



(19) 中華民國智慧財產局

(12) 發明說明書公告本 (11) 證書號數：TW I707995 B

(45) 公告日：中華民國 109 (2020) 年 10 月 21 日

(21) 申請案號：105143408

(22) 申請日：中華民國 105 (2016) 年 12 月 27 日

(51) Int. Cl. : **D01D5/096 (2006.01)****D01D5/08 (2006.01)**

(30) 優先權：2015/12/28 日本

2015-256373

(71) 申請人：日商帝人製藥股份有限公司 (日本) TEIJIN PHARMA LIMITED (JP)

日本

(72) 發明人：矢倉靖重 YAGURA, YASUSHIGE (JP)；桑原裕之 KUWAHARA, HIROYUKI

(JP)；大森岳 OHMORI, GAKU (JP)

(74) 代理人：林志剛

(56) 參考文獻：

JP 2010-236133A

WO 2013/137379A1

審查人員：陳進來

申請專利範圍項數：4 項 圖式數：2 共 14 頁

(54) 名稱

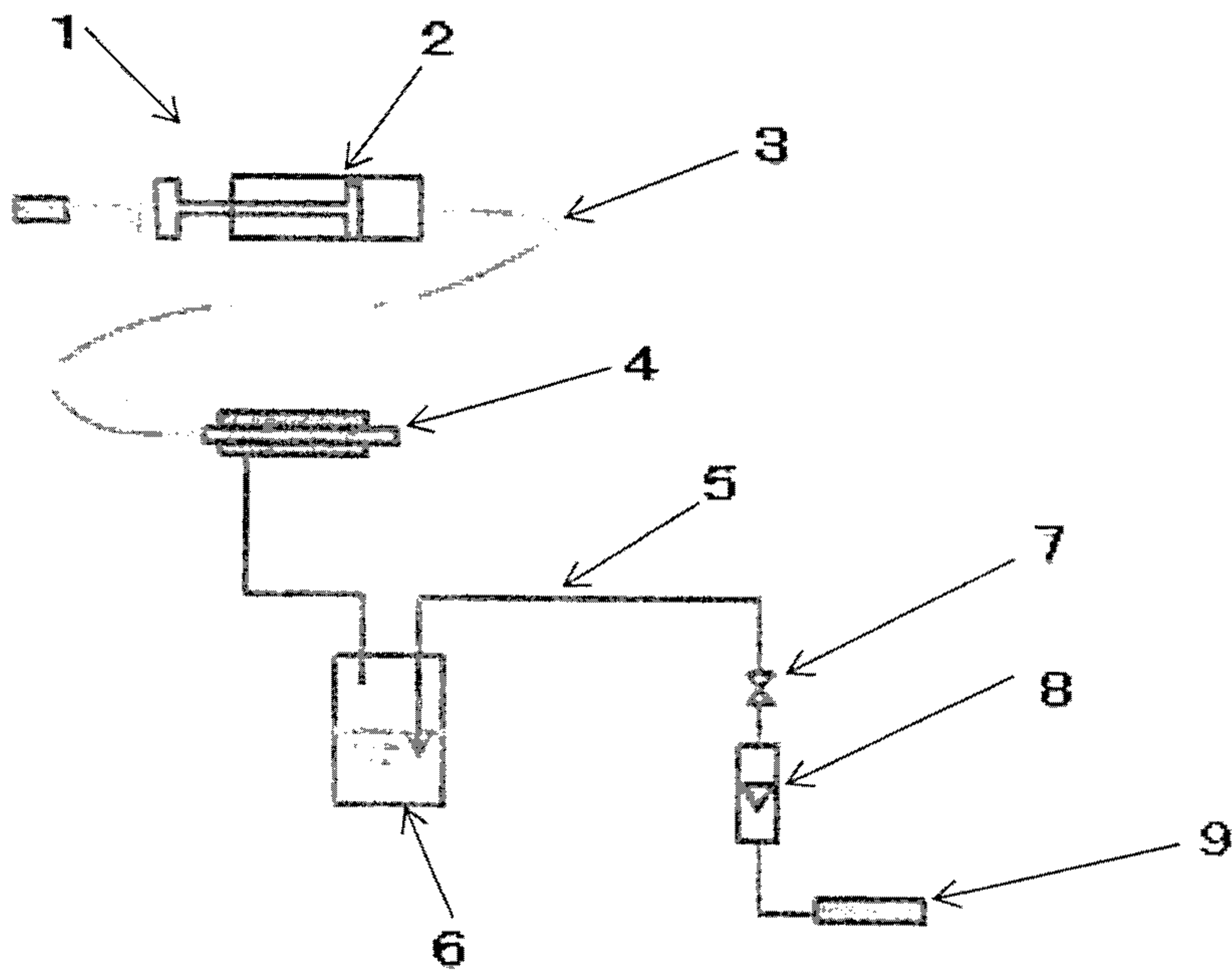
紡絲方法及裝置

(57) 摘要

紡絲用噴嘴裝置以及使用該紡絲用噴嘴裝置之紡絲方法，該紡絲用噴嘴裝置係具備噴嘴、高分子溶液供給手段以及溶媒蒸氣供給手段，該高分子溶液供給手段，是對噴嘴供給高分子溶液而從噴嘴前端讓高分子溶液噴出；該溶媒蒸氣供給手段，是至少在剛噴出後之高分子溶液的周圍供給氣體，該氣體含有與高分子溶液的溶媒為相同的溶媒之蒸氣。可將在用於吐出紡絲液之噴嘴前端之紡絲液的固化予以抑制。

指定代表圖：

圖 1



符號簡單說明：

1 . . . 定量供給器

2 . . . 注射器

3 . . . 連接軟管

4 . . . 雙重噴嘴

5 . . . 連接軟管

6 . . . 溶媒起泡瓶

7 . . . 控制用針閥

8 . . . 體積流量計

9 . . . 氣體供給部

I707995

發明摘要

※申請案號：105143408

※申請日：105年12月27日

※IPC分類： D01D 5/096 (2006.01)
D01D 5/08 (2006.01)

【發明名稱】(中文/英文)

紡絲方法及裝置

