



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104726950 B

(45)授权公告日 2016.09.14

(21)申请号 201510128169.X

D01F 1/10(2006.01)

(22)申请日 2015.03.24

审查员 王萌

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 104726950 A

(43)申请公布日 2015.06.24

(73)专利权人 河北吉藁化纤有限责任公司

地址 052160 河北省石家庄市藁城区市府
东路278号

(72)发明人 岳福升 郑书华 李振峰 张焕志

申佳 常书利 范梅欣 刘会兵

(74)专利代理机构 北京元中知识产权代理有限

责任公司 11223

代理人 王彩霞

(51)Int.Cl.

D01F 2/06(2006.01)

权利要求书2页 说明书9页

(54)发明名称

一种再生纤维素纤维及其制备方法

(57)摘要

一种再生纤维素纤维及其制备方法,其特征在于:干断裂强度 $\geq 1.85\text{CN/dtex}$;湿断裂强度 $\geq 0.90\text{CN/dtex}$;残硫量 $\leq 25.0\text{mg}/100\text{mg}$;白度20-60%。其工艺流程为:蒸煮、调整聚合度、酸处理、抄造、浸渍、压榨、粉碎、老成、黄化、溶解、过滤、脱泡、纺丝、切断、精炼、干燥、打包。其特征由于保留了植物原料的天然组成成分,未经任何染色处理纤维呈现出自然的卡其色,白度20-60%。该纤维手感柔软、色泽天然、颜色自然,具有良好的亲肤性,完全达到《生态纺织品技术要求》(直接接触皮肤用品),而且抑菌抗菌效果显著,为纺织领域提供了一种新型纤维。

1. 一种再生纤维素纤维的制备方法,包括:原料进行蒸煮、调整纤维素的聚合度、酸处理、浸渍、黄化、过滤、纺丝、精练,其中,所述的原料是木、竹、麻中的一种或者两种以上,原料蒸煮后的木浆纤维素的聚合度为650-1000;

所述的蒸煮采用硫酸盐或预水解硫酸盐法,蒸煮条件为,温度155~170℃、压强0.5~0.7MPa的条件下蒸煮60~100分钟,碱量以氧化钠计为绝干原料的10~30%,硫化度为8~10%;

所述的调整纤维素的聚合度的过程包括,在蒸煮后的浆料中加入次氯酸盐或二氧化氯、以及溴化钠进行反应,反应后浆料的聚合度在400-600之间,溴化钠的加入量为绝干浆量的0.01-0.05wt%;

加入次氯酸盐,相对于绝干浆量的有效氯加入量为2-8wt%,在温度30-50℃时处理1-3小时;或加入二氧化氯,相对于绝干浆量的有效氯加入量为0.5-3.0wt%,时间0.5-2小时,温度20-60℃;

在浸渍过程中,加入渗透助剂醇醚磷酸酯,醇醚磷酸酯的加入量为甲种纤维素的0.05-0.1wt%;

在黄化过程中,浸渍后的浆粕经二硫化碳进行黄化处理,二硫化碳的加入量为甲种纤维素的48-55wt%。

2. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述的调整纤维素的聚合度的过程包括,在蒸煮后的浆料中加入次氯酸盐或二氧化氯、以及溴化钠进行反应,反应后浆料的聚合度在450-550之间。

3. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,溴化钠的加入量为对绝干浆量的0.03-0.04wt%。

4. 根据权利要求1-3任一项所述的制备方法,其特征在于,在浸渍过程中,醇醚磷酸酯的加入量为甲种纤维素的0.07-0.08wt%。

5. 根据权利要求1-3任一项所述的制备方法,其特征在于,在黄化处理过程,还加入了乙氧基化脂肪胺,乙氧基化脂肪胺的加入量为甲种纤维素的0.05-0.15wt%。

6. 根据权利要求1-3任一项所述的制备方法,其特征在于,在纺丝过程中,在纺丝粘液中加入变性剂氮化合物的烯化氧加合物。

7. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:在精练过程中,所用的洗涤液为碱溶液,碱溶液的浓度为2-8g/L,温度70-80℃。

8. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:胶液过滤时IF过滤压力 $\leq 0.3\text{MPa}$; IIF过滤压力 $\leq 0.35\text{Mpa}$, IIIF过滤压力 $\leq 0.45\text{Mpa}$, IIIIF出口压力 $\leq 0.2\text{Mpa}$ 。

9. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:调整纤维素的聚合度的过程,其加入二氧化氯,相对于绝干浆量的有效氯加入量为0.5-1.0wt%,时间0.5-1.0小时,温度为25-35℃。

10. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,原料蒸煮后的木浆纤维素的聚合度为700-800。

