

公告本

382030

修正 86.10.18
本 年 月 日
補充

申請日期	86.5.28
案 號	86107240
類 別	D01F 2/06

A4
C4

382030

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書 (86年10月修正)

一、發明 名稱	中 文	纖維素紗之製法
	英 文	Process for manufacturing a cellulosic yarn
二、發明 人	姓 名	1. 阿布多梅吉哈席薩德 (Dr. Abdulmajid Hashemzadeh) 2. 彼得瑞德 (Peter Raidt)
	國 籍	1. 德國 2. 德國
	住、居所	1. 德國伯克陳 D-84508 荷什路 26 號 2. 德國歐伯伯格 D-63785 貝恩街 10 號
三、申請人	姓 名 (名稱)	艾克若諾貝爾股份有限公司 Akzo Nobel nv
	國 籍	荷蘭
	住、居所 (事務所)	荷蘭阿漢 6824BM 維波維格 76 號
	代 表 人 姓 名	1. 派特柯內利斯史卡爾維傑 (Pieter Cornelis Schalkwijk) 2. 剛特飛特 (Gunter Fett)

裝

訂

線

公告本

382030

修正 86.10.18
本 年 月 日
補充

申請日期	86.5.28
案 號	86107240
類 別	D01F 2/06

A4
C4

382030

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書 (86年10月修正)

一、發明 名稱	中 文	纖維素紗之製法
	英 文	Process for manufacturing a cellulosic yarn
二、發明 人	姓 名	1. 阿布多梅吉哈席薩德 (Dr. Abdulmajid Hashemzadeh) 2. 彼得瑞德 (Peter Raidt)
	國 籍	1. 德國 2. 德國
	住、居所	1. 德國伯克陳 D-84508 荷什路 26 號 2. 德國歐伯伯格 D-63785 貝恩街 10 號
三、申請人	姓 名 (名稱)	艾克若諾貝爾股份有限公司 Akzo Nobel nv
	國 籍	荷蘭
	住、居所 (事務所)	荷蘭阿漢 6824BM 維波維格 76 號
	代 表 人 姓 名	1. 派特柯內利斯史卡爾維傑 (Pieter Cornelis Schalkwijk) 2. 剛特飛特 (Gunter Fett)

裝

訂

線

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
I P C分類：

A6
B6

本案已向：

德國 (地區) 申請專利，申請日期：1996年 5月 30日 案號：19621602.8，☐有 ☐無主張優先權

有關微生物已寄存於：，寄存日期：，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

五、發明說明 ()

表 6 :

試驗次序	濃度C	重量%	T/℃	t/s	伸長率%	強度 cN/tex	5%模數 cN/tex
1	-		22	4	5.8	34	31
2	10.0		22	4	5.6	30	28
3	10.0		60	4	6.3	31	27
4	12.0		22	4	5.8	31	28
5	12.0		60	4	5.9	29	26

在表 6 的比較例 1 中，預先乾燥紗加料通過溫度 22℃ 的水浴。根據表 6 的試驗 2 至 5，可知乾燥紗用 NaOH 水溶液處理，導致強度值和 5% 伸長率時模數均較低。本發明方法製成的紗（表 5）之特點是，不僅減少原纖化，而且紡織性能亦幾乎不變。

元件符號說明

1	PVC 塊
2	導引紗
3	水
4	陶磁桿
5	玻璃桿
6	重量

五、發明說明()

本發明係關於纖維素紗之製法，利用纖維素在叔胺氧化物內之溶液紡製，溶液可含水和／或安定劑，形成纖維或細絲，並經凝固、洗滌和乾燥。

W095/24524揭示一種所謂Lyocell紗所製成編織布之顏色特性改進方法。Lyocell紗是溶紡纖維素紗，由纖維素在有機溶劑內之溶液紡製而成。溶劑基本上為叔胺氧化物，例如N-甲基嗎啉-N-氧化物(NMMO)。按照W095/24524，由上述纖維素紗製成的編織布，經鹼化過程，即以鹼性溶液處理。此鹼化原則上和棉織布常用者相當，宜採用在室溫或稍高溫度(例如35℃以下)而濃度10至30%重量之NaOH水溶液。其次，編織布進行水洗。為將鹼液中和，布以稀酸水溶液處理，重複洗滌除去酸，再乾燥。按照W095/24524的實施例，分別採用濃度14%和25%重量的NaOH水溶液，在室溫處理Lyocell紗製成的編織布，超過45秒。所得編織布染色後，顯示色調較未鹼化為深。雖然洗5次後的鹼化布外觀較未鹼化布為佳，而鹼化布的紗，原纖較未鹼化布為短，顯示對布，即先經乾燥的紗，進行的此項鹼化特別導致紡織性能，尤其是強度的劣化。

