

申請日期： 87.11.18	案號：87117398
類別： DOIF 6/70	

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

454052

一、發明名稱	中文	彈力纖維之製備方法及製得之彈力纖維
	英文	PROCESS FOR THE MANUFACTURE OF SPANDEX AND THE SPANDEX MADE THEREBY
二、發明人	姓名 (中文)	1. 伊藤 晉悟 2. 松田 敏和 3. 梅澤 正夫
	姓名 (英文)	1. SHINGO ITO 2. TOSHIKAZU MATSUDA 3. MASAO UMEZAWA
	國籍	1. 日本 2. 日本 3. 日本
	住、居所	1. 日本國滋賀縣大津市園山2丁目15-1盛宴寮 2. 日本國滋賀縣草津市新浜町993-8 3. 日本國滋賀縣栗太郎栗東町小平#171-32
三、申請人	姓名 (名稱) (中文)	1. 日商東麗杜邦有限公司
	姓名 (名稱) (英文)	1. DU PONT-TORAY COMPANY, LTD.
	國籍	1. 日本
	住、居所 (事務所)	1. 日本國東京都中央區日本橋本町1丁目5番6號
	代表人 姓名 (中文)	1. 吉田 孝
	代表人 姓名 (英文)	1. TAKASHI YOSHIDA



本案已向

國(地區)申請專利

日本 JP

申請日期

1997/10/21 9-307874

案號

主張優先權

有

有關微生物已寄存於

寄存日期

寄存號碼



五、發明說明 (1)

發明背景

發明領域

本發明係有關於一種製造乾紡彈力纖維之方法，而更特定言之，係有關於使用聚(N-乙烷基-2-吡咯烷酮)與彈性體嵌段聚氨基甲酸酯於乾紡方法。

背景技藝之說明

由於其極優之伸縮特性，彈力纖維已廣泛應用於衣物如襪子，內衣及運動衣。可靠的纖維旋紡是纖維製造時之一經濟優點，因為廢料降低了。

日本公開專利申請案48-80150揭示在製造濕紡聚氨基甲酸酯-及聚氨基甲酸酯脲基底彈力纖維時使用聚(N-乙烷基-2-吡咯烷酮)以改良白度保留。

需要有一種具有極佳乾可紡性可紡成彈力纖維之聚氨基甲酸酯。

發明概述

本發明製備彈力纖維之方法包含以下步驟：

A. 製備一種由以下所組成之聚合物溶液：以1,1'-亞甲基雙(4-異氰酸基苯)為基底之彈性體嵌段聚氨基甲酸酯；自聚(四亞甲醚)乙二醇及聚(四亞甲醚-共-3-甲基四亞甲醚)乙二醇所組成之族群中所選出之聚醚乙二醇，及自乙二醇，1,3-丙二醇及1,4-丁二醇所組成之族群中所選出之二醇；

B. 在步驟A製備之溶液中加入占總聚合物固形物含量1-10重量%之自聚(N-乙烷基-2-吡咯烷酮)及PVP共聚物所



五、發明說明 (2)

組成之族群中所選出之聚合物；

C. 將步驟B製備之溶液乾紡成彈力纖維；及

D. 將彈力纖維捲取。

附圖之簡要說明

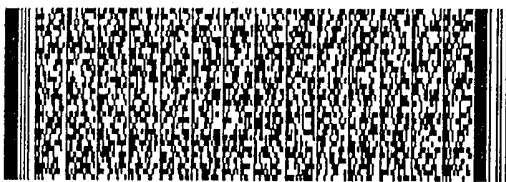
圖1顯示一典型旋紡室，進絲(導絲)輥，及捲取裝置(概略顯示)。

發明之詳細說明

如此處所用，彈力纖維具有其通常意義，亦即，一種製造之纖維，其中成纖物質是一種由至少85重量%嵌段聚氨基甲酸酯所構成之長鏈合成彈性體。"凝集多纖維 (Coalesced multifilament) 意指一種由例如已通過凝集噴嘴而黏附一起之眾多個別彈力纖維所構成的纖維(或紗線)。

本發明方法所用之成纖聚合物為聚氨基甲酸酯。聚氨基甲酸酯溶液可製造具邊際品質之彈力纖維，或甚至不能在乾紡方法中旋紡，特別是將多纖絲合併以製造高分德士彈力纖維時。例如，彈力纖維之沿絲條均勻性，即一種可紡性之敏感量度，可能不足而無法用於服裝用途如針織襪類。令人驚訝的是，現已發現聚氨基甲酸酯基底之彈力纖維之乾可紡性及沿絲條均勻性可藉添加聚(N-乙烷基-2-吡咯烷酮)及其共聚物至乾紡溶液而改良。此種效果在聚氨基甲酸酯基底之彈力纖維並未發現。

本發明之聚氨基甲酸酯聚合物係自聚合乙二醇、二異氰酸酯及低分子量二醇鏈增延劑製備而得。聚合物可以聚醚



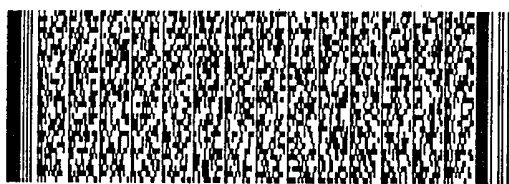
五、發明說明 (3)

