

86年1月25日修正
補充

公 告 本

申請日期	86.12.17
案 號	86119081
類 別	Doi F 6/12

411370 A4
C4

中文說明書修正頁(89年1月)

(以上各欄由本局填註)

411370

發 明 專 利 說 明 書

一、發明 名稱	中 文	紡成完全經水洗之氟化烯烴聚合物中間纖維之方法、中間纖維結構及形成完全經水洗之氟化烯烴聚合物物件之方法
	英 文	PROCESS FOR SPINNING A FULLY WATER WASHED FLUORINATED OLEFINIC POLYMER INTERMEDIATE FIBER, INTERMEDIATE FIBER STRUCTURE, AND PROCESS FOR FORMING A FULLY WATER WASHED FLUORINATED OLEFINIC POLYMER INTERMEDIATE ARTICLE
二、發明人 創作	姓 名	1. 尼哥 里 布蘭肯貝克勒 2. 約瑟夫 麥可 多克二世 3. 瓦倫 法蘭西斯 克諾夫
	國 籍	均美國
	住、居所	1. 美國維吉尼亞州理查莫德市南勞里爾街421號 2. 美國維吉尼亞州米洛索市麥克曼威路2731號 3. 美國維吉尼亞州理查莫德市南賓街327號
三、申請人	姓 名 (名稱)	美商杜邦股份有限公司
	國 籍	美國
	住、居所 (事務所)	美國德來懷州威明頓市馬卡第街1007號
	代 表 人 姓 名	馬瑞安·迪·麥克奈海

裝

訂

線

86年1月25日修正
補充

公 告 本

申請日期	86.12.17
案 號	86119081
類 別	Doi F 6/12

411370

A4
C4

中文說明書修正頁(89年1月)

(以上各欄由本局填註)

411370

發 明 專 利 說 明 書

一、發明 名稱	中 文	紡成完全經水洗之氟化烯烴聚合物中間纖維之方法、中間纖維結構及形成完全經水洗之氟化烯烴聚合物物件之方法
	英 文	PROCESS FOR SPINNING A FULLY WATER WASHED FLUORINATED OLEFINIC POLYMER INTERMEDIATE FIBER, INTERMEDIATE FIBER STRUCTURE, AND PROCESS FOR FORMING A FULLY WATER WASHED FLUORINATED OLEFINIC POLYMER INTERMEDIATE ARTICLE
二、發明人 創作	姓 名	1. 尼哥 里 布蘭肯貝克勒 2. 約瑟夫 麥可 多克二世 3. 瓦倫 法蘭西斯 克諾夫
	國 籍	均美國
	住、居所	1. 美國維吉尼亞州理查莫德市南勞里爾街421號 2. 美國維吉尼亞州米洛索市麥克曼威路2731號 3. 美國維吉尼亞州理查莫德市南賓街327號
三、申請人	姓 名 (名稱)	美商杜邦股份有限公司
	國 籍	美國
	住、居所 (事務所)	美國德來懷州威明頓市馬卡第街1007號
	代 表 人 姓 名	馬瑞安·迪·麥克奈海

裝

訂

線

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
IPC分類：

A6
B6

本案已向：

國(地區) 申請專利，申請日期： 案號： ，☐有 ☐無主張優先權
美國 1996 年 12 月 20 日 08/770,530 ☒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

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明(1)

本發明係關於一種將聚(四氟乙烯)或相關聚合物之分散體紡成纖維或將此種分散體製成成形物件之方法，其中最後經燒結之氟化聚合物結構以及中間結構，係實質上不含處理鹽、酸及其他雜質。

發明背景

聚(四氟乙烯)及相關聚合物在曝露於光、熱、溶劑、化學侵蝕及電應力下時之卓越安定性，使得此等聚合物及製自此等聚合物之物件成為多種用途所合意的。但由於涉及此等聚合物之熔融與溶液處理之複雜性，故極難藉習用方法將其紡絲或成形。

一種用以將聚(四氟乙烯)及相關聚合物成形或紡絲之方法，係為將得自聚合物粒子之含水分散體與黏液之混合物之聚合物成形或紡絲，其中黃酸纖維素為基質聚合物之可溶形式，如在美國專利案號3,655,853、3,114,672及2,772,444中所陳述者。

即使在從聚(四氟乙烯)及相關聚合物製造纖維中，常採用黏液，但黏液之使用遭受到一些嚴重缺點。黏液係藉由複雜且費時之方法製成，其中係將木漿以鹼金屬氫氧化物及二硫化碳處理。二硫化碳為一種危險化學品。由於二硫化碳與空氣混合物之爆炸性質，故在其處理上需要格外小心與注意。當藉由化學反應使纖維素自黏液(黃酸纖維素)再生時，回收來自凝聚浴所蒸發之二硫化碳既不實際亦不安全。因此，通常將此危險化學品排氣至大氣中，而造成環境顧慮，以及增加黏液製造之成本。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(2)

黏液成形之替代方式係為已知，但此等基質聚合物之使用，通常亦涉及使用有機溶劑、界面活性劑或兩者，譬如在美國專利案號3,147,323、3,118,846及2,951,047中所陳述者。

