

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項 ☐ 第一款或 ☐ 第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

☒ 申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

☒ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

德國；2004/05/13；10 2004 024 030.2

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

九、發明說明：

發明所屬之技術領域

本發明係關於製造萊纖纖維的方法，其中將具有預定聚合度的纖維素導入，並且利用處理媒介之添加由該纖維素製造纖維素溶液，或最初為纖維素懸浮液再由此製造該纖維素溶液，而且其中押出該纖維素溶液而得到無端模塑體。

先前技術

本發明同樣地也關於利用混合裝置製造萊纖纖維的裝置，纖維素可填入該混合裝置，而且在其中纖維素溶液可直接配合處理媒介之添加或配合纖維素懸浮液之形成而加工，該纖維素溶液可透過紡絲頭押出而形成無端模塑體，並且該纖維素懸浮液及/或該纖維素溶液可透過運送裝置自該混合裝置運送到紡絲頭。

這些種類的方法及裝置在萊纖技術中屬於習知。利用該萊纖技術，由含有纖維素、水及三級胺氧化物的紡絲物質以無端模塑體絲之形態押出絲、纖維、薄膜及膜組織。由於其環境相容性，萊纖技術逐漸地取代了傳統的纖維黏液法。萊纖方法的環境相容性乃基於該纖維素的溶液無需於有機、水性溶劑中衍生。由此纖維素溶液押出，舉例來說，纖維及薄膜，無端模塑體。透過模塑體的押出及押出期間纖維素的取向及再生而製得在織造物與非織造物領域有多種可行用途之高強度的模塑體。萊纖的名稱係由

BISFA (國際人造纖維標準局)訂定。在此技藝的現況中，現今萊纖方法有良多的文獻記載。

由 US-B-2179181 得知三級胺氧化物為用於纖維素的溶劑，該三級胺氧化物可溶解纖維素而無需衍化。由這些溶液，就可藉由沈澱製得纖維素模塑體。

但是該纖維素的加工，溶於胺氧化物水溶液，特別是 N-甲基嗎啉-N-氧化物(NMMNO)，在安全方面會有問題，因為該纖維素的聚合度會隨著該纖維素溶解於 NMMNO 而降低。此外，胺氧化物一般都只具有有限的熱定性，特別是在 NMMNO/纖維素/水的系統，而且有產生自發性放熱反應的傾向。為了克服這些問題並且經濟地製造萊纖纖維，有一系列供解決此技藝的現況用之方法。

在 US-A-4144080 中，說明在高溫下該纖維素在三級胺-N-氧化物中溶解更快，而且若該纖維素與較佳的三級胺-N-氧化物成分和水一起研磨將形成更均勻的溶液。在 WO-94/28219 中，說明一種用於製造纖維素溶液的方法，其中將經研磨的纖維素與胺氧化物溶液加入水平、圓筒形混合室中。該混合室具有環繞著其縱軸旋轉之依軸向間隔的攪拌構件。除了 NMMNO 之外，N-甲基六氫吡啶-N-氧化物、氧化 N-甲基吡咯酮、氧化二甲基環己基胺及其他可當作胺氧化物之物。該混合室中的混合在 65°C 與 85°C 之間發生。根據 WO-A-98/005702，該纖維素與該三級胺氧化物的水溶液在製置中混合，藉由使該混合裝置具有混合機具及在混合期間會旋轉的容器。

在 WO-A-98/005702 中，改良該混合機具使其形成漿狀物、軌道或螺旋物並且在混合期間較佳地可防止沈積形成於該容器的內表面。在 WO-A-96/33934 中，說明有一種緩衝裝置，其包含混合容器及充當排放裝置的運輸螺桿。以此方式，儘管該纖維素以批次的方式填入但是卻促使該纖維素溶液的連續製造。

現在已藉由 WO-96/33221 的方法進一步研發出 WO-A-96/33934 的方法，在 WO-96/33221 的方法中由粉碎的纖維素及胺氧化物水溶液以單一步驟的方式製造均勻的纖維素懸浮液。為達此目的，令粉碎的纖維素與液態、三級胺氧化物水溶液接觸並且形成第一種混合物。該第一種混合物分數層散佈於表面上並且在此表面上深入混合而運送。此方法可連續地進行。由 EP-A-0356419、DE-A-2011493 及 WO-A-94/06530 亦可得知其他將纖維素溶液處理成薄層狀的方法。

纖維素本身的粉碎也是專利發表的目的。舉例來說，US-A-4416698 提到若能將纖維素研磨成小於 0.5 毫米的粒子大小也是一種優點。在 WO-A-95/11261 中，將預先粉碎的纖維素導入三級胺氧化物的水溶液而製造第一種懸浮液。接著研磨此第一種懸浮液並且轉化成可配合熱及減壓的應用而成形的纖維素溶液。為了使研磨或粉碎纖維素而揚起的細塵回饋到製程中，在 WO-A-94/28215 中使用過濾體，透過彼令纖維素細塵與空氣分開。在 WO-A-96/38625 中說明一種可同時粉碎成捆的纖維素及箔片狀的纖維素。

裝設噴出物料斗，該噴出物料斗朝向供粉碎該纖維素用之裝置內打開。

在 EP-B-0818469 中，暗示令纖維素分散於胺氧化物水溶液中並且利用木聚糖酶處理由此獲得的分散液。

除了致力於經濟地製造可被紡絲的均勻纖維素溶液之外，也試圖克服在放熱反應的情況之下會自發地發生之纖維素溶液分解現象的問題。Buijtenhuis 等人，在論文，1986 年，第 40 卷，第 12 期，第 615 至 618 頁，溶於 NMMNO 中的纖維素之降解及標準化，中說明研究結果，據彼金屬似乎可降低在纖維素溶液中的 NMMNO 之分解溫度。首先，鐵及銅似乎可加速 NMMNO 的分解。其他金屬，例如鎳或鉻，若存在於適當濃度下，也會對適當情況及適當濃度下之纖維素溶液的分解性質發揮負面影響。然而，在 WO-A-94/28210 中仍使用不銹鋼充當紡絲頭的材料以忍受纖維素溶液押出期間的高壓。

此外，在高濃縮 NMMNO 區中的 NMMNO/纖維素/水系統具有自加工裝置，例如管線、過濾體及幫浦，釋放金屬離子的性質，這會降低系統安定性。在 WO-A-96/27035 中，說明纖維素模塑體的製造方法，其中至少有些與纖維素溶液接觸而減少至少 0.5 微米深度的材料包含至少 90% 選自由鈦、鋯、鉻及鎳所構成的組群之元素。關於 WO-A-96/27035 重要的方面在於該裝置與配管，與纖維素溶液相接觸，之組成其餘的部分不包含任何銅、鉬、鎢或鈷。根據 WO-A-96/27035，這些材料應該防止放熱性分解

反應。

最後，在 DE-C-198 27 210 中，製造均勻的纖維素溶液，所用的纖維表之水含量不拘。相對於現行的方法，在此先在搗漿器中均質化而不含 NMMNO 的情況下經由初始剪切帶運送纖維素，然後就只是添加至低水含量的 NMMNO。

接著在 DE-A-44 39 149 中有另一種製造纖維素溶液的方法，該專利構成了此技藝最近的現況。根據 DE-A-44 39 149 的方法，先以酵素預先處理纖維素。為了提高酵素預處理的功效，可先使纖維素在水中剪切的情況下預處理之前先分解。接著，自溶液分離出預先處理過的纖維素並且將分離出來的纖維素導入 NMMNO 與水的熔融物中。藉此，可在補充水與酵素損失之後實際地將分離出來的溶液回饋用於預處理。然而，事實上，經證明此種製程管制並不可行，因為依照此方法製得的纖維素溶液並不安定。

儘管這些不同方法可製得均勻又安定的纖維素溶液並且將其送到押出開口，然而避免放熱性分解反應、對環境友善又經濟的均勻纖維素溶液之製造及其安定性仍然還有問題。再者，纖維素溶液老化也有問題，該纖維素溶液老化係以聚合度隨時間逐漸降低的量表示。有些供應的纖維素原先具有低的聚合度並且經加工而形成紡絲體，老化可能會導致無法接受的品質降低。

發明內容

因此本發明的目的在於改良習知的方法及萊纖技術使得，在最高環境相容性的情況下，可實行該方法而與所用的纖維類型無關並且具有一致固定的品質。

此目的係為了解決前述的方法，該方法中監視纖維素、纖維素懸浮液及/或纖維素溶液之聚合度並且，根據測到的聚合度，設定從該纖維素導入到其押出的纖維素滯留期間或時段。

關於上述的裝置，此目的根據本發明藉由監視裝置，透過該監視裝置可監視在該裝置操作期間該纖維素、纖維素懸浮液及/或纖維素溶液之聚合度，以及控制裝置而解決，透過該控制裝置可根據測到的聚合度設定由該纖維素導入到其於紡絲頭押出的操作時段。

