

(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国际局



(43) 国际公布日
2011年4月7日 (07.04.2011)

PCT

(10) 国际公布号
WO 2011/038568 A1

- (51) 国际专利分类号:
D01F 2/00 (2006.01)
- (21) 国际申请号: PCT/CN2010/001359
- (22) 国际申请日: 2010年9月7日 (07.09.2010)
- (25) 申请语言: 中文
- (26) 公布语言: 中文
- (30) 优先权:
200910196861.0 2009年9月30日 (30.09.2009) CN
- (71) 申请人 (对除美国外的所有指定国): 上海里奥纤维企业发展有限公司 (SHANGHAI LYOCELL FIBRE DEVELOPMENT CO., LTD.) [CN/CN]; 中国上海市奉贤区星火开发区民乐路 288 号, Shanghai 201419 (CN)。
- (72) 发明人; 及
- (75) 发明人/申请人 (仅对美国): 姜琨 (JIANG, Kun) [CN/CN]; 中国上海市奉贤区星火开发区民乐路 288 号, Shanghai 201419 (CN)。 王晓亮 (WANG, Xiaoliang) [CN/CN]; 中国上海市奉贤区星火开发区民乐路 288 号, Shanghai 201419 (CN)。 朱长丽 (ZHU, Changli) [CN/CN]; 中国上海市奉贤区星火开发区民乐路 288 号, Shanghai 201419 (CN)。 王新 (WANG, Xin) [CN/CN]; 中国上海市奉贤区星火开发区民乐路 288 号, Shanghai 201419 (CN)。 郑殿海 (ZHENG, Dianhai) [CN/CN]; 中国上海市奉贤区星火开发区民乐路 288 号, Shanghai 201419 (CN)。
- (74) 代理人: 北京金信立方知识产权代理有限公司 (KINGSOUND & PARTNERS); 中国北京市海淀区紫竹院路 116 号嘉豪国际中心 B 座 11 层, Beijing 100097 (CN)。
- (81) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。
- (84) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。
- 本国际公布:
— 包括国际检索报告(条约第 21 条(3))。



WO 2011/038568 A1

(54) Title: SOLVENT SPUN BAMBOO FIBER WITH HIGH WET MODULUS AND PRODUCING METHOD THEREOF

(54) 发明名称: 溶剂法高湿模量竹纤维及其制备方法

(57) Abstract: A solvent spun bamboo fiber with a high wet modulus and a producing method thereof are disclosed. The producing method includes: activating by adding a bamboo pulp into deionized water, adjusting the pH value, adding cellulase and adjusting the pH value by adding alkali, extruding by dewatering in vacuum, pre-dissolving by adding an aqueous solution containing 50-88 mass% of N-methyl morpholine-N-oxide, then putting the mixture obtained into a dissolver, heating, vacuumizing, dewatering, dissolving, homogenizing and defoaming, then spinning through a spinneret plate, and shaping by dry and wet method, and then rinsing, bleaching, applying oil and drying. The producing method has the advantages of simple operation, no discharge of industrial pollutants, low energy consumption and high security, and is available to manufacture solvent spun bamboo fiber in a large-scale commercial continuous process. The bamboo fiber obtained retain the natural physical and chemical properties and have a high wet modulus without harmful chemical residues.

[见续页]



(57) 摘要:

本发明公开了一种溶剂法高湿模量竹纤维及其制备方法，该竹纤维的制备方法为：活化，竹浆粕，加入去离子水中，调节 PH 值，加入纤维素酶活化，加碱调节 PH 值；压榨，经真空脱水压榨；预溶解，加入含有质量百分比 50-88%N-甲基吗啉-N-氧化物的水溶液；溶解，进入溶解机，经加热抽真空，脱水、溶解、匀化、脱泡；纺丝，通过喷丝板喷出，采用干湿法纺丝成型；水洗；漂白；上油；烘干。本发明的制备方法，操作简单、无工业污染产生、能耗低且安全性能高，适用于大规模工业化连续性生产的溶剂法竹纤维制造；本方法制备的竹纤维既保留了竹纤维天然的物理和化学性能，又无有害化学残留物且具有较高的湿模量。

