

384397

申請日期	86. 10. 23.
案 號	86115697
類 別	G01N 21/89

384397

A4  
公告本

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書  
~~新 型~~

一、發明 名稱	中 文	測定紡織纖維之染料吸收的方法
	英 文	PROCESS FOR DETERMINING THE DYE UPTAKE OF TEXTILE FIBRES
二、發明 人	姓 名	1. 羅伯特 珍 維 威 克      2. 安東 彼得 迪 維 傑 3. 羅伯特 亞 芬 斯 彼 得 文 格 賽
	國 籍	均 荷 蘭
三、申請人	住、居所	1. 荷蘭亞罕市凱薩賽街2號 2. 荷蘭奈米根市J.W.派斯街33號 3. 荷蘭亞罕市彼得郝威街62號
	姓 名 (名稱)	荷蘭商艾克索諾貝爾公司
代 表 人 姓 名	國 籍	荷 蘭
	住、居所 (事務所)	荷蘭亞罕市韋伯路76號
	代 表 人 姓 名	彼得·柯尼里斯·夏克威克 高特·菲德

(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

荷蘭

1997. 9. 1.

1006895

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)

本發明係關於測定紡織纖維之染料吸收之方法，更特別地是聚酯紡織纖維。

測定紡織纖維之染料吸收之習知，長期使用之方法係使用比較試驗，其中係測定具有不同之標準染料吸收之各種纖維樣品。因此將小片不同樣品之紗線編織成襪子。接著，襪子在標準條件下，以有限物質之染料染色，即，其間編織襪與溶解染料之液體接觸之時間太短，以致於無法使染料完全浸飽襪子，或完全吸收槽中之染料。另外，其問題為此試驗使用纖維物質緩慢吸收之染料，且此測定係在相對低溫下進行。染料吸收再藉由與鄰接之紗線樣品比較，指示紗線樣品之染料吸收為極佳，不良或普通最後評估。

此已知之方法之主要缺點為：

- 所得之結果為相對
- 此測定依進行此試驗之人員而定
- 此方法複雜且時間/人工密集
- 只可見到染料吸收比較大的差異

明顯地，可能藉由使用計光設備(例如 HunterLab 光譜計)去除本測定中存在之主要元件，但此情形中，襪子編織構造經發現對測定具有主要之影響。

因此，極需要快速且簡單地測定紡織纖維之染料吸收之方法，依此方式將可在纖維樣品間進行絕對之比較。本發明之方法可符合此要求。

本發明中之纖維物質係以高強度之單色光照射，且一部

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

## 五、發明說明(2)

份之散射光經捕獲，且通到光敏感之感應器，得到 Raman 光譜，在使用發現之 Raman 光譜之方法中，可計算得染料吸收之定量測量。

此應用中，纖維一詞係指人纖以及短纖，單纖，及紗線(單纖之組合)。

依本發明之方法對於所存在之纖維物質之形狀並不敏感。因此平順紗線及捲曲紗線之染料吸收均可測定。再者，纖維物質可能經捲繞，即在線軸上，或其可能經過額外之處理，其亦可能測定織物中之纖維之染料吸收。另外，其亦可能在不透明或不鮮艷纖維物質上之染料吸收。

存在之纖維物質應有的唯一條件為其需足量至可依再現之方式，在散射光之協助下測量精確之 Raman 光譜。若只使用少量之纖維物質，此意指需選擇較長的測量時間，以得到足夠精確之 Raman 光譜測量。

熟習本技藝者將了解製造可用之高強度單色光之各種方式。依本發明之測定中，較好使用配合雷射協助產生之單色光，因為此光為單色，且依高強度之雷射能量而定。

當選擇用於照射纖維物質之光之波長時，換言之，當照射光之波長增加時，散射光之強度減少，且發光現象在照射之影響下由纖維物質呈現。二現象不相容，其對於測定之精確均具負面影響。散射光強度之減少(即 Raman 訊號)約為  $1/\lambda^4$  之比例，其中  $\lambda$  為照射光之波長。發生發光現象之波長依纖維物質之化學組成而定。因此當照射大部份之纖維物質時，散射光減弱太強係見於光之波長超過 900

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

表

訂

線

### 五、發明說明(3)

nm時，同時當光之波長低於600 nm時，可發現強的發光。在大部份之纖維物質之情形下，當使用簡單之散射 Raman 光譜時，所發現之照射光之波長區之最適範圍為 600 至 900 nm。

相對地，纖維物質可以以波長超過 900 nm 之光照射。然而，此情形下，偵測散射光將需要目前只適用於實驗室條件下之特殊設備(FT Raman 光譜計)。

本發明之方法中，一部份之散射光係在透鏡之協助下遭捕獲，且濾除已照射纖維物質之光。經散射，過濾之光再通過分散介質(針對散射之波長分離)，到達感光偵測器，且與可記錄 Raman 光譜之周遭設備結合。適用於本方法之分散介質之實例為稜鏡，格子及全息格子。可使用感光偵測器，例如，CCD-照相機，或光電倍增器。熟習本技術者已知此等不同之組件應如何相連以記錄 Raman 光譜。