【中文】

紡絲用噴嘴裝置以及使用該紡絲用噴嘴裝置之紡絲方法，該紡絲用噴嘴裝置係具備噴嘴、高分子溶液供給手段以及溶媒蒸氣供給手段，該高分子溶液供給手段，是對噴嘴供給高分子溶液而從噴嘴前端讓高分子溶液噴出；該溶媒蒸氣供給手段，是至少在剛噴出後之高分子溶液的周圍供給氣體，該氣體含有與高分子溶液的溶媒為相同的溶媒之蒸氣。可將在用於吐出紡絲液之噴嘴前端之紡絲液的固化予以抑制。

【英文】

【代表圖】

【本案指定代表圖】：第(1)圖。

【本代表圖之符號簡單說明】：

- 1：定量供給器
- 2：注射器
- 3：連接軟管
- 4：雙重噴嘴
- 5：連接軟管
- 6：溶媒起泡瓶
- 7：控制用針閥
- 8：體積流量計
- 9：氣體供給部

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：無

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

紡絲方法及裝置

【技術領域】

本發明是關於一種含有高分子的纖維之紡絲方法，其包含從噴嘴前端讓高分子溶液噴出的步驟，是在剛噴出後之高分子溶液的周圍供給氣體並進行紡絲之紡絲方法，該氣體含有與高分子溶液的溶媒為相同的溶媒之蒸氣；並關於該紡絲方法所使用的裝置。

【先前技術】

近年來，奈米纖維所構成的薄片等的成形體，因為具有高的比表面積，作為具有習知纖維成形體所無法達成的特性之素材受到矚目。作為這種奈米纖維的製造方法(紡絲方法)，電紡法是眾所皆知的。

電紡法，是將讓聚合物溶解於溶媒而成的溶液(紡絲液)供應到紡絲液吐出噴嘴的前端，在噴嘴前端和電極(收集器)間施加高電壓，藉此在收集器上獲得纖維成形體的方法。該方法係包含：讓高分子溶解於溶媒而製造溶液(紡絲液)的步驟、將該紡絲液供應到噴嘴前端並施加高電壓的步驟、讓該紡絲液從噴嘴前端朝向電極(收集器)方向噴出的步驟、從噴出後的紡絲液讓溶媒蒸發而形成纖維成

形體的步驟、作為可任意實施的步驟之讓所形成的纖維成形體之電荷消失的步驟、以及藉由讓電荷消失而使纖維成形體在收集器上累積的步驟。

電紡法的課題在於，縱使是在紡絲液採用揮發性溶媒的情況仍能進行連續生產。關於這點，在專利文獻 1 揭示一種技術，是在習知技術的單管噴嘴附近，將正在生成的奈米纖維用溶媒包圍，利用溶媒流物理性地防止及/或洗淨所生成的奈米纖維往噴嘴之吸附，藉此可進行連續生產。

