

申請日期: 88. 7. 15.	案號: 88115. 1
類別: D01F 3/02	

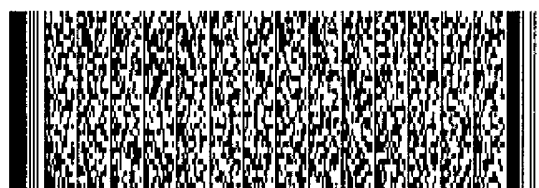
(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

442582

一、 發明名稱	中文	製造已成形纖維物件之方法
	英文	PROCESS FOR PRODUCING FORMED CELLULOSIC ARTICLES
二、 發明人	姓名 (中文)	1. 厚格 剛寇 2. 麥克 慕斯
	姓名 (英文)	1. HOLGER GUNKEL 2. MICHAEL MOOZ
	國籍	1. 德國 2. 德國
	住、居所	1. 德國羅德斯特市斯奇勒街22號 2. 德國佛克曼斯道夫市歐特街22號
三、 申請人	姓名 (名稱) (中文)	1. 德商阿瑟魯休華茲公司
	姓名 (名稱) (英文)	1. ALGERU SCHWARZA GMBH
	國籍	1. 德國
	住、居所 (事務所)	1. 德國羅德斯特市貝斯奇街103號
	代表人 姓名 (中文)	1. 克勞思 哈特曼 2. 拉福-伍威 鮑爾
	代表人 姓名 (英文)	1. KLAUS HARTMANN 2. RALF-UWE BAUER

公告本



本案已向

國(地區)申請專利

申請日期

案號

主張優先權

德國 DE

1998/09/17 19842556.2

有

有關微生物已寄存於

寄存日期

寄存號碼

無



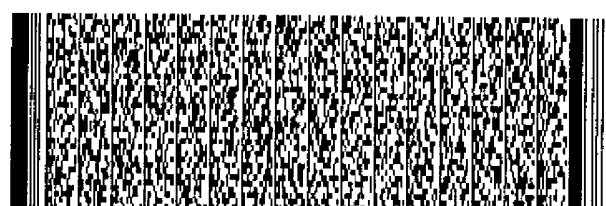
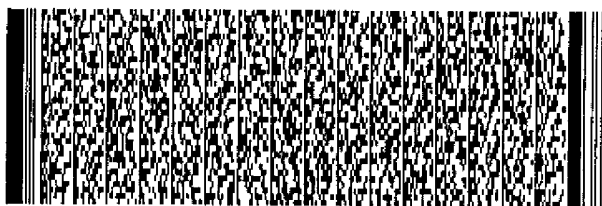
五、發明說明 (1)

本發明係關於製造已成形纖維物件例如，纖維，纖絲，薄片，薄膜或管子等之方法，此方法包括a)擠壓稀氧化胺，特別是N-甲基嗎啉N-氧化物中之纖維素溶液經由空氣隙通過擠壓模及在含有氧化胺之含水沉澱浴中凝固已成形物件，及b)將已成形之物件通經至少一個洗滌階段以便移除殘留之氧化胺。

雖然沉澱浴通常具有以質量計自10至25%之N-甲基嗎啉N-氧化物(NMMO)之濃度及自0至20℃溫度，但是在隨後洗滌階段中，在高達80℃之溫度下，洗液中之NMMO含量降低至接近0%。所熟知者：此等含有NMMO之液體其特徵為：微生物形成部份極強生長。此等生物學之物質大體上是細菌和黴菌，隨著形成黏液聚集體和生物膜，造成加工處理之相當困難。生產設備零件之功能可能由於管子，過濾器，泵等之堵塞而受損直至其完全故障，由於聚合之黏液物質顯著黏附至所有表面上及導致不希望中斷生產過程，機械式清潔各個洗滌浴與沉澱浴系統極為昂貴。

自WO 96/18761，得知一種方法其中各個浴中之生物學物質經由使用通常氧化劑予以降解，例如使用過氧化氫，過乙酸，臭氧或二氧化氯。使用此種方法，必須經由昂貴歷程予以保證：在循環NMMO至紡絲溶液生產階段前，完全處理此等氧化劑。

根據WO 97/07137中特定之方法，為了避免形成薄膜在裝置中，在再生含有氧化胺之溶液後添加殺微生物劑。在此種情況下，相同，具有缺點存在即：在加工處理的NMMO



五、發明說明 (2)