頒予 Steuber 之美國專利案號3,242,120，陳述一種自撐式凝膠結構，及一種從與水溶性基質聚合物譬如海藻酸鈉或聚(乙烯醇)混合之水不溶性聚合物粒子之含水分散體，紡絲或製造成形物件之方法。在將此混合物與會使基質聚合物凝膠化之凝聚媒質接觸時，該混合物會形成凝膠結構。雖然 Steuber 列示出可充作基質聚合物之化合物，並陳述在聚合物粒子聚結後，洗滌製自凝膠結構之纖維，但 Steuber 並未陳述或指出如何能夠製造一種不含鹽及其他雜質之中間纖維。

在分散體紡絲或成形期間，來自凝聚浴之離子會變成併入中間結構中。此等離子，例如氫、鈉及硫酸根離子，會在中間纖維結構轉化成最後完成之經燒結(聚結)氟化烯烴聚合物纖維時造成嚴重問題。

於分散體成形中使用之典型凝聚浴，係為含有硫酸與硫酸鈉之酸浴。來自硫酸之酸殘留物，會造成中間纖維結構在使氟化聚合物聚結所必須之溫度條件下降解。鹽之存在，其有時可蓄積至高達纖維結構之25重量%之程度，同樣會產生具有無法令人接受之機械強度之纖維。在大部份情況中，於中間纖維結構中之高濃度鹽，甚至可能阻止經燒結纖維之形成，因為燒結含有殘留鹽之中間纖維結構，若非不可能亦是極困難的。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

表

訂

五、發明說明(3)

本發明之一項目的係為提供一種方法，可自此方法將聚(四氟乙烯)及相關聚合物製成中間成形物件或紡成纖維，其可容易地經洗滌而不含蓄積之處理離子及其他雜質，然後加工成為最後經燒結之產物。

本發明之另一項目的，係為提供一種自聚(四氟乙烯)及相關聚合物之水性分散體製造成形物件之方法，其具有以黏液為基礎之方法之優點，但無伴隨著使用黃酸纖維素作為可溶性基質聚合物之缺點。

發明摘述

本發明係提供一種自氟化烯烴聚合物粒子之含水分散體與基質聚合物溶液之混合物，紡成完全經水洗之氟化烯烴聚合物中間纖維之方法，其包括以下步驟：

(a) 形成氟化烯烴聚合物粒子之含水分散體與基質聚合物溶液之混合物，其中基質聚合物為一種具有取代度不超過約0.5且不低於約0.02之纖維素醚；

(b) 壓出此混合物至含有鹽類、酸類或其混合物之凝聚溶液中，以凝聚基質聚合物及形成中間纖維結構；及

(c) 在足夠接近中性pH值之水中，洗滌此中間纖維結構，以實質上自纖維結構中移除鹽類、酸類及其混合物，

其中經洗滌之纖維結構具有自撐長度為至少30公分且實質上不含離子。

可使本發明之中間纖維結構轉化成經聚結之氟化烯烴聚合物纖維，其方式是使中間纖維結構在(c)之後接受其他步驟，此等步驟為乾燥與燒結此纖維結構，以使基質聚合物

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

張

訂

五、發明說明(4)

氧化，及使氟化烯烴聚合物粒子聚結。

本發明亦提供一種經改良之中間纖維結構，其基本上包含氟化烯烴聚合物粒子、已凝聚之基質聚合物及水之混合物，其中在中間纖維結構中聚合物粒子重量對基質聚合物重量之比例為約3比1至約20比1，且其中基質聚合物為具有取代度不超過約0.5且不低於約0.02之纖維素醚，及其中基質聚合物與氟化聚合物粒子形成一種經洗滌之纖維結構，其具有自撐長度為至少30公分且實質上不含離子。

附圖簡述

此圖係說明用以測試中間纖維結構完整性之注射器紡絲。

詳細說明

於本文中使用的聚(四氟乙烯)及相關聚合物一詞，係意謂聚(四氟乙烯)及一般稱為氟化烯烴聚合物之聚合物，例如四氟乙烯與六氟丙烯(FEP)之共聚物，四氟乙烯與全氟烷基-乙烯基醚類之共聚物，該醚類譬如全氟丙基-乙烯基醚(PFA)與全氟乙基-乙烯基醚，氟化烯烴三聚物包括上文列示之單體與其他以四氟乙烯為基料之共聚物所形成之三聚物。

於本文中使用的PTFE一詞係意謂聚(四氟乙烯)。

於本文中使用的含水分散體一詞，係意謂在水中製成之粒子分散體，其可含有一或多種不同表面活性添加劑，用以調整pH值及保持分散體。

於下文中使用的中間纖維結構，係意謂經歷出及凝聚之

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(5)

基質聚合物溶液與聚合物粒子分散體之混合物。本發明之中間纖維結構在經洗滌而實質上不含離子與雜質後，具有自撐性達至少30公分之長度。本發明之中間纖維結構，在接近中性pH值之水中洗滌以實質上移除離子與雜質後，顯示強度或完整性無實質上損失，並可經加工，例如在適度拉伸比之下拉伸，及經燒結而形成最後經聚結之氟化聚合物纖維或成形物件。可將本發明之中間纖維結構分離，，在後續處理中加工或用以製造織物或棉絮，正如此項技藝中所已知者。

