



# 羧甲基纤维素钠的制备及其性能研究

## 引言

羧甲基纤维素钠 (carboxymethylcellulose, CMC) 于1918年由德国人E. Jansen首先制得，并在1921年获准专利见诸于世。当时只是作为一种粗产品用作胶体和粘剂。1936~1941年，CMC的工业应用研究相当活跃，在第二次世界大战期间，德国人将CMC用于了合成洗涤剂。Hercules公司于1943年为美国首次制成CMC，并于1946年生产精制的CMC产品，该产品被认可为安全的食品添加剂。CMC由于具有优良的水溶性、乳化性、保水性和成膜性等特性，广泛应用于石油、地质、日化、轻工、食品、医药等工业中，被誉为“工业味精”。

## 正交实验

3

表2 正交表对取代度的处理

| 因素               | 水平        | 一水平       | 二水平 |
|------------------|-----------|-----------|-----|
| A: NaOH:氯乙酸(n:n) | A1=2.2: 1 | A2=2.4: 1 |     |
| B: 碱化温度(°C)      | B1=25     | B2=30     |     |
| C: 碱化时间(min)     | C1=20     | C2=40     |     |
| D: 醚化温度(°C)      | D1=70     | D2=80     |     |
| E: 醚化时间(min)     | E1=60     | E2=90     |     |

实验最优水平组合：NaOH:氯乙酸(n:n)=2.2:1，碱化温度=30°C，碱化时间=20min，醚化温度=70°C，醚化时间=60 min。

表2 正交表对取代度的处理

| 实验号  | 因素             |       |       |       |       | 取代度   |
|------|----------------|-------|-------|-------|-------|-------|
|      | A              | B     | C     | D     | E     |       |
| 1    | 1              | 1     | 1     | 1     | 1     | 0.474 |
| 2    | 1              | 1     | 1     | 2     | 2     | 0.305 |
| 3    | 1              | 2     | 2     | 1     | 1     | 0.825 |
| 4    | 1              | 2     | 2     | 2     | 2     | 0.446 |
| 5    | 2              | 1     | 2     | 1     | 2     | 0.401 |
| 6    | 2              | 1     | 2     | 2     | 1     | 0.293 |
| 7    | 2              | 2     | 1     | 1     | 2     | 0.307 |
| 8    | 2              | 2     | 1     | 2     | 1     | 0.336 |
| K1   | 2.050          | 1.473 | 3.000 | 2.007 | 1.928 |       |
| K2   | 1.337          | 1.914 | 1.965 | 1.380 | 1.459 |       |
| k1   | 1.025          | 0.736 | 1.500 | 1.004 | 0.964 |       |
| k2   | 0.668          | 0.957 | 0.982 | 0.690 | 0.730 |       |
| 极差R  | 0.356          | 0.220 | 0.518 | 0.314 | 0.234 |       |
| 主次顺序 | C>A>D>E>B      |       |       |       |       |       |
| 优水平  | A1             | B2    | C1    | D1    | E1    |       |
| 优组合  | A1 B2 C1 D1 E1 |       |       |       |       |       |

## 实验试剂与仪器

1

**实验试剂：**桑树皮；广泛pH试纸；普通滤纸；NaOH；无水乙醇；氯乙酸；硅酸钠；多聚磷酸钠等，购自杭州汇普化工有限公司，均为分析纯。

**实验仪器：**AUY120电子天平；07HWS-2数显恒温磁力搅拌器；JJ-1精密增力电动搅拌器；ZNHW-II型精密电子控制仪；循环水式多用真空泵SHB-III A；微型植物粉碎机；可控硅温度控制器；VISCO STAR+ 旋转粘度计

## 结果与讨论

4

表3 碱化时间对CMC取代度的影响

| 实验号        | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     |
|------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 碱化时间 (min) | 10    | 20    | 30    | 35    | 40    |
| 取代度 (DS)   | 0.394 | 0.832 | 0.674 | 0.602 | 0.521 |

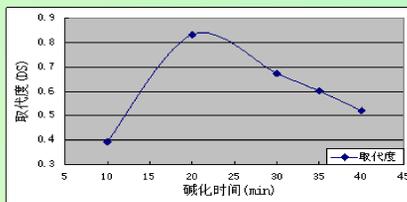


图2 碱化时间对取代度的影响

表4 NaOH:氯乙酸(n:n)对取代度的影响

| 实验号              | 1      | 2      | 3      |
|------------------|--------|--------|--------|
| NaOH: 氯乙酸 (n: n) | 2.0: 1 | 2.2: 1 | 2.4: 1 |
| 取代度 (DS)         | 0.368  | 0.832  | 0.495  |