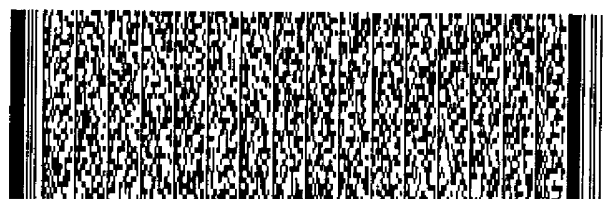
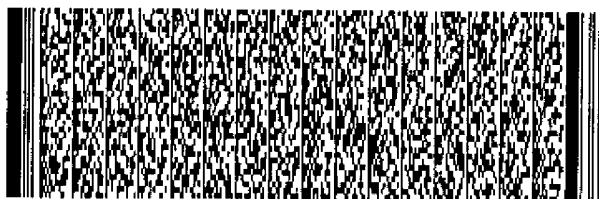
循環中，將所添加之物質或其降解產物濃縮而在個別之加工處理步驟中造成不需要之效果。必須特別慎重考慮NMMO之熱安定性及伴隨之安全性危險之影響。

自WO 97/07108與WO 97/07138，已知UV處理含有氧化胺之溶液其目的在氧化N-甲基嗎啉(NMM)成為NMMO期間或以後所形成之N-亞硝基嗎啉。為了再使用所再生之NMMO以便製備紡絲原液之目的，將UV處理受限為再生沉澱浴。

本發明的目的在避免形成和生長經由微生物所形成之塗層，薄膜和黏沉聚集體在與含有NMMO之液體接觸之設備的零件中及因此所造成之損害和操作上困擾。特別，上述之方法應不需要經常清洗設備甚至在連續操作中。另外，為了避免其監控之問題，應避免使用化學物質而如果需要，伴隨其使用後再分離出。另外之優點可自下列說明書收集。

使用在開始時所指定之方法，根據本發明，實現此等目的，因為將沉澱階段中沉澱浴液及/或洗滌階段之洗液經由紫外線輻射處理。出人意料以外，現已發現：含有氧化胺，特別是NMMO之液中發育之微生物(此等微生物導致不需要之沉積物)經由UV線輻射予以滅活或其DNS(脫氧核酸)經由UV誘導反應而殺死。其結果是，維持液中總細菌數目低而設備之可能清潔僅在實質上較長之操作期間後才須要。

根據本發明方法之較佳具體實施例，使用波長範圍自200至280 nm之紫外線輻射。特別，所使用之UV線輻射具



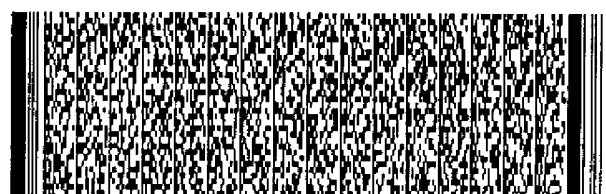
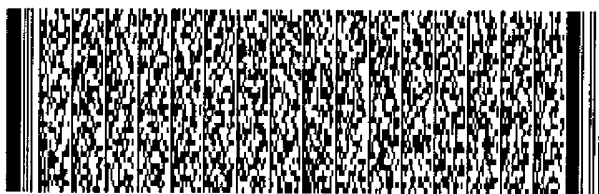
五、發明說明 (3)

有254 nm之波長。此輻射可經由汞低壓燈便利產生，其最大強度是在此波長時。

較佳將(各)洗滌階段的液體之UV線處理限制為低於50℃之溫度。當連續使用數個洗滌步驟而操作時，最後步驟之洗滌液溫度時常昇至50℃以上係為了支持將氧化胺洗出成形物件。在此等階段中，可省略UV線輻射處理因為微生在此等溫度下不能發育。在另一方面，在低於20℃之溫度下，可強力抑制微生物之生長。當將沉澱浴經常維持低於此溫度時，因此可顯著減少使用輻射。只要在隨後洗濯階段中儘可能避免20至40℃間之溫度，則在此等階段中亦可減少輻射功率。

較佳使具有Hazen色數 $H_z \leq 400$ 之沉澱溶液或洗液歷經UV線處理。現已發現：液體之較強著色減低UV線處理之效率而需要較高之輻射功率。保證UV線處理之有效性及於Hazen色數。因此之故，除去其他原因以外，根據本發明，隨著UV線處理沉澱浴和洗液，抑制形成著色之副產品亦屬有利。

如果使用本發明之方法，將沉澱浴和數個洗滌階段串聯並包括其本身的液體循環，則將沉澱浴和第一洗滌階段的循環液用UV線輻射處理因為此等液體提供比較有利之條件(溫度，有機物質之含量)適合微生物發育，當將來自最後洗滌階段之液體通至沉澱浴(相對於纖維之移動)時，則使它在此路徑上重複暴露於UV線輻射下。循環中之UV線輻射可連續或間歇進行。可能以簡單方式將UV輻射器併合入現



