



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104631175 A

(43) 申请公布日 2015. 05. 20

(21) 申请号 201510063757. X

(22) 申请日 2015. 02. 09

(71) 申请人 绍兴文理学院

地址 312000 浙江省绍兴市越城区环城西路  
508 号

(72) 发明人 王维明 周康 江维琼 刘梦婷  
徐磊

(74) 专利代理机构 绍兴市越兴专利事务所  
33220

代理人 王余粮

(51) Int. Cl.

*D21C 3/02*(2006. 01)

*D21C 3/04*(2006. 01)

*D21C 5/00*(2006. 01)

权利要求书2页 说明书6页

(54) 发明名称

一种短流程黄麻纤维素的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种短流程黄麻纤维素的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:纤维预处理→碱处理→酸处理→生物酶处理→烘干→纤维素。本发明工艺流程短,烘干步骤少,耗时耗能少,所用助剂均为环保性助剂,且用量少。本发明获得的方法去除木质素和半纤维素的效果好,制取的纤维素中 $\alpha$ -纤维素含量高,且纤维素聚合度易控制,纤维素结构和性能无显著影响。

1. 一种短流程黄麻纤维素的制备方法,其特征在于,包括下列步骤:

(1) 纤维预处理:

将黄麻纤维切割成 10-40cm 长,并将其开松;

(2) 碱处理:

将经过预处理的黄麻纤维加入到碱处理液中,调整浴比为 1:10-20,以 1-3°C/min 升温至 60-80°C,保温 60-120min,水洗,酸洗至中性,水洗,脱水;

所述的碱处理液,包括下述组成:5-20g/L 的氢氧化钠、4-8g/L 的亚硫酸钠、1-3g/L 的渗透剂 JFC,余量为水;

(3) 酸处理:

将经过碱处理后的黄麻纤维加入酸处理液中,调整浴比为 1:10-20,以 1-3°C/min 升温至 40-60°C,保温 30-90min,水洗,碱液中和,水洗,脱水;

所述的酸处理液为硫酸、盐酸、硝酸、磷酸中的一种或几种,用量为 5-10g/L;

(4) 生物酶处理:

调节浴比为 1:10-20,调节 pH 值为 6-7,投入 3-8g/L 的生物酶,于 50-60°C 下处理 60-90min,然后升温至 80-90°C 处理 10-20min,水洗,脱水,烘干;

所述生物酶由组分 A 与组分 B 按质量比 1:1-5 复配而成,所述组分 A 为木质素过氧化物酶、锰过氧化物酶、漆酶中的一种或几种,所述组分 B 为木聚糖酶。

2. 根据权利要求 1 所述的一种短流程黄麻纤维素的制备方法,其特征在于:步骤(1)中,所述黄麻纤维在切割前先经过沤制、敲打。

3. 根据权利要求 1 所述的一种短流程黄麻纤维素的制备方法,其特征在于:步骤(1)中,通过切割,将黄麻纤维分割为黄麻根部纤维、黄麻中部纤维、黄麻梢部纤维,并分别进行处理。

4. 根据权利要求 3 所述的一种短流程黄麻纤维素的制备方法,其特征在于:所述的黄麻根部纤维,切割长度为 20 ~ 40cm,黄麻中部纤维,切割长度为 20 ~ 40cm,黄麻梢部纤维,切割长度为 20 ~ 30cm。

5. 根据权利要求 1 所述的一种短流程黄麻纤维素的制备方法,其特征在于:步骤(4)的生物酶处理,采用醋酸钠与醋酸组成的缓冲溶液调节 pH 值至 6-7。

6. 根据权利要求 1 所述的一种短流程黄麻纤维素的制备方法,其特征在于:包括如下步骤:

(1) 纤维预处理:

将经过沤制、敲打过的梢部黄麻纤维切成 20-40cm 长,然后进行开松处理;

(2) 碱处理:

将经过预处理的黄麻纤维加入到碱处理液中,调整浴比为 1:15,以 2°C/min 升温至 70°C,保温 90min,水洗,酸洗至中性,水洗,脱水;

所述的碱处理液,包括下述组成:8g/L 的氢氧化钠、4g/L 的亚硫酸钠、2g/L 的渗透剂 JFC,余量为水;

