



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I625441 B

(45)公告日：中華民國 107 (2018) 年 06 月 01 日

(21)申請案號：106116608

(22)申請日：中華民國 106 (2017) 年 05 月 19 日

(51)Int. Cl. : *D06B9/02 (2006.01)**D06P1/48 (2006.01)**B01F17/50 (2006.01)**B01F17/56 (2006.01)*

(71)申請人：萬能學校財團法人萬能科技大學(中華民國) VANUNG UNIVERSITY (TW)

桃園市中壢區萬能路 1 號

(72)發明人：林麗惠 LIN, LI HUEI (TW)；蔡春恩 TSAI, CHUN EN (TW)；朱雅琪 ZHU, YA QI (TW)

(56)參考文獻：

EP 01069233A1

US 2014/0366346A1

審查人員：張玉台

申請專利範圍項數：10 項 圖式數：6 共 50 頁

(54)名稱

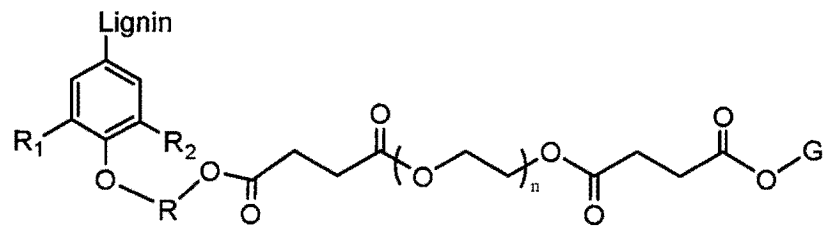
一種尼龍纖維材料的染色組成物及使用其之染色程序

A DYEING COMPOSITION FOR NYLON FIBER MATERIAL AND USING THE SAME METHOD FOR DYEING PROCESS

(57)摘要

本發明為一種尼龍纖維材料的染色組成物及使用其之染色程序，該組成物包含木質素-糖型界面活性劑作為染整助劑，本發明使用木質素-糖型界面活性劑作為助劑來染尼龍纖維，染色之效果非常良好，不論染著率或均染性均相當優異。本發明木質素-糖型界面活性劑，係由生物可分解、對人體無毒性之木質素與二醇化合物反應之反應物，利用不同分子量之選自：聚乙二醇、聚環氧乙烷、聚氧乙烯等聚氧乙烯醚鏈段與二酸或酸酐化合物反應物作為連結基，連結糖類及木質素與二醇之反應物，其中透過縮合反應將疏水性之木質素與親水性糖類結合，大幅提升界面活性劑之水溶性，同時兼具了生物可分解天然環保之特性，可廣泛應用於染整等相關產業用途上。

特徵化學式：



Lignin：木質素殘基

R₁、R₂：氫、或OCH₃

R：二醇化合物殘基

G：糖類殘基

n：聚氧乙烯醚鏈段重複單位數

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

一種尼龍纖維材料的染色組成物及使用其之染色程序

A dyeing composition for nylon fiber material and using the same method for dyeing process

【技術領域】

【0001】 本發明為一種尼龍纖維材料的染色組成物及使用其之染色程序，該組成物包含木質素-糖型界面活性劑作為染整助劑，本發明使用木質素-糖型界面活性劑作為助劑來染尼龍纖維，發現染色之效果非常良好，不論染著率或均染性均相當優異。本發明木質素-糖型界面活性劑，係由生物可分解、對人體無毒性之木質素與二醇化合物反應之反應物，利用不同分子量之選自：聚乙二醇(PEG)、聚環氧乙烷(PEO)、聚氧乙烯(POE)等聚氧乙烯醚鏈段與二酸或酸酐化合物反應物作為連結基，連結糖類及木質素與二醇之反應物，其中透過縮合反應將疏水性之木質素與親水性糖類結合，大幅提升界面活性劑之水溶性及界面特性，同時兼具了生物可分解天然環保之特性，可廣泛應用於染整等相關產業用途上。

【先前技術】

【0002】 近年來，由於工業之發展迅速，因而產生二項影響人類生存之嚴重問題，一為能源危機，一為環境污染。能源危機主要起因於石油之大量消費，人類所使用之物品又過分依賴石油原料，造成石油能源之短缺，且由於以石油為原料之產品，甚多不易自然分解。大量之廢棄物，造成地球上嚴重之環境汙染，為減少此現象，污染物之處理技術、減少污染物產生之工程技術及可分解性原材料之開發，甚受重視。

【0003】 生物性界面活性劑(Biosurfactant)是微生物在代謝過程中分

泌出的具有一定生物活性的次級代謝產物，與一般界面活性劑相同，生物性界面活性劑也是透過由親水基和疏水基兩部份組成，但生物性界面活性劑比合成界面活性劑更具有潛在的優勢，包括：生物可分解、無毒或低毒、具有良好的環境相容性等，因此可用作化妝品和藥品的添加劑；可用工業廢物生產，以減少工業三廢；具有更好的起泡性，在某些環境條件(如高、低溫度、pH值、鹽類濃度)下具有更高的選擇性和專一性；結構多樣化，可適用於特殊領域用途。目前生物性界面活性劑的應用已經涉及到石油、化工以及環境等眾多領域。

【0004】 可分解型界面活性劑又稱為暫時性界面活性劑或可控半衰期的界面活性劑(surfactants with controlled half-live)，其最初的定義是：在完成其應用功能後，透過酸、鹼、鹽、熱或光的作用能分解成非界面活性物質或轉變成新界面活性化合物的一類界面活性劑。這類界面活性劑分子極性端和疏水鏈之間往往含有穩定性有限的弱鍵，該弱鍵的裂解將可直接破壞分子的界面活性，也就是通常所說的界面活性劑初級分解。依照可分解官能基的不同一般可將可分解型界面活性劑分為縮醛型和縮酮型兩大類。與一般界面活性劑相比較，可分解型界面活性劑具有更好的環保概念，這類界面活性劑可以排除一些複雜情況。近年來，人們對可分解型界面活性劑的認識已不斷深化和發展。對於環境影響的大小和生物可分解性的快慢已逐漸成為判斷界面活性劑好壞的一個很重要的指標。

【0005】 Nylon 纖維乃利用氨基(-NH-)酸或內醯胺縮合聚合而成，酸性染料為含有酸性基團酸性染料化學構造含有 -OH 基、-SO₃H 基、-COOH，能在酸性及弱酸性或中性染浴中之染料，酸性基團多為磺酸根，易溶於水，在水中解離成染料陽離子。在弱酸性的環境下能讓凡得瓦力與氫鍵作用，得到較好的上色速率及上色度，但酸性染料染尼龍，不容易均染。

【0006】 尼龍纖維與酸性染料在工業上有許多的應用，本發明之木質素-糖型界面活性劑，對此酸性均染劑可有效應用，增加均染及染着率，並減少酸性染料的使用量。所以本發明所開發之木質素-糖界面活性劑，為尼龍纖

維染整助劑，在相關領域能有效利用，另外，了解反應條件及實際製程生產等，可降低製程成本、工廠機器工作效能提升，修正製程後亦可提高設備使用率降低成本，本發明之木質素-糖界面活性劑經實驗後證實確實具有均染之效果，可使染料均勻上色於纖維上，使不均染現象減少，良率大幅提升。其中所使用之原料屬天然木質素，能改善工業助劑所產生污染等問題，為環保盡一份心力。

【0007】 本發明之木質素-糖型界面活性劑具有優異之分散能力、乳化能力、潤濕性、潤滑性、光澤性、質感特性之外，同時兼具了生物可分解天然環保之特性。用於紡織染整業是一極佳之染整助劑，織物經合成產物均染及固色處理後對皮膚無傷害性，於染整加工使用後之廢水可被微生物所分解，對環境不具污染性；本發明木質素-糖型界面活性研究結果可作為工業上乳化及紡織染整業染料分散技術應用。

【發明內容】

【0008】 本發明為一種尼龍纖維材料的染色組成物及使用其之染色程序，該組成物包含木質素-糖型界面活性劑作為染整助劑，本發明使用木質素-糖型界面活性劑作為助劑來染尼龍纖維，發現染色之效果非常良好，不論染著率或均染性均相當優異。

【0009】 本發明為一種尼龍纖維材料的染色組成物及使用其之染色程序，所使用之木質素-糖型界面活性劑，用於紡織染整業是一極佳之染整助劑，織物經合成產物均染及固色處理後對皮膚無傷害性，於染整加工使用後之廢水可被微生物所分解，對環境不具污染性；本發明所述木質素-糖型界面活性研究結果可作為工業上乳化及紡織染整業染料分散技術應用。本發明之尼龍纖維材料的染色組成物，所述木質素-糖型界面活性劑，由木質素疏水基(Hydrophobic group)及糖類親水基(Hydrophilic group)組合而成，因其特殊之

