

I278541

3. 德國盧杜斯塔特 07407 · 格畢得街 6 號

Gebindestrasse 6, 07407 Rudolstadt, DE

4. 德國巴得布蘭肯伯 07422 · 舒瓦茲伯格 10 號

Schwarzburger Strasse 10, 07422 Bad Blankenburg, DE

國 籍：(中文/英文) 1.、2.奧地利/Austria；3.、4.德國 / Germany

肆、聲明事項：

☐ 本案係符合專利法第二十條第一項 ☐ 第一款但書或 ☐ 第二款但書規定之期間，其日期為： 年 月 日。

◎本案申請前已向下列國家（地區）申請專利 ☒ 主張國際優先權：

【格式請依：受理國家（地區）；申請日；申請案號數 順序註記】

1. 德國；2003/04/01；103 14 878.7

2.

3.

4.

5.

☐ 主張國內優先權(專利法第二十五條之一)：

【格式請依：申請日；申請案號數 順序註記】

1.

2.

☐ 主張專利法第二十六條微生物：

☐ 國內微生物 【格式請依：寄存機構；日期；號碼 順序註記】

☐ 國外微生物 【格式請依：寄存國名；機構；日期；號碼 順序註記】

☐ 熟習該項技術者易於獲得，不須寄存。

玖、發明說明：

發明所屬之技術領域

本發明係一種從含有紡絲溶液的水、纖維素、以及叔胺氧化物製造溶劑拉紡(Lyocell)纖維的方法及裝置，以及以這種方法製造出來的紡絲。

先前技術

本發明的製造方法是先將紡絲溶液擠壓成紡絲，接著將紡絲拉伸，並使其通過一個沉澱槽，最後再凝結出紡絲的纖維素。

從溶解在一種叔胺氧化物(例如 N-甲基-嗎福淋-N-氧化物)及水中的纖維素製造出纖維的製造方法(在以下的說明中"纖維"和"絲線"代表的意義是相同的，也就是說二者是同義字)是由 US-A-4 142 913、US-A-4 144 080、US-A-4 211 574、US-A-4 246 211、US-A-4 261 941、以及 US-A-4 416 698 等專利所提出，這種常造方法京稱為溶劑拉紡製造方法。這些由 McCorsely 提出的專利首度提出以下製造溶劑拉紡絲的基本原則：在一個空隙中分三個步驟將紡絲溶液擠壓成紡絲、在空隙中拉伸被擠壓出來的紡絲、以及在沉澱槽中沉澱出纖維素。

在沉澱及凝結出纖維素後，即可對紡絲進行進一步的加工，例如可以對紡絲進行洗滌、乾燥、加入添加物等加

工步驟，或是將紡絲浸潤。也可以將紡絲切割以製造人造纖維。

溶劑拉紡製造方法的優點是合乎環保要求，而且能夠以噴紡方式製造出力學特性優良的絲線(纖維)。McCorsely 還對溶劑拉紡製造方法進行多方面的改良，使其經濟效益獲得大幅度的提升。

溶劑拉紡纖維的結構、紡織特性、以及製造方法均不同於如 DE-A-100 16 307、DE-A-197 53 806、DE-A-197 21 609、DE-1-195 11 151、DE-A-43 12 219 等專利提出的其他纖維素纖維的結構、紡織特性、以及製造方法。

相較於上述專利提出的製造方法，溶劑拉紡製造方法的一個特殊問題是剛擠壓出來的紡絲具有很大的表面膠黏性：只要紡絲一碰觸到空隙就會立刻黏在空隙上，結果不但會造成纖維品質變差，甚至可能導致製造過程中斷，而必須重新接上紡絲。為解決這個問題，McCorsely 在 DE-A-284 41 63 中提出的方法是使紡絲在空隙中通過一個帶有沉澱槽溶液的滾筒。但是這種裝置對於高速噴絲並非切實可行。因此一系列針對 McCorsely 的製造方法提出的改良措施均致力於降低紡絲在空隙中的表面膠黏性，以及改善製造過程的穩定性。

目前在製造溶劑拉紡纖維(或稱溶劑拉紡絲線)時被廣泛採用的一種措施是對在空隙中的紡絲吹以一種冷卻氣體，使剛被擠壓出來的紡絲的表面冷卻，以降低紡絲的表面膠黏性。在專利 WO-A-93 9230、WO-A-95 01470、WO-A-95 01473 中都有關於這種吹冷措施的說明。根據這些專利的說明，在實際操作時應依據將紡絲擠壓出來的擠壓開口的配置，使用不同的吹冷方式及吹冷裝置。

製造溶劑拉紡纖維的另外一個問題是沉澱槽的配置。由於擠壓速度很快，紡絲會以很快的速度浸入沉澱槽溶液中，並帶動其周遭的沉澱槽溶液。這樣就會在沉澱槽中造成沉澱槽溶液的流動，導致沉澱槽表面動蕩不安，使紡絲在浸入沉澱槽時會承受可能會其拉斷的機械應力。

如果擠壓開口是按照圓形方式配置，為了使沉澱槽表面盡可能保持平靜，專利 DE-A-100 60 877 及 DE-A-100 60 879 提出的方法是使紡絲通過裝有沉澱槽的沉澱漏斗。在這些沉澱漏斗中，沉澱槽溶液及紡絲會一起從沉澱漏斗的底部流出。如專利 DE-A-44 09 609 指出，這個因重力而形成的沉澱槽溶液及紡絲的流動可以被利用來拉伸紡絲。

如果擠壓開口是按照矩形方式配置，則只要按照專利 DE-A-100 37 923 的方式使紡絲構成一片平坦的幕簾，並在沉澱槽中將這片平坦的幕簾朝沉澱槽表面翻轉，即可得到

