

· Lyocell 纤维纺丝用溶解浆 ·

# Lyocell 纤维纺丝用溶解浆的制备及性能表征



作者简介：潘忆乐先生，在读硕士研究生；研究方向：Lyocell 纤维用溶解浆的制备和性能优化。

潘忆乐<sup>1</sup> 徐纪刚<sup>2,\*</sup> 钱丽颖<sup>1</sup> 何北海<sup>1</sup> 李军荣<sup>1,\*</sup>

(1. 华南理工大学制浆造纸工程国家重点实验室, 广东广州, 510640;

2. 中国纺织科学研究院有限公司, 生物源纤维制造技术国家重点实验室, 北京, 100025)

**摘要：**本研究以针叶木浆为原料，通过冷碱抽提、过氧化氢降聚、乙酸酸化等工艺制备可达到 Lyocell 纤维纺丝用标准的溶解浆。结果表明，采用针叶木浆制备的溶解浆达到 Lyocell 纤维纺丝用标准；溶解浆中  $\alpha$ -纤维素含量达到 96.12%，纤维素聚合度降至 653，灰分含量 0.07%，铁离子含量小于 4 mg/kg；溶解浆在 N-甲基吗啉-N-氧化物（NMMO）中的溶解性能显著提升。

**关键词：**针叶木浆；溶解浆；Lyocell 纤维；纤维素/NMMO 溶液；激光扫描共聚焦显微镜(LSCM)

中图分类号：TS749<sup>·1</sup> 文献标识码：A DOI: 10.11980/j.issn.0254-508X.2021.02.002

## Preparation and Performance Characterization of Spinning Pulp of Lyocell Fiber

PAN Yile<sup>1</sup> XU Jigang<sup>2,\*</sup> QIAN Liying<sup>1</sup> HE Beihai<sup>1</sup> LI Junrong<sup>1,\*</sup>

(1. State Key Lab of Pulp and Paper Engineering, South China University of Technology, Guangzhou, Guangdong Province, 510640;

2. State key Lab of Biobased Fiber Manufacturing Technology, China Textile Academy, Beijing, 100025)

(\*E-mail: xujigang@cta.com.cn; lljr@scut.edu.cn)

**Abstract:** In this paper, in order to meet the standard of spinning pulp of Lyocell fiber, softwood pulp was used as raw material to prepare the dissolving pulp by cold alkali extraction, hydrogen peroxide depolymerization, acetic acid acidification and other processes. The results showed that the dissolving pulp prepared by softwood pulp reached the standard of dissolving pulp for the standard of spinning pulp of Lyocell fiber. The  $\alpha$ -cellulose content of obtained pulp reached higher than 96.12%, the degree of polymerization of cellulose dropped to 653, the ash content was 0.07%, the iron ion content was less than 4 mg/kg, and the solubility of prepared pulp in N-methylmorpholine-N-oxide (NMMO) was significantly improved.

**Key words:** softwood pulp; dissolving pulp; Lyocell fiber; cellulose/NMMO solution; laser scanning confocal microscope (LSCM)

Lyocell 纤维是 20 世纪末实现工业化生产的一种再生纤维素纤维。Lyocell 纤维与黏胶纤维不同，是利用 N-甲基吗啉-N-氧化物（NMMO）水溶液直接对纤维素进行溶解制成纺丝原液，然后将原液挤出，经过一段空气隙后进入凝固浴，得到的析出纤维即为 Lyocell 纤维。NMMO 水溶液无毒、无污染，且可循环使用，溶剂回收率超过 99%<sup>[1]</sup>，因此生产流程较为环保。经干喷-湿法纺丝制备的 Lyocell 纤维具有机械性能优良、舒适性好、混纺性能优异和手感柔软等特性。

一直以来，国内企业在 Lyocell 纤维的研发道路上遇到很多困难，一些国家实行技术和市场垄断，一方面抬高技术转让费，另一方面高价出售溶剂及纤维

产品<sup>[2]</sup>。由于目前仅有几家国外的溶解浆厂能生产出符合要求的 Lyocell 纤维纺丝用溶解浆，所以国内 Lyocell 纤维制备企业的原料成本大大提高，这已成为制约国内 Lyocell 纤维产业发展的重要瓶颈。因此，Lyocell 纤维纺丝用溶解浆的国产化研究显得十分迫切和重要。

Lyocell 纤维制备工艺对溶解浆的  $\alpha$ -纤维素含量、聚合度和灰分含量（尤其是金属含量）等参数都有极

收稿日期：2020-10-07（修改稿）

基金项目：国家重点研发计划（2017YFB0309501）。

\*通信作者：徐纪刚，研究员；主要从事天然高分子基纺织材料的研究。李军荣，副研究员；主要从事生物基功能材料的研究。

高的要求。常见的木材和竹子<sup>[1]</sup>等原料，因其 $\alpha$ -纤维素含量较低，半纤维素及木质素含量较高，纤维素聚合度及灰分含量较大，难以直接从原料制备 Lyocell 纤维纺丝用溶解浆。如果用 $\alpha$ -纤维素含量相对较高的纸浆为原料来制备 Lyocell 纤维纺丝用溶解浆，可以有效降低原料成本，在提高企业经济效益的同时打破国外对 Lyocell 纤维原料的垄断。因此本研究以针叶木浆为原料，通过3段化学处理，即冷碱抽提<sup>[4-5]</sup>、过氧化氢降聚和乙酸酸化，使制备的溶解浆达到 Lyocell 纤维纺丝用溶解浆的要求；并对溶解浆的化学组分、纤维形态及溶解性能进行了研究，为制浆造纸企业提升产品价值和突破 Lyocell 纤维溶解浆的技术瓶颈提供新的思路。

