

公告本

385341

申請日期	86.7.15
案 號	86110183
類 別	00176/00

A4
C4

385341

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、發明 名稱	中 文	製造溶劑拉紡 (LYOCELL) 纖維的方法
	英 文	METHOD FOR THE MANUFACTURE OF LYOCELL FIBRE
二、發明人 創作	姓 名	狄阿尼·派克 (英國籍) Dianne Parker
	國 籍	英國柯文屈萊 CV5 8HA 查白爾費爾茲, 海特蘭次 14 號
三、申請人	住、居所	14 The Headlands, Chapelfields, Coventry CV5 8HA, United Kingdom
	姓 名 (名稱)	英商·柯德勞斯纖維 (控股) 有限公司 Courtaulds Fibres (Holdings) Limited
	國 籍	英國
	住、居所 (事務所)	英國倫敦市 W1A 2BB 喬治街五十號 50 George Street, London W1A 2BB United Kingdom
	代 表 人 姓 名	蘭克斯·斯密司 Rex Clise Smith

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：

英 國 (地 區) 申請專利，申請日期：1996.7.23 案號：9615431.5，☐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



A7
B7

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(|)

本發明係有關一種製造溶劑拉紡 (LYOCELL) 纖維的方法，該方法的步驟是將該纖維處於未經乾燥的狀態時，與一鹼性金屬氫氧化物的一水性溶液進行接觸。

溶劑拉紡 (LYOCELL) 纖維早為人知，這類纖維的製造方法在 (比方說) 美國專利 US-4,416,698 中有所描述，該專利的內容經以參考方式納入本文中。纖維素溶解到一含有一叔胺 N-氧化物 (其亦可簡稱作胺氧化物)，舉個例來說，N-甲基氧氮雜環己烷 N-氧化物 (NMMO) 溶劑中。該溶劑通常另含有一部份的纖維素使用的非溶劑，比方說，水。這樣生成的溶液經過擠壓通過一合適的模板生產出纖維，該纖維經過凝結，在水中洗滌以除去溶劑，並經過乾燥。這個擠壓和凝結的步驟被稱作 "溶劑拉紡"，而藉由這樣的方法所生產的纖維素纖維則被稱作 "溶劑拉紡" 的纖維素纖維，或稱作溶劑拉紡 (LYOCELL) 纖維。大家都知道，纖維素纖維可藉著將一纖維素衍生物的溶液擠壓進入到一凝結和再生的浴池中。像這樣的工法的一個例子是粘液工法，在該工法中，該纖維素衍生物為纖維素黃原酸物。溶劑伸拉比起用以製造長型的纖維素構件的其他方法 (比方說，粘膠液工法) 來說，有許多優點 (比方說，對環境造成污染的排放物較少)。

我們知道，溶劑拉紡 (LYOCELL) 纖維容易毛纖化。毛纖化是一種現象，其主要發生在當溶劑拉紡 (LYOCELL) 纖維在溼式的加工期間，受到機械力時，而其結果造成微細的縱向的毛纖從該纖維飛出。毛纖化通常被認為在紡織

五、發明說明(2)

品的最終用途來說，是不怡人的，而業界也努力試圖藉著化學的後處理作業，來降低或消除毛纖化的傾向（如美國專利 US-A-5,310,424 中所描述者），或藉由選擇適合的伸拉參數，來降低或消除毛纖化的傾向（舉個例說，如全球專利 WO-A-95/02082 中所描述者）。

一項於 1996 年 12 月 17 日提出的、尚未公告的專利申請 85115655 敘述了一種用以製造一種擠壓成型的溶劑拉紡（LYOCELL）產品（比方說，溶劑拉紡（LYOCELL）纖維）的工法，該步驟包括將一鹼性金屬氫氧化物的水性溶液（其含有重量比 0.20% 到 3.85% 的氫氧化物離子）施佈到經過重行結構的但未經過乾燥的溶劑拉紡（LYOCELL）構件。也可以使用一含有重量比 0.5% 到 9% 的氫氧化鈉的水性溶液。該鹼性金屬氫氧化物水性溶液可方便地經從一循環的浴池施佈到該纖維，該經過重行結構的產品在該浴池中停留的時間可方便地在 20 秒到 90 秒之間。這樣的工法據說可以讓製造出來的溶劑拉紡（LYOCELL）產品具有更好的著染性、更高的白色度、降低的泛黃性及 / 或更高的吸收性。

