

[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 00135021.8

[45]授权公告日 2002年7月24日

[11]授权公告号 CN 1088129C

[22]申请日 2000.12.8

[21]申请号 00135021.8

[30]优先权

[32]2000.11.2 [33]CN [31]00130357.0

[73]专利权人 河北吉藁化纤有限责任公司

地址 052160 河北省藁城市东宁路2号

[72]发明人 朱长生 郑书华 赵建芬

周仕强 孙同会 张岩

梁立波 王庆周 范梅欣

[56]参考文献

CN1062939A 1992. 7. 22 D21C3/00

CN1143699A 1997. 2. 26 D21C3/00

CN1219615A 1999. 6. 16 D21C1/00

审查员 祁建伟

[74]专利代理机构 石家庄新世纪专利事务有限公司

代理人 曲家彬

权利要求书2页 说明书5页 附图页数0页

[54]发明名称 利用竹材生产粘胶纤维浆粕的工艺

[57]摘要

本发明涉及一种利用竹材生产粘胶纤维浆粕的工艺,其工艺流程为:备料→切料→筛选→洗料→预水解→洗料→蒸煮→倒料→洗料→筛选→疏解→除砂→浓缩→氯化、洗料→碱精制、洗料→漂白、洗料→酸处理→洗料→除砂→浓缩→抄造。本发明的优点是原料来源丰富,生产成本低,为合理利用资源提供一条新途径。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

权利要求书

- 1、利用竹材生产粘胶纤维浆粕的工艺，其特征在于：
 - (1) 备料：将竹材切料后筛选、清洗；切料规格：长 20--30mm；
 - (2) 预水解、洗料：预水解在蒸煮器中进行，预水解技术条件为：液比：1:2.5--3.5，温度 160--180℃，时间 100--180min；预水解完毕后带压排液，然后用水冲洗；
 - (3) 蒸煮、倒料、洗料：蒸煮在蒸煮器中进行，蒸煮技术条件为：对于绝干浆量，以 NaOH 计总碱用量为 16--26%，液比：1:2.5--3.5；升温总时间：150--240min，小放汽次数： ≥ 2 次，第一次保温温度 130--150℃，保温时间：60--120min，第二次保温温度：155--175℃，保温时间 120--240min；蒸煮后倒料、洗料；蒸煮质量为：KMnO₄ 值：4-10，甲种纤维素： $\geq 95.5\%$ ， \overline{DP} ： $\geq 600DP$ ；
 - (4) 筛选：采用跳筛筛选；
 - (5) 疏解：在疏解机中轻刀疏解，要求浆中无小浆团，或由蒸煮器直接喷放；
 - (6) 除砂、浓缩：在除砂器中进行除砂，技术条件为：除砂浆浓： $0.7 \pm 0.1\%$ ，除砂压力 $> 0.28Mpa$ ；除砂后经浓缩机浓缩，浆浓为：3.0--3.5%；
 - (7) 氯化、洗料：在氯化塔中进行，技术条件为：氯化用氯量：对于绝干浆量，用氯量为 1.90--2.22%，占总用氯量 3.2--3.7% 的 60%，氯化浆浓：3.0--3.5%，氯化时间：40-60min，氯化温度：常温，氯化残氯： $> 0.20g/l$ ，氯化后 PH 值 < 2 ，洗至浆液呈中性；
 - (8) 碱精制、洗料：在碱化塔或漂白机中进行，技术条件

为：碱精制浆浓： $>5.0\%$ ，用碱量相对于绝干浆量，用碱量为 $2.0\text{--}5.0\%$ ，碱精制温度： $50\text{--}90^\circ\text{C}$ ，碱精制时间： $60\text{--}90\text{min}$ ，洗至残碱 $<50\text{g}/\text{m}^3$ ；

- (9) 漂白、洗料：在漂白机中进行，技术条件为：漂白用氯量：相对于绝干浆量，用氯量为 $1.28\text{--}1.48\%$ ，占总用氯量 $3.2\text{--}3.7\%$ 的 40% ，温度 $38\text{--}45^\circ\text{C}$ ，漂白含碱量： $<250\text{g}/\text{m}^3$ ，漂白时间 $120\text{--}240\text{min}$ ；漂白质量要求：白度 $>75\%$ ， $\overline{\text{DP}}$ ： $>450\text{DP}$ ，粘度： $>7.5\text{mpa}\cdot\text{s}$ ，甲种纤维素： $>93\%$ ，洗至残碱 $<50\text{g}/\text{m}^3$ ；
- (10) 酸处理、洗料：酸处理在漂白机中进行，技术条件为：相对于绝干浆量，盐酸用量为 $2.0\text{--}5.0\%$ ，时间： $40\text{--}60\text{min}$ ，温度：常温；酸处理后进行洗料，水洗残酸： $<0.20\text{g}/\text{l}$ ；
- (11) 除砂、浓缩、抄造：在除砂器中进行除砂，除砂后经浓缩机使浆液浓度为 $3.0\text{--}3.5\%$ ；然后在抄浆机中进行抄造，技术条件为：定量 $>400\text{g}/\text{m}^2$ ，水份： $8.5\text{--}13.0\%$ ；
- 2、根据权利要求1所述的工艺，其特征在于蒸煮的技术条件还设有硫化度： $0.1\text{--}28\%$ ，蒽醌： $0.1\text{--}1.0\%$ 。
- 3、根据权利要求2所述的工艺，其特征在于竹材为：慈竹、黄竹、西凤竹、水竹、鸡爪竹、白夹竹、绿竹、方竹。