很好的效果。採用此配置方式時應在沉澱槽中設置一個翻轉裝置。

到目前為止，現有的專利對於在經過擠壓及纖維素的凝結後，如何將溶劑拉紡纖維再加工製成具有特定力學性質的紡絲均甚少提及。

在一篇紡織學的基礎研究文章“溶劑拉紡類的新纖維有什麼新的特色?”(Lenzinger 報告 9/94, 37—40 頁)中的基本出發點是，纖維結構及纖維特性是由在擠壓過程及緊接在擠壓過程之後進行的拉伸過程中的分子定位所決定。在這一點上溶劑拉紡纖維與專利 DE-1-197 53 806、DE-A-197 21 609、DE-A-195 11 151、DE-A-100 16 307、DE-A-43 12 219 所描述的纖維有極大的差異。

這個構想被新的專利採納，並被應用在實際的製造工作中。因此在 EP-A-823 945、EP-A-853146、以及 DE-A-100 23 391 提出的裝置中，被擠壓出來的紡絲在經過拉伸後及在被拉伸的紡絲中的纖維素凝結後都會在不受到應力作用的狀態下接受進一步的加工。之所以如此是因為這些專利的基本構想是經過拉伸及凝結的紡絲的力學特性不會再發生變化。

專利 EP-A-494 851 單獨提出一種與上述方式反其道而

行的方法：使被擠壓出來及凝結的纖維素在幾乎沒有應力的情況下被拉伸。這種方法的重點是不對剛擠壓出來的紡絲進行拉伸動作。這個由專利 EP-A-494 851 提出的看似不可能再進一步發展下去的不尋常的溶劑拉紡加工方法應該要能夠對紡絲進行後續的造型作業。因此專利 EP-A-494 851 提出的這種方法類似於一種塑性變形程序，其中初始材料(未經拉伸的溶劑拉紡纖維)僅具有類似於軟橡膠般的緊實度。但是以專利 EP-A-494 851 提出的方法製造出來的纖維所具有的力學特性並不能符合現今的要求。

專利 DE-A-102 23 268 指出，如果將浸濕裝置同時用於紡絲的拉伸，即可使一種多段式沉澱並同時對紡絲進行多段式拉伸的製造方法獲得實現。不過這種方法雖然能夠減少處理媒介，以及改善對沉澱過程的控制，但是這種再拉伸的方式對紡絲的紡織特性幾乎不能產生任何影響。

如”來自胺氧化物之纖維素纖維的結構形成”(Lenzinger 報告 9/94，31—35 頁)一文指出，目前業界主要是以動用指令系統的方法來改變溶劑拉紡纖維的力學特性(例如抗纏繞強度、原纖維化作用的傾向、抗拉強度)。這種方法是經由改變紡絲溶液中的纖維素濃度(請參考專利 WO-A-96 18760)、卸料條件的變化(請參考專利 DE-A-42 19 658)、使用添加劑(請參考專利 DE-A-44 26 966、DD-A-218 121、WO-A-94 20656)、以及改變沉澱條件(請參

考專利 AT-B-395 274)等方式來改變溶劑拉紡纖維的紡織物理特性。不過這些方法不但在製程中要法被精確的控制，而且都只能夠以間接的方式改變溶劑拉紡纖維(或稱溶劑拉紡絲線)的力學特性。

發明內容

本發明的目的是進一步改良已知的製造溶劑拉紡纖維的方法及設備，以便能夠經由一種易於控制的操作程序達到改善溶劑拉紡纖維的力特性(例如抗纏繞強度及抗拉強度)的目的。

為達到上述目的，本發明提出的方法是對以前面說明的製造方法製造出來的經過拉伸的紡絲同時進行再拉伸及熱處理。

至於對前面說明的製造設備，本發明提出的改良方式是另外裝設第二個拉伸裝置，其作用是將經過第一個拉伸裝置拉伸的紡絲進行再拉伸，以及在第二個拉伸裝置所在的範圍內裝設一個加熱裝置，其作用是在第二個拉伸裝置對紡絲進行再拉伸時同時將紡絲加熱。

另人驚訝的是，在空隙中已經被拉伸過一次並在之後凝結的紡絲在經過再拉伸之後，其力學性質(特別是濕式模數)遠較一般的溶劑拉紡纖維為佳。在第一次試驗後，濕式

模數會因為在再拉伸過程中進行的熱處理而略微降低，同時纖維的彈性也會變得更大一些。

和專利 DE-A-102 23 268 提出的方法和設備相比，本發明提出的在再拉伸過程中同時進行熱處理的方法對於改善溶劑拉紡纖維的紡織特性具有決定性的貢獻。

以本發明的方法製造出來的溶劑拉紡纖維的濕式模數至少可以達到 250 cN/tex，每 25 根纖維的濕式耐磨數/耐打光數至少可以達到 18。以本發明的方法甚至可以使濕式模數達到至少 300 cN/tex 及/或 350 cN/tex 的程度。可以將濕式最大拉伸量設定為一個相當小的值，例如最大為 12%。

事先設定用來再拉伸紡絲的拉應力愈大，所製造出來的絲線及纖維顯現的濕式模數就愈大。如果按照本發明的方法的一種有利的實施方式將用來再拉伸紡絲的拉應力定設定為至少 0.8 cN/tex，則所製造出來的纖維的濕式模數會大幅度的超過一般纖維的濕式模數。如果按照本發明的方法的另外一種有利的實施方式將用來再拉伸紡絲的拉應力定設定為至少 3.5 cN/tex，則可以達到一更大的濕式模數。

一般來講，如果在再拉伸之前先使紡絲凝結，則可以達到一較大的濕式模數。

在洗滌或浸漬過程之後的熱處理可以作為乾燥過程的

方式進行，也就是所謂的應力乾燥。另外一種可行的方式是以蒸汽及/或乾蒸汽進行熱處理。以蒸汽及/或乾蒸汽進行熱處理時，可以在蒸汽及/或乾蒸汽中加入浸漬劑，這些浸漬劑會作用在紡絲上，以產生特定的化學處理作用。

熱處理最好是在一個烘箱中進行，在這個烘箱中，在兩個高迪特式輪之間的經過拉伸及凝結的紡絲被以一個事先設定的拉應力再拉伸。在再拉伸的過程中，可以用高溫的惰性氣體、熱空氣、蒸汽、或是乾蒸汽吹過高迪特式輪的表面，使位於其上的紡絲通過高迪特式輪。