11. 根据权利要求5所述的制备方法,其特征在于,乙氧基化脂肪胺的加入量为甲种纤维素的0.1-0.12wt%。

12. 根据权利要求6所述的制备方法,其特征在于,氮化合物的烯化氧加合物的加入量

为甲种纤维素的0.05-0.15wt%。

13. 根据权利要求6所述的制备方法,其特征在于,氮化合物的烯化氧加合物的加入量为甲种纤维素的0.10-0.12wt%。

14. 根据权利要求7所述的制备方法,其特征在于,碱溶液的浓度为4-5g/L。

15. 一种由权利要求1-14任一项所述的制备方法制备而成的再生纤维素纤维,其特征在于:干断裂强度 $\geq 1.85\text{CN/dtex}$;湿断裂强度 $\geq 0.90\text{CN/dtex}$;残硫量 $\leq 25.0\text{mg}/100\text{mg}$;白度20-60%。

一种再生纤维素纤维及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种再生纤维素纤维以及制备方法,具体涉及一种以木、竹、麻中的一种或者两种及两种以上为原料制备的纤维。

背景技术

[0002] 目前,由于再生纤维素纤维生产以化纤浆粕为原料,传统化纤浆粕的制浆工艺还是以制备出高纯度的甲种纤维素为目的,从而使原料的利用率较低,如木材的利用率仅有40%、竹材的利用率仅有30%、麻材利用率仅有45%左右,并且生产过程中需要消耗大量的化学品,产生大量的废弃物,直接或间接地对环境造成影响。

[0003] 传统的再生纤维素纤维是白色的,制成五彩缤纷的纺织品过程中需要进行染色处理,或者在纤维生产过程中采用纺前注射彩色浆料的方法,生产出不同颜色的纤维,但都不可避免的产生染色废水,对自然环境造成污染危害,屡治不禁的污染事故也一直是举国上下关注的焦点,所以保护环境是我们每一个公民应尽的义务。

[0004] 为此,特提出本发明。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供了一种再生纤维素纤维的制备方法,在制备方法中,原料可以是木、竹、麻中的一种或者两种及两种以上,制浆工艺采用了“轻蒸煮”的方法。突破了以往制备化纤浆采用的“重蒸煮”传统工艺,“轻蒸煮”工艺保留了原料的天然组成成分,而不像传统工艺一样只保留甲种纤维素,极尽可能去除其他成分,使原料的利用率得以较大程度提高,减少了蒸煮废弃物对环境的影响。

[0006] 本发明的另一个目的,提供一种以植物为原料制备的再生纤维素纤维,该纤维手感柔软、色泽天然,颜色自然,亲肤性强,给人一种回归自然返璞归真的感觉,具有抗菌抑菌性和天然的卡其色,不用再染色,减少了对环境的污染。

[0007] 为实现上述目的,采用如下技术方案。

[0008] 一种再生纤维素纤维的制备方法,包括如下过程:原料进行蒸煮、调整纤维素的聚合度、酸处理、浸渍、黄化、过滤、纺丝、精炼,再经后处理得到再生纤维素纤维,其中,原料蒸煮后的木浆纤维素的聚合度为650-1000;其优选,木浆纤维素的聚合度为700-800。

[0009] 进一步,原料可以是木、竹、麻中的一种或者两种及两种以上。

[0010] 所述的蒸煮采用硫酸盐法或预水解硫酸盐法。

[0011] 所述的蒸煮条件为:温度155-170℃、在压强为0.5-0.7MPa的条件下蒸煮60-100分钟,碱量以氧化钠计为绝对干原料的10~30%,硫化度为8~10%。

[0012] 进一步,所述的调整纤维素的聚合度的过程包括,在蒸煮后的浆料中加入次氯酸盐或二氧化氯、以及溴化钠进行反应,反应后木浆纤维素的聚合度在400-600之间,更优选,木浆纤维素的聚合度为450-550。

[0013] 进一步,在调整纤维素的聚合度的过程中,溴化钠的加入量为对绝干浆量的0.01-

0.05wt%，更优选为0.03-0.04wt%。

[0014] 进一步，在调整纤维素的聚合度的过程中，加入次氯酸盐，相对于绝干浆量的有效氯加入量为2-8wt%，在温度30-50℃是处理1-3小时；或加入二氧化氯，相对于绝干浆量的有效氯加入量为0.5-3.0wt%，时间0.5-2小时，温度20-60℃。

[0015] 所述的浸渍，是将木浆浆粕在碱溶液中浸渍。

[0016] 进一步，在浸渍过程中，加入渗透助剂，优选，所述的渗透助剂为醇醚磷酸酯，更优选，醇醚磷酸酯的加入量为甲种纤维素的0.05-0.1wt%，更优选为0.07-0.08wt%。