## 1 实验

### 1.1 实验试剂及原料

针叶木浆，某公司提供；Cosmo 浆，美国进口溶解浆；氢氧化钠、过氧化氢、冰乙酸和 NMMO 等均为分析纯药品。

### 1.2 实验仪器

多位自动进样 X 射线衍射仪，X'pert Powder，荷兰 PANalytical 公司；L&W 白度仪，Elrepho 070，瑞典 Adev 公司；纤维分析仪，MORFI Compact，法国 TECHPAP 公司；扫描电子显微镜 (SEM)，EVO 18，德国 Zeiss 公司；激光扫描共聚焦显微镜 (LSCM)，TCS-SP5，德国 Leica 公司；偏光显微镜，163-0914，日本 OLYMPUS 公司。

### 1.3 纸浆处理工艺

针叶木浆 3 段化学处理工艺流程如图 1 所示。首先将充分疏解的针叶木浆进行冷碱抽提，并用去离子水冲洗，溶出大部分半纤维素及木质素，以提高 $\alpha$ -纤维素含量；然后对清洗后浆料进行过氧化氢降聚，降低纤维素聚合度以及提高白度；最后用乙酸酸化，降低浆料中灰分含量和金属离子含量，得到溶解浆。

### 1.4 溶解浆化学组分的测定

按照国家标准 GB/T 744—2004、GB/T 742—2018

及 GB/T 8943.2—2008 分别对针叶木浆、溶解浆的组分 ( $\alpha$ -纤维素、灰分和铁离子含量) 进行测定。

### 1.5 纤维素聚合度的测定

按照国家标准 GB/T 1548—2016 对溶解浆纤维素的聚合度进行测定。

### 1.6 纤维素结晶度的测定

采用多位自动进样 X 射线衍射仪进行测定，其工作条件为：Cu K $\alpha$  衍射，管压 40 kV，扫描范围 10° ~ 90°。采用峰强度法结合图谱上相应位置的衍射峰强度的相对大小进行结晶度的计算 (见式(1))。

$$CrI = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} \times 100\% \quad (1)$$

式中，CrI 为结晶度指数； $I_{002}$  为 002 晶面衍射峰强度； $I_{am}$  为无定形区衍射峰强度。根据经验， $I_{002}$  为  $2\theta=22.0^\circ$  的衍射强度， $I_{am}$  为  $2\theta=18.0^\circ$  的衍射强度。

### 1.7 溶解浆白度的测定

取 10 g 疏解后的溶解浆在布氏漏斗中抽滤成纸，然后在烘箱中干燥至水分小于 2%，利用 L&W 白度仪测定其白度。

### 1.8 纤维性能和形态分析

取 0.3 g 绝干浆，加入 300 mL 去离子水后充分疏解，然后稀释至 500 mL，放入纤维分析仪中进行纤维性能分析。

取少量疏解后的溶解浆，干燥后用导电胶将其固定在样品台上，镀金后置于 SEM 下观察纤维形态。

### 1.9 木质素含量

用滴管吸取 1~2 滴已充分疏解的浆料，放在载玻片中央。待水分挥发后盖上盖玻片并用透明胶带密封四周，利用 LSCM 观察。实验条件：40 倍物镜 (孔径 1.25)；激发光波长 405 nm，强度 50%；检测器电压 900 V；检测器补偿 -5.0%。

### 1.10 溶解浆溶解性能测定

利用干法工艺测定溶解浆的溶解性能，取 0.1 g 绝干浆溶解于 5 g NMMO (含水率 13.3%) 中，反应 4 h 后得到纤维素/NMMO 溶液。每隔 1 h 用滴管吸取 1 滴溶液，放在载玻片中央，用盖玻片盖好后，使用偏光

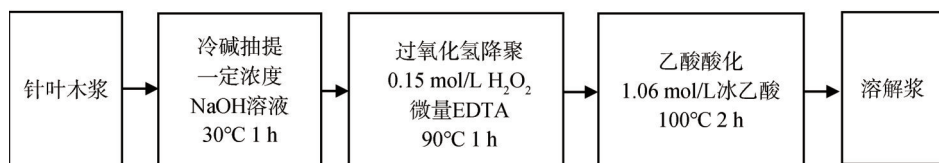


图 1 针叶木浆的处理工艺流程图

Fig. 1 Process flow chart of softwood pulp processing

显微镜进行观察。

## 2 结果与讨论

### 2.1 溶解浆组分分析

溶解浆质量对 Lyocell 纤维生产工艺的稳定性及产品质量至关重要, 因此对其  $\alpha$ -纤维素含量、纤维素聚合度和灰分含量 (尤其是金属含量) 等参数都有较高的要求<sup>[6]</sup>。表 1 为针叶木浆和溶解浆的主要化学组分及纤维素聚合度。由表 1 可知, 针叶木浆经 3 段化学处理后, 纤维的化学组分和纤维素聚合度能够满足 Lyocell 纤维纺丝用溶解浆的指标要求, 其中溶解浆中  $\alpha$ -纤维素含量提高至 96.12%, 纤维素聚合度下降至 653, 白度提升至 88.9%, 灰分和铁离子含量分别下降至 0.07% 和 3.47 mg/kg。