對於各個測量，重點為需精確的知道用於照射纖維之單色光之波長。而且，重點為需適當的調整用於記錄 Raman 光譜之設備之波長刻度。

本發明中所用之有利方法係使用緊密且沒有界面之分散介質及感光偵測器，此係針對本發明使用之大規模製造之纖維物質。

特別有利的方法中，係使用設備之單一組合，以產生雷射光束，且測量 Raman 光譜。此 Raman 設備之組合一實例為由 Kaiser Optical 系統公司製造之 HoloProbe VPT System™。此設備之組合中，雷射光係由組合通到欲測量

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

表

訂

線

## 五、發明說明(4)

之纖維物質中，例如，藉由光纖電纜，且散射(或過濾)之光係由纖維物質通到組合中，例如藉由光纖電纜，且此組合亦含有分散介質，感光偵測器，及連接此等組件之各種設備。

為使結果有較大之再現性，較好將Raman設備裝置在溫度及濕度均保持在特定限制之中之空間中。依此裝置，雷射光及反射光可藉光(光纖)電纜通到欲測量之纖維物質，因為其並不需要使欲測量之纖維物質亦存在於溫度及濕度均維持在特定限制之中之空間內。

為測定染料之吸收，當得到之Raman光譜呈現之噪訊比超過2000時係足夠，噪聲係定義為"子波平順"前後之光譜間差異之標準偏差，且訊號600-2000  $\text{cm}^{-1}$ 之波長區中之最高值。"子波平順"之情形中，係假設Raman光譜係由資訊訊號及噪聲訊號形成。此光譜係使用所謂之子波基礎之線性結合表現。噪訊比係定義為600-2000  $\text{cm}^{-1}$ 之波長區中資訊光譜中最高值對噪聲之比。

Coiflet函數可當作子波基礎。為了表現起見，可製成具有例如套裝統計軟體Splus及"軟性起點"之Coiflet C12波紋縮函數之光譜應用。為了數學操作上更詳細之敘述，使用之參考為D. Donoho及I. Johnstone之"藉子波收縮之理想空間選擇"(1992，史坦佛大學統計部門之技術報告)，G. Strang及N. Truong之"子波及過濾層"(1996，Wellesley-Cambridge，及B. Walczak及D.L. Massart，"化學計量及有用之實驗系統" 36 (1997)，81-94。

## 五、發明說明(5)

為使定量計算可由測量之Raman光譜進行，測量之光譜需經歷許多已知之處理步驟。此等步驟可由其個別功能區別，如製備，規格化，數據還原及調校。

對於各個此等處理步驟，許多算術上之操作均為已知，

製備	規格化	數據還原	調校
無	無	無	MLR
第一次偏差	變化	PCA	PCR
第二次偏差	平均	FSQ	PLS
過濾	最高	波長選擇	ANN
平均	表面	子波Tr.	PPREG
基準線校正	MSC	萃取	
		PLS成份	
		平均	

其中

ANN=人造中立網路

FSQ=完全光譜之定量化

MLR=多重線性回歸

MSC=多重訊號校正

PCA=理論成份分析

PCR=理論成份回歸

PLS=部份最小立方

PPREG=計劃追蹤回歸

Wavelet Tr.=子波傳送

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

表

訂

線

## 五、發明說明(6)

進行上述處理步驟後，使用發現之光譜測定未知物質之許多構造參數，且使其與相同化學組合物之已知纖維物質之光譜比較經發現為可能。針對紡織聚酯，在纖維物質之密度及染料吸收間發現清楚之關連。

當染料吸收之測量可經選擇時，則所謂之染料吸收指數定義如下：

$$DI = \frac{D - D_{MIN}}{D_{MAX} - D_{MIN}} * 10$$

其中

$D$  = 由 Raman 光譜所測得之纖維物質之密度，

$D_{min}$  = 纖維物質之最小密度，例如，PET 纖維物質

$D_{min} = 1355$  公斤/立方公尺，

$D_{max}$  = 纖維物質之最大密度，例如，PET 纖維物質

$D_{max} = 1405$  公斤/立方公尺。

為了可自發現之 Raman 光譜計算染料吸收之定量測量，首先需建立許多纖維物質之 Raman 光譜及其染料吸收間之關係。纖維物質之染料吸收及 Raman 光譜之組合為已知，且亦稱為校正組合。

此校正較好經選擇，使其含有染料吸收需要使用 Raman 光譜定量化之樣品中發生之所有變化。實務中，此校正組將由 30-80 種樣品組成。

為了可使用校正組以使未知樣品之染料吸收定量化，校正組之各種樣品需依上述之染料吸收方法測量其 Raman 光

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

## 五、發明說明(7)

譜及測定其密度及染料吸收。

爲了定量化染料吸收，較好 Raman 光譜係在  $0-2000\text{ cm}^{-1}$  之區中記錄，且解析度  $\leq 4\text{ cm}^{-1}$ ，且噪訊比大於或等於 2000，且光譜之基準線係針對背景照射校正。

