



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103981749 A

(43) 申请公布日 2014. 08. 13

(21) 申请号 201410000319. 4

(22) 申请日 2014. 01. 02

(71) 申请人 大连工业大学

地址 116034 辽宁省大连市甘井子区轻工苑
1 号

(72) 发明人 韩颖 赵永健 樊婷婷 李海明
周景辉

(51) Int. Cl.

D21C 3/04 (2006. 01)

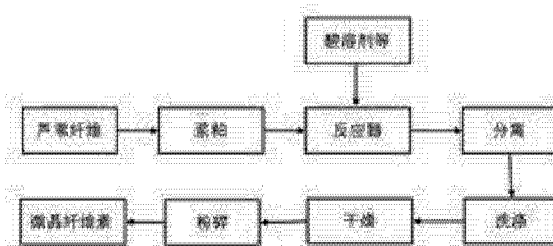
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

芦苇浆粕制备微晶纤维素的方法

(57) 摘要

一种以芦苇植物纤维为原料,用有机或无机酸等作溶剂的微晶纤维素制造方法。将芦苇纤维素与酸混合装入反应器中,在 0. 1%~10% 的酸溶液浓度,1:2~1:30 的料液比,30℃~110℃ 的反应温度下,反应时间为 20min~150min。然后分离出未溶解物,经洗涤、干燥、粉碎,得到微晶纤维素。本发明解决了微晶纤维素生产原料短缺、生产成本高等难题,提出一个可进行工业化生产微晶纤维素的新原料及其制备方法,具有原料来源广、简单高效、附加值高的特点。



1. 本发明的特征在于以植物纤维芦苇浆粕为原料,制取微晶纤维素,有机或无机酸等溶剂溶解掉植物纤维素的无定形区,保留结晶区,从而制得微晶纤维素。
2. 根据权利要求1所述的浆粕,为了提高其溶解能力,最好将其绒毛化。
3. 根据权利要求1所述的绒毛化浆粕,为了改善其在溶剂中的溶解性,可以采用各种干燥工艺方法,最好是低温真空干燥,以尽量除掉其所含水分。
4. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于所述酸溶液的浓度为0.1%~10%。
5. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于所述料液比为1:2~1:30。
6. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于所述反应温度为30℃~110℃。
7. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于所述反应时间为20min~150min。

芦苇浆粕制备微晶纤维素的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及生物质精炼技术,特别是涉及生物质精炼过程中降低生产成本同时节约能源及增加附加值的技术,具体是从植物纤维素芦苇浆粕中提取微晶纤维素的方法。

背景技术

[0002] 充分利用可再生绿色资源,是绿色化学研究的重要内容。纤维素作为自然界中产量最大的天然高分子材料,对其合理的使用是解决先进人类面临的环境和资源问题的最有效的方法。从可持续发展、环境的保护和生物可降解的特点出发,人们对于利用天然纤维素,生产各种纤维素衍生物寄予了很大期望,具有很好的工业化前景。开展芦苇浆粕的研究,开发纤维素衍生物,使芦苇浆粕高值化,有助于最大利润的应用芦苇浆粕,这将会产生很好的社会效益、环境效益和经济效益。

微晶纤维素(MCC)是天然纤维素经稀酸水解至极限聚合度(LODP)的固体产物。MCC具有许多优良特性,比如纯度高、化学稳定性高、无污染、磨损度低、有良好的压缩性、崩解迅速、流动性好等,可作为防结块剂、填充剂、崩解剂、助流动剂、润滑剂、糖衣添加剂等,广泛应用于制药、食品化工等行业。由于越来越广的用途,其市场前景特别好。美国是世界微晶纤维素最大生产国,其次是巴西和日本。随着经济全球化,各国微晶纤维素的生产也趋于同步发展。当前我国微晶纤维素行业发展迅速,产品生产出现持续扩张趋势,加上国家产业政策鼓励,以及投资者对我国企业新增投资项目的关注,都进一步促进我国微晶纤维素行业的发展。

发明内容

[0003] 本发明立足我国生物质精炼现状,用一定的酸溶液处理浆粕,在保证提取质量的前提下,提取浆粕中的微晶纤维素,旨在为芦苇原料提取微晶纤维素的开发和利用提供生产方法。本发明的工艺方法见附图1所示。

目的通过如下技术方案实现:

为了改善原料的溶解性能,可将其制成绒毛状,然后做干燥处理,干燥过程可以采用各种方法,为了不改变植物纤维的特性,最好采用低温真空干燥。将干燥后的绒毛化的浆粕溶入反应器内的酸溶液中,这里的溶剂应为无机酸或有机酸或二者混合溶液。本发明所述的制备方法优选所述酸溶液的浓度为0.1%~10%,料液比为1:2~1:30,反应温度为30℃~110℃,反应时间为20min~150min。

溶解过程结束时,可以采用离心沉降或过滤等方法,分离出其中的未溶解物,并用水洗涤至中性,将其干燥,粉碎即制得微晶纤维素。

附图说明

[0004] 图1为本发明的工艺方法生产流程图。

有益效果

[0005] 本发明与现有技术相比,具有如下优点:

①从原料方面看,目前国内外的生产主要以棉、木浆粕为原料,成本较高,以棉短绒、稻草、甘蔗渣为原料制备 MCC 还未形成大规模工业化生产。由于芦苇原料来源广泛,成本较低,对环境的影响较小,能够创造较高的经济效益,是开发利用的一个方向。开展芦苇浆粕的研究,开发纤维素衍生物,使芦苇浆粕高值化,有助于最大利润的应用芦苇浆粕,这将会产生很好的社会效益、环境效益和经济效益。

②本发明中采用酸溶液处理浆粕提取微晶纤维素,可以非常方便的在现行生物质精炼流程中应用,通过对提取工艺条件的优化,得到了提取微晶纤维素的最优工艺条件。

具体实施方式

[0006] 下面结合本发明中微晶纤维素的提取条件以及微晶纤维素的聚合度及结晶度等对本发明作进一步说明,下述非限制性实施例可以使本领域的普通技术人员更全面地理解本发明,但不以任何方式限制本发明。

实施例 1

[0007] ①将芦苇浆粕打成绒毛状,平衡水分,取处理后的浆粕(同时另取试样测定水分含量)装入锥形瓶内,以料液比为 1:7,加入浓度为 8% 的酸溶液,密封后,保持反应温度为 100℃,反应时间为 75min,然后冷却,进行稀释,静置固液分层后,分离固形物,洗至中性(离心分离固形物),烘干,粉碎得微晶纤维素。

②所得微晶纤维素:聚合度 201L · g⁻¹,结晶度 74%,得率 84%,灰分 0.10%。

实施例 2

[0008] ①将芦苇浆粕打成绒毛状,平衡水分,取处理后的浆粕(同时另取试样测定水分含量)装入锥形瓶内,以料液比为 1:15,加入浓度为 10% 的酸溶液,密封后,保持反应温度为 90℃,反应时间为 60min,然后冷却,进行稀释,静置固液分层后,分离固形物,洗至中性(离心分离固形物),烘干,粉碎得微晶纤维素。

②所得微晶纤维素:聚合度 160L · g⁻¹,结晶度 66%,得率 80%,灰分 0.12%。

实施例 3

[0009] ①将芦苇浆粕打成绒毛状,平衡水分,取处理后的浆粕(同时另取试样测定水分含量)装入锥形瓶内,以料液比为 1:20,加入浓度为 9% 的酸溶液,密封后,保持反应温度为 85℃,反应时间为 120min,然后取出冷却,进行稀释,静置固液分层后,分离固形物,洗至中性(离心分离固形物),烘干,粉碎得微晶纤维素。

②所得微晶纤维素:聚合度 216L · g⁻¹,结晶度 65%,得率 82%,灰分 0.05%。

实施例 4

[0010] ①将芦苇浆粕打成绒毛状,平衡水分,取处理后的浆粕(同时另取试样测定水分含量)装入锥形瓶内,以料液比为 1:10,加入浓度为 7% 的酸溶液,密封后,保持反应温度为 60℃,反应时间为 140min,然后取出冷却,进行稀释,静置固液分层后,分离固形物,洗至中性(离心分离固形物),烘干,粉碎得微晶纤维素。

②所得微晶纤维素:聚合度 235L · g⁻¹,结晶度 71%,得率 86%,灰分 0.09%。

实施例 5

[0011] ①将芦苇浆粕打成绒毛状,平衡水分,取处理后的浆粕(同时另取试样测定水分含

量) 装入锥形瓶内,以料液比为 1:16,加入浓度为 6% 的酸溶液,密封后,保持反应温度为 80℃,反应时间为 90min,然后冷却,进行稀释,静置固液分层后,分离固形物,洗至中性(离心分离固形物),烘干,粉碎得微晶纤维素。

②所得微晶纤维素:聚合度 277L · g⁻¹,结晶度 80%,得率 88%,灰分 0.09%。

综上所述,由实施例 1、2、3、4、5 试验结果可知:酸溶液是提取微晶纤维素的良好溶剂,酸液对芦苇浆粕提取得率相当可观,酸法所制备的微晶纤维素的聚合度及结晶度、灰分均在理论制备微晶纤维素得到的范围之内。本发明所提供的数据论证了芦苇浆粕可以作为原料生产微晶纤维素。

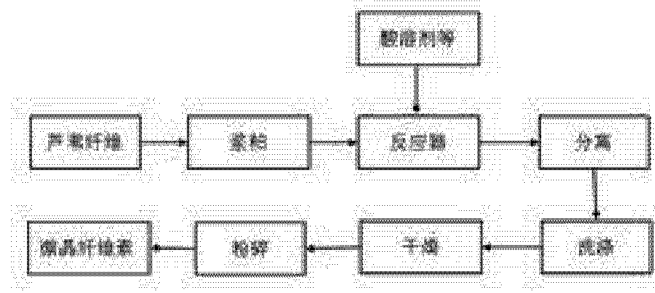


图 1