将实验室自制溶解浆与溶解纺丝性能较好的美国 Cosmo 浆进行对比 (见表 1), 自制溶解浆的  $\alpha$ -纤维素含量更高、灰分更低, 但是纤维素结晶度、白度和铁离子含量等比美国 Cosmo 浆略低。

表 1 针叶木浆处理前后主要化学组分及纤维素聚合度  
Table 1 Main chemical composition and degree of polymerization of softwood pulp fiber before and after treatment

类别	$\alpha$ -纤维素含量/%	纤维素结晶度/%	纤维素聚合度	灰分/%	白度/%	铁离子含量/(mg·kg <sup>-1</sup> )
针叶木浆	86.93	79.8	1040	0.08	86.1	7.69
自制溶解浆	96.12	78.3	653	0.07	88.9	3.47
Cosmo 浆	93.63	82.4	671	0.12	93.8	2.62
Lyocell 纤维用溶解浆指标 <sup>[7]</sup>	≥96	/	600~700	≤0.08	≥85	≤12

注 自制溶解浆为经过 3 段化学处理的针叶木浆, 得率为 90.0%。

#### 2.1.1 $\alpha$ -纤维素含量

纤维素纯度 (通常以  $\alpha$ -纤维素含量表示) 作为 Lyocell 纤维纺丝用溶解浆的重要质量要求, 决定着溶解浆在下游产品生产中的加工性能。表 2 为针叶木浆在 3 段化学处理中的  $\alpha$ -纤维素含量变化。由表 2 可知, 3 段化学处理中, 冷碱抽提对浆料中  $\alpha$ -纤维素含量的变化起决定作用, 其  $\alpha$ -纤维素含量由初始的 86.93% 提高到 99.10%。这是由于纤维素纤维在碱的作用下, 反应生成 Cell-ONa, 钠离子是一种水化程度很强的离子, 它能将大量的水分带入纤维内部, 使纤维剧烈润胀; 纤维素纤维在碱浸渍过程中, 木质素、半纤维素、果胶和戊糖等杂质均溶解于 NaOH 溶液里, 随着后续的清洗而去除, 从而使溶解浆中的  $\alpha$ -

纤维素含量快速升高<sup>[8]</sup>。在过氧化氢降聚阶段, 浆料中的  $\alpha$ -纤维素含量降低了 2.52%, 可能是由于浆料纤维素聚合度的下降导致短链纤维素分子的增加, 从而使纤维素发生部分溶解。

表 2 针叶木浆在经 3 段化学处理中的  $\alpha$ -纤维素含量变化  
Table 2 Changes in  $\alpha$ -cellulose content of softwood pulp in three-stage chemical treatment

类别	$\alpha$ -纤维素含量/%
针叶木浆	86.93
冷碱抽提后浆料	99.10
过氧化氢降聚后浆料	96.85
乙酸化后浆料(溶解浆)	96.12

在冷碱抽提反应中, 碱浓是影响纤维润胀度的主要因素, 而纤维的润胀度又与浆料中  $\alpha$ -纤维素含量紧密相关。针叶木浆经不同碱浓的冷碱抽提后, 其  $\alpha$ -纤维素含量变化见图 2。从图 2 可知, 当碱浓增加到 6.25 mol/L 时, 浆料中的  $\alpha$ -纤维素含量由初始的 86.93% 提高至 99.10%。在碱浓达到 3.41 mol/L 之前, 碱浓的增加对  $\alpha$ -纤维素含量的提高作用显著, 之后浆料中  $\alpha$ -纤维素含量的增加趋于平缓。由此可见, 适度增加碱浓对于提高冷碱抽提效果是有利的。

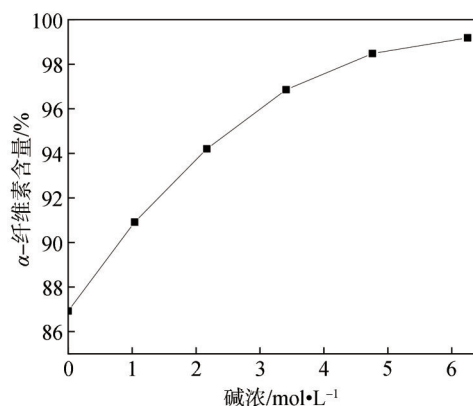


图 2 碱浓对浆料中  $\alpha$ -纤维素含量的影响

Fig. 2 Effect of alkali concentration on pulp  $\alpha$ -cellulose content

在冷碱抽提过程中, 纤维素的润胀度随着碱浓的增加而增加, 至一定碱浓时达到最高值。若继续提高碱浓, 溶液中金属离子增多、金属离子密度增大, 所形成的水合离子半径反而减小, 润胀度下降<sup>[9]</sup>。对针叶木浆而言, 纤维在 25℃ 的 NaOH 溶液中达到最大润胀时的碱浓范围为 2.78~3.09 mol/L。随着反应温度的升高, 纤维达到最大润胀时的碱浓也会提升。此外,



