

摘 要

黄麻纤维一直以来主要用于制织厚重的包装织物。近十几年来,由于受到化纤工业的冲击,黄麻传统产品的市场日益萎缩。急需找到一条重振黄麻工业的新路子。生产具有高附加值、多样化的黄麻产品,是黄麻工业今后发展的主要出路。因此,黄麻精细化加工研究是一项非常具有实际意义的工作。

本文研究了三种黄麻加工方法,即化学脱胶基础上的碱改性法、生物酶与化学法相结合的脱胶方法、化学脱胶基础上的氧漂法,得出结论如下:

一、黄麻作为工艺纤维,为得到不同的纤维性能,可进行碱改性加工、生物酶-化学联合加工和氧漂法加工路线。经实验验证,选用这三种方法合理安排工艺路线是可以达到使纤维细化、柔软和提高白度的目的。

二、经优化碱改性法,在碱煮浓度为 12.32g/l、碱煮时间为 1.4h、浸碱浓度为 160.14g/l 时,黄麻纤维取得综合最优值,此时,纤维细度为 20.43dtex,强度为 2.74cN/dtex,伸长率为 5.3%,残胶率为 3.74%,木质素为 11.08%,卷曲数为 40.5 个/10cm。

三、酶处理时间、碱后处理浓度和碱后处理时间是影响生物酶-化学脱胶的主要因素。最优工艺条件为:碱前处理 NaOH 浓度 2g/l,碱前处理时间 2h,酶处理时间 2.84h,碱后处理浓度 3.33g/l,碱后处理时间 2.39h。相应纤维性能的最优值为:细度 21.15dtex,强度 2.25cN/dtex,伸长率 2.4%,残胶率 4.63%。

四、氧漂法的最优工艺条件为:初漂浓度 18g/l,初漂时间 50min,复漂时间 40min。相应纤维性能的最优值为:细度 20.68dtex,强度 2.23cN/dtex,伸长率 2.5%,残胶率 5.81%,白度 64,制成率 59.98%。

五、黄麻经三种加工方法后,呈现出不同的性能。改性麻纤维高伸低强,软而韧,结晶度小,有卷曲,利于纺纱时增加纤维间的抱合力,其残胶率是三种加工方法中最低的,纤维细度亦可达到近 20dtex;生物酶法为黄麻加工提供了一种新的可行方法,可大大降低碱用量,减少对环境的污染,生物酶法也可取得较低的残胶率和细度,适中的强度和伸长;氧漂麻虽然可以取得较好的白度,但以降低制成率为代价,且氧漂麻纤维结晶度大,纤维高强低伸,脆而硬。

通过本文的工作,作者认为对黄麻的精细化加工是可行的。并希望本文在这方面所作的研究,能为生产高附加值、多样化的黄麻产品提供有价值的依据。

关键词:黄麻 碱改性 生物酶脱胶 氧漂

Study on the Refining Process of Jute Fiber

Abstract

Jute fiber was traditionally used as the coarse package fabric. In recent decades, the market of the traditional jute products was shrinking sharply due to the impact of cheap synthetic substitutes. So jute industry is facing with great challenge. To solve the problem, we must break a new path—develop high added value and diversified jute product. While the fiber is the basement of products, it will be a meaningful work to study how to get the refining fiber.

Three kinds of degumming and modification of the fiber were studied in the research work—alkali modification on the basis of chemical degumming, the combination of enzymatic and chemical degumming, oxygen bleaching degumming. The conclusions were drawn as follows:

It is possible to get refining fiber through above three degumming methods. After treatment, the fineness, whiteness, strength and elongation of the fiber were all improved greatly.

To get optimal solution of each process, the quadratic universal circulation experimental design are adopted. According to the results of experiments, the recommended alkali modification process is: density of NaOH in scouring is 12.32g/l, the scouring time is 1.4h, the density of NaOH in modification is 160.14g/l.

Different properties are showed in three treated jute fibers. With a lot of crimpings, modificative jute fiber characterized by its low strength and high extension. And it has the least percent of remnants gum content in refined jute fiber. A new feasible method was offered by enzymatic degumming which enable to consume less alkali and be environmental friendly. Also it enjoys low percent of remnants gum content, good fineness, moderate strength and extension. On the cost of low percentage of finished products, oxygen bleaching jute fiber can get good whiteness. It's high-strength and low- extension type.

Dang Min(Textile Engineering)

Directed by Professors Yu Chongwen & Lu Kai

Keywords: jute fiber, alkali modification, enzymatic degumming, oxygen bleaching
degumming

目 录

└─┐ 文摘

└─┐ 英文文摘

└─┐ 致谢

└─┐ 第一章引言

└─┐ 第二章黄麻精细化加工的可行性分析及机理

└─┐ 第一节黄麻结构及其组成

└─┐ 第二节黄麻精细化加工的可行性分析

└─┐ 第三章黄麻精细化加工的工艺研究

└─┐ 第一节化学改性方法工艺流程的确定

└─┐ 第二节生物酶脱胶中酶的选择、工艺流程和参数的确定

└─┐ 第三节氧漂工艺流程的选择及氧漂工艺参数的确定

└─┐ 第四节试验原料所选试剂、设备和仪器介绍

└─┐ 第五节本章小结

└─┐ 第四章黄麻精细化加工的工艺优化

└─┐ 第一节最优化设计方法简介

└─┐ 第二节黄麻碱法改性工艺参数的优化设计

└─┐ 第三节黄麻生物酶脱胶工艺参数的优化设计

└─┐ 第四节黄麻氧漂脱胶工艺参数的正交设计

└─┐ 第五节本章小结

└─┐ 第五章三种脱胶方法麻样的对比

└─┐ 第一节对品质特征的影响

└─┐ 第二节对拉伸性能及结构的影响

└─┐ 第三节本章小结

└─┐ 第六章结论

└─┐ 参考文献

└─┐ 附录一随机方向搜索法程序框图

└─┐ 附录二 1. 改性优化图

└─┐ 附录三

└─┐ 发表论文：

致 谢

本文在导师陆凯、郁崇文教授的精心指导下完成的。在一年多的研究过程中，两位导师严谨的治学态度和谆谆教导，给我极大的帮助和教诲，不仅在治学上，更在为人上，使我获益匪浅。

本科生黄晓菁也参与了部分实验工作。纺织化学实验室和纺材实验室的老师为本课题的实验提供了许多方便和帮助。

值此论文完成之际，谨向所有曾帮助和指导我的老师、同学致以最衷心的感谢！

第一章 引言

黄麻是麻纺织工业的主要原料之一。黄麻是椴木科(Tiliaceae)、黄麻属(Corchorus)一年生作物。采纤用的有10多种,其中长果种(Corchorus olitorius)和圆果种(Corchorus capsularis L.)是商业上主要作为采纤维的两个种。同其他麻类纤维相比,黄麻虽均为韧皮纤维,却在细胞形态和大小上有显著不同。苧麻单纤维是麻类纤维中最长的,一般在60—250mm,最长可达到600mm。黄麻单纤维的长度自500—6,050 μ m不等,宽度从10—30 μ m不等。苧麻单纤维的长宽比在各类麻中居首位,在2,000以上,大麻为750,亚麻平均为1,000,黄麻为160^[1]。从纺织要求上看,单纤维长宽比率愈大,并由纯纤维素构成的纤维,品质就愈好。黄麻由若干个纤维细胞组成纤维细胞束,若干个纤维细胞束又组成纤维细胞束层。从以上数据可看出,黄麻单纤维的长度远小于苧麻、亚麻等,其他化学组成亦有较大区别。表1-1列出了各种麻类纤维的参数特征^[2-4]。

表 1-1 几种纤维的化学成分对比

	纤维素%	半纤维素%	果胶%	木质素%	脂蜡质%	灰分%
苧麻	65—75	12—16	3—6	0.8—2	0.2—1	2.5—4.5
亚麻	60—70	15—18	2—3	6—8	2—3	0.2—1
大麻	57.1	17.84	7.31	5.8	1.96	1.3
黄麻	59—63	14—16	0.5—1	9—17	0.3—0.5	0.5—1.5

从表1-1可见,黄麻的木质素含量较高,导致纤维粗硬,也正是这一点决定了黄麻纤维主要用于加工麻袋、麻布,并且是利用工艺纤维进行纺纱。所谓工艺纤维是指经过梳麻机处理后,符合纺纱要求且具有一定长度和细度的束纤维。黄麻作为麻袋、麻布、地毯底布的原料,一般剥麻后多在田间沤麻,而不经进一步脱胶作用。黄麻纤维纺纱支数也很低,多在1—4Nm,少数厂家能少量生产8—10Nm纱。其加工技术和设备亦很简单,产品档次不高,发展速度也很缓慢。

随着合成纤维包装材料的兴起,黄麻包装品逐渐在市场竞争中萎缩。但由于黄麻产量丰富,且已形成一定的生产规模,更由于它的生物可降解,对生态环境的保护有积极作用,所以国际黄麻组织(IJO)已专门列项对黄麻进行系列

研究,努力提高产品附加值。印度多家研究所与黄麻企业联合对黄麻进行研究,已成功开发了黄麻与涤纶、粘胶、丙纶、棉、羊毛等的混纺纱。为了改善黄麻织物的性能,提高其外观和服用性能,使织物光滑、柔软、白度好,并具有良好的染色性,就要不断的改进、完善黄麻初加工方法。目前,黄麻纺织品的应用范围已扩展到行李袋、手提包、家具用装饰布、土工布以至服装领域^[5-6]。

一、黄麻纤维研究动态

扩大黄麻应用领域,提高产品附加值是今后黄麻产业的发展趋势。纺纱是这项工作的重大突破。纺纱工艺的目的在于充分利用纤维材料的可纺性能,最大限度地纺出适合于一定品质要求的纱,从而生产出性能优良的织物。如前所述,黄麻单纤维短,无法纺纱,只能依靠工艺纤维进行纺纱。因此,脱胶工艺非常关键。脱胶过重,形成完全的单纤维,无法纺纱;脱胶过轻,工艺纤维的细度得不到改善,纺制的纱线较粗,仍无法用于高档产品。因此,精细化加工的重点为脱胶工艺。脱胶过程的工艺和方法,是根据纤维的性能和纺纱工艺对纤维品质的要求而确定的。

1.黄麻脱胶进展

黄麻脱胶主要是采用苧麻脱胶路线,针对黄麻纤维的不同化学组成,采用不同的加工方法。所用方法主要有碱煮练法、生物酶法、氧漂法、氯漂法和改性法。

印度加尔各答技术学院研究了用化学品有效脱除半纤维素和木质素的方法。半纤维素的分离脱除过程为渐进式的:先用1%的氢氧化钠溶液在30℃时处理1小时,然后在30℃时用10%浓度的氢氧化钠溶液煮沸30分钟,再用2%浓度的醋酸溶液中和,然后水洗干燥;木质素的分离脱除过程为:在pH值为4.5情况下,用0.7%浓度的亚氯酸钠溶液把去脂黄麻纤维煮沸100—120分钟,然后用2%浓度的亚硫酸钠溶液在40℃时处理30分钟,再水洗、干燥^[7]。

美国密西西比州立大学采用细菌工艺浸解洋麻和细菌与化学品相结合的工艺浸解洋麻,并比较了纤维性能。在30℃浸解槽中,洋麻中自然存在着细菌群落,再用浓度为7%的氢氧化钠溶液和浓度为0.5%的亚硫酸钠溶液将它煮沸,洗涤后再进行梳理。结果表明,经过化学品浸解后,束纤维的强度、含胶量和弱节长度都减小了。经过细菌浸解的纤维,其含胶量均匀,且光泽较优。化学

品浸解的纤维残胶量仅为 7—12%，细菌浸解纤维的残胶率为 21—23%。虽然细菌浸解纤维的质量有不少长处，但专家建议最好还是将细菌法和化学法相结合^[7]。

张军民在其“黄麻纤维纺低特纱工艺研究”的硕士学位论文中指出，黄麻纤维经浸酸、碱煮、漂白、酸洗、精练工序后，经优化设计得出优化结果：当 NaOH 用量为 13.1%，煮练时间为 2.4 小时，有效氯浓度为 0.5g/l 时，黄麻纤维的可纺性达到最优值。此时，纤维的平均细度为 669.4 公支，纤维的平均长度为 74.3 毫米，纤维的断裂强度为 40.3cN/Tex。黄麻纤维混纺比为 30% 时纱线取得各项指标最优^[8]。

在黄麻纤维生物酶脱胶上，印度一种曲霉形成的培养物与固相载体混合配制成菌剂在生产上已获得一定规模的应用^[9, 10]。中国农科院麻类研究所的孙庆祥等用多粘芽孢杆菌 *Bacillus polymyxa* (编号 T1163) 进行干皮润湿脱胶试验表明：35℃ 振荡培养 6 小时后的菌液可使湿润干皮在 76 小时完成脱胶，与不加菌液的陆地湿润脱胶相比，时间缩短了 3 天，精洗率提高 1.8%^[11, 12]。刘正初等用多粘芽孢杆菌 *Bacillus polymyxa* 所做的系统研究表明：红麻干皮、鲜皮和鲜茎在振荡、静置两种发酵体系中完成脱胶的时间分别为 36h、54h、84h、60h、48h、72h，极大的丰富了红麻加菌脱胶领域的研究成果^[13]。中国纺织大学卢士森等采用好氧性微生物脱胶法，大大提高了脱胶速度，且降低了残胶率^[14]。

中国纺织大学的姜繁昌对黄麻碱变性与其产品开发作了较深入的研究。采用 2.68tex 的原麻，在 50-350g/l 浸碱浓度下改性处理。发现浸碱浓度为 200g/l 时，纤维会取得较好的综合指标值，细度为 1.74tex，断裂伸长率 9.10%，卷曲数 2.3 个/cm，强度 27.54g/tex。并实验验证了改性黄麻与粘胶纤维在 10-30% 混纺比下在棉纺设备上纺出 10-20 Nm 纱的可能性^[15]。

另外，印度黄麻工业研究协会使用二羟甲基二羟乙撑脲 (DMDHEU) 对黄麻进行交联处理，并以金属盐和酸的混合物作为催化剂，赋予黄麻纤维更高的弹性^[16]。在孟加拉的一份科研报告中指出，黄麻纤维经丙烯酸树脂整理后，有较好的耐磨性，加上其较好的透气性，可用于制作各种理想的野外工作服^[17]。

J Jeyakodi Moses 做了一项有关于黄麻/棉织物经过不同处理后重量损伤的研究。黄麻/棉织物分别经过浸酸、次氯酸钠、冷态过氧化氢、氢氧化钠处理后，

均有重量损失。然而，在经浸酸、次氯酸钠处理后，重量损失最大(7.6%)。这种高的重量损失是由于在氯化的作用下，织物表层突出纤维被去除的结果^[18]。

2. 纺纱进展

东华大学郁崇文在“转杯纺制黄麻/棉混纺纱”中指出，黄麻经过脱胶给油加湿及预开松后，工艺纤维的长度达到 36 mm，细度为 2.50tex，强度为 1.21cN/tex，经预处理后，纺制出 60tex(J25/C75)、57tex(J20/T20/C60)、50tex(J50/T50)的纱，强力分别为 828.3cN、608 cN、410.2 cN，条干不匀最大的为 32.91%^[19]。由此论证了纺制 18 Nm 以上黄麻混纺纱的可能性。

苎麻以各种不同比例与黄麻混纺时，纱的强度可以提高，且可纺出 16Nm 的纱线，但这种纱线主要用以生产背包、披巾、运动衫等花式织物。以黄麻 20、聚丙烯晴纶 80 的混纺纱生产的针织衣样，其结构、厚度和制衣成本与羊毛衣样相当。前者的强力较后者的高^[20]。

在摩擦纺装置上纺花色黄麻混纺纱，也有一定的研究。从两道或三道黄麻并条条子和其他纤维条子在速度为 130m/min 情况下，在摩擦纺 II 型纺纱机上纺制出至少有 60%黄麻的 70tex 黄麻混纺纱。另外，该机还试验生产了黄麻包芯纱、花式黄麻混纺纱^[21]。

K.B Krishnan 等还论证了用棉纺机纺制黄麻混纺纱的可能性。经预开松、软化工序后，进行梳理，再进入转杯纺纱机。当转杯直径为 54 mm、转速为 50,000rpm 时，麻/涤粘、麻/棉混纺性能最好^[22]。

S.K.Dey 在“高性能黄麻纱的加工与拉伸特性”中论述了 100%纯黄麻纱强伸性要比包覆纱差；而在各种包覆纱中，有一根单丝在纱芯和另一根单丝作包缠的那种纱的强度和极限伸长率最大。而只有一根单丝在纱芯的包覆纱则没有比纯黄麻纱表现出明显的优点。由于这种生产包覆纱的新技术可生产出高密度聚乙烯单丝包覆的黄麻纱，能够用来加工高性能的黄麻织物^[23]。