專利文獻 1:日本特開 2010-236133 號公報

【發明內容】

[發明所欲解決的問題]

本發明人等查明，在電紡法中，當紡絲液的溶媒是採用揮發性溶媒的情況，在讓紡絲液從噴嘴前端噴出的步驟中，在噴嘴前端所形成的泰勒錐(Taylor cone，在噴嘴前端於紡絲時產生者，藉由對供應到噴嘴前端的液滴施加超過其表面張力的電壓，使該液滴被朝電壓方向拉伸而產生之通常呈錐狀者)產生固化，其固形物隨著時間經過而成長，此乃造成紡絲安定性的惡化、紡絲產率的降低、甚至變得無法連續生產的問題之原因。而且已知，此問題並不限定於電紡法，這是在氣體中讓高分子溶液進行紡絲之紡絲法共同的問題。

本發明的目的，是為了解決這種問題而提供一種方法

及裝置，例如將電紡中之泰勒錐的固化、成長予以抑制等，將在氣體中讓高分子溶液進行紡絲之紡絲法中在噴嘴前端之紡絲液的固化予以抑制。

[解決問題之技術手段]

有鑑於上述問題，本發明人等深入研究的結果發現，作為紡絲機器之噴嘴裝置，係具備：對噴嘴供給作為纖維的原料之高分子溶液的手段、以及對該噴嘴的前端供給該高分子溶液之溶媒蒸氣的手段，一邊在該噴嘴的前端附近供給該高分子溶液之溶媒蒸氣，一邊對該噴嘴供給作為纖維的原料之高分子溶液而製造纖維，藉此將在氣體中吐出紡絲液的紡絲方法中在噴嘴前端之紡絲液的固化予以抑制，而到達本發明的完成。

亦即，本發明為以下所說明者。

[1]一種紡絲用噴嘴裝置，係具備噴嘴、高分子溶液供給手段以及溶媒蒸氣供給手段，高分子溶液供給手段，是對噴嘴供給高分子溶液而從噴嘴前端讓高分子溶液噴出；溶媒蒸氣供給手段，是至少在剛噴出後之高分子溶液的周圍供給氣體，該氣體含有與高分子溶液的溶媒為相同的溶媒之蒸氣。

[2]在[1]所記載的紡絲用噴嘴裝置，其構成為，係具有：由噴嘴、即內管及包圍內管的外管所組成之雙重管構造部分，含有與高分子溶液的溶媒為相同的溶媒之蒸氣的氣體是從內管和外管之間的空間供給。

[3]一種紡絲方法，是含有高分子的纖維之紡絲方法，其包含從噴嘴前端讓高分子溶液噴出的步驟，至少在剛噴出後之高分子溶液的周圍供給氣體並進行紡絲，該氣體含有與高分子溶液的溶媒為相同的溶媒之蒸氣。

[4]在[3]所記載的紡絲方法，其中，所供給的氣體含有在紡絲時的條件下為氣相的物質，所供給的氣體中，與高分子溶液的溶媒為相同的溶媒之蒸氣是飽和蒸氣。

[發明效果]

本發明的效果，是在氣體中讓高分子溶液進行紡絲之紡絲法中，將在用於吐出紡絲液之噴嘴前端的紡絲液之固化予以抑制。藉此，可減少纖維成分在噴嘴前端之堵塞及噴出不良，進而使紡絲安定性及紡絲產率提高，又能進行連續生產。

【圖式簡單說明】

圖 1 係利用電紡法之纖維製造機器的整體圖，其採用作為本發明的噴嘴裝置的一例之雙重管噴嘴。

圖 2 係作為本發明的噴嘴裝置的一例之具有雙重管構造的噴嘴裝置。

【實施方式】

在本發明的噴嘴裝置中，作為對噴嘴供給作為纖維的原料之高分子溶液(紡絲液)的手段可採用，作為在氣體中

讓高分子溶液進行紡絲之紡絲裝置的噴嘴裝置通常使用者。此外，作為對該噴嘴的前端供給紡絲液的溶媒蒸氣之手段，雖沒有特別的限制，但較佳為在電紡法中不妨礙朝向紡絲時的紡絲方向之泰勒錐形成者，例如可採用，構成為具有作為噴嘴而被供給紡絲液的內管、及包圍內管的外管，含有紡絲液溶媒的蒸氣之氣體是從內管和外管之間的空間，朝向與從噴嘴噴出紡絲液的方向大致相同的方向供給。藉此，至少剛噴出後的高分子溶液是處於該溶媒蒸氣的氛圍下。