当碱浓小于 3.57 mol/L 时, 纤维素的润胀主要发生在无定形区; 当碱浓大于 3.57 mol/L 时, 纤维素结晶区内发生润胀, 纤维素晶型开始变化, 即纤维素 I 转化为纤维素 II<sup>[10]</sup>。因此, 在提高纤维润胀度以及不改变纤维晶型的基础上, 冷碱抽提工艺的最佳碱浓为 3.41 mol/L, 此时浆料中的  $\alpha$ -纤维素含量为 96.31%。

### 2.1.2 纤维素聚合度及结晶度

高分子化合物的溶解度与分子质量有关, 一般分子质量越大, 溶解度越小。同时, 晶态聚合物比非晶态聚合物难溶解。在 Lyocell 纤维纺丝工艺中, 所用溶解浆的纤维素聚合度越大、结晶度越高, 纤维素在 NMMO 中溶解效果越差, 制备的纺丝液质量差异也越大, 更容易造成喷头堵塞。因此, 聚合度适中、结晶度较低的溶解浆适合作为 Lyocell 纤维纺丝用原料。

表 3 为针叶木浆在 3 段化学处理中的聚合度和结晶度变化。由表 3 可知, 针叶木浆在 3 段化学处理中聚合度先增大后减小。这是由于在冷碱抽提阶段, 聚合度低的半纤维素被溶解去除而纤维素只润胀不溶解, 导致聚合度增加; 在过氧化氢降聚阶段, 过氧化氢对纤维素起氧化作用, 使纤维素链断裂降低了聚合度; 在酸化阶段, 乙酸促进纤维素发生水解从而进一步降低聚合度。

针叶木浆在 3 段化学处理中结晶度先减小后增大。其主要原因是纤维润胀过程中部分结晶区受到强碱作用破坏, 纤维素的结晶度减小; 后续处理中结晶度较低的纤维被溶解, 从而使溶解浆结晶度有所上升。

表 3 针叶木浆在 3 段化学处理中的纤维素聚合度及结晶度变化

Table 3 Changes in degree of polymerization and crystallinity of softwood pulp in three-stage chemical treatment

类别	纤维素聚合度	纤维素结晶度/%
针叶木浆	1040	79.8
冷碱抽提后浆料	1228	73.6
过氧化氢降聚后浆料	986	74.8
乙酸钠酸化后浆料(溶解浆)	653	78.3

### 2.1.3 灰分及金属离子含量

针叶木浆中灰分及金属离子含量本身不高, 但是微量的金属离子(尤其是  $\text{Fe}^{3+}$  和  $\text{Cu}^{2+}$ ) 对反应起催化作用, 会促进 NMMO 的分解, 从而导致纺丝液黏度下降, 可纺性变差。同时, NMMO 分解的产物会进一步促进纺丝液的加速分解<sup>[6]</sup>; 纺丝液剧烈分解, 产

生大量的热和可燃性物质, 若失控会产生爆炸, 造成严重的生产事故。另外, 浆料中的无机物会堵塞喷嘴头, 改变再生纤维丝的细度均匀性, 而  $\text{Fe}^{3+}$  和  $\text{Cu}^{2+}$  的存在会促进溶解浆的光诱导返黄<sup>[11]</sup>。因此, 需严格控制浆料中的灰分及金属离子含量。

由表 1 可知, 针叶木浆经过 3 段化学处理后灰分含量从 0.08% 下降到 0.07%, 下降了 12.5%; 铁离子含量从 7.69 mg/kg 下降到 3.47 mg/kg, 下降了 54.88%。这主要是因为过氧化氢降聚阶段添加的 EDTA 络合了溶解浆中大部分金属离子, 之后的乙酸酸化阶段又对部分难溶的矿物质进行了溶解。

## 2.2 纤维性能和形态分析

在纤维形态方面影响溶解浆质量的因素主要有纤维的长度、细小纤维含量及弯曲指数等。研究表明, 纤维的弯曲程度越大, 溶解浆整体越疏松, 越有利于纤维在 NMMO 中溶解<sup>[5, 12]</sup>。表 4 为针叶木浆及溶解浆的纤维性能。图 3 为针叶木浆和自制溶解浆的 SEM 图。由表 4 可知, 针叶木浆经过 3 段化学处理后纤维质均长度从 2.082 mm 下降到 1.337 mm, 这与上文所提到的溶解浆受过氧化氢及乙酸作用, 纤维素聚合度下降结论一致。纤维素大分子链受到氧化及水解作用后发生断裂, 聚合度降低, 纤维长度相应减小。溶解浆中的细小纤维溶解在 NMMO 试剂中容易形成胶粒, 不利于制取均匀、稳定的纺丝溶液。结合表 4 及图 3 可知, 针叶木浆经过 3 段化学处理后, 细小纤维含量减少, 由 1.2% 降低至 0.8%, 这主要是因为细小纤维在酸化阶段更容易被水解而除去。