T.K.Ray 利用 DREF-3 型摩擦纺设备生产出了高支高性能包覆纱。在其所做的试验中，最细可纺制出 35.44tex 的纱，其中黄麻纤维占 43%。其他品种的纱的细度也可达到 16 Nm 以上。同时，T.K.Ray 还得出结论：在 DREF-3 型纺纱装置上，黄麻纤维能成功的与其他纤维混纺成非常细的纱，纺制不用长丝纱芯的黄麻混纺纱是可能的^[24]。

在混纺长度的选择上,中国纺织大学钟闻等以苧麻混纺纤维为例,在理论和试验上分析、推导苧麻与其他纤维混纺时该纤维长度选择的标准。并得出在苧麻原料目前的普遍现状下,即精梳条子平均纤维长度为 80—90 mm,不匀为 0.45 左右,混纺时以选用 102 mm 左右的等长纤维为宜^[25]。因此,也为黄麻混纺纱中的混纺纤维长度选择提供理论与实践指导意义。

本人在前期与工厂结合做过黄红麻的脱胶试验,采用不同脱胶方案,取得如表 1-2 数据。工厂通过脱胶后的麻样进行了试纺,基本能够达到质量要求^[26]。

表 1-2 黄、红麻试验结果

	黄麻 I	黄麻 II	黄麻 III	红麻 I	红麻 II	红麻 III	红麻预氯
残胶率 %	6.50	8.20	7.24	6.48	6.99	7.54	7.40
细度 tex	2.33	2.72	2.20	2.65	5.81	4.97	4.02
强度 cN/dtex	3.5	3.1	1.6	3.0	2.3	1.95	1.9
强度不匀 %	24.80	56.08	23.50	32.81	20.00	32.73	36.86
伸长率 %	5.0	7.5	5.8	7.3	7.8	6.8	8.2
伸长不匀 %	40.68	22.67	24.83	37.81	28.21	28.39	22.20

二、本课题意义

1.理论意义:

该项目的完成,为天然、生态的麻类纤维的改性和化学处理以提高其可纺性提供了理论基础和指导意义,有助于充分开发和利用我国丰富的生态纤维资源,如菠萝纤维、香蕉纤维等。

2.实际意义:

黄麻纤维经过化学处理改善性能后,纺制出更高档的产品,这可丰富和扩大黄麻制品的应用领域,改善产品结构、提高产品附加值,而苧麻、亚麻纺织厂可用低廉的黄麻原料代替某些产品,从而降低成本。因此,应用前景广阔。

此外,由于加入 WTO 后,我国纺织产品在国际市场上的障碍将大大减少,但我国的农业却将面临巨大的冲击,给农民的生活带来很大的不利。因此,本课题有助于提高纺织产品的档次、增加产品竞争力,使我国的纺织产品在市场上占有更多的份额,既可改善目前黄麻纺织厂普遍面临的开工不足的窘境,吸纳更多的就业人员,又可增加对黄麻原料的需求,减少“入世”对农业的冲击。

三、本课题研究内容与方法

- (1) 采用化学脱胶方式提高黄麻纤维的支数，改善性能，增加其可纺性，并运用最优化设计与分析的方法寻求最佳工艺；
- (2) 探讨黄麻纤维生物脱胶的可行性，并运用最优化设计与分析的方法寻求最佳工艺；
- (3) 探讨黄麻的漂白工艺，主要为氯漂和氧漂，并找出相应的工艺参数，提高黄麻白度。

四、难点及存在问题

在黄麻纺纱中，主要有两个难点，其一是黄麻纤维太短，仅几个毫米，无法纺纱。因此，只能依靠其纤维中的胶质将大量的单纤维粘结在一起，形成具有一定长度的束纤维（工艺纤维），以满足纺纱的要求。所以，在黄麻的前处理中，如果脱胶过重，易使束纤维的长度过短，甚至变成单纤维，不利于纺纱和最后的成纱质量；如果脱胶太轻，又会降低工艺纤维的细度，也不利于纺纱（尤其是高支纱）加工和成纱质量。因此，必须研究其脱胶机理和工艺，包括后续纤维分裂劈细的机理和工艺，使黄麻纤维的长度与细度的矛盾得以合理的解决。

黄麻纺纱中的第二个难点是纤维中木质素含量很高，造成纤维硬糙。因此，研究去除木质素的机理，在不损伤纤维的前提下，最大限度地去除木质素，使糙硬的黄麻纤维精细化，是提高其使用价值，拓宽应用领域的前提条件。

因此，技术难点在于寻找出既能有效去除黄麻胶质，提高纤维可纺性，又要避免损伤纤维，影响成纱质量的化学处理方法与工艺；同时还要针对纤维的特性，研制出适当的纺织加工工艺和最终产品。

第二章 黄麻精细化加工的可行性分析及机理

第一节 黄麻结构及其组成

黄麻是一种韧皮纤维，其单纤维呈多角形细长筒状，两端渐细，顶端偶呈钝角形。由于生长来源不同，可分为初生层与次生层纤维细胞。单纤维一般为五角形或六角形，在纤维之间有狭小的中间层，将各个单纤维分开。中腔一般较宽，但也有狭的，呈圆形或卵圆形。纵切面上，单纤维外部光滑，无捻曲，有光泽，中腔大小不一，细胞壁薄厚亦不规则，在顶端部分，中腔宽，细胞壁很薄，纤维连接处无突起，但偶尔发现有断裂的痕迹。纤维的横截面和纵向图如图 2-1、2-2 所示。

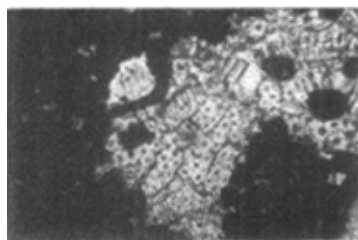


图 2-1 黄麻纤维的横截面图

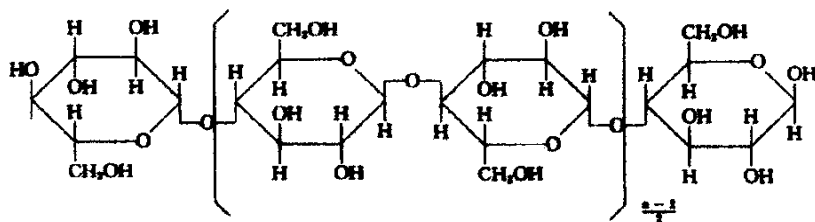


图 2-2 黄麻纤维的纵向图

按传统的观点，韧皮的组成成分主要为纤维素、半纤维素、果胶质、木质素、水溶物和脂蜡质，且在前几种组分间存在一定的化学键合。在脱胶过程中，习惯上将除纤维素以外的其它组分统称为胶质。

1. 纤维素

纤维素在组成上相当于 $(C_6H_{10}O_5)_n$ ，属多矿类物质。纤维素大分子是由很多 D-六环葡萄糖基环彼此间以 1, 4- β 甙键连接而成，在葡萄糖单元的 2、3、6 位碳原子上有三个游离的醇羟基，其结构式如下。在超分子结构上，纤维素大分子具有结晶结构。这种结晶结构以及由于结晶使大分子间存在的氢键键合都会在一定程度上影响了纤维的强度、弹性、浸透性、润胀能力、柔软性能和化学反应性能。纤维素的聚合度在 2000-6500 之间。



2. 半纤维素

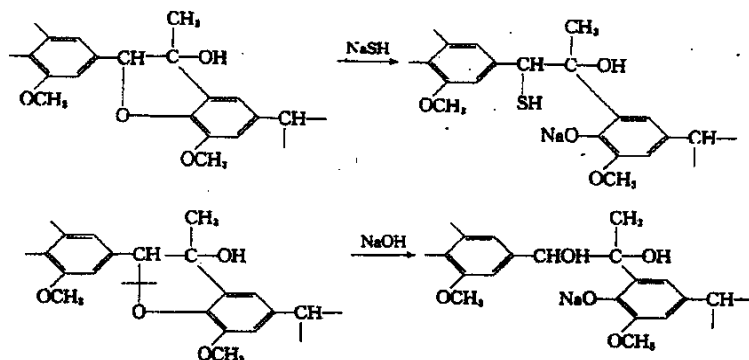
半纤维素主要为聚木糖为主体的聚戊糖类，由五碳糖组成，单体为 $C_5H_8O_4$ ，其分子结构和纤维素大分子的结构相似，是由 D-木糖（1, 5- β 型）按 1-4 甙键联结而成，具有线型大分子形式。但分子链较短，聚合度 $n=200$ 。

3. 果胶质

果胶质是一种含有酸性、高聚合度、胶状碳水化合物的复合体，代表高等植物初级细胞壁和相邻细胞间紧密联合的一组多糖。一般认为，其组成成分主要是果胶酸以及果胶酸的衍生物。包括果胶酸甲酯和果胶酸的钙、镁盐。其中前者可溶，后者不可。果胶物质的分子量较高，因而对溶剂的可溶性往往很低。果胶物质的存在对纤维的毛细管性能及吸附性能有很大影响。果胶物质含量越少，纤维的毛细管性能及吸附性能就越好。

4. 木质素

木质素含量的多少是影响麻纤维品质的重要因素之一。木质素含量少，则纤维的光泽好，柔软、有弹性，可纺性能和印染着色性能好。木质素是一种三维网状无定性构造的聚合物，其大分子是由 C_6-C_8 结构单元的苯丙烷构成，并含有甲氧基（ OCH_3 ）、羰基（ $C=O$ ）等。它与纤维素及其伴生物之间都有化学结合。木质素与 $NaSH$ 和 $NaOH$ 的反应式如下。



第二节 黄麻精细化加工的可行性分析

一、黄麻碱煮的化学脱胶目的和机理

碱煮主要是利用黄麻纤维中纤维素、半纤维素、木质素、果胶等对碱液的稳定性不同，在尽量不损伤或少损伤黄麻纤维原有机机械性质的前提下，去除胶质而保留纤维素的化学加工过程。

碱煮是一个综合化学作用过程，可分为：物理作用、界面动电化学作用、纤维素与伴生物的化学反应和物理化学作用四个过程，如图 2-3，其间相互区别又相互交叉。这期间包括了碱液与原麻直接以润湿、吸附、扩散、溶胀为配合内容的渗透作用过程（物理过程）；动电位推动 Na^+ 进入纤维内部和可溶性复合盐移出分子的过程（界面动电化学作用）；以及由分散、净洗、助溶、降解、络合、悬浮等组成的物理化学作用。

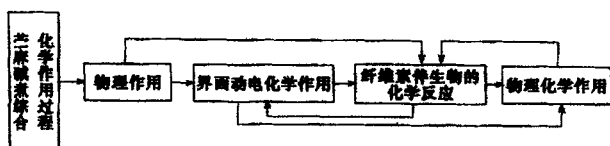


图 2-3 麻碱煮综合化学作用过程的分解和联结

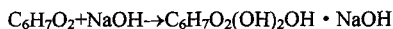
果胶质如果胶酸的钙盐、镁盐或铁盐等二价以上的金属盐，在碱煮中会与碱液中的 Na^+ 生成复合盐，从而产生置换而分解、水解，以至产生脱去甲基而溶解的皂化反应。多聚磷酸钠对多价金属离子有较强的螯合能力，将不溶性金属离子络合生成可溶性复合离子。半纤维素多糖的还原性末端，因碱液而产生 β -消除反应，从而逐级降解；C-3 分支还原性末端残基也会导致侧链的消失。在高温条件下，木质素和碱反应，使四种醚键即 α -苯基醚、 α -烷基醚、 β -芳基醚、甲芳基醚受高核试剂 OH^- 的作用而断开，并伴随着脱芳基、脱甲基、脱甲醛等反应，使木质素等大分子逐步降解而溶出^[27]。

二、黄麻化学改性的目的和机理

为了改进黄麻纤维伸长和匀强低、平直无卷曲、抱合差的物理性能，利用化学改性方法改变分子晶型结构，降低纤维大分子的结晶度和取向度，使纤维与大分子产生膨化、溶胀的物理化学变化，并保持这一效果。

化学改性的机理主要是指活化和溶胀过程。活化是溶胀的预处理，以增加内表面、改善微孔结构、提高纤维素的可及度，促进试剂在其中的渗透、扩散和溶胀。溶胀则使纤维吸收溶胀剂后，体积变大，内聚力减弱而变软。这两个过程的作用效果使无定形区内氢键和结晶区内部分氢键减弱或断裂。

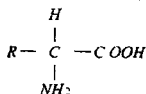
纤维素与浓碱作用生成碱纤维素，按下式进行。纤维素与碱的生成物有两种，一种是分子化合物，一种是醇化物型化合物。



三、生物酶脱胶的目的和机理

同碱煮化学加工方法相似。生物酶脱胶的目的在于利用酶作用单一性，使其只与纤维分子中某一组分作用，而保留其他有效成份。在麻类脱胶中，一般选用复合酶，即由果胶酶和半纤维素酶组成的复合酶。

酶是一种生物催化剂，其化学本质是蛋白质，分子是由氨基酸组成，结构通式如下：



氨基酸是具有空间构象的多肽。酶具有四级结构和活性中心。酶催化作用的基本机制是：酶与底物相遇；相互定相；电子重组及产物释放。在酶底专一性上，人们提出酶和底物作用的锁钥学说和“诱导契合学说”。米—曼模式提出了酶应用于催化的概念： $E + S \xrightleftharpoons{K_1, K_2} ES \xrightarrow{K_3} E + P$ 。其中，酶（E）与它的底物（S）结合形成酶—底物胶合物（ES）。ES 又能继续发生化学反应形成 E 和产物 P。速率常数 K_1 、 K_2 和 K_3 描述与催化过程每一步相关的速率^[28]。

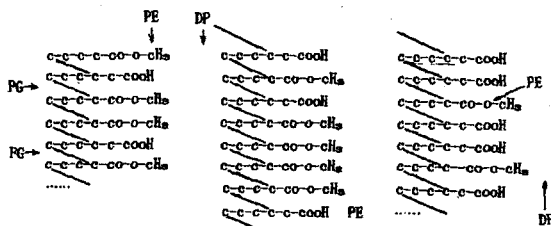


图 2-4 果胶酶降解果胶作用机理图

果胶酶降解果胶的作用机理可分为三个阶段：第一阶段是将不可溶性的原果胶转化为果胶质。第二阶段是果胶质脱甲基成为果胶酸。最后阶段是水解各半乳糖醛酸单体间的 1, 4 甙键，降解大分子^[29]。如图 2-4 所示。

而影响酶反应的因素又很多，下面简介其中主要因素^[30]：

(1) pH 值对酶反应的影响

酶分子上有许多酸性、碱性氨基酸的侧基，这些侧基随 pH 值的变化可处于不同的离解状态，而侧基的不同离解状态可直接影响酶的活力。

(2) 温度对酶反应的影响

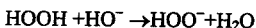
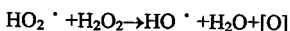
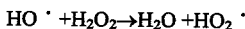
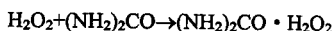
温度是酶处理的一个重要因素，它和酶活力的关系往往呈一钟罩形的曲线。反应速度在某一温度时有一最大值，在一定温度范围内，温度升高，反应速度增大，但若进一步升温，酶活力会丧失，反应速度反而降低。

(3) 金属离子对酶反应的影响

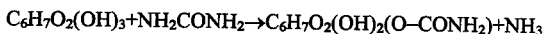
许多金属离子能提高酶的活力，如 Ca^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Mg^{2+} （激活剂），而有些金属离子对酶的活力起抑制作用，如 Ag^{2+} 、 Fe^{2+} 、 Hg^{2+} 、 Cu^{2+} 等。

四、氧漂加工的目的和机理

黄麻氧漂加工主要是为改善脱胶麻的白度，达到生产工艺要求。本实验中，采用尿素、双氧水及稳定剂配成的溶液，对黄麻胶质进行渗透、溶胀和氧化作用，拆开各种非纤维素大分子内结构单元的连接，裂解半纤维素的多聚糖与纤维素分子间非共价键和氢键连接，而又尽量不破坏纤维细胞，从而达到快速脱胶的目的。其反应机理如下：



另外，还可能发生尿素与纤维素的酯化反应：



由于半纤维素的平均聚合度小，聚集态呈非线性，因而具有比纤维素高得多的吸湿性和润胀性。所以，尿素与半纤维素以及纤维素的酯化反应，半纤维素甲酸甲酯化的可及度高于纤维素，且其反应物易溶于稀碱煮练液中。木质素对氧化剂的作用也不如纤维素稳定^[31]。