[0017] 进一步，在黄化过程中，浸渍后的浆粕经二硫化碳进行黄化处理，二硫化碳的加入量为甲种纤维素的48-55wt%。

[0018] 进一步，在黄化过程中，加入黄化助剂，其优选，所述的黄化助剂为乙氧基化脂肪胺，乙氧基化脂肪胺的加入量为甲种纤维素的0.05-0.15wt%，最优选，AP8000(主要成分乙氧基化脂肪胺)的加入量为甲种纤维素的0.1-0.12wt%。

[0019] 进一步，在纺丝过程中，在纺丝粘液中加入变性剂，其优选，所述的变性剂为氮化合物的烯化氧加合物，更优选，氮化合物的烯化氧加合物的加入量为甲种纤维素的0.05-0.15wt%，最优选为，氮化合物的烯化氧加合物的加入量为甲种纤维素的0.10-0.12wt%。

[0020] 进一步，在纺丝过程中，纺速30-50米/分，其优选为35-40米/分。

[0021] 进一步，在精炼过程中，所用的洗涤液为碱溶液，碱溶液的浓度为2-8g/L，温度70-80℃；更优选碱溶液的浓度为4-5g/L。

[0022] 进一步，在过滤过程中，浆液过滤时，IF过滤压力 $\leq 0.3\text{MPa}$ ；II F过滤压力 $\leq 0.35\text{Mpa}$ ，III F过滤压力 $\leq 0.45\text{Mpa}$ ，IIIF出口压力 $\leq 0.2\text{Mpa}$ 。

[0023] 一种再生纤维素纤维，其中，干断裂强度 $\geq 1.85\text{CN/dtex}$ ；湿断裂强度 $\geq 0.90\text{CN/dtex}$ ；残硫量 $\leq 25.0\text{mg}/100\text{mg}$ ；白度20-60%。

[0024] 下面对本发明的再生纤维素纤维制备方法以及制备的纤维进一步详尽的描述。

[0025] 本发明的再生纤维素纤维的制备方法，包括如下过程：原料进行蒸煮、调整纤维素的聚合度、酸处理、浸渍、黄化、过滤、纺丝、精炼，再经后处理得到再生纤维素纤维，其中，原料蒸煮后的木浆纤维素的聚合度为650-1000；其优选，木浆纤维素的聚合度为700-800。

[0026] 本发明的再生纤维素纤维的制备方法不同于传统制浆工艺，在制备过程中，原料可以是木、竹、麻中的一种或者两种及两种以上，制浆工艺采用了“轻蒸煮”的方法，所谓“轻蒸煮”就是蒸煮的条件较缓和，即在蒸煮工序用碱量、温度、时间等工艺条件上较小或者较短。蒸煮后的木浆纤维素的聚合度为500-1000，浆料中保留了甲种纤维素之外，还保留原料中的其他天然组成成分，提高了原料的利用率，减少了蒸煮废弃物对环境的影响，由于蒸煮过程温度低、时间短，节约了能耗和成本。突破了以往制备化纤浆采用的“重蒸煮”传统工艺，现有技术的蒸煮后的浆料，尽可能的只保留甲种纤维素，原料的利用率很低，比较多的蒸煮废弃物也对环境造成压力。

[0027] 所述蒸煮采用硫酸盐法或预水解硫酸盐法。

[0028] 所述的蒸煮为条件为：在温度155-170℃、在压强为0.5-0.7MPa的条件下蒸煮60-100分钟，碱量以氧化钠计为绝对干原料的10~30%，硫化度为8~10%。