所以，本發明之目的，在於提供一種纖維素紗之製法，利用纖維素在叔胺氧化物內的溶液紡製，溶液可含水和／或安定劑，形成纖維或細絲，經凝固、洗滌和乾燥，於是使用此法至少可減少上述缺點。

此目的是以上述製法達成，即紗在乾燥之前，以鹼性

五、發明說明()

水溶液處理20秒以下。

由下詳述，本發明製法一方面可用來有效減少Lyocell紗的原纖化。此外，此法省時又省成本，因可直接整合於紗之製法內，對所得紡織布不需另外處理步驟。

由於紗用鹼水溶液處理，紗的白度水準增加。其優點是要用來製造所謂「白色物品」時，紗不需再經漂白，或染成極淺色調。

用鹼水溶液處理以1-15秒為佳，以1-10秒尤佳，而以2-6秒最好。以使用NaOH或KOH溶液為佳。鹼在鹼水溶液內之濃度介於0.5和20%重量之間，以10-14%重量為佳。鹼水溶液可另含無機或有機助劑，諸如乳化劑、鹽、甘油等。添加此等界面活性物質，可加速紗和細絲或纖維以鹼水溶液潤濕。此外，加鹽，諸如食鹽，或甘油，可減少紗表面以鹼水溶液處理時的損壞。

處理溫度證明以0-60℃為宜，20-60℃為佳，40-60℃更好。

除觀察本發明處理時間短之外，基本上是對未預先乾燥的紗進行鹼水溶液處理。所以，處理以在紗洗滌後進行為佳。亦可在洗滌之前，即凝固之後，以鹼水溶液進行處理，但有礙從洗滌水回收叔胺氧化物，因為在隨後洗滌步驟中，叔胺氧化物和鹼性溶液會進入洗滌水內。

用鹼水溶液處理後，紗應在酸性水溶液，諸如乙酸溶液內中和又洗滌，再乾燥。

用做纖維素的溶劑，宜以N-甲基嗎啉-N-氧化物(NMHO)

五、發明說明()

做為叔胺氧化物，而纖維素溶液可含鞣酸丙酯為安定劑。

以 Stoe & CIE GmbH 所製之繞射計 (45kV; 40mA, Cu $K\alpha$) 和同一家公司的位置靈敏性檢測器進行廣角 X 射線散射測量，於此，研究中的紗平行捲在小機架上，在透射中進行測量，顯示對於纖維素在 NMMO 內而未經鹼水溶液處理過的水溶液紡製之纖維素紗，在 (1-10) 和 (020) 峰的赤道反射，重疊形成總峰部，對個別結晶方向，並無分別顯著的最大值。

用鹼水溶液處理之未預先乾燥的紗 (即本發明之紗) 和預先乾燥的紗造成此等峰最大值的分開。

此項效果的主要理由是，增加微晶變數 $L_{(1-10)}$ 。此結晶尺寸尤其受到用鹼水溶液處理的影響。未經鹼水溶液處理的紗， $L_{(1-10)}$ 值在 3-4nm 範圍。紗用鹼水溶液處理造成 $L_{(1-10)}$ 提高 50%。

使用廣角 X 射線散射可觀察到用鹼水溶液處理對結構參數的影響，此影響對於本發明之紗和預先乾燥隨後用鹼水溶液處理的紗而言實際上相同。所以，更出乎意外的是，本發明之紗與隨後以鹼水溶液處理的乾燥紗相較，顯示形成原纖的傾向較低而強度不減。

濕磨試驗裝置

為測量纖維素纖維形成原纖的傾向，使用圖簡示的濕磨試驗裝置。濕磨試驗裝置基本上包含元件 1 至 6，詳後。紗 2 固定於 PVC 塊 1。導引紗 2 於直徑 6mm 的轉動玻璃桿 5 上可發生磨擦應力，玻璃桿 5 附設直徑 2.5mm

五、發明說明()