第三章 黄麻精细化加工的工艺研究

第一节 化学改性方法工艺流程的确定

由于化学改性方法是在脱胶麻基础上进行的,故首先确定脱胶工艺。考虑到黄麻木质素含量明显高于其他同类产品,故在传统脱胶方法中加入预氯处理,使氯与木质素发生置换反应,生成氯化木质素 $\text{RH}_2 + \text{Cl}_2 \rightarrow \text{RHC}l + \text{HCl} \uparrow$,再经碱液处理,使氯化木质素溶解于碱液中: $\text{R-CH} + 2\text{NaOH} \rightarrow \text{R-ONa} + \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$

溶胀剂选用 NaOH,主要是出于经济上和改性效果上的考虑。又因为黄麻纤维是利用其工艺纤维,故在改性后的酸浴浓度上要有一定的控制。为了达到既尽量减少损伤纤维,又要有效中和碱的目的,将传统工艺一步酸浴法改为两步法,并适当降低每步酸浴的浓度。至于其他工艺参数的选择,可在传统工艺基础上选定一范围,以便优化。

综上,可得改性加工方法的工艺流程:(具体参数如下详见第四章)

原麻→浸酸→水洗→预氯→水洗→碱煮→水洗→脱胶麻(干)→浸碱→脱碱→抖松→酸浴→酸浴→脱水→给油→脱水→抖松→烘干

第二节 生物酶脱胶中酶的选择、工艺流程和参数的确定

一、酶的选择

现今趋于成熟的麻类生物脱胶一般都经过斜面菌种→摇瓶培养→一级发酵罐→生产菌种的过程。本实验所用酶是由丹麦诺维信公司研发的浓缩高效酶,有固、液两种,从曲霉属菌的菌株精选而来。主要有果胶酶活性和半纤维素酶活性。其在 25℃以下贮存 3 个月或 5℃下贮存一年,酶活可维持不变。根据该公司及本文实验室前期试验,初步选定 1[#]、3[#]、4[#]和 5[#]酶参加反应。1[#]酶为果胶酶,4[#]和 5[#]酶为半纤维素酶,3[#]酶对上述两类酶有协同作用。反应 pH=8.0-8.5,时间在 3 小时左右。

二、工艺流程的确定

为了缩短工艺时间,通常所指的生物酶脱胶是生物-化学联合的脱胶过程,即在生物酶脱胶工艺前后分别加上前处理和后处理。后处理往往是浓度较低的碱处理,主要起进一步脱胶作用。前处理可以是预酸处理(传统)和预碱处理,

一般预碱浓度又要小于后处理碱浓度。工艺路线为：原麻→前处理→水洗→生物酶脱胶→热水失活→水洗→碱后处理→水洗→晾干。

其中参数如下：

碱前处理：NaOH 3g/l, Na_2SiO_3 3%，多聚磷酸钠 1%，2h，沸煮，浴比 1:10

酸前处理： H_2SO_4 1.5g/l, 55℃, 1.5h, 浴比 1:10

酶处理：1[#]:3[#]:4[#]:5[#]=2:1:2:2%，60℃, 3h, pH=8.0-8.5, 浴比 1:12

水洗：四次，由沸水至冷水，循序渐进

热水失活：升温 80℃, 15min

碱后处理：NaOH 5g/l, Na_2SiO_3 3%，多聚磷酸钠 1%，2h，沸煮，浴比 1:10

选用两种预处理方法的生物化学联合脱胶方法，得残胶率数据如下表 3-1。

表 3-1 不同前处理时的残胶率

	碱前处理	酸前处理
残胶率%	4.25	4.79

经 t-检验得， $\alpha=0.01$ 和 0.05 时，两组数据有显著性差异，故选择碱前处理。

三、酶反应中各参数的确定

结合先前对苧麻的酶脱胶的研究（已了解了 1-3[#]酶的用量），我们先讨论酶的用量和酶反应温度对脱胶效果的影响，这主要是依靠正交设计来完成。根据正交设计的设计原理，各因子水平确定如下表 3-2，正交表 $L_9(3^4)$ 及试验结果表 3-3 和各目标的方差分析表 3-4~3-7。

表 3-2 正交实验的因子水平表

因子 水平	4 [#] (%)	5 [#] (%)	温度 (°C)
	A	B	C
1	0	0	60
2	2	2	65
3	4	4	70

注：4[#]与 5[#]酶的百分比是酶用量相对于黄麻原麻质量的百分比。

表 3-3 正交表 $L_9(3^4)$ 及试验结果

列 号 试验号	1 4#	2 5#	3 温度	4	测试指标			
					残胶率 %	细度 dtex	强度 cN/dtex	伸长 %
1	1	1	1	1	6.44	28.5	1.63	2.5
2	1	2	2	2	5.48	25.8	1.96	2.4
3	1	3	3	3	3.5	19.5	2.86	2.4
4	2	1	2	3	5.22	22	2.13	2.5
5	2	2	3	1	4.68	20	2.25	2.2
6	2	3	1	2	4.79	20.5	2.17	2.5
7	3	1	3	2	4.87	21	2.45	2.4
8	3	2	1	3	6.82	29.8	1.48	2.5
9	3	3	2	1	5	21.5	2.62	2.6
残胶率	K1j	15.42	16.53	18.05	16.12	T=46.9		
	K2j	14.69	16.98	15.7	15.14	y=46.0		
	K3j	16.69	13.29	13.05	15.54			
细度	K1j	73.8	71.5	78.8	70.0	T=208.6		
	K2j	62.5	75.6	69.3	67.3	y=23.2		
	K3j	72.3	61.5	60.5	71.3			
比强	K1j	6.45	6.21	5.28	6.50	T=19.55		
	K2j	6.55	5.69	6.71	6.58	y=2.2		
	K3j	6.55	7.65	7.56	6.47			
伸长	K1j	7.3	7.4	7.5	7.3	T=22.0		
	K2j	7.2	7.1	7.5	7.3	y=2.44		
	K3j	7.5	7.5	7.0	7.4			

表 3-4 残胶率方差分析表

方差来源	离差平方和	自由度	平均离差 平均和	F 值	显著性	F 临界值
4 #	0.6829	2	0.3414	4.22		$F_{(2,2)}(0.01)=99$ $F_{(2,2)}(0.05)=19$ $F_{(2,2)}(0.1)=9$
5 #	2.7018	2	1.3509	16.69	*	
T(°C)	4.1717	2	2.0858	25.77	**	
e	0.1619	2	0.0809			

表 3-5 细度方差分析表

方差来源	离差平方和	自由度	平均离差 平均和	F 值	显著性	F 临界值
4 #	25.1089	2	12.5544	9.05		$F_{(2,2)}(0.01)=99$ $F_{(2,2)}(0.05)=19$ $F_{(2,2)}(0.1)=9$
5 #	35.0689	2	17.5344	12.63	*	
T(°C)	55.8422	2	27.9211	20.12	**	
e	2.7756	2	1.3878			

表 3-6 强度方差分析表

方差来源	离差平方和	自由度	平均离差 平均和	F 值	显著性	F 临界值
4 #	0.0022	2	0.0011	1.03		F _(2,2) (0.01)=99 F _(2,2) (0.05)=19 F _(2,2) (0.1)=9
5 #	0.6873	2	0.3436	318.9	**	
T(°C)	0.8851	2	0.4425	410.6	**	
e	0.0022	2	0.0011			

表 3-7 伸长方差分析表

方差来源	离差平方和	自由度	平均离差 平均和	F 值	显著性	F 临界值
4 #	0.0156	2	0.0078	7		F _(2,2) (0.01)=99 F _(2,2) (0.05)=19 F _(2,2) (0.1)=9
5 #	0.0289	2	0.0144	13	*	
T(°C)	0.0556	2	0.0278	25	**	
e	0.0022	2	0.0011			

注：表中 e 表示误差；** 表示非常显著，* 表示一般显著。

表 3-8 各项测试指标所确定的最佳工艺条件

测试指标	最佳工艺条件
残胶率	A ₂ B ₃ C ₃
细度	A ₂ B ₃ C ₃
强度	A ₂₍₃₎ B ₃ C ₃
伸长率	A ₃ B ₃ C ₁₍₂₎

注：字母下没有数字的表示该因子对目标没有显著影响，字母下有两个数字的表示这两个水平对因子的影响相近。

综上所述，最终确定的最佳工艺条件如表 3-9。

表 3-9 最佳工艺条件表

4 #	5 #	温度
2 %	4 %	70 °C

第三节 氧漂工艺流程的选择及氧漂工艺参数的确定

一、氧漂工艺流程的选择

参照亚麻纱的漂白工艺，在黄麻漂白中选用二漂法，主要漂白剂为双氧水和氯水。对下列工艺过程进行白度评判：

- A 浸酸→一漂→碱煮→精练→二漂→酸洗
 B 浸酸→碱煮→一漂→精练→二漂→酸洗
 C 浸酸→一漂→碱煮→二漂→精练→酸洗
 D 浸酸→一漂→碱煮→二漂→酸洗
 E 浸酸→碱煮→一漂→二漂→酸洗

其中各工艺参数如下:

浸酸: H_2SO_4 1g/l, 1h, 50℃, 浴比 1:10

碱煮: NaOH 10g/l, Na_2SiO_3 3%, 多聚磷酸钠 1%, 浴比 1:10, 100℃, 3h

精练: NaOH 1g/l, Na_2CO_3 2%, 洗衣粉 3%, 浴比 1:10, 100℃煮 3h, 焖 1.75h

酸洗: H_2SO_4 1.5g/l, 3min, 25℃, 浴比 1:10

漂白: 氧漂选用浓度为 30% 的 H_2O_2 溶液 (具体用量见表 3-10), 烧碱 25g/l, 水玻璃 20g/l, 过硫酸钾 7.5g/l, 表面活性剂 JFC 10g/l, 硫酸镁 0.5g/l, 25℃, 30min;

氯漂选用有效氯浓度为 5.2% 的 NaClO 溶液 (具体用量见表 3-10)、25℃、30min;

表 3-10 漂白参数表

	一漂	二漂
OO	H_2O_2 29.8g/l	H_2O_2 39.6g/l
ClO	NaClO 3g/l	NaClO 4g/l
OCl	H_2O_2 29.8g/l	NaClO 3g/l
ClO	NaClO 3g/l	H_2O_2 39.6g/l

经测试得白度数据如表 3-11。

表 3-11 白度对比表

	Aoo	Aocl	Aclo	Acicl	Boo	Bocl	Belo	Belcl	Coo	Coel	Cclo	Cclcl	Doo	Doel	E
白度	45.6	41.4	31.6	29.5	41.1	40.6	35.7	33.8	49.3	47.3	29.8	27.8	49.8	47.2	39.6

注: 记一漂为氧漂、二漂为氯漂的为 ocl; 一漂为氧漂、二漂为氧漂的为 oo; 以此类推。

经比较方案 A 与 D 的白度最高, 比较方案 A 与 D 的其他性质:

表 3-12 残胶率、木质素对比表

	A00	A01	D00	D01
残胶率%	5.28	5.75	6.09	6.80
木质素%	9.59	9.75	10.65	9.87

综合白度、残胶率、木质素及时间因素, 选白度最好的 D00 方案。

二、氧漂工艺流程中双氧水浓度范围的确定

氧漂浓度和氧漂时间是决定白度和纤维损伤程度的两项重要指标。为了得出合适的氧漂浓度范围, 现讨论 100℃ 下、氧漂浓度在 3-19g/l 变化时, 对白度、制成率和残胶率各指标的影响。而对于黄麻纤维来说, 由于二漂在碱煮之后且氧漂温度上升较以前显著, 故相应于一漂浓度都降低 1g/l。选用的工艺为: 浸酸→一漂→酸洗→碱煮→二漂→酸洗, 各部参数详见第四章。

经试验测得白度制成率和残胶率如表 3-13。

表 3-13 不同双氧水浓度下的各指标值

浓度 指标	3g/l	7g/l	11g/l	15g/l	19g/l
白度	54.00	58.33	63.65	68.47	67.23
制成率%	71.44	61.53	60.04	69.37	69.29
残胶率%	6.90	6.59	6.29	6.11	6.48

曲线拟合如图 3-1、3-2 所示。

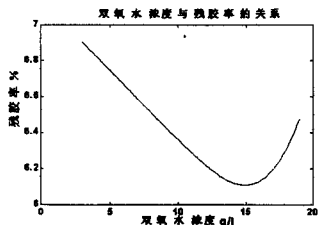


图 3-1 双氧水浓度与残胶率的关系

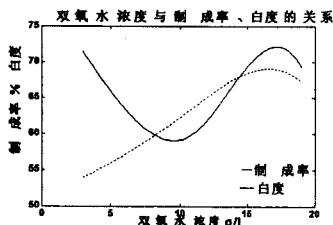


图 3-2 双氧水浓度与制成率、白度的关系

由图知, 双氧水浓度在 14-18 g/l 时, 白度和制成率均会取得最大值。而残胶率则在 14-16 g/l 是会取得最小值, 16-18 g/l 时残胶率呈明显上升趋势。这是

由于双氧水浓度过高时会引起氧化纤维素的生成，在以后的煮练中溶解而出现“失重”，导致出现残胶率偏高的假象。由此，可初步选择双氧水浓度在 14-18 g/l 的范围内。

第四节 试验原料所选试剂、设备和仪器介绍

一、实验材料

本试验所采用的黄麻为孟麻和萧山黄麻。两种麻的各化学成分含量及物理指标如表 3-14、3-15 所示。

表 3-14 两种麻各化学成分含量表

成分 品种	纤维素 %	半纤维 素%	木质素 %	果胶质 %	水溶物 %	脂蜡质 %	灰分 %
孟黄麻	64.24	11.59	14.25	1.14	7.47	0.69	0.62
萧山麻	69.26	13.71	11.28	1.04	3.08	0.58	0.55

表 3-15 两种麻各物理指标对比表

指标 品种	细度 dtex	比强 cN/dtex	伸长率 %	模量 cN/dtex	断裂功 cN/dtex	回潮率 %
孟麻	32	2.27	5.5	57.5	0.07	13.60
萧山麻	36	2.08	5.0	63.2	0.07	13.44

二、实验所用试剂

简要列出本实验所用试剂如下：

苯、无水乙醇、氢氧化钠、硫酸、草酸铵、氯化钡、次氯酸钠、硅酸钠、多聚磷酸钠、硫酸钠、过氧化氢、过硫酸钾、JFC、硫酸镁、尿素、硫化钠、亚硫酸钠、生物酶等。

三、实验所用设备、仪器

- 1.HHS-8 型电热恒温水浴锅 上海天平仪器厂生产
- 2.Y801A 型恒温烘箱 常州纺织仪器厂生产 工作温度 50-150℃
- 3.XQ-1 纤维强伸度仪 东华大学生产
- 4.数字化、低真空扫描电子显微镜 JEOL 日本电子株式会社生产
5. D-max/rb X 衍射仪 日本理学产

- 6.电子天平 上海天平仪器厂生产
- 7.切片器 Y172 型 常州纺织仪器厂生产
- 8.Y511B 型织物密度镜 常州纺织仪器厂生产
9. ZBD 型白度测定仪 浙江温州仪器厂生产
- 10.SHZ-B 水浴恒温振荡器 上海跃进医疗器械厂生产

四、试验方法简介

1.化学成分测定方法

参照国标 GB 5889-86 苎麻化学成分定量分析方法,分别对脂蜡质、水溶物、果胶质、半纤维素、木质素和纤维素含量进行测定。由于苎麻和黄麻化学成分上主要区别在于木质素含量上,对黄麻木质素含量测定时,为防止木质素碳化,选用 65% 的硫酸溶液,而非国标上 72% 的硫酸溶液。

2.纤维物理指标测定方法

本文中,纤维物理指标主要是指工艺纤维的细度和拉伸指标。

将给油后的黄麻工艺纤维经梳片轻微梳理后使之平行顺直排列,然后放在 Y172 型切片器上切取中段 40mm,每个试样取三个 300 根。在数取纤维时,纤维上分支超过 2/3 的以两根计,分支具有两根以上者,不计测试试样。最后按中段切断试验公式计算细度。

纤维拉伸性能在 XQ-1 纤维强伸度仪上测定。其中上下夹距 20mm,预加张力 0.5g,拉伸速度 20mm/min, RH=69%, T=20℃,测试根数为 50 根/试样。

卷曲数是利用织物密度仪来测定的。将一根一定长度的黄麻纤维固定在试验台上,并保持初始无张力状态,用织物密度仪数取 5cm 内的卷曲数,再乘 2。卷曲数的计数方法参照《纺织材料试验教程》中的规定。

