



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 113802403 A

(43) 申请公布日 2021.12.17

(21) 申请号 202110932014.7

D21C 9/10 (2006.01)

(22) 申请日 2021.08.13

D21C 9/14 (2006.01)

D21C 9/12 (2006.01)

(71) 申请人 湖北金汉江精制棉有限公司

地址 431900 湖北省荆门市钟祥市南湖新

区富水路湖北金汉江精制棉有限公司

(72) 发明人 周航旭 范宗清 范金涛

(74) 专利代理机构 荆门市首创专利事务所

42107

代理人 王锋

(51) Int. Cl.

D21C 3/02 (2006.01)

D21C 3/00 (2006.01)

D21C 1/00 (2006.01)

D21C 1/04 (2006.01)

D21C 1/06 (2006.01)

权利要求书2页 说明书9页

(54) 发明名称

一种高聚合度精制棉生产工艺

(57) 摘要

本发明公开了一种高聚合度精制棉生产工艺,其生产工艺如下:a、选料;b、除杂;c、浸渍;d、预处理:将三乙醇胺、碳酸钠、硫酸铜和氧化镁,按等比例复配成质量浓度为0.2~0.5%蒸煮复合助剂,连同浸渍处理后的棉短绒投放到蒸球中,并加温至70℃,停止加温,进行空转预处理40~60min;e、蒸煮;f、蒸球降温;g、配制二氧化氯漂白稳定溶液;h、第一段漂白;i、碱处理;j、第二段漂白;k、脱氯;l、碾压、烘干,本发明优点是:提高了反应效果,有效地控制了蒸煮过程中的降聚,可以获得高聚合度的纤维;在助剂的保护作用下,可以有效控制降聚;抑制了纤维素降解,还提高了产品白度。

1. 一种高聚合度精制棉生产工艺,其生产工艺如下:

a、选料:选用无三丝杂质的棉短绒,棉短绒的纤维长度在13~15mm,成熟度80%以上;

b、除杂:将棉短绒开松,通过除杂器除去如沙、石、棉壳等杂质;

c、浸渍:将质量浓度为1~2.5%的氢氧化钠溶液、0.1~0.2%的表面活化剂、0.1~0.2%环酮化合物、0.2~0.5%三氧化硫和30%双氧水混配成蒸煮剂,将蒸煮剂均匀喷洒到棉短绒中,液比为1:2.5~4.0;

d、预处理:将三乙醇胺、碳酸钠、硫酸铜和氧化镁,按等比例复配成质量浓度为0.2~0.5%蒸煮复合助剂,连同浸渍处理后的棉短绒投放到蒸球中,并加温至70℃,停止加温,进行空转预处理40~60min;

e、蒸煮:

第一段升温:将蒸球温度均匀升至100~110℃,升温时间控制在30~40min;

第二段升温:接着将蒸球温度均匀升至120~130℃,升温时间控制在20~30min,并恒温20min;

f、蒸球降温:通过向蒸球内灌注10~15℃冷凝水使蒸球内迅速降温,在8~15min蒸球内压力降为零,温度降至60℃以下,打开蒸球口盖,回收碱液,倒出棉浆料,并将浆料投入盛有常温水的容器中,进行冷却降温;

g、配制二氧化氯漂白稳定溶液:

(1)取去离子水75~90份、氨基醇2~4份、聚氨基酰胺1~2份、聚乙烯吡咯烷酮0.5~1.5份、乙二胺四乙酸0.5~1份、磷酸盐5~8份、邻苯二甲酸氢钾2~3份,将上述重量份配比的物料混合在一起,加入缓冲罐内搅拌15~60min,静置1~2h,配制成缓冲吸收液;

(2)分别将质量浓度为30~40%氯酸盐溶液和质量浓度为30~40%的盐酸溶液预热至50~65℃,其氯酸盐溶液和盐酸溶液按1:0.8~1.5的质量比,连续滴加到反应器,生成氯气与二氧化氯混合气体;

(3)将生成的二氧化氯与氯气的混合气体以0.05~0.08MPa的负压方式抽送至缓冲罐中,循环30min~60min,将生成的混合气体与循环流动的缓冲吸收液充分接触,使混合气体被缓冲吸收液完全吸收制成稳定性二氧化氯漂白溶液,该稳定性二氧化氯漂白溶液pH控制在7~8;