溶剂法高湿模量竹纤维及其制备方法

技术领域

本发明涉及一种竹纤维及其制备方法，尤其涉及一种溶剂法高湿模量竹纤维及其制备方法。

背景技术

竹纤维产品以其高科技含量，及其柔滑软暖、凉爽舒适、抑菌抗菌、绿色环保、天然保健的独特品质牢握市场脉搏，独树一帜。

竹纤维织物的天然抗菌、抑菌、抗紫外线作用在经多次反复洗涤、日晒后，仍能保证其原有的特点。更不同于其它在后处理中加入抗菌剂、抗紫外线剂等整理剂的织物，所以它不会对人体皮肤造成任何过敏性不良反应，反而对人体皮肤具有保健作用和杀菌效果，是真正的亲肤保健产品，应用领域宽广。

竹纤维面料在床上用品的应用，给广大消费者带来一个健康、舒适、凉爽的夏季。竹纤维面料也被业内人士誉为“二十一世纪最具有发展前景的健康面料”。

竹纤维的生产制备方法，通常采用粘胶法来制备竹纤维，但是该方法存在着生产工艺过程过长，对环境污染严重等问题，环保问题更成了发展再生竹纤维的最大弊端；同时该方法在加工过程中竹子的天然特性遭到破坏，纤维的除臭、抗菌、防紫外线功能明显下降。并且采用粘胶法生产的各种纤维，其成品中均含有残硫量，硫在高温印染过程中会产生硫化氢的物质，在加工过程中易产生异味。

因此，为克服粘胶法存在的上述技术问题，溶剂法开始运用于竹纤维素纤维的制备过程中。

中国发明专利申请公开说明书 CN1190531C 公开了一种溶剂法竹纤维素纤维的生产方法，其工艺方法中存在如下缺陷：1、聚合釜的体积在 5-300 立升，根据常规，5-300 立升容积的聚合釜，并不属于工业化生产的范畴；2、该现有技术列示了“浆粕脱水”步骤，脱水时间长达 8 小时，耗时费能。

中国发明专利申请公开说明书 CN1760412A 公开了一种溶剂法再生竹纤维纤维素的生产方法，但存在如下缺陷：1、生产工艺复杂，如在浆粕预处理过程中有水解、酸解、酶解等三个工序。预处理过程时间较长：水解时间在 3-14 小时；、酸解时间在 3-11 小时；酶解时间在 2.2-14 小时。且预处理过程中会因水解、酸解产生大量的工业废水。2、该技术方案缺乏预溶解工艺，会造成浆液质量不稳定。

中国发明专利申请公开说明书 CN1851115A 公开了一种由造纸级竹浆粕直接制造再生竹纤维的方法，其生产方法采用高能射线辐照方法处理浆粕，设备投资高、能耗大，并且对生产环境要求高，同时会对操作人员造成潜在的身体威胁。

发明内容

本发明所要解决的技术问题之一是提供一种溶剂法高湿模量竹纤维的制备方法。该方法操作简单、无工业污染产生、能耗低、安全性能高，适用于大规模工业化连续性生产的溶剂法竹纤维制造。

本发明所要解决的技术问题之二是提供一种溶剂法高湿模量竹纤

维，采用上述方法制备而成。

为解决上述技术问题，本发明通过以下技术方案来实现：

一种溶剂法高湿模量竹纤维的制备方法，由下述步骤组成：

(1) 活化

将聚合度 400-1000 的竹浆粕，加入到去离子水中，调节 PH 值在 4-6，加入纤维素酶进行活化，再加入碱，调节 PH 值在 10-13，终止活化，得到浆粥；