表 4 针叶木浆及自制溶解浆的纤维性能

Table 4 Fiber properties of softwood pulp and dissolving pulp

类别	纤维质均长度/mm	长宽比	粗度/ $\text{mg}\cdot\text{m}^{-1}$	细小纤维含量/%	弯曲指数/%	扭结纤维比例/%
针叶木浆	2.082	66.1	0.162	1.2	14.3	46.5
自制溶解浆	1.337	45.0	0.159	0.8	28.4	67.6

## 2.3 纤维木质素含量

木质素的化学结构中含有较多共轭结构单元, 在紫外光的激发下会发出蓝绿色荧光, 其最大荧光强度波长约在 400 nm 左右。LSCM 能够在自然环境下通过激光束的扫描对物体表面进行无损探测, 并能直接给出表面的三维图像、各断层的二维图像和截面轮廓图<sup>[13-14]</sup>。图 4 为针叶木浆在 3 段化学处理中的 LSCM 图像。

由图 4(a) 和图 4(b) 可知, 针叶木浆经过冷碱抽提

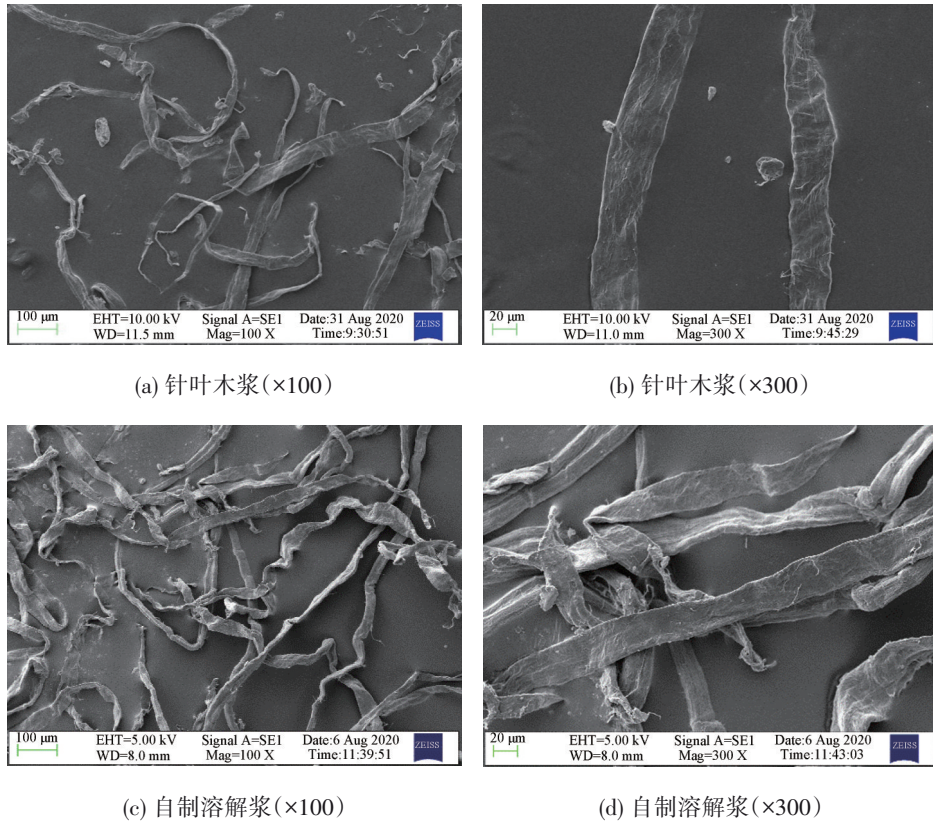


图3 不同浆料纤维的SEM图

Fig. 3 SEM images of fiber morphology of different pulps

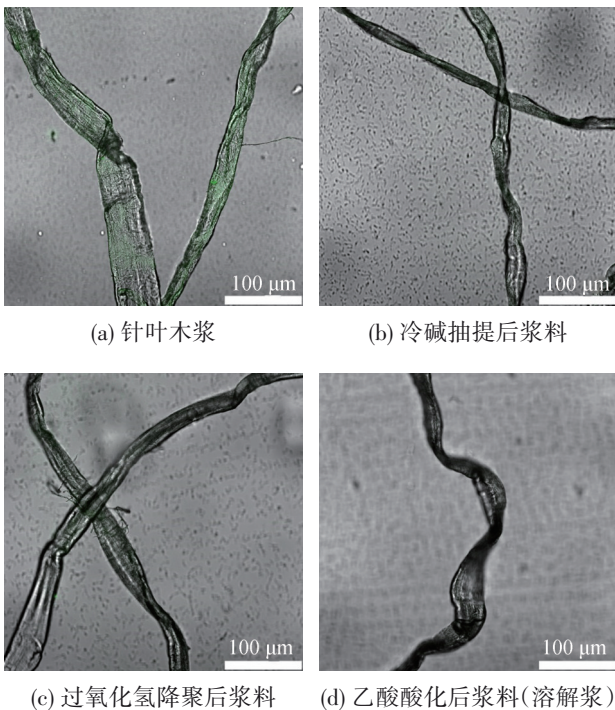


图4 针叶木浆在3段化学处理中的LSCM图像

Fig. 4 LSCM images of softwood pulp in three-stage chemical treatment

