



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103087203 B

(45) 授权公告日 2015.09.02

(21) 申请号 201210582442.2 期),

(22) 申请日 2012.12.28 审查员 刘广宇

(73) 专利权人 杭州弘博新材料有限公司
地址 311419 浙江省杭州市富阳区渔山乡工
业功能区

(72) 发明人 陈网根 朱国生

(74) 专利代理机构 杭州杭诚专利事务所有限公
司 33109
代理人 尉伟敏

(51) Int. Cl.

C08B 11/12(2006.01)

C08B 11/20(2006.01)

(56) 对比文件

梁燕芬等. 超低粘羧甲基纤维素钠的研
制. 《精细与专用化学品》. 2007, 第 15 卷 (第 10

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

采用低粘度羧甲基纤维素钠制备特低粘度羧
甲基纤维素钠的方法

(57) 摘要

本发明涉及羧甲基纤维素钠生产技术领域，
公开了一种采用低粘度羧甲基纤维素钠制备特
低粘度羧甲基纤维素钠的方法。本发明将洗涤
精制过的粉状羧甲基纤维素钠加入捏合机中，在
不断搅拌下，加入醇、有机酸以及氧化剂，混合
30-50min，升温至 55-65°C，维持温度不变，降粘
90-120min，出料，烘干，过筛后即可包装得成品。
本发明生产过程工艺简单、反应周期短、设备投资
少、原材料损耗少、节约溶剂，所生产的 CMC-Na 产
品具有纯级、特低粘的特点，特别在高取代、纯级、
特低粘产品里，有着特别的优越性。

1. 一种采用低粘度羧甲基纤维素钠制备特低粘度羧甲基纤维素钠的方法,其特征在于:

(1) 将洗涤精制过的粉状羧甲基纤维素钠加入捏合机中,在不断搅拌下,加入醇、有机酸以及氧化剂,其中醇的质量是粉状羧甲基纤维素钠的 20-30%,有机酸的质量是粉状羧甲基纤维素钠的 0.5-1.0%,氧化剂的质量是粉状羧甲基纤维素钠的 2-10%;

(2) 混合 30-50min,升温至 55-65°C,维持温度不变,降粘 90-120min,出料,烘干,过筛后即可包装得成品;

所述醇为乙醇或异丙醇;所述有机酸为冰醋酸;所述氧化剂为双氧水、过硼酸钠或过碳酸钠;所述洗涤精制过的粉状羧甲基纤维素钠大小在 30 目以下,水分含量在 7% 以下;所述洗涤精制过的粉状羧甲基纤维素钠 B 型 2% 粘度在 10-100mPa. s,取代度 0.6-2.10。

2. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于:乙醇质量浓度为 94%-96%。

采用低粘度羧甲基纤维素钠制备特低粘度羧甲基纤维素钠的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及羧甲基纤维素钠生产技术领域,特别涉及一种采用低粘度羧甲基纤维素钠制备特低粘度羧甲基纤维素钠的方法。

背景技术

[0002] 低粘度羧甲基纤维素钠(CMC-Na)的制造方法很多。《纤维素醚工业》V9. N04 及申请号 201110315222.9 的专利里公开了低粘度 CMC-Na 制造方法:采用低聚合度的木浆,通过碱化、降解,调节碱纤维素的聚合度,再醚化、并且必需洗涤精制,从而控制最终纯级 CMC-Na 产品的粘度,得到低粘度羧甲基纤维素钠(B型 2% 粘度在 10-100mPa. s)。JP2000119303 专利公开了制造低粘度羧甲基纤维素钠另外一种方法,是在纤维素碱化后,把氯乙酸和双氧水同时加进反应釜,一边醚化,一边降粘,并且必需洗涤精制,最终得到低粘度纯级 CMC-Na 产品(B型 2% 粘度在 10-100mPa. s)。

[0003] 然而想要通过上述方法获得更低粘度的 CMC-Na 时,存在的问题是:特别是高取代度(DS1.4-2.1)低粘度 CMC-Na,洗涤精制时一部分极低分子量的 CMC-Na 会窜过滤布的小眼而损失,损失量 3-10%;当选用低浓度的乙醇洗涤时,CMC-Na 物料会结粒结块;而选用高浓度的乙醇洗涤时,乙醇消耗增大,也洗不干净,得不到纯级 CMC-Na。