(2) 压榨

将上述浆粥经过真空脱水压榨，得到压榨后的含水率为质量百分比 10-60%的纤维素；

(3) 预溶解

将上述压榨后的水纤维素加入含有质量百分比 50-88%N-甲基吗啉-N-氧化物的水溶液，得到预溶解浆；

(4) 溶解

将上述预溶解浆进入溶解机后，经过加热抽真空，脱水、溶解、匀化、脱泡后，得到浆液；

(5) 纺丝

将上述浆液经过增压泵输送，进入计量泵后，通过喷丝板喷出，采用干湿法纺丝成型，得到竹纤维；

(6) 水洗；

(7) 漂白；

(8) 上油；

(9) 烘干。

进一步的，在本发明中：

所述步骤（1）中的去离子水电导率 $<5\mu\text{s}/\text{cm}^2$ ，PH 值 6-8，温度 50℃。

所述步骤（1）中的纤维素酶为液态纤维素酶。

所述步骤（3）中的出口温度 50-80℃。

所述步骤（3）中的预溶解浆纤维素含量为 8-12%、PH 值 8-12。

所述步骤（3）中的水纤维素与 50-88%N-甲基吗啉-N-氧化物的水溶液质量比为 1:2 - 1:12。

所述步骤（4）中的真空度为 1.0kpa-15.0kpa，温度为 60-120℃。

所述步骤（4）中的浆液中纤维素含量为 11-15%。

所述步骤（5）中的纺丝速度 35-100m/min，纺丝气隙 5-50mm，纺丝吹风温度 10-25℃，纺丝吹风流量 100-500L/H，吹风相对湿度 50-80%，凝固浴浓度 10-30%，凝固浴温度 5-30℃。

所述步骤（6）中的水洗温度 25-60℃。

所述步骤（7）中采用双氧水漂白，其中双氧水循环浓度 0.05-1.0%，双氧水循环 PH 值 8-13。

所述步骤（8）中的油剂循环浓度 0.5-5%，油剂循环 PH 值 6-9，油剂循环温度 50-70℃。

所述步骤（9）中的烘干温度 80-150℃。

另外，本发明还提供了一种溶剂法高湿模量竹纤维，采用上述方法制备而成。

本发明技术方案的优点主要体现在以下几方面：

采用本发明制备方法，操作简单、无工业污染产生、能耗低且安

全性能高，适用于大规模工业化连续性生产的溶剂法竹纤维制造。

采用本发明制备方法，不会破坏竹子的天然特性，依据本方法制备的竹纤维，能够有效保持其原有的除臭、抗菌、防紫外线功能。

采用本发明制备的竹纤维，既保留了竹纤维天然的物理和化学性能，又没有有害化学残留物，从而保证了穿着安全。

采用本发明制备的竹纤维，具有较高的湿模量，其湿模量 $\geq 15\text{cN/dtex}$ ，采用本发明制备的竹纤维所制成品尺寸稳定性好，湿整理及洗烫时不易变形，利于连续染色，便于印染，利于生产高端织物。

具体实施方式

一种溶剂法高湿模量竹纤维的制备方法，由下述步骤组成：

(1) 活化

此活化工艺流程简单，化工试剂添加少，整个流程仅 1 小时左右，耗时短，操作方便。具体如下：

调配工艺水 → 加入浆粕 → 调节 PH 值 → 加入纤维素酶 → 终止活化

调配工艺水：采用去离子水；

参数：电导率 $< 5\mu\text{s/cm}^2$ ，PH 值：6-8，温度：50℃

加入浆粕：竹浆粕

参数：聚合度 400-1000

调节 PH 值：用酸碱调节

参数：PH 值 4-6

加入纤维素酶：液态纤维素酶

参数：名称 CelluPract®AL70、产品编号 IPL 5B06610、供应

商 BIOPRACT

终止活化: 加入碱调节 PH 值

参数: PH 值 10-13

(2) 压榨

浆粥经过真空脱水压榨后, 得到工艺要求的含水率;

参数: 水纤维素的含水质量百分比 10-60%, 粉碎后的水纤维素大小 3cm*3cm

(3) 预溶解

在本发明中特别地增加了预溶解这一步骤, 不但有利于稳定浆液质量, 同时也有利于溶解。浆液质量得到提高, 才能做出高质量的成品丝。其步骤具体如下:

经压榨后的水纤维素加入含有质量百分比 50-88%N-甲基吗啉-N-氧化物的水溶液, 其中水纤维素与 50-88%N-甲基吗啉-N-氧化物的水溶液质量比为 1:2 - 1:12, 使浆粕溶胀, 更利于溶解均匀和浆液的稳定;

参数: 出口温度 50-80℃, 预溶解浆组成: 纤维素质量含量为 8-12%、PH 值 8-12;

(4) 溶解

经预溶解机后的混合液进入溶解机后, 经过加热抽真空, 脱水、溶解、匀化、脱泡后达到琥珀色透明均质的浆液;

参数: 真空度 1.0kpa-15.0kpa, 温度 60-120℃, 浆液组成: 纤维素质量含量为 11-15%;