(4)将配制好的稳定性二氧化氯漂白溶液密封存储,存储温度15℃~25℃;

h、第一段漂白:对蒸煮后的棉浆进行第一次水洗,用质量浓度为99.9%的乙二胺四乙酸和质量浓度为1~2%二氧化氯溶液对棉浆进行第一次漂白,时间20~30 min,

I、碱处理:对棉浆进行第二次水洗,滤干,pH值控制在10~12,用质量浓度30%的氢氧化钠溶液和0.02~0.5%碳酸镁溶液进行碱处理,时间10~20 min;

J、第二段漂白:对棉浆进行第三次水洗,用质量浓度为0.1~0.2%的二氧化氯溶液进行第二次漂白,在漂白过程中投放0.05~0.1%次氯酸钠和0.01~0.5%氨基羟酸,漂白时间为10~20 min;

K、脱氯:对棉浆进行第四次水洗,用质量浓度为25~30%的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液进行脱氯处理,对棉浆进行第五次水洗,将pH值控制在6.8~7.0之间;

1、碾压、烘干:将漂白后的棉浆经碾压脱水,最后经烘干即得成品,成品的聚合度达到2800以上。

2. 根据权利要求1所述的一种高聚合度精制棉生产工艺,其特征在于:所述浸渍过程中,氢氧化钠溶液2.5~4份、表面活性剂0.001~0.003份、环酮化合物0.0005~0.002份、三氧化硫0.002~0.005份和双氧水0.002~0.005份。

3. 根据权利要求1所述的一种高聚合度精制棉生产工艺,其特征在于:所述蒸煮复合助剂0.005~0.01份。

4. 根据权利要求1所述的一种高聚合度精制棉生产工艺,其特征在于:所述表面活性剂是乙二胺四乙酸。

5. 根据权利要求1所述的一种高聚合度精制棉生产工艺,其特征在于:所述环酮化合物是萘醌、蒽醌或蒽酮中的任意一种或一种以上。

6. 根据权利要求1所述的一种高聚合度精制棉生产工艺,其特征在于:所述环酮化合物是由萘醌、蒽醌和蒽酮,按等比例混配而成。

7. 根据权利要求1所述的一种高聚合度精制棉生产工艺,其特征在于:所述棉短绒为1份。

8. 根据权利要求1、2、3、4、5、6或7所述的一种高聚合度精制棉生产工艺,其特征在于:所述第一段漂白过程中,乙二胺四乙酸为0.005~0.008份,二氧化氯溶液为2.5~4.5份。

9. 根据权利要求1、2、3、4、5、6或7所述的一种高聚合度精制棉生产工艺,其特征在于:所述碱处理过程中,氢氧化钠溶液为0.025~0.035份,碳酸镁溶液为0.004~0.007份。

10. 根据权利要求1、2、3、4、5、6或7所述的一种高聚合度精制棉生产工艺,其特征在于:所述第二段漂白过程中,二氧化氯溶液为1.25~1.6份,次氯酸钠为0.05~0.08份,氨基羟酸为0.005~0.008份;所述脱氯过程中, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 为0.003~0.006份。

一种高聚合度精制棉生产工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及精制棉生产工艺的技术领域,更具体地说是涉及聚合度超过2800以上的高聚合度精制棉生产工艺的技术领域。

背景技术

[0002] 精制棉是以棉短绒为原料,经碱法蒸煮的棉短绒精制而成,是制造醚类纤维素、硝化纤维素、醋酸纤维素及纳米纤维素的的基础材料,广泛运用于食品、医药、服装、军工、日化、塑料、电子、造纸、冶金、航空航天等众多领域,是国民经济发展不可或缺的新材料。由于传统高温碱法蒸煮和次氯酸钠、二氧化氯等漂白工艺,难以控制浆料降聚,致使生产高粘高聚,即粘度超过2200mPa·s和聚合度超过2800非常困难,制约了精制棉向高粘高聚升级。

[0003] 中国专利CN201110141806.9一种生产超高粘度精制棉的方法和中国专利CN201310140702.5一种超高粘度精制棉的生产工艺,蒸煮过程采用烷基苯磺酸钠乳化剂,亚氯酸钠和双氧水相结合漂白,该工艺生产的粘度仅大于1500mPa·s。

[0004] 中国专利 CN201210295256.0一种特高粘度精制棉的制备方法和中国专利CN200410013451.5特高粘精制棉生产工艺,所述方法制得的精制棉,粘度在800mPa·s以上。

[0005] 中国专利CN200610068484.9公开了一种高聚合度棉浆粕和制备该高聚合度棉浆粕的方法,该发明特征采用双氧水、硫酸镁、硅酸钠蒸煮助剂为和以平平加、十二烷基苯磺酸钠等为蒸煮渗透剂,漂白采用氯化漂白。