由於在經過再拉伸後，紡絲的自然捲曲的傾向會大為降低，因此當再拉伸的過程結束後即可將紡絲捲曲成形。在將紡絲捲曲成形的過程中也可以同時以乾蒸汽進行熱處理。

最後可以切割紡絲以製造人造纖維。

實施方式

以下以本發明的方法的一種實施方式並配合圖、試驗數據、以及試驗範例對本發明的方法做進一步的說明。

以下首先依據圖 1 的示意圖說明製造溶劑拉紡纖維的設備(1)的基本結構。圖 1 的設備(1)是用來製造溶劑拉紡

人造纖維。

含有高黏滯性的紡絲溶液的水、纖維素、以及叔胺氧化物(例如 N-甲基-嗎福淋-N-氧化物)是經由一個管路系統(2)被引入。管路系統(2)是由多個經由標準法蘭(2b)聯結在一起的具有一定長度的模組化流體管路(2a)所構成。

在流體管路(2a)內裝有一個內部溫度調節裝置(3)，這個經由在管路系統(2)內流動的紡絲溶液的溫度被調節的內部溫度調節裝置(3)是裝設在流體管路(2a)內紡絲溶液的核心流動路徑上。

如箭頭(5)所示，一道經溫度調節的流體會經由設置在兩段相鄰的流體管路之間的供料模組(4)被引導通過內部溫度調節裝置。供料模組(4)具有與標準法蘭相同的尺寸，並且可以和標準法蘭聯結在一起。在管路系統(2)中，每間隔一定的距離就由一個設置在流體管路(2a)之間的爆裂模組(6)取代供料模組(4)。爆裂模組(6)具有與供料模組(4)相同的尺寸。爆裂模組(6)具有在圖 1 中繪出的爆裂體，當管路系統(2)內的壓力超過一個事先設定的壓力時，這些爆裂體就會爆裂，以便將壓力向外釋放，尤其是在因為紡絲溶液過度老化或過熱而突然發生放熱反應時，更容易造成爆裂體爆裂。爆裂時向外逸出的紡絲溶液會被收集到儲存箱(7)內，然後再被回收或排出。

紡絲液經由管路系統(2)被送至噴絲頭(8)。噴絲頭(8)具有一個噴絲嘴(9)，噴絲嘴(9)上有多達數千個擠壓開口(未在圖1中繪出)。紡絲溶液會經由這些擠壓開口被擠壓成紡絲(10)。這些擠壓開口在噴絲嘴(9)上的配置方式可以是圓形、圓環形、或是矩形，在以下的說明中僅以矩形配置的噴絲嘴為例加以說明。

為了能夠在擠壓開口上達到理想的噴絲條件，除了在管路系統(2)內設置溫度調節裝置(3)外，還可以在管路系統(2)內設置其他的裝置，這些裝置也都可以經由標準法蘭與流體管路(2a)、供料模組(4)、或是爆裂模組(6)聯結在一起。例如可以在管路系統(2)內設置一個均壓容器(11a)，這個均壓容器(11a)可以經由改變內容積的方式來平衡管路系統(2)內紡絲溶液的壓力起伏及體積流量起伏，並確保在噴絲頭(8)的噴絲開口能夠維持均勻的擠壓壓力。

此外，可以在管路系統(2)內設置一個帶有一個可回沖的過濾元件(圖中未繪出)的機械式過濾裝置(11b)。這個過濾元件的細度介於5"m及25"m之間。在輸送紡絲溶液的過程中，通過過濾裝置(11b)的紡絲溶液會受到連續式的過濾(使用交替運作的中間容器)或不連續式的過濾。

擠壓開口緊鄰一個空隙(12)，剛被擠壓出來的紡絲(10)從橫向通過這個空隙(12)，並在這個空隙(12)中受到一個拉

應力拉伸。在空隙(12)中有一道由氣流產生裝置(14)產生的冷卻氣流(13)對著紡絲(10)吹拂。經由一個空調裝置(15)可以將溫度、濕度、以及冷卻氣流(13)的成份調整到一個事先設定的數值，或是在數個可以事先設定的數值之間進行調整。

冷卻氣流(13)在與噴絲嘴間隔一段距離的位置作用於紡絲(10)上，並在擠壓方向(E)上具有一個速度分量，因此紡絲也會受到冷卻氣流(13)的拉伸。為了達到良好的熱傳遞效果，故將冷卻氣流(13)設計成一種紊流/渦流。

紡絲(10)在橫向通過空隙(12)後進行一個沉澱槽(16)。為了避免沉澱槽(16)的表面(17)產生動盪，冷卻氣流(13)應與沉澱槽(16)的表面(17)相隔一足夠的距離，以免吹到沉澱槽(16)的表面(17)。

在沉澱槽(16)中紡絲(10)被一個滾筒狀的翻轉裝置(18)翻轉到一個位於沉澱槽(16)上方的聚束裝置(19)上，在這個過程中，紡絲(10)會穿出沉澱槽(16)的表面(17)。翻轉裝置(18)可以是一種固定式的翻轉裝置，也可以是一種會隨著紡絲一起轉動的轉動式翻轉裝置。可以使聚束裝置(19)轉動以作為第一個拉伸裝置的，此時聚束裝置(19)會經由翻轉裝置(18)對紡絲(10)施以一個一直作用到噴絲嘴(9)的擠壓開口的反轉拉應力，以便拉伸紡絲(10)。當然也可

以用翻轉裝置(18)作為拉伸裝置。

為了盡可能小心、有節制的拉伸紡絲(10)，也可以僅用冷卻氣流(13)作為第一個拉伸裝置。這樣做的好處是，拉應力是經由一個分佈作用在紡絲表面上的磨擦應力被引入紡絲(10)。