正如熟諳此藝者所明瞭的，中間纖維結構，以及典型纖維單絲與纖維束結構，係包括膠帶、絲帶、薄膜及其類似物。

分散體成形一詞，係意謂一種方法，藉此方法使不溶性聚合物粒子之分散體與可溶性基質聚合物之溶液混合，並使此混合物凝聚，其方式是使該混合物與凝聚溶液接觸，基質聚合物在該凝聚溶液中會變成不溶性。

分散體成形，對纖維物件而言，一般稱為分散體紡絲，其可用以自氟化聚合物製造成形物件。此等難以藉熔融壓出或溶液紡絲形成之聚合物，可成功地自氟化聚合物粒子之含水分散體與適當基質聚合物之溶液所混合之混合物紡絲。一種中間結構係在將此混合物與適當凝聚液接觸時形成。雖然中間結構在機械上是完整的，但通常係經由將中間結構加熱至足以使氟化聚合物粒子聚結之溫度，以形成最後經燒結之結構。在燒結時，基質聚合物會分解而形成

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(6)

揮發性氣體及含碳殘留物。

為達成有用之經聚結氟化烯烴聚合物纖維，則必須將中間纖維結構洗滌，使其不含從凝聚浴吸收之離子，以及移除其他雜質，譬如存在於最初氟聚合物分散體中之添加劑及/或分散劑，及移除對於纖維燒結及/或最後經聚結之氟化聚合物纖維之性質有害之物質。

已知基質聚合物之選擇並不是直接的，且此種聚合物之性能亦不能夠從候選基質聚合物之典型紡絲溶液所紡成纖維之性質預測而得。

於本發明中，中間纖維結構之組成具有僅以纖維固體之次要成份存在之纖維素醚，而其主要成份為氟化聚合物粒子，其在中間纖維結構中具有之重量，可為基質聚合物重量之3至20倍。特定纖維素化合物可在大致上為理想條件下被紡成纖維之事實，並未能提供所必須內聚性質之度量，其為必須表現基質聚合物特徵之性質，以使其能夠提供必須之支撐與結構，以製造可加工之中間氟聚合物纖維結構。下文實例3與4係說明此點。

為使中間纖維成為可水洗，則基質聚合物必須具有在接近中性pH值且在處理溫度下之水中不溶解之明確定義之性質。若未具有在基本上不含離子之水中，譬如在接近中性pH值之水中，洗滌中間纖維結構之能力，則不能夠使中間纖維成為實質上不含有害雜質，此雜質可能會阻止有用之氟化纖維於燒結時形成。

此外，在實質上低於燒結之溫度下，基質聚合物較佳係

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(7)

不會軟化或溶解，否則中間纖維結構在被加熱至燒結溫度時，於其自有重量下，會伸長、變弱或斷裂。

黃酸纖維素基質成形方法有一些嚴重缺點，在於為形成黃酸纖維素需要使用二硫化碳，其為一種有毒且極端易燃物質。黏液亦不會形成安定溶液。黏膠溶液在老化時將自發性地膠凝。在以商用黏液為基礎之成形方法中，黏液之自發性膠凝作用為一項極實際之處理問題，而造成廢料及需要廣泛之管線沖洗與槽桶清理。

本發明之發明人希望找出一種替代黃酸纖維素基質成形方法之方式，其具有黏液成形方法之優點，且又避免該嚴重缺點。其已發現纖維素醚類具有均勻取代度，且其僅可溶於強鹼金屬氫氧化物水溶液中，但不溶於接近中性pH值之水中，而提供符合本發明要求條件之基質聚合物。所謂接近中性pH值之水一詞，係指具有pH值約6至8之水。

與纖維素醚類之溶解度有強烈關聯之結構特徵，為化學取代基在纖維素醚類中之官能基度，及取代度。所謂取代度(DS)係指纖維素分子之羥基已被醚官能基置換之程度。

在纖維素分子中，於各無水葡萄糖苷環上有三個羥基。若全部三個此等羥基已被置換，則DS為3，此為最大取代度。

使用於本發明方法中之纖維素醚類，係為僅可溶於水中之高濃度氫氧化鈉，而在10至90°C之溫度範圍中，不溶於接近中性pH值水中之纖維素醚類。在具有此等溶解度特徵之纖維素醚類中，非離子性纖維素醚類係為較佳基質聚合

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(8)

物。此外，本發明之基質聚合物未具有軟化點或熔點。此等聚合物會在接近提供結構之纖維燒結溫度至高達氣聚合物聚結之溫度下分解。

發明人已發現，為提供可被洗滌以實質上不含鹽及其他雜質之中間結構，必須僅使用不溶於接近中性之水且在洗滌後提供具有自撐長度至少30公分之中間纖維結構之纖維素醚類。雖然有許多物質可形成凝膠結構，如由Steuber叢書13中所提供之清單上所說明者，但只有在溶液中之溶解度具有氫氧化鈉濃度大於約1.3莫耳濃度(大於約5重量%，具有經計算之pH值大於14)及經凝聚基質聚合物在接近中性水中之不溶性之組合，才能提供本發明基質聚合物之必要特徵。若沒有此種性質之組合，則中間纖維結構將不會具有完全可水洗之性質，而且將無法確保經燒結纖維之可接受之強度性質。