(5) 纺丝

浆液经过增压泵输送，进入计量泵后，通过喷丝板喷出，用干湿法纺丝成型；

参数：纺丝速度 35-100m/min，纺丝气隙 5-50mm，纺丝吹风温度 10-25℃，纺丝吹风流量 100-500L/H，吹风相对湿度 50-80%，凝固浴浓度 10-30%，凝固浴温度 5-30℃

(6) 水洗

水洗将纤维经过水清洗后，回收溶剂 N-甲基吗啉-N-氧化物，提高溶剂的回收率；

参数：水洗温度 25-60℃

(7) 漂白

水洗后的纤维，经过双氧水和稳定剂的漂白，达到要求的白度；

参数：双氧水循环浓度 0.05-1.0%，双氧水循环 PH 值 8-13，双氧水循环温度 75℃，稳定剂为 LAVATEX9188 和 DELINOL 9258，制造商:Dr.Th.bohme KG, Chem. Fabrik Gmbh&Co

(8) 上油

漂白后的纤维，经过上油后，达到要求的上油率；

参数：油剂循环浓度 0.5-5%，油剂循环 PH 值 6-9，油剂循环温度 50-70℃，油剂油剂为 Lemin OR , Lemin WG, Lemin AN，制造商: CLARIANT

(9) 烘干

将上油后的纤维，通过加热，达到要求的纤维含水率；

参数：烘干温度 80-150℃

实施例 1:

棉型纤维:

将聚合度 500 的竹浆粕, 加入到电导率 $<5\mu\text{s}/\text{cm}^2$, PH 值: 6.8, 温度: 50℃的工艺水中, 调节 PH 值在 4.5, 加入纤维素酶活化一小时, 加入氢氧化钠终止活化, 调节 PH 值在 11, 终止活化后的浆粥经过真空脱水压榨后, 控制水纤维素的含水质量百分比 45%, 粉碎为的 3cm*3cm 的颗粒, 加入含有质量百分比 78%N-甲基吗啉-N-氧化物的水溶液, 其中水纤维素与 N-甲基吗啉-N-氧化物的水溶液质量比为 1:4, 使浆粕溶胀, 出口温度 70℃, 预溶解浆组成:纤维素 11.5%、PH 值 9.5, 经预溶解机后的混合液进入溶解机后, 控制真空度 5.0kpa, 浆液组成:纤维素 13.8%。

浆液经过增压泵输送, 通过喷丝板喷出, 用干湿法纺丝成型, 纺丝速度 50m/min, 纺丝气隙 15mm, 纺丝吹风温度 14℃, 纺丝吹风流量 200L/H, 吹风相对湿度 50%, 凝固浴浓度 15%, 凝固浴温度 8℃, 将纤维经过水清洗后, 水洗温度 60℃, 水洗后的纤维, 经过双氧水和稳定剂的漂白, 双氧水循环浓度 0.20%, 双氧水循环 PH 值 10.8, 双氧水循环温度 75℃, 漂白后的纤维, 经过上油后, 油剂循环浓度 1.8%, 油剂循环 PH 值 6.5, 油剂循环温度 50℃, 将上油后的纤维烘干, 温度 125℃, 得出的成品纤维: 纤度在 1.58dtex, 干断裂强度 3.5cN/dtex, 湿断裂强度 3.0 cN/dtex, 干断裂伸长率 14.8%, 湿断裂伸长率 17.2%, 湿模量 17.9cN/dtex, 干强变异系数 10%, 白度 58%, 含油 0.23%, 回潮 11.2%。

实施例 2:

中长型纤维:

将聚合度 550 的竹浆粕, 加入到电导率 $<5\mu\text{s}/\text{cm}^2$, PH 值: 6.0, 温度: 50℃的工艺水中, 调节 PH 值 在 4.2, 加入纤维素酶活化一小时, 加入氢氧化钠终止活化, 调节 PH 值在 12, 终止活化后的浆粥, 经过真空脱水压榨后, 控制水纤维素的含水质量百分比 55%, 粉碎为的 3cm*3cm 的颗粒, 加入含有质量百分比 85%N-甲基吗啉-N-氧化物的水溶液, 其中水纤维素与 N-甲基吗啉-N-氧化物的水溶液质量比为 1:3, 使浆粕溶胀, 出口温度 68℃, 预溶解浆组成:纤维素 9.5%、PH 值 9.0, 经预溶解机后的混合液进入溶解机后, 控制真空度 7.0kpa, 浆液组成:纤维素 11.2%。