乙二醇、聚酯乙二醇、聚碳酸酯二醇，及類似物為基底。聚醚乙二醇為較佳。更佳為聚(四亞甲醚)乙二醇(以下簡稱P04G)及經改質之P04G，其為四氫呋喃與3-甲基四氫呋喃之共聚物(聚(四亞甲醚-共-3-甲基四亞甲醚)乙二醇)，以下簡稱3Me P04G。當P04G使用於本發明方法時，其一般具有數量平均分子量在約1000-3000之範圍內。用於本發明之3MeP04G一般具有數量平均分子量至少約1500但不超過8000，較佳至少約2500但不超過約6000，而更佳約3000-4000。3MeP04G之3-甲基四亞甲醚基團含量為約4-20莫耳%。

本發明所用二異氰酸酯可為芳族二異氰酸酯，如1,1'-亞甲雙(4-異氰酸基苯)(以下簡稱MDI)。MDI係以二異氰酸酯與均聚乙二醇之莫耳比("封端比")為約1.5-4.0使用；使用共聚醚乙二醇時封端比為約2.4-4.5，較佳約3.0-4.0。低分子量二醇鏈增延劑為乙二醇，1,3-丙二醇，1,4-丁二醇(分別簡稱為"2G"，"3G"及"4G")及其混合物。

欲在彈力纖維獲得所要纖維可藉調整聚合乙二醇、二異氰酸酯及鏈增延劑之組成及比率而達成。例如，若聚合乙二醇之分子量高，則二異氰酸酯之相對量(即，封端比)應高。同樣地，若鏈增延劑具高分子量，則鏈增延劑之相對量應低。

製備本發明方法所用聚氨基甲酸酯，有二個通用方法。在一通用方法中，聚氨基甲酸酯係在熔體中製備，再溶解



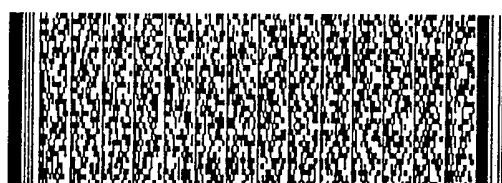
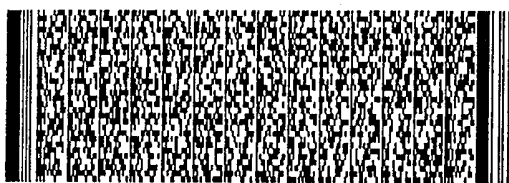
五、發明說明 (4)

於溶劑以獲得聚氨基甲酸酯溶液，然後乾紡。此即為"熔體聚合及溶解"方法。在第二通用方法中，聚氨基甲酸酯係直接在溶劑中合成。在其形成時，聚氨基甲酸酯即溶解於溶劑中而形成溶液，然後乾紡。此即為"溶液聚合"方法。每種通用方法都有各種不同變異方法。

例如，聚氨基甲酸酯可藉使聚醚乙二醇與二異氰酸酯先反應形成二異氰酸酯終端之乙二醇，然後在無溶劑之存在下與二醇反應以進行鏈增延作用("二步驟熔體"方法)。在第二種變異法中，適當的聚醚乙二醇，適當的二異氰酸酯及適當的二醇鏈增延劑可在無溶劑之存在下幾乎同時反應以合成聚氨基甲酸酯("一步驟熔體"方法)請注意，當使用不同種類之多元醇，二異氰酸酯及二醇時，或當使用不同分子量之多元醇混合物等，這些方法並無特別限制。然而，當使用反應速率大為不同之物質時，較佳為使彼等分別反應，然後再將反應產物混合在一起。

製造本發明纖維所用之經熔體製備之聚氨基甲酸酯然後可用習知技術溶於溶劑中。典型方法包括藉由攪拌，超音波，高速剪切及類似法混合及溶解。必要時，也可使用溶解輔助劑。使用粉末狀或小碎片狀之聚氨基甲酸酯可促進聚氨基甲酸酯之溶解。

同樣地，當在溶液中直接製備聚氨基甲酸酯時，聚醚乙二醇及二異氰酸酯可混合並反應形成異氰酸酯終端之預聚物。此反應所用方法並無特別限制，該等方法包括普通攪拌，攪拌時對溶液施以超音波，及/或使用均質化混合

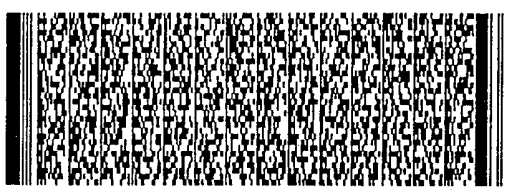
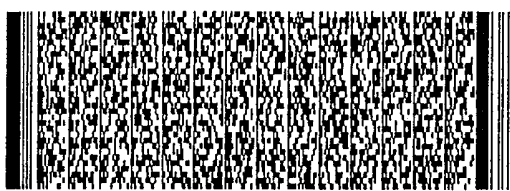


五、發明說明 (5)

器，靜態混合機、雙軸擠至機、捏合機或類似物。然後異氰酸酯終端("封端")之乙二醇即可溶於溶劑中。若經封端之多元醇之溶劑與將用於製造欲乾紡之聚氨基甲酸酯溶液之溶劑為相同時，將是很方便。然後可加入二醇以進行鏈增延作用。此即為"二步驟溶液聚合方法"。直接在溶劑中形成聚氨基甲酸酯之方法也可以一步驟進行，例如將聚合乙二醇及二醇溶解於溶劑中，然後將二異氰酸酯加入以進行聚合作用。此即為"一步驟溶液聚合方法"。