的陶瓷桿4。玻璃桿5與PVC塊1距離80mm。玻璃桿5連同陶瓷桿4以25rpm速度轉動。紗2以3克之重量6保持緊張，以水3噴灑保持潮濕。重量6和玻璃桿5的距離60mm。在以下實施例中，濕磨試驗分別進行1和2分鐘，上述裝置產生之原纖的明確而再現性形成利用受到磨損的紗段之顯微評定而評等為1至6分。

為評鑑磨損所發生原纖之形成，已證明引進初級和二級原纖化的術語有助益。

初級原纖化指只在纖維表面觀察到原纖。

二級原纖化指在較深的細絲層也觀察到原纖。二級原纖化愈進行，原纖變愈長且愈厚。

使用上述術語，分數1至6評分表示如下。

- 分數1表示絲毫沒有原纖化
- 分數2表示稍微初級原纖化
- 分數3表示顯著初級原纖化
- 分數4表示稍微二級原纖化
- 分數5表示顯著二級原纖化
- 分數6表示初級和二級原纖化損及纖維全面，一如未處理紗所見。

以下實施例各進行濕磨試驗5次，計算平均分數。

實施例

以下實施例各由纖維素在NMMO和水中的溶液紡製50支纖維或細絲。纖維或細絲通過空氣間隙後，在水浴中凝固。細絲組合以形成紗(75dtex, f50)並洗滌。紗用鹼

五、發明說明()

性水溶液處理，是在NaOH溶液浴內處理。下表中列有其他試驗條件，諸如紗的狀態 - 乾燥或未乾燥，鹼溶液的%重量濃度，以℃計的浴溫T，在浴內以秒計的滯留時間。樣品的原纖化按上述試驗和評分，為決定原纖化，進行濕磨試驗1和2分鐘。表內各案例均含五次測量程序的平均原纖化分數。

實施例1

試驗1，未受NaOH水溶液處理的乾燥紗接受濕磨試驗。此紗顯示進行試驗1分鐘後的原纖化分數5，而進行試驗2分鐘後的分數6。原先乾燥之紗(試驗2至6)和原先未乾燥之紗，即所謂原先潮濕之紗(試驗7至11)，浸於NaOH水溶液浴內，隨後在60%乙酸浴內中和，經洗滌，在室溫乾燥。試驗數據綜合於表1。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明()

表 1 :

試驗次序	狀態	濃度C 重量%	T/°C	t/s	分 數	
					1 分鐘	2 分鐘
1	乾燥	未處理	-	-	5	6
2	乾燥	12.0	60	2	5	6
3	乾燥	12.0	60	5	5	6
4	乾燥	12.0	60	10	4	5
5	乾燥	12.0	60	30	3	6
6	乾燥	12.0	60	600	2	4
7	未乾燥	12.0	60	2	3	5
8	未乾燥	12.0	60	5	2	3
9	未乾燥	12.0	60	10	2	3
10	未乾燥	12.0	60	30	2	3
11	未乾燥	12.0	60	600	2	3

表 1 數據表示原先乾燥紗浸在 60°C 的 12% NaOH 溶液浴內處理 2 和 3 秒的原纖化行為，較之未處理紗（表 1 中試驗 1）並無改進。另方面，原先潮濕之紗表示在同樣條件下，在浴內滯留時間少到 2 秒，原纖化亦大為減少。就原先乾燥之紗而言，較長的滯留時間（超過約 30 秒）也會導致原纖化的改進，但未到原先潮濕之紗施以本發明之短暫處理所示程度。

實施例 2

五、發明說明 ()

為決定由於處理而導致，纖維素在鹼性水溶液內之溶解度所造成紗的重量損失，乾燥紗用 NaOH 溶液處理，以乙酸中和，水洗，在 65°C 真空內乾燥過夜。由處理前後稱重而測定紗的重量損失。由於未處理紗顯示在處理前有某程度的白度，其乃承受如同未處理紗的乾燥條件。未處理紗的失重歸功於失去之水份是 4.6% 重量。在測定 NaOH 溶液處理紗的總失重時，要把此水份損失考慮在內。各處理條件和歸因於用 NaOH 溶液處理的失重，列於表 2。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明()

表 2 :