在本發明的製造方法，作為從噴嘴前端讓高分子溶液噴出的步驟，可採用在氣體中讓高分子溶液進行紡絲之紡絲方法中的通常方法。此外，作為在至少剛噴出後之高分子溶液的周圍(附近)供給含有與高分子溶液的溶媒為相同的溶媒之蒸氣的氣體之步驟，較佳為在電紡法中不致妨礙朝向紡絲時的紡絲方向之泰勒錐形成的方法，例如可採用，朝向與從噴嘴噴出紡絲液的方向大致相同的方向，在被噴出之紡絲液的周圍噴吹含有紡絲液的溶媒之氣體的方法。

本發明，只要是屬於從紡絲液讓其溶媒氣化而生成纖維之紡絲技術，不管是哪個都能適用，例如適用於電紡法、濕式(solution)紡絲法、或是乾式(force)紡絲法，其中最適用於電紡法。

作為在本發明可使用的聚合物的種類可列舉：聚偏二氟乙烯、聚偏二氟乙烯-六氟丙烯共聚物、聚丙烯腈、聚

丙烯腈-甲基丙烯酸酯共聚物、聚甲基丙烯酸甲酯、聚氯乙烯、聚偏二氯乙烯-丙烯酸酯共聚物、聚乙烯、聚丙烯、尼龍 12、尼龍-4,6 等的尼龍系、聚芳醯胺、聚苯并咪唑、聚乙烯醇、纖維素、醋酸纖維素、醋酸纖維素丁酸酯、聚乙烯吡咯啉酮-醋酸乙烯、聚(雙-(2-(2-甲氧基-乙氧基乙氧基))膦氮烯)、聚環氧丙烷、聚乙烯亞胺、聚丁二酸乙烯、聚苯胺、聚亞乙基硫醚、聚甲醛-低聚氧乙烯、SBS 共聚物、聚羥基丁酸酯、聚醋酸乙烯、聚對苯二甲酸乙二酯、聚氧化乙烯、膠原、聚乳酸、聚乙醇酸、聚 D,L-乳酸-乙醇酸共聚物、聚芳酯、聚富馬酸丙二醇酯、聚己內酯等的生物分解性高分子、多肽、蛋白質等的生物聚合物、煤焦瀝青、石油瀝青等的瀝青系等之可溶解於某些溶媒的各種高分子。

高分子溶液的溶媒和作為溶媒蒸氣所使用的溶媒是相同的，作為可使用的溶媒種類，例如可列舉：丙酮、氯仿、乙醇、2-丙醇、甲醇、甲苯、四氫呋喃、水、苯、苯甲醇、1,4-二噁烷、1-丙醇、四氯化碳、環己烷、環己酮、二氯甲烷、酚、吡啶、三氯乙烷、醋酸、N,N-二甲基甲醯胺、二甲亞砷、N,N-二甲基乙醯胺、1-甲基-2-吡咯啉酮、碳酸仲乙酯、碳酸丙烯酯、碳酸二甲酯、乙腈、N-甲基嗎啉-N-氧化物、碳酸丁烯酯、1,4-丁內酯、碳酸二乙酯、乙醚、1,2-二甲氧乙烷、1,3-二甲基-2-咪唑啉酮、1,3-二草酸酯、碳酸甲乙酯、甲酸甲酯、3-甲基噁唑啉-2-酮、丙酸甲酯、2-甲基四氫呋喃、環丁砷、以及選自這些

溶媒群之 2 種以上的混合溶媒。

作為本發明之具有雙重管構造的噴嘴構造，噴嘴內徑較佳為 0.15~1.07mm，更佳為 0.34~0.84mm。成為溶媒蒸氣被噴出的部分之雙重管噴嘴的外環的內徑較佳為 1.00~2.00mm，更佳為 1.30~1.70mm。若噴嘴的內徑及外環的內徑在該範圍之外，在噴嘴前端容易產生固化物。