3.化学加工方法

对于化学加工中的各工序,以溶液达到规定温度开始计时,在整个过程中,温度波动范围为 $\pm 3^{\circ}\text{C}$ 。水洗是指将黄麻纤维先放于 80℃热水中搓洗,再递减水温至冷水,共洗 3-4 遍。最终以洗净黄麻 pH=7 为检验标准。

在生物酶处理中,考虑到部分金属离子可能成为酶的抑制剂,故酶处理过程在玻璃烧杯中进行。酶处理时,溶液与纤维材料的相对运动或搅动速度对反应有很大影响。通常,搅动速度越快,溶液流速越高,酶分子对纤维表面的吸

附越好，反应越易进行下去。同时，流速快也促进了水解物的脱离和酶分子的再次反应。所以，为了保证酶反应在一定流速下进行，将烧杯置于恒温水浴振荡器中振荡。

第五节 本章小结

经过本章实验，选定的工艺流程如下：

1.黄麻碱法改性工艺流程为：

原麻→浸酸→水洗→预氯→水洗→碱煮→水洗→脱胶麻(干)→浸碱→脱碱→抖松→酸浴→酸浴→脱水→给油→脱水→抖松→晾干

2.生物化学联合脱胶工艺流程为：

碱前处理→酶处理→碱后处理

3.氧漂法脱胶工艺流程为：

浸酸→水洗→双氧水初漂→水洗→酸洗→水洗→碱煮→水洗→双氧水复漂→水洗→酸洗→水洗（双氧水初漂浓度为 14-18g/l）

第四章 黄麻精细化加工的工艺优化

第一节 最优化设计方法简介

所谓“最优化”就是生产及科学实验中为了达到预期的目标而利用某些方法找出使该目标达到最优的一些条件（因素或变量）的数值或建立目标与变量之间的关系式，以便确切地了解它们之间的内在联系的方法。最优设计包括两方面内容：1）将设计问题的物理模型转化为数学模型，建立数学模型时要选取变量，列出目标函数，给出约束条件。目标函数是设计问题所要求的最优指标与设计变量之间的函数关系式；2）采用适当的最优化方法，求解数学模型。可归纳为在给定条件下求目标函数的极值或最优值问题。

在纺织中应用最优化设计，要通过一定量的实验，构造一类函数来逼近这些实验数据，然后再根据函数求最优解。具体包括以下几项内容：

1. 利用实验设计方案进行试验，从数据中得出变量因子与评定指标之间的方程，并对方程进行各项检验，并最终求出高精度回归方程；
2. 根据优化因子间的具体情况建立优化数学模型；
3. 选择合适的方法对优化数学模型进行求解；
4. 利用实验方法对最优化结果进行检验、分析。

回归方法选用回归旋转设计，回归旋转设计一方面保留了回归正交设计的优点，另一方面又能使二次设计具有旋转性，能使实验中心点距离相等点上预测值的方差相等，从而克服回归正交设计的预测值的方差依赖于实验点在因子空间中的位置的缺点，排除一部分误差干扰，使实验者能根据预测值直接寻找最优区域。本实验中因预先不知道最优工艺条件是在因素空间的哪一个方向出现，所以为提高预报精度，采用二次通用旋转组合设计的方法进行实验设计和分析^[32-34]。

回归方程的建立是基于最小二乘法，回归方程的求取按如下步骤进行：

1. 按最优设计的要求安排实验，获取各方案内的原始数据；
2. 剔除各方案原始数据内的异常值，本文采用极值偏差法^[35]；
3. 检验剔除异常值后各方案的原始数据的正态性；

国家标准^[36]规定，根据检验有无方向性及样本大小，正态检验分别采用 W 检验、D 检验、偏度检验、峰度检验及偏度峰度联合检验。因本实验各个方案

下各指标实验次数均不超过 50 次，且无方向性，故采用 W 检验。然后进行：

1. 检验剔除异常值后各方案数据的方差一致性；本课题采用巴特莱法^[37]检验各方案间数据的方差一致性；

2. 将各方案内某指标数据求取平均值以后，按最小二乘法计算回归系数；

3. 检验回归方程的显著性；首先进行 F_1 检验（即拟合度检验），若 F_1 检验结果显著，则说明实验中还含有其它不可忽略因子对实验结果产生影响，那就需要进一步考察原因，改变二次回归模型；假如检验结果不显著，就可以进一步用 F_2 检验对方程的显著性进行检验；

3. 检验回归系数的显著性；

4. 利用求取的有效回归方程绘制三维曲线，并进行分析讨论。

纺织工艺优化问题，往往同时要求几项指标达最优，因此是多目标优化问题。本课题采用目标规划法建立多目标优化数学模型，其数学模型的一般表示形式为：

求 $X=[X_1, X_2, \dots, X_n]^T \in R^n$ ，使 $\min F(X) = \min \{\sum [F_j^{(0)}(X) / -1]^2\}$ 。

受约束于 $g_i(X) \geq 0 \quad (i=1, 2, \dots, m)$

式中 $X_1, X_2, \dots, X_n$ 为 n 个设计变量， X 为 n 个设计变量组成的 n 维向量， R^n 为 n 维实数空间； $F_1(X), F_2(X), \dots, F_q(X)$ 为 q 个分目标， $g_1(X), g_2(X), \dots, g_m(X)$ 为 m 个约束条件； $f_j^{(0)}(j=1, 2, \dots, q)$ 为分目标 $F_j(X)$ 的理想最优值。显然，当 $F(X)$ 达到最小时，即意味着各项分目标函数亦分别达到其相应的理想最优值。

本课题采用随机方向搜索法求解约束优化问题。随机方向搜索法的基本思想是：在可行域内选取一个初始点 $X^{(0)}$ ，在不破坏约束条件的情况下以合适的步长 $a_{(0)}$ 沿 $X^{(0)}$ 点周围几个不同方向进行若干次探索，并计算各方向上等距离（步长 $a_{(0)}$ ）点的函数值，找出其中的最小值 $f(X^{(1)})$ 及点 $X^{(1)}$ 。若 $f(X^{(1)}) < f(X^{(0)})$ 则继续沿方向 $(X^{(1)} - X^{(0)})$ 经适当地步长 a 向前跨一步，得到新点 $X^{(1)}$ ，若 $f(X^{(1)}) < f(X^{(1)})$ ，则将新点移至 $X^{(1)}$ ，重复前面的过程，否则应缩短步长 a ，直至取得约束好点。如此循环下去，当迭代的步长已经很小时，说明已逼近约束最优值。当达到计算精度要求时，即可结束迭代计算。程序流程图如附录一。

最后，在上述方法求得的最优解的条件下进行实验，如果实验结果接近或者优于原始方案，则可以认为在该实验条件下的优化达到了目的，结果可靠。

第二节 黄麻碱法改性工艺参数的优化设计

一、实验设计

选用孟麻进行实验，上一章已选定了工艺流程，各工序的主要参数如下：

浸酸： H_2SO_4 1g/l, 1h, 55℃, 浴比 1:12

预氯： NaClO 1.5g/l, 15min, 25℃, 浴比 1:12

碱煮： NaSiO_3 3%, 多聚磷酸钠 1%, 浴比 1:12, NaOH 用量和碱煮时间待定

浸碱： NaOH 浓度待定, 12min, 25℃, 浴比 1:15

酸浴： H_2SO_4 12.5g/l, Na_2SO_4 90g/l, 8min, 40℃, 浴比 1:12

选择碱煮浓度、碱煮时间和浸碱浓度为实验因子，采用三因子二次通用旋转组合设计来安排实验方案，因子水平编码表见表 4-1。

表 4-1 碱改性法因子水平编码表 ($\gamma=1.682$)

水 平 \ 因 子	碱煮浓度 g/l	碱煮时间 h	浸碱浓度 g/l
+1.682	16	3	200
+1	14.5	2.6	180
0	12	2	150
-1	9.5	1.4	120
-1.682	8	1	100

根据三因子二次通用旋转组合设计的要求，排出三因子二次通用旋转组合设计的结构矩阵表如表 4-2。并按各实验方案所规定的工艺进行试验，以获取各方案各指标的原始数据。

二、实验结果与统计分析

按上一节所介绍的方法和步骤，对得到的实验原始数据进行剔除异常值、正态性检验及方差一致性检验。检验结果表明剔除异常值后，各方案内的原始数据均在一定程度上满足正态性，各方案间满足方差一致性。然后分别求取各方案内原始数据的平均值，列表 4-2。

回归方程模型如下：

$$Y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3 + b_{11}x_1^2 + b_{22}x_2^2 + b_{33}x_3^2$$

各回归方程的显著性检验见表 4-3，各指标的回归系数列于表 4-4，回归方程系数的显著性检验见表 4-5。

表 4-2 二次通用旋转结构矩阵与实验数据表

试验号	x_0	x_1	x_2	x_3	x_1x_2	x_1x_3	x_2x_3	x_1^2	x_2^2	x_3^2	细度 dlex	比强 cN/dtex	伸长 率%	残胶率 %	木质素 %	卷曲数 个/10cm
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	20.00	1.29	7.2	3.10	11.46	26.18
2	1	1	1	-1	1	-1	-1	1	1	1	21.25	1.24	6.3	3.10	10.66	32.64
3	1	1	-1	1	-1	1	-1	1	1	1	27.25	1.40	7.5	3.68	10.56	30.62
4	1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	16.70	1.69	7.1	3.46	11.52	48.68
5	1	-1	1	1	-1	-1	1	1	1	1	27.63	1.16	7.4	2.80	10.91	50.14
6	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1	1	23.90	2.16	6.3	4.00	9.90	35.34
7	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	1	19.15	2.10	7.4	5.32	10.83	49.74
8	1	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	1	15.25	1.56	5.4	4.25	10.47	50.78
9	1	-1	0	0	0	0	0	2.828	0	0	19.25	1.37	6.9	3.90	8.14	37.42
10	1	1.682	0	0	0	0	0	2.828	0	0	27.00	1.48	6.6	4.80	9.71	42.02
11	1	-1.682	1.682	0	0	0	0	0	2.828	0	21.25	1.49	6.1	3.80	11.58	33.36
12	1	0	-1.682	0	0	0	0	0	2.828	0	17.25	1.82	7.3	4.32	10.00	47.48
13	1	0	0	1.682	0	0	0	0	0	2.828	22.88	1.33	7.2	4.87	10.88	44.54
14	1	0	0	-1.682	0	0	0	0	0	2.828	19.33	1.82	5.1	4.10	11.86	27.60
15	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	22.63	1.60	6.5	3.00	11.10	32.00
16	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	24.83	1.19	6.8	3.40	11.40	48.90
17	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	25.63	1.18	6.7	3.12	10.72	49.42
18	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	23.33	1.16	6.9	3.61	11.40	43.50
19	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	22.33	1.25	7.5	3.57	9.98	42.96
20	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	27.03	1.42	6.6	3.25	11.70	42.64

表 4-3 各回归方程的显著性检验表

目标	细度	强度	断裂伸长	残胶率	木质素	卷曲数
F_1	2.2604	3.3750	1.5400	7.8744	2.1719	1.1239
F_2	6.6554	3.7876	5.8941	11.3894	2.5203	2.4184
F 比	$F_1 < F_{0.01}(5.5) = 10.97$ $F_2 > F_{0.1}(9,10) = 2.35$					
说明	方程显著, 拟合良好					

表 4-4 各指标的回归系数表

系 数 指 标	b_0	b_1	b_2	b_3	b_{12}	b_{13}	b_{23}	b_{11}	b_{22}	b_{33}
细度	24.283	-1.008	1.549	1.677	-2.479	0.209	-1.4962	-0.3252	-1.696	-1.040
强度	1.230	-0.113	-0.107	-0.112	-0.028	0.028	-0.150	0.046	0.127	0.099
伸长率	6.823	0.154	-0.162	0.581	-0.250	-0.225	-0.05	0.36	0.018	-0.176
残胶率	3.346	-0.333	-0.006	0.101	0.229	0.044	-0.311	0.227	0.124	0.274
木质素	11.035	-0.040	0.162	-0.032	0.066	-0.191	0.301	-0.6524	0.007	0.212
卷曲数	43.170	-4.0721	-4.340	1.298	-0.680	-4.785	3.430	-0.810	-0.563	-2.101

表 4-5 回归方程系数的显著性检验

系 数 指 标	t_0	t_1	t_2	t_3	t_{12}	t_{13}	t_{23}	t_{11}	t_{22}	t_{33}
细度	25.206	1.577	2.424	2.624	3.879	0.327	2.341	0.509	2.653	1.627
强度	12.318	1.616	1.522	1.594	0.393	0.393	2.143	0.656	1.818	1.413
伸长率	41.712	1.420	1.497	5.352	2.304	2.073	0.461	0.331	0.168	0.624
残胶率	15.895	2.383	2.404	0.726	1.638	0.313	2.229	1.623	0.888	1.964
木质素	34.636	0.191	0.765	0.152	0.314	0.905	1.425	3.087	0.033	1.004
卷曲数	16.361	2.326	2.479	0.742	0.387	2.734	1.959	0.463	0.322	1.200

注: 进行 t 检验时, $t_{0.1}(10) = 1.372$, 当 $t > t_{0.1}(10)$ 时, 表示系数显著, 本过程及方程显著性检验均由计算机完成。

三、实验结果分析

以下内容主要是根据先前所求出的各目标有效回归方程来分析各因子对目标的影响。由有效回归方程绘出目标与因子间关系的三维立体图, 详见附录二, 并分析其中的变化规律。

1.各因子对残胶率的影响

从附录二中三维立体图中可见,在讨论范围内,残胶率随碱煮浓度的增加,先减小后增大,可由以下解释。麻的脱胶机理实际是物理作用、界面动化学作用和化学反应的综合效果。界面动化学作用如图 4-1 所示。其中吸附层 a 与扩散层 d 相对运动产生的动电位是促使反应进行的主要条件之一。当 NaOH 浓度在一定范围内增大时,可有更多 Na^+ 离子向纤维固有的微孔中渗透,与胶质和半纤维素反应,从而使残胶率降低。但当 NaOH 浓度显著增大时,使 Na^+ 更多地分布于吸附层内,过剩的 Na^+ 减少,扩散层变薄,动电位绝对值降低甚至接近零。吸附层 Na^+ 与胶质或半纤维素反应后由于动电位减弱, Na^+ 很难再补充,使反应缓慢下来,残胶率增大。

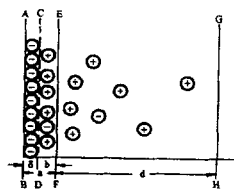


图 4-1 扩散双电位层结构

而随着时间的延长,残胶率将减少。这是由于随时间推移, Na^+ 不断进入纤维表面与胶质反应,生成可溶性复合盐,在界面动化学作用下溶出,使残胶率下降。本实验时间控制在一定范围内(3 小时),从而基本未产生多糖高分子物凝胶的被覆现象,从而不会使残胶率上升。

浸碱浓度的增加会导致残胶率先减小后增大。主要是由于碱法改性主要是利用纤维素的溶胀作用,降低分子间作用力,破坏结晶而去除胶质的。纤维素的溶胀作用与 Na^+ 的水化度或结合水分子量成正比。在一定温度下,随着碱浓度的增加,碱液中的 Na^+ 数量也增加,此时, Na^+ 的水化度并未减少,于是纤维素的溶胀度随碱液浓度的增加而增加,相应于残胶率不断下降,而当碱液浓度超过某一临界值时,虽然溶液中 Na^+ 数量仍在增加,但结合的水分子量相对减少,使纤维素的溶胀度反而下降,残胶率也随之上升。

2.各因子对细度的影响

与浸碱浓度对细度的影响相比,碱煮浓度和碱煮时间对其作用是很有限制的。故以讨论浸碱浓度对细度影响为主。随浸碱浓度增大,黄麻细度先增大后减小。

这与碱液中的 Na^+ 数量随着碱浓度增加先增加后减小有关，使纤维素的溶胀度亦先增大后减小，最终导致细度先增大后减小。

3. 各因子对卷曲数的影响

随着浸碱浓度的增大卷曲数先增大后又减小。这同它对残胶率的影响道理相同，即纤维的溶胀度随浸碱浓度的增加而先增加后减少，卷曲也随之先增加后减少。而碱煮浓度和碱煮时间对其的作用很有限。

4. 各因子对强度、断裂伸长和木质素的影响

由于黄麻纤维以工艺纤维形式存在，虽然可以定量的测定残胶率值，但剩余胶质的作用形式仍未知，故很难从理论上定量分析部分目标。以强度为例，影响强度的因素有工艺纤维的断裂强力、工艺纤维的细度、纤维内木质素和胶质的含量等，而部分影响因素之间又有交互作用，故在理论上很难判断具体哪一个因素是如何影响目标的。但通过三维立体图可见，存在某一点使目标函数达到最优值，故把这几个指标作为目标函数还是有意义的。