浆液经过增压泵输送, 通过喷丝板喷出, 用干湿法纺丝成型, 纺丝速度 40m/min, 纺丝气隙 25mm, 纺丝吹风温度 16℃, 纺丝吹风流量 350L/H, 吹风相对湿度 60%, 凝固浴浓度 15%, 凝固浴温度 10℃, 将纤维经过水清洗后, 水洗温度 40℃, 水洗后的纤维, 经过双氧水和稳定剂的漂白, 双氧水循环浓度 0.35%, 双氧水循环 PH 值 10.5, 双氧水循环温度 75℃, 漂白后的纤维, 经过上油后, 油剂循环浓度 2.5%, 油剂循环 PH 值 7.0, 油剂循环温度 60℃, 将上油后的纤维烘干, 温度 110℃, 得出的成品纤维: 纤度在 2.18dtex, 干断裂强度 3.33cN/dtex, 湿断裂强度 2.98 cN/dtex, 干断裂伸长率 15.2%, 湿断裂伸长率 17.4%, 湿模量 16.8cN/dtex, 干强变异系数 10%, 白度 55%, 含油 0.25%, 回潮 10.5%。

实施例 3:

毛型纤维:

将聚合度 600 的竹浆粕，加入到电导率 $<5\mu\text{s}/\text{cm}^2$,PH 值: 7.3, 温度: 50℃的工艺水中，调节 PH 值 在 5.8, 加入纤维素酶活化一小时，加入氢氧化钠终止活化，调节 PH 值在 12.5, 终止活化后的浆粥经过真空脱水压榨后，控制水纤维素的含水质量百分比 25%，粉碎为的 3cm*3cm 的颗粒，加入含有质量百分比 60%N-甲基吗啉-N-氧化物的水溶液，其中水纤维素与 N-甲基吗啉-N-氧化物的水溶液质量比为 1:7, 使浆粕溶胀，出口温度 75℃, 预溶解浆组成:纤维素 9.1%、PH 值 10, 经预溶解机后的混合液进入溶解机后，控制真空度 2.5kpa,浆液组成:纤维素 12%。

浆液经过增压泵输送，通过喷丝板喷出，用干湿法纺丝成型，纺丝速度 35m/min, 纺丝气隙 40mm, 纺丝吹风温度 20℃, 纺丝吹风流量 500L/H, 吹风相对湿度 68%,凝固浴浓度 23%,凝固浴温度 20℃, 将纤维经过水清洗后，水洗温度 50℃, 水洗后的纤维，经过双氧水和稳定剂的漂白，双氧水循环浓度 0.6%, 双氧水循环 PH 值 11.5, 双氧水循环温度 75℃, 漂白后的纤维，经过上油后，油剂循环浓度 4.0%, 油剂循环 PH 值 7.9, 油剂循环温度 65℃, 将上油后的纤维烘干，温度 105℃, 得出的成品纤维: 纤度在 3.21dtex, 干断裂强度 3.28cN/dtex, 湿断裂强度 2.85 cN/dtex, 干断裂伸长率 15.4%, 湿断裂伸长率 17.8%, 湿模量 15.2cN/dtex, 干强变异系数 10%, 白度 50%, 含油 0.3%, 回潮 11%。

将本发明实施例 1-3 所制备的竹纤维各物理指标与 CN1190531C、CN1851115A 所公开的数据及棉型竹材粘胶短纤维标准 FZ/T

52006-2006 一等品指标进行比较, 具体数据详见表 1。

表 1

		纤度 (dtex)	干强 (cN/dtex)	湿强 (cN/dtex)	干断裂 伸长%	湿模量 (cN/dtex)	
CN	实施例 1	1.80	3.4	---	12	---	
1190531C	实施例 2	70dtex/100F	3.5	---	10	---	
CN	实施例 1	1.90	3.5	---	10	---	
	实施例 2	1.90	2.8	---	9	---	
	1851115A	实施例 3	150dtex/36F	3.6	---	10	---
	实施例 4	1.90	3.4	---	10	---	
本发明	实施例 1	1.58	3.5	3.0	14.8	17.9	
	实施例 2	2.18	3.33	2.98	15.2	16.8	
	实施例 3	3.21	3.28	2.85	15.4	15.2	
棉型竹材粘胶短 纤维标准 FZ/T 52006 -2006, 一等品指标		≥ 1.67	≥ 2.1	≥ 1.1	≥ 17	---	