(3) 酸处理:

将经过碱处理后的黄麻纤维加入硫酸中,调整浴比为 1:15,硫酸用量为 6g/L,以 2°C/min 升温至 50°C,保温 45min,水洗,碱液中和,水洗,脱水;

## (4) 生物酶处理：

调节浴比为 1:10,并用醋酸钠与醋酸组成的缓冲溶液调节 pH 值为 6-7,投入 4g/L 的生物酶,于 55℃ 下处理 60min,之后,升温至 80℃ 处理 15min,水洗,脱水,烘干；

所述生物酶由组分 A 与组分 B 按质量比为 1:3 复配而成,所述组分 A 由木质素过氧化物酶与漆酶按质量比 1:2 配置而成,所述组分 B 为木聚糖酶。

7. 根据权利要求 1 所述的一种短流程黄麻纤维素的制备方法,其特征在于:包括如下步骤:

## (1) 纤维预处理：

将经过沤制、敲打过的中部黄麻纤维切成 20-40cm 长,并将其开松；

## (2) 碱处理：

将经过预处理的黄麻纤维加入到碱处理液中,调整浴比为 1:15,以 2℃ /min 升温至 80℃,保温 90min,水洗,酸洗至中性,水洗,脱水；

所述的碱处理液,包括下述组成:10g/L 的氢氧化钠、6g/L 的亚硫酸钠、2g/L 的渗透剂 JFC,余量为水；

## (3) 酸处理：

将经过碱处理后的黄麻纤维加入硫酸中,调整浴比为 1:15,硫酸用量为 6g/L,以 2℃ /min 升温至 60℃,保温 60min,水洗,碱液中和,水洗,脱水；

## (4) 生物酶处理：

调节浴比为 1:10,并用醋酸钠与醋酸组成的缓冲溶液调节 pH 值为 6-7,投入 5g/L 的生物酶,于 55℃ 下处理 75min,之后,升温至 80℃ 处理 15min,水洗,脱水,烘干；

所述生物酶由组分 A 与组分 B 按质量比为 1:2 复配而成,所述组分 A 由木质素过氧化物酶、锰过氧化物酶与漆酶按质量比 1:1:2 配置而成,所述组分 B 为木聚糖酶。

8. 根据权利要求 1 所述的一种短流程黄麻纤维素的制备方法,其特征在于:包括如下步骤:

## (1) 纤维预处理

将经过沤制、敲打过的根部黄麻纤维切成 20-30cm 长,并将其开松；

## (2) 碱处理：

将经过预处理的黄麻纤维加入到碱处理液中,调整浴比为 1:20,以 1.5℃ /min 升温至 80℃,保温 120min,水洗,酸洗至中性,水洗,脱水；

所述的碱处理液,包括下述组成:20g/L 的氢氧化钠、8g/L 的亚硫酸钠、3g/L 的渗透剂 JFC,余量为水；

## (3) 酸处理：

将经过碱处理后的黄麻纤维加入硫酸中,调整浴比为 1:20,硫酸用量为 8g/L,以 1.5℃ /min 升温至 60℃,保温 90min,水洗,碱液中和,水洗,脱水；

## (4) 生物酶处理：

调节浴比为 1:15,并用醋酸钠与醋酸组成的缓冲溶液调节 pH 值为 6-7,投入 8g/L 的生物酶,于 55℃ 下处理 90min,之后,升温至 80℃ 处理 15min,水洗,脱水,烘干；

所述生物酶由组分 A 与组分 B 按质量比为 1:2 复配而成,所述组分 A 由木质素过氧化物酶与漆酶按质量比 1:1 配置而成,所述组分 B 为木聚糖酶。

## 一种短流程黄麻纤维素的制备方法

[0001] 技术领域：

本发明涉及一种纤维素制备方法，特别是涉及一种短流程黄麻纤维素的制备方法。

[0002] 背景技术：

纤维素是自然界中存在量最大的一类天然高分子材料，已广泛应用于制浆造纸、再生纺织纤维、纤维素衍生物、食品、医药等工业领域。近年来，随着石化资源的日益匮乏和全球性能源危机日益显现，可再生生物质资源已成为众多学者的研究热点，纤维素因其资源丰富和无毒性等特征而成为清洁能源研究的重要生物质能之一。