根據本發明的解決方法既簡單又可為任何用於萊纖纖維之製造的種類之纖維素而與聚合度無關。根據本發明，由於由纖維素形成漿狀到其押出得到無端模塑體之纖維素操作或滯留時段的控制，因此獲得均勻的萊纖纖維而與被加工的纖維素無關。此外因為在該纖維素加工期間根據本發明監視聚合度的關係，所以不再只能加工細心挑選過的纖維素。根據本發明，任何纖維素現在都可以加工，因為可以要求加工期間纖維素、纖維素懸浮液及/或纖維素溶液的聚合度並且據以調適操作時段。

根據本發明的方法及根據本發明的裝置可同時搭配萊纖方法，其中纖維素直接地在三級胺氧化物水溶液中或三級胺氧化物中形成漿狀並且由彼製成纖維素溶液，另外還

有以下的方法，其中先製造基本上含水及纖維素的纖維素懸浮液接著只要添加三級胺氧化物或其水溶液就可形成纖維素溶液，而使用。

在根據本發明方法的有利具體例中，以纖維素或纖維素懸浮液進行酵素預處理。在酵素預處理的過程中液態酵素調製劑可，舉例來說，對照纖維素含量以 200:1 的比例添加。關於液態酵素調製劑，可使用纖維素酶酵素複合物，舉例來說來自 Biopract GmbH 公司的 Cellupract AL70，或來自 Novo Nordisk 公司的 Cellusoft。為了防止聚合度降低太多，特別是在加工具有低初始聚合度的纖維素而形成萊纖纖維之時，在有利的具體例中可依照被導入的纖維素的聚合度而設定該酵素預處理的時段。此外，也可監視該酵素預處理期間的聚合度而且若聚合度顯著地降低的話可縮短該酵素預處理的時段。該酵素預處理可在搗漿器中進行。

為了監視攪拌機中的聚合分解作用，特別是在纖維素懸浮液製造期間及/或酵素預處理期間，可先決定該攪動技術中的習知參數(牛頓數、雷諾數、弗洛德數)。再者，可精確地觀察並且決定濃度、溫度、混合時間及混合品質以獲得與乳化物或懸浮液形成期間的分解行為有關的資料。溫度控制可經由溫度測量裝置，例如 Pt100 型，而進行。精確的濃度可使用供乳化物或懸浮劑用之連續流動測量裝置而設定。該纖維素可使用示差劑量稱量系統精確地測量同時連續地填充。

懸浮液判斷標準，例如填充程度、攪動時段及超過容

器高度的乳化物/懸浮粒子的濃度等可藉著將測量採樣管伸入懸浮液容器或搗漿器中或伸入攪拌機中並且藉由採取懸浮材料的樣品而測定。已經發現若將懸浮液容器底部的形狀改成盤狀或球形底部的話特別地有利。

較佳地以槳式攪拌器當作攪拌構件。然而，螺旋槳、斜向槳葉混合器、盤式混合器、齒狀攪拌器、錨式攪拌器及螺旋攪拌器或共軸攪拌機也都可使用。控制連接到驅動馬達之攪拌機的轉軸並且監視速度。同時地，在供控制纖維素的酵素性崩解，又進而供使用至少一個感應器控制聚合度用之乳化及懸浮製程期間進行監視驅動電力、輸入能量及轉矩。

驚人的是發現在酵素之添加、聚合物鏈之分解進行的時段及分解之速率皆可經由經轉移的乳化及懸浮能量衍生得到，該經轉移的乳化及懸浮能量反過來藉由攪拌機的能量轉移產生。

纖維素、纖維素懸浮液及/或纖維素溶液的聚合度可藉由例如轉矩感應器等管線內的感應器配合相關的軟體及利用相關黏度降低的計算之控制而測定。這些類型的系統，舉例來說，得由 PORPOISE 公司提供。或者，可藉由人工樣品抽取接著藉由聚合度的分析測定而判定聚合度，但是會降低該方法的自動化程度。

關於裝配在驅動馬達及攪拌機之間的管線內感感器，舉例來說應變計，或渦電流感感器，皆可用於電力及轉矩的測量。渦電流測量係根據機械應力修飾磁場線的磁導係

數之原理為基礎。由靜態感應器頭產生的磁場將穿透攪動驅動軸並且依照機械應力使感應頭次要線圈誘發電壓，該機械應力與轉矩成正比。該測量無需接觸並且不用任何反應性驅動力就可進行。

本方法用於該懸浮液製造系統的先決條件為轉軸的自由、可接近的零件可設在感應器對齊的攪拌機驅動側上。

等手動抽取樣品之後，聚合度可經由根據銅銨溶液(cuoxam)方法的黏度而決定聚合度。利用分析結果校正測量結果及來自管線內感應器的測量訊號，關聯並且用於製程控制而且比手動樣品抽取更佳，因為它們可促進滯留時段控制的自動化。

在加工具有低聚合度的纖維素期間，舉例來說具有至多 550 的 DP 值，以比具有較高聚合度的纖維素，舉例來說至少 700，更短的時間，進行酵素預處理。

酵素預處理可持續 20 分鐘與 80 分鐘之間，藉由使酵素預處理終結之後的聚合度不致落到 520 的 DP 值以下。若 DP 值落到 520 以下，酵素預處理就會終止。接著經由酵素的方式分解成纖維素及三級胺氧化物水溶液而得到的水分蒸發製造纖維素溶液。在此製程步驟中被分解的 DP 也可經由例如管線內黏度裝置，例如來自 Porpoise，等管線內感應器而監視，而且可聯合酵素 DP 分解行為而加以控制。對此在載運該物質的輸送管分支裝設流變儀。藉此，可得到高精確度的極快速線上測量。透過此黏度的測量，可衍生得到黏性流動、結構黏度、聚合物膨潤性、彈性及正向應

力，那些反過來可用於酵素分解的控制。

又另一個有利的具體例中，可藉由加熱輸送管系統將纖維素溶液運送到紡絲。因為在此運送過程中也會發生聚合度降低的情況，所以在輸送管系統中的纖維素溶液之運送速度可依照前述溶於纖維素溶液中的纖維素懸浮液及/或導入的纖維素之纖維素溶液的聚合度而設定。纖維素溶液的聚合度越低，根據本發明纖維素溶液越快運送到紡絲頭以防止押出具有過低聚合度之無端模塑體。在運送纖維素懸浮液及/或纖維素溶液之幫浦配置的運送速度依照聚合度而設定之有利具體例中，加工纖維素溶液直到其押出的時段可以特別容易的方式設定。

從纖維素導入到其押出形成無端模塑體之纖維素操作時段較佳為設定得使操作時段至多 80 分鐘及/或至少 20 分鐘。在此時間架構下，可達到在三級胺氧化物中的良好纖維素溶液而且同時聚合度不會掉落到會導致萊纖纖維品質受損的值以下。

實施方式

以下，本發明的具體例將依實施例的方式，對照圖式而說明。在此，特徵，若與以上本發明的個別有利具體例之版本有關，可視需要而任意地彼此結合或者也可刪除。此外，本發明利用實驗性實施例以資證明。

第 1 圖顯示由含水、纖維素及三級胺氧化物之可紡絲的纖維素溶液製造無端模塑體 2，舉例來說紡絲，用之工

廠 1。

首先，令呈葉片或板子 3 及/或捲物 4 形式的纖維素成批地通到搗漿器 5。在搗漿器 5 中，以水當作處理媒介，由箭頭 6 以符號的方式表示，處理纖維素 3, 4，並且形成纖維素懸浮液，較佳地又不含溶劑或胺氧化物。為了使纖維素溶液均勻化且安定化可添加酵素或酵素溶液。

所添加的水 6 之用量依照纖維素的水含量而定。典型地所用的纖維素之水含量係介於 5 及 15 質量百分比之間。藉由適當地改變水的添加量而改變，所以纖維素懸浮液的水含量或固/液浴比例大約維持固定或達到任意選擇的值。

令纖維素懸浮液由搗漿器 5 經由輸送管系統 8 通過黏稠物質幫浦 7 到擠出裝置 9，藉以使水與纖維素的纖維素懸浮液較佳地維持在介於 60 至 100°C 的範圍內之溫度下。

在擠出裝置中，由搗漿器 5 製造的纖維素懸浮液係舉例來說藉由旋轉輥 10 壓榨。榨出的水或擠出水 11 藉由收集裝置 11' 加以收集並且藉由運送裝置 12，經過視情況需要的過濾裝置 13 並且經過混合裝置 14 至少部分以水 6 的形式導回搗漿器 5。擠出裝置 9 也可裝配供自纖維素懸浮液引出過量水用之抽濾裝置(未顯示)。在此具體例中，令引出的水以擠出水的形式至少部分地導回搗漿器 5。為了達到本發明的目的，藉由其他手段引出的水或自纖維素懸浮液移出的水亦為可再循環以供纖維素處理或崩解用之擠出水。