非離子性纖維素醚類，譬如羥丙基纖維素與羥乙基纖維素，係提供特別良好之紡絲組成，供氟化聚合物之分散體紡絲。本發明基質聚合物之代表性DS值，係為範圍從約0.02至0.5之數值。本發明基質聚合物之取代均勻性係為較佳的，且係以在約10重量%氫氧化鈉水溶液中形成之溶液之透明性顯示。

任何本發明基質聚合物或其混合物之基質溶液，可經由將特定纖維素醚溶解在約5至10重量%氫氧化鈉溶液中而製成。本發明所需要之低DS，使其必須使用比先前技藝中所已知者遠為較高之pH值。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

家

訂

五、發明說明(9)

羥丙基纖維素基質聚合物係為較佳的，其為一種當以2重量%溶解於10%氫氧化鈉溶液中並於25°C下度量時具有至少90 mPa.s黏度特徵之材料，惟較低黏度材料之溶液亦可成功地紡絲或成形。

較佳係經由將基質聚合物溶液與氟化粒子分散體之混合物，壓出至會使物件迅速地膠凝之凝聚液體中，以形成本發明之成形物件。然後，可將已形成之物件洗滌及進一步處理。凝聚液體之組成，在某種程度上係依所使用之特定基質聚合物而定。可使用之凝聚液體，包括極多種水溶液，其代表為(但不限於)40%醋酸銨-5%醋酸，30%醋酸或30%氯化鈣。對本發明之纖維素醚類特別有價值者，係為5%硫酸-18%硫酸鈉溶液。凝聚浴之溫度可經調整，以對中間纖維結構提供最良好性質，且典型上係在25°C至90°C之範圍內。對本發明之材料而言，40°C至60°C之凝聚浴溫度係為較佳的。

較佳係調整洗滌水之溫度，以使中間纖維結構之強度達到最大程度。本發明之基質聚合物通常不溶於大約20°C或較高溫度之水中。但是，建議採用約50°C之洗滌溫度，以提供增加聚合物不溶解性及加速商業上操作之洗滌程序之條件。

本發明之中間纖維係經洗滌而實質上不含離子及雜質，且強度無實質上損失。所謂實質上不含離子及雜質一詞，係指去離子洗滌水之pH值與導電率，在將中間纖維浸漬於該水中之後未改變。經洗滌中間纖維之自撐長度為至少30

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

張

訂

五、發明說明 (10)

公分。雖然據報告有數種中間纖維結構之韌度係較低，但為提供30公分自撐長度所需要之實際韌度，會隨著纖維之水含量而改變。因此，與特定韌度範圍相較，中間纖維之自撐長度為纖維強度充分性之一種更實用定義。

於本發明方法中使用之紡絲或成形組合物，係經由將氟化聚合物粒子之含水分散體與本發明之基質聚合物溶液混合而製成。氟化烯烴聚合物粒子之水性分散體，譬如此項技藝中已知者，可使用於本發明方法中。基質聚合物之溶液必須是透明的，並具有確保與分散體良好混合之黏度。基質聚合物在溶液中之濃度，較佳為3至10重量%。然後，將此等成份混合，以致在中間纖維結構中聚合物粒子重量對基質聚合物重量之比例，係為約3比1至約20至1，且較佳為約9比1。

本發明方法之基質聚合物溶液係為安定的，且不會由於老化而膠凝。此溶液無需恒定攪拌或精確溫度控制。雖然本發明之組合物在儲存時亦為安定的，但基質聚合物溶液與氟化聚合物分散體，較佳應根據此項技藝中之一般實施，就在使用之前混合，以確保此混合物為均勻，且氟化聚合物分散體之粒子不會沉澱。

本發明亦提供一種自氟化聚合物粒子之含水分散體形成中間與最後完成之氟化聚合物件之方法，該物件譬如具有各種形狀之薄膜、膠帶、絲帶及纖維，其包括以下步驟：

(a) 形成氟化烯烴聚合物粒子之含水分散體與基質聚合物溶液之混合物，其中基質聚合物為一種具有取代度不超

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

張

訂

五、發明說明 (11)

過約 0.5 且不低於約 0.02 之纖維素醚，及其中基質聚合物係與氟化聚合物粒子形成實質上不含離子之經洗滌中間物件；

(b) 壓出此混合物至含有鹽類、酸類或其混合物之凝聚溶液中，以凝聚基質聚合物及形成中間物件；及

(c) 在足夠接近中性 pH 值之水中，洗滌此中間物件，以實質上自纖維結構中移除鹽類、酸類或其混合物及其他雜質。

然後，可完成此中間物件，其方式是在 (c) 之後使其接受其他乾燥與燒結之步驟，以使基質聚合物氧化，及使氟化烯烴聚合物粒子聚結。

試驗方法

聚合物黏度

聚合物溶液黏度係按下述進行度量：

將欲被度量黏度之溶液試樣過濾，並置於真空室中，及保持在真空下，直到微量氣泡不再見及為止。將足夠試樣轉移至 600 毫升燒杯中，以充填燒杯至 10 公分深度。然後，將試樣置於被設定在 25°C 下之恆溫浴中，直到溫度在整個試樣上恆定為止。