[0029] 蒸煮的液比为1:3~1:6。

[0030] 所述的原料为木、竹、麻中的一种或者两种及两种以上，优选为木、竹或麻。

- [0031] 在蒸煮前,对原料进行备料、切料、筛选、洗料,除去原料中的泥沙、植物屑等杂质。
- [0032] 在本发明中,原料蒸煮后得到浆料,对浆料进行除砂、洗涤,除去浆料中的泥沙、铁质等杂质。采用现有技术常规方法进行除砂、洗涤。
- [0033] 为了能够制备可纺性较好的胶液,需要对蒸煮后得到的浆料进行调整聚合度。
- [0034] 所述的调整纤维素的聚合度的过程包括,在蒸煮后的浆料中加入次氯酸盐或二氧化氯、以及溴化钠进行反应,反应后浆料的纤维素的聚合度在400-600之间,更优选为聚合度450-550。
- [0035] 在调整纤维素的聚合度的过程中,溴化钠的加入量为对绝干浆量的0.01-0.05wt%,更优选为0.03-0.04wt%。
- [0036] 在调整纤维素的聚合度的过程中,加入次氯酸盐,相对于绝干浆量的有效氯加入量为2-8wt%,在温度30-50℃是处理1-3小时;或加入二氧化氯,相对于绝干浆量的有效氯加入量为0.5-3.0wt%,时间0.5-2小时,温度为20-60℃。
- [0037] 其优选,或加入二氧化氯,相对于绝干浆量的有效氯加入量为0.5-1.0wt%,时间0.5-1.0小时,温度为25-35℃。
- [0038] 与传统的漂白工艺不同,传统漂白工艺的目的是提高浆料的白度,本发明是加入次氯酸盐或二氧化氯为了调整纤维素的聚合度。在此,采用次氯酸盐或者二氧化氯、同时加入0.01-0.05wt%绝干浆量的溴化钠。通过加入溴化钠,蒸煮后的含有其他天然组成成分の木浆在于次氯酸盐或二氧化氯作用时,木浆纤维素比较缓和的降解到纤维素聚合度为400-600之间,且附着在纤维素上的部分木质素进一步的剥离。为后续的可纺性胶液的制备奠定了基础。
- [0039] 调整后浆料聚合度要求400-600,更优选为聚合度450-550,浆料白度30-70%。
- [0040] 为进一步降低浆料中的灰分和金属离子,需要经过对调整聚合度后的浆料进行酸处理。
- [0041] 本发明采用了强化酸处理的工艺,所用的酸包括盐酸或硫酸。盐酸或硫酸用量对绝干浆量1-5%,更优选为2-3%。盐酸或硫酸要求纯度高,杂质少。或进行二次酸处理。目的是降低浆料中的灰铁及其他金属离子含量。
- [0042] 经过酸处理后的浆料然后经除砂和浓缩,并经抄浆机抄出浆粕,浆粕中保留了较多的植物原料组成成分,浆粕白度30-70%。以上为浆粕的制造过程。
- [0043] 抄造得到的浆粕进行浸渍、老化、黄化、纺丝以及精炼等工序进行纺丝。
- [0044] 在本发明的浸渍过程中,浆粕浸渍在碱溶液中,碱溶液的浓度为230-280g/L,更优选250-260g/L。
- [0045] 为了提高碱液的渗透效果,在浸渍碱溶液中加入碱渗透剂醇醚磷酸酯。还可以为其他碱渗透剂。
- [0046] 碱渗透剂醇醚磷酸酯的加入量为甲种纤维素加入量为0.05-0.1wt%;更优选为0.07-0.08wt%。
- [0047] 所述的醇醚磷酸酯包括脂肪醇醚磷酸酯,所述的脂肪醇醚酯包括脂肪醇醚酯MOA-3P和/或脂肪醇醚酯MOA-9P。
- [0048] 在浸渍过程中,所用的浆粕中也可以将不同植物原料的浆粕按照一定比例进行混粕。

[0049] 浸渍后的浆粕经压榨、粉碎、老成、冷却等工序制备出碱纤维素。其具体的操作采用本领域常规方法进行。

[0050] 上述得到的碱纤维素经过黄化处理。

[0051] 在本发明中,由于原料采用的“轻蒸煮”过程,浆粕中含有较多的植物原料的组成成分为了制备出可纺性较好的胶液,需采用高碳比进行黄化。

[0052] 黄化条件为,二硫化碳用量相对于甲种纤维素重量的48-55wt%。

[0053] 进一步,在黄化过程中加入黄化助剂乙氧基化脂肪胺,黄化助剂乙氧基化脂肪胺的加入量为甲种纤维素的0.05-0.15wt%,更优选为0.1-0.12wt%。

[0054] 所述乙氧基化脂肪胺包括但不限于乙氧基化伯胺或乙氧基化仲胺,具体为乙氧基化高级脂肪烷基伯胺或乙氧基化高级脂肪烷基仲胺,优选的,碳原子的数量在8-22的乙氧基化高级脂肪烷基伯胺。

[0055] 本发明的浆料在黄化过程中,二硫化碳的加入的量比较多,对植物浆浆料进行黄化反应,将植物浆中的纤维素以及其他天然物质转变为磺酸酯,黄化后的浆料进行溶解、制备出酯化度大于60的磺酸酯。

[0056] 为了制备可纺性较好的胶液,必须对胶液进行多道过滤,将杂质和不溶性粒子去除。

[0057] 本发明的过滤采用分级压力控制,IF过滤压力 $\leq 0.3\text{MPa}$; IIF过滤压力 $\leq 0.35\text{Mpa}$, IIIF过滤压力 $\leq 0.45\text{Mpa}$, IIIF出口压力 $\leq 0.2\text{Mpa}$ 。