過濾器 13 可包含一或多個表面過濾器、深床式過濾

器、薄膜過濾器、板式過濾器、邊緣式過濾器、分離器、離心機、水力旋流器、帶式過濾器及真空帶過濾器、管式過濾器、過濾擠水器、旋轉式過濾器、逆流過濾器、多層過濾器還有浮力法。此外，擠出水 11 可以滲透的方式在過濾器 13 中處理；可選擇地或附帶地自擠出水 11 濾出金屬離子及粒子，或可將金屬吸附添加劑 (metal-binding additives) 填入擠出水 11。

返回的處理媒介 11 及自另一個新鮮來源填入之新鮮的處理媒介 15，舉例來說新鮮的水，之各別比例可藉由水通到搗漿器 5 途中的混合裝置 14 加以調整。此外，藉由混合裝置 14 設定處理媒介 11 的比例，該處理媒介 11 經由廢水輸送管 16 導引或排出工廠 1 外。

混合裝置 14 可舉例來說包含選擇器閥門或許多閥門。藉由控制裝置 17 控制混合裝置 14 使得填到搗漿器 5 之水 6 當中的擠出水 11 及新鮮的水 15 之比例可響應經過至少一控制管線 18 的控制裝置之輸出訊號。

榨出之後，纖維素懸浮液復經過輸送管系統 8 運送到攪拌及運送裝置 19，其中作用在纖維素懸浮液上的剪切應力由攪拌及運送機具 20，例如螺桿、槳板或螺旋槳葉，產生，關於攪拌及運送裝置 19，可採用無環狀層混合器，例如源於 DRAIS 的 Misch-and-Reaktionssysteme 並且以註冊名稱 CoriMix® 販售。環狀層混合器只能用於潤溼或浸漬所說明的方法並未使用的乾燥纖維素材料。

在攪拌及運送裝置的剪應力區域中，在所謂的剪切帶

中，經由輸送管 21 以介於 1:1 與 1:2.5 之間的 NMMNO/H₂O 莫耳比充當纖維素的溶劑將例如三級胺氧化物，特別是 N-甲基嗎啉-N-氧化物，等處理媒介供應至呈水溶液形態的纖維素懸浮液。此外，在紡絲製程期間或之後添加例如安定劑及酵素、有機添加物、去光物質、鹼、固態或液態土質鹼、沸石、用於製造抗菌劑之經微細粉碎的金屬(例如鋅、銀、金及鉑)及/或導電或導熱的纖維等添加物及/或染料到剪切帶的纖維素懸浮液。添加物的濃度可根據纖維製品控制在 100 至 100,000 ppm 的範圍內。

所供應的 NMMNO 之濃度取決於目前在纖維素懸浮液中之纖維素 3, 4 的水含量。該攪拌及運送裝置 19 在三級胺氧化物與纖維素懸浮液混合並且製造纖維素溶液的情況中扮演混合器的角色。接著經由輸送管系統 8 運送已經添加 NMMNO 的纖維素溶液到第二攪拌及運送裝置 22。該攪拌及運送裝置 22 可包含蒸發段。該輸送管系統可在攪拌及運送裝置 22 上加熱。相對於未受熱的輸送管系統 8，為第 1 圖中的受熱輸送管系統提供參考符號 8'。具體而言，可使用如 WO 01/88232 A1、WO 01/88419 A1 及 WO 03/69200 A1 中說明的輸送管系統。呈幫浦形式的運送裝置 7' 可設在輸送管系統 8 及輸送管系統 8' 中以運輸纖維素懸浮液及/或纖維素溶液。

在三級胺氧化物添加之後，使用感應器 23 測量在輸送管 8' 及/或在至少一剪切帶 19, 22 中或在其中之一剪切帶之前及/或之後的纖維素溶液的金屬離子含量，特別是銅及鐵

離子，並且將金屬含量或個別去安定的金屬離子，例如鐵、鉻、銅及/或鉬輸入控制裝置 17。又另一具體例中可選擇地或除了自動管線內樣品抽取以外，在自動實驗室分析裝置中使用溼式化學方法在手動樣品抽取之後測定金屬離子含量並且自動地或手動地從該分析裝置通到控制裝置 17。然而，利用手動樣品抽取與直接地從輸送管 8, 8' 進行自動管線內樣品抽取相比，缺點為回饋到控制器以獲得金屬離子含量包含手動製程段，因此無法自動化。

控制裝置 17 比較藉由具有預定範圍的感應器 23 測到的金屬離子並且根據此金屬離子含量輸出訊號到混合裝置 14。由於輸出到混合裝置 14 的控制訊號，通到搗漿器 5 之充當處理媒介的水 6 之組成根據纖維素溶液中去安定的金屬離子的含量而設定，並且令已經添加三級胺氧化物的纖維素溶液中的金屬含量或個別金屬離子含量在密閉迴圈控制下調整到預定值。因為在蒸發階段之後纖維素溶液中的反應濃度會提高，較佳地裝設可監視在所有組成成分添加之後及所有蒸發階段之後該纖維素溶液的金屬含量之感應器。

舉例來說，若在纖維素溶液中之去安定化的金屬含量，由感應器 23 或藉由使用溼式化學方法獲得的，太高，就提高填到搗漿器 5 的水 6 當中的新鮮水之比例。然後藉由控制裝置 17 調整金屬含量使其維持在 10 毫克/公斤的安定限度以下。金屬含量也可在纖維素溶液形成之前，亦即仍在纖維素懸浮液中時，先測定，藉以此測量比直接地在

纖維素溶液中測量金屬含量更加適宜。

關於供原子吸收測量用之感應器 23 裝置，可使用質譜儀、供獲得螢光光譜、放射光譜或雷曼散射的光學偵測器。這些類型的感應器皆屬已知並且係由各不同的製造廠商，舉例來說由 Perkin Elmer，所製造。

再者，纖維素懸浮液及/或纖維素溶液的聚合度可經由管線內感應器 23'，舉例來說來自 PORPOISE 公司，而測定，管線內感應器的數目可視需要，舉例來說藉由黏度測量，而定。代替管線內感應器 23'，可在對應點之處以手動的方式採取樣品並且以普通方法，舉例來說根據銅銨溶液方法，得到聚合度。再者，關於感應器 23'，可使用監視由攪拌機轉移的電力之感應器，例如轉矩感應器、渦電流感器或應變計感應器。

如第 1 圖所示，在搗漿器 5 及輸送管系統 8,8' 中設置用於聚合度的感應器 23'。測到的聚合度以訊號的形態通到控制裝置 17。該管線內感應器為來自 PORPOISE 公司的流變儀。

在水 6 組成的控制期間，控制裝置 17 考量先前測到通到搗漿器 5 的纖維素 3, 4 之金屬含量。關此，可經由輸入裝置 24 將剛使用的纖維素 3, 4 中個別金屬離子的分析金屬含量或全部金屬成分及/或其聚合度輸入控制裝置 17 中。將金屬含量的預調整或現存未調整值列入填入搗漿器 5 的水中之擠出水及新鮮水的比例之測定當中。舉例來說，一開始使配合具有高金屬含量的纖維素導入較高比例的新鮮

水 15 到搗漿器 5，或以特定的金屬吸附添加劑混入纖維素懸浮液中。

若金屬含量降低，當其係由已經添加三級胺氧化物的纖維素溶液當中的感應器 23 獲得時，到視為足於防止放熱反應的特定限度以下，舉例來說 10 毫克/公斤，就提高導入搗漿器 5 的水當中的擠出水比例。結果，對於放熱反應有充分的防止作用，將消耗較少的新鮮水並且排放較少的擠出水到環境。

控制裝置 17 也可依照手動輸入輸入裝置 24 的聚合度，或在操作期間，由感應器 23' 或藉由手動抽取實驗室中分析過的樣品而控制工廠 1 中的纖維素 3, 4 之滯留或操作時段。感應器 23' 及/或用於手動抽取的樣品之實驗室分析裝置扮演聚合度的監視裝置。由纖維素導入搗漿器 5 到其於押出頭 25 中押出的纖維素操作時段設定在能使接近押出頭 25，在纖維素溶液押出之前不久處，聚合度不會落到 450 DP 以下，較佳地不低於 550 DP。若被加工的是纖維素 3, 4，該纖維素 3, 4 已經具有低聚合度，就提高輸送管系統 8, 8' 中的纖維素懸浮液及纖維素溶液運輸速度，藉由降低纖維素在工廠 1 中的滯留時間。

控制裝置 17 特別是可控制倒空搗漿器 5 的運送裝置 7。利用具有低聚合度的纖維素，可在早期操作幫浦 7 而縮短預處理及預搗漿的時間。同時，提高輸送管系統 8, 8' 中另一個幫浦 7' 的運送能力。在工廠 1 中預處理的時段花費，舉例來說利用具有至少 600 DP 之高聚合度的纖維素

3, 4, 約 40 分鐘, 並且, 利用具有 400 DP 及更小之較低聚合度的纖維 3, 4, 至多 25 至 30 分鐘。

在攪拌及運送裝置 22 之後, 令該可立即押出的纖維素溶液通到押出頭 25, 該押出頭 25 裝配大量的押出開口(未顯示)。經由這些各別押出開口押出高黏性纖維素溶液而於氣隙 26 中形成無端模塑體 2。由於押出之後仍具黏性之纖維素溶液的牽引而發生纖維素分子取向的現象。為達到此目的, 經押出的纖維素溶液藉由捲取機構 27 以大於押出速度的速度拉離押出開口。