五、發明說明 (4)

有之設備中。

較佳將循環液使用範圍自0.1至1.0 wh/l 功率照射，特別用0.5 wh/l。適合微生物生長之條件及利用UV線輻射對抗微生物之有效性以pH值，溫度，NMMO之濃度，氧氣引入和光透射(色數)等為基準而極不相同。各自之特定條件可經由適應UV照射之功率和持續時間予以考慮。

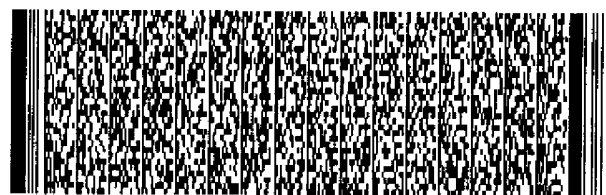
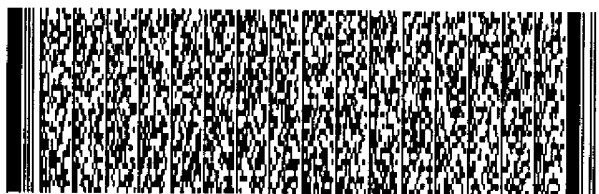
該圖顯示用於實行本發明方法之設備的示意表示法具有沉澱浴和連接之五級洗滌部份。

該沉澱浴具有浴液之內部循環(自受器槽1^b至紡絲容器1^a)連同泵1^c，冷卻器1^d和紫外線輻射器1^e。將使用過的沉澱浴液經由管線1^f而排出並通至清潔級2。將經清潔之沉澱浴液在級3中濃縮。使用所形成之NMMO濃縮液在級4中以便製備紡絲原液，將它泵送至紡絲嘴。將級3中所形成之餾出物作為洗液而餵供至最後洗滌級9。

第一洗滌級5具有外部洗液循環5^a連同UV線輻射器5^e。使含有NMMO洗液自循環5^a經由管線5^b而通至受器槽1^b。將第二洗滌級6以與第一洗滌級5之相同方式配置UV線輻射器6^e。另外之洗滌級7，8和9各自具有相同之外部洗滌劑循環7^a，8^a與9^a其與循環5^a與6^a之不同在於：無UV線輻射器安排在其中因為此處將洗滌劑之溫度維持寫於50℃。通過設備所擠壓之產物的路徑以虛線顯示。

實例

在圖中所示之設備中，UV線輻射器係以0.5 Wh/l循環液的功率而操作。總細菌數目在2天之間隔，使用來自沉澱

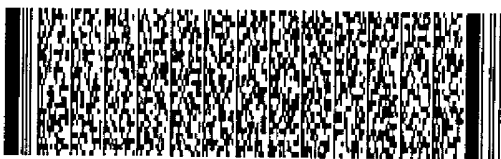


五、發明說明 (5)

浴之樣品藉培養基(TTC瓊脂)予以測定。總細菌數目連續低於 $10^5/\text{ml}$ 。僅必須在2個月後清潔此設備。

比較性實例

使用與實例中之相同程序，然而不使用UV線照射，在5天後已發現總細菌數目增加至 $>10^6/\text{ml}$ 儘管仔細清潔和消毒均無用。

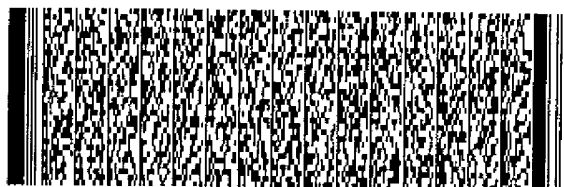
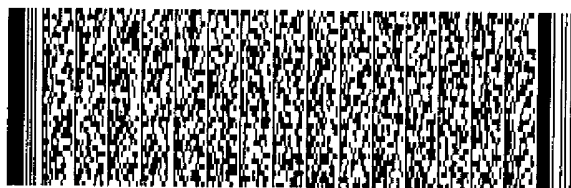


四、中文發明摘要 (發明之名稱：製造已成形纖維物件之方法)

本發明係關於製造已成形纖維物件，例如纖維，纖絲，薄片、薄膜或管子等之方法，此方法包括a)擠壓稀氧化胺，特別是N-甲基嗎啉N-氧化物中之纖維素溶液經由空氣隙通過擠壓模及在含有氧化胺之含水沉澱浴中凝固已成形物件，及b)將已成形之物件通經至少一個洗滌階段以便移除來自該物件之殘留氧化胺，其特徵為：將沉澱階段中之沉澱浴的液體及/或各洗滌階段之洗衣液用紫外線輻射處理。以此種方式，避免經由微生物所造成之形成和生長之塗層，薄膜和黏液沉積物在設備之零件上，此等零件將與含有氧化胺之液體接觸。