試驗次序	濃度C 重量%	T/°C	t/s	失重, % 重量
1	7.0	22	5	-0.5
2	7.0	22	10	-0.9
3	7.0	22	40	-3.9
4	7.0	22	60	-4.2
5	7.0	60	5	-0.4
6	7.0	60	10	-1.0
7	7.0	60	40	-1.9
8	7.0	60	60	-2.4
9	9.0	22	2	-1.1
10	9.0	22	5	-2.5
11	9.0	22	10	-3.6
12	9.0	22	40	-7.6
13	9.0	22	60	-8.6
14	9.0	60	5	-1.4
15	9.0	60	10	-2.4
16	9.0	60	40	-2.7
17	9.0	60	60	-2.9
18	11.0	22	5	-1.8
19	11.0	22	10	-2.8
20	11.0	22	40	-4.4
21	11.0	22	60	-4.5
22	11.0	60	5	-1.2
23	11.0	60	10	-2.3
24	11.0	60	40	-3.4
25	11.0	60	60	-3.5
26	12.0	22	2	-0.6
27	12.0	22	5	-1.0
28	12.0	22	10	-2.0
29	12.0	22	40	-2.8
30	12.0	22	60	-3.2
31	12.0	60	5	-0.4
32	12.0	60	10	-1.6
33	12.0	60	40	-2.6
34	12.0	60	60	-2.6

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明()

表 2 內諸試驗顯示纖維素溶解於 NaOH 溶液的失重，在高溫 (60℃) 比在低溫 (22℃) 少，並隨處理時間而遞增。失重亦視 NaOH 濃度而定。表 2 所示諸試驗中，最大失重 -8.6% 重量發生在濃度 9% 重量，溫度 22℃，處理時間 60 秒 (表 2 內試驗 13)。

重大之失重由經濟觀點而言是不利的，且鹼溶液如在精製後要循環至製程，則有礙其回收。溶化的纖維素在鹼水溶液內愈久愈濃。溶化纖維素本身難以從鹼水溶液分離。溶化纖維素可例如利用離心或過濾分離，但必然提高成本且損失鹼溶液，故目標要減少失重，使纖維素在鹼水溶液內之溶化盡量少。

此外，失重對紗性能有不良影響，導致細絲或纖維斷裂，並形成纖維屑，從而對紗的作業性有負面影響，而降低品質。

起初，紗在 NaOH 溶液內處理時，預計會失重，然而，顯然本發明製法的短暫處理時間，使紗失重遠較處理 40 至 60 秒者為低，而且與乾燥纖維的處理相較，可得遠為較佳的原纖化分數。

實施例 3

將一系列未乾燥紗浸在 NaOH 溶液 10 秒，隨即以 60% 乙酸中和，水洗，在室溫乾燥。NaOH 濃度，處理溫度，處理過樣品的原纖化行為，綜合於表 3。

五、發明說明 ()

表 3 :

試驗次序	狀態	濃度C 重量%	T/°C	t/s	分 數	
					1 分鐘	2 分鐘
1	未乾燥	0.5	22	10	3	6
2	未乾燥	0.5	60	10	4	6
3	未乾燥	1.0	22	10	3	6
4	未乾燥	1.0	60	10	4	6
5	未乾燥	3.0	22	10	3	6
6	未乾燥	3.0	60	10	2	5
7	未乾燥	5.0	22	10	2	6
8	未乾燥	5.0	60	10	2	5
9	未乾燥	7.0	22	10	2	5
10	未乾燥	7.0	60	10	2	4
11	未乾燥	10.0	22	10	2	4
12	未乾燥	10.0	60	10	2	3
13	未乾燥	12.0	22	10	2	3
14	未乾燥	12.0	60	10	2	3
15	未乾燥	15.0	22	10	2	4
16	未乾燥	15.0	60	10	2	4
17	未乾燥	20.0	22	10	3	5
18	未乾燥	20.0	60	10	2	5

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明()

表 3 中諸試驗顯示即使在 NaOH 低濃度，對原先潮濕之紗也會達成原纖化改良。然而處理 10 秒時，在 10 至約 15% 重量可得最佳原纖化分數。在濃度 20% 重量時，原纖化分數惡化，尤其是濕磨試驗超過 2 分鐘所得者，故在本發明範圍內，濃度以 10 至 14% 重量範圍為佳。

實施例 4

實施例 1 至 3 內，紗在 NaOH 水浴內浸一段時間，所以是在無張力狀態以鹼水溶液處理，而在實施例 4 內，是將乾燥紗(試驗 1 至 4)和原先未乾燥紗(試驗 5 至 13)，連續抽拉通過 NaOH 水浴。與實施例 1 至 3 相對的是，在實施例 4 內的處理並非無張力，而是紗受到 2 至 10 cN 的張力。