[0058] 经过滤后制备出各种杂质含量较少的胶液。脱泡后进行纺丝。

[0059] 本发明不同于传统的过滤工艺,传统过滤压力一般控制在0.6-0.8Mpa。本发明过滤的压力比较传统的低,过滤的后的杂质含量反而更少。

[0060] 本发明的纺丝过程的纺速控制在30-50米/分,更优化为40-45米/分。

[0061] 为了提高可纺性胶液中添加变性剂氮化合物的烯化氧加合物,变性剂氮化合物的烯化氧加合物的加入量为甲种纤维素的0.05-0.15wt%,更优选为0.01-0.12wt%。

[0062] 本发明所述的氮化合物的烯化氧加合物为本领域常用的变性剂。

[0063] 本发明的纺丝工艺,纺丝车速较慢。在本发明经过上述处理得到的粘胶保留了其天然成分,采用慢纺速进行纺丝,使得总牵太大丝在成型过程中不会被拉断,防止了可纺性纤维强度降低。

[0064] 胶液经纺丝后成为丝束,丝束经过切断后进行后处理精炼。精炼过程中碱洗浓度2-8g/l,更优选为4-5g/l,温度70-80℃,之后进行水洗、干燥、打包。

[0065] 本发明再生纤维素纤维的质量指标如下:干断裂强度 $\geq 1.85\text{CN/dtex}$;湿断裂强度 $\geq 0.90\text{CN/dtex}$;残硫量 $\leq 25.0\text{mg}/100\text{mg}$;纤维呈卡其色,白度20-60%;抑菌值 $\geq 80\%$ (GB/T20944.3-2008纺织品抗菌性能的评价)。

[0066] 由于本发明的再生纤维素纤维中含有适量的木材中的天然成分等,使得纤维具有抑菌效果。优选的,本发明的再生纤维素纤维为短丝纤维。

[0067] 与现有技术相比,本发明的优势是:

[0068] 制浆蒸煮采用较为缓和的“轻蒸煮”工艺,节约化工原料和能源。减轻了蒸煮废弃物对环境的影响。即提高了原料利用率,减轻了环境污染;采用了次氯酸盐或二氧化氯加助剂溴化钠的工艺调整浆料聚合度的方法,最终得到的纤维颜色呈卡其色,色泽自然,手感柔

软,并且具有抗菌抑菌功能,在后续纺织工序中无需进一步的染色。在浸渍过程中增加碱渗透剂107B,黄化采用高碳比,黄化助剂等方法,制备出高酯化度的磺酸酯,以及通过强酸处理以及分级过滤尽可能将浆粕及胶中的杂质去除,提高的纺丝液的可纺性能,制备出性能良好的纤维。本发明提供的再生纤维素的制备方法,制备出了不用后序染色,且性能优良能够满足纺织品要求的纤维原料,减少了环境污染。

具体实施方式

[0069] 下面对本发明再生纤维素纤维制备方法进一步详细叙述,并不限定本发明的保护范围,其保护范围以权利要求书界定。某些公开的具体细节对各个公开的实施方案提供全面理解。然而,相关领域的技术人员知道,不采用一个或多个这些具体的细节,而采用其他材料等的情况也可实现实施方案。

[0070] 实施例1

[0071] 蒸煮:以竹材为原料,采用预水解硫酸盐法蒸煮,蒸煮温度155℃、在压强为0.5MPa的条件下蒸煮60分钟,碱量以氧化钠计为绝对干原料的15%,硫化度为8%,液比为1:2.5;蒸煮后浆料聚合度为1050;

[0072] 调整聚合度:蒸煮后的浆料中,加入溴化钠和二氧化氯,溴化钠加入量为绝干浆量0.05%,有效氯加入量为绝干浆量的2%,在温度为40℃处理0.6小时,调整后的木浆纤维素聚合度为580,白度为60%;

[0073] 酸处理:需要经过对调整聚合度后的浆料采用盐酸进行酸洗,盐酸的用量为对绝干浆量3%,时间90分钟;

[0074] 浸渍:经酸洗、除砂和浓缩后的浆粕在含有脂肪醇醚酯MOA-3P的氢氧化钠溶液中浸渍,氢氧化钠溶液浓度为280g/L,脂肪醇醚酯MOA-3P的加入量为甲种纤维素重量的0.05%;

[0075] 黄化:浸渍后的浆粕经压榨、粉碎、老成、冷却等工序制备出碱纤维素,碱纤维进行黄化处理,二硫化碳用量相对于甲种纤维素重量的55%,乙氧基化脂肪胺AP8000的加入量为甲种纤维素的0.05%;

[0076] 过滤:黄化处理后的浆料进行溶解,溶解的浆料进行过滤除杂,采用三级压力过滤,IF过滤:过滤压力0.3MPa;II F过滤:过滤压力0.35MPa;III F过滤:过滤压力0.40MPa,III F出口压力:0.2Mpa;

[0077] 纺丝:过滤后的粘胶中加入氮化合物的烯化氧加合物EB,其加入量为为甲种纤维素重量的0.05%,纺速为35米/分;

