

5.713
82
1959年甘蔗綜合利用四川省內江現場會議資料

蔗渣制粘膠絲的試驗

輕工业出版社 汇编

輕工業出版社



1959年甘蔗綜合利用四川省內江現場會議資料

蔗渣制粘膠絲的試驗

輕工业出版社編輯

輕工业出版社

1959年·北京·

內 容 介 紹

利用甘蔗渣可以制得品質優良及強力的粘膠絲。這不但可以解決人民的穿衣問題，而且還可以在工業上應用，如重型機械的輪胎綫等，目前已在各地進行研究及試生產。

本冊子共介紹了三篇用蔗渣制粘膠絲的試生產及試驗報告。內江糖廠的試生產經驗及北京化工研究院的研究報告提供了不少工藝條件，最後一篇特別為我們指出了目前適合于土法生產蔗渣粘膠絲的方法和設備問題。

可供各甘蔗糖廠綜合利用蔗渣制粘膠絲工作人員及研究人員閱讀。

1959年甘蔗綜合利用 四川省內江現場會議資料 蔗渣制粘膠絲的試驗 輕工業出版社匯編

*

輕工業出版社出版

(北京市廣安門內白廣路)

北京市書刊出版業營業許可証出字 第 099 號

輕工業出版社印刷廠印刷

新華書店發行

*

327×1092公厘 $\frac{1}{32}$ × $1\frac{6}{32}$ 印張-24,000字

1959年 6 月 第 1 版

1959年 6 月北京第 1 次印刷

印數:1—1,600 定價:(10.00.19元)

統一書号: 15042-711

目 录

蔗渣制粘胶短纤维试生产总结	内江糖厂 (4)
甘蔗浆制造粘胶纤维试验报告	北京化工研究院 (12)
蔗渣制粘胶丝	李之江、计祖光 (27)

蔗渣制粘膠短纖維試生產總結

內江糖厂

一、前 言

一九五八年九月，內江糖厂在實驗室中制出了蔗渣漿板，并将蔗渣漿板加以适当处理，用玻璃梭抽出了醋酸絲、粘胶絲和銅氨絲。同年十一月，从重庆分到一套抽短纖維的设备（渝制），考虑到經濟上的合理性及技術上的可能性，十二月中旬开始小型制造蔗渣漿板。在五九年元月献出了第一批蔗渣粘胶纖維样品。二月十七日突破質量关，基本上达到規定标准，現正在巩固和提高中。