作為高分子溶液的流量範圍，只要是可紡絲的範圍之流量即可，沒有特別的限定，較佳為設定在 20ml/h 以下的範圍。

關於所使用的溶媒蒸氣分壓，例如可採用溶媒的飽和蒸氣壓之 1/2 以上的範圍，較佳為溶媒蒸氣是飽和蒸氣。若溶媒飽和蒸氣在該範圍之外，在噴嘴前端容易產生固化物。

作為溶媒蒸氣的氣體流量，較佳為 100~1000ml/min，更佳為 200~800ml/min。若氣體流量在該範圍之外，在噴嘴前端容易產生固化物。

實施例

[製造裝置]

圖 1 係採用本發明的噴嘴裝置之利用電紡法的纖維製造機器的整體構造圖之一例。圖 2 係本發明的噴嘴裝置的一例之剖面概念圖。在這些圖中，噴嘴裝置是由噴嘴及其外管所構成，噴嘴是與纖維之原料溶液供給裝置相連，外管是與該原料溶液的溶媒蒸氣之供給裝置相連，從噴嘴吐

出纖維的原料溶液，從噴嘴和外管之間的空間以包圍該吐出溶液的方式噴出該原料溶液的溶媒之蒸氣。

[紡絲用高分子溶液的調製]

將聚乳酸乙醇酸共聚物(普拉克(Purac)公司製 PURASORB PDLG5010)1 重量部、乙醇(和光純藥 試藥特級)1 重量份、及色素 D&C Violet NO.2(斯百全化學公司(Spectrum Chem.MFG.Corp))0.0042 重量份予以秤重並投入試藥瓶後，使用漩渦混合器(Vortex mixer)SI0286 以刻度 10 攪拌 5 分鐘。然後，添加二氯甲烷 8 重量份，使用漩渦混合器 SI0286 以刻度 10 攪拌 1 分鐘，用高黏度攪拌器 SNF-01 以 1000rpm 攪拌 10 分鐘，獲得均一的紡絲用高分子溶液。

[使用紡絲用高分子溶液進行紡絲]

使用上述獲得的紡絲溶液進行電紡。使用噴嘴內徑 0.47mm、外環內徑 1.45mm 之雙重管噴嘴，噴嘴數為 12 個，各噴嘴間的節距間隔為 70mm，紡絲間距離 400mm，紡絲液流量 4ml/h，紡絲施加電壓 35kV，在此條件下進行紡絲。纖維捕集側是使用 SUS304 製的捕集板 330mm×440mm，在捕集板施加 -5kV 的電壓。在紡絲時，透過封入有 500ml 二氯甲烷之 3L 玻璃製密閉容器來供給 300ml/h 的壓縮空氣 (0.3MPa)，藉此對各噴嘴和外管間的空間供給 300ml/h 的飽和二氯甲烷蒸氣。在此條件下，縱

使持續進行 25 分鐘的紡絲，在噴嘴前端也沒有產生固形物。

[比較例]

除了紡絲時在噴嘴和外管間的空間不供給飽和二氯甲烷蒸氣以外，是以與上述實施例相同的條件進行紡絲。在此條件下，從紡絲剛開始後，在噴嘴前端就產生固形分，在開始紡絲起算 40 秒後，因噴嘴前端之固形分的成長而導致紡絲無法繼續進行。

[產業利用性]

本發明適用於作為紡絲安定性及紡絲產率優異且可連續生產之紡絲方法及裝置，例如可利用於不織布的製造業。

【符號說明】

- 1：定量供給器
- 2：注射器
- 3：連接軟管
- 4：雙重噴嘴
- 5：連接軟管
- 6：溶媒起泡瓶
- 7：控制用針閥
- 8：體積流量計

9：氣體供給部

10：原料溶液(紡絲液)之供給口

11：含有溶媒蒸氣的氣體之供給口

申請專利範圍

1.一種紡絲用噴嘴裝置，係具備噴嘴、高分子溶液供給手段以及溶媒蒸氣供給手段，

該高分子溶液供給手段，是對噴嘴供給高分子溶液而從噴嘴前端讓高分子溶液噴出；

該溶媒蒸氣供給手段，是至少在剛噴出後之高分子溶液的周圍供給氣體，該氣體是含有與高分子溶液的溶媒為相同的溶媒之蒸氣且用於抑制在噴嘴前端之高分子溶液的固化。

2.如請求項 1 所述之紡絲用噴嘴裝置，其構成為，係具有：由噴嘴、即內管及包圍內管的外管所組成之雙重管構造部分，含有與高分子溶液的溶媒為相同的溶媒之蒸氣的氣體是從內管和外管之間的空間供給。