我們知道，纖維素在水性氫氧化鈉溶液中，當氫氧化鈉的濃度在重量比大約 10% 時，會顯現出最大泡脹性。另外，我們也知道，纖維素在水性的氫氧化鈉溶液中的泡脹程度通常會隨著溫度的降低而增加。本方法的發明人發現，使用含有重量比 5% 到 15% 的氫氧化鈉的水性溶液處理未經乾燥的溶劑拉紡（LYOCELL）纖維時，除非特別注意，否則會損壞纖維，尤其是在較低的溫度時。這樣的損傷可能表現在本身的拉張強度的減損、光澤豔度的減損、由

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

五、發明說明(>)

於毛纖的溶解或由於毛纖的離散而造成重量的減損，或對纖維造成其他的破壞。這會造成在前述的英國專利申請案中所敘述的工法難以控制。而本發明即在尋求克服困難之道。

根據本發明的方法，溶劑拉紡（LYOCELL）纖維藉由一種方法來製造，該方法包括這樣的步驟：將纖維在未經乾燥的狀態，與一鹼性金屬氫氧化物的水性溶液接觸，該水性溶液另外含有1公克/公升到50公克/公升（最好是5公克/公升到20公克/公升）的一鹼性金屬矽酸鹽（當作無水的矽酸鈉鹽 Na_2SiO_3 計算）。

根據本發明提供了一種製造溶劑拉紡（LYOCELL）纖維的方法，該方法包括依下述順序的步驟：

- (1) 將纖維素在一有機溶劑中的溶液擠壓通過一模板，藉以生產出一長形物；
- (2) 將該長形物通經過至少一個盛水的浴池，以便將該有機溶劑自該長形物中除去，藉以生產出一重行結構的纖維素的構件；
- (3) 將一鹼性金屬氫氧化物的水性溶液施佈到該重行結構的纖維素的構件；
- (4) 將該重行結構的纖維素的構件洗滌，以便將鹼性金屬氫氧化物自其上除去；以及
- (5) 將該重行結構的纖維素的構件乾燥，藉以生成溶劑拉紡（LYOCELL）纖維；

該方法的特徵為，該鹼性金屬氫氧化物的水性溶液另外含有一鹼性金屬矽化物，其濃度在每公升1到50公克，

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

五、發明說明(4)

最好是每公升5到20公克(當作無水的矽酸鈉鹽 Na_2SiO_3 計算)。該纖維在步驟(5)中首次經過乾燥,因此,該重行結構的纖維素的構件可另外稱作“未經乾燥”的纖維。

本發明的方法可適用到以連續的單纖長絲、纖維束或短纖為形式的溶劑拉紡(LYOCELL)纖維。該溶劑拉紡(LYOCELL)纖維的纖維細度可在0.5到10分特之間。當本發明的方法以連續的單纖長絲或纖維束形式施作到溶劑拉紡(LYOCELL)纖維時,該纖維最好是能在本發明的特徵所在的步驟裡,維持在鬆弛的狀態。

該鹼性金屬氫氧化物最好是氫氧化鈉,但是,其他化合物,像是氫化鉀也可以使用。該鹼性金屬氫氧化物的水性溶液可含有重量比5%到15%(最好是重量比8%到13%)的氫氧化鈉。