[0003] 虽然纤维素广泛存在于植物中，但至今植物纤维素的主要来源局限于纤维素含量高、结构组成较为简单的木材和棉花。众所周知，木材成长周期较长，大量砍伐还会影响生态环境，而棉花的产量又受气候影响较大。为了拓展纤维素来源，不少科研工作者探索了从农作物秸秆（如玉米秸秆、小麦秸秆、稻草等）、花生壳、甘蔗渣等废弃物中提取纤维素的方法，但因其存在结构复杂、提纯困难及制备纤维素产量低下等缺点，严重制约着这些废弃物中纤维素的产业化应用。

[0004] 黄麻是一种资源丰富、价格低廉（约 1500 元 / 吨）的天然可再生纤维素纤维。与棉、亚麻等常规纺织用植物纤维相比，黄麻纤维刚度大，手感粗硬，单纤维较短（仅几毫米），抱合力和可纺性差，而且精细化难度较大，所以黄麻纤维主要用于制作低附加值的麻袋、麻绳、包装材料等产品。但黄麻纤维素含量（约 58~65%）较植物秸秆、花生壳、甘蔗渣等废弃物高，是一种极具潜能的纤维素提取资源。

[0005] 目前，纤维素制取方法主要有化学法、物理法、生物法，或几种方法联合使用，但均存在以下缺陷：如制取流程长、烘干步骤多、能耗大，而且高浓度酸、碱在高温条件下对纤维素聚合度、结构的影响较大，从而影响纤维素的应用性能。

[0006] 发明内容：

本发明的目的在于提供一种短流程黄麻纤维素的制备方法，本发明工艺流程短，烘干步骤少，耗时耗能少，制取的纤维素中  $\alpha$ -纤维素含量高，纤维素聚合度易控制，且纤维素结构和性能无显著影响。

[0007] 为达到上述目的，本发明的技术方案是：

一种短流程黄麻纤维素的制备方法，其特征在于，包括下列步骤：

(1) 纤维预处理：

将黄麻纤维切割成 10-40cm 长，并将其开松；

(2) 碱处理：

将经过预处理的黄麻纤维加入到碱处理液中，调整浴比为 1:10-20，以 1-3℃/min 升温至 60-80℃，保温 60-120min，水洗，酸洗至中性，水洗，脱水；

所述的碱处理液，包括下述组成：5-20g/L 的氢氧化钠、4-8g/L 的亚硫酸钠、1-3g/L 的渗透剂 JFC，余量为水；

(3) 酸处理：

将经过碱处理后的黄麻纤维加入酸处理液中，调整浴比为 1:10-20，以 1-3℃/min 升温

至 40-60℃,保温 30-90min,水洗,碱液中和,水洗,脱水;

所述的酸处理液为硫酸、盐酸、硝酸、磷酸中的一种或几种,用量为 5-10g/L;

(4) 生物酶处理:

调节浴比为 1:10-20,调节 pH 值为 6-7,投入 3-8g/L 的生物酶,于 50-60℃ 下处理 60-90min,然后升温至 80-90℃ 处理 10-20min,水洗,脱水,烘干;

所述生物酶由组分 A 与组分 B 按质量比 1:1-5 复配而成,所述组分 A 为木质素过氧化物酶、锰过氧化物酶、漆酶中的一种或几种,所述组分 B 为木聚糖酶。

[0008] 作为进一步设置:

步骤(1)中,所述黄麻纤维在切割前先经过沤制、敲打。

[0009] 步骤(1)中,通过切割,将黄麻纤维分割为黄麻根部纤维、黄麻中部纤维、黄麻梢部纤维,并分别进行处理。

[0010] 所述的黄麻根部纤维,切割长度为 20 ~ 40cm,黄麻中部纤维,切割长度为 20 ~ 40cm,黄麻梢部纤维,切割长度为 20 ~ 30cm。

[0011] 步骤(4)的生物酶处理,采用醋酸钠与醋酸组成的缓冲溶液调节 pH 值至 6-7。

[0012] 本发明提供一种优选的短流程黄麻纤维素的制备方法,其特征在于:包括如下步骤:

(1) 纤维预处理:

将经过沤制、敲打过的梢部黄麻纤维切成 20-40cm 长,然后进行开松处理;

(2) 碱处理:

将经过预处理的黄麻纤维加入到碱处理液中,调整浴比为 1:15,以 2℃ /min 升温至 70℃,保温 90min,水洗,酸洗至中性,水洗,脱水;

所述的碱处理液,包括下述组成:8g/L 的氢氧化钠、4g/L 的亚硫酸钠、2g/L 的渗透剂 JFC,余量为水;

(3) 酸处理:

将经过碱处理后的黄麻纤维加入硫酸中,调整浴比为 1:15,硫酸用量为 6g/L,以 2℃ /min 升温至 50℃,保温 45min,水洗,碱液中和,水洗,脱水;

(4) 生物酶处理:

调节浴比为 1:10,并用醋酸钠与醋酸组成的缓冲溶液调节 pH 值为 6-7,投入 4g/L 的生物酶,于 55℃ 下处理 60min,之后,升温至 80℃ 处理 15min,水洗,脱水,烘干;

所述生物酶由组分 A 与组分 B 按质量比为 1:3 复配而成,所述组分 A 由木质素过氧化物酶与漆酶按质量比 1:2 配置而成,所述组分 B 为木聚糖酶。

[0013] 本发明提供一种优选的短流程黄麻纤维素的制备方法,其特征在于:包括如下步骤:

(1) 纤维预处理:

将经过沤制、敲打过的中部黄麻纤维切成 20-40cm 长,并将其开松;

(2) 碱处理:

将经过预处理的黄麻纤维加入到碱处理液中,调整浴比为 1:15,以 2℃ /min 升温至 80℃,保温 90min,水洗,酸洗至中性,水洗,脱水;

所述的碱处理液,包括下述组成:10g/L 的氢氧化钠、6g/L 的亚硫酸钠、2g/L 的渗透剂

JFC,余量为水;

(3) 酸处理:

将经过碱处理后的黄麻纤维加入硫酸中,调整浴比为 1:15,硫酸用量为 6g/L,以 2°C/min 升温至 60°C,保温 60min,水洗,碱液中和,水洗,脱水;

(4) 生物酶处理:

调节浴比为 1:10,并用醋酸钠与醋酸组成的缓冲溶液调节 pH 值为 6-7,投入 5g/L 的生物酶,于 55°C 下处理 75min,之后,升温至 80°C 处理 15min,水洗,脱水,烘干;

所述生物酶由组分 A 与组分 B 按质量比为 1:2 复配而成,所述组分 A 由木质素过氧化物酶、锰过氧化物酶与漆酶按质量比 1:1:2 配置而成,所述组分 B 为木聚糖酶。

[0014] 本发明提供一种优选的短流程黄麻纤维素的制备方法,其特征在于:包括如下步骤:

(1) 纤维预处理

将经过沤制、敲打过的根部黄麻纤维切成 20-30cm 长,并将其开松;

(2) 碱处理:

将经过预处理的黄麻纤维加入到碱处理液中,调整浴比为 1:20,以 1.5°C/min 升温至 80°C,保温 120min,水洗,酸洗至中性,水洗,脱水;

所述的碱处理液,包括下述组成:20g/L 的氢氧化钠、8g/L 的亚硫酸钠、3g/L 的渗透剂 JFC,余量为水;

(3) 酸处理:

将经过碱处理后的黄麻纤维加入硫酸中,调整浴比为 1:20,硫酸用量为 8g/L,以 1.5°C/min 升温至 60°C,保温 90min,水洗,碱液中和,水洗,脱水;

(4) 生物酶处理:

调节浴比为 1:15,并用醋酸钠与醋酸组成的缓冲溶液调节 pH 值为 6-7,投入 8g/L 的生物酶,于 55°C 下处理 90min,之后,升温至 80°C 处理 15min,水洗,脱水,烘干;

所述生物酶由组分 A 与组分 B 按质量比为 1:2 复配而成,所述组分 A 由木质素过氧化物酶与漆酶按质量比 1:1 配置而成,所述组分 B 为木聚糖酶。

[0015] 本发明的有益效果是:

采用本发明的一种短流程黄麻纤维素的制备方法,与现有技术相比,具有以下突出优点和积极效果:

(1) 本发明工艺流程短,工艺参数稳定易控制,耗时少;

(2) 本发明烘干步骤少,能耗低,所有过程均在常压下操作;

(3) 黄麻纤维经该方法处理后,杂质去除率高,尤其木质素和半纤维素去除效果好;

(4) 本发明制取的纤维素中  $\alpha$ -纤维素含量高,纤维素结构与性能无损伤;

(5) 本发明所用化学助剂均为环保性助剂,且化学助剂用量少。

[0016] 以下结合具体实施方式对本发明做进一步阐述。

[0017] 具体实施方式:

实施例 1:

本实施例的一种短流程黄麻纤维素的制备方法,包括如下步骤:

(1) 纤维预处理:将经过沤制、敲打过的梢部黄麻纤维切成 20-40cm 长,然后进行开松

处理。

[0018] 本实施例中黄麻纤维选择黄麻纤维的梢部,在切割前先进行沤制、敲打,然后将黄麻纤维切成 20-40cm 长,并将其开松。

[0019] 沤制、敲打:黄麻纤维是从麻杆上剥下来的韧皮,经过沤制和敲打后形成束状纤维,其长度可达 100cm 以上。

[0020] 切割:通过切割,一方面将黄麻的根部、中部和梢部三个部位分开(因为根、梢、中三个部位所含杂质因生长时间不同而不同,所以三个部位分开处理可以提高处理的均匀度,并且可节省成本),另一方面将黄麻纤维切成 20-40cm 长,有利于后续的开松和碱处理等。

[0021] 开松:在沤制、敲打、运输过程中会夹杂石子、麻杆、沤制不均匀导致的块状韧皮,开松过程中是为了去除这些杂物,同时使黄麻纤维更蓬松、均匀。

[0022] (2) 碱处理:

将经过预处理的黄麻纤维加入到碱处理液中,调整浴比为 1:15,以 2℃/min 升温至 70℃,保温 90min,水洗,酸洗至中性,水洗,脱水。

[0023] 所述的碱处理液,包括下述组成:8g/L 的氢氧化钠、4g/L 的亚硫酸钠、2g/L 的渗透剂 JFC,余量为水。

[0024] (3) 酸处理:

将经过碱处理后的黄麻纤维加入硫酸中,调整浴比为 1:15,硫酸用量为 6g/L,以 2℃/min 升温至 50℃,保温 45min,水洗,碱液中和,水洗,脱水。

[0025] (4) 生物酶处理:

调节浴比为 1:10,并用醋酸钠与醋酸组成的缓冲溶液调节 pH 值为 6-7,投入 4g/L 的生物酶,于 55℃ 下处理 60min,之后,升温至 80℃ 处理 15min,水洗,脱水,烘干。

[0026] 所述生物酶由组分 A 与组分 B 按质量比为 1:3 复配而成,所述组分 A 由木质素过氧化物酶与漆酶按质量比 1:2 配置而成,所述组分 B 为木聚糖酶。

[0027] 实施例 2:

本实施例的一种短流程黄麻纤维素的制备方法,包括如下步骤:

(1) 纤维预处理:

将经过沤制、敲打过的中部黄麻纤维切成 20-40cm 长,并将其开松。

[0028] (2) 碱处理:

将经过预处理的黄麻纤维加入到碱处理液中,调整浴比为 1:15,以 2℃/min 升温至 80℃,保温 90min,水洗,酸洗至中性,水洗,脱水。

[0029] 所述的碱处理液,包括下述组成:10g/L 的氢氧化钠、6g/L 的亚硫酸钠、2g/L 的渗透剂 JFC,余量为水。

[0030] (3) 酸处理:

将经过碱处理后的黄麻纤维加入硫酸中,调整浴比为 1:15,硫酸用量为 6g/L,以 2℃/min 升温至 60℃,保温 60min,水洗,碱液中和,水洗,脱水。

[0031] (4) 生物酶处理:

调节浴比为 1:10,并用醋酸钠与醋酸组成的缓冲溶液调节 pH 值为 6-7,投入 5g/L 的生物酶,于 55℃ 下处理 75min,之后,升温至 80℃ 处理 15min,水洗,脱水,烘干。