四、最优化及结果验证

1. 参数优化

由于各目标对因子的取值有不同要求，因此要综合考虑各目标，找出合理的工艺参数。对黄麻纤维的改性加工，是在保证强度的前提下，减小细度、增加伸长和卷曲，同时有效地去除胶质。因此，将细度、强度、断裂伸长、残胶率、木质素和卷曲数等进行多目标统一。而约束条件主要源于对因子的约束。

目标函数如下：

$$xd(x) = 24.283 - 1.008x_1 + 1.549x_2 + 1.677x_3 - 2.479x_1x_2 - 1.496x_2x_3 - 1.696x_2^2 - 1.040x_3^2$$

$$qd(x) = 1.300 - 0.113x_1 - 0.107x_2 - 0.112x_3 - 0.150x_2x_3 + 0.127x_2^2 + 0.099x_3^2$$

$$sc(x) = 6.823 + 0.154x_1 - 0.162x_2 + 0.581x_3 - 0.250x_1x_2 - 0.225x_1x_3 + 0.227x_1^2 + 0.274x_3^2$$

$$cjl(x) = 3.346 - 0.333x_1 - 0.336x_2 + 0.229x_1x_2 - 0.311x_2x_3 + 0.227x_1^2 + 0.274x_3^2$$

$$mzs(x) = 11.035 - 0.040x_1 + 0.162x_2 - 0.321x_3 + 0.066x_1x_2 - 0.191x_1x_3 + 0.301x_2x_3 - 0.652x_1^2 + 0.007x_2^2 + 0.212x_3^2$$

$$jq(x) = 43.170 - 4.072x_1 - 4.340x_2 + 1.298x_3 - 0.680x_1x_2 - 4.785x_1x_3 + 3.430x_2x_3 - 0.810x_1^2 - 0.563x_2^2 - 2.101x_3^2$$

建立优化模型:

求: $X = [x_1, x_2, x_3]^T \in R^3$, 使 $\min F(X) = \min \left\{ \sum [F_j(X) / f_j^{(0)} - 1]^2 \right\}$

其中, $f_j^{(0)} (j=1,2,3,4,5,6)$ 为各考察指标实验结果中的最优值;

受约束于 $g_1(x): -1.682 \leq x_1 \leq 1.682$ $g_2(x): -1.682 \leq x_2 \leq 1.682$

$g_3(x): -1.682 \leq x_3 \leq 1.682$

采用随机方向搜索方法求解上述模型, 求得结果如下:

$X = [x_1, x_2, x_3]^T = [0.2150, -1.682, 0.5686]^T$

经解码得到最优工艺参数为: $Z = [z_1, z_2, z_3]^T = [12.32, 1.40, 160.14]^T$

即: 碱煮浓度: 12.32g/l, 碱煮时间: 1.4h, 浸碱浓度: 160.14g/l。

由最优工艺计算得到的理论目标值为:

细度: 19.61dtex, 强度: 1.93cN/dtex, 伸长率: 7.74%, 残胶率: 4.15%

木质素: 10.46%, 卷曲数: 44.40 个/10cm。

2. 最优点分析与实验验证

今比较最优点和方案 7 的工艺和各目标值, 发现两者的目标值较接近。有以下原因造成。一是由于二次通用旋转设计的 20 个实验方案并非同一批次完成, 不同批次之间会存在一定的实验误差。二是所选用的数学方法和部分目标的优化方程在精度上还有待提高。故仍选用优化最优点进行验证。

根据上述优化工艺进行实验验证得结果如下:

细度: 20.43dtex, 强度: 2.74cN/dtex, 伸长率: 5.3%, 残胶率: 3.74%

木质素: 11.08%, 卷曲数: 40.5 个/10cm

由此数据可见, 优化点在一定的误差范围内是可信的。

第三节 黄麻生物酶脱胶工艺参数的优化设计

一、实验设计

选用萧山黄麻进行实验, 生物酶脱胶工艺流程及部分工艺参数如下:

碱前处理: NaOH 2g/l, 2h, NaSiO₃ 3%, 多聚磷酸钠 1%, 浴比 1:12, 煮沸

酶处理: 1#:3#:4#:5#=2:1:2:4, pH=8-8.5, 70℃, 浴比 1:12, 酶处理时间待定

碱处理: 煮沸, 碱后处理时间及浓度待定

由于前期初步实验表明，酶处理时间、碱后处理的浓度和时间对纤维性能影响较大，故选择酶处理时间、碱后处理浓度和碱后处理时间为实验因子，采用三因子二次通用旋转组合设计来安排实验方案，因子水平编码表见表 4-6。

根据三因子二次通用旋转组合设计的要求，排出三因子二次通用旋转组合设计的结构矩阵表同表 4-2 中的结构矩阵。由于酶种中不含木质素酶，而较低浓度的碱煮对木质素去除效果亦不显著，故不将木质素作为目标进行考察。

二、试验结果与统计分析

表 4-6 生物酶因子水平编码表 ($\gamma=1.682$)

水 平 \ 因 子	酶处理时间 h	碱后处理浓 g/l	碱后处理时间 h
+1.682	4	5	3.5
+1	3.6	4.4	3.1
0	3	3.5	2.5
-1	2.4	2.6	1.9
-1.682	2	2	1.5

表 4-7 二次通用旋转组合设计实验数据表

方 案 \ 目 标	细度 dtex	强度 cN/dtex	残胶率 %	断裂伸长 %
1	21.40	2.30	4.33	2.66
2	21.70	2.32	4.47	2.44
3	23.45	2.10	5.19	2.63
4	24.98	2.01	5.25	2.98
5	24.81	1.98	5.21	2.48
6	25.55	2.10	5.27	2.25
7	25.80	2.01	5.42	2.46
8	26.38	1.88	5.52	2.49
9	22.80	2.30	4.47	2.44
10	26.80	1.80	5.51	2.46
11	21.40	2.11	4.55	2.39
12	25.40	1.83	5.88	2.43
13	20.50	2.36	4.45	2.34
14	23.30	2.16	4.75	2.23
15	19.99	2.38	4.23	2.18
16	22.57	2.15	4.68	2.18
17	21.10	2.30	4.51	2.19
18	20.30	2.41	4.42	2.30
19	20.00	2.30	4.32	2.20
20	20.99	2.27	4.45	2.30

按上节所介绍的方法验证得各方案内的原始数据满足正态性, 各方案间满足方差一致性。各方案的目标值如表 4-7, 回归方程的显著性检验见表 4-8, 生物酶脱胶各指标的回归系数如表 4-9, 回归系数的显著性检验见表 4-10。

表 4-8 生物酶脱胶各回归方程的显著性检验

目标	细度	强度	残胶率	伸长率
F ₁	0.6292	0.4846	0.9477	10.1562
F ₂	10.6322	8.0657	21.0078	17.7300
F 比	F ₁ <F _{0.01} (5,5)=10.97		F ₂ >F _{0.1} (9,10)=2.35	
说明	方程显著, 拟合良好			

表 4-9 生物酶脱胶各指标的回归系数表

系 数 指 标	b_0	b_1	b_2	b_3	b_{12}	b_{13}	b_{23}	b_{11}	b_{22}	b_{33}
细度	20.801	-1.299	-1.016	-0.576	-0.439	-0.064	0.134	1.561	1.066	0.536
强度	2.301	0.117	0.086	0.031	0.040	0.008	-0.045	-0.088	-0.116	-0.013
残胶率	4.431	-0.288	-0.318	-0.063	-0.148	-0.005	-0.005	0.221	0.301	0.083
伸长率	2.220	0.073	-0.058	0.019	-0.036	-0.041	0.104	0.113	0.099	0.055

表 4-10 生物酶脱胶各指标回归系数显著性检验

系 数 指 标	t_0	t_1	t_2	t_3	t_{12}	t_{13}	t_{23}	t_{11}	t_{22}	t_{33}
细度	57.666	5.427	4.246	2.405	1.834	0.266	0.559	6.525	4.456	2.239
强度	71.560	5.494	4.019	1.429	1.875	0.352	2.109	4.104	5.430	0.623
残胶率	70.671	6.916	7.634	1.522	3.546	0.120	0.120	5.312	7.225	1.997
伸长率	39.350	1.949	1.560	0.499	0.969	1.102	2.772	3.015	2.637	1.456

三、试验结果分析

由有效回归方程绘出各目标与因子之间关系的三维立体图, 见附录二, 并分析其中的变化规律。

1. 各因子对残胶率的影响

由附录图可见, 残胶率随酶处理时间、碱后处理时间的增加, 先减小后增大。产生再增大的主要原因是随着时间的推移, 在煮炼液由强电介质真溶液转换为多糖高分子物溶液的情况下, 出现了原麻纤维表面的双电位层和多糖高分

子物的双电位现象。由于多糖高分子物带负电荷，当煮练液呈相对稳定的多糖高分子物溶液时，在较远距离，多糖高分子物与原麻纤维表面相斥，而多糖高分子物之间因带同性电荷而相斥，从而出现了吸附在麻纤维表面的现象，使残胶率有所上升。至于碱后处理浓度对残胶率的影响同改性麻中分析。

2.各因子对细度的影响

对于生物-化学脱胶来说，其细度主要由残胶率控制。当残胶率低时，工艺纤维间胶质去除效果好，纤维间分劈变细作用好，纤维较细，反之较粗。故细度随各因子的变化规律与残胶率的相同。

3.各因子对强度和伸长的影响

同上一节对强度和伸长的分析。在三维立体图上，存在某一点使目标函数达到最优。

四、参数最优化及结果验证

1.参数优化

经计算各目标函数如下：

$$xd(x) = 20.801 - 1.299x_1 - 1.016x_2 - 0.575x_3 - 0.439x_1x_2 + 1.561x_1^2 + 1.066x_2^2 + 0.536x_3^2$$

$$qd(x) = 2.301 + 0.117x_1 + 0.086x_2 + 0.031x_3 + 0.040x_1x_2 - 0.045x_2x_3 - 0.088x_1^2 - 0.116x_2^2$$

$$sc(x) = 2.220 + 0.073x_1 - 0.058x_2 + 0.104x_2x_3 + 0.113x_1^2 + 0.099x_2^2 + 0.055x_3^2$$

$$cjl(x) = 4.431 - 0.288x_1 - 0.318x_2 - 0.063x_3 - 0.148x_1x_2 + 0.221x_1^2 + 0.301x_2^2 + 0.083x_3^2$$

建立优化数学模型：

$$\text{求： } X = [x_1, x_2, x_3]^T \in R^3, \text{ 使 } \min F(X) = \min \left\{ [F_j(X) / f_j^{(0)} - 1]^2 \right\}$$

其中， $f_j^{(0)}$ ($j=1,2,3,4$) 为各考察指标实验结果中的最优值；

$$\text{受约束于 } g_1(x) : -1.682 \leq x_1 \leq 1.682 \quad g_2(x) : -1.682 \leq x_2 \leq 1.682$$

$$g_3(x) : -1.682 \leq x_3 \leq 1.682$$

采用随机方向搜索方法求解上述模型，求得结果如下：

$$X = [x_1, x_2, x_3]^T = [-0.4462, -0.3212, -0.3031]^T$$

经解码得到最优工艺参数为： $Z = [z_1, z_2, z_3]^T = [2.84, 3.33, 2.39]^T$

即：酶处理时间：2.84h，碱后处理浓度：3.33g/l，碱后处理时间：2.39h。

由最优工艺计算得理论目标值为：

细度：22.29dtex，强度：2.18cN/dtex，伸长率：2.25%，残胶率：4.74%。

2.最优点分析与实验验证

今比较最优点和方案1、2的工艺和各目标值，发现两者的目标值较接近。

解释同改性麻最优点分析。根据上述优化工艺进行实验验证得结果如下：

细度：21.15dtex，强度：2.25cN/dtex，伸长率：2.4%，残胶率：4.63%

由此数据可见，优化点在一定的误差范围内是可信的。

第四节 黄麻氧漂脱胶工艺参数的正交设计

一、实验设计

选用孟麻进行实验，由上一章得氧漂工艺流程及双氧水浓度范围，为了最终确定初漂浓度和每次氧漂时间，选择 $L_9(3^4)$ 正交设计。

首先，工艺流程及各工序工艺参数如下：

浸酸→水洗→初漂→水洗→酸洗→水洗→碱煮→复漂→水洗→酸洗→水洗
→晾干→精干麻

浸酸： H_2SO_4 1.5g/l，55℃，1h，浴比1:15

初漂： H_2O_2 (浓度及时间待定)， Na_2SiO_3 20g/l，过硫酸钾 7.5g/l，JFC 10g/l， $MgSO_4$ 0.5g/l，多聚磷酸钠 8g/l，pH=10，100℃，浴比1:20

酸洗： H_2SO_4 1.5g/l，25℃，5min，浴比1:15

碱煮： $NaOH$ 10g/l， Na_2S 2g/l， Na_2SO_3 2g/l， Na_2SiO_3 3%， Na_2CO_3 1.5g/l，2.5h，多聚磷酸钠 1%，100℃，浴比1:20

复漂：除 H_2O_2 浓度比初漂降低1g/l、复漂时间待定外，其它参数同初漂各参数。

表 4-11 因子水平表

因 子 水 平	初漂浓度 g/l	初漂时间 min	复漂时间 min
1	14	40	40
2	16	50	50
3	18	60	60

二、试验结果与统计分析

列试验结果如表 4-12, 并进行方差分析, 各方差分析表 4-13~4-17。

表 4-12 编码与实验数据表

列 号 试 验 号		1 初漂 浓度	2 初漂 时间	3 复漂 时间	4	测试指标				
						残胶率 %	细度 dtex	强度 cN/dtex	白度	制成功率 %
1		1	1	1	1	5.72	31.65	2.53	63.9	68.60
2		1	2	2	2	5.59	33.50	2.72	60.5	67.84
3		1	3	3	3	5.88	29.10	2.56	58.7	62.78
4		2	1	2	3	6.02	35.65	2.01	62.4	60.20
5		2	2	3	1	5.31	24.85	2.68	63.7	59.81
6		2	3	1	2	5.80	26.45	2.52	61.8	57.88
7		3	1	3	2	5.96	24.15	2.87	65.8	69.06
8		3	2	1	3	5.62	18.65	3.09	66.4	72.70
9		3	3	2	1	6.25	23.18	3.00	61.4	61.59
残 胶 率	K _{1j}	17.19	17.70	17.14	17.28	T=52.10 y=5.79				
	K _{2j}	17.13	16.52	17.86	17.35					
	K _{3j}	17.83	17.93	17.15	17.52					
细 度	K _{1j}	94.25	91.45	76.75	79.68	T=247.18 y=27.46				
	K _{2j}	86.95	77.00	92.33	84.10					
	K _{3j}	65.98	78.73	78.7	83.40					
强 度	K _{1j}	7.81	7.41	8.14	8.21	T=23.98 y=2.66				
	K _{2j}	7.21	8.49	7.73	8.11					
	K _{3j}	8.96	8.08	8.11	7.66					
白 度	K _{1j}	183.1	192.1	192.1	189.0	T=564.6 y=62.73				
	K _{2j}	187.9	190.6	184.3	188.1					
	K _{3j}	193.6	181.9	188.2	187.5					
制 成 率	K _{1j}	199.2	197.9	199.2	190.0	T=580.46 y=64.50				
	K _{2j}	177.9	200.4	189.6	194.8					
	K _{3j}	203.4	182.3	191.7	195.7					

表 4-13 残胶率方差分析表

方差来源	离差平方和	自由度	平均离差 平均和	F 值	显著性	F 临界值
初漂浓度	0.100356	2	0.050178	9.88	*	$F_{(2,2)}(0.1)=9$ $F_{(2,2)}(0.05)=19$ $F_{(2,2)}(0.01)=99$
初漂时间	0.381489	2	0.190744	37.56	**	
复漂时间	0.113622	2	0.056811	11.19	*	
e	0.010156	2	0.005078			

表 4-14 细度方差分析表

方差来源	离差平方和	自由度	平均离差 平均和	F 值	显著性	F 临界值
初漂浓度	143.5804	2	71.79021	38.16	**	$F_{(2,2)}(0.1)=9$ $F_{(2,2)}(0.05)=19$ $F_{(2,2)}(0.01)=99$
初漂时间	41.51042	2	20.75521	11.03	*	
复漂时间	49.67242	2	24.83621	13.20	*	
e	3.762756	2	1.881378			

表 4-15 强度方差分析表

方差来源	离差平方和	自由度	平均离差 平均和	F 值	显著性	F 临界值
初漂浓度	0.527222	2	0.263611	9.21	*	$F_{(2,2)}(0.1)=9$ $F_{(2,2)}(0.05)=19$ $F_{(2,2)}(0.01)=99$
初漂时间	0.198156	2	0.099078	3.46		
复漂时间	0.034822	2	0.017411	0.61		
e	0.057222	2	0.028611			