化學構造，故在極低濃度下就易被吸附於溶液之表面或界面，進而改變溶液表面或界面自由能，使其降低表面張力，產生濕潤、滲透、泡沫、乳化、分散及溶化等特性。

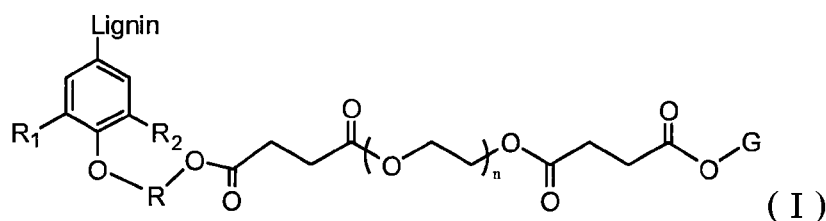
【0010】 本發明一種尼龍纖維材料的染色組成物及使用其之染色程序，該染色組成物包含具有特定結構之木質素-糖型界面活性劑、染料及載劑。以染色組成物的總重量計，木質素-糖型界面活性劑的含量為0.01重量%至10重量%；染料的含量0.01重量%至10重量%；載劑的含量為80重量%至99.98重量%。本發明之染色組成物，利用所包含之木質素-糖型界面活性劑作為染色助劑，在染色過程中幫助尼龍纖維染色。本發明所述之木質素-糖型界面活性劑，係先透過木質素與二醇化合物反應之反應產物，利用不同分子量之選自：聚乙二醇(PEG)、聚環氧乙烷(PEO)、聚氧乙烯(POE)等聚氧乙烯醚鏈段與二酸或酸酐反應產物作為連結基(spacer)，連結糖類及木質素與二醇之反應產物，其中該糖類，透過縮合反應技術將疏水性之木質素與親水性糖類結合，使具有更優異的化學穩定性和低皮膚刺激性，大幅提升水溶性及界面特性，同時兼具了生物可分解天然環保之特性，可廣泛應用於染整等相關產業用途上，此外，更進一步改善生物可分解之效率。

【0011】 一種尼龍纖維材料的染色組成物，包含：

木質素-糖型界面活性劑，以所述染色組成物的總重量計，所述木質素-糖型界面活性劑的含量為 0.01 重量%至 10 重量%；

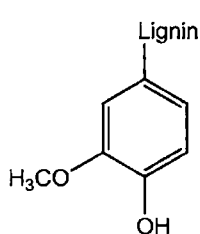
染料，以所述染色組成物的總重量計，所述染料的含量為 0.01 重量%至 10 重量%；

以及載劑，以所述染色組成物的總重量計，所述載劑的含量為 80 重量%至 99.98 重量%，其中，該木質素-糖型界面活性劑，具有下列通式(I)之化學結構：

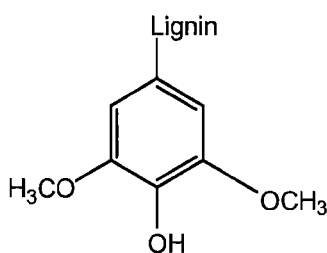


式中Lignin代表木質素殘基， R_1 、 R_2 同時為氫、或 OCH_3 ，或各自分別為相異之氫、或 OCH_3 ， R 為二醇化合物殘基， G 為糖類殘基。其中，二醇化合物選自碳數2至6之二醇化合物， n 表示聚氧乙炔醚鏈段重複單位數，其值為10~5000，其中糖類化合物選自單糖、雙糖、 C_4 至 C_{20} 之低聚糖選自多羥基醛、或多羥基酮、糖醇及其縮合物之至少一種。其中該聚氧乙炔醚鏈段，由選自：聚乙二醇(PEG)、聚環氧乙烷(PEO)、聚氧乙炔(POE)所構成。

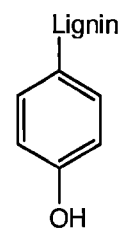
【0012】 本發明木質素-糖型界面活性劑，其中木質素(Lignin)選自如下之結構



愈創木基 (Guaiacyl)



紫丁香基 (Syringyl)

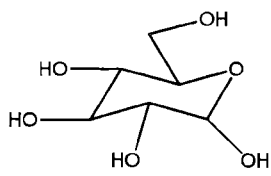


對羥基苯基

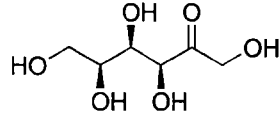
(Hydroxy-phenyl)

【0013】 本發明木質素-糖型界面活性劑，其中糖類化合物，選自：多羥基醛、或多羥基酮、糖醇及其縮合物，包含單糖、雙糖，例如葡萄糖、山

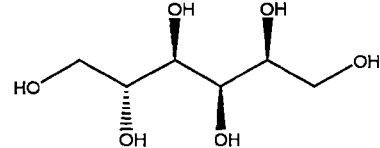
梨糖、山梨糖醇(己六醇)、木糖、D-木糖、木糖醇、果糖、半乳糖、麥芽糖、蔗糖、乳糖、乳糖醇。化學式如下式(1)~(12)：



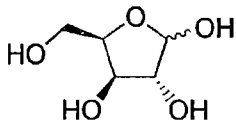
(1)



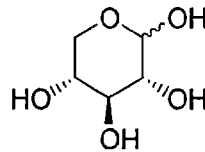
(2)



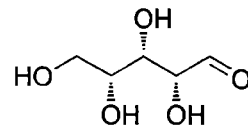
(3)



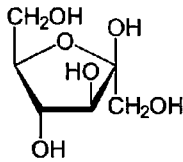
(4)



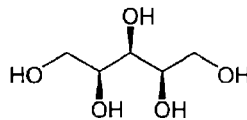
(5)



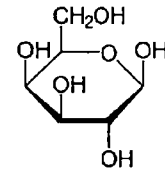
(6)



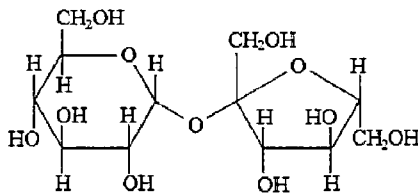
(7)



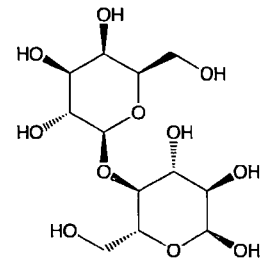
(8)



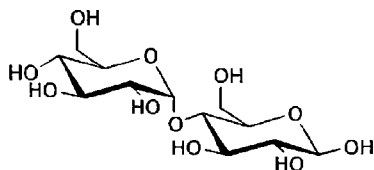
(9)



(10)



(11)



(12)

【0014】 本發明所述木質素-糖型界面活性劑之製備方法，係由木質素與二醇化合物反應之反應產物 A，二酸或酸酐與選自：聚乙二醇、聚環氧乙烷、聚氧乙烯等之聚氧乙烯醚鏈段反應之反應產物 B，再將反應產物 A 與反應產物 B 縮合反應得到反應產物 C，反應產物 C 再與糖類化合物反應而得

終產物。

【0015】 本發明之木質素-糖型界面活性劑之製備方法

包含下列(a)至(d)之合成步驟：

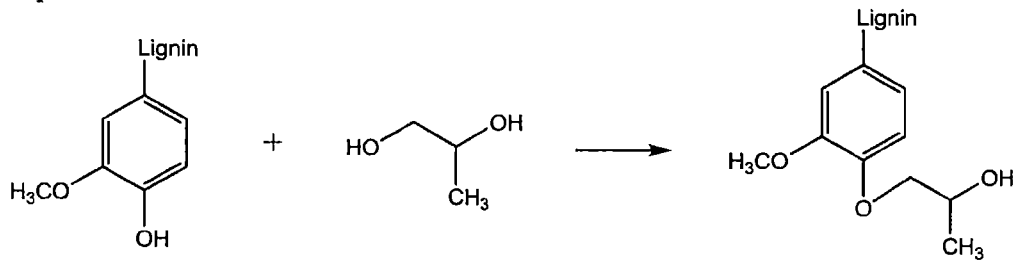
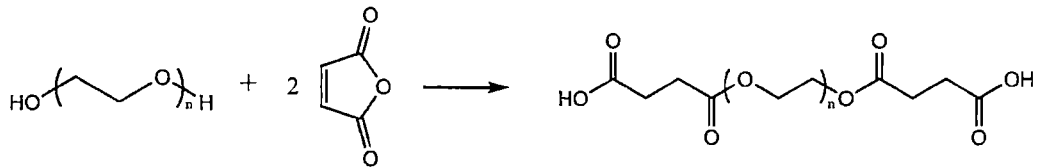
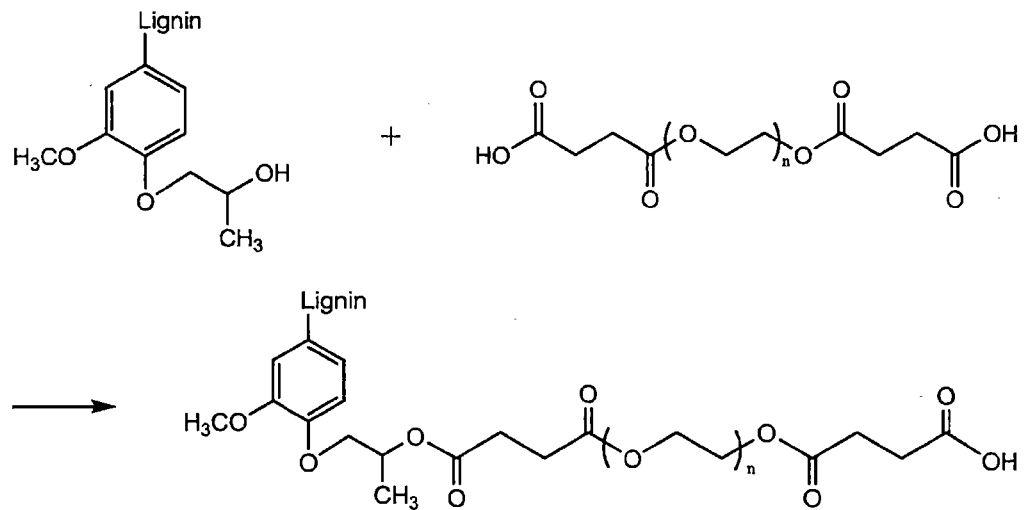
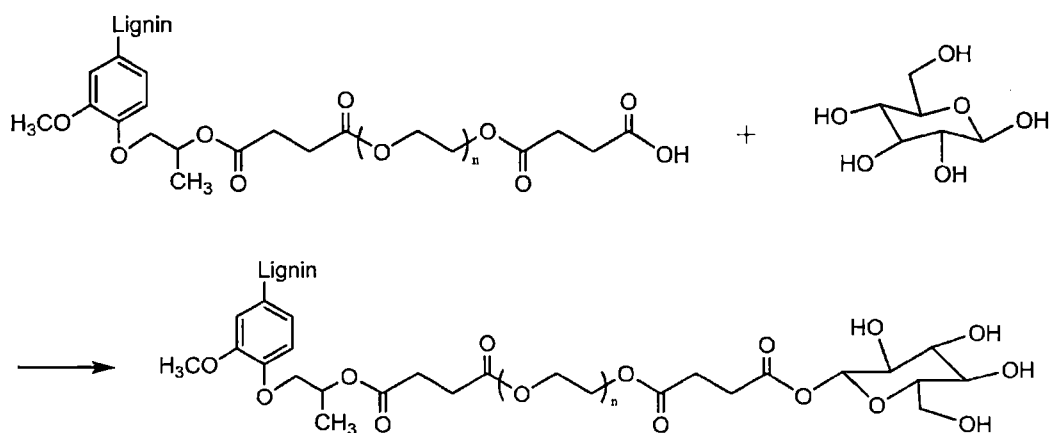
- (a) 將木質素與二醇化合物反應，加入觸媒緩緩升溫，於60~200°C，反應約2~8小時，而後冷卻至約60~90°C，加入鹼終止反應，升溫至110~160°C之間抽氣減壓去除多餘二醇化合物和水並維持2~8小時。
- (b) 將聚乙二醇、聚環氧乙烷或聚氧乙烯以及二酸或酸酐化合物，置於瓶中升溫至40~80°C攪拌使二酸或酸酐化合物與選自：聚乙二醇、聚環氧乙烷、聚氧乙烯等之聚氧乙烯醚鏈段均勻混合後，加入觸媒緩緩升溫至100~180°C，反應2~8小時。
- (c) 將步驟(a)產物A和步驟(b)產物B，置於反應瓶中升溫至100~200°C，並利用水流式抽氣減壓去除水分。
- (d) 將步驟(c)產物C和糖類，於70°C~110°C反應6~10小時，得一系列木質素-糖型界面活性劑粗產物，此物再以乙醇作為溶劑利用抽氣過濾將未反應物去除，再萃取濾液上層，使用真空濃縮機去除溶劑得最終產物。