[0004] 优化洗涤精制的工艺也能进一步获得更低粘度的 CMC-Na,但是 CMC-Na 产品容易结块、发黄,尤其是当产品 B 型 2% 粘度降低到 5mPa. s 时,CMC-Na 产品发黄,结块较严重。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种采用低粘度羧甲基纤维素钠制备特低粘度羧甲基纤维素钠的方法,生产过程工艺简单、反应周期短、设备投资少、原材料损耗少、节约溶剂,所生产的 CMC-Na 产品具有纯级、特低粘的特点,特别在高取代、纯级、特低粘产品里,有着特别的优越性。

[0006] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案是:

[0007] 一种采用低粘度羧甲基纤维素钠制备特低粘度羧甲基纤维素钠的方法,

[0008] (1) 将洗涤精制过的粉状羧甲基纤维素钠加入捏合机中,在不断搅拌下,加入醇、有机酸以及氧化剂,其中醇的质量是粉状羧甲基纤维素钠的 20-30%,有机酸的质量是粉状羧甲基纤维素钠的 0.5-1.0%,氧化剂的质量是粉状羧甲基纤维素钠的 2-10%。

[0009] 加入有机酸调节反应系内的 pH 值到 6.5-5.0 造成微酸性环境。加入氧化剂主要是保证反应系内水分在 10-17%,从而防止产品结块,水分超过 17%,随着降粘的进行,会产生直径 1-20cm 块块,这样的块块中间,由于反应热,局部高温,反应不均一,产生焦黑、发火、粘壁等问题;反之,反应系内水份 < 10%,则低粘化效率低下。

[0010] (2) 混合 30-50min,升温至 55-65℃,维持温度不变,降粘 90-120min,出料,烘干,过筛后即可包装得成品。

[0011] 本发明在微酸性条件下,用少量溶媒和氧化剂半干法处理现有的低粘度羧甲基纤维素钠(B型2%粘度在10-100mPa.s,取代度0.6-2.10),使低粘度羧甲基纤维素钠分子进一步降粘,得到特低粘度羧甲基纤维素钠。

[0012] 本发明无需洗涤精制的工艺即可获得特低粘度的羧甲基纤维素钠(B型2%粘度在1-3mPa.s),生产过程工艺简单、反应周期短、设备投资少、原材料损耗少、节约溶剂。避免了液相法,半干法碱性降粘的粘牢成团的麻烦。

[0013] 作为优选,所述洗涤精制过的粉状羧甲基纤维素钠大小在30目以下,水分含量在7%以下。

[0014] 作为优选,所述洗涤精制过的粉状羧甲基纤维素钠B型2%粘度在10-100mPa.s,取代度0.6-2.10。取代度优选1.4-2.10,本发明特别适合超高取代度(1.4-2.10)羧甲基纤维素钠的进一步降粘,以获得超高取代度超低粘度纯级羧甲基纤维素钠,在活性染料转移印花中,是优良的糊料。

[0015] 作为优选,所述醇为乙醇或异丙醇。

[0016] 作为优选,乙醇质量浓度为94%-96%。

[0017] 作为优选,所述有机酸为冰醋酸。作为优选,所述氧化剂为双氧水、过硼酸钠或过碳酸钠。

[0018] 本发明的有益效果是:

[0019] 1、在20-30%醇润湿下的微酸性环境下,粉状固相反应,将CMC-Na低粘化,反应效率高,原料消耗少,过程简化,设备少,周期短。

[0020] 2、将洗涤精制过的粉状CMC-Na作原料,过程中只加入微量醋酸,降粘后,适量中和,无需洗涤精制纯化工艺,既避免了CMC-Na的洗涤溶解损失,也没有溶剂回收的蒸馏工序。