从实施例 1-3 可以看出, 采用本发明制备的竹纤维, 具有较高的湿模量, 其湿模量 $\geq 15\text{cN/dtex}$ 。

实施例 4:

缩水率测试

测试条件: (1) 织物为机织物; (2) 在相同的大气条件下, 温度

20℃，相对湿度 58%；（3）采用 M988 缩水机。

将实施例 1-3 所制备的竹纤维织所造成织物与粘胶竹纤维织物进行比较，具体数据详见表 2。

表 2

性能指标		粘胶竹纤维织 物	实施例 1 竹 纤维织物	实施例 2 竹纤 维织物	实施例 3 竹纤 维织物
缩水率 (%)	纵向	6.24	1.3	1.9	1.6
	横向	1.26	0.4	0.2	0.3

由上述数据可以看出，采用本发明制备的竹纤维的织物比粘胶竹纤维的织物缩水率低很多，织物的尺寸稳定性很好。

实施例 5:

纱线沸水缩水率测试

测试时，纱线为 32 s。

将实施例 1-3 所制备的竹纤维织所造成纱线与粘胶竹纤维纱线进行比较，具体数据详见表 3。

表 3

性能指标	粘胶竹纤维 纱线	实施例 1 竹纤维纱线	实施例 2 竹纤维纱线	实施例 3 竹纤维纱线
纱线沸水缩水率 (%)	7.0	0.56	0.49	0.53

由上述数据可以看出采用本发明制备的竹纤维的纱线缩水率仅为 0.5%左右，大大低于粘胶竹纤维。

毫无疑问，本发明，还可以具有多种变换及改型，并不限于上述实施方式的具体实施例。总之，本发明的保护范围应包括那些对于本领域普通技术人员来说显而易见的变换或替代以及改型。

权利要求

1、一种溶剂法高湿模量竹纤维的制备方法，其特征在于，由下述步骤组成：

(1) 活化

将聚合度 400-1000 的竹浆粕，加入到去离子水中，调节 PH 值在 4-6，加入纤维素酶进行活化，再加入碱，调节 PH 值在 10-13，终止活化，得到浆粥；

(2) 压榨

将上述浆粥经过真空脱水压榨，得到压榨后的含水率为质量百分比 10-60%的纤维素；

(3) 预溶解

将上述压榨后的水纤维素加入含有质量百分比 50-88%N-甲基吗啉-N-氧化物的水溶液，得到预溶解浆；

(4) 溶解

将上述预溶解浆进入溶解机后，经过加热抽真空，脱水、溶解、匀化、脱泡后，得到浆液；

(5) 纺丝

将上述浆液经过增压泵输送，进入计量泵后，通过喷丝板喷出，采用干湿法纺丝成型，得到竹纤维；

(6) 水洗；

(7) 漂白；

(8) 上油；

(9) 烘干。

2、如权利要求 1 所述的溶剂法高湿模量竹纤维的制备方法，其特征在于，所述步骤（3）中的出口温度 50-80℃。

3、如权利要求 1 所述的溶剂法高湿模量竹纤维的制备方法，其特征在于，所述步骤（3）中的预溶解浆纤维素质量含量为 8-12%、PH 值 8-12。

4、如权利要求 1 所述的溶剂法高湿模量竹纤维的制备方法，其特征在于，所述步骤（3）中的水纤维素与 50-88%N-甲基吗啉-N-氧化物的水溶液质量比为 1:2 - 1:12。

5、如权利要求 1 所述的溶剂法高湿模量竹纤维的制备方法，其特征在于，所述步骤（4）中的真空度为 1.0kpa-15.0kpa，温度为 60-120℃。

6、如权利要求 1 所述的溶剂法高湿模量竹纤维的制备方法，其特征在于，所述步骤（4）中的浆液中纤维素质量含量为 11-15%。

7、如权利要求 1 所述的溶剂法高湿模量竹纤维的制备方法，其特征在于，所述步骤（5）中的纺丝速度 35-100m/min，纺丝气隙 5-50mm，纺丝吹风温度 10-25℃，纺丝吹风流量 100-500L/H，吹风相对湿度 50-80%，凝固浴浓度 10-30%，凝固浴温度 5-30℃。