[0006] 上述蒸煮工艺都侧重在表面活性剂的运用上,主要是增强蒸煮过程中碱液的渗透,缺乏对降聚的有效控制。同时,漂白工艺由于二氧化氯的释放较快,往往降聚可达150-300,影响聚合度超过2800以上的高聚合度产品的生产。

发明内容

[0007] 本发明的目的就是为了解决上述之不足而提供一种工艺更优化的一种高聚合度精制棉生产工艺。

[0008] 本发明为了解决上述技术问题而采用的技术解决方案如下:

一种高聚合度精制棉生产工艺,其生产工艺如下:

a、选料:选用无三丝杂质的棉短绒,棉短绒的纤维长度在13~15mm,成熟度80%以上;

b、除杂:将棉短绒开松,通过除杂器除去如沙、石、棉壳等杂质;

c、浸渍:将质量浓度为1~2.5%的氢氧化钠溶液、0.1~0.2%的表面活化剂、0.1~0.2%环酮化合物、0.2~0.5%三氧化硫和30%双氧水混配成蒸煮剂,将蒸煮剂均匀喷洒到棉短绒中,液比为1:2.5~4.0;

d、预处理:将三乙醇胺、碳酸钠、硫酸铜和氧化镁,按等比例复配成质量浓度为0.2~0.5%蒸煮复合助剂,连同浸渍处理后的棉短绒投放到蒸球中,并加温至70℃,停止加温,

进行空转预处理40~60min;

e、蒸煮:

第一段升温:将蒸球温度均匀升至100~110℃,升温时间控制在30~40min;

第二段升温:接着将蒸球温度均匀升至120~130℃,升温时间控制在20~30min,并恒温20min;

f、蒸球降温:通过向蒸球内灌注10~15℃冷凝水使蒸球内迅速降温,在8~15min蒸球内压力降为零,温度降至60℃以下,打开蒸球口盖,回收碱液,倒出棉浆料,并将浆料投入盛有常温水的容器中,进行冷却降温;

g、配制二氧化氯漂白稳定溶液:

(1)取去离子水75~90份、氨基醇2~4份、聚氨基酰胺1~2份、聚乙烯吡咯烷酮0.5~1.5份、乙二胺四乙酸0.5~1份、磷酸盐5~8份、邻苯二甲酸氢钾2~3份,将上述重量份配比的物料混合在一起,加入缓冲罐内搅拌15~60min,静置1~2h,配制成缓冲吸收液;

(2)分别将质量浓度为30~40%氯酸盐溶液和质量浓度为30~40%的盐酸溶液预热至50~65℃,其氯酸盐溶液和盐酸溶液按1:0.8~1.5的质量比,连续滴加到反应器,生成氯气与二氧化氯混合气体;

(3)将生成的二氧化氯与氯气的混合气体以0.05~0.08MPa的负压方式抽送至缓冲罐中,循环30min~60min,将生成的混合气体与循环流动的缓冲吸收液充分接触,使混合气体被缓冲吸收液完全吸收制成稳定性二氧化氯漂白溶液,该稳定性二氧化氯漂白溶液pH控制在7~8;

(4)将配制好的稳定性二氧化氯漂白溶液密封存储,存储温度15℃~25℃;

h、第一段漂白:对蒸煮后的棉浆进行第一次水洗,用质量浓度为99.9%的乙二胺四乙酸和质量浓度为1~2%二氧化氯溶液对棉浆进行第一次漂白,时间20~30 min;

I、碱处理:对棉浆进行第二次水洗,pH值控制在10~12,用质量浓度30%的氢氧化钠溶液和0.02~0.5%碳酸镁溶液进行碱处理,时间10~20min;

J、第二段漂白:对棉浆进行第三次水洗,用质量浓度为0.1~0.2%的二氧化氯溶液进行第二次漂白,在漂白过程中投放0.05~0.1%次氯酸钠和0.01~0.5%氨基羟酸,漂白时间为10~20 min;

K、脱氯:对棉浆进行第四次水洗,用质量浓度为25~30%的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液进行脱氯处理,对棉浆进行第五次水洗,将pH值控制在6.8~7.0之间;

1、碾压、烘干:将漂白后的棉浆经碾压脱水,最后经烘干即得成品,成品的聚合度达到2800以上。

[0009] 本专利所述棉短绒为1份。

[0010] 本专利所述浸渍过程中,氢氧化钠溶液2.5~4份、表面活性剂0.001~0.003份、环酮化合物0.0005~0.002份、三氧化硫0.002~0.005份和双氧水0.002~0.005份。