二、主 要 設 备

竹 篩 （9~4 毫米²）数只。

打漿机 75千瓦/馬达带动一台。

蒸煮鍋 一只可蒸煮五公斤干蔗渣。用直接蒸汽加热，預水解亦用此鍋。

瓦 缸 十数个，容量20升到100升。

抄紙机 一台，螺旋压榨，每小时可抄1公斤漿板。

浸漬槽 一只，木制，內衬橡皮，每次可浸漬漿板五公两。

浸漬簍 一只，鉄制，內装漿板，放於浸漬槽內浸漬。

螺旋型漿板压榨机 一台，每次可压碱纖維漿板二公斤。

粉碎机 一架，自制，圆盘鋁型与抽絲机共用1 $\frac{1}{2}$ 匹馬达，每两小时可粉碎碱纖維漿1 $\frac{1}{2}$ 公斤。

玻璃燒瓶 二只，每只容量5升。

真空泵 一台，連馬達，普通化驗室用。

电烘箱 一只，小型，普通化驗室用。

天平及大小磅秤 各一台。

玻 瓶 十个，容量5~10升。

吸滤瓶 5个，容量2升。

齒輪泵 二台，小型，手搖。

抽絲机 一台（連 $1\frac{1}{2}$ 馬力馬達、傳動設備、聯結器、牙輪泵、燭形过滤器、鵝頸管、噴絲咀）。

抽絲机架 一台，木制。

紡絲車 二台，竹制。

紡絲車架 一台，木制。

凝固液槽 一只，木制。

三、需用原料、材料及藥品

固体燒碱 含氫氧化鈉95%以上。

硫化碱 工业用。

硫 酸 含硫酸92.5%以上。

漂白粉 工业用

盐 酸 工业用

硫酸鈉 工业用

硫酸鋅 工业用

亚硫酸鈉 工业用

亚氯酸鈉 重庆天原电化厂新产品

二硫化碳 純度98.5%以上

力士皂

棉布及棉絨

軟 水

四、工 艺 流 程

蔗渣→选料→浸泡→梳解→預水解→碱煮→筛选离析→氯化→
碱处理→漂白→酸化→抄浆板→烘干→蔗渣浆板
蔗渣浆板→浸漬→压榨→粉碎→老成→黄化→溶解→成熟→过
滤→脱泡→抽絲→水洗、切割→脱硫→水洗→漂白→酸化→水
洗→皂浸→干燥→短絲。

五、操 作 順 序

选料 把蔗渣中的节部、根部，大块的及其它杂物选去，再用普通竹篩（9毫米²）篩之，将篩上的蔗渣用清水洗两次。

浸泡 用清水浸泡12~18小时。

梳解 浸泡后的蔗渣，用清水冲洗后，加水在打浆机內梳散2~4小时，使髓与纖維分散。当纖維分散开，蔗髓成顆粒状时撈出，用清水冲去一部分蔗髓。将蔗渣晒干或烘干后，用9毫米²篩孔的竹篩篩去蔗髓，留在篩上的蔗渣作为制浆原料。

預水解 称取定量的絕干蔗渣，加入清水（液比1:10到1:15）（即5公斤絕干蔗渣加清水50至75公斤）放在蒸煮鍋內，進行蒸煮，蒸煮压力为6~6.3公斤/公分²，保持2:15至2:30。升溫時間1:30至1:40，升溫过程中排气五次。最后用水洗滌至中性。

碱煮（硫酸盐法） 将預水解完后洗干淨的蔗渣放入蒸煮鍋內，加入碱液，其氢氧化鈉用量为干原料的25%（其中硫化碱占8%）。升溫時間2点鐘，其中在压力0.7公斤/公分²时排气二次，保持压力在5.7~6.0公斤/公分²3小时。煮完以后用水洗滌至中性。蔗渣与碱液的液比为1:10。

氯化 将未漂浆放在瓦缸中，加入氯水，在室溫下進行氯

化。氯化时浆的浓度为3%，有效氯的用量为干末漂浆重量约2.3%。氯化时间40分~1小时。先把浆的酸碱值调整到1~2，再加入氯水。氯化完后用清水洗至无残氯（用硝酸银法检验）。

碱处理 氯化后的浆调整到浓度6~8%（即1公斤浆加17公斤水）。加入相当于干末漂浆重量2%的氢氧化钠处理，温度70~80℃完后，先用稀苛性钠溶液洗，再用水洗至中性。

漂白 用次氯酸钠进行。有效氯为干末漂浆的2%，温度30~35℃，时间3~6小时，浆浓度5%。水预先调整到酸碱值9.5~10.5。漂白过程中酸碱值不能低于9。完后洗净（用硝酸银检验，无残氯）。

酸化 浆浓度3%盐酸用率2.5~3%（对多段漂白前的绝干浆重）。或通二氧化硫气于水中，制成亚硫酸，加入浆中调整到酸碱值3~4，在室温下处理1~15小时，洗涤至中性。