【0016】 本發明所述木質素-糖型界面活性劑之製備方法，其中觸媒選自四異丙醇鈦(IV)、硫酸、鹽酸任一或其組成之群者。

【0017】 本發明所述木質素-糖型界面活性劑之製備方法，其中該聚氧乙烯醚鏈段選自：聚乙二醇化合物(PEG)、聚環氧乙烷(PEO)或聚氧乙烯(POE)。

【0018】 本發明木質素-糖型界面活性劑之合成反應式如下：

其中糖類以葡萄糖，二醇化合物以丙二醇，酸酐以馬來酸酐為例

Step1:**Step2:****Step3:****Step4:**

【0019】 本發明所述木質素-糖型界面活性劑之結構分析

IR : Perkin-Elmer Spectrum One (Perkin Elmer Cetus Instruments, Norwalk, CT), 將樣品濃縮、真空烘乾去除水分後, 塗磨於KBr 鹽片上進行測試。

本發明所合成木質素-糖型界面活性劑其分析結果如圖一所示, 結果可以看出-OH縮合伸縮振動吸收與面內彎曲振動分別在 $3500 \sim 3100 \text{ cm}^{-1}$ 、 $1540 \sim 1758 \text{ cm}^{-1}$ 之位置; $-\text{CH}_3$ 非對稱伸縮之位置在 $2894 \sim 3066 \text{ cm}^{-1}$; $-\text{CH}_2$ 之非對稱伸縮與彎曲振動-平面內搖擺吸收在 $2800 \sim 2895 \text{ cm}^{-1}$ 及 1457 cm^{-1} ; $\text{C}=\text{O}$ 之共軛降低伸縮振動吸收在 1654 cm^{-1} 的位置; $\text{C}-\text{O}$ 之對稱伸縮振動吸收分別在 1299 cm^{-1} 、 1251 cm^{-1} 、 1036 cm^{-1} 之位置; $=\text{C}-\text{H}$ 之平面外彎曲振動吸收於 952 cm^{-1} 處; $\text{C}-\text{H}$ 之交剪彎曲振動與平面外彎曲振動吸收在 1457 cm^{-1} 及 845 cm^{-1} , 顯示本發明所述木質素-糖型界面活性劑結構之官能基的特性吸收峰。

【0020】 本發明之木質素-糖型界面活性劑之性能分析：

【0021】 1. 基本性質

(1) 表面張力：

界面活性劑加入水溶液中會使表面張力下降, 乃因界面活性劑本身結構中含親、疏水基團, 在溶液中親水基部份會留在水中, 而疏水基部份會吸附突出水面排列所致。此排列方式會降低表面上水分子之不對稱氫鍵力, 導致表面自由能減少, 故造成表面張力降低之現象。純水在 25°C 時, 表面張力值大約為 72.8 mN/m , 然而隨界面活性劑濃度增加, 表面張力值隨之降低。當濃度增加量達到一定程度時, 界面活性劑分子在溶液中開始以疏水基相互吸引聚集而形成所謂的微胞, 當微胞開始形成之濃度稱臨界微胞濃度(Critical Micelle Concentration ; cmc)。

使用Japan Kaimenkagaku CBVP-A3 Surface Tensiometer (Kyowa interface Science Co., Japan), 以數字型吊白金片(式)表面張力測定儀測定

之。儀器先完成校正手續，將白金片用酒精燒過，等冷卻後再吊於掛勾上，將玻璃皿洗淨烘乾後，注入待測液。(約八分滿)，啟動儀器開關，升降臺會緩慢上升，當白金片觸及液面時，升降臺會自動停止，記錄穩定時之測定值。重複上述步驟數次，求其平均值。本發明所合成木質素-糖型界面活性劑其分析結果如圖二所示。

(2) 生物可分解率 (BOD₅/COD Index) :

BOD₅ 生化需氧量代表廢水中可被生物分解部份的有機物，COD 化學需氧量則可代表廢水中全部的有機物質，故式(1)中 BOD₅/COD 值愈大，表示廢水中所含的污染物質可被微生物分解之所佔比例大，即廢水之生物分解性較佳。因此，BOD₅ 與 COD 比值的測定為鑑定廢水生物可分解性的最簡易方法。

$$\text{生物可分解率} = \frac{\text{BOD}_5}{\text{COD}} \times 100\% \quad (1)$$

以下將 BOD₅/COD×100% 分為三種情況：

- (一) BOD₅/COD×100% ≥ 60%：廢水中所含的有機物大都可被生物所分解。
- (二) BOD₅/COD×100% ≃ 20%：廢水中所含的有機物不容易被生物分解，微生物需加以馴化。
- (三) BOD₅/COD×100% ≃ 0%：廢水中含有毒性物質，不太容易以生物處理法處理。

COD 化學需氧量 Chemical Oxygen Demand Spectrophotometer, HACH, Model DR/2800 Chemical Oxygen Demand Reactor, Rocker, Model CR25

- (一) 配製不同濃度之樣品溶液 2.00ml，放置比色管內。
- (二) 將比色管放入 COD 加熱器中，待上升至溫度 120 °C

(三) 冷卻至室溫後，即以 COD 化學需氧量分光光度計之儀器讀取數值。

BOD₅ 生化需氧量

(一) 配製 0.01 wt% 之樣品溶液 420ml，放置褐色血清瓶內。

(二) 添加營養源膠囊與活性污泥 1ml 於褐色血清瓶內。

(三) 以密封膏塗抹於瓶口，蓋上瓶塞裝置於培養箱(恆溫 20 °C)內。

(四) 五日後即以 BOD₅ 生化需氧量之儀器讀取其數值。

【0022】 2. 染色性質

(1) 染料分散性

使用酸性染料浴染尼龍纖維，在酸性浴中進行，染浴中之氫離子附加於纖維末端之胺基上，形成帶正電荷之染色座席，吸附染料陰離子於其上，此種結合之強度甚大，因其在染色初期所產生之不均染甚難校正，故需於染液中加入分散劑，使染料不易凝集，產生緩染作用，而分散劑必須在高溫高壓下也能保持良好之分散性，才有助於染料向聚醯胺(尼龍)纖維內部擴散防止染料凝集，不使染料變色不抑制最終染著及適度之緩染性與均染性等作用。染料分散性，試驗步驟如下：

(一) 配製 0.50 g/L 酸性染料溶液，添加 0.50 g/L 濃度之助劑，其中一鋼瓶內未加入任何助劑(空白)，其餘鋼瓶加入所合成不同分子量聚氧乙烯醚鏈段(聚乙二醇)之木質素-糖型固色劑。

(二) 把瓶蓋拴緊，將鋼瓶放入電腦染色機的鋼瓶坐上。

(三) 設定起始溫度為 30°C，每分鐘上升 2°C，終止溫度為 130°C。到達 130°C 恆溫一小時之後，降溫至 90°C，取出鋼瓶。

(四) 將鋼瓶內的染液經由 5A 濾紙過濾。使用紙紫外線光譜儀測定吸收值。

$$a^* = 500 \left[\left(\frac{X}{X_n} \right)^{1/3} - \left(\frac{Y}{Y_n} \right)^{1/3} \right]$$

$$b^* = 200 \left[\left(\frac{Y}{Y_n} \right)^{1/3} - \left(\frac{Z}{Z_n} \right)^{1/3} \right]$$