上述化學計量處理步驟之不同組合均可用於計算未知紗線樣品之密度及 DI(使用測量之 Raman 光譜)。

例如，測量數據可在波長區爲  $1600-1800\text{ cm}^{-1}$  之測量光譜之下，藉由使其表面積標準化還原及規模化，且校正校正組之密度，及使用 PLS-1(具有一輸出變數，即密度之 PLS 分析)分析還原且規格化光譜。重複使用校正組中之樣品之 80% 數據，針對各確認之樣品均經無規選擇，使其可能使用剩餘 20% 樣品之數據，用於表現之確認。此方法亦已知爲"交叉確認"。

另外，全部光譜均可使用 Fourier 轉換分析定量化，其中所用光譜之校正(藉 PLS-1 分析)方法係由分析之 60 最低電係數製得。上述表現之"交叉確認"亦可依此方法使用。

相對地，測量光譜中之數據可藉由全部光譜區中光譜表面積之標準化規格化且還原，此方法中，數據可藉由使用主要成份分析(PCA)進一步還原，此情形中，光譜係使用多變數分析技術，如 ANN 校正。亦可使用之此方法係由上述之"交叉確認"模式製成。

## 實例

以各種製造方法製備含 60 針之不同線性密度之非織物聚酯之紡織紗。使用各細線之一部份紗，使用敘述中提供

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

## 五、發明說明(8)

之染料吸收法評估染料吸收。一部份之物質除去細線後，以藉 Kaiser Holoprobe 785™ 之助產生之雷射光(能量 120 mW)掃描細線上之細紗表面測量其餘物質之 Raman 光譜。一部份之散射光經捕獲，且在 785 nm 下過濾後回經至 Kaiser Holoprobe 785™，以測量 Raman 光譜。

此 60 紗之樣品尚具有許多測量之構造參數。紗樣品組中，僅發現有三種測量之構造參數有改變。使用數據之統計分析，樣品染料吸收之變化可追蹤回歸至一主要成份之變化。測量樣品之密度係針對主要成份之參數化選擇。使用化學計量技術，其證明藉 Raman 光譜之助使非常精確的計算樣品密度成爲可能及其染料吸收。

使用上述之技術亦發現可能進行紡織聚酯紗之染料吸收非常精確之測量。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

## 四、中文發明摘要(發明之名稱: 測定紡織纖維之染料吸收的方法)

本發明係關於測定纖維物質之染料吸收之方法，其中纖維物質以高強度之單色光照射，且一部份之散射光經捕獲，且通至光敏感之感應器，得到Raman光譜，在使用發現之Raman光譜之方法中，可計算染料吸收之定量測量。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

○ 裝

## 英文發明摘要(發明之名稱: PROCESS FOR DETERMINING THE DYE UPTAKE OF TEXTILE FIBRES)

The invention pertains to a process for determining the dye uptake of fibrous material in which the fibrous material is irradiated with high-intensity monochromatic light and a portion of the scattered light is captured and passed to a light-sensitive sensor to obtain a Raman spectrum, in which process using the found Raman spectrum a quantitative measure of the dye uptake can be calculated.

訂

88年7月7日 修正 補充
---------------------

## 六、申請專利範圍

1. 一種測定纖維物質之染料吸收之方法，其特點為纖維物質以高強度之單色光照射，且一部份之散射光經捕獲，且通至光敏感之感應器，得到Raman光譜，在使用發現之Raman光譜之方法中，可計算染料吸收之定量測量。
2. 根據申請專利範圍第1項之方法，其特點為高強度單色光係由雷射產生。
3. 根據前面申請專利範圍第1或2項之方法，其特點為單色光之波長範圍係在600至900 nm。
4. 根據前面申請專利範圍第1或2項之方法，其特點為纖維物質含有聚酯紡織纖維。
5. 根據前面申請專利範圍第1或2項之方法，其特點為纖維物質係捲繞在線軸上。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

88年7月7日	修正 補充
---------	----------

## 六、申請專利範圍

1. 一種測定纖維物質之染料吸收之方法，其特點為纖維物質以高強度之單色光照射，且一部份之散射光經捕獲，且通至光敏感之感應器，得到Raman光譜，在使用發現之Raman光譜之方法中，可計算染料吸收之定量測量。
2. 根據申請專利範圍第1項之方法，其特點為高強度單色光係由雷射產生。
3. 根據前面申請專利範圍第1或2項之方法，其特點為單色光之波長範圍係在600至900 nm。
4. 根據前面申請專利範圍第1或2項之方法，其特點為纖維物質含有聚酯紡織纖維。
5. 根據前面申請專利範圍第1或2項之方法，其特點為纖維物質係捲繞在線軸上。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線