说明书

利用竹材生产粘胶纤维浆粕的工艺

本发明涉及一种利用竹材生产粘胶纤维浆粕的工艺。

化学纤维作为纺织工业的原料，其发展与日俱增，据统计资料介绍，到九十年代中期，世界化学纤维产量已占纺织纤维总量的47%，其中粘胶纤维又占化学纤维五分之一左右。粘胶纤维的制造，世界上传统的方法是采用针叶木为原料，但随着制浆技术的不断提高和世界性原料的短缺，在国外，阔叶木也被用于生产粘胶纤维。在我国，由于棉花资源较为丰富，且棉短绒的纤维素含量高达95%以上，易于制造高纯度的浆粕，因此大多数厂家采用棉短绒为原料生产粘胶纤维浆粕。采用棉短绒生产粘胶纤维浆粕的方法基本上是采用碱法蒸煮、游离打浆、精选净化，CEH三段或NaClO单段漂白精制而成。其具体工艺为：备料→开棉→碱预浸渍→蒸煮→倒料→洗涤→打浆→除砂→脱水浓缩→预酸→氯化→碱化→漂白→酸处理→洗涤→除砂→浓缩→抄造。采用针叶木、阔叶材为原料，需要大量采伐木材，必将影响环境保护，破坏生态平衡；采用棉短绒为原料，原料短缺极为严重，因此，开发探索新原料势在必行。

本发明的目的是提供一种采用资源丰富的竹子为原料，以竹代木利用竹材生产粘胶纤维浆粕的工艺。

本发明的目的是通过下述技术方案实现的：

利用竹材生产粘胶纤维浆粕的工艺如下：

- (1) 备料：将竹材切料后筛选、清洗；切料规格：长20--30mm；
- (2) 预水解、洗料：预水解在蒸煮器中进行，预水解技术条件为：液比：1:2.5--3.5，温度160--180℃，时间100--180min；预水解完毕后带压排液，然后用水冲洗；
- (3) 蒸煮、倒料、洗料：蒸煮在蒸煮器中进行，蒸煮技术条

件为：对于绝干浆量，以 NaOH 计总碱用量为 16--26%，液比：1:2.5--3.5；升温总时间：150--240min，小放汽次数： >2 次，第一次保温温度 130--150℃，保温时间：60--120min，第二次保温温度：155--175℃，保温时间 120-240min；蒸煮后倒料、洗料；蒸煮质量为： KMnO_4 值：4-10，甲种纤维素： $>95.5\%$ ， $\overline{\text{DP}}$ ： $>600\text{DP}$ ；

- (4) 筛选：采用跳筛筛选；
- (5) 疏解：在疏解机中轻刀疏解，要求浆中无小浆团，或由蒸煮器直接喷放；
- (6) 除砂、浓缩：在除砂器中进行除砂，技术条件为：除砂浆浓： $0.7 \pm 0.1\%$ ，除砂压力 $>0.28\text{Mpa}$ ；除砂后经浓缩机浓缩，浆浓为：3.0--3.5%；
- (7) 氯化、洗料：在氯化塔中进行，技术条件为：氯化用氯量：对于绝干浆量，用氯量为 1.90--2.22%，占总用氯量 3.2--3.7% 的 60%，氯化浆浓：3.0--3.5%，氯化时间：40-60min，氯化温度：常温，氯化残氯： $>0.20\text{g/l}$ ，氯化后 PH 值 <2 ，洗至浆液呈中性；
- (8) 碱精制、洗料：在碱化塔或漂白机中进行，技术条件为：碱精制浆浓： $>5.0\%$ ，用碱量相对于绝干浆量，用碱量为 2.0--5.0%，碱精制温度：50-90℃，碱精制时间：60-90min，洗至残碱 $<50\text{g/m}^3$ ；
- (9) 漂白、洗料：在漂白机中进行，技术条件为：漂白用氯量：相对于绝干浆量，用氯量为 1.28--1.48%，占总用氯量 3.2--3.7% 的 40%，温度 38--45℃，漂白含碱量： $<250\text{g/m}^3$ ，漂白时间 120--240min；漂白质量要求：白度 $>75\%$ ， $\overline{\text{DP}}$ ： $>450\text{DP}$ ，粘度： $>7.5\text{mpa.s}$ ，甲种纤维素： $>93\%$ ，洗至残碱 $<50\text{g/m}^3$ ；
- (10) 酸处理、洗料：酸处理在漂白机中进行，技术条件为：

相对于绝干浆量，盐酸用量为 2.0--5.0%，时间：40--60min，温度：常温；酸处理后进行洗料，水洗残酸： $\leq 0.20\text{g/l}$ ；