8、如权利要求 1 所述的溶剂法高湿模量竹纤维的制备方法，其特征在于，所述步骤（7）中采用双氧水漂白，其中双氧水循环浓度 0.05-1.0%，双氧水循环 PH 值 8-13。

9、如权利要求 1 所述的溶剂法高湿模量竹纤维的制备方法，其特征在于，所述步骤（8）中的油剂循环浓度 0.5-5%，油剂循环 PH 值 6-9，油剂循环温度 50-70℃。

10、一种溶剂法高湿模量竹纤维，其特征在于，采用权利要求 1-9 中任一项所述的方法制备而成。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2010/001359

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

D01F2/00(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

D01F,D02G,D21H,D21C

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CNPAT,CNKI,WPI,EPODOC: BAMBOO, AMINE ,OXIDE?, MORPHOLINE, ?,FIBRE?,FILAMENT?,STAPLE?,SPIN+,SPUN,LYOCELL, TENCEL ,N M M O

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	CN1760412A(UNIV DONGHUA), 19 Apr. 2006 (19.04.2006) , claim 1, examples 1-3	1-9
X	CN1760412A(UNIV DONGHUA), 19 Apr. 2006 (19.04.2006) , claim 1, examples 1-3	10
Y	CN1472374A(UNIV DONGHUA), 04 Feb. 2004 (04.02.2004) , page 4 lines 12-22,claims 1-3, examples 1-2	1-9
X	CN1472374A(UNIV DONGHUA), 04 Feb. 2004 (04.02.2004) , page 4 lines 12-22,claims 1-3, examples 1-2	10
PX	CN101694019A(SHANGHAI LYOCELL FIBRE DEVELOPMENT CO.,LTD.), 14 Apr. 2010 (14.04.2010) , claims 1-10	1-10

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

<p>* Special categories of cited documents:</p> <p>“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>“L” document which may throw doubts on priority claim (S) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>“&”document member of the same patent family</p>
--	--

Date of the actual completion of the international search
15 Nov. 2010(15.11.2010)

Date of mailing of the international search report
16 Dec. 2010 (16.12.2010)

Name and mailing address of the ISA/CN
The State Intellectual Property Office, the P.R.China
6 Xitucheng Rd., Jimen Bridge, Haidian District, Beijing, China
100088
Facsimile No. 86-10-62019451

Authorized officer
Wang,Chenhong
Telephone No. (86-10)62084566

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2010/001359

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	CN101358384A(CHEMIEFASER LENZING AG), 04 Feb. 2009(04.02.2009), claims 1,9,10	10
X	CN1383965A (Xu, Jong , Wang, Xuejie) ,11 Dec. 2002 (11.12.2002) , claim 1	10
X	CN1544223A(BEIJING MENGHU FASHION CO LTD), 10 Nov. 2004 (10.11.2004) , claim 1	10
X	CN1851115A(UNIV DONGHUA), 25 Oct. 2006(25.10.2006), claim 1	10
X	JP2005126871A (NAFA SEIKATSU KENKYUSHO KK),19 May 2005 (19.05.2005) , claims 1,2,10-12	10
A	US2009127750A1(BIRLA RES INST APPLIED SCI),21 May 2009(21.05.2009),the whole document	1-10
A	CN101429734A(CHEMIEFASER LENZING AG), 13 May 2009(13.05.2009), the whole document	1-10

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No. PCT/CN2010/001359
--

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
CN1760412A	19.04.2006	CN100395384C	18.06.2008
CN1472374A	04.02.2004	CN1190531C	23.02.2005
CN101694019A	14.04.2010	None	
CN101358384A	04.02.2009	AT505476A	15.01.2009
		AT10525U	15.05.2009
		INDEL200801657A	03.04.2009
CN1383965A	11.12.2002	CN1129680C	03.12.2003
CN1544223A	10.11.2004	CN1315624C	16.05.2007
CN1851115A	25.10.2006	CN100503907C	24.06.2009
JP2005126871A	19.05.2005	JP4336562B2	30.09.2009
US2009127750A	21.05.2009	US2005230860A	20.10.2005
		US7459015B	02.12.2008
CN101429734A	13.05.2009	AT505492A	15.01.2009
		INDEL200801656A	06.03.2009