在氣隙 26 之後該無端模塑體 2 將橫越含例如水等非溶劑的沈澱浴 28, 藉以使該無端模塑體中的纖維素沈澱。在氣隙 26 中, 藉由冷卻氣流 29 冷卻該無端模塑體 2。在此, 相對於 WO 93/19230 A1 及 EP 584 318 B1 的教旨, 已經發現若就在該無端模塑體 2 出自模具之後冷卻氣流不碰到該無端模塑體 2, 而是在離模具一段距離之處碰到, 實質上將更有利。為了達到最佳的纖維性質, 正如 WO 03/57951 A1 及 WO 03/57952 A1 中說明的, 冷卻氣流應該是紊流而且顯示出押出方向的速度成分。

沈澱浴 28 變得逐漸地富含三級胺氧化物, 所以必須使用回收裝置 30 持續地再生。關此, 在操作時, 經由輸送管 31 將來自沈澱浴的液體填入回收裝置 30, 該輸送管 31 舉例來說接到沈澱浴上的溢流。該回收裝置 30 將三級胺氧化物移離液體並且經由輸送管 32 送回純水。無法再循環的廢棄物質經由輸送管 33 自裝置 1 排出並且加以處理。

在回收裝置 30 中，自水中分離出胺氧化物並且經由輸送管 34 通到另一個混合裝置 35，經由輸送管 36 填充新鮮的胺氧化物。令來自輸送管 34 的再生胺氧化物與新鮮的胺氧化物 36 混合並且經由輸送管 21 通到剪切帶 19。

金屬離子可藉由離子交換器，舉例來說來自羅門哈斯公司的 Amberlite GT 73 或過濾器 37，而自再生的胺氧化物移除。

混合裝置 35 及純化裝置 37 可由控制裝置 17 依照感應器 23 測到的金屬離子含量而控制。

接著，進一步處理無端模塑體，舉例來說清洗、增亮、在裝置 38 中化學處理以影響交連性質，及/或進一步在裝置 39 中壓製。該無端模塑體也可經由切削裝置，未顯示，處理而形成人造短纖維並且由裝置 1 壓成非編織形態。

所有在輸送管系統 8' 中的纖維素溶液的輸送都連續地發生，藉以可在輸送管系統 8' 中裝設緩衝容器 40 以取得輸送量的變化及/或輸送壓力的變化並且促成連續加工而無死水區之發生。輸送管系統 8' 裝配加熱系統(未顯示)使運送期間纖維素溶液維持在黏度低到能夠經濟的運輸的溫度下而無三級胺氧化物的分解。纖維素溶液在輸送管系統 8' 中的溫度介於 75 與 110°C 之間。

同時，高溫促成均勻化及均勻的混合，該均勻化及均勻的混合可藉由靜態或旋轉式混合器提高。

纖維素懸浮液或溶液在輸送管系統 8, 8' 中從黏稠物質幫浦 7 到押出頭 25 的滯留時間可為，依照經加工的纖維

之聚合度並且利用用於纖維素懸浮液及纖維素溶液的特定添加物，5分鐘與2小時之間，較佳為約30至60分鐘。

現在根據實驗性實施例解釋根據本發明的方法之實施方式。

為了在較大的工廠中也能可靠地設定纖維素所需的酵素性崩解或分解，懸浮液的製造在實驗室實驗中檢查的更加緊密，因為混合及攪拌階段將以非常複雜的方式發生並且紊流機構也會影響被處理的產物之流變學。因此，在轉移成大規模之前，必須明確地研究以酵素方式控制的崩解行為(DP的降低)。在實驗室模型實驗中，測定在攪動技術中習知的參數(牛頓數、雷諾數、佛洛德數)。精確地觀察並且測定濃度、溫度、混合時間及混合品質以獲得與乳化物或懸浮液形成期間的崩解或分解行為有關的資訊。透過用於乳化物或懸浮劑的連續流測量裝置進行濃度的精確調整，並且另外亦連續地進行纖維素之添加，經由示差劑量稱量系統精確地測量。懸浮液判斷標準，例如填充程度、攪動時段及超過容器高度的乳化物/懸浮粒子的濃度等藉著將測量採樣管伸入及懸浮材料之抽取而測定。以槳式攪拌器當作攪拌構件。然而，螺旋槳、斜向槳葉混合器、盤式混合器、齒狀攪拌器、錨式攪拌器及螺旋攪拌器或共軸攪拌機也都可使用。控制連接到驅動馬達之攪拌機的轉軸並且監視速度。同時地，在供控制纖維素的酵素性崩解，又藉此控制聚合度之乳化及懸浮階段期間進行驅動電力、輸入能量及轉矩之監視。

第一系列的實驗涉及用於該纖維素懸浮液製造的纖維素預處理及擠出水的檢查。以下參照第 2 圖的預處理之概略圖式並且使用第 1 圖的參考符號。

實驗性實施例 1

在加工步驟 A 中將 MoDo 型溶解木漿，松木亞硫酸鹽水漿，的纖維素 3, 4 與水 6 依 1:17 的混合比(固體密度 5%)置於具有淨填充容量 2 立方米之 Grubbens 公司的搗漿器 5 中。該纖維素顯示有 650 的銅銨溶液 DP 及大於或小於 95% 的 α -纖維素含量。硬木或軟木為主之商業上可購得的纖維素都可使用。本方法也可加工在該纖維素當中有 2 至 20% 範圍內的半纖維素含量。其他可行的纖維素為少於 95% 的 Sappi Eucalyptus、Bacell Eucalyptus、Tembec Temfilm HW、Alicell VLV 及 Weyerhäuser α -纖維素。填充的水 6 由 30 份完全去除鹽分的新鮮水 15 及 70 份擠出水組成。

在劇烈攪拌的情況下，添加相對於各個例子的纖維素含量 1:140 比例之工業純度甲酸 50 及 1:200 比例之液態酵素調製劑 51。然後進行酵素預處理達 35 分鐘的時段直到獲得均勻的纖維素懸浮液。纖維素酵素複合物，例如來自 Biopract GmbH 的 Cellupract® AL 70 或來自 Novo Nordisk 的 Cellusoft 都可當作酵素調製劑 52。

接著，藉著添加相對於搗漿器 5 中的纖維素懸浮液之纖維素含量 1:500 比例之氫氧化鈉溶液(苛性鈉) 52 而中斷加工步驟 B 當中的預處理。

接著令該纖維素懸浮液在加工步驟 C 中在當作擠出裝置 9 的真空帶過濾器接著 Pannevis 公司的擠出系統而脫水到約 50%，使得擠過的纖維素顯示出約 50% 的乾燥含量。然後經由輸送管 8 傳送擠過的纖維素以供製造含 NMMNO、水及纖維素的纖維素溶液。為求清晰這些步驟在第 2 圖中並未顯示。

將擠出水收集於擠出裝置 9 中並且經由輸送管 11 流掉(對照第 1 圖)。將近 75% 的擠出水會被回饋到搗漿器 5 而且約 25% 的擠出水會經由輸送管 16 被導到廢水純化器。

該纖維素的聚合度總是要經選擇使得紡絲溶液中得到約 450 至約 550 的 DP (聚合度)。將紡絲溶液中的纖維素濃度設定於約 12%。

如以上說明的，再令留在系統 1 當中的擠出水於加工步驟 D 中的混合裝置 14 (對照第 1 圖) 中與完全去除鹽分的水混合。

實驗性實施例 2

在另一個實驗中，重複進行實驗性實施例 1 的步驟，但是在加工步驟 A 當中，添加的酵素調製劑的量減成相對於纖維素懸浮液的纖維素含量 1:125。

實驗性實施例 3

在另一個實驗中，重複進行實驗性實施例 1 及 2 的步驟，但是在加工步驟 A 中不添加任何酵素調製劑。

實驗性實施例 1 至 3 的結果

要檢查根據本發明的方法之效率，分析榨出階段收集到的擠出水之銅及鐵離子含量並且附帶地測定化學需氧量。

關於本實驗的結果，可總歸如下，在第一漿料循環中，由於一部分的擠出水之循環而造成成分的測量值提高。然而，因為有一部分擠出水始終都會與溶於其中的成分一起轉移，所以將穩態定為成分或內容物的量，特別是金屬離子，保持固定的時間之後。

擠出水回饋總共回收到由纖維素 3, 4 導入之約 10% 的鐵離子以及由該纖維素導入之約 40% 的銅離子。在有擠出水回填的連續工廠操作中，由系統 1 抽取的鐵之百分比可對照由該纖維素導入的鐵量介於 22% 與 35% 之間。