在該鹼性金屬矽化物裡的鹼性金屬最好是鈉。市面上所販售的“水玻璃”的材料,正是適合用來製備本發明中的水性溶液的矽酸鈉材料。

該鹼性金屬氫氧化物的水性溶液的溫度最好在 0°C 到 60°C 之間,更好是在 15°C 到 30°C 之間。

該鹼性金屬氫氧化物的水性溶液可藉著任何傳統的方式施佈到該纖維,舉個例來說,使用一循環的浴池、燈心棉滾筒或噴佈方式。在使用一循環的浴池時,該纖維在該浴池中的停留時間可方便地在5秒到120秒之間。

在經鹼性處理步驟之後,鹼性金屬氫氧化物從該纖維洗去。在本發明的一實施例中,該纖維以熱水洗滌,最好繼之以稀釋的水性酸液進行酸洗,以使得該纖維酸鹼值

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂



385341

A7

B7

一、發明說明(5)

低於7。在本發明的另一實施例中，該纖維以一水性酸溶液洗滌。該酸液可為一礦物酸，像是鹽酸或硫酸，在該水性的酸溶液中，該礦物酸的濃度在體積比的0.1%到20%之間，最好是體積比的1%到15%之間，或者，它可以是一有機酸，像是醋酸，在該水性的酸溶液中，該有機酸的濃度在體積比的25%到75%之間，最好是體積比的40%到60%之間。該酸洗液可以藉著任何方便的方法施佈到該纖維，舉個例說，使用一循環的浴池，或燈心棉滾筒，或噴佈方式。當使用一水性酸液時，該纖維在這樣的一個循環的浴池中停留的時間，可方便地在5秒到120秒之間。

本發明的方法的好處是，它可以在傳統的裝備上進行。

毛纖化經誘發，並使用測試方法1以評估毛纖化的程度。

測試方法 1

大約0.05克的乾燥纖維經切割成10毫米的短段，放入到一實驗室攪拌器。加入400毫升的清水、混合物，攪拌30秒~3分鐘。所需要實際的攪拌時間視所使用的攪拌葉而定，且攪拌時間係經選擇以使得標準的市售LYOCELL纖維（天絲（Tencel），英國葛林斯比市（Grimsby），柯德勞斯纖維控股公司的註冊商標）的樣本毛纖化指數為6.5~8.0。

收集經過攪拌的纖維，並將一些纖維放到一顯微鏡的

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂



385341

A7

B7

五、發明說明(6)

接物片上。另外一些纖維則放到一第二接物片上。這些纖維在一標準的經過刻度的照片進行比對。每一片接物片上取下三組的五個讀數，並平均以取得毛纖化指數(F.I.)。"零" F.I.對應"零"毛纖化。

茲以下述實施例對本發明作一說明，在該實施例中，除非另有說明，否則所有份量及比例均為重量比。

實施例 1

纖維素(15%)在NMMO(75%)與水(10%)的溶液經過擠壓通過一吐絲頭，進入一水性的凝結浴池中，以生成1.7分特的單纖長絲。在以水洗滌除去NMMO之後，該等單纖長絲在鬆弛的狀態在25°C的溫度下，以一水性溶液處理30秒(該水性溶液含有重量/體積百分比為11%的氫氧化鈉，以及不同數量的矽酸鈉)，在鬆弛的狀態，以從體積/體積百分比15%的水性硫酸溶液洗滌30秒，然後清洗並經過乾燥。本項實驗的其他細節與結果如表1中所示：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂



385341

A7

B7

五、發明說明(7)

表 1

矽酸鈉	纖維細度	韌度	延展	毛纖化指數
克 / 升 (g/l)	分特 (dtex)	cN/tex	%	F.I.
未經處理的				
比對樣本	1.84	37.3	15.2	6.2
0	1.87	29.1	13.7	2.1
10	1.79	35.2	15.7	2.3
20	1.73	39.4	15.8	2.6
30	1.75	38.0	16.2	3.1
50	1.80	38.3	15.2	3.7

