

參、發明人：(共 4 人)

姓 名：(中文/英文)

1.詹姆士 E 希雷二世

SEALEY II, JAMES E.

2.W 哈維 伯辛格 二世

PERSINGER, W. HARVEY JR.

3.肯特 洛巴吉

ROBARGE, KENT

4.曼奎 陸

LUO, MENGKUI

住居所地址：(中文/英文)

1.美國華盛頓州聯邦法市第49法庭SW32621號

32621-49TH COURT SW, FEDERAL WAY, WASHINGTON 98023,
U.S.A.

2.美國華盛頓州因紐克勞市SE第380路24211號

24211 SE 380TH, ENUMCLAW, WASHINGTON 98022, U.S.A.

3.美國華盛頓州桑尼爾市第159道東6426號

6426 159TH AVE E, SUMNER, WASHINGTON 98390, U.S.A.

4.美國華盛頓州塔柯瑪市東北第45街3608號

3608 45TH AVE. NE, TACOMA, WASHINGTON 98422, U.S.A.

國 籍：(中文/英文)

1.-4.均美國 U.S.A.

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：

1. 美國；2003年01月02日；10/336,393
- 2.
- 3.
- 4.
- 5.

☒ 主張國際優先權(專利法第二十四條)：

【格式請依：受理國家（地區）；申請日；申請案號數 順序註記】

1. 美國；2003年01月02日；10/336,393
- 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】

本申請案係2001年4月24日提出申請之申請案序號09/842,274之部分延續，其依序係2000年5月18日提出申請之申請案序號09/574,538(現為美國專利第6,331,354號)之部分延續，其又係1999年2月24日提出申請之申請案序號09/256,197(現為美國專利第6,210,801號)之部分延續。將以上申請案之全體以引用的方式併入本文中。

本發明係關於有用於製造萊奧塞(lyocell)成型體，包括薄膜、纖維、及不織網片之紙漿，及關於此種有用於製造萊奧塞成型體之紙漿的製法，關於由此紙漿製得之萊奧塞成型體，及關於萊奧塞成型體之製法。尤其，本發明係關於使用「幼(young)」木(通常將其描述為「心木」、「未成熟材」、「低比重木料」、或在一些情況中為「疏葉(thinnings)」)。

【先前技術】

纖維素係D-葡萄糖之聚合物，且其係植物細胞壁之結構成份。將此等細胞稱為纖維。纖維素纖維於樹幹中尤其豐富，其自其中被萃取出，轉變為紙漿，其後再利用於製造各種產品。

嫘縈係在紡織品工業中被廣泛使用於製造衣物物件之纖維形態之再生纖維素的名稱。超過一世紀以來一直利用黏液及銅銨(cuprammonium)方法製造嫘縈之強韌纖維。銅銨方法先於1890年獲得專利，及黏液方法於兩年後獲得專利。在黏液方法中，先將纖維素浸泡於絲光化強度苛性鈉

溶液中以形成鹼纖維素。然後使纖維素與二硫化碳反應生成纖維素黃酸鹽，接著再將其溶解於稀苛性鈉溶液中。於過濾及除去空氣後，將黃酸鹽溶液自浸沒的噴絲板擠塑至硫酸、硫酸鈉、及硫酸鋅之再生浴中，而形成連續長絲。目前將所得之黏液螺縈使用於紡織品中，及其從前被廣泛使用於強化橡膠物件諸如輪胎及傳動帶。

纖維素亦可溶解於氧化銅之溶液中。此性質形成製造銅銨螺縈之基礎。強制纖維素溶液通過浸沒的噴絲板至5%苛性鈉或稀硫酸之溶液中形成纖維，接著將其去銅及洗滌。銅銨螺縈可以極低丹尼值(denier)之纖維取得，且其幾乎完全被使用於紡織品中。