后的LSCM图像荧光强度快速降低,根据纤维木质素含量与荧光强度的线性关系可知纤维中木质素被大量除去,主要原因是纤维中木质素大分子能很好地溶解于强碱溶液中,再经洗涤除去。如图4(c)所示,在过氧化氢降聚阶段,纤维内剩余的微量木质素的共轭基团受过氧化氢作用而破坏,导致荧光强度进一步减弱。如图4(d)所示,随着乙酸酸化去除部分杂质以及溶解浆用去离子水多次冲洗,纤维的LSCM图像中荧光几乎不可见,这说明溶解浆中纤维木质素含量极低。因此,利用木质素在紫外光激发下的自荧光现象,通过LSCM可以方便、快速地观察纤维中的木质素含量,也有利于造纸企业快速检测木质素的脱除效果。

#### 2.4 溶解浆的溶解性能

纤维素/NMMO溶液的形成从纤维的润胀开始,针叶木浆和自制溶解浆在NMMO溶液中的溶解显微镜图见图5。图5(a)和图5(b)为针叶木浆和溶解浆分别与NMMO混合10 min的图像,此时纤维润胀不明显。从图5(c)及图5(d)可知,无论是针叶木浆还是溶解浆,在溶解初始阶段均发生了大幅度润胀。在纤维润胀



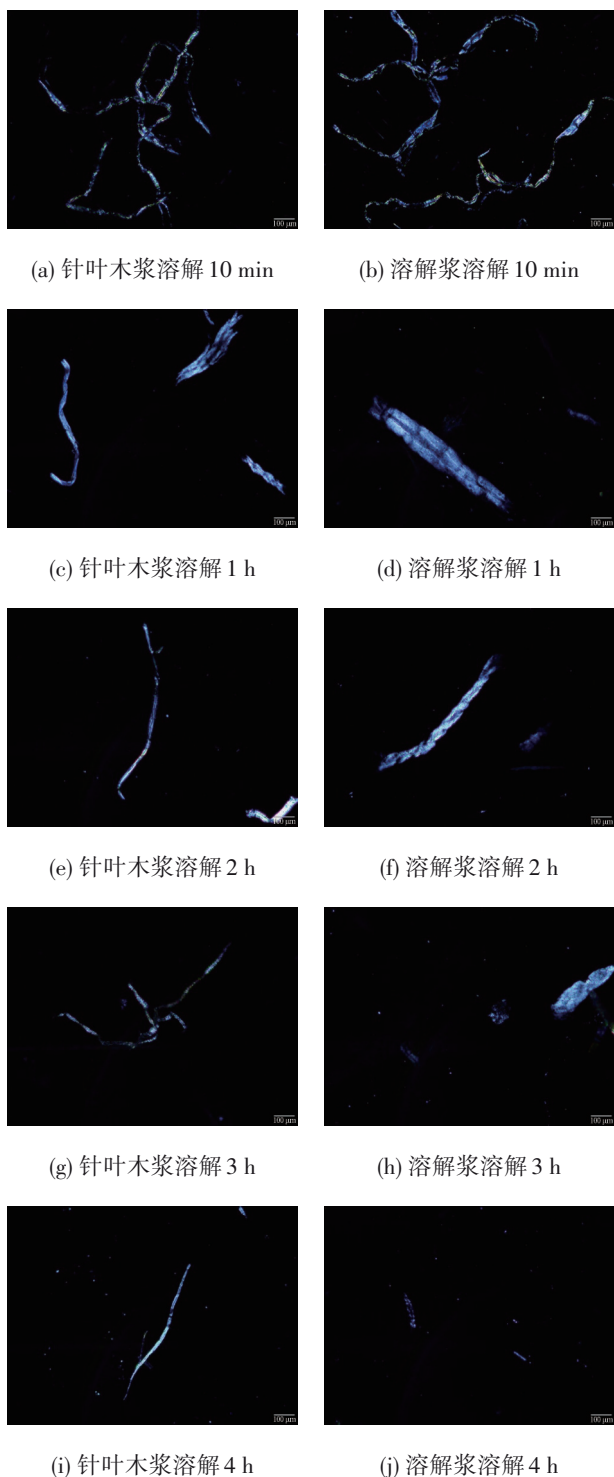


图5 针叶木浆及溶解浆在NMMO中的溶解显微镜图

Fig. 5 Dissolution microscope images of softwood pulp and dissolving pulp in NMMO

时, NMMO水溶液渗透到纤维的晶间和晶内区域, 破坏了纤维素的晶体结构<sup>[12,15]</sup>。此外, 对比图5(c)及图5(d)还可发现, 针叶木浆经3段化学处理后得到的溶解浆, 其润胀度大于针叶木浆。这主要是因为溶解浆的