抄浆板 用自制螺旋压榨设备，抄与压在木槽内同时进行。烘干 在蒸汽管上烘干，温度于100℃。

浆板规格 15×15公分²，厚2毫米。甲种纤维含量约95%，灰份0.2~0.4%，白度及粘度未测，水份8~9%。

浸渍 取半公斤浆板，先装于浸渍笼中，在浸渍槽中以17.8%氢氧化钠在20℃浸渍一小时45分钟，液比15毫升/克。

压榨 将浸渍过之浆板在螺旋压榨机中，压去多余碱液，压比27~30，温度为室温，时间约20分钟。

粉碎 将压榨后之浆板置于粉碎机（自制圆盘锯型）中粉碎，时间2小时，粉碎度100~150克/升，温度约20℃。

老化 将疏松如絮状的碱纤维素置放大玻瓶中而密闭之，时间20小时，温度25℃。

黄化 老化后，将碱纤维素在圆玻瓶中进行黄化。加入相当于所含甲种纤维素含量的40%的二硫化碳，不绝地转动玻璃

瓶（2~10轉/分），溫度 $22^{\circ}\sim 26^{\circ}\text{C}$ ，時間3小時。

溶解 根據減纖維素的分析與所用二硫化碳量計算在圓玻璃瓶中加入一定量的已知濃度的氫氧化鈉溶液與水，使生成的粘液含7%纖維素和7%氫氧化鈉，不絕地用塑料棒攪拌，溫度 15°C ，時間2~3小時。使黃酸鹽完全溶解。

成熟 自加二硫化碳起至抽絲時止，溫度 20°C 。在成熟期間定期測定粘液粘度及成熟度，及用顯微鏡檢驗粘液內有無雜質。

過濾 在成熟期間將粘液過濾三次（用小型手搖齒輪泵），第一次用白布一層，以濾去大塊不溶物；第二次用白布兩層，棉絨一層以濾去較細微的微粒；第三次用府綢一層，白布兩層，棉絨一層。

脫泡 粘液過濾後，放置於抽成真空的吸濾瓶中以排除空氣泡，使紡絲時不致因粘液中的空氣泡存在引起斷絲。

紡絲 紡絲機大小及型別，做安東，紡絲咀不銹鋼制，500孔，孔徑0.07毫米。浴程約60~75厘米，紡絲速40米/分，採用一浴法。酸浴組成硫酸140克/升，硫酸鈉320克/升，硫酸鋅14克/升，浴溫 $45\sim 48^{\circ}\text{C}$ 。紡絲液粘度38~42秒（落球法）。
成熟度 9.5~10.5毫升（氯化銨法）。

水洗 抽出之短纖維束剪一刀，兩頭紮緊。

脫硫 脫硫劑亞硫酸鈉323克/升，溫度 70°C ，時間20分，水量以能泡着絲為足。

水洗 用過濾軟水洗。

漂白 如纖維白度不夠，則進行漂白。用亞氯酸鈉溶液重量為絲重的0.5%，加相當於絲重0.5%有效氯的次氯酸鈉活化。水量以能泡着絲為足。水預先調整到酸鹼值9~9.5，溫度 $25\sim 30^{\circ}\text{C}$ 。然後加入計算好的亞氯酸鈉及次氯酸鈉，把絲泡入，俟達到預期的白度和漂白均勻後，即行取出。