[0011] 本专利所述蒸煮复合助剂0.005~0.01份。

[0012] 本专利所述表面活性剂是乙二胺四乙酸。

[0013] 本专利所述环酮化合物是萘醌、蒽醌或蒽酮中的任意一种或一种以上。

[0014] 本专利所述环酮化合物是由萘醌、蒽醌和蒽酮,按等比例混配而成。

[0015] 本专利所述第一段漂白过程中,乙二胺四乙酸为0.005~0.008份,二氧化氯溶液

为2.5~4.5份。

[0016] 本专利所述碱处理过程中,氢氧化钠溶液为0.025~0.035份,碳酸镁溶液为0.004~0.007份。

[0017] 本专利所述第二段漂白过程中,二氧化氯溶液为1.25~1.6份,次氯酸钠为0.05~0.08份,氨基羟酸为0.005~0.008份。

[0018] 本专利所述脱氯过程中, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 为0.003~0.006份。

[0019] 本发明采用上述技术解决方案所能达到的有益效果是:

1、本发明在蒸煮前设置预处理工序,提高了碱液渗透性。同时,在蒸煮完成后对蒸球内进行快速降温,浆料从蒸球倒出后同时用常温水再进行降温处理,避免了浆料温度过高发生进一步氧化降聚,以确保蒸煮碱化聚合度;

2、采用多种助剂复配蒸煮剂,提高了反应效果,有效地控制了蒸煮过程中的降聚,可以获得高聚合度的纤维;

3、采用分段蒸煮,避免了传统一步蒸煮方式造成的降聚难以控制的弊端,在助剂的保护作用下,可以有效控制降聚;

4、采用碳酸镁、次氯酸钠等多种复合漂白助剂增强了漂白功能,抑制了纤维素降解,还提高了产品白度;

5、本发明通过减少亚氯酸盐与氯气的反应,直接将氯气与二氧化氯通入缓冲吸收液中,使氯气反应生成具有漂白作用的次氯酸盐,在有效的处理了氯气的同时,提高了稳定性二氧化氯漂白溶液的漂白效果和存储时间,同时降低了单纯用有机稳定剂配缓冲吸收液释放二氧化氯的难度。采用盐酸代替了传统工艺中的硫酸,制备成本得到了降低。

具体实施方式

[0020] 下面结合实施例对本发明进一步说明。

[0021] 实施例1:

一种高聚合度精制棉生产工艺,其生产工艺如下:

a、选料:选用无三丝杂质的棉短绒4000Kg,棉短绒的纤维长度在13~15mm,成熟度80%以上;

b、除杂:将棉短绒开松,通过除杂器除去如沙、石、棉壳等杂质;

c、浸渍:将质量浓度为1%的氢氧化钠溶液10000Kg、0.1%的乙二胺四乙酸4Kg、0.1%萘醌2Kg、0.2%三氧化硫8Kg和30%双氧水8Kg混配成蒸煮剂,将蒸煮剂均匀喷洒到棉短绒中,液比为1:2.5;

d、预处理:将三乙醇胺5Kg、碳酸钠5Kg、硫酸铜5Kg和氧化镁5Kg,复配成质量浓度为0.2%蒸煮复合助剂,连同浸渍处理后的棉短绒投放到蒸球中,并加温至70℃,停止加温,进行空转预处理50min;

e、蒸煮:

第一段升温:将蒸球温度均匀升至100~110℃,升温时间控制在35min;

第二段升温:接着将蒸球温度均匀升至120~130℃,升温时间控制在25min,并恒温20min;

f、蒸球降温:通过向蒸球内灌注10~15℃冷凝水使蒸球内迅速降温,在10min蒸球

内压力降为零,温度降至60℃以下,打开蒸球口盖,回收碱液,倒出棉浆料,并将浆料投入盛有常温水的容器中,进行冷却降温;

采用上述蒸煮工艺实施,得到的棉浆料为3000Kg,得到的蒸煮聚合度为2968;

g、配制二氧化氯漂白稳定溶液:

(1)取去离子水75Kg、氨基醇2Kg、聚氨基酰胺1Kg、聚乙烯吡咯烷酮0.5Kg、乙二胺四乙酸0.5Kg、磷酸盐5Kg、邻苯二甲酸氢钾2Kg,将上述重量配比的物料混合在一起,加入缓冲罐内搅拌15min,然后静置1h,配制成缓冲吸收液;

(2)先将质量浓度为30%氯酸盐溶液预热至50℃,再将质量浓度为30%的盐酸溶液预热至50℃,然后将上述氯酸盐溶液和盐酸溶液按1:0.8的质量比,采用连续滴加的方式同时加入到反应器中,生成氯气与二氧化氯混合气体,两者同时开始滴加同时结束滴加;