前述之製備螺縈之方法皆需將纖維素化學衍生化或錯合，以使其可溶解，及因此可噴絲成為纖維。在黏液方法中，將纖維素衍生化，而在銅銨螺縈方法中，將纖維素錯合。在任一方法中，必需將經衍生化或錯合之纖維素再生，且必需將用於將其溶解之試劑移除。在螺縈製造中之衍生化及再生步驟會使此形態之纖維素纖維的成本顯著增加。因此，近年來嘗試找出可溶解未經衍生化之纖維素，而形成可自其噴絲得纖維之未經衍生化之纖維素之濃液(dope)的溶劑。

一種有用於溶解纖維素之有機溶劑係胺N-氧化物，尤其係第三胺N-氧化物。舉例來說，Graenacher於美國專利第2,179,181號中揭示一群適合作為溶劑之胺氧化物材料。Johnson於美國專利第3,447,939號中說明使用無水N-甲基

嗎啉-N-氧化物(NMMO)及其他胺N-氧化物作為纖維素及許多其他天然及合成聚合物之溶劑。Franks等人於美國專利第4,145,532及4,196,282號中處理將纖維素溶解於胺氧化物溶劑中之困難性，及獲致較高的纖維素濃度。

萊奧塞係自未發生羥基取代且未生成化學中間體之有機溶液沈澱得之纖維素纖維之經認可的一般術語。有數個製造商目前製造主要使用於紡織品工業的萊奧塞纖維。舉例來說，Acordis, Ltd.目前製造及銷售稱為Tencel®纖維之萊奧塞纖維。

目前可取得的萊奧塞纖維係自經廣泛加工，以將非纖維素成分，尤其係半纖維素移除之木質紙漿所製得。將此等經高度加工之紙漿稱為溶解等級或高 α 紙漿，其中術語 α 係指纖維素之百分比。因此，高 α 紙漿包含高百分比之纖維素，及相對低百分比之其他成份，尤其係半纖維素。產生高 α 紙漿所需之加工使萊奧塞纖維及由其製得之產品的成本顯著增加。

由於習知之牛皮紙(Kraft)方法使殘留的半纖維素穩定化而防止進一步的鹼侵蝕，因而其無法經由牛皮紙漿在習知之漂白階段中之後續處理而製得供萊奧塞產品用之可接受的高 α 紙漿。為利用牛皮紙方法製備高 α 紙漿，需在鹼性製漿階段之前將木片於酸相中前處理。有在原始木料物質之10%以上左右之顯著量的材料，主要係半纖維素，溶解於此酸相前處理中，因此方法之產率下降。在此等情況下，纖維素極度抗侵蝕，但殘留的半纖維素經降解至甚短鏈

長，因此其在後續的牛皮紙蒸煮中藉由各種半纖維素水解反應或經由溶解而經移除至極大程度。習知之用於萊奧塞之高 α 紙漿的缺點為由於必須除去半纖維素所導致的產率損耗。

鑑於製造商業高 α 紙漿的費用，將希望具有習知之用於製造萊奧塞產品之高 α 紙漿的替代選擇。此外，製造商將希望經由利用現有的主力廠而使製造此類型紙漿所需之資本投資減至最小。因此，需要具有使其有用於萊奧塞成型體製造之特質之相當廉價的低 α (例如，高產率、高半纖維素)紙漿。

在受讓給本申請案之受讓人之美國專利第6,210,801號(將其全體以引用的方式併入本文中)中揭示有用於萊奧塞成型體製造之低黏度、高半纖維素紙漿。紙漿係經由降低纖維素之黏度，但不實質降低半纖維素含量而製得。此種製程使用酸、或酸替代物，或其他說明於文中之方法。

雖然說明於'801專利中之方法可不實質減低半纖維素含量而有效降低纖維素之平均聚合度(D.P.)，但進一步需要一種不需要個別的銅值降低步驟，且可容易利用於具有氧反應器、適合於經漂白或半漂白紙漿之實質D.P.降低之多重鹼性階段及/或鹼性條件之製漿廠的方法。環境的顧慮亦對使用降低使用氯化合物之漂白劑產生極大的興趣。近年來已於商業規模上將氧使用作為脫木質素劑。有用於進行氧階段脫木質素方法之設備及裝置的例子說明於美國專利第4,295,927、4,295,925、4,298,426、及4,295,926號。在受讓