纤维素结晶度小于针叶木浆, 更容易被NMMO溶液渗透。由图5(e)可知, 针叶木浆在NMMO溶液中溶解2 h后, 仍存在几乎没有发生润胀的纤维, 主要是针叶木浆中部分较高纤维素聚合度和结晶度的纤维难以被NMMO试剂进攻, 从而无法溶解<sup>[16]</sup>; 而溶解浆的纤维素聚合度及结晶度均小于针叶木浆, 在图5(f)中能观察到纤维素的局部溶解。由图5(g)和图5(i)可知, 针叶木浆在经过3~4 h溶解后, 仍存在部分难以溶解的纤维, 主要原因是高聚合度的纤维素大分子链的解缠及伸展困难, 分子间作用力大, 纤维素难以溶解<sup>[17]</sup>。由图5(h)和图5(j)可知, 溶解浆的偏光显微镜图像中纤维数量逐渐减少, 纤维变短乃至消失, 这说明溶解浆的溶解性能得到了很大提升。

### 2.5 再生Lyocell纤维

将自制溶解浆进行纺丝, 得到的再生Lyocell纤维见图6。图6(a)和图6(b)分别是线密度为1.6 dtex和2.0 dtex的Lyocell纤维实物图, 可以观察到纤维具有真丝般光泽。进一步对纤维进行显微镜观察, 如图6(c)和图6(d)所示, Lyocell纤维细长且宽度均匀、纤维表面光滑无杂质。本实验自制溶解浆的润胀度和分散性较好, 整体纺丝性较好, 但由于纺丝液中纤维素含量

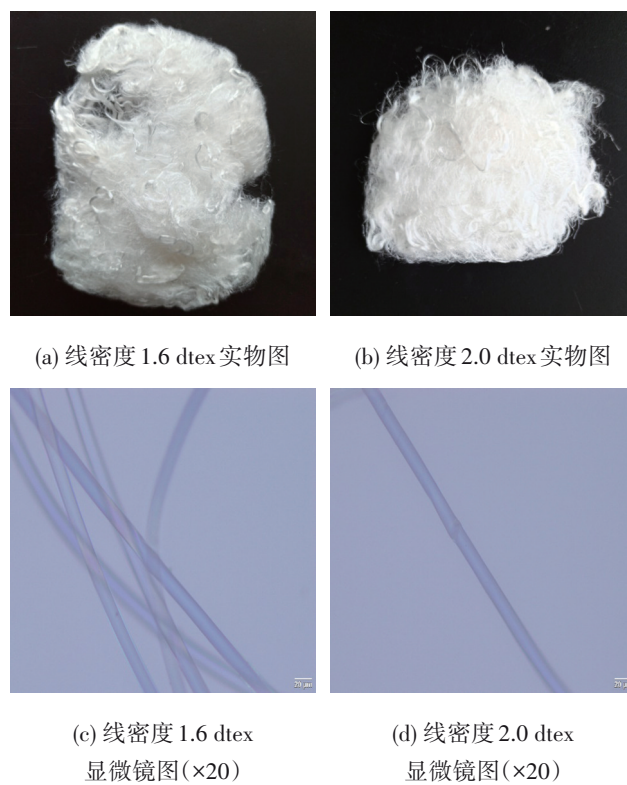


图6 再生Lyocell纤维实物图和显微镜图

Fig. 6 Photos and microscope images of regenerated Lyocell fiber

较低, 纤维力学性能无法精确评估, 将在后续工作中完善。

### 3 结 论

通过对针叶木浆进行冷碱抽提、过氧化氢降聚和乙酸酸化等工艺处理, 制备了木质素和铁离子含量低、纤维素聚合度和结晶度适当、溶解性能好的 Lyocell 纤维纺丝用溶解浆。主要研究了溶解浆化学组分、纤维形态及纤维溶解性能。

**3.1** 针叶木浆经3段化学处理后, 浆料中的 $\alpha$ -纤维素含量从86.93%提高到96.12%, 纤维素聚合度从1040降低到653, 灰分为0.07%, 铁离子含量小于4 mg/kg, 制备的溶解浆达到Lyocell纤维纺丝用溶解浆的标准。