張力應超過 10 cN，然而，由於紗另外會造成伸展，而減少降低原纖化的所需效果。

此項處理方法特別有利，乃因本發明的紗處理可直接整合於製法內。意即凝固後的紗在製程中連續抽拉通過 NaOH 浴，隨後經中和浴和洗滌，最後乾燥並捲取。為進行試驗 1 至 4 的比較，使用習知方法製紗，即經凝固、洗滌、乾燥和捲取，再從捲軸抽拉通過 NaOH 浴。對原先潮濕和乾燥之紗二者而言，在浴中滯留時間為 4 秒。在 60% 乙酸內進行中和。隨後，紗經洗滌，在 180℃ 乾燥。此等研究結果，綜合於表 4。

五、發明說明()

表 4 :

試驗次序	狀態	濃度C 重量%	T/°C	t/s	分 數	
					1 分鐘	2 分鐘
1	乾燥	10.0	22	4	6	-
2	乾燥	10.0	60	4	6	-
3	乾燥	12.0	22	4	6	-
4	乾燥	12.0	60	4	6	-
5	未乾燥	10.0	22	4	2	4
6	未乾燥	10.0	40	4	1	3
7	未乾燥	10.0	60	4	2	3
8	未乾燥	11.0	22	4	2	3
9	未乾燥	11.0	40	4	3	4
10	未乾燥	11.0	60	4	3	4
11	未乾燥	12.0	22	4	3	4
12	未乾燥	12.0	40	4	3	4
13	未乾燥	12.0	60	4	3	4

表 4 所列試驗證明，在按照本發明處理未乾燥紗中，即使使用此連續法亦可減少原纖化。預先乾燥紗處理得不到改進，而無論濃度和處理溫度如何，可得原纖化分數 6。

表 5 和表 6 含本發明製成紗(表 5)和對照紗(表 6)之紡織性能。連續進行鹼水溶液處理，如實施例 4 所述。

五、發明說明()

表 5 :

試驗次序	濃度C	重量%	T/°C	t/s	伸長率%	強度	5%模數
						cN/tex	cN/tex
1	-		22	4	8.0	35	27
2	7.0		22	4	9.0	37	26
3	7.0		60	4	7.5	33	26
4	10.0		22	4	7.3	34	28
5	10.0		60	4	6.7	33	28
6	12.0		22	4	7.7	35	27
7	12.0		60	4	7.8	36	28

表 5 內試驗 1 為比較例，採用紗抽拉通過 22℃ 水浴，而非 NaOH 水溶液浴。根據試驗 2 至 7，可見本發明製成紗的紡織性能，顯示無重大變化。尤其是強度並未因本發明方法而降低。

五、發明說明 ()

表 6 :

試驗次序	濃度C	重量%	T/℃	t/s	伸長率%	強度 cN/tex	5%模數 cN/tex
1	-		22	4	5.8	34	31
2	10.0		22	4	5.6	30	28
3	10.0		60	4	6.3	31	27
4	12.0		22	4	5.8	31	28
5	12.0		60	4	5.9	29	26

在表 6 的比較例 1 中，預先乾燥紗加料通過溫度 22℃ 的水浴。根據表 6 的試驗 2 至 5，可知乾燥紗用 NaOH 水溶液處理，導致強度值和 5% 伸長率時模數均較低。本發明方法製成的紗（表 5）之特點是，不僅減少原纖化，而且紡織性能亦幾乎不變。

元件符號說明

1	PVC 塊
2	導引紗
3	水
4	陶磁桿
5	玻璃桿
6	重量

四、中文發明摘要(發明之名稱：

)

纖維素紗之製法

一種纖維素紗之製法，利用纖維素在叔胺氧化物內之溶液紡製，此溶液可含水和／或安定劑，形成纖維或細絲，經凝固、洗滌和乾燥，紗在乾燥之前，以鹼性水溶液處理20秒以下。

英文發明摘要(發明之名稱：Process for manufacturing a cellulosic)
yarn

In a process for manufacturing a cellulosic yarn by spinning of a solution of cellulose in a tertiary amine oxide, the solution possibly containing water and/or a stabilizer, to form fibers or filaments, coagulating, washing, and drying, the yarns are treated prior to drying with an aqueous alkaline solution for a period less than 20 seconds.