給本申請案之受讓人之美國專利第6,331,554號(將其全體以引用的方式併入本文中)中，揭示一種有用於萊奧塞成型體形成之高半纖維素、低黏度紙漿。此紙漿係經由在中至高稠度反應器中利用氧化劑處理鹼性紙漿以降低纖維素之D.P.，但不實質降低半纖維素或提高銅值，而自鹼性紙漿製得。

美國申請案第09/842,274號進一步嘗試降低萊奧塞成型體之製造成本，將其全體以引用的方式併入本文中。在'274申請案中，本發明之受讓人說明使用類似於'554專利之程序而自鋸屑及其他低纖維長度木料製得之紙漿。此等紙漿之半纖維素高及黏度低，其使得其尤其適用於萊奧塞成型體形成。

林木業在日常林業管理及木料加工的過程中持續產生大量的副產物。此等副產物大多未經充分利用。經由以新穎的方式利用木料副產物而保護資源之需求呈現獨特的機會。最好能發展出一種有用於自所有此未經充分利用之木料，即自心木或幼木或或未成熟材諸如疏葉(以下稱為低比重木料)製造萊奧塞成型體之低成本紙漿。因此提出一種高度精碎高 α 紙漿的低成本替代選擇。

【發明內容】

本發明之一具體實施例係一種具有至少7重量%之半纖維素，低於或約32厘泊(cP)之黏度，低於或約2之銅值，低於或約2.7毫米之重量平均纖維長度，及低於或約23毫克/100米之糙度(coarseness)之紙漿。在本發明之另一具體實

施例中，提供一種製造萊奧塞成型體之方法。此方法包括將紙漿溶解於溶劑中而形成纖維素溶液；自溶液形成萊奧塞成型體；及將成型體再生，其中此紙漿具有至少7重量%之半纖維素，低於或約32厘泊之黏度，低於或約2之銅值，低於或約2.7毫米之重量平均纖維長度，及低於或約23毫克/100米之糙度。此方法可使用熔噴(meltblowing)、離心噴絲、紡黏(spun bonding)、或乾噴射濕式(dry-jet wet)技術。

在本發明之另一具體實施例中，提供一種製造紙漿之方法。此方法包括使用鹼性製漿方法將具低於或約0.41之比重的濕材料製漿；及漂白纸漿，以使紙漿黏度降至約32厘泊以下。經漂白之紙漿具有至少7重量%之半纖維素，低於或約2之銅值，低於或約2.7毫米之重量平均纖維長度，及低於或約23毫克/100米之糙度。

在本發明之另一具體實施例中，提供一種萊奧塞產品。此萊奧塞產品具有至少7重量%之半纖維素及纖維素，其中用於製造產品之紙漿具有低於或約32厘泊之黏度，低於或約2之銅值，低於或約2.7毫米之重量平均纖維長度，及低於或約23毫克/100米之糙度。萊奧塞產品可為，例如，纖維、薄膜、或不織網片。

對於一定的卡帕值(kappa number)標的，使用低比重木料可產生較低的粗漿(brownstock)黏度。使用具低比重值之木料可降低在漂白廠中所需之漂白階段溫度及化學物質劑量，而產生具有可接受萊奧塞規格之紙漿。低比重木料產生極低的黏度值，而不使紙漿之銅值或紙漿中之羰基濃度