表 4-16 白度方差分析表

方差来源	离差平方和	自由度	平均离差 平均和	F 值	显著性	F 临界值
初漂浓度	18.42	2	9.21	48.47	**	$F_{(2,2)}(0.1)=9$ $F_{(2,2)}(0.05)=19$ $F_{(2,2)}(0.01)=99$
初漂时间	20.22	2	10.11	53.21	**	
复漂时间	10.14	2	5.07	26.68	**	
e	0.38	2	0.19			

表 4-17 制成率方差分析表

方差来源	离差平方和	自由度	平均离差 平均和	F 值	显著性	F 临界值
初漂浓度	124.4708	2	62.23541	20.03	**	$F_{(2,2)}(0.1)=9$ $F_{(2,2)}(0.05)=19$ $F_{(2,2)}(0.01)=99$
初漂时间	64.16469	2	32.08234	10.33	*	
复漂时间	16.88709	2	8.443544	2.72		
e	6.213422	2	3.106711			

注：表中 e 表示误差；** 表示非常显著，* 表示一般显著。

三、正交表的结果与讨论

将根据各测试指标分别确定的最佳工艺条件列于表 4-18，最终确定最佳工艺条件如表 4-19。

表 4-18 各项测试指标所确定的最佳工艺条件

测试指标	最佳工艺条件
残胶率	$A_2B_2C_1$
细度	$A_3B_2C_1$
强度	A_3BC
白度	$A_3B_{3(2)}C_1$
制成率	$A_3B_2C_1$

注：字母下没有数字表示该因子对目标无显著影响，字母下有两个数字的表示这两个水平对因子的影响相近。

表 4-19 最佳工艺条件表

初漂浓度	初漂时间	复漂时间
18g/l	50min	40min

四、试验验证

在最优工艺下安排实验验证得：

细度：20.68dtex，强度：2.23cN/dtex，伸长率：2.5% 残胶率：5.81%，白度：64，制成率：59.98%。

由此数据可见，所得优化工艺在一定的误差范围内是可信的。

第五节 本章小结

一、经优化得碱法改性的最优工艺条件如下：

碱煮浓度：12.32g/l，碱煮时间：1.4h，浸碱浓度：160.14g/l。

根据最优工艺参数得到的实验验证值为：

细度 20.43dtex，强度：2.74cN/dtex，伸长率：5.3%，残胶率：3.74%，
木质素：11.08%，卷曲数：40.5 个/10cm。

二、经优化得生物酶脱胶的最优工艺条件为：

酶处理时间：2.84h，碱后处理浓度：3.33g/l，碱后处理时间：2.39h。

根据最优工艺参数得到的实验验证值为：

细度：21.15dtex，强度：2.25cN/dtex，伸长率：2.4%，残胶率：4.63%。

三、经优化得氧漂法的最优工艺条件为：

初漂浓度：18g/l，初漂时间：50min，复漂时间：40min。

根据最优工艺参数得到的实验验证值为：

细度：20.68dtex，强度：2.23cN/dtex，伸长率：2.5%，残胶率：5.81%，白
度：64，制成率：59.98%。

第五章 三种脱胶方法麻样的对比

第一节 对品质特征的影响

一、对黄麻细度的影响

细度是衡量脱胶效果的一个重要指标，它直接影响着纱线及织物的性质。黄麻纤维是工艺纤维，采用中段切断称重法测量细度。黄麻工艺纤维给油后经轻度梳理，用 40mm 的切断器切取，再数根数、烘干称重、计算细度值。选用孟麻进行三种方法的最优点实验，细度指标如表 5-1。

表 5-1 原麻和三种脱胶方法麻细度对比

	原麻	改性麻	生物酶麻	氧漂麻
细度 dtex	32	20.43	22.25	20.68
减少率%	/	36.16	30.47	35.38

由此，三种脱胶麻的细度比原麻显著减小，基本达到本课题的目的。

二、对黄麻白度的影响

众所周知，黄麻经碱煮后呈黄色，严重影响了黄麻的外观性能。为进一步提高白度，采用氧漂法，减轻其纱线或织物漂白的负担，避免漂白纱线或织物造成强力下降、破坏织物紧密度和手感风格的不利因素。

白度测量方法：ZBD 型白度测定仪采用双光电池电补偿型的电测线路，利用光电效应测量试样表面漫反射的辐亮度与同一辐照条件下完全漫反射体的辐亮度之比，来达到“白度”测定的目的。

表 5-2 不同种麻样与其它纤维白度的对比

	原麻	改性麻	生物酶麻	氧漂麻	苎麻	羊毛	棉
白度	10.3	18.2	12.8	64	71.2	60.1	63.3

可见，双氧水漂白可取得良好效果。多聚磷酸钠产生多电荷胶束 ($P_3O_{10}^{5-}$) 的电位与原麻纤维表面电位相差很大，而在极小距离内产生较大引力，使多电荷胶束吸附在胶质上，对其产生乳化、胶溶、分散的效果，防止胶质、污垢、色素等杂质沉积于纤维表面。同时多聚磷酸钠也是表面活性剂及螯合剂，防止色素等的再吸附。硅酸钠为稳定剂。JFC 降低纤维表面张力，有助于去除煮练和乳化时产生的降解产物，使反应顺利进行。而硫酸镁有利于提高水玻璃的稳定性，使之免受水中盐类的影响。酸洗可进一步提高黄麻白度。

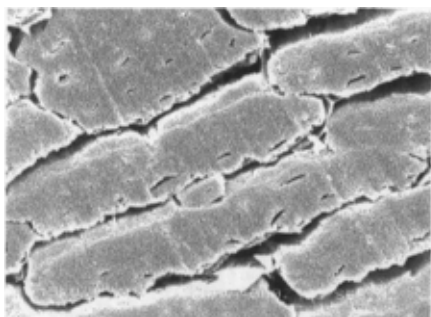


图 5-1 原麻截面图

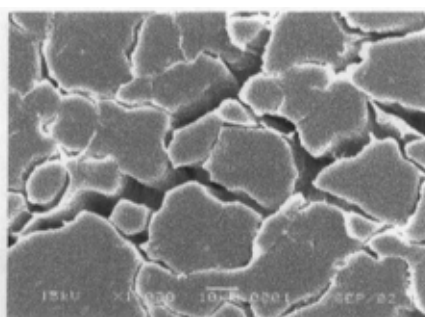


图 5-2 氧漂麻截面图

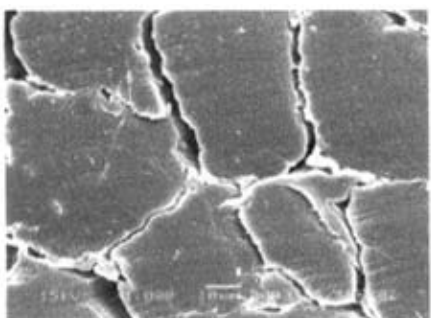


图 5-3 生物酶麻截面图

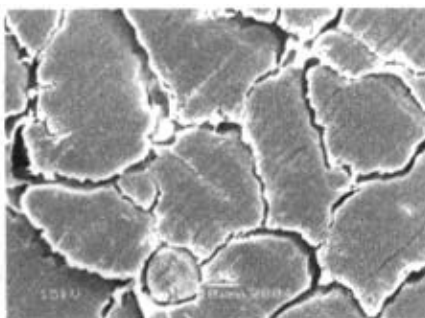


图 5-4 改性麻截面图

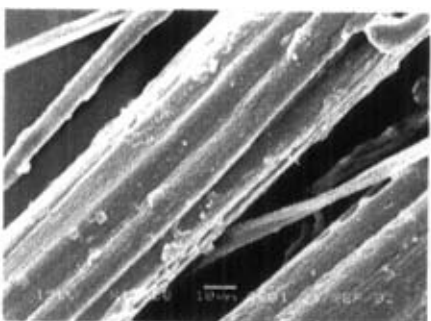


图 5-5 原麻纵面图

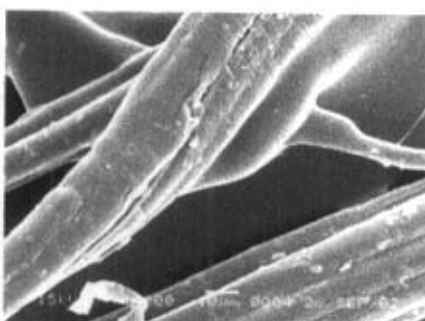


图 5-6 氧漂麻纵面图

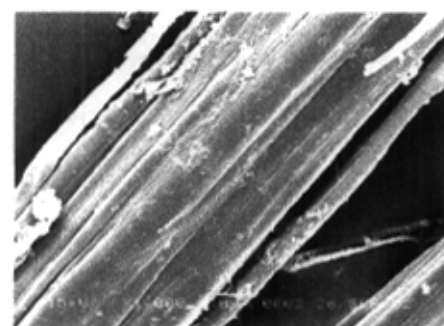


图 5-7 生物酶麻纵面图

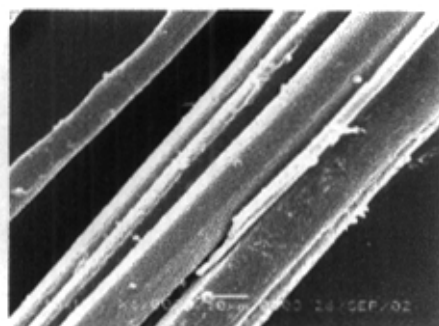


图 5-8 改性麻纵面图

三、对黄麻表面性能的影响

为了探讨黄麻的三种脱胶方式是否会影响纤维表面形态和截面性质，本文利用扫描电镜进行观察分析。扫描电镜的最大特点是焦深大，图象富有立体感，适合于表面形貌的研究。且放大倍数范围广。本文所用扫描电镜名称及技术指标如下：

名称：数字化、低真空 JSM-5600LV Scanning Electron Micros

生产商：JEOL 日本电子株式会社

技术指标：分辨率：高真空状态 3.5nm；低真空状态 4.5nm

低真空路：1—270P

图像记录：1280×96 Pixeis, 2560×1920 Pixeis

记录方式：照相记录、照片打印、CD—R、软盘存储、Internet 传输

观察扫描电镜照片，原麻横截面上工艺纤维大小不规则，多数截面可见裂痕和微孔。多呈矩形、多角形截面。而纵向表面上呈齿轮轴状表观，表面不光滑，有裂痕和沟槽；经生物-化学加工法后，截面边缘光洁，偶有微孔和裂痕，近圆形，均匀度好，工艺纤维间分劈明显，少附着。说明酶对工艺纤维表面有良好的作用效果，向内部效果有所减弱。纵向表面亦呈现出光洁、沟槽效果。氧漂麻截面仍为多角形，但不似生物酶法近圆形，大小均匀度好，截面少有裂痕和微孔。改性麻截面呈现出多于氧漂麻的微孔和裂痕，主要是由于纤维素溶胀的各向异性造成，工艺纤维间空隙不如生物酶麻明显，可见溶胀会占据纤维间空隙。工艺纤维内部隐约可见单纤维外形，说明化学溶胀在工艺纤维表面和内部都具有较好的效果，经溶胀后的工艺纤维在纵向上，沟槽效果不如其它两种麻明显。

四、对黄麻残胶率的影响

表 5-3 三种脱胶方法麻残胶率对比

	改性麻	生物酶麻	氧漂麻
残胶率%	3.74	4.33	5.81

可见，改性麻可取得最低的残胶率，生物酶麻次之。

第二节 对拉伸性能及结构的影响

一、对拉伸性能的影响

强度是指单位线密度纤维所能承受的最大拉力，与纤维细度有关。本文采用强度值来分析三种脱胶方法下的纤维拉伸性能。表 5-4 和图 5-9 列出了三种脱胶方法最优点的纤维拉伸性能。

表 5-4 黄麻纤维拉伸性能对比

种类	细度 dtex	断裂强力 cN	断裂强度 cN/dtex	断裂伸长 %	模量 cN/dtex	断裂比功 cN/dtex	断裂时间 s
原麻	32.00	72.64	2.27	5.5	57.5	0.07	4.8
改性麻	20.43	55.94	2.74	5.3	56.3	0.06	6.6
生物酶麻	22.25	76.34	3.42	2.4	100.8	0.04	3.3
氧漂麻	20.68	66.94	2.23	2.5	139.6	0.03	3.3

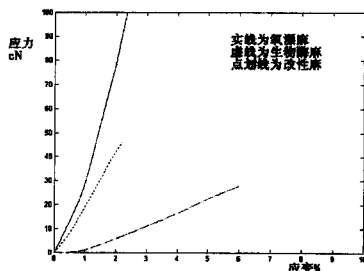


图 5-9 三种麻的拉伸性能曲线

由以上图表作分析如下：改性麻具有较好的伸长和较低的模量。这主要是由于碱使纤维素溶胀，破坏纤维内部的紧密结构，切断长分子链和分子链间次价键，使聚合度下降，从而使纤维软而韧；而氧漂麻的模量要高于生物酶法麻，伸长和断裂功相近，说明生物酶-化学加工方法与氧漂工艺可取得部分相近的作用效果。但氧漂法生成氧化纤维素，使之脆而硬，且制成率远低于其他两种。

三、对黄麻纤维结构的影响

为进一步了解各脱胶方法对纤维结构的影响，本文进行了 X 射线衍射测试。

1. X 射线衍射的基本原理

晶体是由原子、离子或分子在空间周期性排列而成的固态物质。当一束平行的 X 射线投射到晶体上，一部分为晶体吸收，在晶体中产生周期性变化的电

磁场,使原子中的电子也进行周期性振动,振动的电子就成了新的电磁波波源,向四面八方发射出与入射 X 射线波长、相位相同的电磁波,这种现象称为散射。原子散射射线的能力与原子中所含电子数成正比。晶体中原子散射的电磁波互相干涉和叠加,在某一方向得到加强或抵消的现象称为衍射。相应的方向称为衍射方向。晶体衍射射线的方向与构成晶体的晶胞大小、形状和入射的 X 射线波长有关。衍射光强度与晶体内原子类型和晶胞内原子的位置有关。通过 X 射线衍射图像可进行物相分析、结晶度测定、取向度测定和晶粒尺寸测定等^[38-39]。

2. 仪器名称和参数

采用粉末照相法

D-max/rb X 衍射仪 Cu、K α 线 电压: 40KV 电流: 80mA Ni 滤波
广角: 2θ : 5-36 DS: 1 RS: 0.3 SS: 1

3. 衍射曲线及分析

原麻、改性麻、生物酶麻和氧漂麻 X 衍射曲线如图 5-10~5-13。经分峰软件分峰并计算各峰面积和总面积,计算出结晶度列于表 5-5。

表 5-5 结晶度表

	原麻	改性麻	生物酶麻	氧漂麻
结晶度 %	71.14	67.69	83.73	92.35

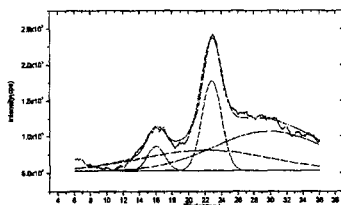


图 5-10 原麻的 X-射线衍射图

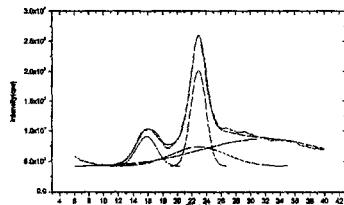


图 5-11 生物酶麻的 X-射线衍射图

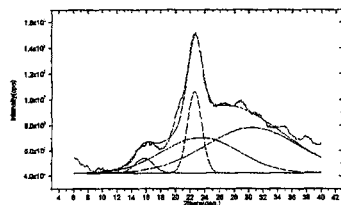


图 5-12 改性麻的 X-射线衍射图

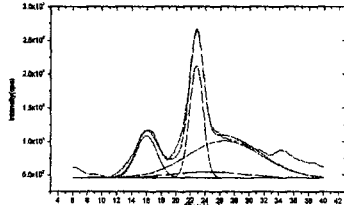


图 5-13 氧化麻的 X-射线衍射图

由图表对比知, 改性麻的结晶度相对于其它麻样显著减小, 验证了前述理论。而生物酶法和氧漂法的结晶度远大于原麻的, 主要是在化学反应中修复了部分孔洞和裂痕, 去除胶质、半纤维素等杂质, 从而使结晶度提高。另外氧漂法的结晶度又大于生物酶法的, 可从氧漂原理上说明。在碱性双氧水和尿素的溶液中, 纤维发生溶胀, 进而发生氧化、酯化反应。并对半纤维素多糖还原性末端, 逐步逐个糖基地进行剥皮反应, 用氧化和碱降解, 使半纤维素的配糖键逐渐被裂解开。同时裂解其它非纤维素多聚糖与纤维素分子间非共价键的氢键连接。故非纤维素(即胶质)的去除是结晶度上升的一个原因。另外, 由于氧漂浓度较高, 部分纤维素生成氧化纤维素, 而氧化纤维素又包括氧六环断裂的醛(2,3 位 C-C 键断裂)。在溶胀后, 伴随着胶质溶出, 解除了分子间的束缚力, 分子链得以自由重新排列。而纤维素大分子由环状变为线性, 再加之裂解保留了一定数量的氢键, 都会促进结晶^[27, 40]。