英文發明摘要 (發明之名稱：PROCESS FOR PRODUCING FORMED CELLULOSIC ARTICLES)

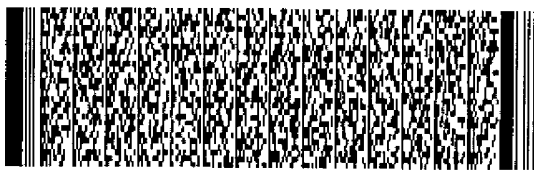
Process for producing formed cellulosic articles, such as fibres, filaments, sheetings, membranes or tubes, comprising a) extruding a solution of cellulose in an aqueous amine oxide, particularly N-methylmorpholine N-oxide, through an extrusion die via an air gap and coagulating the formed article in an aqueous precipitation bath containing amine oxide, and b) passing the formed article through at least one washing stage for removing residual amine oxide from the



四、中文發明摘要 (發明之名稱：製造已成形纖維物件之方法)

英文發明摘要 (發明之名稱：PROCESS FOR PRODUCING FORMED CELLULOSIC ARTICLES)

article, characterized in that the liquor of the precipitation bath in the precipitation stage and/or the washing liquor of the washing stage(s) is treated with ultra-violet radiation. In this manner the formation and growth of coatings, films and slime deposits caused by microorganisms is avoided on parts of the plant which come into contact with said liquors containing the amine oxide.