[0078] 精炼:胶液经纺丝后成为丝束,丝束经过切断后进行后处理精炼,精炼过程中,碱洗浓度2g/L,温度80℃,之后进行水洗、干燥、打包,得到再生纤维素纤维。

[0079] 所得再生纤维素纤维的性能为:干断裂强度2.03CN/dtex;湿断裂强度1.10CN/dtex;残硫量12.0mg/100mg;白度60%;抑菌值:80%。

[0080] 实施例2

[0081] 蒸煮:以麻材为原料用硫酸盐法蒸煮,蒸煮温度170℃、在压强为0.7MPa的条件下蒸煮100分钟,碱量以氧化钠计为绝对干原料的30%,硫化度为9%,液比1:4;蒸煮后浆料聚合度为550;

[0082] 调整聚合度:蒸煮后的浆料中,加入溴化钠和二氧化氯,溴化钠加入量为绝干浆量0.01%,有效氯加入量为绝干浆量的0.5%,在温度30℃处理1.8小时,调整后的木浆纤维素聚合度为450,白度为35%;

[0083] 酸处理:需要经过对调整聚合度后的浆料采用盐酸进行酸洗,盐酸的用量为对绝干浆量5%,时间30分钟;

[0084] 浸渍:经酸洗、除砂和浓缩后的浆粕在含有脂肪醇醚酯MOA-3P的氢氧化钠溶液中浸渍,氢氧化钠溶液浓度为230g/L,脂肪醇醚酯MOA-3P的加入量为甲种纤维素重量的0.10%;

[0085] 黄化:浸渍后的浆粕经压榨、粉碎、老成、冷却等工序制备出碱纤维素,碱纤维进行黄化处理,二硫化碳用量相对于甲种纤维素重量的48%,乙氧基化脂肪胺AP8000的加入量为甲种纤维素的0.12%;

[0086] 过滤:黄化处理后的浆料进行溶解,溶解的浆料进行过滤除杂,采用三级压力过滤,IF过滤:过滤压力0.25MPa;IIF过滤:过滤压力0.30MPa;IIIF过滤:过滤压力0.45MPa,IIIF出口压力:0.2Mpa;

[0087] 纺丝:过滤后的粘胶中加入氮化合物的烯化氧加合物EB,其加入量为甲种纤维素重量的0.15%,纺速为50米/分;

[0088] 精炼:胶液经纺丝后成为丝束,丝束经过切断后进行后处理精炼,精炼过程中,碱洗浓度7g/L,温度75℃,之后进行水洗、干燥、打包,得到再生纤维素纤维。

[0089] 所得再生纤维素纤维的性能为:干断裂强度2.15CN/dtex;湿断裂强度1.05CN/dtex;残硫量12.0mg/100mg;白度35%;抑菌值:85%

[0090] 实施例3

[0091] 蒸煮:以木材为原料,用预水解硫酸盐法蒸煮,蒸煮温度160℃、在压强为0.6MPa的条件下蒸煮80分钟,碱量以氧化钠计为绝对干原料的10%,硫化度为10%,液比1:6,蒸煮后浆料聚合度为850;

[0092] 调整聚合度:蒸煮后的浆料中,加入溴化钠和次氯酸钠,溴化钠加入量为绝干浆量0.03%,有效氯加入量为绝干浆量的0.5%,在温度40℃处理1.4小时,调整后的木浆纤维素聚合度为500,白度为50%;

[0093] 酸处理:需要经过对调整聚合度后的浆料采用盐酸进行酸洗,盐酸的用量为对绝干浆量1%,时间60分钟;

[0094] 浸渍:经酸洗、除砂和浓缩后的浆粕在含有脂肪醇醚酯MOA-3P的氢氧化钠溶液中浸渍,氢氧化钠溶液浓度为250g/L,脂肪醇醚酯MOA-3P的加入量为甲种纤维素重量的0.05%;

[0095] 黄化:浸渍后的浆粕经压榨、粉碎、老成、冷却等工序制备出碱纤维素,碱纤维进行黄化处理,二硫化碳用量相对于甲种纤维素重量的51%,乙氧基化脂肪伯胺AP8000的加入量为甲种纤维素的0.15%;

[0096] 过滤:黄化处理后的浆料进行溶解,溶解的浆料进行过滤除杂,采用三级压力过滤,IF过滤:过滤压力0.27MPa;IIF过滤:过滤压力0.32MPa;IIIF过滤:过滤压力0.43MPa,IIIF出口压力:0.18Mpa;

[0097] 纺丝:过滤后的粘胶中纺丝,纺速为40米/分;