CIB LAB 是單一數值可用於描述紅/綠，黃/藍特徵，理論建立於一種顏色不能同時既是綠又是紅，也不能同時既是藍又是黃的。所以 CIB LAB 容差公式以標準為中心，給予個別 L*a*b*數值正負(+/-)之誤差範圍。

$$\text{Color Difference}(\Delta E) = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2}$$

$$\Delta L^* = L^*_{\text{樣品}} - L^*_{\text{標準}} (\text{明度差異, +偏淺})$$

$$\Delta a^* = a^*_{\text{樣品}} - a^*_{\text{標準}} (+\text{偏紅, -偏綠})$$

$$\Delta b^* = b^*_{\text{樣品}} - b^*_{\text{標準}} (+\text{偏黃, -偏藍})$$

(3) 水洗牢度

色牢度(Color Fastness)又稱染色牢度、染色堅牢度，為紡織品質量測試中的重要指標，紡織品的顏色對在加工和使用過程中各種作用的抵抗力，因織物在加工和使用過程中所受的條件不相同，故試驗方法大部分都是按作用的環境及條件進行綜合試驗或模擬試驗，染色牢度的試驗方法內容相當廣泛，根據試樣的變色和未染色貼襯織物的沾色來評定牢度等級。水洗牢度是指染色織物經過洗滌液洗滌後色澤變化的程度，採用灰色分級樣卡作為評定標準，洗滌牢度分為5個等級，5級最好，1級最差，色牢度攸關人體的健康安全，與其他衣物洗滌時污染其他衣物，或者在穿著過程中，色牢度差的產品碰到雨水、汗水就會造成面料上的顏料脫落褪色，則其中染料的分子和重金屬離子等都有可能通過皮膚被人體吸收而危害人體皮膚的健康，另一方面會影響

穿在身上的其它服裝被沾色。

AATCC61 2A 水洗染色堅牢度測試法

(一)將染色完成的纖維布與試驗附布(10 號布)縫合。

(二)配製 WOB 洗劑 1.50 g/L，將縫合完成的布與 50 顆鋼珠分別放入鋼瓶中，
49°C 水洗牢度後，取出其鋼瓶，水洗後放置烘箱 60°C 烘乾。

(三)測試樣布及測試附布以變褪色及汙染色標評判染色堅牢度(評級結果共有 1~5 級，5 級最佳，1 級為最差)。

【0023】 本發明利用所合成之木質素-糖型界面活性劑對於尼龍纖維材料，進行不同顏色酸性染料濃度及不同助劑濃度，來得到深染及均勻的效果。

【0024】 在根據本發明的一實施例的染色程序中，利用染色組成物對尼龍纖維材料進行染色，包括以下步驟。浸染步驟，在室溫下將尼龍纖維材料浸入染色組成物中。緩染步驟，以 0.5°C/min~5°C/min 的升溫速率將染色組成物及浸泡於其中的尼龍纖維材料加熱至 50°C~140°C。染色步驟，在 50°C~140°C 將染色組成物及浸泡於其中的尼龍纖維材料持溫 30 分鐘~120 分鐘。降溫出缸步驟，以 0.5°C/min~5°C/min 的降溫速率將染色組成物及浸泡於其中的尼龍纖維材料降至 50°C~100°C 後，再將尼龍纖維材料從染色組成物中取出。

【0025】 在根據本發明的一實施例的染色組成物中，以染色組成物的總重量計，木質素-糖型界面活性劑的含量例如是 0.05 重量%至 5 重量%。

【0026】 在根據本發明的一實施例的染色組成物中，以染色組成物的總重量計，染料的含量例如是0.05重量%至5重量%。

【0027】 在根據本發明的一實施例的染色組成物中，染色組成物在室溫下的pH值例如是2~6。

【0028】 本發明的纖維材料的染色程序包括以下步驟：提供纖維材料、提供染色組成物，其中以染色組成物的總重量計，染色組成物包括含量為0.01重量%至10重量%的木質素-糖型界面活性劑、含量為0.01重量%至10重量%的染料及含量為80重量%至99.98重量%的載劑。利用染色組成物對纖維材料進行染色。

【0029】 在本發明的實施例中，染料可透過染色程序藉由分子作用力(例如是氫鍵或凡得瓦力)而吸附在尼龍纖維材料的表面上。染料為酸性染料，其例如是紅色114號染料(C.I. Acid Red 114, Dianix Rubine SE-B，由德司達公司所製造)。

【0030】 以染色組成物的總重量計，染料的含量為0.01重量%至10重量%，且較佳為0.05重量%至5重量%。另外，染料的含量可根據實際上染色條件的不同而進行調整。當染料的含量小於0.01重量%時，將無法有效地使尼龍纖維材料染色為所欲得到的顏色；而當染料的含量大於10重量%時，多餘的染料可能會殘留在尼龍纖維材料，進而造成染料浪費或環境污染的問題。

【0031】 在本發明的實施例中，載劑的作用為提供染色組成物中的染料及木質素-糖型界面活性劑一個可任意混合及/或聚集的環境。載劑例如是水、乙醇、丙酮或其混合溶液。以染色組成物的總重量

計，載劑的含量為80重量%至99.98重量%。

【0032】此外，在本發明的實施例中，染色組成物可更包括pH值調整劑，用於調整染色組成物的pH值。在室溫下，染色組成物的pH值可例如是2~6，且pH值調整劑例如是冰醋酸、蟻酸、磷酸或鹽酸。當染色組成物的pH值為上述範圍時，將能夠影響尼龍纖維材料帶電荷的情況，同時也提高染料分散的程度以及其和尼龍纖維材料結合的速度。

【0033】基於上述可知，由於染色組成物中包括有木質素-糖型界面活性劑，因此當使用所述染色組成物對纖維材料進行染色時，染色組成物對纖維材料能夠具有良好的上染率及均染性，藉此達成纖維材料能夠深染和易染的效果，特別是尼龍纖維材料，也使得染色後的尼龍纖維材料具有良好的耐水洗堅牢度及耐光堅牢度。

【0034】本發明的另一實施例提供一種纖維材料的染色程序，其使用上述本發明的染色組成物對纖維材料進行染色。相對於習知的染色程序，經由本發明染色程序所染色的尼龍纖維材料可具有良好的耐水洗堅牢度及耐光堅牢度。

【0035】在本實施例所提供的染色程序中，首先提供尼龍纖維材料及上述實施例所描述的染色組成物，接著利用所述染色組成物對尼龍纖維材料進行染色。在染色程序中，尼龍纖維材料與染色組成物的浴比例例如是約1：10。舉例而言，若欲對重量為10克的尼龍纖維材料進行染色，則可將其浸泡於重量為100克的染色組成物中。

【0036】 使用本發明的染色組成物對纖維材料進行染色時，可包括浸染步驟、緩染步驟、染色步驟及降溫出缸步驟。以下將對各步驟進行詳細描述。

【0037】 在本發明的實施例中，浸染步驟例如是在室溫下將尼龍纖維材料浸入染色組成物中。在浸染步驟之後，進行緩染步驟。緩染步驟例如是以 $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}\sim 5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升溫速率將染色組成物及浸泡於其中的尼龍纖維材料加熱至 $50^{\circ}\text{C}\sim 140^{\circ}\text{C}$ 。在浸染步驟及緩染步驟中，染色組成物中的染料可初步地吸附在尼龍纖維材料的表面上，進而將尼龍纖維材料染色為染料所相對應的顏色。

【0038】 在浸染步驟及緩染步驟之後，進行染色步驟。染色步驟例如是在 $50^{\circ}\text{C}\sim 140^{\circ}\text{C}$ 下將染色組成物及浸泡於其中的尼龍纖維材料持溫30分鐘 \sim 120分鐘。在上述浸染步驟、緩染步驟及染色步驟中，由於本發明的染色組成物中含有木質素-糖型界面活性劑，因此在 $50^{\circ}\text{C}\sim 140^{\circ}\text{C}$ 的溫度下，染色組成物對尼龍纖維材料即具有良好的上染率及均染性，藉以使得所染色的尼龍纖維材料具有良好的耐水洗堅牢度及耐光堅牢度。

【0039】 在染色步驟之後，進行降溫出缸步驟。降溫出缸步驟例如是以 $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}\sim 5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的降溫速率將染色組成物及浸泡於其中的尼龍纖維材料降至約 $50^{\circ}\text{C}\sim 100^{\circ}\text{C}$ 後，再將纖維材料從染色組成物中取出。此外，在降溫出缸步驟之後，更可對染色後的纖維材料進行水洗、脫水及自然風乾等步驟。

【0040】 基於上述染色結果，在本發明的染色程序中，由於使

用含有木質素-糖型界面活性劑的染色組成物對尼龍纖維材料進行染色，因此染色後的尼龍纖維材料具有良好的上色率及均染性。

【圖式簡單說明】

【0041】

圖一、本發明之木質素-糖型界面活性劑之紅外線光譜圖

圖二、本發明之木質素-糖型界面活性劑之表面張力測試圖

圖三、本發明之木質素-糖型界面活性劑之生物化學需氧量

圖四、本發明之木質素-糖型界面活性劑以C.I.酸性紅色114之染著率(K/S)

圖五、本發明之木質素-糖型界面活性劑以C.I.酸性黃色42之染著率(K/S)

圖六、本發明之木質素-糖型界面活性劑以C.I.酸性藍色113之染著率(K/S)

【實施方式】

【0042】下文將參照實驗例及比較例，更具體地描述本發明的特徵。雖然描述了以下實驗，但是在不逾越本發明範疇之情況下，可適當地改變所用材料、其量及比率、處理細節以及處理流程等等。因此，不應由下文所述之實驗對本發明作出限制性地解釋。