增加至高於可接受值。此方法並未在製漿之前使用酸相前處理，且後續的漂白條件並未導致半纖維素含量的實質減小。

【實施方式】

現參照圖1說明一種自低比重木料製造萊奧塞溶解紙漿之適當方法。可將此方法視為包括兩概括的加工範圍－描述為方塊126之製漿及描述為方塊128之漂白。

在方塊100中，將低比重木片裝填或供給至蒸煮鍋中。根據 Christopher J. Biermann 著之製漿及造紙手冊 (The Handbook of Pulping and Papermaking)，第2版，比重係實心木料密度對在相同溫度下之水之密度的比(無單位)。此處所使用之比重係任何群體之木料原料的平均比重。實心木料密度可使用生體積(green volume)、烘箱乾燥體積、或中間體積測定。使用於實施本發明之木片可由任何纖維素來源製得。與習知的想法恰好相反，經發現低比重木料適合使用作為用於製造萊奧塞成型體的纖維素來源。使用於本發明之低比重木料的適當範圍係任何具有大約等於或低於0.41之比重的木料。低比重木料產生較低的粗漿黏度，咸信其可降低漂白廠中之漂白化學物質的使用量。低比重木料之代表性來源可源自「疏葉」及「未成熟材」。根據 Biermann，未成熟材係經定義為環繞髓之前10個年輪。然而，其他人將其定義為靠近樹髓生成之木料，其通常之特徵在於寬的年輪、較低密度、及較短纖維。然而，在一些情況中，未成熟材可延伸至15個年輪以上。比重係隨樹木

高度之增加而增加，因此在16英尺、32英尺、或48英尺之比重較在樹木底端逐漸增加。在一些具體實施例中，比重將低於0.41，且可低於0.38、0.36、0.34、0.32、或0.30以下。

使用於本發明之蒸煮鍋可包括任何適用於將低比重木料製漿之蒸煮鍋。適當蒸煮鍋之一例子係通常稱為「卡米亞(Kamyr)」蒸煮鍋之連續蒸煮鍋。(應注意卡米亞係設計及製作此種蒸煮鍋之公司名稱，因此術語卡米亞係連續蒸煮鍋的概稱。卡米亞公司已不存在。此種連續蒸煮鍋係由Kvaerner所供應。)此等蒸煮鍋已於紙漿及紙工業中使用數年，其中第一個係於1950年裝設於瑞典。這些年來已對此等蒸煮鍋進行修改，以改良其之操作。蒸煮鍋系統可為單一容器或雙容器系統。

「卡米亞」蒸煮鍋典型上被使用於牛皮紙或鹼性木料製漿，但其亦可使用於半化學製漿方法中。其他連續蒸煮鍋，諸如M&D蒸煮鍋及潘氏(Pandia)蒸煮鍋，亦適用於本發明。然而，本發明亦可使用任何批式或其他連續蒸煮鍋實行。

參照圖1，在製漿方法-方塊126內，有描述為方塊100-116之數個操作。方塊100中進行如以上所論述之裝填或供給木片。木片可在蒸煮之前進行預汽蒸(presteam) - 方塊102。大氣壓力下之蒸氣將木片預熱及將空氣驅除，以致可增進液體滲透。於預汽蒸操作完成後，可將包含製漿化學物質之稱為白液的蒸煮液加至木片-方塊104。然後將白液及木片供給至蒸煮鍋內。在牛皮紙製漿中，活性化學化合物為

NaOH及Na₂S。可加入其他化學物質，以影響製漿方法或賦予其期望的效果。此等額外的化學物質係熟悉技藝人士所熟知。本發明自相對於具較高比重之木料之甚低比重木料提供較低的粗漿黏度，即比重係與卡帕值相關。

浸漬-方塊106-係使化學物質浸漬低比重木料之期間。良好的液體滲透有助於確保木片的均勻蒸煮。

於方塊108及110中進行「蒸煮」。於同流液體接觸操作-方塊108-之後接著進行逆流液體接觸操作-方塊110。在此兩操作中進行低比重木料之蒸煮。在方塊108或110中可使蒸煮液及木片達到溫度。

蒸煮鍋洗滌係經由將洗液引入至蒸煮鍋之底部，及使其逆流流至經蒸煮紙漿而完成。大部分的蒸煮當紙漿遭遇到較冷的洗液時終止。

當蒸煮操作及蒸煮鍋洗滌完成時，將蒸煮鍋內容物吹送-方塊112。蒸煮鍋吹送包括在大氣壓力下釋放木片及液體。釋放係藉由足夠的力量進行，以造成纖維分離。若須要，吹送槽可設有熱回收設備以降低操作費用。