第 3 圖提供鐵離子抽取的概略時間軌跡。

如實驗性實施例 1 至 3 所示，達到系統 1 的安定最終狀態而與為了達到纖維素預處理而導入的酵素量無關。

這亦可由化學需氧量(COD)的時間變化得到確認，如第 4 圖舉例說明的。化學需氧量係根據 DIN 38409 以擠出水測定並且隨著擠出水回饋的時段增加到固定值而逼近。

再者，聚合度與 DP 降低及紡絲溶液的起始溫度係根據實驗性實施例 1 至 3 獲得的纖維素溶液中的安定性指示器而測定。實驗性實施例的結果示於表 1。

表 1

實驗性實施例	dp 降低 [%]	T _{onset} °C
1	27.5	165
2	27	165
3	9	160

如表 1 所示，經由擠出水回饋得到的纖維素溶液安定並且顯示出至少 160°C 的起始溫度。根據本發明之有擠出水回填的方法在表 1 所示的起始溫度同樣也高於由 WO 95/08010 的方法得到的起始溫度，並且實際上為約 150°C。

根據這些研究，可見到儘管有擠出水回饋，但是纖維素的乾式加工之起始溫度仍然在起始溫度以上並且可藉由纖維素的酵素預處理而提高。這表示該擠出水回饋適用於工業的用途。

在另一系列的實驗中研究擠出水中所含的物質對纖維素的安定性之影響。為達此目的，將比例 1:270 之 5 公升擠出水濃縮液加到實驗性實施例 1 及 3 各自的纖維素溶液中並且省略擠出水的回饋。

在二例中，一旦根據實驗性實施例 1 的方法沒有酵素預處理而且一旦根據實驗性實施例 3 的方法有酵素預處理，各例中都將由於擠出水濃縮液而發生起始溫度降到約 141°C 的現象。因此，證實擠出水基本上會降低纖維素溶液的安定性。

然而此纖維素溶液的去安定化可藉由含去安定化的金

屬離子之處理媒介之向外轉移而防止。回填的處理媒介之比例視所用的纖維素類型而定，如下表所示。

由表 2 可見到，鐵與銅含量及纖維素的金屬離子含量全都會隨著不同種類的纖維素而顯著地改變。不同種類的纖維素之金屬含量係根據 DIN EN ISO 11885 (E22) 並且利用 AAS 火焰藉著在鉑坩堝中焚燒而測定。

表 2

所用的纖維素								
纖維素中所含的物質	纖維素 1 毫克/ 公斤	纖維素 2 毫克/ 公斤	纖維素 3 毫克/ 公斤	纖維素 4 毫克/ 公斤	纖維素 5 毫克/ 公斤	纖維素 6 毫克/ 公斤	纖維素 7 毫克/ 公斤	纖維素 8 毫克/ 公斤
Fe	1.3	2.0	1.6	5.8	2.2	2.6	14	13
Mn	< 0.3	< 0.1	0.2	0.33	未測定	< 0.3	0.4	< 0.3
Mg	2	2	226	32	138	2	21	7.8
Co	0.3	< 0.3	< 0.3	< 0.3	< 0.3	< 0.3	< 0.3	< 0.3
Ca	54	4	37	64	30	6	130	27
Cr	< 0.3	< 0.3	1.4	< 0.3	< 0.3	0.4	< 0.3	< 0.3
Mo	< 0.3	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.3	< 0.3	< 0.3	< 0.3
Ni	< 0.3	< 0.3	< 0.3	< 0.3	< 0.3	< 0.3	< 0.3	< 0.3
Cu	0.3	< 0.2	0.2	< 0.3	< 0.3	< 0.3	0.3	0.3
Na	396	48	93	92	263	176	335	8.2

在最後系列的實驗中使用第 5 圖的概略實驗性組合。在第 5 圖中使用第 1 及 2 圖的參考符號供相似或相同功能的構件之用。

利用第 5 圖當中的組合將回填到搗漿器 5 的擠出水量

調整成榨過的纖維素之鐵及銅含量。

利用第 5 圖的配置，以感應器 23, 23' (對照第 1 圖) 測到的金屬離子含量當作鐵離子及銅離子含量的代表數值。

由於填到搗漿器 5 的水 6 當中之擠出水的比例之控制，使鐵濃度盡可能地維持在 10 毫克/公斤 (絕對乾燥) 以下而且銅濃度剛好在 0.5 毫克/公斤 (絕對乾燥) 以下。這些數值使得輸送管 8 中的纖維素溶液可以有適當安定性，同時系統 1 內的擠出水有最大的滯留時間，因此使系統 1 的擠出水 16 向外轉移的量最少。

金屬離子含量的控制以這兩個限度其中有一個超過的方式進行的話，由系統 1 向外轉移並且流通以進行廢水純化之擠出水的量就會隨著閥門 58 打開而增加。同時，關閉閥門 59 會降低預處理階段中擠出水回饋的比例。

若在胺氧化物中進行纖維素 3, 4 的直接搗漿，那麼也可經由自紡絲浴 28 回收三級胺氧化物而達到根據本發明的金屬含量調節。關於此可依照感應器 23 及 23' 測到的金屬離子含量以及依照預先由纖維素中測到的金屬離子含量而設定金屬離子過濾器 37 的純化程度及/或新加到經再生的三級胺氧化物 34 之三級胺氧化物 36 的比例。

在第 1 圖中說明的方法之修飾例當中，在回收裝置 30 中可以來自紡絲浴 28 的回收水代替或併同擠出水回填到搗漿器 5。

金屬離子過濾器 37，若用於來自紡絲浴 28 之三級胺氧化物的回收的話，當然也可用於回填的擠出水之純化。

實驗性實施例 4

在此實驗性實施例中，根據實驗性實施例 1 進行該方法並且在酵素處理、纖維素懸浮液及纖維素溶液各個不同點測量測量纖維素的 DP 值。表 3 顯示所獲得的圖式。由此表可見到直到無端模塑體之押出聚合度由原先纖維素 3, 4 的 628 變成 504，降低 20%。除了提供與聚合崩解密切相關的時段之優點以外，酵素預處理還提供聚合度降低的實質比例。若設定酵素預處理的時段使得舉例來說在酵素處理終了時存在至少 590 DP 至 600 DP 之聚合度的話，就可以簡單的方式防止聚合度的降低。再者，可加速纖維素懸浮液及/或纖維素溶液的運輸使得在纖維素溶液押出之前可獲得至少 550 DP 的聚合度。

表 3

	DP 值	整體降低
纖維素	628	0%
酵素處理 30 分鐘	603	4.14%
酵素處理 45 分鐘	592	5.73%
酵素處理 60 分鐘	582	7.32%
纖維素懸浮液	582	7.32%
纖維素溶液	538	14.33%
無端模塑體	504	19.75%

實驗性實施例 5

在本實驗中以類似實驗性實施例 4 的方式實施本方

法，但是只觀察活化步驟而且不測量纖維素懸浮液、紡絲溶液及無端模塑體中的 DP 值。

選擇具有 DP 為 780 的起始纖維素並且酵素濃度增加了係數 0.5。再者，在活化階段期間也記錄攪拌機的能量消耗量並且配合容器容量及固體濃度而調整。表 4 顯示進行此方法時測到的圖式。

表 4

本方法的步驟	處理時間[秒]	能量消耗量 [輸入液體的 kW/m ³]	纖維素 含量 [%]	轉移的能量[千 瓦/公斤纖維素]	纖維 素的 DP
輸入液體	300	0.4	0		-
纖維素填料 1	360	0.49	1.0%	0.0049	780
纖維素填料 2	420	0.52	2.0%	0.0104	780
纖維素填料 3	480	0.8	3.0%	0.0240	780
纖維素填料 4	540	1.81	4.0%	0.0724	780
纖維素填料 5	600	2.55	5.0%	0.1275	780
均勻化	660	2.53	5.0%	0.1265	780
均勻化	720	2.4	5.0%	0.1200	780
均勻化	780	2.5	5.0%	0.1250	780
酵素添加	780	2.51	5.0%	0.1255	780
均勻化	840	2.53	5.0%	0.1265	780
均勻化	900	2.5	5.0%	0.1250	773
均勻化	960	2.41	5.0%	0.1205	765
均勻化	1020	2.3	5.0%	0.1150	751
均勻化	1080	2.17	5.0%	0.1085	747
均勻化	1380	1.88	5.0%	0.0940	701
均勻化	1680	1.65	5.0%	0.0825	657
均勻化	1980	1.52	5.0%	0.0760	613
均勻化	2280	1.5	5.0%	0.0750	569
均勻化	2580	1.45	5.0%	0.0725	522

第 6 圖舉例說明由攪拌機施加之單位為每公斤纖維素千瓦的能量隨著攪拌機中的纖維素懸浮液之處理時間而變化的軌跡。第 7 圖顯示攪拌機當中的聚合度變化。

如表 4 及第 6 與 7 圖可見到的，聚合度隨著纖維素懸浮液的處理時間而降低。

由攪拌機施加之顯著降低的能量可見到聚合度之降低。隨著降低的聚合度，施加於攪拌機的能量也會降低。

因此，在纖維素懸浮液製造的期間，特別是在酵素預處理的期間，在攪拌機中該攪拌機的能量可當作在聚合度控制過程中的聚合度之代表量。監視聚合度的相同方法也可利用以下的攪拌機。舉例來說，若攪拌機的能量掉到特定預定值，例如由實驗測到的限值，以下的話，這就是聚合度掉落或已經掉到此加工階段指明的圖形以下的徵兆。結果，縮短了該纖維素懸浮液及/或纖維素溶液在加工步驟中剩下的滯留時間。