當製備於本發明方法之經二醇增延之聚氨基甲酸酯時，使用一種，或二種或多種胺觸媒或有機金屬觸媒之混合物，將很有幫助。典型適用之胺觸媒包括，例如，N,N-二甲基苄基胺、三乙基胺、N-甲基嗎啉、N-乙基嗎啉、N,N,N',N'-四甲基乙二胺，N,N,N',N'-四甲基-1,3-丙二胺，N,N,N',N'-四甲基己二胺、雙-2-二甲基氨基乙醚，N,N,N',N',N'-五甲基二乙三胺、四甲基胍、三乙二胺、N,N'-二甲基吡啶、N-甲基-N'-二甲基氨基乙基吡啶、N-(2-二甲基氨基乙基嗎啉)，1-甲基咪唑、1,2-二甲基咪唑、N,N-二甲基氨基-乙醇，N,N,N'-三甲基氨基乙基乙醇胺、N-甲基-N'-2-(羥乙基)吡啶，2,4,6-參(二甲基氨基乙基)酚，N,N-二甲基氨基己醇，三乙醇胺，及類似物。有機金屬觸媒，如辛酸錫，二月桂酸二丁基錫、辛酸二丁基鉛及數似物，都可使用。

用於溶解聚氨基甲酸酯之溶劑並無特別限制。然而，溶劑組合物應包括至少一種自二甲基乙醯胺("DMAc")、二甲

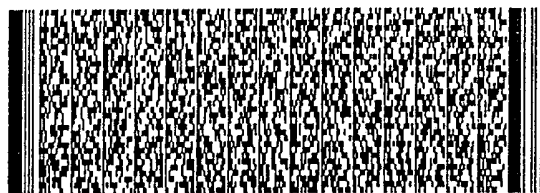


五、發明說明 (6)

基甲醯胺("DMF")及二甲基亞砷("DMSO")所組成之族群中所選出之溶劑。對聚氨基甲酸酯先聚合，再溶於溶劑中之方法及對聚氨基甲酸酯於溶劑中聚合之方法兩者而言，DMAc都是較佳。不管用何種方法製備聚氨基甲酸酯溶液，其一般之固形物濃度為在約30至40重量%之範圍內。

在聚氨基甲酸酯溶液形成後，即可將特定目的用之各種添加劑視情況加至溶液中，祇要添加劑不會干擾本發明之效果。在此等添加劑中有苯並三唑基底之穩定劑、紫外光吸收劑、其他抗光劑、抗氧化劑、抗膠黏劑、潤滑劑如礦物油及矽酮油、抗靜電劑及類似物。添加劑之其他實例包括位阻酚穩定劑如作為光穩定劑之2,6-二-第三丁基-4-甲基酚、抗氧化劑如"Sumilizer" GA-80(住友化學工業株式會社製造)，苯並三唑包括各種"Tinuvin"穩定劑(Ciba特殊品公司出售)、磷化學物如"Sumilizer" P-16(住友製造)、氧化氮阱如HN-150(日本胼公司製造)、光穩定劑如"Sumisorb" 300#622(住友製造)、位阻胺穩定劑包括各種"Tinuvin"型、無機顏料如氧化鈦、氧化鋇、碳黑及類似物、金屬鹽如硬脂酸鎂及硫酸鋇，含銀、鋅或其化合物之殺細菌劑，除臭劑，各種抗靜電劑，氧化鈣、甜菜鹼，磷酸等等。

在本發明之方法中，聚(N-乙烷基-2-吡咯烷酮下稱"PVP")及/或乙烷基-2-吡咯烷酮之共聚物係加在聚氨基甲酸酯溶液中，俾最終彈力纖維具有PVP或PVP聚共聚物含量在約1-10重量%(較佳約1.5-7重量%)範圍內，以總聚合物

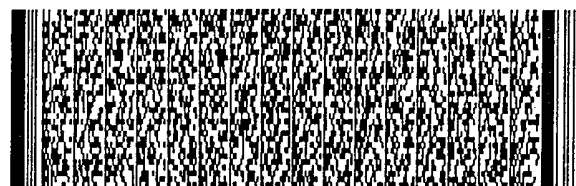
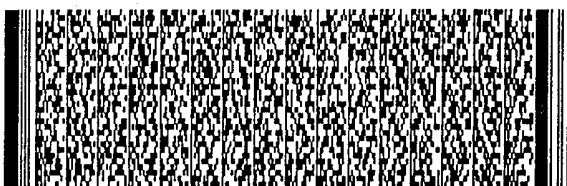


五、發明說明 (7)

固形物含量(彈力纖維)之重量為準。可與N-2-烯基-2-吡咯烷酮聚合以製造可用於本發明之PVP共聚物之適當共聚用單體之實例包括醋酸乙烯酯及N-1-烯基-2-吡咯烷酮。任何適當方法都可用於添加PVP或其共聚物至聚氨基甲酸酯溶液中。代表性方包括使用靜態混合機，攪拌等等。有利的是以溶液將PVP加入，因為如此將使其容易加入並均勻混入聚氨基甲酸酯溶液中。對聚氨基甲酸酯之加入也可進行同時加入上述化學物，如光穩定劑、抗氧化劑、顏料或類似物，例如以漿體加入。

本發明所用PVP聚合物之"K"值，為了獲得聚氨基甲酸酯基底彈力纖維之最佳可紡性，為20-70(較佳26-34)。當PVP之分子量太低時，旋紡溶液之黏度會過度降低，而在旋紡時可能失去絲條連續性。當PVP之分子量太高時，旋紡溶液黏度會變得太高而無法旋紡。有關K值及其與PVP分子量之關係之討論，請閱"PVP - A Critical Review of the Kinetics and Toxicology of Polyvinylpyrrolidone (Povidone), B.V. Robinson 等人著，Lewis 出版公司，1990年。為了改良的PVP純度PVP較佳係在異丙醇溶劑中合成。