四、对制成率的影响

表 5-6 三种脱胶方法麻制成率对比

	改性麻	生物酶麻	氧漂麻
制成率 %	87.87	88.53	59.98

由上表可见, 改性法和生物酶法的制成率接近, 在 85%以上, 而氧漂麻的制成率则很低, 近于 60%, 这会在一定程度上影响经济适用性。

第三节 本章小结

黄麻经三种加工方法后, 呈现出不同的性质。改性麻纤维的显著特征是高伸低强, 软而韧, 主要是由结晶被破坏造成。有卷曲, 利于纺纱时增加纤维间的抱合力。残胶率是三种加工方法中最低的, 纤维细度亦可达到近 20dtex; 生物酶法为黄麻加工提供了一种新的可行方法, 可大大降低碱用量, 减少对环境的污染。生物酶麻也可以取得较低的残胶率和细度, 强度和伸长适中; 氧漂麻虽然可以取得较好的白度, 但是以降低制成率为代价, 且氧漂麻纤维结晶度大, 纤维高强低伸, 脆而硬。

第六章 结论

通过对黄麻三种脱胶工艺的研究，我们可得如下结论：

1. 黄麻作为工艺纤维，为得到不同的纤维性能，可进行碱改性加工、生物酶-化学联合加工和氧漂法加工路线。经实验验证，选用这三种方法合理安排工艺路线是可以达到使纤维细化、柔软和提高白度的目的。

2. 经优化碱改性法，在碱煮浓度为 12.32g/l、碱煮时间为 1.4h、浸碱浓度为 160.14g/l 时，黄麻纤维取得综合最优值，此时，纤维细度为 20.43dtex，强度为 2.74cN/dtex，伸长率为 5.3%，残胶率为 3.74%，木质素为 11.08%，卷曲数为 40.5 个/10cm。

3. 酶处理时间、碱后处理浓度和碱后处理时间是影响生物酶-化学脱胶的主要因素。最优工艺条件为：碱前处理 NaOH 浓度 2g/l，碱前处理时间 2h，酶处理时间 2.84h，碱后处理浓度 3.33g/l，碱后处理时间 2.39h。相应纤维性能的最优值为：细度 21.15dtex，强度 2.25cN/dtex，伸长率 2.4%，残胶率 4.63%。

4. 氧漂法的最优工艺条件为：初漂浓度 18g/l，初漂时间 50min，复漂时间 40min。相应纤维性能的最优值为：细度 20.68dtex，强度 2.23cN/dtex，伸长率 2.5%，残胶率 5.81%，白度 64，制成率 59.98%。

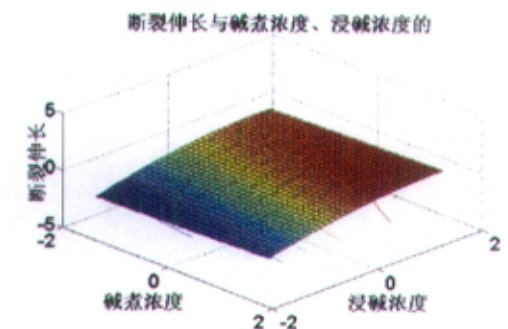
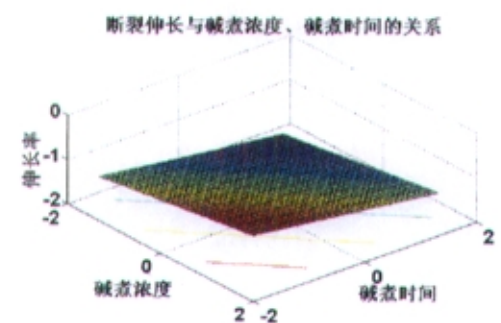
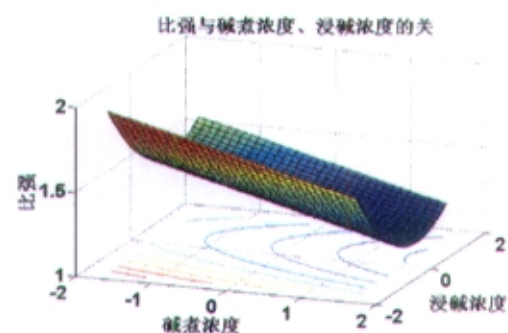
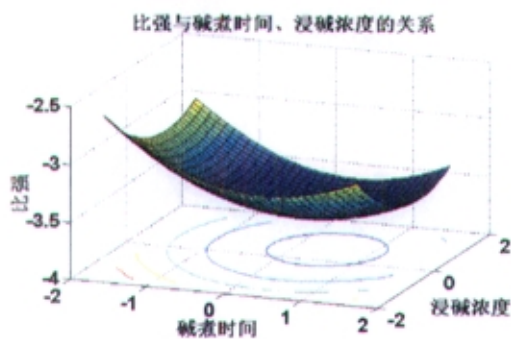
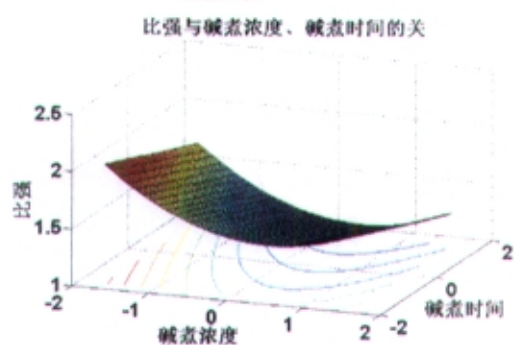
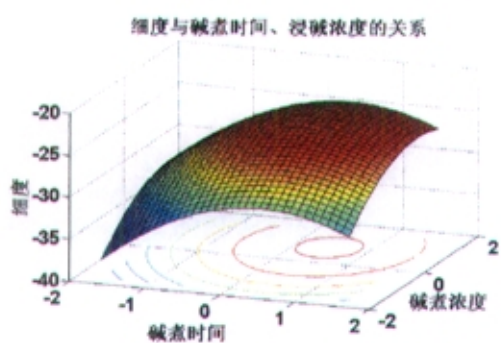
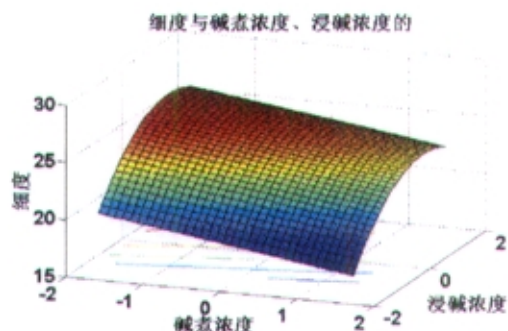
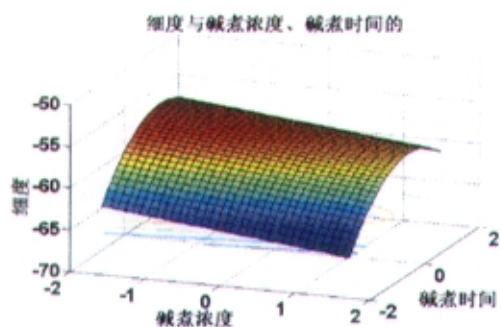
5. 黄麻经三种加工方法后，呈现出不同的性能。改性麻纤维高伸低强，软而韧，结晶度小，有卷曲，利于纺纱时增加纤维间的抱合力，其残胶率是三种加工方法中最低的，纤维细度亦可达到近 20dtex；生物酶法为黄麻加工提供了一种新的可行方法，可大大降低碱用量，减少对环境的污染，生物酶法也可取得较低的残胶率和细度，适中的强度和伸长；氧漂麻虽然可以取得较好的白度，但以降低制成率为代价，且氧漂麻纤维结晶度大，纤维高强低伸，脆而硬。

参 考 文 献

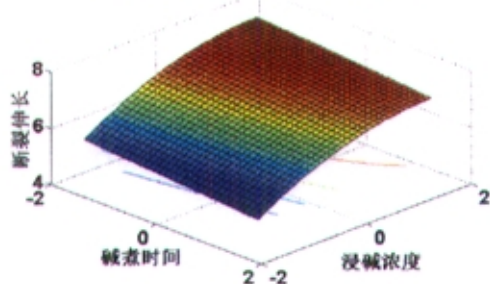
- [1] 李宗道、胡久清等，《麻类形态学》，科学出版社，1987.9
- [2] 菠萝纤维的性能研究，郁崇文、张元明，中国纺织大学学报，1997.(6):17-20
- [3] 姜繁昌等，《黄麻纺纱学》，纺织工业出版社，北京，1982
- [4] 毕国辉，细旦涤纶等与罗布麻混纺工艺研究，东华大学工程硕士学位论文开题报告，2001.7
- [5] 邵松生，麻类纺织品的前景，国外纺织技术，1999,(12).-24-25
- [6] B B Paul, Jute,a promising fibre for handlooms , India text.J., 1995, 105 (11) : 106-109
- [7] 邵松生，黄麻化学处理的研究动态，麻纺织技术，1999,22(2).-23-26
- [8] 张军民，硕士研究生论文，黄麻纤维纺低特纱工艺研究,1997
- [9] Bhattacharyya SK.Et al.PTI Science service, 1986, January, 1-15
- [10] Bashiruzzaman M et al. The Chemical constituents and molecular weights of cellulose in different parts of Jute.Fibre J.Textile Res.1964(34), 910-911
- [11] 孙庆祥等，黄麻和红麻微生物脱胶研究 I，中国麻作，1988（3）：1—6
- [12] 孙庆祥等，黄麻和红麻微生物脱胶研究 II，中国麻作，1991（2）：29—32
- [13] 刘正初、罗才安、杨瑞林、孙庆祥、彭源德，苎麻生物脱胶技术应用研究，纺织学报，1991,12(10).-18-20,27
- [14] 卢士森、陈季华、黄秀宝，生物能力学原理在红麻好氧性微生物脱胶中的应用，中国纺织大学学报，1999 年 8 月，63—66
- [15] 姜繁昌，黄，洋麻纤维变性与产品开发，麻纺织技术，1998，21（1）.-29-33
- [16] Ganguly Pk,Samanta Ak,Nandi D,Dutta R K and Som N C,Some Studies of Crosslinking on Jute Fabric with different preparatory routes, Colourage, no.7, April 1987, 19-24
- [17] Ramie-a Versatile Industrial Fiber,Pandey Dr.S.N.&Prema Nair, Textile Trends.India , 1988, 30 卷, No.10:49-57(Jan)
- [18] J Jeyakodi Moses,Jute-Cotton Fabric,The Indian Textile Journal, February 2000 34-36
- [19] 郁崇文，转杯纺制黄麻/棉混纺纱，棉纺织技术，1997,25(11).-43-45

- [20] G Vasantha and Dr Mary Jacob, Blending of jute with polypropylene and acrylic, The India Textile Journal, August, 1995, 104—108
- [21] S K Sett and Dr D Sur, Novel Jute Blended Yarns-Spun on Dref Systems, The India Textile Journal, 5 期, 102 卷, 90—91, 1992
- [22] K B Krishnan and T Balamurali Krishna, Spinning of Jute Blends on Cotton Spinning System, The India Textile Journal, 101 卷, 10 期, 168—170, 1991
- [23] S.k.Dey 、 G.K.Bhattacharya and P.sengupta , Production and Properties of High-Performance Jute Yarn , J. Text. Inst., 1995, (1), 181-182
- [24] T K Ray, D Sarkar and D P Khatua, Role of Dref Spinning, India Text. J. 1995, 105(6), 68-71
- [25] 钟闻、郁崇文, 苧麻混纺中混纺纤维长度的选择, 麻纺织技术, 1997, 20 (2) .-9-11
- [26] 党敏等, 黄麻脱胶工艺初探, 中国纺织工程学会麻纺织专业委员会学术交流年会, 2001.10
- [27] 王德骥, 苧麻纤维素化学与工艺学, 科学出版社, 北京, 2001.2
- [28] (英)弗斯塔, 酶的结构和作用机制, 北京大学出版社, 北京, 1991.6
- [29] 李宗道等, 麻类生物工程进展, 中国农业出版社, 北京, 1999.10
- [30] 陈石根、周润琦, 酶学, 复旦大学出版社, 上海, 2001
- [31] 邵宽, 纺织加工化学, 中国纺织出版社, 北京, 1996.4
- [32] 高允彦等, 正交及回归实验设计方法, 冶金工业出版社, 北京, 1988
- [33] 朱伟勇等, 最优设计理论与应用, 辽宁人民出版社, 沈阳 1981,
- [34] 茆诗松, 回归分析及其实验设计, 华东师范大学出版社, 上海, 1981
- [35] 韩之俊等, 概率与统计, 国防工业出版社, 北京, 1985
- [36] 中国国家标准汇编, GB4882—85
- [37] 李庆海等, 概率统计原理在测量中的应用, 测绘出版社, 北京, 1982
- [38] 张剑荣等, 仪器分析实验, 科学出版社, 北京, 1999
- [39] 谢思信等, X 射线光谱分析, 科学出版社, 北京, 1982
- [40] 何曼君等, 高分子物理, 复旦大学出版社, 上海, 1983.1