(3)将上述生成的二氧化氯与氯气的混合气体通过以0.08MPa的负压方式抽送至缓冲罐中,循环30min,将生成的混合气体与循环流动的缓冲吸收液充分接触,使混合气体被缓冲吸收液完全吸收制成稳定性二氧化氯漂白溶液,该稳定性二氧化氯漂白溶液pH控制在7;

(4)将上述配制好的稳定性二氧化氯漂白溶液密封存储,存储温度15℃;

h、第一段漂白:对蒸煮后的棉浆进行第一次水洗,用质量浓度为99.9%的乙二胺四乙酸15Kg和质量浓度为1%二氧化氯溶液7500Kg对棉浆进行第一次漂白,时间20min,

I、碱处理:对棉浆进行第二次水洗,滤干,pH值控制在10,用质量浓度30%的氢氧化钠溶液75Kg和0.02%碳酸镁溶液12Kg进行碱处理,时间10min;

J、第二段漂白:对棉浆进行第三次水洗,用质量浓度为0.1%的二氧化氯溶液3750Kg进行第二次漂白,在漂白过程中投放0.05%次氯酸钠150Kg和0.01%氨基羟酸15Kg,漂白时间为10min;

K、脱氯:对棉浆进行第四次水洗,用质量浓度为25%的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液9Kg进行脱氯处理,对棉浆进行第五次水洗,将pH值控制在6.8;

1、碾压、烘干:将漂白后的棉浆经碾压脱水,最后经烘干即得成品,成品的聚合度达到2884。

[0022] 实施例2:

一种高聚合度精制棉生产工艺,其生产工艺如下:

a、选料:选用无三丝杂质的棉短绒4000Kg,棉短绒的纤维长度在13~15mm,成熟度80%以上;

b、除杂:将棉短绒开松,通过除杂器除去如沙、石、棉壳等杂质;

c、浸渍:将质量浓度为2%的氢氧化钠溶液12000Kg、0.15%的乙二胺四乙酸6Kg、0.15%蒽醌6Kg、0.4%三氧化硫12Kg和30%双氧水12Kg混配成蒸煮剂,将蒸煮剂均匀喷洒到棉短绒中,液比为1:3;

d、预处理:将三乙醇胺7.5Kg、碳酸钠7.5Kg、硫酸铜7.5Kg和氧化镁7.5Kg,复配成质量浓度为0.4%蒸煮复合助剂,连同浸渍处理后的棉短绒投放到蒸球中,并加温至70℃,停止加温,进行空转预处理40min;

e、蒸煮:

第一段升温:将蒸球温度均匀升至100~110℃,升温时间控制在30min;

第二段升温:接着将蒸球温度均匀升至120~130℃,升温时间控制在20min,并恒温20min;

f、蒸球降温:通过向蒸球内灌注10~15℃冷凝水使蒸球内迅速降温,在8min蒸球内压力降为零,温度降至60℃以下,打开蒸球口盖,回收碱液,倒出棉浆料,并将浆料投入盛有常温水的容器中,进行冷却降温;

采用本蒸煮工艺实施,得到的棉浆料为3000Kg,得到的蒸煮聚合度为3034;

g、配制二氧化氯漂白稳定溶液:

(1)取去离子水90Kg、氨基醇4Kg、聚氨基酰胺2Kg、聚乙烯吡咯烷酮1.5Kg、乙二胺四乙酸1Kg、磷酸盐8Kg、邻苯二甲酸氢钾3Kg,将上述重量配比的物料混合在一起,加入缓冲罐内搅拌60min,然后静置2h,配制成缓冲吸收液;

(2)先将质量浓度为40%氯酸盐溶液预热至65℃,再将质量浓度为35%的盐酸溶液预热至65℃,然后将上述氯酸盐溶液和盐酸溶液按1: 1.5的质量比,采用连续滴加的方式同时加入到反应器中,生成氯气与二氧化氯混合气体,两者同时开始滴加同时结束滴加;

(3)将上述生成的二氧化氯与氯气的混合气体通过以0.05MPa的负压方式抽送至缓冲罐中,循环60min,将生成的混合气体与循环流动的缓冲吸收液充分接触,使混合气体被缓冲吸收液完全吸收制成稳定性二氧化氯漂白溶液,该稳定性二氧化氯漂白溶液pH控制在8;