(11) 除砂、浓缩、抄造：在除砂器中进行除砂，除砂后经浓缩机使浆液浓度为 3.0--3.5%；然后在抄浆机中进行抄造，技术条件为：定量 $\geq 400\text{g/m}^2$ ，水份：8.5--13.0%；

蒸煮的技术条件还设有硫化度：0.1--28%，萘醌：0.1--1.0%。

竹材为：慈竹、黄竹、西凤竹、水竹、鸡爪竹、白夹竹、绿竹、方竹等。

竹子是一种分布十分广泛，栽种成活后每年生笋成竹，3-5 年即可成林砍伐的速生高产纤维原料。以使用最广、纤维质优的慈竹为例，每亩产量可达 600-800kg。我国有竹类 40 多属、400 多种，竹林面积达 420 万公顷，是世界竹业资源第一大国，“以竹代棉”前景十分广阔。竹材主要由纤维素、木质素、果胶和淀粉等组成，其中综纤维素含量在 40--50%，木质素含量 20-30%，灰份 1-3%，多戊糖 16-21%，与针叶木相比较，其灰份及多戊糖含量高，木质素含量稍低。纤维平均长度比针叶木略短，比阔叶木要长。竹类纤维细长硬直，厚壁纤维较多，细胞腔窄小，纤维组织致密。

竹茎杆是制浆中应用的主要部分，它是由茎杆和薄壁组织组成，茎杆中除有很少比例的表皮层外，其余部分是纵向排列的脉管状纤维束和包围着纤维素的薄壁组织。纤维束中木质素、薄壁组织、竹节以及硅质表皮是制浆过程中需要除去的主要物质。

本发明工艺方法的选择：

由于化纤浆粕主要用于生产纤维素的衍生物，它要求浆粕的化学纯度很高，即甲种纤维素含量高，灰份、铁份、半纤维素、木质素、树脂等含量低，并有适当的平均聚合度及良好的反应能力，而竹子内部因含有大量的需要除去的木质素，只有应用碱法，才能良好的加以脱除，同时，其内还含有抗碱性的多戊糖约 20%左右，

不能在碱法蒸煮中脱去，故需要采取在蒸煮前预水解的方法，使竹片中的半纤维素在蒸煮前水解溶出，即使残留在原料中的半纤维素，其组成和结构也发生了变化，便于在蒸煮时溶出，同时预水解还破坏纤维的初生壁，使在制浆过程中便于脱离，提高浆粕的反应能力，半纤维素与木质素之间的化学键，也在预水解的作用下部分断裂，可溶出一定量的木质素。这样，经过预水解—碱法蒸煮之后的竹类浆粕，其甲种纤维素、灰份、多戊糖及树脂的含量才能达到粘胶纤维浆粕的要求。

在竹子茎杆内部的纤维素中，有着维持细胞生存的输导组织——导管，其在蒸煮过程中即成为药液的渗透通道，但由于茎杆壁外层导管细，内层导管粗，而杆壁密度外层较大，内层较小，再加上竹子导管在竹片风干后形成不规则的密封状态，造成竹子在蒸煮过程中药液渗透困难，不易蒸解均匀，故在蒸煮工艺控制过程中，需要有较长的升温阶段，多次小放汽，以及一段低压保温时间。

同时，由于竹类纤维壁上纹孔很小，且很稀少，而且厚壁纤维内还含有 25%左右的缩合木素，使得在漂白过程中，漂液很难进入纤维内壁，在不损伤纤维的情况下，用常规的漂白方法很难将其漂至 78%以上的白度，而且成浆容易返黄，针对这种情况，我们采用了强氯化、碱精制抽提、次氯酸盐补充漂白、酸处理等新工艺措施，并增强了段间的洗涤，使得成浆白度高且稳定。

本发明的优点是原料来源丰富，生产成本低，为合理利用资源提供一条极佳途径。

本发明的实施例如下：

按上述技术方案所述工艺步骤和技术条件操作，即可生产出合格的粘胶纤维浆粕产品。经批量生产，一等品率达 90%以上，其成品质量标准之一（企业标准：粘胶短纤维）如下表：

02.01.11

指标名称	一等品	二等品	三等品
动力粘度 mpa.s	9.0(1±8%)	9.0(1±10%)	9.0(1±14%)
甲种纤维素 >%	93.0	92.5	92.0
灰份 <% 575℃	0.11	0.13	0.16
725℃	0.10	0.12	0.15
铁份 <PPM	20	25	30
白度 >%	80	78	76
小尘埃 mm ² /kg (绝干) 0.05--3.0mm ² <	140	180	240
大尘埃个/kg(绝干) >3.0mm ² <	1.0	1.8	2.5
吸碱值% >	500	480	450
树脂% <	0.70	0.75	0.75
多缩戊糖 <%	3.0	4.0	
木质素	微量		
定量(g/m ²)长网	700 ± 100	不符合一等品	
圆网	500 ± 100		
交货水份%	10.0 ± 1.5	<13.0	