[0098] 精炼:胶液经纺丝后成为丝束,丝束经过切断后进行后处理精炼,精炼过程中,碱洗浓度4g/L,温度70℃,之后进行水洗、干燥、打包,得到再生纤维素纤维。

[0099] 再生纤维素纤维的性能为:干断裂强度1.95CN/dtex;湿断裂强度0.95CN/dtex;残硫量13.0mg/100mg;白度40%;抑菌值:92%。

[0100] 实施例4

[0101] 本实施例的原料采用竹材和麻材,竹浆采用实施例1的蒸煮、调整聚合度以及酸处理等方法制备而成,得到纤维素聚合度为580的竹浆;麻浆采用实施例2的蒸煮、调整聚合度以及酸处理等方法制备而成,得到纤维素聚合物为450的麻浆。

[0102] 浸渍:将聚合度为530的竹浆和聚合度为450麻浆重量比按60:40(绝干浆)比例进行混合,混合浆粕在含有脂肪醇醚酯MOA-3P的氢氧化钠溶液中浸渍,氢氧化钠溶液浓度为270g/L,脂肪醇醚酯MOA-3P的加入量为甲种纤维素重量的0.05%;

[0103] 黄化:浸渍后的浆粕经压榨、粉碎、老成、冷却等工序制备出碱纤维素,碱纤维进行黄化处理,二硫化碳用量相对于甲种纤维素重量的50%,乙氧基化脂肪胺AP8000的加入量为甲种纤维素的0.10%;

[0104] 过滤:黄化处理后的浆料进行溶解,溶解的浆料进行过滤除杂,采用三级压力过滤,IF过滤:过滤压力0.25MPa;IIF过滤:过滤压力0.35MPa;IIIF过滤:过滤压力0.44MPa,IIIF出口压力:0.19Mpa;

[0105] 纺丝:过滤后的粘胶进行纺丝,纺速为39米/分;

[0106] 精炼:胶液经纺丝后成为丝束,丝束经过切断后进行后处理精炼,精炼过程中,碱洗浓度5g/L,温度70℃,之后进行水洗、干燥、打包,得到再生纤维素纤维。

[0107] 成品指标:干断裂强度2.03CN/dtex;湿断裂强度0.99CN/dtex;残硫量11.3mg/100mg;白度40%;抑菌值:86%。

[0108] 实施例5

[0109] 本实施例的原料采用竹材和木材,竹浆采用实施例1的轻蒸煮、调整聚合度以及酸处理工艺流程制备得到纤维素聚合物为600的竹浆;木浆采用实施例3的轻蒸煮、调整聚合度以及酸处理工艺流程制备得到纤维素聚合物为480的木浆。

[0110] 浸渍:将聚合度为600的竹浆和聚合度为480木浆重量比按50:50(绝干浆)比例

[0111] 进行混合,混合浆粕在含有脂肪醇醚酯MOA-3P的氢氧化钠溶液中浸渍,氢氧化钠溶液浓度为240g/L,脂肪醇醚酯MOA-3P的加入量为甲种纤维素重量的0.07%;

[0112] 黄化:浸渍后的浆粕经压榨、粉碎、老成、冷却等工序制备出碱纤维素,碱纤维进行黄化处理,二硫化碳用量相对于甲种纤维素重量的52%,乙氧基化脂肪胺AP8000的加入量为甲种纤维素的0.10%;

[0113] 过滤:黄化处理后的浆料进行溶解,溶解的浆料进行过滤除杂,采用三级压力过滤,IF过滤:过滤压力0.26MPa;IIF过滤:过滤压力0.30MPa;IIIF过滤:过滤压力0.45MPa,IIIF出口压力:0.20Mpa;

[0114] 纺丝:过滤后的粘胶中加入氮化合物的烯化氧加合物EB,其加入量为甲种纤维素重量的0.09%,纺速为32米/分;

[0115] 精炼:胶液经纺丝后成为丝束,丝束经过切断后进行后处理精炼,精炼过程中,碱洗浓度5g/L,温度76℃,之后进行水洗、干燥、打包,得到再生纤维素纤维。

[0116] 成品指标:干断裂强度2.25CN/dtex;湿断裂强度1.25CN/dtex;残硫量15.0mg/100mg;白度55%;抑菌值:93%。

[0117] 实施例6

[0118] 本实施例的原料采用麻材和木材,麻浆采用实施例2的轻蒸煮、调整聚合度以及酸处理工艺流程制备得到纤维素聚合物为600的麻浆;木浆采用实施例3的轻蒸煮、调整聚合度以及酸处理工艺流程制备得到纤维素聚合物为550的木浆。

[0119] 浸渍:将聚合度为600的麻浆和聚合度为550木浆重量比按70:30(绝干浆)比例进行混合,混合浆粕在含有脂肪醇醚酯MOA-3P的氢氧化钠溶液中浸渍,氢氧化钠溶液浓度为265g/L,脂肪醇醚酯MOA-3P的加入量为甲种纤维素重量的0.08%;