(4)将上述配制好的稳定性二氧化氯漂白溶液密封存储,存储温度25℃;

h、第一段漂白:对蒸煮后的棉浆进行第一次水洗,用质量浓度为99.9%的乙二胺四乙酸20Kg和质量浓度为1.5%二氧化氯溶液11000Kg对棉浆进行第一次漂白,时间26min,

I、碱处理:对棉浆进行第二次水洗,滤干,pH值控制在11,用质量浓度30%的氢氧化钠溶液90Kg和0.2%碳酸镁溶液16Kg进行碱处理,时间14min;

J、第二段漂白:对棉浆进行第三次水洗,用质量浓度为 0.15%的二氧化氯溶液4200Kg进行第二次漂白,在漂白过程中投放0.06%次氯酸钠190Kg和0.2%氨基羟酸20Kg,漂白时间为17min;

K、脱氯:对棉浆进行第四次水洗,用质量浓度为27%的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液16Kg进行脱氯处理,对棉浆进行第五次水洗,将pH值控制在6.9;

l、碾压、烘干:将漂白后的棉浆经碾压脱水,最后经烘干即得成品,成品的聚合度达到2957。

[0023] 实施例3:

一种高聚合度精制棉生产工艺,其生产工艺如下:

a、选料:选用无三丝杂质的棉短绒4000Kg,棉短绒的纤维长度在13~15mm,成熟度80%以上;

b、除杂:将棉短绒开松,通过除杂器除去如沙、石、棉壳等杂质;

c、浸渍:将质量浓度为2.5%的氢氧化钠溶液16000Kg、0.2%的乙二胺四乙酸9.2Kg、0.2%蒽酮8Kg、0.5%三氧化硫20Kg和30%双氧水20Kg混配成蒸煮剂,将蒸煮剂均匀喷洒到棉短绒中,液比为1:4;

d、预处理:将三乙醇胺10Kg、碳酸钠10Kg、硫酸铜10Kg和氧化镁10Kg,复配成质量浓度为0.5%蒸煮复合助剂,连同浸渍处理后的棉短绒投放到蒸球中,并加温至70℃,停止加

温,进行空转预处理60min;

e、蒸煮:

第一段升温:将蒸球温度均匀升至100~110℃,升温时间控制在40 min;

第二段升温:接着将蒸球温度均匀升至120~130℃,升温时间控制在30min,并恒温20min;

f、蒸球降温:通过向蒸球内灌注10~15℃冷凝水使蒸球内迅速降温,在15min蒸球内压力降为零,温度降至60℃以下,打开蒸球口盖,回收碱液,倒出棉浆料,并将浆料投入盛有常温水的容器中,进行冷却降温。

[0024] 采用本蒸煮工艺实施,得到的棉浆料为3000Kg,得到的蒸煮聚合度为2907;

g、配制二氧化氯漂白稳定溶液:

(1)取去离子水83Kg、氨基醇3.2Kg、聚氨基酰胺1.6Kg、聚乙烯吡咯烷酮1.2Kg、乙二胺四乙酸0.7Kg、磷酸盐7.3Kg、邻苯二甲酸氢钾2.4Kg,将上述重量配比的物料混合在一起,加入缓冲罐内搅拌35min,然后静置1.5h,配制成缓冲吸收液;

(2)先将质量浓度为36%氯酸盐溶液预热至62℃,再将质量浓度为40%的盐酸溶液预热至60℃,然后将上述氯酸盐溶液和盐酸溶液按1:1.2的质量比,采用连续滴加的方式同时加入到反应器中,生成氯气与二氧化氯混合气体,两者同时开始滴加同时结束滴加;

(3)将上述生成的二氧化氯与氯气的混合气体通过以0.065MPa的负压方式抽送至缓冲罐中,循环50min,将生成的混合气体与循环流动的缓冲吸收液充分接触,使混合气体被缓冲吸收液完全吸收制成稳定性二氧化氯漂白溶液,该稳定性二氧化氯漂白溶液pH控制在7.5;

(4)将上述配制好的稳定性二氧化氯漂白溶液密封存储,存储温度20℃;

h、第一段漂白:对蒸煮后的棉浆进行第一次水洗,用质量浓度为99.9%的乙二胺四乙酸24Kg和质量浓度为2%二氧化氯溶液13500Kg对棉浆进行第一次漂白,时间30min,

I、碱处理:对棉浆进行第二次水洗,滤干,pH值控制在12,用质量浓度30%的氢氧化钠溶液105Kg和0.5%碳酸镁溶液21Kg进行碱处理,时间20 min;

J、第二段漂白:对棉浆进行第三次水洗,用质量浓度为 0.2%的二氧化氯溶液4800Kg进行第二次漂白,在漂白过程中投放0.1%次氯酸钠240Kg和0.5%氨基羟酸24Kg,漂白时间为20min;