**3.2** 纤维中的木质素在冷碱抽提后被大量除去, 通过LSCM可以方便、快速地表征木质素在纤维上的含量及分布, 有利于快速检测木质素的脱除效果。

**3.3** 针叶木浆经过3段化学处理后制备的溶解浆在NMMO中的溶解性能得到很大提升, 纤维在4 h内几乎完全溶解。因此, 以针叶木浆为原料来制备Lyocell纤维纺丝用溶解浆具有可行性。

### 参 考 文 献

- [1] 李 洁. 莱赛尔纤维技术与产业发展现状[J]. 新材料产业, 2017(12): 22-26.  
LI J. Lyocell Fiber Technology and Industry Development Status[J]. New Material Industry, 2017(12): 22-26.
- [2] 王乐军, 刘怡宁, 房 迪, 等. Lyocell纤维的国内外研发现状与发展方向[J]. 纺织学报, 2017, 38(4): 164-170.  
WANG L J, LIU Y N, FANG D, et al. Status and Development Research of Lyocell Fiber at Home and Abroad[J]. Journal of Textile Research, 2017, 38(4): 164-170.
- [3] 杨革生. Lyocell竹纤维素纤维的制备及结构与性能的研究[D]. 上海: 东华大学, 2009.  
YANG G S. Preparation, Structure and Properties of Bamboo Lyocell Fiber[D]. Shanghai: Donghua University, 2009.
- [4] 马晓娟, 曹石林, 罗小林, 等. 溶解浆研究进展及发展前景[J]. 中国造纸学报, 2013, 28(2): 44-48.  
MA X J, CAO S L, LUO X L, et al. Research Progress and Development Prospects of Dissolving Pulp[J]. Transactions of China Pulp and Paper, 2013, 28(2): 44-48.
- [5] TIAN C, MIAO X Q, ZHENG L Q, et al. Upgrading Paper-grade Softwood Kraft Pulp to Dissolving Pulp by Cold Caustic Extraction[J]. Paper and Biomaterials, 2016, 1(1): 31-37.
- [6] 王 霞, 韩荣桓, 孙华鹏, 等. 溶解浆质量对Lyocell纤维生产及产品质量的影响[J]. 化工管理, 2019(14): 31-32.  
WANG X, HAN R H, SUN H P, et al. The Effect of Pulp Quality on Lyocell Fiber Production and Product Quality[J]. Chemical Man-
- agement, 2019(14): 31-32.
- [7] 李庆春, 黄知清. Lyocell纤维适用溶解浆的研究[J]. 人造纤维, 2001, 31(5): 4-7.  
LI Q C, HUANG Z Q. Study on The Suitable Pulp of Lyocell Fiber[J]. Cellulosic Fibers, 2001, 31(5): 4-7.
- [8] 冯文军, 孙立奎, 周世川, 等. 纸浆改性溶解浆新工艺探讨[J]. 云南化工, 2018, 45(10): 49-51.  
FENG W J, SUN L K, ZHOU S C, et al. Discussion on New Process of Pulp Modified Dissolving Pulp[J]. Yunnan Chemical Industry, 2018, 45(10): 49-51.
- [9] 田 超, 郑林强, 苗庆显, 等. 采用冷碱抽提工艺改善溶解浆[J]. 中国造纸, 2015, 34(4): 1-6.  
TIAN C, ZHENG L Q, MIAO X Q, et al. Improving the Cellulose Purity of Dissolving Pulp by Cold Caustic Extraction[J]. China Pulp & Paper, 2015, 34(4): 1-6.
- [10] 王渊龙, 程博闻, 赵家森. 纤维素的活化[J]. 天津工业大学学报, 2002, 21(2): 83-86.  
WANG Y L, CHEN B W, ZHAO J S. Cellulose Activation[J]. Journal of Tianjin Polytechnic University, 2002, 21(2): 83-86.
- [11] 沈葵忠, 房桂干, 韩善明, 等. 溶解浆的质量指标及生产技术述评[J]. 林业工程学报, 2018, 3(5): 12-19.  
SHEN K Z, FANG G G, HAN S M, et al. Quality Specification of Dissolving Pulp and Prospects of Production Technologies[J]. Journal of Forestry Engineering, 2018, 3(5): 12-19.
- [12] Sayyed A J, Mohite L V, Deshmukh N A, et al. Intensification of Lyocell Dissolution Process and Dope Characteristics Using Pre-swelled Cellulosic Pulp[J]. Chemical Engineering and Processing, 2020, 148: 107826.
- [13] REEVE D W. Imaging Wood Pulp Fiber Surface Lignin by Fluorescence Confocal Laser Scanning Microscopy[J]. 天津科技大学学报, 2004(S2): 73-81.
- [14] 钱丽颖, 黄应刚, 何北海. 共焦激光扫描显微镜及其在造纸科学中的应用[J]. 造纸科学与技术, 2002, 21(3): 27-28.  
QIAN L Y, HUANG Y G, HE B H. Confocal Laser Scanning Microscope and Its Application in Paper Science[J]. Paper Science & Technology, 2002, 21(3): 27-28.
- [15] 李春花, 徐纪刚, 程春祖, 等. 纤维素溶解浆在NMMO/H<sub>2</sub>O中的溶胀行为研究[J]. 纺织学报, 2014, 35(2): 116-120.  
LI C H, XU J G, CHENG C Z, et al. Study on Swelling Behaviors of Cellulose Pulp in NMMO/H<sub>2</sub>O[J]. Journal of Textile Research, 2014, 35(2): 116-120.
- [16] 汤云潞, 张慧慧, 杨彦菊, 等. 纤维素溶解浆性质对其在NMMO溶液中的溶胀性能的影响[J]. 合成纤维工业, 2018, 41(5): 1-4.  
TANG Y L, ZHANG H H, YANG Y J, et al. Effect of Pulp Characteristics on Swelling Property of Cellulose in NMMO Solution[J]. China Synthetic Fiber Industry, 2018, 41(5): 1-4.
- [17] 程春祖, 徐纪刚, 骆 强, 等. 纤维素在N-甲基吗啉-N-氧化物/水溶液中的溶胀与溶解性能[J]. 合成纤维, 2012, 41(7): 15-19.  
CHENG C Z, XU J G, LUO Q, et al. Swelling and Dissolution of Cellulose in Solution of NMMO/H<sub>2</sub>O[J]. Synthetic Fiber in China, 2012, 41(7): 15-19. [CPP]

(责任编辑:杨苗秀)