紡絲(10)被聚束裝置(19)聚集成一道紡絲束(20)。接著這些仍沾有沉澱槽溶液(16)的被聚集成紡絲束(20)的紡絲(10)會在沒有受到拉應力的情況下被放置在一個輸送裝置(21)上，並在其上以沒有受到拉應力的狀態被向前輸送。在紡絲在輸送裝置(21)上被向前輸送的過程中，紡絲的纖維素可以在盡可能最小的應力作用下完全凝結或幾乎完全凝結。

如圖 1 所示，輸送裝置(21)可以是一種振動式輸送器，其作用是以振動方式將一道或多道紡絲束(20)朝輸送方向(F)輸送。圖 1 中的雙箭頭(22)代表輸送裝置(21)的來回振動。經由輸送裝置(21)的來回振動，紡絲束(20)會被整齊的放置在輸送方向上。如果不使用以雙箭頭(22)代表的振動式輸送器，也可以使用其他種類的輸送裝置，例如由多個依序排列的高迪特式輪構成的輸送裝置，構成這種輸送裝置的每一個高迪特式輪均以幾乎相同的圓周速度轉動，或是以朝著輸送方向逐漸變小的圓周速度轉動。

在紡絲束(20)於輸送裝置(21)上被輸送的過程中，可以對紡絲束(20)進行各種不同的處理，例如可以對紡絲束(20)進行一次或數次洗滌及乾燥處理，以及經由一個噴水裝置(23)將處理媒介物(24)噴灑在紡絲束(20)上。

輸送裝置(21)將紡絲束(20)通過一個高迪特式輪(25)送入再拉伸裝置(26)內，使完全凝結的紡絲(10)在再拉伸裝置(26)內被再拉伸。

在圖 1 顯示的實施方式中，再拉伸的過程同時伴隨以應力乾燥為方式進行的熱處理，以便對紡絲(10)的力學特性造成最利利的影響。如果僅對紡絲(10)進行再拉伸的動作而不做熱處理，雖然會使紡絲(10)所能達到的力學特性略受影響，但仍優於以現有技術所能達到的力學特性。

也可以將再拉伸裝置(26)直接設置在聚束裝置(19)的後方，也就是設置在輸送裝置(21)及沉澱槽(16)之間，這樣就可以對經過再拉伸的紡絲進行後續的處理。

為了進行熱處理工作，可以在紡絲束(20)進入再拉伸裝置(26)的位置設置一個加熱裝置(27)，這個加熱裝置(27)的作用是將紡絲束(20)加熱到一個事先設定的溫度，同時至少使紡絲束(20)達到表面乾燥的程度。

紡絲在再拉伸裝置(26)內會被引導通過兩個高迪特式輪(28, 29)，這兩個高迪特式輪(28, 29)被轉動的方式使其會以一事先設定的再拉伸拉應力 Z_N 拉伸位於其間的紡絲束(20)。被這個拉應力再拉伸的紡絲束於再拉伸期間會受到高溫的隋性氣體、熱空氣、蒸汽、乾蒸汽的吹拂，使其保持在一個事先設定的高溫狀態，並且可以如箭頭(30)所示將其浸泡在膨脹劑或其他化學藥劑中，以進行化學纖維處理。為了強化乾燥的效果，也可以將高迪特式輪(28, 29)一併加熱。

由於經過再拉伸的紡絲束(20)的捲曲度小於一般纖維的捲曲度，因此接下來要使紡絲束(20)通過一個填塞箱(31)被捲曲。然後再以切割裝置(32)切割紡絲束(20)。如果要製造的是連續不斷的纖維，當然就不需要進行捲曲和切割的步驟。

圖 2 顯示再拉伸裝置(26)的一種實施方式的示意圖。在這種實施方式中，再拉伸作業是以一種應力乾燥的方式進行。

如在關於圖 1 的說明中所指出的，再拉伸裝置(26)具有兩個高迪特式輪(28, 29)，這兩個高迪特式輪(28, 29)被轉動的方式使其會以一事先設定的再拉伸拉應力 Z_N (至

少是 0.8 cN/tex，且最好是至少 3.5 cN/tex)拉伸位於其間的紡絲束(20)。例如可以使接在輸送方向(F)之後的高迪特式輪(29)以比位於輸送方向(F)之前的高迪特式輪(28)更快的速度轉動，使高迪特式輪(29)及纏繞在高迪特式輪上的紡絲束(20)之間會形成一個決定拉應力 Z_N 的轉差率。

也可以利用紡絲束(20)在乾燥過程中的收縮來拉伸紡絲束(20)：由於紡絲束在乾燥過程中的長度會變短，因此如果這個長度縮短的效應沒有被高迪特式輪(28，29)的轉動速度抵消掉，則在長度縮短的同時就已經產生再拉伸的作用。因此，只要使高迪特式輪(28，29)以相同或相差極小的速度轉動，就可以利用這種方式(紡絲束收縮)達到再拉伸的作用。

高迪特式輪(28)及/或高迪特式輪(29)可以具有一個至少可以讓氣體透過的表面(30)，使從高迪特式輪(28，29)的內部透出這個表面的高溫的隋性氣體、熱空氣、蒸汽、或是乾蒸汽會被纏繞在高迪特式輪(28，29)上的紡絲束(20)的壓迫。

除了如圖 2 所示的纏繞方式外，另外一種可行的方式是如圖 3 所示在高迪特式輪(28，29)的對面分別設置一個同樣是可以讓蒸汽透過且會主動會被動跟著轉動的滾筒(28a，29a)。滾筒(28a，29a)也具有透氣的表面，隋性氣體或蒸汽會透過此透透氣表面被吸走。如果不使用滾筒，也

可以用大型的軋輥來取代。

也可以用較大的軋輥或吸鼓來取代高迪特式輪，這些較大的軋輥或吸鼓需具有穿孔表面，以便讓熱氣能夠透過穿孔表面被吸走。

同樣的，熱空氣或其他的一種隋性氣體、蒸汽、乾蒸汽也會在高迪特式輪(28，29)之間的區域被氣體或紡絲束(20)引導。以下是關於以一系列的試驗來證明再拉伸的效果的說明。