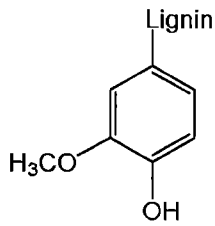
【0043】本發明所述木質素-糖型界面活性劑之製備與性質測定

使用材料：

(1) 木質素(Lignin)

MF： $C_9H_{10}O_2$ ， $C_{10}H_{12}O_3$ ， $C_{11}H_{14}O_4$ ，Mw：540.36 g/mol

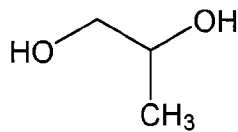
東京化成工業株式會社，A.C.S.級



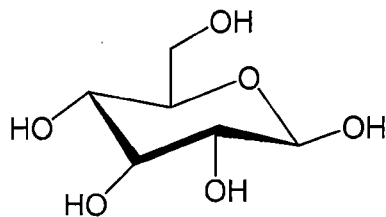
(2) 丙二醇 (Propylene Glycol)

MF : $C_3H_8O_2$, Mw : 76.10 g/mol

日本試藥工業株式會社(NIHON SHIYAKU INDUSTRIES) , 試藥一級

(3) β -D-吡喃葡萄糖 (β -D-Glucopyranose)MF : $C_6H_{12}O_6$, Mw : 180.15 g/mol

日本試藥工業株式會社(NIHON SHIYAKU INDUSTRIES) , 試藥一級

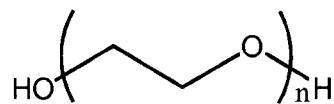


(4) 聚乙二醇(Polyethylene Glycol ; PEG)

MF : $HO-(CH_2CH_2O)_n-H$, Mw : 2000 、 4000 、 6000 、 8000 、 10000 g/mol

日本試藥工業株式會社(NIHON SHIYAKU INDUSTRIES) , 試藥一級 ;

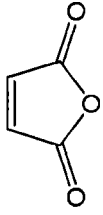
Merck KGaA, Darmstadt, Germany , A.C.S.級



(5) 馬來酸酐(Maleic Anhydride ; MA)

MF : $C_4H_2O_3$, Mw : 98.06 g/mol

日本試藥工業株式會社(NIHON SHIYAKU INDUSTRIES) , 試藥一級



- (6) 非離子界面活性劑： $C_{14}H_{22}O(C_2H_4O)_n$ ， n 為9或10，(TritonX-100)
- (7) 陰離子界面活性劑：十二烷基硫酸鈉(Sodium dodecyl sulfate，SDS)

【0044】 本發明之木質素-糖型界面活性劑之合成，步驟舉例如下：

- (1) 將1 mole木質素與丙二醇1 mole置於配有鐵氟龍攪拌棒及溫控棒之四口反應瓶中，加入1.00 g觸媒四異丙基鈦酸酯(Titanium Isopropoxide)緩緩升溫至120°C，反應4小時，而後冷卻至90°C，加入1.50 g氫氧化鈉終止反應，升溫至120~140°C之間抽氣減壓去除多餘丙二醇和水並維持4小時，得產物A。
- (2) 將1 mole聚乙二醇(2000、4000、6000、8000、10000)以及2 mole的馬來酸酐，置於反應瓶中升溫至60°C攪拌使馬來酸酐與聚乙二醇均勻混合，加入1.00 g觸媒四異丙基鈦酸酯(Titanium Isopropoxide)緩緩升溫至150°C，反應5小時，得產物B。
- (3) 將產物A和產物B置於反應瓶中升溫至120°C，並利用水流式抽氣減壓去除水分至外接H管並反應3小時，得到產物C。
- (4) 將1 mole產物C和1 mole葡萄糖，於80°C~90°C反應8小時，得一系列水溶性木質素-糖型固色劑。合成物以乙醇作為溶劑利用抽氣過濾將未反應物去除，再萃取濾液上層，使用真空濃縮去除溶劑得到最終產物。

本發明之木質素-糖型界面活性劑，以木質素、丙二醇、聚乙二醇(PEG， M_w ：2000、4000、60000、8000、10000)、馬來酸酐與葡萄糖為主要原料，

先將木質素與丙二醇經縮合反應改質木質素之水溶性，再將聚乙二醇變化不同EO鏈長與馬來酸酐合成出具醚基之兩性嵌段共聚合物，最後將兩階段產物合成再導入親水基葡萄糖製備一系列木質素-糖型固色劑。合成產物之代碼與成分如表1所示

表1

產品代碼	成分
LP2G	木質素、丙二醇、聚乙二醇(PEG2000)、馬來酸酐、葡萄糖
LP4G	木質素、丙二醇、聚乙二醇(PEG4000)、馬來酸酐、葡萄糖
LP6G	木質素、丙二醇、聚乙二醇(PEG6000)、馬來酸酐、葡萄糖
LP8G	木質素、丙二醇、聚乙二醇(PEG8000)、馬來酸酐、葡萄糖
LP10G	木質素、丙二醇、聚乙二醇(PEG10000)、馬來酸酐、葡萄糖

【0045】 本發明所述木質素-糖型界面活性劑之基本性質

(1)表面張力

圖二為本發明木質素-糖型界面活性劑之表面張力測試圖，其結果顯示木質素-糖型界面活性劑比較市售陰離子和非離子型界面活性劑之表面張力圖，表面張力大小為非離子型(Nonionic) < 陰離子型(Anionic) < LP6G < LP4G < LP2G < LP8G < LP10G，可探討界面活性劑表面張力大小與固色性能的關係，以及皆隨EO鏈增加表面張力因而上升，產物皆隨著濃度的增加具有降低表面張力的功能，並隨著EO鏈長段增長，其表面張力值隨之下降，其因產物隨EO鏈長增加，鏈長增長並到達與疏水端平衡時，產物構造中之疏水基受水之排斥往表面移動，造成在水中表面濃度較內部大，疏水基向表面方向排列，親水基向內部方向排列，形成配向性(Orientation)排列，導致降低表面自由能，故有降低表面張力之效果，而EO鏈過長並到達親疏水端失去平衡時，使LP8G、LP10G疏水基團在液體表面上排列較不緻密，其因鏈段中氧原子與水分子以氫鍵的方式結合的比例較高，導致產物在水中的親水性增加，所需

自由能量就越大，以導致表面張力上升。

(2) 生物可分解率

生化需氧量 (Biochemical oxygen demand, 簡寫為BOD₅), 是水體中的好氧微生物在一定溫度下將水中有機物分解成無機質, 這一特定時間內的氧化過程中所需要的溶解氧量。化學需氧量 (Chemical Oxygen Demand, 簡寫為COD) 是以化學方法測量水樣中有機物被強氧化劑氧化時所消耗之氧的相當量, 用以表示水中有機物量的多寡。水樣在一定條件下, 以氧化1升水樣中還原性物質所消耗的氧化劑的量為指標, 折算成每升水樣全部被氧化後, 需要的氧的毫克數, 以mg/L表示。它反映了水中受還原性物質污染的程度。該指標也作為有機物相對含量的綜合指標之一。生化需氧量和化學需氧量 (COD) 的比值能說明水中的難以生化分解的有機物占比, 微生物難以分解的有機污染物對環境造成的危害更大。BOD₅/COD的比率反映出了污水的生物降解能力。BOD₅ 與 COD接近或是較顯著之百分比 (典型為 28 天之內之百分比為60% 或以上) 則可稱該物質是可生物分解的。

本發明選用稀釋法(Dilution Method)做量測, 此法為測量時的條件一致, 需將少量的微生物植菌(Seed)加到每個待測試樣中, 植菌通常是取自經去離子水稀釋的活性污泥中, 測量前先以去離子水稀釋試樣並添加營養物質、充足的氧氣及定量的植菌, 隨後量測溶氧量並密封試樣, 試樣溫度保持在20°C 並在黑暗的環境下以避免光合作用的產生, 放置五天後再測其溶氧量, 而最初的溶氧量與最後的溶氧量的差值即為BOD。

表 2 為木質素-糖型界面活性劑之化學需氧量測試值, 以不同濃度之木質素-糖型界面活性劑測得之 COD 值, 分別為 1wt%、0.1wt %、0.01wt%三種濃度進行檢測, 隨著助劑濃度的增加化學需氧量明顯變大, 當 EO 鏈長增加 COD 值也隨之上升, 表示需要更多之氧化劑來消耗, 其中本發明之木質素-

糖型界面活性劑產物與市售界面活性劑之化學需氧量，其產物需氧量均比市售界面活性劑低。

表 2 木質素-糖型界面活性劑(LPG)之化學需氧量(COD)

界面活性劑	不同濃度之 COD 值		
	0.01wt%	0.1wt %	1wt %
LP2G	53 mg/L	188 mg/L	1901mg/L
LP4G	55 mg/L	196 mg/L	2196 mg/L
LP6G	57 mg/L	204 mg/L	2199 mg/L
LP8G	66 mg/L	237 mg/L	2375 mg/L
LP10G	57 mg/L	202 mg/L	2038 mg/L
陰離子型	232 mg/L	687 mg/L	2328mg/L
非離子型	10 mg/L	283 mg/L	3915 mg/L

生物可分解率BOD₅/COD 指數

BOD與COD比值的測定為鑑定廢水生物可分解性的最簡易方法，BOD生化需氧量代表廢水中可被生物分解部份的有機物，COD化學需氧量則代表廢水中全部的有機物質，故BOD/COD值愈大，表示廢水中所含的污染物質可被微生物分解之所佔比例大，即廢水之生物分解性較佳。

$$\text{生物分解性}(\%) = \frac{\text{BOD}_5}{\text{COD}} \times 100\%$$

表3為本發明木質素-糖型界面活性劑之於0.01wt%濃度之可分解指數表，由結果顯示一系列產物之BOD₅ /COD之百分比皆大於70%，故本發明木質素-糖型界面活性劑具有生物可分解性。