使用 Brookfield HB-T 型黏度計，度量黏度。將含有試樣之 600 毫升燒杯置於黏度計中，並將 #2 紡錘連接至黏度計。調整黏度計高度，直到流體表面抵達紡錘軸上之凹口為止，並調整燒杯位置，直到紡錘置於試樣中央為止。開動黏度計，以使紡錘開始轉動，並記錄所形成之黏度與溫度。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (12)

經由應用從紡錘編號、RPM及Brookfield讀數所決定之適當ISO 9002認可之Brookfield因數探示器，將所記錄之Brookfield讀數轉化成黏度。

中間纖維強度

中間纖維結構之強度，係按下述測定：

在致使所報告之Brookfield黏度(按上述度量)於25°C下在3000-7000 MPa.s間之濃度下，製備基質聚合物之溶液。然後，使此溶液脫氣，其方式是將其放置在真空下，直到所有氣泡均消失為止，或使溶液靜置約24小時，或直到所有氣泡均消失為止。然後，使溶液與PTFE分散體混合，以致使以PTFE之重量計，聚合物固體對1重量份數基質聚合物之重量比，為3至20。一種典型分散體係含有60%全部聚合物固體，且在PTFE對基質聚合物比例為9比1下。PTFE粒子之較佳粒度，為約0.1至約0.17微米，譬如存在於DuPont 3311型中者。

然後，將此剛製成之混合物，利用如圖中所示之注射器1注入(針端在液體表面下)適當凝聚液體中，其速率為約1毫升/分鐘。凝聚液體之組成係回應特定中間纖維結構性質而改變。最適宜之凝聚液體組成與溫度，係個別藉由對各待測基質聚合物之實驗而測得。

如圖中所示，係將3 cc體積並裝有20規格針頭之注射器1連接至注射器泵2。使用藉馬達3驅動之恒速旋轉圓柱體4(表面速度約2米/分鐘)，以拉取中間纖維結構，經過容器5中之凝聚液體，以確保均勻纖維直徑。使此中間纖維結

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (13)

構在通過旋轉圓柱體後，落回凝聚液體中。

然後在接近中性之水中，洗滌中間纖維結構，以使其不含鹽及移除殘留離子。經由將纖維浸泡在容器內之去離子水中，以洗滌纖維。在纖維每一次浸入水中之前與之後，檢查水之pH值及導電率。在每一次浸泡之後，將水拋棄，並以新的去離子水置換。洗滌纖維直到洗滌水之pH值與導電率，與新的去離子水相當時為止。

藉由測定纖維乾燥長度之重量，度量中間纖維之線密度(丹尼=克 / 9,000 米長度)。典型上係使用約0.3米長度之纖維股線，因此0.3米長度X30,000之乾重，即提供該丹尼。對各股線進行三次測定及平均。

測定經洗滌濕中間纖維結構之斷裂負載，其方式是將纖維試樣裝載於紙試樣上，並在適當機械試驗儀器(例如Instron)中，於100毫米 / 分鐘十字頭速度下測試纖維強度。於表I中所示之數值，係為五次測定之平均，並對線密度(例如毫克 / 丹尼)正規化。

經燒結纖維韌度

經燒結纖維韌度係按ASTM方法D 2256-90中所指定之方式測定。

實例

使用前文所述用以測定中間纖維強度之試驗方法，測試下述試樣1-15。

表1顯示所測試基質聚合物種屬之清單，其DS，基質聚合物在聚合物溶液中之重量百分比濃度，基質聚合物溶液

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (14)

在 25°C 下之黏度，於中間纖維中 PTFE 對基質聚合物固體之重量比，凝聚液體之組成及中間纖維結構之強度測定值。

PTFE 對基質聚合物之重量比，係經由將紡絲混合物中之聚合物粒子固體重量除以基質聚合物固體重量而測得。由於將纖維壓出至凝聚浴中時，所有聚合物固體均被轉化成纖維固體，故此相同比例係代表中間纖維結構之組成。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

表 1 實例 1-15

基質	實例編號	D.S.	基質 %	黏度, MPa.s, 於 25°C 下	PTFE : 基質 比例	凝 聚 劑	經洗滌纖維強度, 毫克 / 丹尼(蒸餾水 洗滌至 pH 值 -7, 25°C)
甲基纖維素 ¹	1	1.4 至 1.95	3.9 僅在水中	4480	9 : 1	18% Na ₂ SO ₄ 5% H ₂ SO ₄ @35°C	0, 不夠強以致無法測試
羧丙甲基纖維素 ²	2	>1.2	3.4 僅在水中		9 : 1	18% Na ₂ SO ₄ 5% H ₂ SO ₄ @60°C	0, 不夠強以致無法測試
羧甲基纖維素 ³	3	0.29	6.0	4978	9 : 1	18% Na ₂ SO ₄ 5% H ₂ SO ₄ @50°C	0, 不夠強以致無法測試
羧甲基纖維素 ³	4	0.29	6.0	6420	0 ⁴	18% Na ₂ SO ₄ 5% H ₂ SO ₄ @25°C	8.5
羧乙基纖維素 ⁵	5	1.0	2.0	3520	9 : 1	18% Na ₂ SO ₄ 5% H ₂ SO ₄ @50°C	在凝聚浴中無纖維形成
羧乙基纖維素 ⁵	6	1.0	2.0	3520	9 : 1	飽和 Na ₂ SO ₄ @50°C	在凝聚浴中無纖維形成
羧乙基纖維素 ⁶	7	0.5 ⁷	4	4499	9 : 1	18% Na ₂ SO ₄ 5% H ₂ SO ₄ @50°C	0.54