水洗 用过滤軟水洗至无殘氯。

酸化 用相当於絲重0.5%的盐酸，在室溫下進行酸化 10分鐘，水量以能泡着絲为足。

水洗 用过滤軟水洗至中性。

皂浸 用相当於絲重 2 %的力士皂，預先溶於40%溫水內，处理10分鐘。

烘干 溫度不超过45°C。

六、存在問題及情况分析

(一) 蒸煮鍋是用廢鉄廢料拚拚湊湊补焊制成的，由於只有一鍋，故水解、碱煮只能預交叉使用。使用時間不久，近已发现滲漏，不够安全，給制漿造絲帶來了一定量的鉄質。

(二) 用打漿机梳解蔗渣，消耗電力太多，一个用75匹馬达帶動的小打漿机，开动十个小时，往往只能供給日制 2 公斤漿板。

(三) 制氯水和次、亞氯酸鈉均需用氯气，因購不到液体氯，盐酸也买不到，我們曾一度使用硫酸加漂粉产氯，無論用料方面及作用罐方面均遇到很多困难。

(四) 氯化是在大瓦缸中進行的，因为怕跑氯，未進行連續攪拌，漂白作用并未安全發揮。

(五) 在碱处理时，曾一度使用冷法精制（用12%燒碱溶液）为的是想得到甲种纖維素含量較高的漿板（95~96%），但所产的漿板太松，給浸漬压榨帶來了困难。

(六) 因为买不到盐酸，而通二氧化硫，閥又久坏未修，曾一度使用硫酸酸化，漿板灰份之所以高，恐与此亦有关。

(七) 抄漿板所用的設備是木方槽，不能承受較大壓力，故所出漿板松而不合規格。

(八) 漿板有十分之七八未达到預期白度，這可能是漿中含鐵質較多和不會掌握氯化等所致。

(九) 漿板灰份一般為 2 ~ 4 %，很少有低於 0.2% 的，這可能是操作同志由選料直到烘乾尚未完全熟練所致。

(十) 浸漬加鹼液的方式是由下而上，這樣作是希望把存在於漿板中的空氣泡趕出，便於鹼液浸透。

(十一) 壓榨和粉碎設備均為鐵制，當然會給粘液中增加鐵質而影響老化和成熟時間的控制。

(十二) 粉碎度愈高愈好，最高曾達到 100 克/升，但一般均在 140 ~ 150 克/升，且含有小塊物，可能因粉碎機系自制，粉碎不均且顆粒較大之故。

(十三) 老化溫度與時間，本來從採用 25°C、20 小時，但又需人工保溫設備。車間溫度一般為 20 ~ 25°C 我們便採取 22°C 48 小時。但車間溫度仍忽高忽低，有時會上下相差兩度，所以說我們對於老化這道工序，沒有完全做好。

(十四) 老化的容器，我們用的是 5 公斤玻璃瓶，將鹼纖維粉裝滿後蓋好，可能進入的空氣是少了點，不足以達到預期的纖維素的合聚作用。

(十五) 我們已進行樣品黃化三十多次了，但從未達到如一般資料所公布的橘紅色，將二硫化碳量加多至 40% 仍如此，將時間延長也如此。我們只達到“黃”，這可能是用蔗渣為原料的關係。

黃化加二硫化碳時，因為試料較少，可不預抽真空，但需注意瓶塞之控制，以免引起爆炸。二硫化碳分數批加完，每次加入後將玻璃瓶上下左右轉動，務期瓶內物混勻均一，初加時瓶內氣壓較大，可稍松瓶塞，放出一小部分氣體。

(十六) 黃化溶解在同一玻璃瓶內舉行，因原料成份不定，

各工序操作亦不統一，鹼纖維成份亦有起伏，故溶解開之鹼液量亦時時更改。

溶解時需要攪拌，最先曾用粗玻棒，但易斷，後改用木棒，又易起作用，近來採用膠木棒攪拌，情況較好。

溶解時常發現有少數大的團塊不易溶解。

(十七) 溶解後的粘液，第一天尚是紅色，第二天顏色便變深了，以後隨時間之增長而加深。我們認為這可能是由於蔗渣中的單寧質與過程中的鐵質起了作用，並因時間愈長作用愈顯著所致。

成熟的溫度是在 15°C 左右的室溫下進行的。

(十八) 以前過濾的方法是採用真空吸濾，但太慢，繼改用壓縮空氣壓濾，又發現粘膠液的面上積有一層由壓縮氣帶出的機油，且過濾效率太慢，往往三四小時還過濾不到半公斤粘液。最後採用小型齒輪泵，仿照燭形過濾器的辦法來過濾粘液，無論是第一次、第二次或第三次，發現效果都很好。

(十九) 成熟粘膠液的檢驗，我們採取以下數種方法：

1. 先用顯微鏡檢查有無不溶物及其性質來源。
2. 用落球法測定粘度，要求在 $38\sim 42$ 秒以內。
3. 用鹽值及氯化銨法測定成熟度，因粘液較少，我們主要的靠鹽值法，到紡絲前，最後用氯化銨法以作復証，氯化銨法要求在 $9.5\sim 10.5$ 以內。