[0032] 所述生物酶由组分 A 与组分 B 按质量比为 1:2 复配而成,所述组分 A 由木质素过氧化物酶、锰过氧化物酶与漆酶按质量比 1:1:2 配置而成,所述组分 B 为木聚糖酶。

[0033] 实施例 3:

本实施例的一种短流程黄麻纤维素的制备方法,包括如下步骤:

(1) 纤维预处理

将经过沤制、敲打过的根部黄麻纤维切成 20-30cm 长,并将其开松。

[0034] (2) 碱处理:

将经过预处理的黄麻纤维加入到碱处理液中,调整浴比为 1:20,以 1.5°C/min 升温至 80°C,保温 120min,水洗,酸洗至中性,水洗,脱水。

[0035] 所述的碱处理液,包括下述组成:20g/L 的氢氧化钠、8g/L 的亚硫酸钠、3g/L 的渗透剂 JFC,余量为水。

[0036] (3) 酸处理:

将经过碱处理后的黄麻纤维加入硫酸中,调整浴比为 1:20,硫酸用量为 8g/L,以 1.5°C/min 升温至 60°C,保温 90min,水洗,碱液中和,水洗,脱水。

[0037] (4) 生物酶处理:

调节浴比为 1:15,并用醋酸钠与醋酸组成的缓冲溶液调节 pH 值为 6-7,投入 8g/L 的生物酶,于 55°C 下处理 90min,之后,升温至 80°C 处理 15min,水洗,脱水,烘干。

[0038] 所述生物酶由组分 A 与组分 B 按质量比为 1:2 复配而成,所述组分 A 由木质素过氧化物酶与漆酶按质量比 1:1 配置而成,所述组分 B 为木聚糖酶。

[0039] 对比例 1:采用传统化学法制取黄麻纤维素。

[0040] 传统化学法制取黄麻纤维素的工艺过程为:纤维预处理→高温碱煮→亚氯酸钠处理→碱处理→水洗→烘干→纤维素,具体步骤:

(1) 纤维预处理:

将经过沤制、敲打过的黄麻纤维切成 20-40cm 长,并将其开松。

[0041] (2) 高温碱煮:

将经过预处理的黄麻纤维加入到碱液中,调整浴比为 1:20,以 2°C/min 升温至 150°C,保温 120min,水洗,酸洗至中性,水洗,脱水,烘干。

[0042] (3) 亚氯酸钠处理:

将经过高温碱煮后的黄麻纤维加入亚氯酸溶液中,调整浴比为 1:20,以 2°C/min 升温至 70°C,保温 60min,向处理液中添加与开始加入量相等的亚氯酸钠和醋酸,继续处理 60min,直至纤维素变白(一般需要重复 3 次),水洗,脱水,烘干。

[0043] (4) 碱处理:

将亚氯酸钠处理后的黄麻纤维素加入氢氧化钠溶液中,调整浴比为 1:20,氢氧化钠用量为 170g/L,室温下(约 20—25°C)保温 90min,离心脱去碱液,水洗,酸洗至中性,水洗,脱水,烘干。

[0044] 产品检测:

将实施例 1-3 制备的产品与对比例制备的产品分别进行检测、对照,得表 1。

[0045] 表 1 本发明实施例制取的黄麻纤维素与传统工艺的效果对照。



序号	工艺时间	木质素去除率	半纤维素去除率	$\alpha$ -纤维素含量
实施例 1	5h	95.3%	96.5%	97%
实施例 2	6h	93.7%	94.0%	95.5%
实施例 3	8h	91.8%	93.2%	94%
对比例 1	12h	83.5%	86.5%	85%

[0046] 由表 1 可以看出：本发明与传统工艺相比

- (1) 本发明工艺流程短, 耗时较传统工艺减少了一半, 且工艺参数稳定易控制;
- (2) 本发明烘干步骤少, 能耗低, 所有过程均在常压下操作;
- (3) 黄麻纤维经本发明的方法处理后, 杂质去除率高, 尤其木质素和半纤维素去除效果好;
- (4) 本发明制取的纤维素中  $\alpha$ -纤维素含量高, 说明纤维素结构与性能无损伤;
- (5) 本发明所用化学助剂均为环保性助剂, 且化学助剂用量少。