K、脱氯:对棉浆进行第四次水洗,用质量浓度为30%的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液18Kg进行脱氯处理,对棉浆进行第五次水洗,将pH值控制在7.0;

l、碾压、烘干:将漂白后的棉浆经碾压脱水,最后经烘干即得成品,成品的聚合度达到2819。

[0025] 实施例4:

一种高聚合度精制棉生产工艺,其生产工艺如下:

a、选料:选用无三丝杂质的棉短绒4000Kg,棉短绒的纤维长度在13~15mm,成熟度80%以上;

b、除杂:将棉短绒开松,通过除杂器除去如沙、石、棉壳等杂质;

c、浸渍:将质量浓度为2%的氢氧化钠溶液16000Kg、0.12%的乙二胺四乙酸8Kg、0.16%环酮化合物、0.4%三氧化硫11Kg和30%双氧水10Kg混配成蒸煮剂,将蒸煮剂均匀喷洒

到棉短绒中,液比为1:3;所述环酮化合物由萘醌1Kg、蒽醌1Kg和蒎酮1Kg组成;

d、预处理:将三乙醇胺7.5Kg、碳酸钠7.5Kg、硫酸铜7.5Kg和氧化镁7.5Kg,按等比例复配成质量浓度为0.35%蒸煮复合助剂,连同浸渍处理后的棉短绒投放到蒸球中,并加温至70℃,停止加温,进行空转预处理55min;

e、蒸煮:

第一段升温:将蒸球温度均匀升至100~110℃,升温时间控制在30min;

第二段升温:接着将蒸球温度均匀升至120~130℃,升温时间控制在20min,并恒温20min;

f、蒸球降温:通过向蒸球内灌注10~25℃冷凝水使蒸球内迅速降温,在12min蒸球内压力降为零,温度降至60℃以下,打开蒸球口盖,回收碱液,倒出棉浆料,并将浆料投入盛有常温水的容器中,进行冷却降温。

[0026] 采用本蒸煮工艺实施,得到的棉浆料为3000Kg,得到的蒸煮聚合度为2945;

g、配制二氧化氯漂白稳定溶液:

(1)取去离子水83Kg、氨基醇3.2Kg、聚氨基酰胺1.6Kg、聚乙烯吡咯烷酮1.2Kg、乙二胺四乙酸0.7Kg、磷酸盐7.3Kg、邻苯二甲酸氢钾2.4Kg,将上述重量配比的物料混合在一起,加入缓冲罐内搅拌35min,然后静置1.5h,配制成缓冲吸收液;

(2)先将质量浓度为36%氯酸盐溶液预热至62℃,再将质量浓度为40%的盐酸溶液预热至60℃,然后将上述氯酸盐溶液和盐酸溶液按1:1.2的质量比,采用连续滴加的方式同时加入到反应器中,生成氯气与二氧化氯混合气体,两者同时开始滴加同时结束滴加;

(3)将上述生成的二氧化氯与氯气的混合气体通过以0.065MPa的负压方式抽送至缓冲罐中,循环50min,将生成的混合气体与循环流动的缓冲吸收液充分接触,使混合气体被缓冲吸收液完全吸收制成稳定性二氧化氯漂白溶液,该稳定性二氧化氯漂白溶液pH控制在7.5;

(4)将上述配制好的稳定性二氧化氯漂白溶液密封存储,存储温度20℃;

h、第一段漂白:对蒸煮后的棉浆进行第一次水洗,用质量浓度为99.9%的乙二胺四乙酸17Kg和质量浓度为1.6%二氧化氯溶液9500Kg对棉浆进行第一次漂白,时间22min,

I、碱处理:对棉浆进行第二次水洗,滤干,pH值控制在11,用质量浓度30%的氢氧化钠溶液85Kg和0.3%碳酸镁溶液14Kg进行碱处理,时间106min;

J、第二段漂白:对棉浆进行第三次水洗,用质量浓度为0.13%的二氧化氯溶液3950Kg进行第二次漂白,在漂白过程中投放0.08%次氯酸钠190Kg和0.09%氨基羟酸17Kg,漂白时间为17min;

K、脱氯:对棉浆进行第四次水洗,用质量浓度为26%的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液14Kg进行脱氯处理,对棉浆进行第五次水洗,将pH值控制在6.9;

1、碾压、烘干:将漂白后的棉浆经碾压脱水,最后经烘干即得成品,成品的聚合度达到2896。

[0027] 实施例5:

一种高聚合度精制棉生产工艺,其生产工艺如下:

a、选料:选用无三丝杂质的棉短绒4000Kg,棉短绒的纤维长度在13~15mm,成熟度80%以上;

b、除杂：将棉短绒开松，通过除杂器除去如沙、石、棉壳等杂质；

c、浸渍：将质量浓度为2.1%的氢氧化钠溶液12000Kg、0.13%的乙二胺四乙酸7Kg、0.15%环酮化合物、0.3%三氧化硫11Kg和30%双氧水9Kg混配成蒸煮剂，将蒸煮剂均匀喷洒到棉短绒中，液比为1:3；所述环酮化合物由萘醌1Kg、蒽醌1Kg和蒹醌1Kg组合而成；

d、预处理：将三乙醇胺10Kg、碳酸钠10Kg、硫酸铜10Kg和氧化镁10Kg，复配成质量浓度为0.4%蒸煮复合助剂，连同浸渍处理后的棉短绒投放到蒸球中，并加温至70℃，停止加温，进行空转预处理50min；

e、蒸煮：

第一段升温：将蒸球温度均匀升至100~110℃，升温时间控制在40min；

第二段升温：接着将蒸球温度均匀升至120~130℃，升温时间控制在30min，并恒温20min；

f、蒸球降温：通过向蒸球内灌注10~15℃冷凝水使蒸球内迅速降温，在10min蒸球内压力降为零，温度降至60℃以下，打开蒸球口盖，回收碱液，倒出棉浆料，并将浆料投入盛有常温水的容器中，进行冷却降温。

[0028] 采用本蒸煮工艺实施，得到的棉浆料为3000Kg，得到的蒸煮聚合度为2936；

g、配制二氧化氯漂白稳定溶液：

(1)取去离子水83Kg、氨基醇3.2Kg、聚氨基酰胺1.6Kg、聚乙烯吡咯烷酮1.2Kg、乙二胺四乙酸0.7Kg、磷酸盐7.3Kg、邻苯二甲酸氢钾2.4Kg，将上述重量配比的物料混合在一起，加入缓冲罐内搅拌35min，然后静置1.5h，配制成缓冲吸收液；

(2)先将质量浓度为36%氯酸盐溶液预热至62℃，再将质量浓度为40%的盐酸溶液预热至60℃，然后将上述氯酸盐溶液和盐酸溶液按1:1.2的质量比，采用连续滴加的方式同时加入到反应器中，生成氯气与二氧化氯混合气体，两者同时开始滴加同时结束滴加；

(3)将上述生成的二氧化氯与氯气的混合气体通过以0.065MPa的负压方式抽送至缓冲罐中，循环50min，将生成的混合气体与循环流动的缓冲吸收液充分接触，使混合气体被缓冲吸收液完全吸收制成稳定性二氧化氯漂白溶液，该稳定性二氧化氯漂白溶液pH控制在7.5；

(4)将上述配制好的稳定性二氧化氯漂白溶液密封存储，存储温度20℃；

h、第一段漂白：对蒸煮后的棉浆进行第一次水洗，用质量浓度为99.9%的乙二胺四乙酸22Kg和质量浓度为1.8%二氧化氯溶液11300Kg对棉浆进行第一次漂白，时间28min，

I、碱处理：对棉浆进行第二次水洗，滤干，pH值控制在11，用质量浓度30%的氢氧化钠溶液93Kg和0.45%碳酸镁溶液18Kg进行碱处理，时间106min；

J、第二段漂白：对棉浆进行第三次水洗，用质量浓度为0.18%的二氧化氯溶液4300Kg进行第二次漂白，在漂白过程中投放0.09%次氯酸钠220Kg和0.3%氨基羟酸22Kg，漂白时间为14min；

K、脱氯：对棉浆进行第四次水洗，用质量浓度为28%的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液17Kg进行脱氯处理，对棉浆进行第五次水洗，将pH值控制在6.9；

l、碾压、烘干：将漂白后的棉浆经碾压脱水，最后经烘干即得成品，成品的聚合度达到2881。

[0029] 以上所述，仅是本发明的较佳实施例而已，并非对本发明作任何形式上的限制，虽

然本发明已以较佳实施例揭露如上,然而并非用以限定本发明,任何熟悉本专业的技术人员,在不脱离本发明技术方案范围内,当可利用上述揭示的技术内容作出些许更动或修饰为等同变化的等效实施例,但凡是未脱离本发明技术方案内容,依据本发明的技术实质对以上实施例所作的任何简单修改、等同变化与修饰,均仍属于本发明技术方案的范围内。