4. 先進行玻管抽絲，情況良好後，再進行紡絲機抽絲。

(二十) 凝固液是需要循環的，而又需要預熱，曾一度使用洗臉盆加熱，幾次以後便報廢了。近擬採用搪鉛，或硫酸礬熱水預熱法。

(二十一) 噴絲咀系不銹鋼制，因已使用多次，已變形，且原來孔徑大小不一，有相差十倍者，出毛絲的情況愈來愈多。

只要制造認真和保管得当，我們发现用不銹鋼做噴絲嘴还是可以解决問題的。

(二十二) 因系抽短纖維，紡絲液的粘度以較低(38~42秒)为宜，纖維素含量应較低(7%±)，氫氧化鈉应較高(7%±)，否則不利於抽絲，且有时抽不出絲来。

七、今后拟改进的方向

(一) 預水解鍋采用內衬瓷磚的蒸煮鍋，因耐酸，預水解液的酸鹼值虽低，而鍋仍可使用較久，抄浆板拟重新制造耐压的并改善粉碎設備，增加溶解設備，及調換噴絲咀鵝頸管。

(二) 在操作上以后研究采用干法去髓，在攪拌情况下進行氯化，定速抽絲和統一三班操作。

甘蔗漿制造粘膠纖維試驗报告

北京化工研究院

一、前 言

制造粘胶纖維的原料，过去几年全部采用木材纖維，但我国木材是不能滿足粘胶纖維发展需要的；故利用木材以外的草类纖維作为原料是極待解决的問題。蔗渣是制蔗糖的副产品，於我国南部地区产量丰富，易於集中，但尚未充分利用。以蔗渣为原料制造粘胶纖維不仅在甘蔗綜合利用上有很大价值，并且粘胶纖維在工业上及人民穿衣上均广泛使用，有其重大的經濟意义。

近年經国内多方面研究，已由蔗渣制成粘液絲漿及由漿紡成物理性能良好的粘胶纖維。同时認為判断紡絲問題需要進一

步連續試驗，而在試制中均发现过滤性差，紡絲困難問題，說明了漿的性質對紡絲影響極大，而紡絲的工藝條件也得進一步規定。我們在這樣基礎上進行了由蔗渣漿制粘膠纖維的試驗研究。蓋濕漿由紙漿造紙研究所提供，我們在紡絲工藝中就鹼纖維素老化溫度與時間，黃化時二硫化碳用量，熟成時溫度及時間以及紡絲後處理一些問題，進行了試驗得出了比較合適的工藝條件。然後在人造絲廠進行了中間試驗，從紡絲情況及絲的物理性能，提出了一些條件數據，以供擴大試驗及進一步改進的依據。

二、實驗部分

(一) 原料

試驗用的漿粕均由紙漿造紙研究所供給，系用福建的蔗渣經預水解硫酸鹽法制得。

漿粕經紙漿分析，並與蘇聯人造絲木漿的指標比較如下（表1、2）：

表1 蔗渣漿與蘇聯人造絲木漿指標比較

	蔗 渣 漿	蘇 聯 人 造 絲 漿	
		一 級	二 級
α 纖維素 %	93.3	91.52	89.0
粘 度 (厘泊)	13.6	13~16	12.5~16.5
木 質 素 %	微量	0.65	0.75
樹 脂 %	0.036	0.55	0.7
五 碳 醣 %	2.7		
灰 分 %	0.27	0.19	0.26
銅 值	0.44		

α-纖維素較高，灰份與木漿二級品接近，其中金屬含量經光譜分析如下：

表 2

蔗渣漿灰分中金屬物含量分析

	矽	鐵	鋁	鈣	鎂	鈉
樣品 #1, %	0.044	0.006	0.005	0.032	0.029	0.012
樣品 #2, %	0.029	0.008	0.005	0.063	0.038	0.020

(二) 試驗設備

設備容量為每批能投漿粕640 克。紡絲機系离心罐式，采

表 3 蔗渣漿碱纖維素老化時間和濕度與銅氨粘度的變化

批 號		#57				#78	#80	
浸漬氫氧化鈉克/立升		220				219.4	219.4	
時間 分鐘		80				80	80	
溫度°C		17~19				17~19.5	17~19.5	
壓榨比		2.76				2.8	2.8	
粉碎溫度°C		20~16.5				19~20	24~25	
時間 分鐘		150				150	150	
老化溫度°C		17	20	25	30	20	25	28.29
銅 氨 粘 度 (厘 泊)	9 小時						10.4	9.8
	10 "	10.3	10.5	10	9.2	10.1		
	12 "						7.5	6.5
	15 "			8.5	6.7			
	16 "						5.7	
	20 "	9.1	8.4	7.5	4.8	8.4		
	21 "							
	24 "							
	25 "			7.3	4.2			
	30 "	8.0	7.9	6.3		6.2		
	34 "					5.8		
	38 "					5.8		
	40 "			6.1				
	41 "					5.1		
	50 "	7.4	6.2					