在本發明之方法中，係將含聚氨基甲酸酯及PVP之旋紡溶液乾紡以形成彈力纖維，然後捲取。如圖1概略所示，聚氨基甲酸酯溶液係自安裝在乾紡室12內或上之噴絲頭總成10擠出。在溶液自噴絲頭擠出時，其即與經由入口14引入室內之順流熱惰性氣體("吸入"氣體)流遭遇。旋紡溶液



五、發明說明 (8)

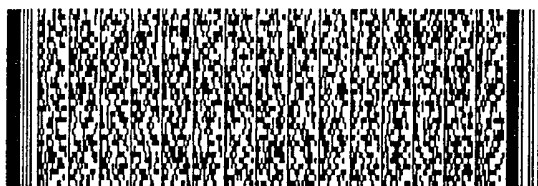
之溶劑即蒸發至熱惰性氣體中，因而將若干旋紡溶液料流在彼等在室內向下前進時轉化成連續彈力纖維16。逆流之惰性氣體流也可經由入口18引入室之底部。這二股惰性氣體流，現含有蒸發之溶劑，即經由靠近室底部之吸氣裝置20抽出。

纖維束由室底部之孔30冒出，並通過可選用凝集噴嘴22至第一進絲(導絲)輥28。噴嘴22係經由入口24供應氣體流。然後，彈力纖維通過可選用給油輥(Finish roll)32之上以視情況自可選用貯槽33施加潤滑劑，然後至第二進絲(導絲)輥34，再到捲取裝置，其包含橫動導桿36，可選用驅動輥38及圓柱芯或筒管40，彈力纖維即捲繞在其上。

圖1顯示七條纖維，但可製備更少(包括二條纖維)或更多(包括3, 5, 12, 24, 48或甚至更多)條纖維。並使彼等通過習知凝集噴嘴集給成特選數量之凝集多纖維。單纖維也可藉本發明方法製造。圖1所示以外之旋紡室形狀及輥之配置都可使用。

第二導絲輥(進絲輥)之速度與捲取輥之速度之比在此稱為彈力纖維之"捲取拉伸比"，捲取拉伸比係在約1.15至1.65之範圍內。

本發明方法提供聚氨基甲酸酯基底彈力纖維旋紡連續性(由於斷線減少之故)之改良，低單纖維捻線頻率及較少紗線遷移(亦即，纖維較少漂移至乾紡室吸氣除去系統中及較少併入相鄰凝集單纖維中)。此一效果在凝集多纖維比在單纖維更為明顯，雖然單纖維也看到一些改良。凝集多



五、發明說明 (9)

纖維通常具有較高分德士，俾在更高紗線分德士，亦即20分德士以上，例如50分德士，77分德士及更高時，效果更為明顯。當旋紡更多纖維條，例如24條對12條時，改良也可更顯著。

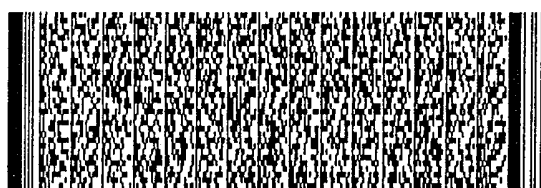
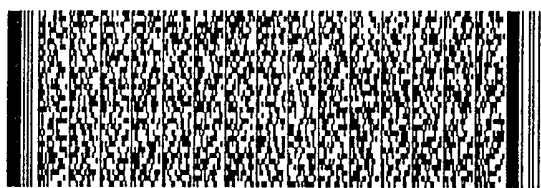
更微妙的可紡性改良顯示在旦數可變性係數(下稱"CDV")之降低。CDV之降低表示聚氨基甲酸酯基底彈力纖維沿絲條之均勻性得到改良，此即反映改良之旋紡方法。雖然添加PVP對CDV之影響在具較高分德士之紗線最為顯著，但在較小纖維也可觀察到。

聚氨基甲酸酯脲-此為鏈增延係藉低分子量胺如乙二胺(下稱"EDA")進行之聚氨基甲酸酯之特定亞組-之乾紡不會從添加PVP獲得益處。在1重量%及6重量%PVP時，聚氨基甲酸酯脲基底彈力纖維之可紡性及CDV，與不加PVP之聚氨基甲酸酯脲對照組相比，實際上更為劣化。

本發明將在以下實例中作更詳細說明。

聚氨基甲酸酯/DMAc溶液黏度係根據ASTM D1343-69一般方法以型DV-8落球黏度計(Duratech公司，Waynesboro，VA出售)於40℃下操作測定。

為測定彈力纖維中PVP之存在量，將100毫克纖維樣本溶於5毫升DMAc中。在所得溶液中次第加入20毫升乙醇，此時聚氨基甲酸酯(或聚氨基甲酸酯脲，視樣本之本質而定)組份即行沈澱。剩下之溶液即以高速液體色譜法分析。使用根據已知濃度之PVP溶液作成之預定校正曲線定量測定PVP。使用以下方程式計算PVP含量：



五、發明說明 (10)

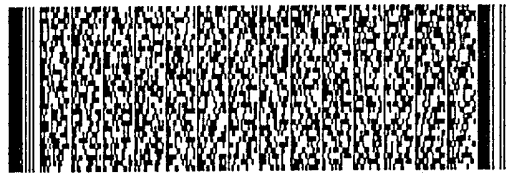
$$\text{重量\%PVP} = \frac{\text{樣本峰面積}}{\text{校正曲線纖維物面積}} \times \frac{\text{校正樣本重量}}{\text{纖維樣本重量}}$$