国际检索报告

国际申请号
PCT/CN2010/001359

A. 主题的分类		
D01F2/00(2006.01)i		
按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和 IPC 两种分类		
B. 检索领域		
检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)		
包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献 D01F,D02G,D21H,D21C		
在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称, 和使用的检索词(如使用)) CNPAT,CNKI,WPI,EPODOC: 竹,浆, 纤维,纺丝, L Y O C E L L, T E N C E L, 莱奥赛尔,来奥赛尔, 吗琳,溶剂,氧化胺,N M M O, BAMBOO, AMINE ,OXIDE?, MORPHOLINE, FIBER?,FIBRE?,FILAMENT?,STAPLE?,SPIN+,SPUN		
C. 相关文件		
类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求
Y	CN1760412A(东华大学), 19.4 月 2006 (19.04.2006), 权利要求 1, 实施例 1-3	1-9
X	CN1760412A(东华大学), 19.4 月 2006 (19.04.2006), 权利要求 1, 实施例 1-3	10
Y	CN1472374A(东华大学),04.2 月 2004 (04.02.2004), 说明书第 4 页 12-22 行, 权利要求 1-3, 实施例 1-2	1-9
X	CN1472374A(东华大学),04.2 月 2004 (04.02.2004), 说明书第 4 页 12-22 行, 权利要求 1-3, 实施例 1-2	10
PX	CN101694019A(上海里奥纤维企业发展有限公司),14. 4 月 2010 (14.04.2010), 权利要求 1-10	1-10
X	CN101358384A(连津格股份公司), 04.2 月 2009(04.02.2009), 权利要求1, 9, 10	10
<input checked="" type="checkbox"/> 其余文件在 C 栏的续页中列出。 <input checked="" type="checkbox"/> 见同族专利附件。		
* 引用文件的具体类型: “A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件 “E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利 “L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件(如具体说明的) “O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件 “P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件		“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件 “X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性 “Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性 “&” 同族专利的文件
国际检索实际完成的日期 15. 11 月 2010 (15.11.2010)		国际检索报告邮寄日期 16.12 月 2010 (16.12.2010)
ISA/CN 的名称和邮寄地址: 中华人民共和国国家知识产权局 中国北京市海淀区蓟门桥西土城路 6 号 100088 传真号: (86-10)62019451		授权官员 王趁红 电话号码: (86-10) 62084566

C(续). 相关文件		
类 型	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求
X	CN1383965A (许炯、王学杰), 11.12月 2002 (11.12.2002), 权利要求1	10
X	CN1544223A (北京梦狐服饰科技开发有限责任公司), 10.11月 2004 (10.11.2004), 权利要求1	10
X	CN1851115A((东华大学), 25.10月 2006(25.10.2006), 权利要求1	10
X	JP2005126871A (NAFA SEIKATSU KENKYUSHO KK), 19.5月 2005 (19.05.2005), 权利要求 1.2.10-12	10
A	US2009127750A1(BIRLA RES INST APPLIED SCI), 21.5月 2009(21.05.2009), 全文	1-10
A	CN101429734A(连津格股份公司), 13.5月 2009(13.05.2009), 全文	1-10

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号
PCT/CN2010/001359

检索报告中引用的 专利文件	公布日期	同族专利	公布日期
CN1760412A	19.04.2006	CN100395384C	18.06.2008
CN1472374A	04.02.2004	CN1190531C	23.02.2005
CN101694019A	14.04.2010	无	
CN101358384A	04.02.2009	AT505476A	15.01.2009
		AT10525U	15.05.2009
		INDEL200801657A	03.04.2009
CN1383965A	11.12.2002	CN1129680C	03.12.2003
CN1544223A	10.11.2004	CN1315624C	16.05.2007
CN1851115A	25.10.2006	CN100503907C	24.06.2009
JP2005126871A	19.05.2005	JP4336562B2	30.09.2009
US2009127750A	21.05.2009	US2005230860A	20.10.2005
		US7459015B	02.12.2008
CN101429734A	13.05.2009	AT505492A	15.01.2009
		INDEL200801656A	06.03.2009