這些試驗是以一道由 79270 根紡絲構成的紡絲束及總滴定量為 110978 dtex(相當於單一滴定量為 1.4 dtex)為試體來進行，並將試驗數據詳列於表 1。

在第一系統的試驗(試驗 1 至試驗 7)中，紡絲束是在不同的條件下以 73℃ 的溫度乾燥 15 分鐘。

在試驗 1 中，紡絲束是在無應力作用的情況下被乾燥。

在試驗 2 中，紡絲束是在無應力作用的情況下被乾燥，然後再被弄濕，接著再在有應力作用的情況下被乾燥。同時將紡絲束引導通過兩個相距 50 cm 的吊環，並在乾燥過程中於兩端各加上 19 kg 的重量。

在試驗 3 中，紡絲束是在無應力作用的情況下被乾燥，然後再被弄濕，接著再在有應力作用的情況下被乾燥。同時將紡絲束引導通過兩個相距 50 cm 的吊環，並在兩端各加上 38 kg 的重量。

在試驗 4 中，紡絲束被兩個相距 38 cm 的夾子拉緊，然後再被乾燥。

在試驗 5 中，潮濕的紡絲束是在有應力作用的情況下被乾燥。紡絲束被引導通過兩個相距 50 cm 的吊環，並在兩端各加上 9 kg 的重量。

在試驗 6 中，潮濕的紡絲束是在有應力作用的情況下被乾燥。紡絲束被引導通過兩個相距 50 cm 的吊環，並在兩端各加上 19 kg 的重量。

在試驗 7 中，潮濕的紡絲束是在有應力作用的情況下被乾燥。紡絲束被引導通過兩個相距 50 cm 的吊環，並在兩端各加上 38 kg 的重量。

第二系列的試驗是在將紡絲束乾燥之前先以氫氧化鈉溶液 (NaOH) 處理：先將紡絲以濃度為 5% 的氫氧化鈉溶液處理 5 分鐘，接著再以完全去電離的水清洗。將氫氧化鈉溶

液以濃度為 1% 的蟻酸中和，然後再以完全去電離的水清洗。

接著將紡絲束放在乾燥器中以 73°C 的溫度乾燥 30 分鐘。

在試驗 8 中，紡絲束是在無應力作用的情況下被乾燥。

在試驗 9 中，紡絲束是在無應力作用的情況下被乾燥，然後再被弄濕，接著再在有應力作用的情況下被乾燥。同時將紡絲束引導通過兩個相距 50 cm 的吊環，並在兩端各加上 19 kg 的重量。

在試驗 10 中，紡絲束是在無應力作用的情況下被乾燥，然後再被弄濕，接著再在有應力作用的情況下被乾燥。同時將紡絲束引導通過兩個相距 50 cm 的吊環，並在兩端各加上 38 kg 的重量。

在試驗 11 中，紡絲束被兩個相距 38 cm 的夾子拉緊，然後再被乾燥。

在試驗 12 中，潮濕的紡絲束是在有應力作用的情況下被乾燥。紡絲束被引導通過兩個相距 50 cm 的吊環，並在兩端各加上 9 kg 的重量。

在試驗 13 中，潮濕的紡絲束是在有應力作用的情況下被乾燥。紡絲束被引導通過兩個相距 50 cm 的吊環，並在兩端各加上 19 kg 的重量。

在試驗 14 中，潮濕的紡絲束是在有應力作用的情況下被乾燥。紡絲束被引導通過兩個相距 50 cm 的吊環，並在兩端各加上 38 kg 的重量。

接著測定乾燥的紡絲束的滴定量、與細度有關的最大拉力、最大拉力伸長量、與細度有關的濕式最大拉力、濕式最大拉力伸長量、與細度有關的纏繞最大拉力、濕式模數、以及濕式耐磨數/耐打光數。測定方式係按照以下的試驗步驟進行。

按照 DIN EN ISO 1973 規定的方式測定滴定量。按照 DIN EN ISO 5079 規定的方式測定(濕式)最大拉力及(濕式)最大拉力伸長量。按照 DIN EN ISO 53843 第 2 部分規定的方式測定纏繞最大拉力。

按照 Alceru Schwarza GmbH(股份有限公司)制定的試驗步驟 ASG N 211 對 DIN EN 1973 定義之可以應用的纖維束來測定濕式模數。測定濕式模數的試驗是在一部具有固定的伸長速度及小位移量的電子測力裝置的拉力試驗機上

進行。紡絲束的伸出長度為 $10.0 \text{ mm} \pm 0.1 \text{ mm}$ 。如果滴定量大於 2.4 dtex ，則與細度有關的預應力為 $2.5 \text{ mN/tex} \pm 0.5 \text{ mN/tex}$ 。如果滴定量小於或等於 2.4 dtex ，則使用一個 50 mg 的預應力塊。如果平均濕式撕裂伸長小於或等於 10% ，則使用 2.5 mm/min 的伸長速度；如果平均濕式撕裂伸長在 10% 至 20% 之間，則使用 5.0 mm/min 的伸長速度；如果平均濕式撕裂伸長大於 20% ，則使用 7.5 mm/min 的伸長速度。

將 5 道紡絲束放入裝有濕潤劑溶液的淺盤中至少浸泡 10 秒鐘，在將紡絲束放入淺盤之前先將預應力塊連接在每一道紡絲束的一端。從淺盤中將浸泡時間最久的試體(紡絲束)取出進行拉力試驗，每完成一次拉力試驗就將一個新的試體放入淺盤中浸泡。

在預應力作用期間將要被夾住的紡絲束的沒有連接預應力塊的一端固定在拉力試驗機上，接著將位於下方的固定夾關上，並將裝有濕潤劑溶液的浸泡容器升高，使濕潤劑溶液的液面盡可能接近但並不致於碰觸到位於上方的固定夾。上下固定夾之間的距離應隨著前述說明的伸長速度的增加而變大，直到伸長度達到 5% 為止。當伸長度達到 5% 時，應立即使位於下方的固定夾停止移動，並測定濕式拉力(單位： mN)至小數點以下一位。