實驗用的溶液係使用標稱含有 244 克 / 升的矽酸金屬鈉鹽的 "水玻璃" 製備的。

經依照本發明的方法所處理的纖維展現了良好的拉張特性和低的毛纖化傾向，以及良好的豔度，在受到鹼性處理時，亦不會造成損傷。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

四、中文發明摘要(發明之名稱：

製造溶劑拉紡 (LYOCELL) 纖維的方法)

未經乾燥的溶劑拉紡 (LYOCELL) 纖維可以使用一水性溶液來處理，該水性溶液含有一鹼性金屬氫氧化物，以及 1 公克/公升到 50 公克/公升的一鹼性金屬矽酸鹽（當作無水的矽酸鈉鹽來計算）。該矽酸鹽的存在乃為了在這鹼性處理步驟期間，儘量降低對纖維的可能造成的損傷，尤其是當該水性溶液含有重量比 5 % 到 15 % 氫氧化鈉時的情況為然。

英文發明摘要(發明之名稱：METHOD FOR THE MANUFACTURE OF LYOCELL FIBRE)

Never-dried lyocell fibres can be treated with an aqueous solution which contains an alkali metal hydroxide and from 1 to 50 grams per litre of an alkali metal silicate (calculated as anhydrous sodium metasilicate). The presence of the silicate serves to minimize the potential for damage to the fibre during this alkaline treatment step, particularly when the solution contains from 5 to 15 percent by weight sodium hydroxide.

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線



385341

A8
B8
C8
D8

六、申請專利範圍

1. 一種製造溶劑拉紡 (LYOCELL) 纖維的方法，該方法包括下列順序的步驟：

- (1) 將纖維素在一有機溶劑中的溶液擠壓通過一模板，藉以生產出一長形物；
- (2) 將該長形物通過至少一個盛水的浴池，以便將該有機溶劑自該長形物除去，藉以生產出一重行結構的纖維素的構件；
- (3) 將一鹼性金屬氫氧化物的水性溶液施佈到該重行結構的纖維素的構件；
- (4) 將該重行結構的纖維素的構件洗滌，以將鹼性金屬氫氧化物自其上除去；以及
- (5) 將該重行結構的纖維素的構件乾燥，藉以生成溶劑拉紡 (LYOCELL) 纖維；

該方法的特徵為，該鹼性金屬氫氧化物的水性溶液另外含有一鹼性金屬矽化物，其濃度在每公升1到50公克，最好在每公升5到20公克（當作無水的矽酸鈉鹽來計算）。

2. 根據申請專利範圍第1項的方法，其中，該鹼性金屬氫氧化物為氫氧化鈉。
3. 根據申請專利範圍第2項的方法，其中，在該水性溶液中的氫氧化鈉的濃度在重量比5%到15%之間，最好在重量比的8%到13%之間。
4. 根據申請專利範圍第1、2或3項的方法，其中，在該鹼性金屬矽化物中的鹼性金屬為鈉。
5. 根據申請專利範圍第1、2或3項的方法，其中，該水

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

錄



385341

A8
B8
C8
D8

六、申請專利範圍

性溶液的溫度在0到60℃之間，最好在15℃到30℃之間。

6. 根據申請專利範圍第1、2或3項的方法，其中，在步驟（3）中經過重行結構的構件係以連續的單纖長絲或纖維束等形式維持在鬆弛的狀態。
7. 根據申請專利範圍第1、2或3項的方法，其中，洗滌步驟（4）包括先以熱水洗滌，然後再以稀釋的水性酸液洗滌，藉此使得溶劑拉紡（LYOCELL）纖維的酸鹼值低於7。
8. 根據申請專利範圍第1、2或3項的方法，其中，洗滌步驟（4）包括以一種含有體積比0.1%到20%（最好是體積比的1%到15%）的一種選自由鹽酸及硫酸族所構成的酸的水性溶液進行洗滌。
9. 根據申請專利範圍第1、2或3項的方法，其中，洗滌步驟（4）包括以一種含有體積比25%到75%（最好是體積比的40%到60%）的醋酸的水性溶液進行洗滌。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