[0120] 黄化:浸渍后的浆粕经压榨、粉碎、老成、冷却等工序制备出碱纤维素,碱纤维进行黄化处理,二硫化碳用量相对于甲种纤维素重量的49%,乙氧基化脂肪胺AP8000的加入量为甲种纤维素的0.12%;

[0121] 过滤:黄化处理后的浆料进行溶解,溶解的浆料进行过滤除杂,采用三级压力过滤,IF过滤:过滤压力0.28MPa;IIF过滤:过滤压力0.31MPa;IIIF过滤:过滤压力0.40MPa,IIIF出口压力:0.17Mpa;

[0122] 纺丝:过滤后的粘胶中加入氮化合物的烯化氧加合物EB,其加入量为甲种纤维素重量的0.13%,纺速为45米/分;

[0123] 精炼:胶液经纺丝后成为丝束,丝束经过切断后进行后处理精炼,精炼过程中,碱洗浓度8g/L,温度70℃,之后进行水洗、干燥、打包,得到再生纤维素纤维。

[0124] 成品指标:干断裂强度2.12CN/dtex;湿断裂强度1.06CN/dtex;残硫量17.0mg/100mg;白度50%;抑菌值:89%。

[0125] 实施例7

[0126] 本实施例的原料采用竹材和木材,竹浆采用实施例1的轻蒸煮、调整聚合度以及酸处理工艺流程制备得到纤维素聚合物为600的竹浆;麻浆采用实施例2的轻蒸煮、调整聚合度以及酸处理工艺流程制备得到纤维素聚合物为550的麻浆;木浆采用实施例3的轻蒸煮、调整聚合度以及酸处理工艺流程制备得到纤维素聚合物为400的木浆。

[0127] 浸渍:将聚合度为600的竹浆、聚合度为500木浆以及聚合物为550的麻浆重量比按40:40:20(绝干浆)比例进行混合,混合浆粕在含有脂肪醇醚酯MOA-3P的氢氧化钠溶液中浸渍,氢氧化钠溶液浓度为260g/L,脂肪醇醚酯MOA-3P的加入量为甲种纤维素重量的0.05%;

[0128] 黄化:浸渍后的浆粕经压榨、粉碎、老成、冷却等工序制备出碱纤维素,碱纤维进行黄化处理,二硫化碳用量相对于甲种纤维素重量的50%,乙氧基化脂肪胺AP8000的加入量为甲种纤维素的0.09%;

[0129] 过滤:黄化处理后的浆料进行溶解,溶解的浆料进行过滤除杂,采用三级压力过滤,IF过滤:过滤压力0.24MPa;IIF过滤:过滤压力0.33MPa;IIIF过滤:过滤压力0.40MPa,IIIF出口压力:0.17Mpa;

[0130] 纺丝:过滤后的粘胶中加入氮化合物的烯化氧加合物EB,其加入量为甲种纤维素重量的0.11%,纺速为50米/分;

[0131] 精炼:胶液经纺丝后成为丝束,丝束经过切断后进行后处理精炼,精炼过程中,碱洗浓度6g/L,温度73℃,之后进行水洗、干燥、打包,得到再生纤维素纤维。

[0132] 成品指标:干断裂强度2.28CN/dtex;湿断裂强度1.13CN/dtex;残硫量14.0mg/100mg;白度65%;抑菌值:96%。

[0133] 比较例1-4

[0134] 本比较例其他工艺流程以及工艺参数参考实施例1,不同的是调整聚合物的过程中,不添加溴化钠,以及黄化过程的乙氧基化脂肪伯胺的用量,其结果如下表所示。

[0135]

参数	比较例 1	比较例 2	比较例 3	比较例 4	比较例 5
溴化钠用量	0.03%	0	0.08%	0.10%	0.02%
乙氧基化脂肪伯胺用量	0	0.12%	0.10%	0.10%	0.25%
干断裂强度	1.87CN/dtex	1.88CN/dtex	1.90CN/dtex	1.90CN/dtex	1.89CN/dtex
湿断裂强度	0.95CN/dtex	0.92CN/dtex	0.94CN/dtex	0.92CN/dtex	0.94CN/dtex
残硫量	20.0mg/100mg	12.50mg/100mg	15.00mg/100mg	14.60mg/100mg	17.2mg/100mg
白度	60%	55%	58%	60%	50%
抑菌值	84%	80%	82%	82%	82%

[0136] 从比较例的结果来看,调整聚合物的过程中不添加溴化钠或黄化过程不添加乙氧基化脂肪伯胺,最终的所得再生纤维素纤维的强度降低,当然,过多的使用溴化钠或乙氧基化脂肪伯胺对再生纤维素纤维的性能几乎没有影响。