[0021] 3、适于所有需进一步降粘的CMC-Na的制造,适用范围广,纯度基本不降低。

具体实施方式

[0022] 下面通过具体实施例,对本发明的技术方案作进一步的具体说明。

[0023] 本发明中,若非特指,所采用的原料和设备等均可从市场购得或是本领域常用的。下述实施例中的方法,如无特别说明,均为本领域的常规方法。

[0024] 加工原料:洗涤精制过的粉状羧甲基纤维素钠,为市售产品,生产厂家为杭州弘博化工有限公司,也可用其它厂家的产品。

[0025] 粘度检测采用B型粘度计(Brookfield),美国。

[0026] 实施例1

[0027] (1) 将洗涤精制过的粉状羧甲基纤维素钠(即市售低粘度羧甲基纤维素钠产品,大小在30目以下,水分含量在7%以下,B型2%粘度在85mPa.s,取代度2.05)加入捏合机中,在不断搅拌下,喷淋95%乙醇、冰醋酸和双氧水的混合液,其中乙醇的质量是粉状羧甲基纤维素钠的25%,冰醋酸的质量是粉状羧甲基纤维素钠的0.8%,双氧水的质量是粉状羧甲基纤维素钠的5%。

[0028] (2) 混合30min,升温至60℃,维持温度不变,降粘90min,出料,烘干,过筛后即可包装得成品。

[0029] 经检测,得到的产品 B 型 2% 粘度 3mPa. s ;B 型 30% 粘度 4000mPa. s,而且溶液 PVI (60/6)=60rpm 的 B 型 30% 粘度 /6rpm 的 B 型 30% 粘度 =1. 06 的产品。PVI 值表示流动性。PVI 在 1 附近,溶液是牛顿流动;PVI 在 0 附近,溶液接近塑性流动。取代度 2. 05 洗涤精制过的粉状 CMC-Na 经过本发明的方法降粘后,得到了很好的牛顿流动的 CMC-Na 溶液。

[0030] 实施例 2

[0031] (1) 将洗涤精制过的粉状羧甲基纤维素钠(即市售低粘度羧甲基纤维素钠产品,大小在 30 目以下,水分含量在 7% 以下,B 型 2% 粘度在 10. 6mPa. s,取代度 0. 62)加入捏合机中,在不断搅拌下,喷淋 94% 乙醇、冰醋酸和过硼酸钠的混合液,其中乙醇的质量是粉状羧甲基纤维素钠的 30%,冰醋酸的质量是粉状羧甲基纤维素钠的 0. 5%,过硼酸钠的质量是粉状羧甲基纤维素钠的 2%。

[0032] (2)混合 50min,升温至 55℃,维持温度不变,降粘 120min,出料,烘干,过筛后即可包装得成品。

[0033] 经检测,得到的产品 B 型 2% 粘度 2. 5mPa. s。

[0034] 实施例 3

[0035] (1) 将洗涤精制过的粉状羧甲基纤维素钠(即市售低粘度羧甲基纤维素钠产品,大小在 30 目以下,水分含量在 7% 以下,B 型 2% 粘度在 50mPa. s,取代度 1. 4)加入捏合机中,在不断搅拌下,喷淋 96% 乙醇、冰醋酸和双氧水的混合液,其中乙醇的质量是粉状羧甲基纤维素钠的 20%,冰醋酸的质量是粉状羧甲基纤维素钠的 1%,双氧水的质量是粉状羧甲基纤维素钠的 10%。

[0036] (2)混合 40min,升温至 65℃,维持温度不变,降粘 90min,出料,烘干,过筛后即可包装得成品。

[0037] 经检测,得到的产品 B 型 2% 粘度 2. 8mPa. s。

[0038] 比较例(与实施例 1 比较)

[0039] (1) 将洗涤精制过的粉状羧甲基纤维素钠(即市售低粘度羧甲基纤维素钠产品,大小在 30 目以下,水分含量在 7% 以下,B 型 2% 粘度在 85mPa. s,取代度 2. 05)加入捏合机中,在不断搅拌下,喷淋 95% 乙醇、冰醋酸和双氧水的混合液,其中乙醇的质量是粉状羧甲基纤维素钠的 25%,冰醋酸的质量是粉状羧甲基纤维素钠的 0. 8%,双氧水的质量是粉状羧甲基纤维素钠的 12%。

[0040] (2)混合 30min,升温至 60℃,维持温度不变,降粘 90min,出料,烘干,过筛后即可包装得成品。

[0041] 经检测,得到的产品 B 型 2% 粘度 3. 7mPa. s ;但产品中有粘结的大块,1-20cm,并且产品发黑。认为是体系中水份太多,致使产品发粘发黑。

[0042] 以上所述的实施例只是本发明的一种较佳的方案,并非对本发明作任何形式上的限制,在不超出权利要求所记载的技术方案的前提下还有其它的变体及改型。