圖式簡單說明

各圖式顯示如下：

第 1 圖為供纖維素溶液製造用之根據本發明的裝置之具體例的概略圖式，藉以可實施根據本發明的方式；

第 2 圖為供纖維素懸浮液製造用之方法的步驟之概略圖式；

第 3 圖為鐵離子隨時間遠離的品質變化之概略圖式；

第 4 圖為擠出水隨時間的化學需氧量的概略圖式；

第 5 圖為第一個供金屬離子含量控制之方法的概略圖式；

第 6 圖為用於纖維素懸浮液之攪拌機的能量轉移隨滯留時間變化的概略圖式；

第 7 圖為纖維素懸浮液的聚合度隨滯留時間降低的概略圖式。

主要元件之符號說明

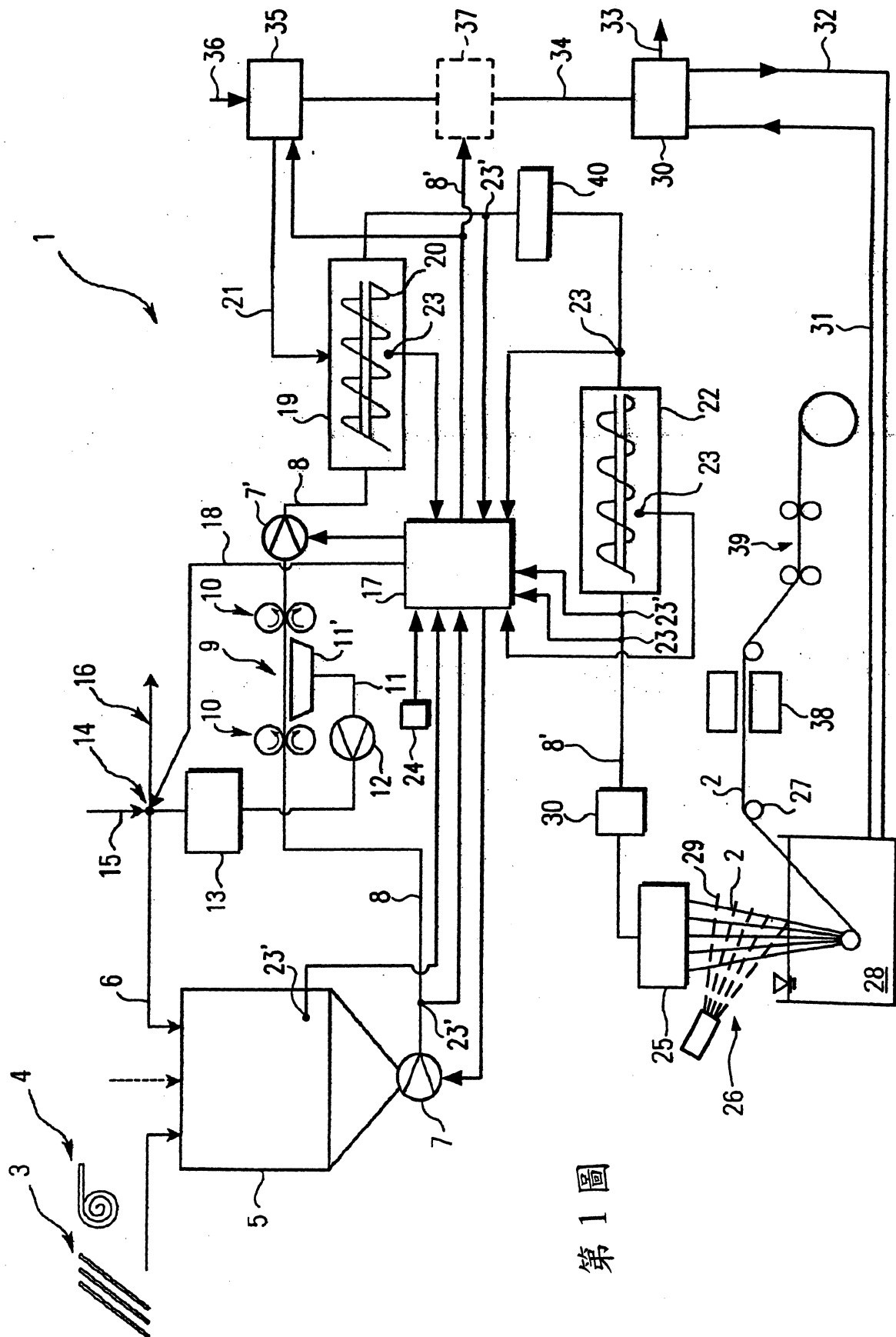
1..工廠；2..無端模塑體；3..葉片或板子；4..捲物；
5..搗漿器；6..添加的水；7..黏稠物質幫浦；7'..幫浦；
8、8'、21、31-34、36..輸送管；9..擠出裝置；10..旋轉輥；
11..擠出水；11'..收集裝置；12..運送裝置；13..過濾器裝置；
14、35..混合裝置；15..新鮮的處理媒介；16..廢水輸送管；
17..控制裝置；18..控制管線；19、22..攪拌及運送裝置；
20..攪拌或運送機具；23..感應器；23'..管線內感應器；
24..輸入裝置；25..押出頭；26..氣隙；27..捲取機構；
28..紡絲浴；29..冷卻氣流；30..回收裝置；37..金屬離子過濾器；
38、39..裝置；40..緩衝容器；50..甲酸；51..液態酵素調製劑；
52..氫氧化鈉溶液；58、59..閥門

五、中文發明摘要：

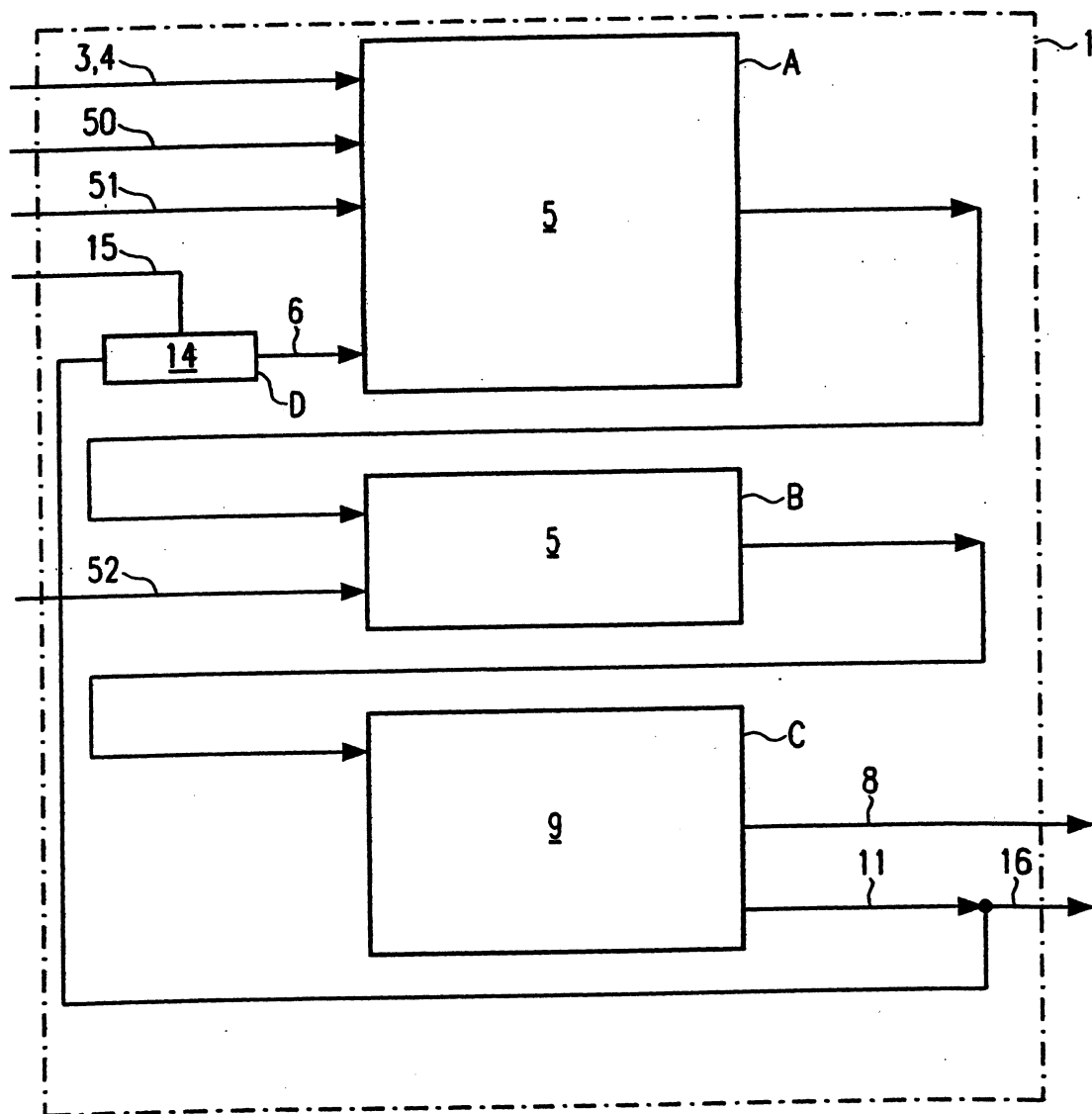
本發明係關於供製造萊纖(Lyocell)纖維的方法與裝置，該萊纖纖維係由紡絲頭(25)中之水、纖維素及三級胺氧化物的纖維素溶液押出。該纖維素溶液以數個操作步驟直接地由纖維素(3, 4)或配合纖維素懸浮液之形成而製得。因為在加工該纖維素到其於纖維素溶液中押出的期間聚合度將會降低，所以加工具低聚合度的纖維素會有紡絲頭(25)中押出的無端模塑體(2)顯現缺陷品質的風險。為了同樣能加工具低聚合度的纖維素(3, 4)而不需接受降低的品質，根據本發明，按照該纖維素、該纖維素懸浮液及/或該纖維素溶液的聚合度設定從該纖維素導入裝置(1)到該纖維素(3, 4)於纖維素溶液中押出之滯留時間。