為測定CDV，使用滾動退繞裝置自捲裝取出彈力纖維並送至包含壓電陶瓷針之張力計。捲取輥之圓周大於進絲輥圓周50%，而進絲與捲取輥以相同rpm轉動，俾聚氨基甲酸酯在張力計上拉伸50%伸長率。張力計在多纖維通入輥時測量張力。計算平均張力，變異數，標準差及變異數係數，並以CDV報告變異數係數，因為且數與測得之張力成正比。低CDV即表示高纖維均勻性，且為旋紡品質之敏感量度，因為纖維在旋紡時會產生不均勻性。

實例中所用全部聚氨基甲酸酯係以一步驟溶液聚合方法製造，但也可使用上述其他方法。比較實例7及8所用之聚氨基甲酸酯係以二步驟溶液聚合方法製造。穩定用添加劑係以習知漿體添加至實例與比較實例之彈力纖維中並在乾紡時混合，俾纖維含有2.0%重量% Methacrol(2462B (雙(4-異氰酸基環己基)-甲烷)與3-第三-丁基3-氮雜-1,5-戊二醇之聚合物，杜邦公司製造)1,2重量% Methacrol(2390D (P-甲酚與二乙烯基苯之縮合聚合物，杜邦公司製造)及小量矽酮油。旋紡速度係在捲取輥測量。

實例

在實例中，20分德士彈力纖維是單纖維，50分德士彈力



五、發明說明 (11)

纖維係由三條凝集纖維所組成，44分德士彈力纖維有四條凝集纖維，及77分德士彈力纖維係由5條纖維所構成。PVP使用K-值30(可自日本國際特殊品公司或日本關東化學公司或德國BASF公司購得)。

在表中，"Glycol"(乙二醇)係指所用聚合乙二醇，"COMP"表示比較實例，"V"指極，"n.m"意指未測定，"Co-PVP"表示所用為包含N-乙烯基-2-吡咯烷酮之共聚物，及C.E.指所用鏈增延劑。

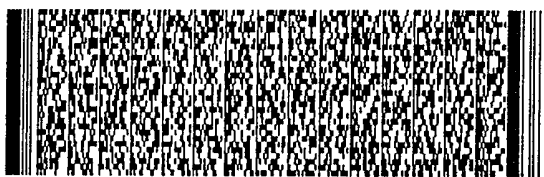
實例中20分德士單纖維彈力纖維之CDV在無PVP時為約9至10，而PVP含量在本發明內時為6至8。

實例1

在6050克DMAc中，加入2730克具分子量2100之P04G，977克之MDI(封端比3.0)及161克乙二醇。然後將混合物加熱至70℃並攪拌7小時。此為一步驟溶液聚合方法之實例。此一聚合物之分子量為約85,000，而所得聚氨基甲酸酯/DMAc溶液(39%重量濃度)黏度(以落球黏度法測量)為約3800泊。製備旋紡溶液：將61.8克PVP之DMAc溶液(關東化學公司製造，40% PVP重量濃度)及添加劑漿體加至2000克聚氨基甲酸酯/DMAc溶液中，並將混合物攪拌2小時。將旋紡溶液乾紡，速度為540米/分，第二導絲輥與捲取輥間轉速之比("捲取拉伸比")為1.40，以獲得含2.7重量% PVP之20分德士彈力纖維。

比較實例1A

將19.9克PVP之DMAc溶液(40%重量濃度，關東化學公司)



五、發明說明 (12)

加至1967克實例1之相同聚氨基甲酸酯溶液中，接著攪拌2小時以獲得旋紡溶液。將所得旋紡溶液以速度540米/分及捲取拉伸比1.40乾紡即得含0.8重量%之20分德士彈力纖維。在低分德士下，介於0.8重量%與0% PVP間之CDV或其他可紡性量度之差異很小，如表1所示。

實例2

將63.0克PVP之DMAc溶液(40%重量濃度，BASF製造之"Rubiskol")加至1983克與實例1實質相同之聚氨基甲酸酯中，接著攪拌2小時而得旋紡溶液。如實例2將彈力纖維乾紡。

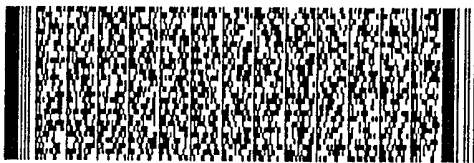
比較實例1B

將實例1製備但無PVP之聚氨基甲酸酯/DMAc溶液(39%重量濃度)乾紡，第二導絲輥與捲取輥間之速度比為1.40，速度為540米/分，以獲得20分德士彈力纖維。

表 I

實例	1	Comp. (比較) 1A	2	Comp. (比較) 1B
GLYCOL (乙二醇)	P04G	P04G	P04G	POG
C.E.	2G	2G	2G	2G
PVP, wt%	2.7	0.8	3.0	0
分德士	20	20	20	20
可紡性	極(V)佳	佳	極(V)佳	佳

如表1所示，添加PVP至均聚醚基底，乙二醇增延之聚氨



五、發明說明 (13)

基甲酸酯之溶液可改良彼等之乾可紡性，即使是20分德士單纖絲彈力纖維。

實例3

將DMAc中40重量% PVP之溶液加至實例1所述聚氨基甲酸酯溶液中並攪拌2小時。將溶液乾紡，速度為540米/分，吸入氣體溫度為390℃及捲取拉伸比為1.32。所得50分德士凝集多纖絲彈力纖維含有2.0重量% PVP，且具有所要低CDV 14。