表3 本發明之木質素-糖型界面活性劑之生物可分解性

界面活性劑	BOD ₅	COD	BOD ₅ /COD 指數
LP2G	52 mg/L	53 mg/L	98%
LP4G	47 mg/L	55 mg/L	85%
LP6G	55 mg/L	57 mg/L	96%
LP8G	49 mg/L	66 mg/L	74%
LP10G	52 mg/L	57 mg/L	91%

【0046】 本發明木質素-糖型界面活性劑之染料分散性

表 4、表 5、表 6 分別為 C.I. 酸性紅色 114、C.I. 酸性黃色 42、C.I. 酸性藍色 113 與本發明木質素-糖型界面活性劑產物之高溫分散性結果，由表 5 顯示產物與酸性染料 C.I. 黃色 42 之高溫分散性，由表可知產物高溫分散性並不好，使染料易凝集產生不均染，表 4、表 6 顯示產物與酸性染料 C.I. 酸性紅色 114、及 C.I. 酸性藍色 113 之高溫分散性，由表可知產物皆具有良好的高溫分散性，此乃由於產物之聚氧乙烯醚(EO) 鏈段可將凝集之染料部份溶化，微胞外圍結構(Corna)的親水性增加，可將凝集之染料部份溶化，染料較不易產生二次凝集，即對染料的高溫分散性較佳，而藉由產物結構與酸性染料產生一定程度的相互作用而有所提升，而其中 LP6G、LP8G 對 C.I. 酸性藍色 113 具有較佳之高溫分散性，分散率在 80 %以上。

表 4 本發明之木質素-糖型界面活性劑對酸性染料 C.I. 酸性紅色 114 之分散率(%)

界面活性劑	分散率 (%)
空白	23.77
LP2G	56.07
LP4G	51.07
LP6G	44.54
LP8G	47.28
LP10G	51.53

表 5 本發明之木質素-糖型界面活性劑對酸性染料 C.I. 酸性黃色 42 之分散率(%)

界面活性劑	分散率 (%)
空白	41.68
LP2G	43.46
LP4G	34.28
LP6G	32.25
LP8G	34.39
LP10G	44.79

表 6 本發明之木質素-糖型界面活性劑對酸性染料 C.I. 酸性藍色 113 之分散率(%)

界面活性劑	分散率 (%)
-------	---------

空白	25.04
LP2G	58.62
LP4G	36.79
LP6G	81.51
LP8G	80.87
LP10G	52.62

【0047】 本發明木質素-糖型界面活性劑作為固色劑對尼龍纖維之染色性

尼龍(Nylon)纖維乃利用氨基(-NH-)酸或內醯胺縮合聚合而成，酸性染料為含有酸性基團酸性染料化學構造含有 -OH 基、 -SO₃H 基、 -COOH，能在酸性及弱酸性或中性染浴中之染料，因此羊毛、蠶絲可染之酸性染料亦可染尼龍纖維。

酸性基團多為-OH 基、 -SO₃H 基、 -COOH 基、磺酸根基，易溶於水，在水中解離成染料陽離子為陰離子性，需藉助酸之幫忙，方可行離子鍵結合而染色。 染色操作簡單、色彩鮮明、洗濯堅牢度中等。

染色性測試，對染料染色性能評價的重要指標之一就是染色深度。 Kubelka-Munk染色深度方程式在被測物體的吸收係數K和散射係數S，與固體試樣中有色物質濃度C之間建立了一定的函數關係。通過計算得到的K/S值越大，固體試樣表面顏色越深，即有色物質濃度越高，染料染色性能越好。 界面活性劑可扮演著溼潤劑、均染劑、增溶劑、沉澱防止劑等角色，因此染料與界面活性劑的相互作用在許多染色工序中是非常重要的，譬如運用在織物染色、相片沖印、噴墨技術等工序上。

【0048】 均染性，CIB LAB 是基於一種顏色不能同時既是綠又是紅，也不能同時既是藍又是黃的理論建立。所以，單一數值可用於描述紅/

綠，黃/藍特徵。CIB LAB容差公式以標準為中心，然後給予個別L*a*b*數值，正負(+/-)之誤差範圍。

$$\Delta E = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2}$$

$\Delta L^* = L^*$ 樣品 - L^* 標準(明度差異，+偏淺)

$\Delta a^* = a^*$ 樣品 - a^* 標準(+偏紅，-偏綠)

$\Delta b^* = b^*$ 樣品 - b^* 標準(+偏黃，-偏藍)

【0049】 本發明實驗使用酸性染料(C.I. Acid Red 114)，並以醋酸調整pH4.5，在弱酸性的環境下能讓凡得瓦力與氫鍵作用，得到較好的上色速率及上色度，但酸性染料染尼龍，不容易均染，故使用木質素-糖型界面活性劑增加均染及染着率。

【0050】 本發明之尼龍纖維材料的染色程序，分別調配染料濃度1% o.w.f(質量百分比，使用的染料是佔全部染液的1%)及不同比例之木質素-糖型界面活性劑之助劑為0.50 g/L、載劑(水)所構成之染料組成物，用以將尼龍纖維布進行染色，再藉由瑞比染色打樣機、分光光度測色儀等儀器分析各項相關性質，探討染料或助劑之添加對尼龍織物染色之影響。

【0051】 染色性：應用染料染尼龍織物時，最大問題是產生不均染現象，故需使用均染劑來達到均染效果。染色速度快慢受染液中染料與界面活性劑所形成之複合體的影響，染色時界面活性劑分子先吸附染料分子，使染料分子變大，染料分子與纖維染著速率減慢，而達到均染效果。染色後期必須促進染色速度，減少染料殘留，達到所需染色之色相濃度。使用電腦染色機(Drum Dyeing Testing Matching)染色，再利用電腦配色系統(Color Matching System,CS-5)測試。

【0052】 實驗藥品與材料

尼龍纖維布料

醋酸Acetic Acid, Glacial CH_3COOH ，分子量 60.05，試藥一級，購自日本試藥公司

助劑：木質素-糖型界面活性劑

酸性染料：C.I. 酸性紅色114、C.I.酸性黃色42、C.I.酸性藍色113染料

【0053】 實驗步驟

- 1、秤取尼龍纖維布料2克
- 2、配製染色組成物 100ml
 - A、配製染料濃度分別為：1% o.w.f (質量百分比，使用的染料是佔全部染液的1%)。
 - B、配製不同濃度之木質素-糖型界面活性劑作為助劑，濃度為：0.50 g/L，(其中聚氧乙烯醚鏈段，分子量分別為2000、4000、6000、8000 (g/mol) 之聚乙二醇(PEG))。
 - C、以醋酸調整為pH=4.5，浴 比：1：40
- 3、浸染步驟，在室溫下分別將尼龍纖維材料與染色組成物置入鋼瓶中。
- 4、緩染步驟，經瑞比染色打樣機的染色條件，以 $1^\circ\text{C}/\text{min}$ 升溫速度將染色組成物及浸泡於其中的尼龍纖維材料加熱至75，80，85，90，95 $^\circ\text{C}$ 。
- 5、染色步驟，在75，80，85，90，95 $^\circ\text{C}$ 將染色組成物及浸泡於其中的尼龍纖維材料持溫30分鐘。
- 6、降溫出缸步驟，以 $1^\circ\text{C}/\text{min}$ 的降溫速率將染色組成物及浸泡於其

中的尼龍纖維材料降至50°C後，再將尼龍纖維材料從染色組成物中取出缸。

7、水洗陰乾

8、進行比色

【0054】 依染色條件配製染浴配方，第一缸之鋼瓶內未加入任何助劑，其餘缸之鋼瓶均加入所合成之不同助劑。將尼龍織物放入鋼瓶中，把瓶蓋栓緊，設定起始溫度為50°C，每一分鐘上升1°C。到達70°C時，將鋼瓶放入電腦染色機的鋼瓶座上，經5分鐘後，取出其中一支鋼瓶，鋼瓶內的織物充分水洗，再予以自然乾燥。在75，80，85，90，95°C時，分別取出其餘鋼瓶，水洗後自然乾燥。以電腦配色系統（Applied Color System），使其在穩定狀態下，先予以校正測試後，再正式進入測試。

【0055】 染色力度及評估結果

染整工業利用染料進行染色時，需於染液中加入導染劑，使染料容易進入纖維內部，達到深染、殘液少之目的。而導染劑必須具有良好之分散性，才有助於染料向纖維內部擴散、防止染料凝集、不抑制最終染著、具適度之緩染性與均染性等作用。此外亦要求起泡性小，對染色堅牢度無影響。對染料染色性能評價的重要指標之一就是染色深度。Kubelka-Munk染色深度方程在被測物體的吸收係數 K 和散射係數 S ，與固體試樣中有色物質濃度 C 之間建立了一定的函數關係。通過計算得到的 K/S 值越大，固體試樣表面顏色越深，即有色物質濃度越高，染料染色性能越好。

使用含本發明之木質素-糖型界面活性劑之染色組成物，進行尼龍纖維布料染色後之染色性質之測試如下：

分光光度測色儀分析

使用Gretag Macbeth Color-Eye 2180UV/2180分光光度測色儀，以比較例(不添加本發明之木質素-糖型界面活性劑之助劑者)所得之染色後的尼龍纖維布做為標準樣本，分別評估實驗例中各染料組成物所得之染色後的尼龍纖維布的力度及色差，且結果紀錄於表7~11中。