六、英文發明摘要：

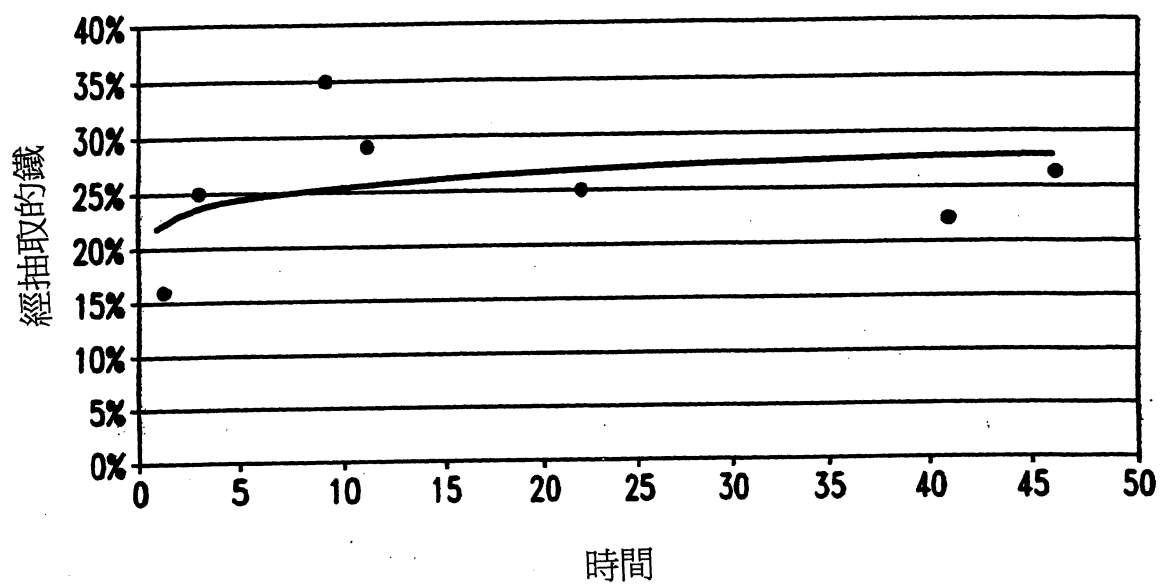
The invention relates to a method and a device for producing Lyocell fibres which are extruded from a cellulose solution of water, cellulose and tertiary amine oxide in a spinning head (25). The cellulose solution is obtained in a number of process steps directly from the cellulose (3, 4) or with the formation of a cellulose suspension. Since the degree of polymerisation decreases in the course of processing the cellulose through to its extrusion in the cellulose solution, with the processing of celluloses with a low degree of polymerisation there is the risk that the endless moulded bodies (2) extruded in the spinning head (25) exhibit defective quality. In order to also be able to process celluloses (3, 4) with a low degree of polymerisation without having to accept reduced quality, according to the invention, the residence time of the cellulose from its introduction into the device (1) through to the extrusion of the cellulose (3, 4) in the cellulose solution is set in dependence of the degree of polymerisation of the cellulose, of the cellulose suspension and / or of the cellulose solution.