五、發明說明 (15)

羥乙基纖維素 ⁶	8	0.5 ⁷	4	4499	9 : 1	飽和 Na ₂ SO ₄ @50°C	在凝聚浴中無纖維形成
羥丙基纖維素 ⁸	9	MS ⁹	5.5	5574	9 : 1	18% Na ₂ SO ₄ 5% H ₂ SO ₄ @50°C	在凝聚浴中無纖維形成
羥丙基纖維素 ⁸	10	MS ⁹	5.5	5574	9 : 1	10% HAc @50°C	在凝聚浴中無纖維形成
羥丙基纖維素 ¹⁰	11	0.2	6	5500	9 : 1	18% Na ₂ SO ₄ 5% H ₂ SO ₄ @50°C	1.1
羥丙基纖維素 ¹⁰	12	0.2	6	5500	9 : 1	10% HAc @50°C	0.75
羥丙基纖維素 ¹⁰	13	0.2	6在13% NaOH中	9225	20 : 1	18% Na ₂ SO ₄ 5% H ₂ SO ₄ @50°C	0.15
羥丙基纖維素 ¹¹	14	0.18	6	3533	9 : 1	10% HAc @50°C	1.7
羥丙基纖維素 ¹¹	15	0.18	6	3533	9 : 1	18% Na ₂ SO ₄ 5% H ₂ SO ₄ @50°C	1.2

除非另有指出，否則所有基質聚合物之溶液均在10% NaOH水溶液中。

1. 可以 Methocel A4C 甲基纖維素得自 DOW。
2. 可以 Primaflo 羥丙甲基纖維素得自 Hercules。
3. 以實驗試樣 40-C LDS 接收自 Akzo Nobel。
4. 100 重量%。基質溶液：無氯化聚合物粒子存在。
5. 可以賽路漿 QP-4400H 羥乙基纖維素得自 Union Carbide。

五、發明說明 (16)

(經 濟 部 中 央 標 準 局 員 工 消 費 合 作 社 印 製)

第

二

五、發明說明 (17)

6. Union Carbide 實驗試樣，低 EO MS 賽璐漿 HEC 19636-37 經乙基纖維素。EO MS 意謂環氧乙烷最大取代。
7. 環氧乙烷莫耳取代係經報告：在特定取代程度下，此值基本上係與 DS 相同。
8. 可以 Klucel G 經丙基纖維素，MS = 4.6 得自 Hercules。
9. 由製造者提供之最大莫耳取代 MS 為 4.6；相當之 DS 並未取得。
10. 可以 HT-A 經丙基纖維素得自 Shin-Etsu。
11. 可以 LH-22 經丙基纖維素得自 Shin-Etsu。

五、發明說明 (18)

此等實例係說明作為基質聚合物使用之纖維素醚之DS值之重要性。所報告之經洗滌纖維強度，係顯示所形成纖維之經度量抗張強度。"不夠強以致無法測試"一詞，係意謂纖維係在凝聚浴中形成，但纖維在處理時分解。在DS值於本發明數值外之情況中，係無纖維在凝聚浴中形成，或所形成之纖維不能分離。

實例 16-20

經由將上文實例 11、12 及 13 之 1.9 公斤羥丙基纖維素 (HPC) 在 15.8 升軟水中，於約 25°C 下配成漿液，以製備溶液。在 HPC 濕透後，將 12.3 公斤 23% 氫氧化鈉溶液，添加至水 / HPC 混合物中。將所形成之混合物在真空(約 29 毫米 Hg)下攪拌 1 小時，然後經過 50 微米聚丙稀毛氈袋濾器過濾，進入在約 29 毫米 Hg 真空下操作之薄膜除氣器中。所形成之溶液在 25°C 下具有 4800 mP.s 之黏度。將上述溶液之液流與 TEF 3311 聚(四氟乙烯) [PTFE] 分散體(可得自 DuPont de Nemours 公司, Wilmington, DE) 之液流，在致使 PTFE 對 HPC 之重量比例為 8.2 之相對速率下併合，並在直線式靜態混合器中混合。然後，將所形成之混合物泵送經過含有 180 個孔洞(6 密爾直徑)之紡嘴，浸沒在凝聚浴之表面下方。凝聚浴為 5% 硫酸與 18% 硫酸鈉。其溫度係保持在 $55 \pm 3^\circ\text{C}$ 下。然後，使所形成之纖維通過保持在 $58 \pm 5^\circ\text{C}$ 下之軟水洗滌浴，接著至一組旋轉中之熱滾筒上。此等滾筒之表面溫度係保持在 $130 \pm 5^\circ\text{C}$ 下，以使纖維乾燥。使紗線通至另一組旋轉中之熱滾筒。此等滾筒之表面溫度係保持在 $363 \pm 5^\circ\text{C}$ ，以燒結纖