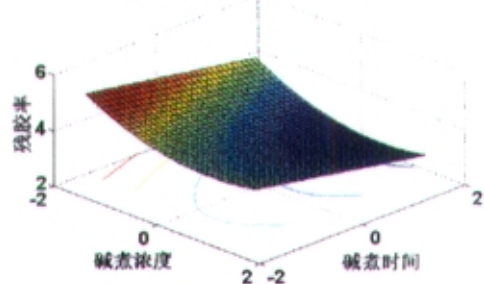
1.改性优化图



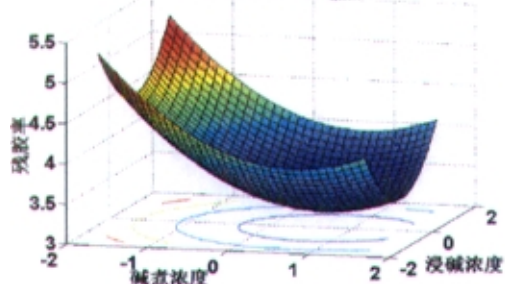
断裂伸长与碱煮时间、浸碱浓度的关



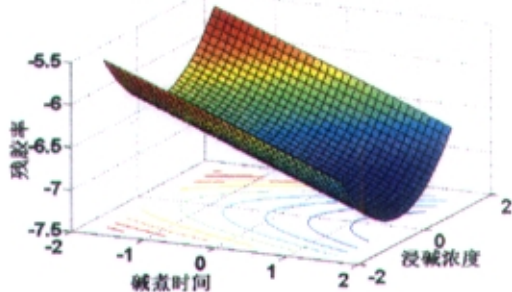
残胶率与碱煮浓度、碱煮时间的关系



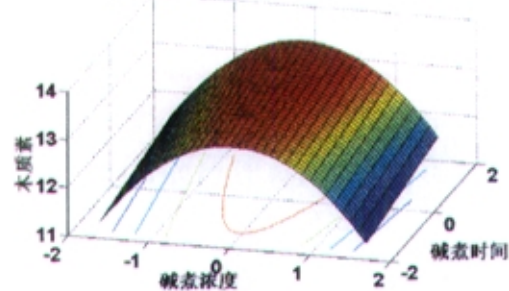
残胶率与碱煮浓度、浸碱浓度的关



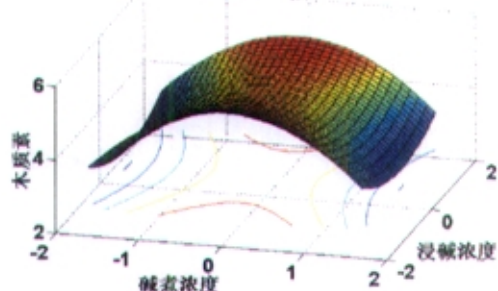
残胶率与碱煮时间、浸碱浓度的



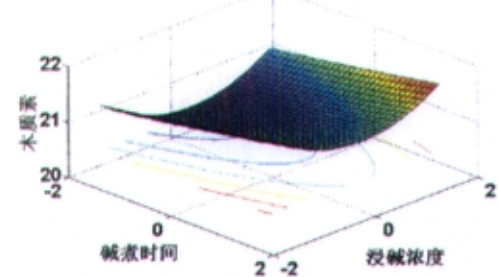
木质素与碱煮浓度、碱煮时间的关系



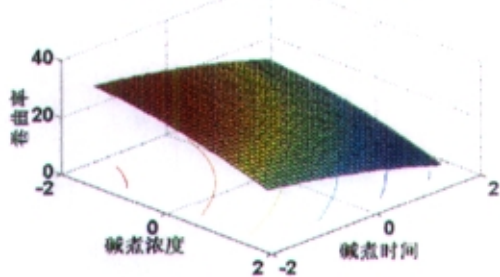
木质素与碱煮浓度、浸碱浓度的关系



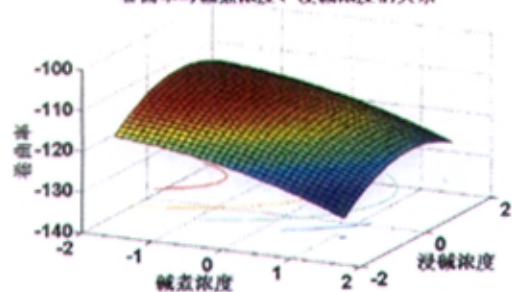
木质素与碱煮时间、浸碱浓度的关系



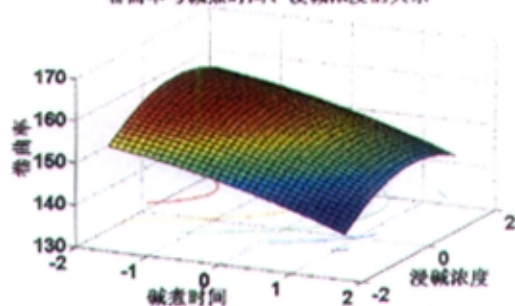
卷曲率与碱煮浓度、碱煮时间的关



卷曲率与碱煮浓度、浸碱浓度的关系

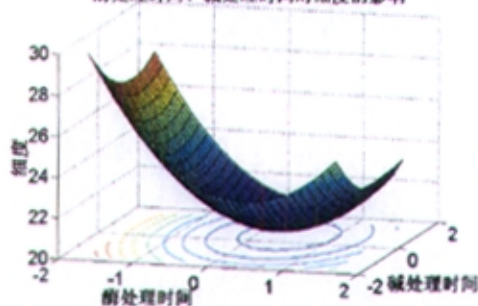


卷曲率与碱煮时间、浸碱浓度的关系

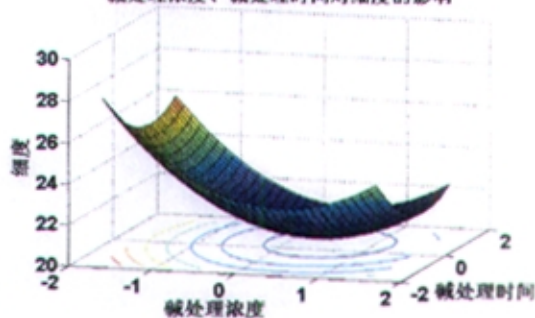


2 生物酶优化图

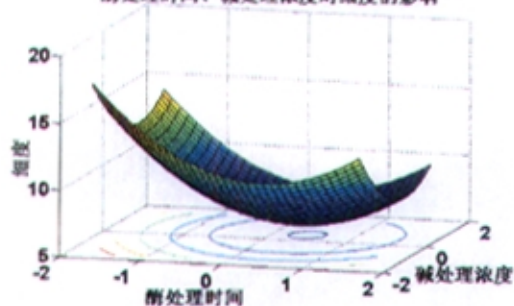
酶处理时间、碱处理时间对细度的影响



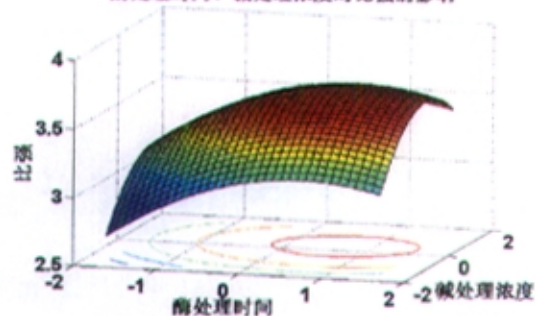
碱处理浓度、碱处理时间对细度的影响



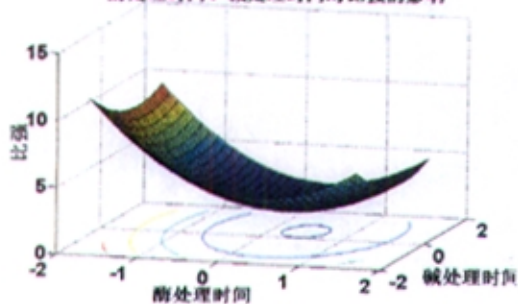
酶处理时间、碱处理浓度对细度的影响



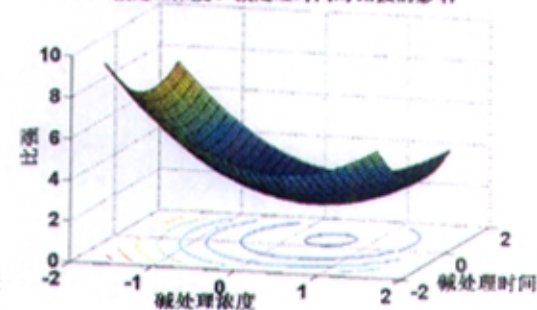
酶处理时间、碱处理浓度对比强的影响



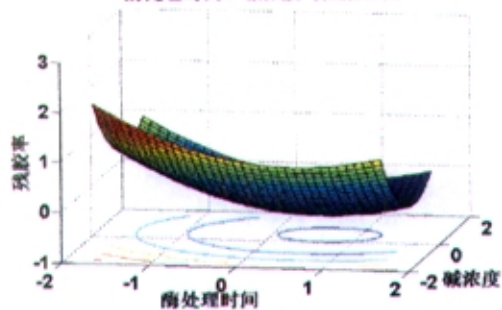
酶处理时间、碱处理时间对比强的影响



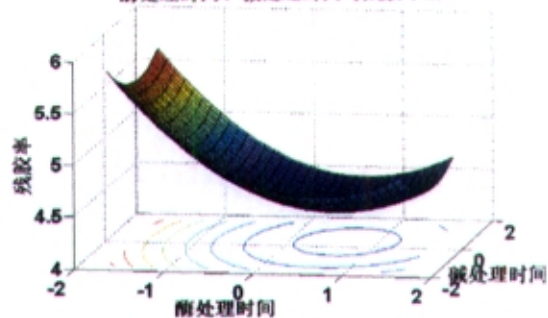
碱处理浓度、碱处理时间对比强的影响



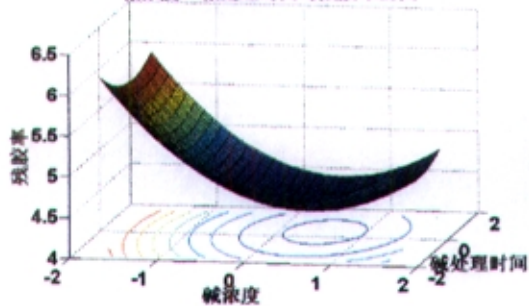
酶处理时间、碱浓度与残胶率关



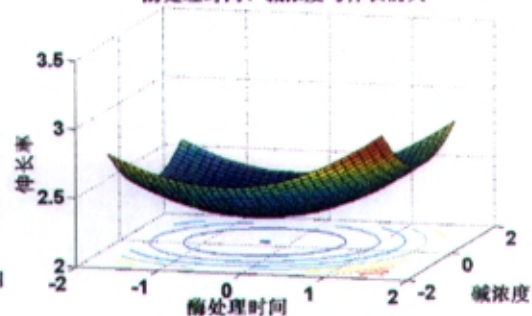
酶处理时间、碱处理时间与残胶率的



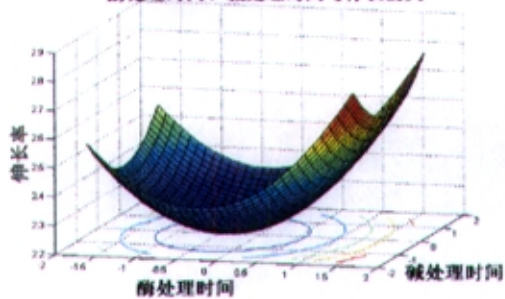
碱浓度、碱处理时间与残胶率的关



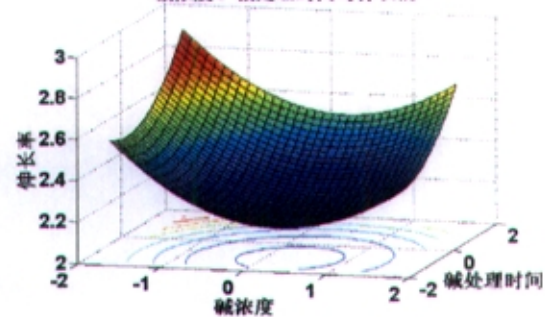
酶处理时间、碱浓度与伸长的关



酶处理时间、碱处理时间与伸长的关



碱浓度、碱处理时间与伸长的



%这是生物酶试验，在求回归方程并进行方程及系数显著性检验

```
X=[ 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1
    1 1 1 -1 1 -1 -1 1 1 1
    1 1 -1 1 -1 1 -1 1 1 1
    1 1 -1 -1 -1 -1 1 1 1 1
    1 -1 1 1 -1 -1 1 1 1 1
    1 -1 1 -1 -1 1 -1 1 1 1
    1 -1 -1 1 1 -1 -1 1 1 1
    1 -1 -1 -1 1 1 1 1 1 1
    1 1.682 0 0 0 0 0 2.828 0 0
    1 -1.682 0 0 0 0 0 2.828 0 0
    1 0 1.682 0 0 0 0 0 2.828 0
    1 0 -1.682 0 0 0 0 0 2.828 0
    1 0 0 1.682 0 0 0 0 0 2.828
    1 0 0 -1.682 0 0 0 0 0 2.828
    1 0 0 0 0 0 0 0 0 0
    1 0 0 0 0 0 0 0 0 0
    1 0 0 0 0 0 0 0 0 0
    1 0 0 0 0 0 0 0 0 0
    1 0 0 0 0 0 0 0 0 0
    1 0 0 0 0 0 0 0 0 0];
Y=[ 21.4 2.3 4.33 2.66
    21.7 2.32 4.47 2.44
    23.45 2.1 5.19 2.63
    24.98 2.01 5.25 2.98
    24.81 1.98 5.21 2.48
    25.55 2.1 5.27 2.25
    25.8 2.01 5.42 2.46
    26.38 1.88 5.52 2.49
    22.8 2.3 4.47 2.44
    26.8 1.80 5.51 2.46
    21.4 2.11 4.55 2.39
    25.4 1.83 5.88 2.43
    20.5 2.36 4.45 2.34
    23.3 2.16 4.75 2.23
    19.99 2.38 4.23 2.18
    22.57 2.15 4.68 2.18
    21.1 2.3 4.51 2.19
    20.3 2.41 4.42 2.3
    20.0 2.3 4.32 2.2
    20.99 2.27 4.45 2.3];
a=zeros(10,4);B=zeros(10,4);
for i=1:4
```



```

    B(:,i)=X'*Y(:,i);
    a(:,i)=inv((X'*X))*B(:,i);
end
b=a';
SA=zeros(1,4);
SL=zeros(1,4);
SH=zeros(1,4);
y0=zeros(1,4);
SW=zeros(1,4);
for i=1:4
    SA(i)=sum(Y(:,i).^2)-(sum(Y(:,i)))^2/20;
    SL(i)=sum(Y(:,i).^2)-b(i,:)*B(:,i);
    y0(i)=sum(Y(15:20,i))./6;
    SW(i)=sum((Y(15:20,i)-y0(i)).^2);
end
n1=zeros(1,4);
n2=zeros(1,4);
SA;
SL;
SW;
SH=SA-SL;
SLf=SL-SW;
fL=10;fH=9;fW=5;fLF=5;
F1=SLf*fW./(fLF*SW)
F2=SH*fW./(SW*fH)
for i=1:4
    if F1(i)<10.97
        n1(i)=1;
    end
    if F2(i)>2.35
        n2(i)=1;
    end
end
n1
n2
q=SL/fL;t=zeros(size(b));
for i=1:4
    for j=1:10
        if j==1
            t(i,j)=abs(b(i,j))/sqrt(0.16634*q(i));
        elseif 1<j<5
            t(i,j)=abs(b(i,j))/sqrt(0.0732*q(i));
        elseif 4<j<8
            t(i,j)=abs(b(i,j))/sqrt(0.125*q(i));

```

```

else
    t(i,j)=abs(b(i,j))/sqrt(0.06939*q(i));
end
end
end
t
t1=3.169;t2=2.764;t3=2.228;t10=1.812;
for i=1:4
    for j=1:10
        if t(i,j)<1.3722
            b(i,j)=0;
        end
    end
end
end
b
%生物酶试验，进行多目标统一
y1=[20.8011 -1.2987 -1.0161 -0.575 -0.4388 0 0 1.5613 1.0662 0.5358];
y2=[2.3014 0.1172 0.0857 0.0305 0.04 0 -0.045 -0.0875 -0.1158 0];
y3=[4.4312 -0.2877 -0.3175 -0.0633 -0.1475 0 0 0.221 0.3005 0.0831];
y4=[2.2199 0.0729 -0.0584 0 0 0 0.1038 0.1128 0.0987 0.0545];
e=[1 0 0 0 0 0 0 0 0 0];
Y=abs((y1./19.99-e))+abs((y2./2.41-e))+abs((y3./4.23-e))+abs((y4./2.
98-e))
%生物酶试验，求最优解，下面fun方程来自文件meiunited.m
fun='0.3883+0.2061*x(1)+0.181*x(2)+0.0564*x(3)+0.0734*x(1)*x(2)+0.05
35*x(2)*x(3)+0.2045*x(1)^2+0.2055*x(2)^2+0.0647*x(3)^2';%细度、比强、残
胶率、伸长率
x0=[0 0 0];
A=[];b=[];Aeq=[];beq=[];lb=[-1.682 -1.682 -1.682];ub=[1.682 1.682
1.682];
[x,fval]=fmincon(fun,x0,A,b,Aeq,beq,lb,ub)
%解码
jmeih=(3.6-3)/1.682;jjnd=(4.4-3.5)/1.682;jjh=(3.1-2.5)/1.682;zmeih=3
+x(1)*jmeih
zjnd=3.5+x(2)*jjnd
zjh=2.5+x(3)*jjh
%求最优点对应的各指标值
yxd=20.8011-1.2987*x(1)-1.0161*x(2)-0.5754*x(3)-0.4388*x(1)*x(2)+
1.5613*x(1)^2+1.0662*x(2)^2+0.5358*x(3)^2
ybg=2.3014+0.1172*x(1)+0.0857*x(2)+0.0305*x(3)+0.0400
*x(1)*x(2)-0.0450*x(2)*x(3)-0.0875*x(1)^2-0.1158*x(2)^2
ycjl=4.4312-0.2877*x(1)-0.3175*x(2)-0.0633*x(3)-0.1475*x(1)*x(2)+0.2
210*x(1)^2+0.3005*x(2)^2+0.0831*x(3)^2
yshch=2.2199+0.0729*x(1)-0.0584*x(2)+0.1038*x(2)*x(3)+0.1128

```

```

*x(1)^2+0.0987*x(2)^2+0.0545*x(3)^2
%此为生物酶二次通用旋转试验
%残胶率分别与酶处理时间、碱浓度、碱处理时间的关系图
x=-1.682:0.1:1.682;
[Xx Yy]=meshgrid(x);
clf;
%Z1=4.4312-0.2877*Xx-0.3175*Yy-0.1475*Xx*Yy+0.221*Xx.^2+0.3005*Yy.^2
;%酶处理时间、碱浓度与残胶率关系
%Z2=4.4312-0.2877*Xx-0.0633*Yy+0.221*Xx.^2+0.0831*Yy.^2;%酶处理时间、碱
处理时间与残胶率的关系
Z3=4.4312-0.3175*Xx-0.0633*Yy+0.3005*Xx.^2+0.0831*Yy.^2;%碱浓度、碱处理
时间与残胶率的关系
surfc(Xx,Yy,Z3)
view(10,15);

```

发表论文：

- 1.黄麻脱胶工艺初探，中国纺织工程学会麻纺织专业委员会学术交流年会，2001年10月
- 2.黄红麻前处理工艺初探，上海毛麻科技，2002年2月