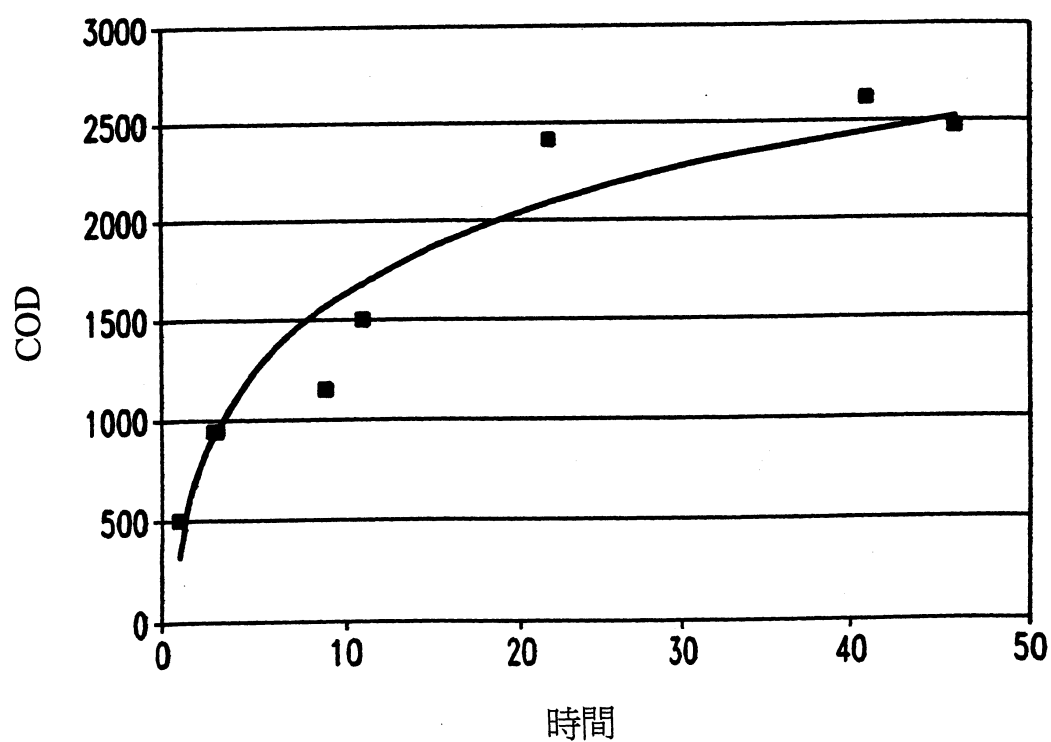
第 1 圖



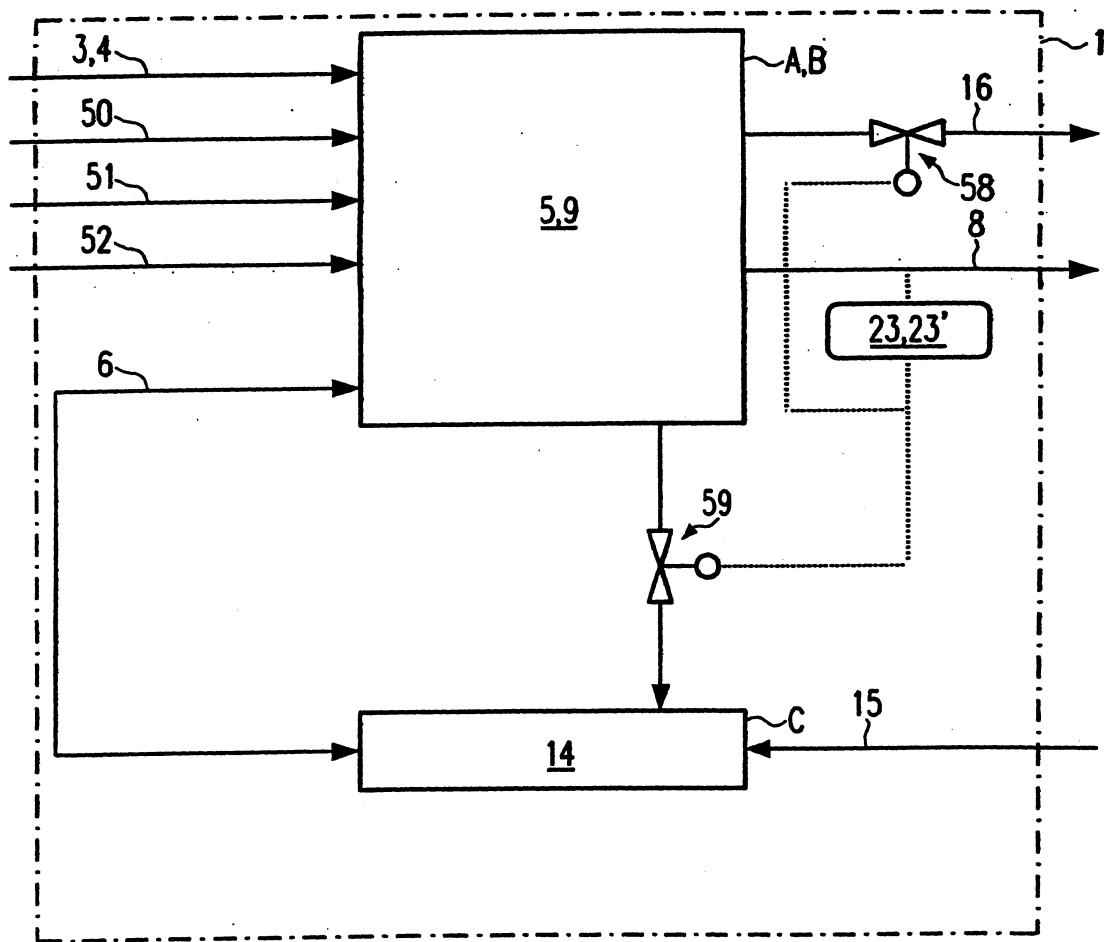
第 2 圖



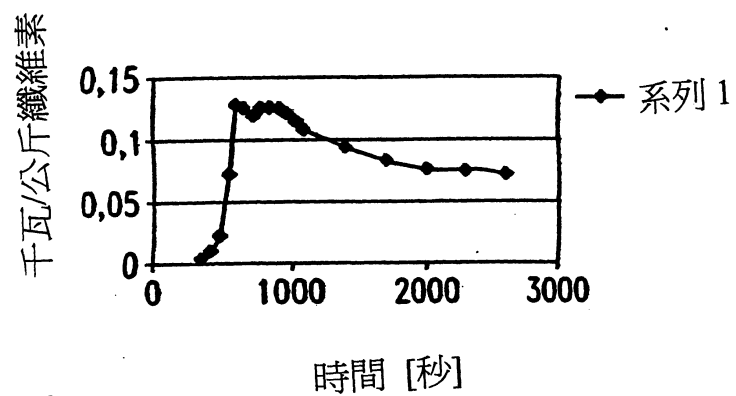
第 3 圖



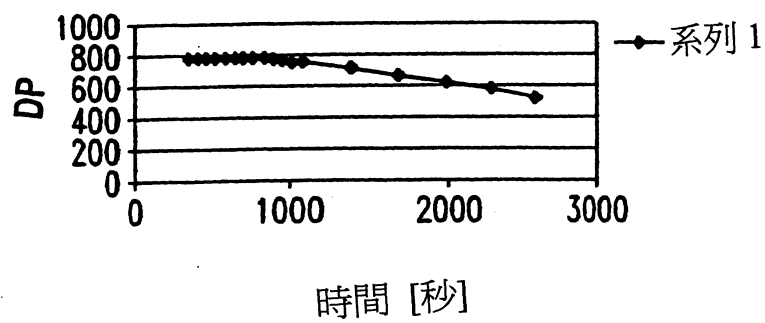
第 4 圖



第 5 圖



第 6 圖



第 7 圖

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第 (1) 圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

1..工廠；2..無端模塑體；3..葉片或板子；4..捲物；
5..搗漿器；6..添加的水；7..黏稠物質幫浦；7'..幫浦；
8、8'、21、31-34、36..輸送管；9..擠出裝置；10..旋轉輥；11..擠出水；11'..收集裝置；12..運送裝置；13..過濾器裝置；14、35..混合裝置；15..新鮮的處理媒介；
16..廢水輸送管；17..控制裝置；18..控制管線；19、
22..攪拌及運送裝置；20..攪拌或運送機具；23..感應器；23'..管線內感應器；24..輸入裝置；25..押出頭；
26..氣隙；27..捲取機構；28..紡絲浴；29..冷卻氣流；
30..回收裝置；37..金屬離子過濾器；38、39..裝置；
40..緩衝容器

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：94114284

※申請日期：94.5.3

※IPC 分類：D01F 2/00, D01D 1/02, 5/06
C08B 1/00

一、發明名稱：(中文/英文)

製造萊纖纖維的方法及裝置

METHOD AND DEVICE FOR PRODUCING LYOCELL FIBRES

二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

濟馬股份公司 / Zimmer AG

代表人：(中文/英文)

1. M·G·摩托 / M. G. Martl、2. U·伯格 / U. Berger

住居所或營業所地址：(中文/英文)

德國梅茵河畔法蘭克福市伯希蓋 1 號

Borsigallee 1, 60388 Frankfurt am Main, Germany

國籍：(中文/英文) 德國 / Germany

三、發明人：(共 2 人)

姓名：(中文/英文)

1. 史帝芬·希凱利 / ZIKELI, STEFAN

2. 麥克·朗吉 / LONGIN, MICHAEL

國籍：(中文/英文) 1.-2.奧地利 / Austria

十、申請專利範圍：

1. 一種製造萊纖纖維的方法，其中將具有預定聚合度的纖維素(3, 4)導入，並且利用處理媒介(6, 21)之添加由該纖維素(3, 4)製造纖維素溶液，或最初為纖維素懸浮液再由此製造該纖維素溶液，而且其中押出該纖維素溶液而形成無端模塑體(2)，其特徵為監視該纖維素(3, 4)、該纖維素懸浮液及/或該纖維素溶液的聚合度並且，依照測到的聚合度設定由該纖維素導入到通到其押出的滯留時間。
2. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中令該纖維素懸浮液進行酵素預處理。
3. 如申請專利範圍第 2 項之方法，其中依照所導入的纖維素之聚合度而調整該酵素預處理的時段。
4. 如申請專利範圍第 3 項之方法，其中以比具有較高聚合度的纖維素(3, 4)更短的時間進行具有低聚合度的纖維素(3, 4)之酵素預處理。
5. 如申請專利範圍第 2 至 4 項中任一項之方法，其中該酵素預處理係設定於 20 分鐘與 80 分鐘之間。
6. 如申請專利範圍第 2 項之方法，其中以至少一纖維素酶酵素複合物加至該纖維素懸浮液供酵素預處理之用。
7. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中透過供押出用之受熱輸送管系統(8, 8')運送該纖維素溶液並且依照該聚合度設定該輸送管系統(8, 8')的纖維素溶液之輸送速度。
8. 如申請專利範圍第 7 項之方法，其中在加工該纖維素溶液中具有低聚合度之纖維素的期間將該纖維素溶液的運

送速度設定得比在加工該纖維素溶液中具有高聚合度之纖維素的期間之運送速度更高。

9. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中從該纖維素導入到其於纖維素溶液中押出的滯留時間為至多兩小時。

10. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中從該纖維素導入到其於纖維素溶液中押出的滯留時間為至少五分鐘。

11. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中運送該纖維素懸浮液及/或纖維素溶液的幫浦配置(7, 7')之運送速度依照該纖維素懸浮液及/或纖維素溶液中的纖維素(3, 4)之聚合度而設定。

12. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中在押出之前不久處的纖維素溶液之聚合度係設定於至少 450 DP 至 550 DP 的 DP 值。

13. 如申請專利範圍第 2 項之方法，其中設定該纖維素之酵素預處理時段使得緊接著該酵素預處理終了之後該纖維素的 DP 值為至少 500 DP。

14. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中將攪拌機的能量當作該纖維素懸浮液的聚合度之代表量加以監視。

15. 一種利用混合裝置(5, 19, 22)製造萊纖纖維的裝置(1)，纖維素(3, 4)可填入該混合裝置，而且在其中纖維素溶液可直接配合處理媒介(6, 21)之添加或配合纖維素懸浮液之形成而加工，該纖維素溶液可透過紡絲頭(25)押出而形成無端模塑體，並且該纖維素懸浮液及/或該纖維素溶液可透過運送裝置(7, 7')自該混合裝置(5, 19, 22)運送到

紡絲頭(25)，其特徵為監視裝置(23')，透過該監視裝置(23')可監視在該裝置(1)操作的期間該纖維素、纖維素懸浮液及/或纖維素溶液之聚合度，以及控制裝置(17)，透過該控制裝置(17)可依照測到的聚合度設定由該纖維素導入到其於紡絲頭(25)押出的操作時段。

16.如申請專利範圍第 15 項之裝置(1)，其中依照該聚合度設計以藉由控制單元(17)控制運送裝置(7, 7')的運送能量。

17.如申請專利範圍第 15 或 16 項之裝置(1)，其中裝設感應器，透過該感應器可監視攪拌機(5, 20, 22)的電力。