比較實例2

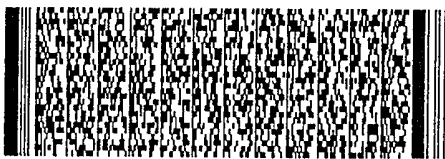
重複實例4，但不將PVP加至旋紡溶液中。CDV高至22。

實例4

如實例1，在DMAc溶液中製備聚氨基甲酸酯；溶液含有39重量%固形物。將PVP(關東化學)在DMAc中之40重量%溶液加至聚氨基甲酸酯溶液中並攪拌2小時。將旋紡溶液旋紡以得77分德士凝集多纖絲彈力纖維，其具PVP含量為2.0重量%。吸入氣體溫度為420℃，捲取拉伸比為1.32及旋紡速度為540米/分。

比較實例3

如實例1製備及乾紡聚氨基甲酸酯溶液，但不加PVP。在與實例4所用相同旋紡條件下，根本無法紡成彈力纖維。



五、發明說明 (14)

表 II

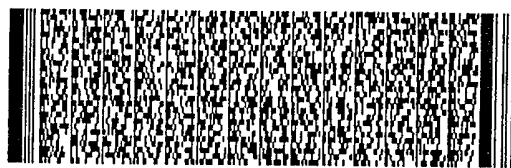
實例	3	Comp. (比較) 2	4	Comp. (比較) 3
GLYCOL	P04G	P04G	P04G	POG
C.E.	2G	2G	2G	2G
PVP, wt%	2.0	0.0	2.0	0.0
分德士	50	50	77	77
CDV	14	22	30	n.m.

表II所呈現之結果顯示，當乾紡凝集多纖維時，添加PVP至聚氨基甲酸酯溶液有益處。在約50分德士時，當加入2重量% PVP時CDV即由22改良至14。在約77分德士時，在無PVP之存在下無法收集纖維，但當加入2重量% PVP時，纖維即可乾紡。

實例5

在6000克DMAc中，加入2900克具分子量之P04G，879克DMI(封端比3.5)及225克1.4丁二醇。將溶液加熱至65℃並攪拌5小時，之後將20克正-丁醇加入以終止聚合作用。溶液濃度為約40重量%聚氨基甲酸酯。聚合物之數量平均分子量為約90,000，及溶液黏度，以落球黏度法測量，為約4400泊。旋紡溶液係由添加添加劑漿體及62.2克"Rubiskol" PVP之DMAc溶液(40% PVP重量濃度)至2011克聚氨基/DMAc溶液中而得。將旋紡溶液乾紡，速度為540米/分及捲取拉伸比為1.40。

比較實例4



五、發明說明 (15)

將如實例6製備，已混合添加劑漿體但未加入PVP之聚氨基甲酸酯/DMAC旋紡溶液乾紡，捲取拉伸比為1.40，速度為540米/分。

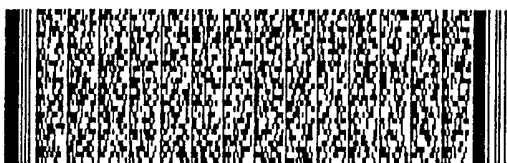
表 III

實例	5	Comp. (比較)4
GLYCOL	P04G	P04G
C. E.	4G	4G
PVP, wt%	2.9	0.9
分德士	20	20
可紡性	極(V)佳	佳

表III顯示，當PVP加至聚氨基甲酸酯溶液時，經1,4-丁二醇鏈增延之聚氨基甲酸酯之乾可紡性也改良，既使旋紡20分德士單纖絲時。

實例6

在6000克DMAC中，加入2916克具3-甲基四亞甲醚基團含量為12.5莫耳%及分子量為3500之3MeP04G，837克MDI(封端比4.0)及225克1,4-丁二醇。將混合物加熱至65℃並攪拌5小時。然後將丁醇(20克)加入以中止聚合作用並形成具有40重量%聚合物濃度之聚氨基甲酸酯/DMAC溶液。聚氨基甲酸酯之數量分子量為85,000，而溶液黏度為約4,300泊。將穩定劑添加劑漿體及55.4克"Rubiskol" PVP之DMAC溶液(40% PVP重量濃度)加至1792克聚氨基甲酸酯溶液中，接著攪拌2小時。將所得溶液乾紡，速度為540米/分



五、發明說明 (16)

及捲取拉伸比為1.40。

比較實例5

在實例6之聚氨基甲酸酯/DMAc溶液中，加入添加劑漿體但不加PVP，並將所得旋紡溶液乾紡，第二導絲輥與捲取輥間速度之比為1.40，速度為540米/分。

實例7

以與實例6實質相同之方式製備聚氨基甲酸酯基底彈力纖維，但封端比為3.0，鏈增延劑為乙二醇及PVP在乾紡彈力纖維中之含量為3.0重量%。

比較實例6

將實例7之聚氨基甲酸酯乾紡，但不加PVP。

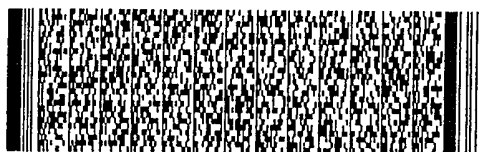
表 IV

實例	6	Comp. (比較)5	7	Comp. (比較)6
GLYCOL	3MeP04G	3MeP04G	3MeP04G	3MeP04G
C. E.	4G	4G	2G	2G
PVP, wt%	2.9	0.0	3.0	0.0
分德士	20	20	20	20
可紡性	極(V)佳	佳	極(V)佳	佳