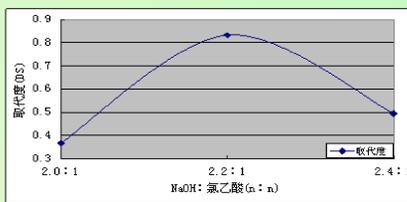


图3 NaOH: 氯乙酸(n: n)对取代度的影响

表5 醚化温度对取代度的影响

| 实验号       | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     |
|-----------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 醚化温度 (°C) | 50    | 60    | 70    | 80    | 90    |
| 取代度 (DS)  | 0.577 | 0.629 | 0.832 | 0.425 | 0.318 |

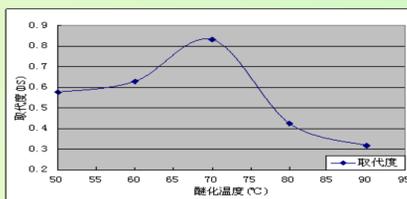


图4 醚化温度对取代度的影响

随着碱化时间的增加，取代度也随着增加，当碱化时间达到一定值时，DS随着碱化时间的增大反而减小。这主要是因为随着碱化时间的延长，反应生成的产物会出现降解，其取代度就会减小。因此本实验寻找最佳的碱化时间为20 min。

随着NaOH:氯乙酸(n:n)比例的提高，取代度随之增加，当NaOH:氯乙酸(n:n)达到一定值时，DS随之提高反而减小。这主要是由于在反应过程中存在副反应，同时反应过程中也会有损耗，因此NaOH:氯乙酸(n:n)略高于理论值。本次实验寻得最佳NaOH:氯乙酸(n:n)=2.2:1。

随着醚化温度的升高，取代度增加，当醚化温度升高到一定值时，DS随之递减。这主要是由于温度过高，溶剂挥发加快，从而影响CMC的取代度。本次实验寻得最佳的醚化温度为70°C。

## 实验流程

2

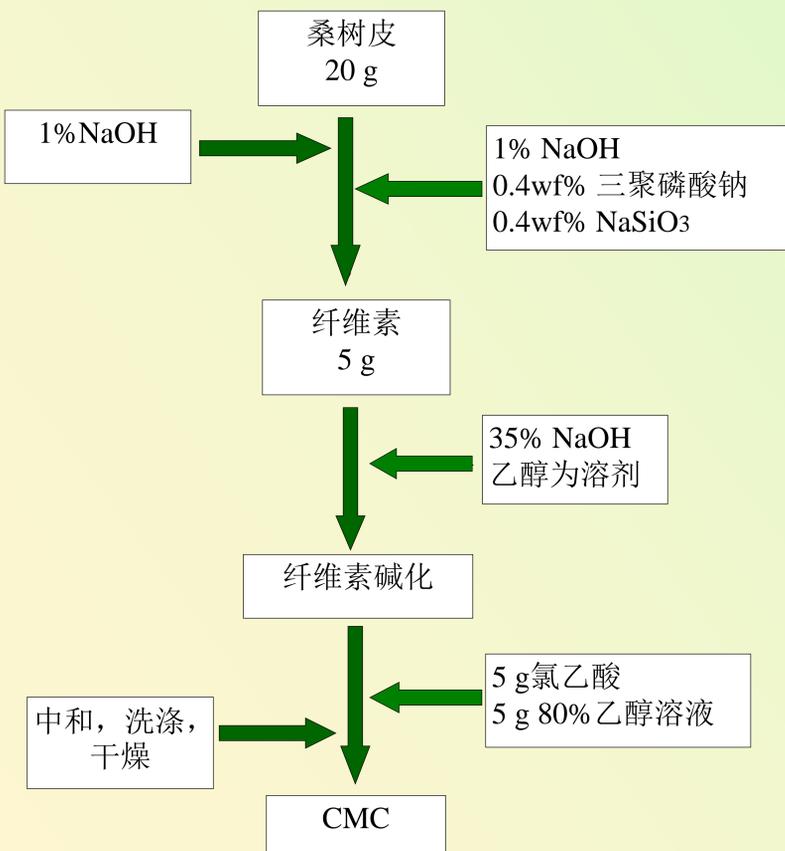


图1 CMC的制备流程

## 结论与展望

研究表明，在NaOH:氯乙酸(n:n)=2.2:1，30°C下碱化20 min，然后在70°C下醚化60min的条件下制得CMC，符合食品级CMC取代度标准。由于水溶液的粘度相对不稳定，在以后的研究中可以不断完善，将桑树皮提取纤维素制备CMC的工艺从实验室模式跨入到正式的工业化生产。