根據庫貝爾卡-芒克理論(Kubelka-Munk Theory)計算力度。在以下表7~11中，比較例(標準樣本)的力度將設定為100.0。

【0056】 尼龍的染色最佳溫度為90°C，通常溫度越低，染料染著率就越低，表12、表13、表14分別為於不同溫度下，使用C.I.酸性紅色114、C.I.酸性黃色42、C.I.酸性藍色113染料，並使用本發明系列產物對尼龍纖維染色的CIE Lab值，染著結果可得知LP2G產物在75°C具有較佳之染著率，其中一系列產物在80°C之染著率都較標準樣高，同時具備節約能源，可以減少能源消耗，減少對環境的污染。由C.I. 酸性紅色114使用系列產物染著及色差結果，在色差測試結果顯示，一系列界面活性劑色差值較市售陰離子、非離子型界面活性劑小，表示其均染度較佳，其中又以LP4G產物在90°C之均染效果較為優異，pH4.5時，染料的飽和吸附量與纖維的末端胺基含量相當，因而染料上染速度較快，容易產生不均現象，但透過木質素-糖型固色劑之添加可與酸性染料先形成複合物(Complex)，降低其染料溶解性，使分子緩慢釋放，啟發緩染作用。綜合相關數據顯示添加助劑有助於染料上染率，選擇適當助劑添加可達最佳化之染著效果。

【0057】

表7 使用C.I.酸性紅色114染料並用本木質素-糖型界面活性劑為助劑於75°C染色結果表

界面活性劑	ΔL^*	Δa^*	Δb^*	ΔE	K/S
-------	--------------	--------------	--------------	------------	-----

標準	標準	標準	標準	標準	18.950
LP2G	-1.38	-0.84	-1.34	2.10	21.894
LP4G	1.99	2.8	-0.17	3.44	18.849
LP6G	1.26	1.25	-0.51	1.85	17.972
LP8G	0.9	0.93	-0.44	1.36	18.737
LP10G	1.43	1.27	-0.75	2.05	18.232
陰離子型	5.66	6.56	-2.36	8.98	18.549
非離子型	4.35	4.37	0.25	6.17	15.438

表8 使用C.I.酸性紅色114染料並用本木質素-糖型界面活性劑為助劑於80°C 染色結果表

界面活性劑	ΔL^*	Δa^*	Δb^*	ΔE	K/S
標準	標準	標準	標準	標準	14.223
LP2G	-0.25	-0.48	-0.63	0.83	14.633
LP4G	-0.38	-0.73	-1.41	1.63	14.666
LP6G	-0.07	-1	-2.03	2.26	14.149
LP8G	-0.52	-0.28	-1.32	1.45	15.293
LP10G	-0.9	-0.6	-1.46	1.81	15.416
陰離子型	0.95	3.31	-1.55	3.78	17.196
非離子型	0.16	1.36	-0.13	1.38	15.523

表9 使用C.I.酸性紅色114染料並用本木質素-糖型界面活性劑為助劑於85°C 染色結果表

界面活性劑	ΔL^*	Δa^*	Δb^*	ΔE	K/S
標準	標準	標準	標準	標準	15.98
LP2G	0.43	1.41	0.38	1.52	16.526
LP4G	1.25	1.24	0.15	1.77	15.204
LP6G	1.01	1.96	0.78	2.34	16.079
LP8G	0.6	1.52	0.65	1.76	16.272
LP10G	1.54	1.26	-0.44	2.04	14.797
陰離子型	2.02	4.81	2.35	5.72	17.113
非離子型	-0.43	2.65	1.53	3.09	20.107

表10 使用C.I.酸性紅色114染料並用本木質素-糖型界面活性劑為助劑於90°C 染色結果表

界面活性劑	ΔL^*	Δa^*	Δb^*	ΔE	K/S
標準	標準	標準	標準	標準	16.528
LP2G	0.85	0.21	-0.46	0.99	15.563
LP4G	-0.4	0.05	-0.39	0.56	17.435
LP6G	0.36	0.33	-0.39	0.62	16.407
LP8G	1.23	3.09	1.02	3.48	17.46
LP10G	-0.23	0.03	-0.78	0.81	17.051
陰離子型	1.18	2.83	1.05	3.24	17.259
非離子型	2.3	5.41	1.82	6.15	18.895

【0058】 本發明使用無毒、生物可分解性糖類將水不溶性木質素改質成水溶性木質素-糖型界面活性劑，以不同分子量聚乙二醇(PEG = 2000, 4000, 6000, 8000, 10000)和木質素為主原料，所合成出產物為一兩親型 (Amphiphilic) 界面活性劑。此水溶性木質素-糖型界面活性劑具有低起泡性、降低表面張力，溼潤性、乳化及分散等界面活性，隨著聚乙二醇分子量不同界面性質將隨之改變；合成之水溶性木質素-糖型界面活性劑，具有良好之界面活性可應用於許多的加工處理，紡織染整與混合分散劑；由實驗結果得知一系列木質素-糖型界面活性劑具有降低表面張力之能力、濕潤性以及具低起泡性等特點，且具有生物可分解性，應用於纖維染色上，木質素-糖型界面活性劑產物EO鏈比例越高則染色效果越佳。藉由木質素為主體取代現有石油原料不但可以降低成本，還可以使其具有無毒、生物可分解性，降低環境污染，大幅提升其經濟效益與實用性能。

【0059】 由實驗結得知所合成之木質素-糖型界面活性劑比市售其它陰離子、非離子界面活性劑作為尼龍纖維的染色助劑，更具有更佳的均染性，並隨溫度的增加，染著率也下降，在溫度75°C時均染性及染著率最佳。

【0060】 水洗牢度

表 15~表 18、圖 4 為 C. I.酸性紅色染料 114 添加本發明之木質素-糖型界面活性劑產物為固色劑與市售固色劑染色尼龍織物後，在 49°C 的耐水洗堅牢度，其多種纖維布 10 號布的污染，添加產物染色之尼龍織物，經水洗後、醋酸纖維布水洗牢度均為 5.0 級，壓克力為 4.0 級，聚酯為 3.5 級，尼龍為 3.0 級，羊毛、棉為 2.5 級，固色性能均較標準樣與市售陰、非離子型佳。

表 19~表 24、圖五為 C. I.酸性黃色染料 42 添加產物與市售固色劑染色尼龍

織物後，在 49°C 的耐水洗堅牢度，其多種纖維布 10 號布的污染，表 19、表 20 為添加產物染色，染溫 75°C、80°C 的尼龍織物，醋酸纖維布、壓克力水洗牢度均為 5.0 級，羊毛、聚酯、尼龍、棉為 4.5 級，表 21、表 22、表 23 為添加產物之染色，染溫 85°C、90°C、95°C 的尼龍織物，醋酸纖維布、壓克力水洗牢度均為 5.0 級，羊毛、聚酯、棉為 4.5 級，尼龍為 4.0 級，其產物固色性能均比市售性能更好。

表 25~表 30、圖六為 C. I. 酸性藍色染料 113 添加產物與市售固色劑染色尼龍織物後，在 49°C 的耐水洗堅牢度，其多種纖維布 10 號布的污染，表 25、表 26、表 27、表 29 為產物染色，染溫 75°C、80°C、85°C、95°C 的尼龍織物，醋酸纖維布水洗牢度均為 5.0 級，羊毛、壓克力、聚酯為 4.5 級，尼龍、棉為 2.5 級，表 28 為產物染色，染溫 90°C 的尼龍織物，醋酸纖維布水洗牢度均為 5.0 級，羊毛、壓克力、聚酯為 4.5 級，尼龍為 2.5 級，棉為 2.0 級，其固色性能產物均比市售陰離子和非離子效果更佳。

表 15 樣布於 85°C 以 C. I. 酸性紅色 114 染後之耐水洗堅牢度

85°C 測試樣品	多種纖維測試布					
	羊毛	壓克力	聚酯	尼龍	棉	醋酸纖維布
標準	2.5	3.0	3.0	2.5	2.0	3.5
LP2G	2.5	4.0	3.5	3.0	2.5	5.0
LP4G	2.5	4.0	3.5	3.0	2.5	5.0
LP6G	2.5	4.0	3.5	3.0	2.5	5.0
LP8G	2.5	4.0	3.5	3.0	2.5	5.0
LP10G	2.5	4.0	3.5	3.0	2.5	5.0
陰離子型	2.5	3.5	3.0	3.0	2.5	4.5
非離子型	2.5	3.5	3.0	3.0	2.5	5.0

表 16 樣布於 90°C 以 C. I. 酸性紅色 114 染後之耐水洗堅牢度

90°C 測試樣品	多種纖維測試布					
	羊毛	壓克力	聚酯	尼龍	棉	醋酸纖維布
標準	2.5	3.0	3.0	2.5	2.0	3.5

85°C 測試樣品	多種纖維測試布					
	羊毛	壓克力	聚酯	尼龍	棉	醋酸纖維 布
標準	3.0	3.0	3.0	1.5	1.5	3.5
LP2G	4.5	4.5	4.5	2.5	2.5	5.0
LP4G	4.5	4.5	4.5	2.5	2.5	5.0
LP6G	4.5	4.5	4.5	2.5	2.5	5.0
LP8G	4.5	4.5	4.5	2.5	2.5	5.0
LP10G	4.5	4.5	4.5	2.5	2.5	5.0
陰離子型	3.0	3.0	2.5	2.0	2.0	4.0
非離子型	4.0	4.0	4.0	2.0	2.0	4.5

表 28 樣布於 90°C 以 C. I. 酸性藍色 113 染後之耐水洗堅牢度

90°C 測試樣品	多種纖維測試布					
	羊毛	壓克力	聚酯	尼龍	棉	醋酸纖維 布
標準	3.0	2.5	2.5	1.0	1.5	3.0
LP2G	4.5	4.5	4.5	2.5	2.0	5.0
LP4G	4.5	4.5	4.5	2.5	2.0	5.0
LP6G	4.5	4.5	4.5	2.5	2.0	5.0
LP8G	4.5	4.5	4.5	2.5	2.0	5.0
LP10G	4.5	4.5	4.5	2.5	2.0	5.0
陰離子型	3.0	2.5	2.5	1.5	2.0	4.0
非離子型	4.0	4.0	4.0	2.0	2.0	4.5