濕式模數 M (單位：mN/tex)是由經試驗的紡絲束的濕式拉力 F 的算術平均值(單位：mN)及平均細度 T (單位：tex)按照 $M=F/(T*0.05)$ 的公式計算而得，並進位至整數。

以 SMK 股份有限公司(SMK Prazisionsmechanik Gera GmbH)生產的 FNP 纖維濕式試驗機測定濕式耐磨數/耐打光數。濕式耐磨數/耐打光數是指在一定的預應力作用下，固定在 FNP 纖維濕式試驗機中的纖維被打光軸打光至斷裂時的打光軸的轉動次數。滴定量在 1.2 至 1.8 dtex 之間時，所使用的預應力塊的重量為 70 mg。打光軸的轉數為每分鐘 400 轉，纏繞角為 45 度。打光軸具有一條織物軟管。

從表 1 的試驗數據可以看出，相較於一般未經過再拉伸的纖維(試驗 1)，經過再拉伸的纖維的濕式模數及濕式耐磨數/耐打光數都有大幅度的提高。在無應力作用的情況下被乾燥、然後再被弄濕、接著再在有應力作用的情況下被乾燥的紡絲束(試驗 2、3、9、10)在荷重為 38 kg(相當於 3.12 cN/tex)的情況下所能達到的濕式模數會大於荷重為 19 kg(相當於 1.6 cN/tex)的情況下所能達到的濕式模數，但是濕式耐磨數/耐打光數則會略微變少。在承受較大荷重的情況下所能達到的濕式模數會大於試驗 5—7 及試驗 12—14 中潮濕的紡絲束在有應力作用的情況下被乾燥所能達到的濕式模數。

不論是在潮濕或乾燥狀態下對經過再拉伸的纖維測得的最大拉力和試驗 1 中未經過再拉伸的纖維相比幾乎都沒有任何改變。經過再拉伸的纖維的最大拉力伸長量及纏繞最大拉力之所以變小可以由其濕式模數及濕式耐磨數/耐打光數的提高獲得解釋，也就是說，經過再拉伸的纖維比未經過再拉伸的纖維更容易脆裂、但更富有延展性。

以上的試驗結果證實經由再拉伸(應力乾燥)可以使纖維具有更好的濕式模數及濕式耐磨數/耐打光數。

表 1

	滴定量 dtex	與細度有關的 最大拉力 N/tex	最大拉力 伸長量 %	與細度有關的濕式 最大拉力 cN/te	濕式最大拉力 伸長量 %	與細度有關的纏繞 最大拉力 cN/te	濕式模數 cN/te	每25根纖維的濕式 耐磨數/ 耐打光數
試驗 1	1.378	42.1	11.5	33.4	12.2	11.8	244	22
試驗 2	1.450	43.2	9.7	32.9	11.2	7.3	272	48
試驗 3	1.379	46.2	8.7	38.8	11.7	5.5	366	42
試驗 4	1.420	43.6	10.5	29.3	11.8	11.9	308	34
試驗 5	1.538	42.3	10.1	32.5	11.6	9.3	260	56
試驗 6	1.423	42.3	10.0	32.5	12.4	7.7	288	38
試驗 7	1.434	42.2	10.8	31.7	11.7	7.5	286	31
試驗 8	1.390	3.94	10.6	31.8	12.4	9.6	258	23
試驗 9	1.415	4.13	9.5	30.5	10.6	4.5	308	48
試驗 10	1.436	40.4	8.6	33.4	11.2	5.0	346	35
試驗 11	1.441	42.3	10.4	31.0	12.9	11.9	278	47
試驗 12	1.369	42.6	9.7	27.8	11.0	8.8	294	39
試驗 13	1.425	41.2	8.5	33.4	10.7	6.7	356	38
試驗 14	1.381	42.1	9.3	28.0	9.5	5.6	334	40

圖式簡單說明

圖 1：製造再拉伸之溶劑拉紡纖維的設備示意圖。

圖 2：再拉伸裝置的一種實施方式示意圖。

圖 3：再拉伸裝置的另外一種實施方式示意圖。

主要元件之圖號說明

1..設備；2..管路系統；2a..流體管路；2b..標準法蘭；
3..調節裝置；4..供料模組；6..爆裂模組；7..儲存箱；
8..噴絲頭；9..噴絲嘴；10..紡絲；12..空隙；13..冷卻氣流；
14..氣流產生裝置；15..空調裝置；16..沉澱槽；17..表面；
18..翻轉裝置；19..聚束裝置；20..紡絲束；21..輸送裝置；
23..噴水裝置；24..媒介物；26..再拉伸裝置；27..加熱裝置；
25、28、29..高迪特式輪；31..填塞箱；32..切割裝置；
11a..均壓容器；11b..過濾裝置；28a、29a..滾筒

