18	2.52	5.18
100	70.97	11.8	20.3	22.1	2.95	2.98	4.67
150	62.86	12.0	20.5	22.3	2.50	2.98	4.68
200	44.03	12.4	20.6	22.4	2.49	2.19	1.94
250	35.03			22.1			0.80
1300				21.8			1.16

4 结论

- (1) c-Lyocell 纤维的密度在低温热解前期随温度的升高先增大(到 150℃时密度最大)后减小。
- (2) 在低温热解前阶段纤维(<200℃)聚合度和强度下降,强度在 150℃~200℃期间存在“零强度区”,直至 250℃纤维聚合度和强度才开始增加。
- (3) Lyocell 原丝表面光滑,经热处理后表面缺陷增加,在 200℃左右纤维表面出现沿轴向分布的几微米至几十微米的裂缝,到 250℃时纤维的表面又恢复到光滑状态,但在炭纤维表面观测到了孔洞。
- (4) Lyocell 纤维内部以微孔为主,经过热解处理后大、中孔洞尺寸有所缩小,但孔的总量增加,炭化后纤维内部没有出现大孔。
- (5) Lyocell 纤维的纤维素 II 型结晶结构在热解过程中经历了先增长后破坏的过程,250℃之后

开始向炭纤维的二维乱层石墨结构转变。

参考文献

[1] 贺福. 粘胶基炭纤维[J]. 新型炭材料, 1999, 14(2): 79.
(He Fu. Rayon carbon fiber[J]. New Carbon Materials, 1999, 14(2): 79.)

[2] Schmidt D L, Craig R D. Advanced carbon fibric / phenolics for thermal protection application[R]. AD A116829, 1982.

[3] Konkin A A. Production of Cellulose Based Carbon Material [M]. Elsevier Science Publishers, Berlin, Germany, 1985. 283-285.

[4] Green A S E, Zanardi M. Cellulose pyrolysis and quantum chemistry[J]. International Journal of Quantum Chemistry, 1998, 66(3): 219-227.

[5] Basch A, Lewin M. The influence of fine structure on the pyrolysis of cellulose, II. Pyrolysis in air[J]. Journal of Polymer Science: Polymer Chemistry Edition, 1973, 11(12): 3095-3101.

[6] Hirata T, Okamoto H. Isothermal pyrolysis of cellulose untreated

- and treated with some flame-retardants[J]. Journal of Polymer Science: Polymer Chemistry Edition, 1984, **22**(11): 3 071-3 089.
- [7] Plaisantin H, Pailler R, Guette A, et al. Conversion of cellulosic fibers into carbon fibers—a study of the mechanical properties and correlation with chemical[J]. Composites Science and Technology, 2001, **61**(14): 2 063-2 068.
- [8] Wu Q L, Pan D. A new cellulose based carbon fiber from Lyocell[J]. Textile Research Journal, 2002, **72**(5): 405-410.
- [9] 吴琪琳, 潘 鼎. Lyocell 基碳纤维表面微结构的 STM 研究[J]. 新型炭材料, 2003, **18**(3): 209-213.
(WU Qi-lin, PAN Ding. Surface studies on Lyocell-based carbon fibers by scanning tunneling microscopy[J]. New Carbon Materials, 2003, **18**(3): 209-213.)
- [10] Clarence C. Cellulose fibers and films production from cellulose solution in solvent comprising mixture of amine oxide and non-solvent for cellulose[P]. US Paten: 4 416 698, 1980.
- [11] 张慧慧, 郭利伟, 邵惠丽. 炭黑填充 Lyocell 纤维的制备及其用于碳纤维原丝的研究初探[J]. 新型炭材料, 2004, **19**(3): 172-178.
(ZHANG Hui-hui, GUO Li-wei, SHAO Hui-li. A preliminary study on the preparation of carbon black filled Lyocell fiber and its use as the precursor of carbon fibers[J]. New Carbon Materials, 2004, **19**(3): 172-178.)
- [12] 杨序纲, 王依民, 陈惠芳. 粘胶纤维碳化过程中的形态学结构[J]. 中国纺织大学学报, 1997, **23**(4): 1-7.
(YANG Xu-gang, WANG Yi-min, CHEN Hui-fang. Morpho-logical structure of rayon fiber during the carbonization[J]. Journal of China Textile University, 1997, **23**(4): 1-7.)
- [13] 吴琪琳, 潘 鼎. 粘胶纤维碳化过程中微孔分布的变化[J]. 材料导报, 2001, **16**(8): 62-63.
(WU Qi-lin, PAN Ding. Studies on the void formation of rayon-based carbon fibers[J]. Materials Review, 2001, **16**(8): 62-63.)
- [14] 贺 福, 王润娥. 碳纤维的形态缺陷[J]. 碳素, 1984(2): 39-43.
(HE Fu, WANG Rui-e. The morphology defects of carbon fibers[J]. Carbon(Chinese), 1984(2): 39-43.)
- [15] Kyotani T. Control of pore structure in carbon[J]. Carbon, 2000, **38**(2): 269-286.
- [16] 刘瑞刚, 胡学超, 章潭莉. 棉纤维素在 NMMO 中溶解前后结晶结构的变化[J]. 中国纺织大学学报, 1998, **24**(4): 7-10
(LIU Rui-gang, HU Xue-chao, ZHANG Tan-li. Transformation of crystalline structure of linter pulp during dissolving in NMMO · H₂O[J]. Journal of China Textile University, 1998, **24**(4): 7-10.)
- [17] 吴琪琳, 潘 鼎. X-ray 衍射法研究粘胶纤维在热处理过程中晶区结构的变化[J]. 中国纺织大学学报, 1998, **24**(6): 92-94.
(WU Qi-lin, PAN Ding. Study on the crystalline structure of rayon fiber during the heat-treatment using X-ray diffraction[J]. Journal of China Textile University, 1998, **24**(6): 92-94.)

Changes in the structure and properties of lyocell fibers treated by a catalyst during pyrolysis

WU Qi-lin, GONG Jing-hua, ZHANG Zhi-hai, PAN Ding

(State Key Laboratory for Modification of Synthetic Fibers and Polymer Materials, Donghua University, Shanghai 200051, China,)

Abstract: Changes in the structure and mechanical properties during the conversion of lyocell precursors to carbon fibers were investigated by scanning electron microscopy, wide angle X-ray diffraction and small angle X-ray scattering when they were treated with a catalyst containing sulfuric acid and carbamide. It was found that the density of fibers first increased with temperature, then decreased when the temperature exceeded 200 °C. The strength decreased gradually and was close to zero between 150 °C and 200 °C, but then increased with increasing temperature. The degree of polymerization showed similar changes to the strength changes during pyrolysis. The crystalline structure of the cellulose II crystals in lyocell fibers was converted to a 2D turbostratic carbon structure.

Keywords: Lyocell fibers; Carbon fibers; Structure; Property

Foundation item: National Natural Science Foundation of China (20074005).

Author introduction: WU Qi-lin(1970-), female, Ph. D., Associate Professor, engaged in high performance fibers and their composites.
Tel: +86-21-62373647, E-mail: wql@mail.dhu.edu.cn.