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

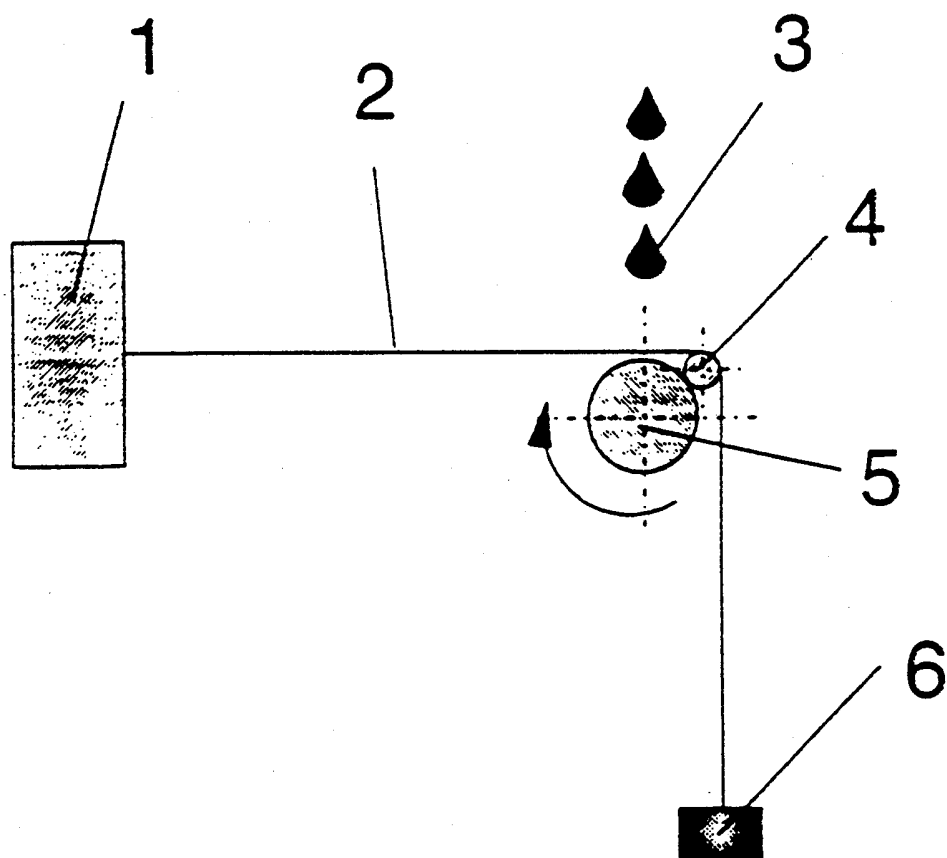
訂

線

六、申請專利範圍

第 86107240 號 "纖維素紗之製法" 專利案 (86年10月修正)

1. 一種纖維素紗之製法，利用纖維素在叔胺氧化物內的溶液紡製，溶液可含水和／或安定劑，形成纖維或細絲，經凝固、洗滌和乾燥，其特徵為紗在乾燥之前，以鹼水溶液處理 20 秒以下者。
2. 如申請專利範圍第 1 項之製法，其中以鹼水溶液處理進行 1 至 10 秒，以 2 至 6 秒為佳者。
3. 如申請專利範圍第 1 項之製法，其中鹼水溶液是採用 NaOH 或 KOH 溶液者。
4. 如申請專利範圍第 1 項之製法，其中鹼在鹼水溶液內之濃度介於 0.5 和 20% 重量間，以 10 和 14% 重量間為佳者。
5. 如申請專利範圍第 1 項之製法，其中鹼水溶液另含無機或有機助劑者。
6. 如申請專利範圍第 5 項之製法，其中助劑使用乳化劑、鹽、或甘油者。
7. 如申請專利範圍第 1 至 6 項中任一項之製法，其中進行處理溫度為 0 至 60℃，而以 20 至 60℃ 為佳者。
8. 如申請專利範圍第 1 至 6 項中任一項之製法，其中用鹼水溶液處理是在紗洗滌後進行者。
9. 如申請專利範圍第 1 至 6 項中任一項之製法，其中以鹼水溶液處理後之紗，在酸性水溶液內中和，並經洗滌，隨後乾燥者。
10. 如申請專利範圍第 1 至 6 項中任一項之製法，其中叔胺氧化物採用 N-甲基嗎啉-N-氧化物者。



第 1 圖