用一噴絲頭60孔，紡制人造絲240縈左右。

(三) 試驗条件

浸漬、粉碎、老化、黃化溶解，過濾脫泡以及紡絲后处理条件（見附表3）

(四) 工艺条件的变化情况

1. 浸漬压榨

漿粕厚度小於1毫米，但厚薄密度不均勻，浸漬時容易脫層。漿粕均物理狀的改進對浸漬及以后老化等工序都有利的。

浸碱液220克/升；壓比1:2.8~3.0；浴比1:14；室溫（17~20℃）浸80分鐘。

2. 粉碎

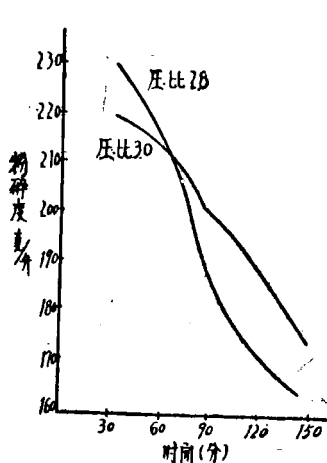


图1 碱纖維素25°C
粉碎度变化

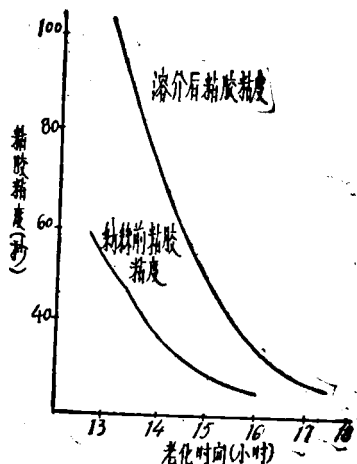


图2 碱纖維素老化時間
与粘胶粘度变化

25°C老化，黃化30%二硫化碳

根据老化溫度而定，粉碎分別在20°C及25°C進行。20°C粉

碎时保持温度不变 ($\pm 1^{\circ}\text{C}$)， 25°C 粉碎时逐步由室温升至 25°C ，粉碎时间 $2\frac{1}{2}$ 小时。

碱纤维素组成 α -纤维素 $30 \pm 2\%$

氢氧化钠 $14 \pm 1\%$

粉碎度在 170 克 / 升上下，其变化见图 1，粉碎后机台壁上一层纤维裂构的胶状薄膜，这是木浆粉碎时所没有的。

3. 老化时间和温度与粘度的关系。

碱纤维素分别在 20°C 及 25°C 进行老化，其不同时间对于黄化溶解后的影响见附表。 25°C 老化的不同时间与溶解后粘胶粘度及纺丝前粘胶粘度见图 2。

老化过程中碱纤维素的铜氨粘度变化列于表 3 及图 3、4。

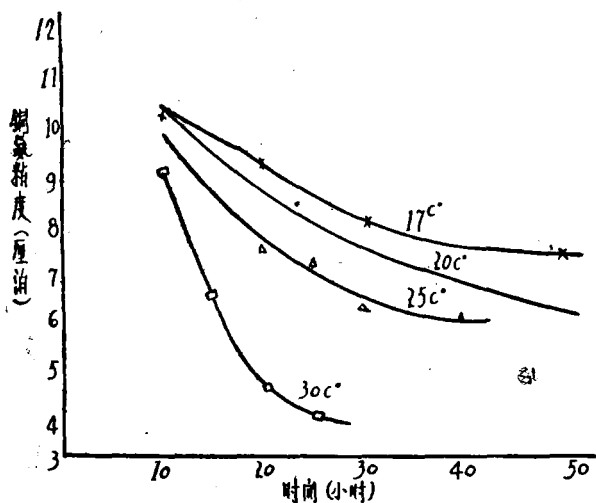


图 3 碱纤维素老化与铜氨粘度变化