如圖IV所示，共聚醚氨基甲酸酯基底彈力纖維之乾可紡性也因添加PVP至旋紡溶液而改良，既使在製造單纖維時。

實例8

將Ganex P-904(乙烯基吡咯烷酮/1-丁烯基吡咯烷酮



五、發明說明 (17)

90/10 共聚物，東京國際特殊品公司)在DMAc之40重量%溶液加至與實例1相同之聚氨基甲酸酯溶液中，並攪拌2小時。將旋紡溶液乾紡，速度為540米/分而捲取拉伸比為1.40，以得具20分德士之單纖維彈力纖維，可紡性極佳。彈力纖維含有2.6重量% PVP 共聚物。

實例9

將S-630(乙烯基吡咯烷酮/醋酸乙烯酯共聚物，國際特殊品公司)在DMAc之40重量%溶液加至與實例1相同之聚氨基甲酸酯溶液中，並攪拌2小時。旋紡條件如實例8，而可紡性極佳。彈力纖維含有3.0重量% PVP 共聚物。

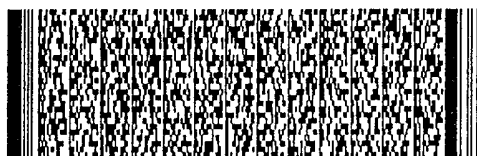
表 V

實例	8	9	Comp.(比較)1B
GLYCOL	P04G	P04G	P04G
C.E.	2G	2G	2G
PVP, wt%	2.6	3.0	0.0
分德士	20	20	20
可紡性	極(V)佳	極(V)佳	佳

表V顯示PVP之共聚物對聚氨基甲酸酯之乾可紡性也有有益之影響。

比較實例7

將具分子量1800之P04G(9,000克)與MDI(200克)一起混合(封端比1.58)，加熱至90℃並攪拌2小時以製備經異氰



五、發明說明 (18)

酸酯終端之預聚物。將預聚物冷卻至室溫。將500克份預聚物溶於1,000克DMAc中。將7.8克乙二胺及1.17克二乙二胺溶80.7克DMAc中，並將所得溶液加至預聚物溶液中並一邊快速攪拌。所得聚氨基甲酸酯溶液含有33重量%固形物。將33重量% PVP之DMAc溶液(98克)加至聚氨基甲酸酯溶液中。將旋紡溶液乾紡，吸氣溫度為420℃，旋紡速度為670米/分及捲取拉伸比為1.21，以形成4-纖絲，44分德士凝集彈力纖維，其含有6.0重量% PVP。CDV為22。

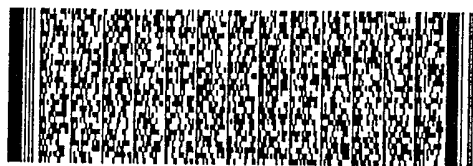
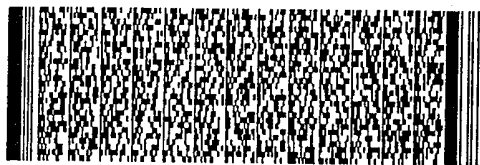
比較實例8

重複比較實例7，但省PVP。所得彈力纖維之CDV為17，表示均勻性及可紡性較PVP存在時為佳。

表 VI

實例	Comp. (比較)7	Comp. (比較)8
GLYCOL	P04G	P04G
C. E.	2G	2G
PVP, wt%	6.0	0.0
分德士	44	44
CDV	22	17

表VI顯示，聚氨基甲酸酯脲之乾紡溶液中PVP之存在有不利影響，既使對凝集多纖絲而言，其與聚氨基甲酸酯所觀察到的相反。

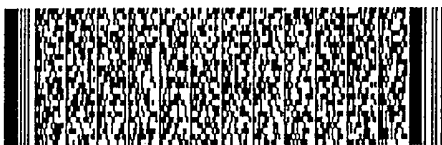


四、中文發明摘要 (發明之名稱：彈力纖維之製備方法及製得之彈力纖維)

提供含1-10重量%聚(乙烯基吡咯烷酮)之乾紡聚氨基甲酸酯基底彈力纖維及其製備方法。

英文發明摘要 (發明之名稱：PROCESS FOR THE MANUFACTURE OF SPANDEX AND THE SPANDEX MADE THEREBY)

Dry-spun polyurethane-based spandex containing 1-10 weight percent poly(vinylpyrrolidone) and a process of their preparation, are provided.



六、申請專利範圍

1. 一種製備彈力纖維之方法，包含下列步驟：

A. 製備由以下所組成之聚合物溶液：以1,1'-亞甲雙(4-異氰酸基苯)基底之彈性體嵌段聚氨基甲酸酯，自聚(四亞甲醚)乙二醇及聚(四亞甲醚-共-3-甲基四亞甲醚)乙二醇所組成之族群中所選出之聚醚乙二醇；及自乙二醇，1,3-丙二醇及1,4-丁二醇所組成之族群中所選出之二醇；