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (19)

維。使紗線通至一組未經加熱之"拉伸滾筒"，於其上放置多重包覆物。於第二組熱滾筒與"拉伸滾筒"間之速度差，係致使紗線被拉伸6.62倍。此係稱為拉伸比。自拉伸滾筒，將紗線纏繞在紙管上。所形成之紗線，具有線密度為1233分特。其韌度為1.76克/分特。

關於實例16至20之數據，係在表II中提出。在實例17至20中，纖維係以實例16製成，惟拉伸比係如表2中所報告者。

表2 實例16-20

實例#	拉伸比	線密度,分特	韌度,克/分特
16	6.62	1233	1.76
17	7.18	1154	1.95
18	7.73	1033	2.03
19	8.28	1053	1.84
20	8.83	924	1.91

比較實例21

經由將木漿與氫氧化鈉及二硫化碳反應，製成5.4%黃酸纖維素在5%氫氧化鈉中之溶液(黏液)。所形成之溶液在25℃下具有5,400 mPas之黏度。將上述溶液之液流與TEF-3311聚(四氟乙烯)[PTFE]分散體之液流，在致使PTFE固體之重量對黏膠固體之重量之比例為8.2之相對速率下併合，並在直線式靜態混合器中混合。然後，將所形成之混合物系送經過含有180個孔洞(6密爾直徑)之紡嘴，浸沒在凝聚浴之表面下方。凝聚浴為5%硫酸與18%硫酸鈉。其溫度係保持在 $59 \pm 3^{\circ}\text{C}$ 下。然後，使所形成之纖維通過保持在 $46 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下之軟水洗滌浴，接著至一組旋轉中之熱滾筒上。此等滾

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (20)

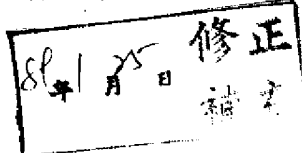
筒之表面溫度係保持在 $210 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下，以使纖維乾燥。使紗線通至另一組旋轉中之熱滾筒。此等滾筒之表面溫度係保持在 $360 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下，以燒結纖維。使紗線通至一組未經加熱之"拉伸滾筒"，於其上放置多重包覆物。於第二組熱滾筒與"拉伸滾筒"間之速度差，係致使紗線被拉伸 6.1 倍。此係稱為拉伸比。自拉伸滾筒，將紗線纏繞在紙管上。所形成之紗線，具有線密度為 750 分特，其韌度為 1.40 克 / 分特。

(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：



紡成完全經水洗之氟化烯烴聚合物中間纖維之方法、中間纖維結構及形成完全經水洗之氟化烯烴聚合物物件之方法)

一種自氟化烯烴聚合物粒子之含水分散體與纖維素醚溶液之混合物，紡成完全經水洗之氟化烯烴聚合物中間纖維結構之方法。

英文發明摘要(發明之名稱：

PROCESS FOR SPINNING A FULLY WATER WASHED FLUORINATED OLEFINIC POLYMER INTERMEDIATE FIBER, INTERMEDIATE FIBER STRUCTURE, AND PROCESS FOR FORMING A FULLY WATER WASHED FLUORINATED OLEFINIC POLYMER INTERMEDIATE ARTICLE)

A process for spinning a fully water washed fluorinated olefinic polymer intermediate fiber structure from a mixture of an aqueous dispersion of particles of the fluorinated olefinic polymer and a solution of a cellulosic ether.

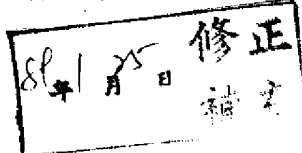
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

四、中文發明摘要(發明之名稱：



紡成完全經水洗之氟化烯烴聚合物中間纖維之方法、中間纖維結構及形成完全經水洗之氟化烯烴聚合物物件之方法)

一種自氟化烯烴聚合物粒子之含水分散體與纖維素醚溶液之混合物，紡成完全經水洗之氟化烯烴聚合物中間纖維結構之方法。

英文發明摘要(發明之名稱：

PROCESS FOR SPINNING A FULLY WATER WASHED FLUORINATED OLEFINIC POLYMER INTERMEDIATE FIBER, INTERMEDIATE FIBER STRUCTURE, AND PROCESS FOR FORMING A FULLY WATER WASHED FLUORINATED OLEFINIC POLYMER INTERMEDIATE ARTICLE)

A process for spinning a fully water washed fluorinated olefinic polymer intermediate fiber structure from a mixture of an aqueous dispersion of particles of the fluorinated olefinic polymer and a solution of a cellulosic ether.