表 29 樣布於 95°C 以 C. I. 酸性藍色 113 染後之耐水洗堅牢度

95°C 測試樣品	多種纖維測試布					
	羊毛	壓克力	聚酯	尼龍	棉	醋酸纖維 布
標準	3.0	3.0	3.0	2.0	1.5	3.5
LP2G	4.5	4.5	4.5	2.5	2.5	5.0
LP4G	4.5	4.5	4.5	2.5	2.5	5.0
LP6G	4.5	4.5	4.5	2.5	2.5	5.0
LP8G	4.5	4.5	4.5	2.5	2.5	5.0
LP10G	4.5	4.5	4.5	2.5	2.5	5.0
陰離子型	4.0	4.5	4.5	2.5	2.5	4.5
非離子型	4.0	4.5	4.5	1.5	1.5	4.5

表 30 不同溫度下，以 C. I. 酸性藍色 113 並用本產物助劑染尼龍纖維布之水洗牢度

界面 活性 劑	溫度				
	75°C	80°C	85°C	90°C	95°C

發明摘要

※ 申請案號： 106116608

※ 申請日： 106/05/19

※IPC 分類： *D06B 9/02* (2006.01)
D06P 1/48 (2006.01)
B01F 17/50 (2006.01)
B01F 17/56 (2006.01)

【發明名稱】(中文/英文)

一種尼龍纖維材料的染色組成物及使用其之染色程序

A dyeing composition for nylon fiber material and using the same method for dyeing process

【中文】

本發明為一種尼龍纖維材料的染色組成物及使用其之染色程序，該組成物包含木質素-糖型界面活性劑作為染整助劑，本發明使用木質素-糖型界面活性劑作為助劑來染尼龍纖維，染色之效果非常良好，不論染著率或均染性均相當優異。本發明木質素-糖型界面活性劑，係由生物可分解、對人體無毒性之木質素與二醇化合物反應之反應物，利用不同分子量之選自：聚乙二醇、聚環氧乙烷、聚氧乙烯等聚氧乙烯醚鏈段與二酸或酸酐化合物反應物作為連結基，連結糖類及木質素與二醇之反應物，其中透過縮合反應將疏水性之木質素與親水性糖類結合，大幅提升界面活性劑之水溶性，同時兼具了生物可分解天然環保之特性，可廣泛應用於染整等相關產業用途上。

【英文】

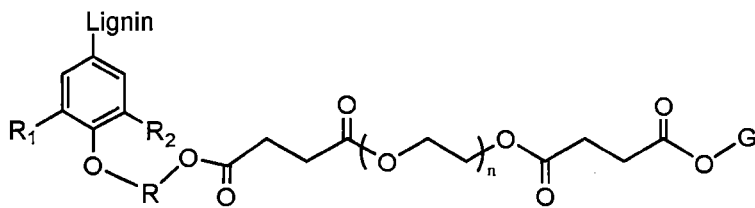
申請專利範圍

- 1、一種尼龍纖維材料的染色組成物，包含：

木質素-糖型界面活性劑，以所述染色組成物的總重量計，所述木質素-糖型界面活性劑的含量為 0.01 重量%至 10 重量%；

染料，以所述染色組成物的總重量計，所述染料含量為 0.01 重量%至 10 重量%；

以及載劑，以所述染色組成物的總重量計，所述載劑的含量為 80 重量%至 99.98 重量%，其中，該木質素-糖型界面活性劑，具有下列通式之化學結構：

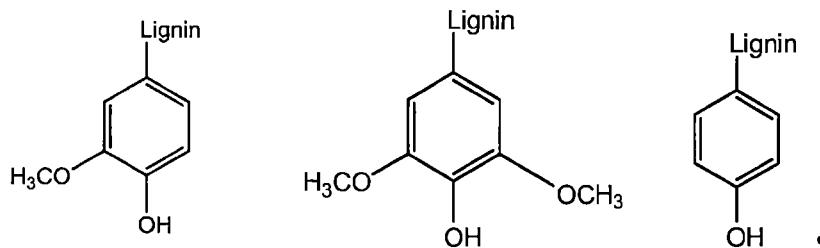


式中 Lignin 代表木質素殘基， R_1 、 R_2 同時為氫、或 OCH_3 ，或各自分別為相異之氫、或 OCH_3 ， R 為二醇化合物殘基， G 為糖類殘基，其中，二醇化合物選自碳數 2 至 6 之二醇化合物， n 表示聚氧乙醚鏈段重複單位數，其值為 10~5000，其中糖類化合物選自單糖、雙糖、 C_4 至 C_{20} 之低聚糖選自多羥基醛、或多羥基酮、糖醇及其縮合物之至少一種。

- 2、如申請專利範圍第 1 項所述的染色組成物，其中所述載劑為選自：水、乙醇、丙酮及其混合溶液；其中所述染色組成物在室溫下的 pH 值範圍為 2 至 6。
- 3、如申請專利範圍第 1 項所述的染色組成物，其中以所述染色組成物的總重量計，所述木質素-糖型界面活性劑的含量為 0.05 重量

%至 5 重量%；所述染料的含量為 0.05 重量%至 5 重量%。

- 4、如申請專利範圍第 1 項所述的染色組成物，其中木質素-糖型界面活性劑之該聚氧乙烯醚鏈段，由選自：聚乙二醇(PEG)、聚環氧乙烷(PEO)、聚氧乙烯(POE)所構成。
- 5、如申請專利範圍第 1 項所述的染色組成物，其中所述該木質素-糖型界面活性劑之糖類選自葡萄糖、果糖、麥芽糖、蔗糖、山梨糖醇；其中木質素選自下述結構之至少一種者



- 6、如申請專利範圍第 1 項所述的染色組成物，其中所述該木質素-糖型界面活性劑之製備，係由木質素與二醇化合物反應之反應產物 A，二酸或酸酐化合物與選自：聚乙二醇(PEG)、聚環氧乙烷(PEO)、聚氧乙烯(POE)之聚氧乙烯醚鏈段反應之反應產物 B，再將反應產物 A 與反應產物 B 縮合反應得到反應產物 C，反應產物 C 再與糖類化合物反應而得木質素-糖型界面活性劑之產物。
- 7、如申請專利範圍第 5 項所述的染色組成物，其中，該木質素-糖型界面活性劑之製備係包含(a)至(d)之合成步驟如下：
- (a) 將木質素與二醇化合物反應，加入觸媒緩緩升溫，於60~200°C，反應 2~8 小時，而後冷卻至60~90°C，加入鹼終止反應，升溫至 110~160°C 抽氣減壓去除多餘二醇化合物和水並維持2~8小時；

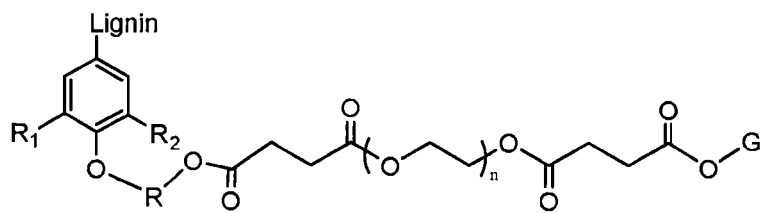
- (b) 將聚氧乙烯醚鏈段以及二酸或酸酐化合物反應，置於瓶中升溫至40~80°C攪拌使二酸或酸酐化合物與聚氧乙烯醚鏈段均勻混合後，加入觸媒緩緩升溫至100~180°C，反應2~8小時；
- (c) 將步驟(a)產物A和步驟(b)產物B，置於反應瓶中升溫至100~200°C，並利用水流式抽氣減壓去除水分；
- (d) 將步驟(c)產物C和糖類，於70°C~110°C反應6~10小時，得木質素-糖型界面活性劑粗產物，再以乙醇為溶劑利用抽氣過濾將未反應物去除，再萃取濾液上層，使用真空濃縮機去除溶劑得最終產物。
- 8、如申請專利範圍第 7 項所述的染色組成物，其中所述該木質素-糖型界面活性劑之製備，包含觸媒選自：四異丙醇鈦(IV)、硫酸、鹽酸之至少一種或其組合。
- 9、一種尼龍纖維材料的染色程序，包括：提供尼龍纖維材料；提供如申請專利範圍第 1 至 8 項中任一項所述之染色組成物，利用所述染色組成物對所述尼龍纖維材料進行染色。
- 10、如申請專利範圍第 9 項所述尼龍纖維材料的染色程序，利用染色組成物對所述纖維材料進行染色，包括：浸染步驟，在室溫下將纖維材料浸入所述染色組成物中；緩染步驟，以 0.5°C/min~5°C/min 的升溫速率將浸泡於染色組成物中的纖維材料加熱至 50°C~140°C；染色步驟，在 50°C~140°C 將染色組成物及浸泡於其中的纖維材料持溫 30 分鐘~120 分鐘；以及降溫出缸步驟，以 0.5°C/min~5°C/min 的降溫速率將染色組成物及浸泡於其中的纖維材料降至 50°C~100°C，再將纖維材料從染色組成物中取出。

【代表圖】

【本案指定代表圖】：無。

【本代表圖之符號簡單說明】：無。

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：



Lignin：木質素殘基

R₁、R₂：氫、或OCH₃

R：二醇化合物殘基

G：糖類殘基

n：聚氧乙烯醚鏈段重複單位數