B. 在步驟A製備之溶液中加入占總聚合物固形物含量1-10重量%之自聚(N-乙烯基-2-吡咯烷酮)及PVP共聚物所組成之族群中所選出之聚合物；

C. 將步驟B製備之溶液乾紡成彈力纖維；及

D. 將彈力纖維捲取。

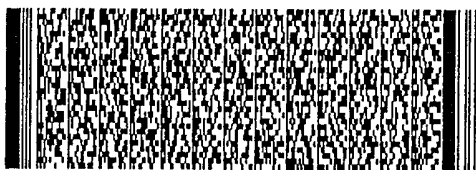
2. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中彈力纖維為凝集多纖維。

3. 根據申請專利範圍第2項之方法，其中PVP聚合物加入，俾彈力纖維具有PVP聚合物含量為1.5-7%(以彈力纖維之重量為準)，及彈力纖維具有分德士為至少約40。

4. 根據申請專利範圍第3項之方法，其中PVP聚合物之K值為20-70，且彈力纖維係以捲取拉伸比1.15-1.65捲取。

5. 根據申請專利範圍第3項之方法，其中聚醚乙二醇係聚(四亞甲醚-共-3-甲基四亞甲醚)乙二醇，而二醇自乙二醇及1,4-丁二醇所組成之族群中所選出。

6. 根據申請專利範圍第5項之方法，其中聚醚乙二醇之3-甲基四亞甲醚基團含量為4~20莫耳%之範圍內及數量平均分子量為2500-6000。



六、申請專利範圍

7. 根據申請專利範圍第3項之方法，其中聚醚乙二醇係聚(四亞甲醚)乙二醇，而二醇係自乙二醇及1,4-丁二醇所組成之族群中所選出。

8. 一種藉申請專利範圍第1項之方法製備之彈力纖維。

9. 一種藉申請專利範圍第6項之方法製備之彈力纖維。



圖式

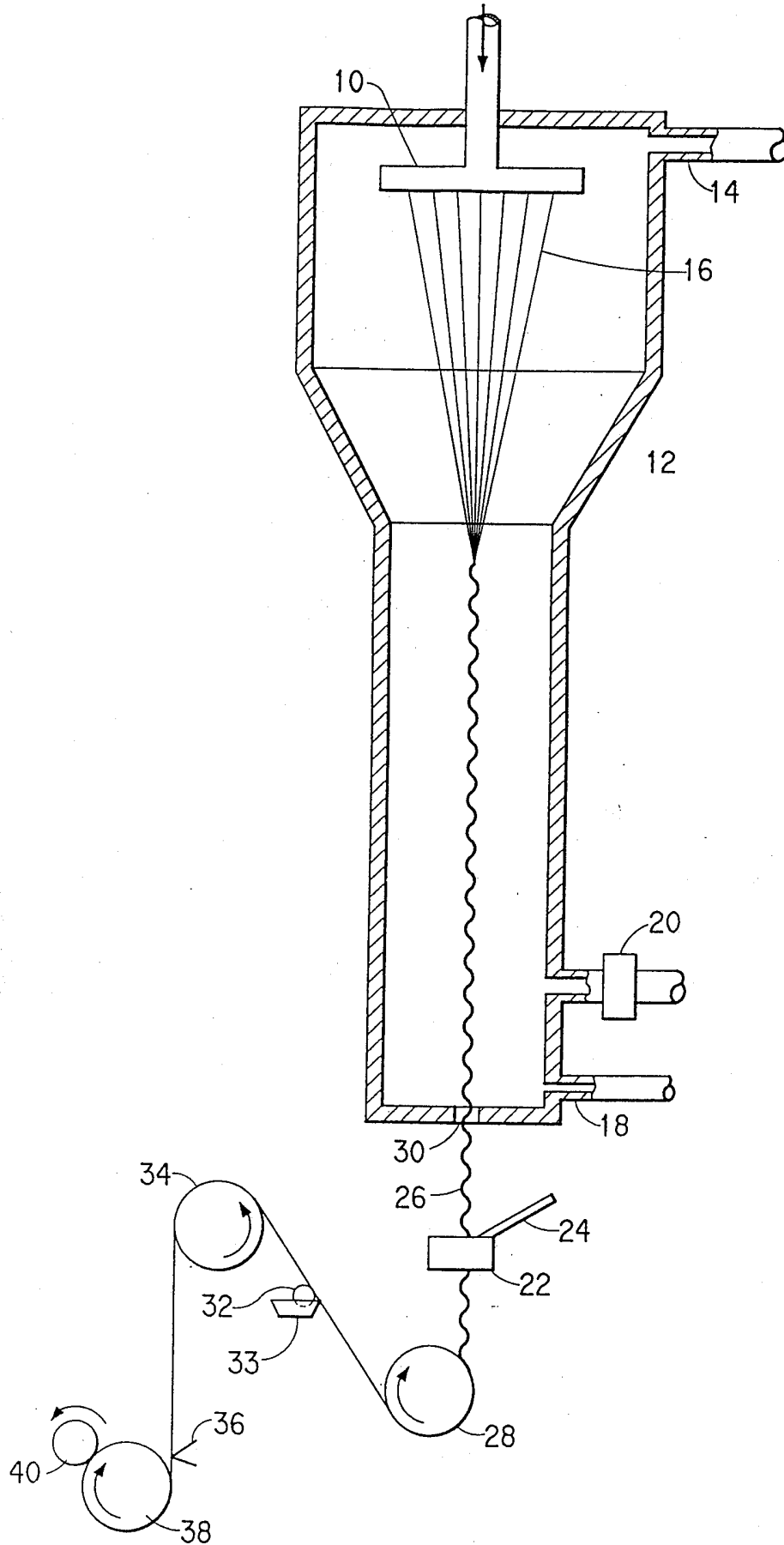


圖 1