3.一種紡絲方法，是含有高分子的纖維之紡絲方法，其包含從噴嘴前端讓高分子溶液噴出的步驟，

至少在剛噴出後之高分子溶液的周圍供給氣體並進行紡絲，該氣體是含有與高分子溶液的溶媒為相同的溶媒之蒸氣且用於抑制在噴嘴前端之高分子溶液的固化。

4.如請求項 3 所述之紡絲方法，其中，

所供給的氣體含有在紡絲時的條件下為氣相的物質，所供給的氣體中，與高分子溶液的溶媒為相同的溶媒之蒸氣是飽和蒸氣。

圖式

圖 1

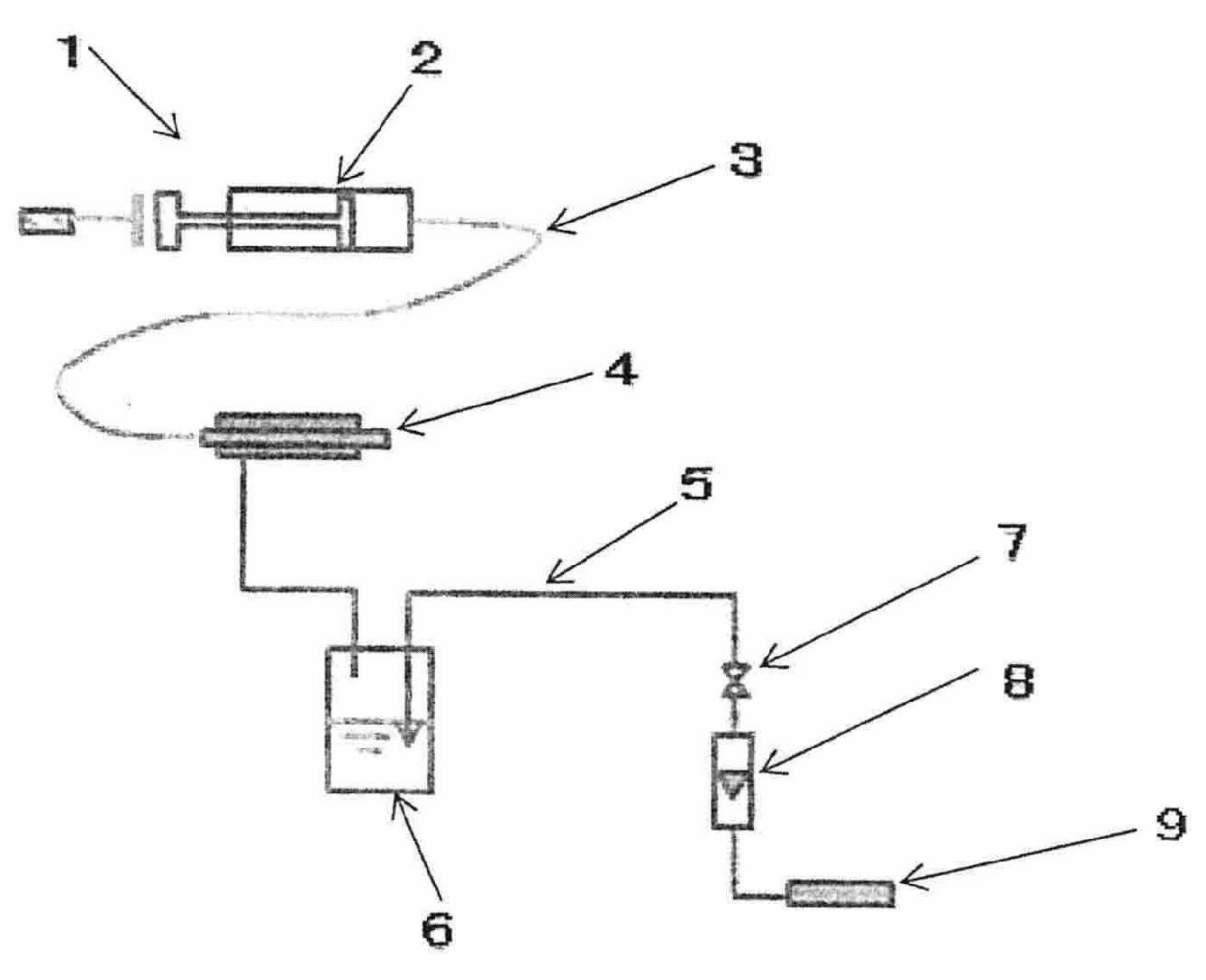


圖 2