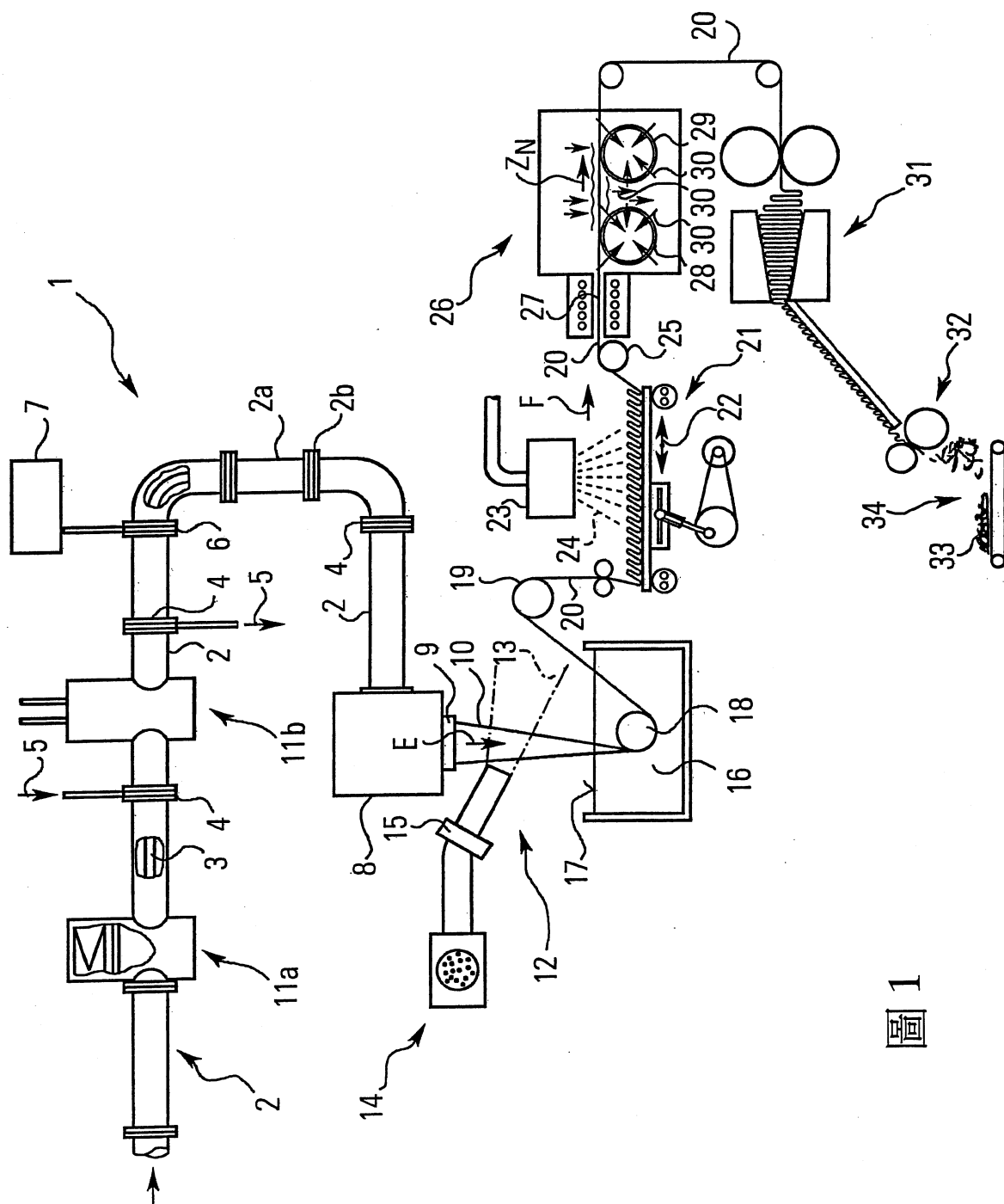


圖 1

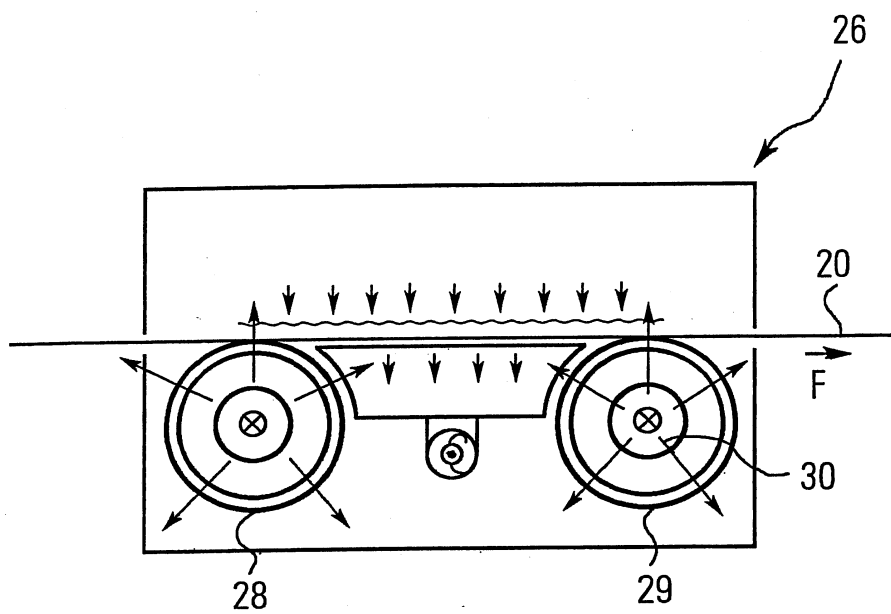


圖 2

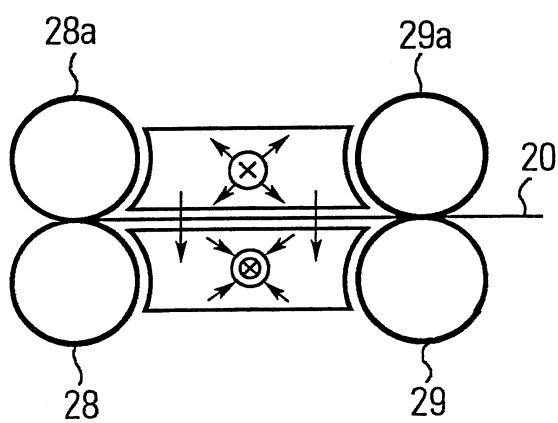


圖 3

柒、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第（ 1 ）圖。

(二)本代表圖之元件代表符號簡單說明：

1..設備；2..管路系統；2a..流體管路；2b..標準法蘭；
3..調節裝置；4..供料模組；6..爆裂模組；7..儲存箱；
8..噴絲頭；9..噴絲嘴；10..紡絲；12..空隙；13..冷卻
氣流；14..氣流產生裝置；15..空調裝置；16..沉澱槽；
17..表面；18..翻轉裝置；19..聚束裝置；20..紡絲束；
21..輸送裝置；23..噴水裝置；24..媒介物；26..再拉伸
裝置；27..加熱裝置；25、28、29..高迪特式輪；31..
填塞箱；32..切割裝置；11a..均壓容器；11b..過濾裝置