(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

1. 一種自氟化烯烴聚合物粒子之含水分散體與基質聚合物溶液之混合物紡成完全經水洗之氟化烯烴聚合物中間纖維之方法，其包括以下步驟：

(a) 形成氟化烯烴聚合物粒子之含水分散體與基質聚合物溶液之混合物，其中基質聚合物為一種具有取代度不超過約0.5且不低於約0.02之纖維素醚；

(b) 壓出此混合物至含有鹽類、酸類或其混合物之凝聚溶液中，以凝聚基質聚合物及形成中間纖維結構；及

(c) 在足夠接近中性pH值之水中，洗滌此中間纖維結構，以實質上自纖維結構中移除鹽類、酸類及其混合物；

其中經洗滌之纖維結構具有自撐長度為至少30公分且實質上不含離子。

2. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中基質聚合物為羥丙基纖維素或羥乙基纖維素。
3. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中係使中間纖維結構在(c)之後接受其他步驟：

(d) 乾燥；及

(e) 燒結以使基質聚合物氧化，及使氟化烯烴聚合物粒子聚結。

4. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中氟化烯烴聚合物係選自包括聚(四氟乙烯)、四氟乙烯與六氟丙烯之共聚物、四氟乙烯與全氟烷基-乙烯基醚類之共聚物及得自

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

紉

六、申請專利範圍

此等單體之氟化烯烴三聚物。

5. 根據申請專利範圍第1或3項之方法，其中基質聚合物為羥丙基纖維素，且氟化烯烴聚合物為聚(四氟乙烯)。
6. 一種經改良之中間纖維結構，其基本上包含氟化烯烴聚合物粒子、已凝聚之基質聚合物及水之混合物，其中在中間纖維結構中聚合物粒子重量對基質聚合物重量之比例為約3至約20，且其中基質聚合物為具有取代度不超過約0.5且不低於約0.02之纖維素醚，及其中基質聚合物與氟化聚合物粒子形成一種經洗滌之纖維結構，其具有自撐長度為至少30公分且實質上不含離子。
7. 根據申請專利範圍第6項之中間纖維結構，其中基質聚合物為羥丙基纖維素或羥乙基纖維素。
8. 根據申請專利範圍第6項之中間纖維結構，其中聚合物粒子重量對基質聚合物重量之比例為約9比1。
9. 根據申請專利範圍第6項之中間纖維結構，其中氟化烯烴聚合物係選自包括聚(四氟乙烯)、四氟乙烯與六氟丙烯之共聚物、四氟乙烯與全氟烷基-乙烯基醚類之共聚物及此等單體之氟化烯烴三聚物。
10. 根據申請專利範圍第6項之中間纖維結構，其中氟化烯烴聚合物為聚(四氟乙烯)，且基質聚合物為羥丙基纖維素。
11. 一種自氟化烯烴聚合物粒子之含水分散體與基質聚合物溶液之混合物形成完全經水洗之氟化烯烴聚合物中間物件之方法，其包括以下步驟：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

紙

六、申請專利範圍

(a) 形成氟化烯烴聚合物粒子之含水分散體與基質聚合物溶液之混合物，其中基質聚合物為一種具有取代度不超過約0.5且不低於約0.02之纖維素醚；

(b) 壓出此混合物至含有鹽類、酸類或其混合物之凝聚溶液中，以凝聚基質聚合物及形成中間物件；及

(c) 在足夠接近中性pH值之水中，洗滌此中間物件，以實質上自纖維結構中移除鹽類、酸類或其混合物及其他雜質。

12. 根據申請專利範圍第11項之方法，其中係使中間物件在(c)之後接受其他步驟，此等步驟為乾燥及燒結，以使基質聚合物氧化，及使氟化烯烴聚合物粒子聚結。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

紙

411370

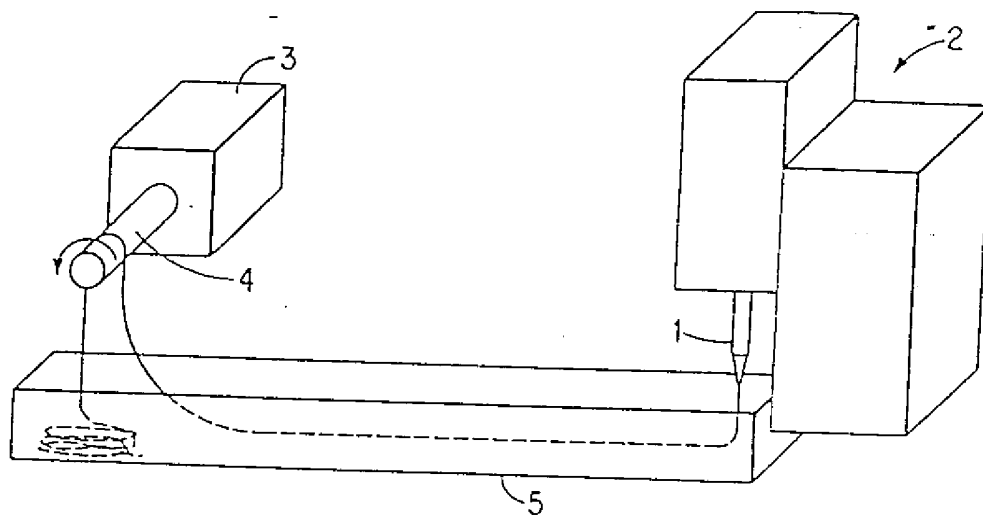


圖 1