六、申請專利範圍

1. 一種用於製造已成形纖維物件，例如纖維，纖維，薄片，薄膜，或管子等之方法，此方法包括

a) 擠壓稀氧化胺，特別是N-甲基嗎啉N-氧化物中之纖維素溶液經由空氣氣隙通過擠壓模及在含有氧化胺之含水沉澱浴中凝固已形成之物件，及

b) 使已成形物件通經至少一個洗滌階段以使移除殘留之氧化胺，

其特徵為：將沉澱階段中之沉澱浴的液體及/或各洗滌段之洗衣液用紫外線輻射處理。

2. 如申請專利範圍第1項之方法，其特徵為：使用具有自200至280 nm範圍內波長之紫外線輻射。

3. 如申請專利範圍第2項之方法，其特徵為：該紫外線輻射具有254 nm之波長。

4. 如申請專利範圍第1至3項中任一項之方法，其特徵為：紫外線輻射係由低壓汞燈予以產生。

5. 如申請專利範圍第1至3項中任一項之方法，其特徵為：將UV線處理限制為具有低於50℃溫度之(各)洗衣級的液體。

6. 如申請專利範圍第1至3項中任一項之方法，其特徵為：使具有Hazen色數 $H_z \leq 400$ 之沉澱浴液或洗衣液歷經UV線處理。

7. 如申請專利範圍第1至3項中任一項之方法，其中將沉澱浴和數個洗滌階段串聯其具有其本身之液體循環，其特徵為：將沉澱浴和第一洗滌級的循環液體使用紫外線輻射



44,582

案號 88115918

90年 4月 日

修正

修正

本104年5月2日

補充

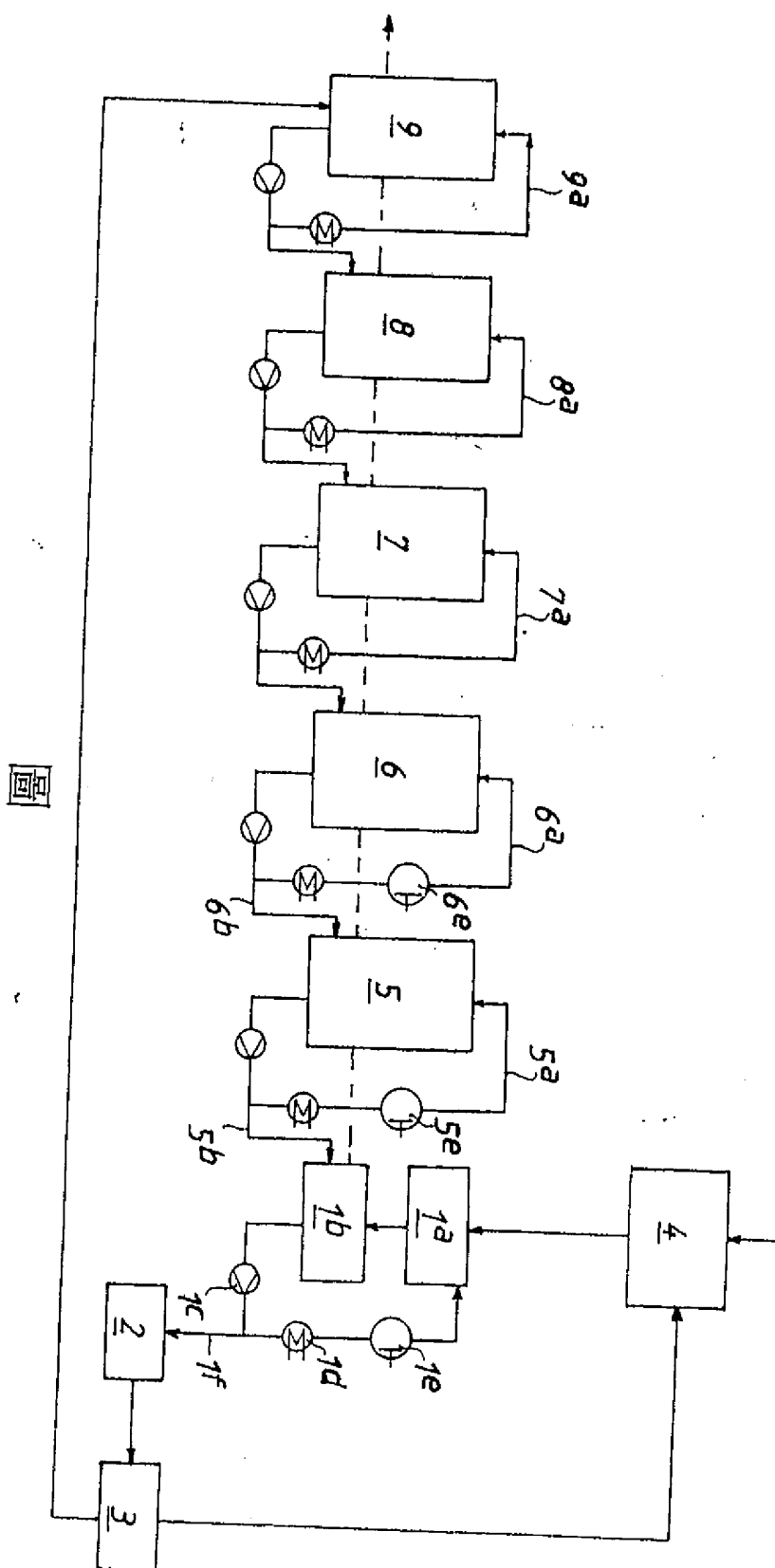
六、申請專利範圍

處理。

8. 如申請專利範圍第6項之方法，其特徵為：將循環液體使用自0.1至1.0 Wh/l範圍內之功率照射。



圖式



圖

六、申請專利範圍

1. 一種用於製造已成形纖維物件，例如纖維，纖維，薄片，薄膜，或管子等之方法，此方法包括

a) 擠壓稀氧化胺，特別是N-甲基嗎啉N-氧化物中之纖維素溶液經由空氣氣隙通過擠壓模及在含有氧化胺之含水沉澱浴中凝固已形成之物件，及

b) 使已成形物件通經至少一個洗滌階段以使移除殘留之氧化胺，

其特徵為：將沉澱階段中之沉澱浴的液體及/或各洗滌段之洗衣液用紫外線輻射處理。

2. 如申請專利範圍第1項之方法，其特徵為：使用具有自200至280 nm範圍內波長之紫外線輻射。

3. 如申請專利範圍第2項之方法，其特徵為：該紫外線輻射具有254 nm之波長。

4. 如申請專利範圍第1至3項中任一項之方法，其特徵為：紫外線輻射係由低壓汞燈予以產生。

5. 如申請專利範圍第1至3項中任一項之方法，其特徵為：將UV線處理限制為具有低於50℃溫度之(各)洗衣級的液體。

6. 如申請專利範圍第1至3項中任一項之方法，其特徵為：使具有Hazen色數 $H_z \leq 400$ 之沉澱浴液或洗衣液歷經UV線處理。

7. 如申請專利範圍第1至3項中任一項之方法，其中將沉澱浴和數個洗滌階段串聯其具有其本身之液體循環，其特徵為：將沉澱浴和第一洗滌級的循環液體使用紫外線輻射



44,582

案號 88115918

90年 4月 日

修正

修正

本104年5月2日

補充

六、申請專利範圍

處理。

8. 如申請專利範圍第6項之方法，其特徵為：將循環液體使用自0.1至1.0 Wh/l範圍內之功率照射。