捌、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

95年4月14日修(X)正換頁

公告本

I278541

(2006年4月修正)

發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：93105330

※申請日期：93.3.1

※IPC 分類：D01F 2/60, D02J 1/22, 13/60

壹、發明名稱：(中文/英文)

製造再拉伸纖維素紡絲的方法及設備

METHOD AND DEVICE FOR PRODUCING POST-STRETCHED CELLULOSE SPUN
THREADS

貳、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

濟馬股份公司/Zimmer AG

代表人：(中文/英文) 1. M·G·摩托 / M. G. Martl、2. G·高偉 / G. GoBwein

住居所或營業所地址：(中文/英文)

德國梅茵河畔法蘭克福市伯希蓋 1 號

Borsigallee 1 60388 Frankfurt am Main Germany

國籍：(中文/英文) 德國/Germany

參、發明人：(共 4 人)

姓名：(中文/英文)

1. 史帝芬·希凱利 / Stefan ZIKELI

2. 卡盧斯·威帝格 / Klaus WEIDINGER

3. 路茲·格拉塞 / Lutz GLASER

4. 威奈爾·史曼 / Werner SCHUMANN

住居所地址：(中文/英文)

1. 奧地利湯爾坎·史查查 14 號

Schacha 14, 4850 Timelkam, Austria

2. 奧地利連仁 4860·弗雷威格 10 號

Föhrenweg 10, 4860 Lenzing, Austria

伍、中文發明摘要：

本發明係一種從含有紡絲溶液的水、纖維素、以及叔胺氧化物製造溶劑拉紡纖維的方法及設備。紡絲溶液會被擠壓成紡絲(10)，接著紡絲(10)會被拉伸，並被引導通過一個沉澱槽(16)，以便將纖維素沉澱出來。令人驚訝的是，按照本發明的方法以一個再拉伸裝置將被拉伸過的纖維再拉伸後，所製造出來的溶劑拉紡纖維的強度會大幅提高。經過再拉伸的溶劑拉紡纖維的濕式模數至少可以達到 260 cN/tex。

陸、英文發明摘要：

The invention relates to a method and device for producing Lyocell fibers from a spinning solution containing water, cellulose and tertiary amine oxide. The spinning solution is extruded to form spun threads (10). The spun threads (10) are stretched and guided through a precipitation bath (16) in order to precipitate the cellulose. It has been surprisingly revealed that the strength of the Lyocell fibers can be increased when the stretched fibers are subjected to a post-stretching in a post-stretching means. The post-stretched Lyocell fibers have a wet modulus of at least 260 cN/tex.

拾、申請專利範圍：

1. 一種從含有紡絲溶液的水、纖維素、以及叔胺氧化物製造溶劑拉紡纖維的方法，該方法包含以下的步驟：

- 將紡絲溶液擠壓成紡絲(10)；
- 拉伸紡絲(10)；
- 使紡絲(10)通過一個沉澱槽(16)；

該方法的特徵為以下的步驟：

- 在被拉伸過的紡絲(10)通過沉澱槽(16)之後，同時對其進行再拉伸及熱處理。

2. 如申請專利範圍第 1 項的方法，其特徵為以下的步驟：

- 在拉伸之前先使紡絲(10)的纖維素凝結。

3. 如申請專利範圍第 1 項的方法，其特徵為以下的步驟：

- 在進行熱處理期間以高溫的隋性氣體加熱紡絲。

4. 如申請專利範圍第 1 項的方法，其特徵為以下的步驟：

- 在進行熱處理期間以蒸汽加熱紡絲。

5. 如申請專利範圍第 1 項的方法，其特徵為以下的步驟：

-- 使紡絲(10)在進入沉澱槽(16)之前先通過一個空隙(12)。

6. 如申請專利範圍第 5 項的方法，其特徵為以下的步驟：

-- 以一道冷卻氣流(13)吹拂位於空隙(12)中的紡絲(10)。

7. 如申請專利範圍第 1 項的方法，其特徵為以下的步驟：

-- 在拉伸過程及再拉伸過程之間以無拉應力的方式使紡絲前進。

8. 如申請專利範圍第 1 項的方法，其特徵為以下的步驟：

-- 將經過再拉伸的紡絲(10)捲曲。

9. 如申請專利範圍第 1 項的方法，其特徵為以下的步驟：

-- 將經過再拉伸的紡絲切割，以製造人造纖維。

10. 一種從含有紡絲溶液的纖維素、水、以及叔胺氧化物製造紡絲(10)的設備(1)，該設備(1)具有一個噴絲嘴(9)、一個裝有使纖維素沉澱的沉澱劑的沉澱槽(16)、可以

將紡絲拉伸的第一個拉伸裝置(13, 18, 19)、以及可以將經過第一個拉伸裝置(13, 18, 19)拉伸的紡絲(10)再拉伸的第二個拉伸裝置(28, 29), 紡絲溶液可以從噴絲嘴(9)被擠壓出來成為紡絲(10), 紡絲(10)會被引導通過沉澱槽(16), 該設備(1)的特徵為: 在第二個拉伸裝置(28, 29)所在區域設置一個可以在再拉伸過程中將紡絲(10)加熱的加熱裝置(27, 30)。

11. 一種溶劑拉紡纖維, 尤其是一種以前述申請專利範圍第 1 至 9 項中任一項的方法製造出來的溶劑拉紡纖維, 其特徵為: 濕式模數是 250-366 cN/tex, 且每 25 根纖維的濕式耐磨數/耐打光數是 18-56。

12. 如申請專利範圍第 11 項的溶劑拉紡纖維, 其特徵為: 濕式拉力伸長率為 0-12%。

13. 如申請專利範圍第 11 項的溶劑拉紡纖維, 其特徵為: 每 25 根纖維的濕式耐磨數/耐打光數是 25-56。