在方塊114中，將紙漿自吹送槽送至外部粗漿洗滌器。在粗漿洗滌器進行黑液與紙漿之分離。

在自低比重木料製造使用於製造萊奧塞成型體之紙漿之方法的一具體實施例中，於方塊106中之浸漬時間係約35分鐘。起始的有效鹼百分比約為8.5。5分鐘時的有效鹼百分比約為1.6。硫化度百分比約為29。液比約為4。起始溫度約為110°C。每公升有效鹼之殘留克數約為9.63。有效鹼殘

留百分比約為3.85。pH約為12.77，及H因數約為2。

在同流操作-方塊108-之一具體實施例中，有效鹼百分比約為4.2。根據Biermann，有效鹼係將在製漿條件下實際產生鹼之成份。硫化度百分比約為29。根據Biermann，硫化度係表示為百分比之硫化鈉對活性鹼之比。液體添加時間係約1分鐘。溫度可在一或多個溫度下停留而爬升至最終的蒸煮溫度。第一溫度停頓為約154°C。到達此溫度之時間係約9分鐘，及在此溫度下之時間係約5分鐘。在同流操作下之第二個較高的蒸煮溫度係170°C。到達第二溫度之時間係約51分鐘，及在此溫度下之時間係約3分鐘。將於蒸煮操作之後殘留的有效鹼稱為殘留鹼。於同流操作後之每公升有效鹼之殘留克數約為9.42。有效鹼殘留百分比約為3.77。pH約為12.92，及H因數約為649。

在逆流操作-方塊110-之一具體實施例中，有效鹼百分比約為8。硫化度百分比約為29.2。在逆流步驟中亦可爬升至兩不同溫度。然而，在一具體實施例中，第一及第二蒸煮溫度皆為約171°C。達到溫度之時間係約54分鐘，及在此溫度下之時間係約162分鐘。每公升之有效鹼克數約為16.0。置換速率係每分鐘約93毫升。置換體積係約20公升。由於方法係於實驗室規模的台上反應器上測試，因而此處之體積相當小。然而，可利用此處提供之參數，且無需過多的實驗，而將方法放大至任何速率。每公升有效鹼之殘留克數約為9.95。有效鹼殘留百分比約為3.98。pH約為12.74，及H因數約為3877。在一具體實施例中，總時間約

為319分鐘，及全體蒸煮的有效鹼百分比約為22.3。

在一具體實施例中，於洗滌後，粗漿之黏度約為153厘泊。於經烘箱乾燥之木料上之總產率約為41.04。

於在圖1中大致描述為元件編號126之製漿方法後，將由低比重木料製得之粗漿漂白，以降低其黏度。漂白方法並不會導致紙漿之半纖維素含量的實質降低。根據本發明之方法產生適用於萊奧塞成型體製造之經漂白溶解紙漿。化學紙漿之漂白涉及木質素之移除，其將伴隨紙漿纖維長度及黏度的減低。然而，漂白方法並不會導致紙漿之半纖維素含量的實質降低。將由低比重木料製得之粗漿漂白可能較目前用於萊奧塞之習知之高度精碎、高 α 紙漿需要較少的化學物質。

在一具體實施例中，可於漂白廠在不同階段利用各種化學物質處理根據本發明所製得之低比重粗漿。各階段係於習知設計之容器或塔中進行。一代表性的漂白順序為ODE_pD。於漂白廠中進行之操作係以圖1中之元件編號128總體表示。於製漿之後將紙漿後漂白的其他具體實施例說明於美國專利第6,331,354號、及美國申請案第09/842,274號，將其全體以引用的方式併入本文中。

漂白之第一階段係O階段 - 方塊116。O階段包括利用氧漂白。然而，根據Biermann，有些人將氧漂白視為製漿方法之延伸。氧漂白係在壓力下使用氧將紙漿脫木質素。據認為氧對於木質素之移除較氯化合物不具特異性。氧漂白係於氧反應器中進行。可進行本發明方法之適當的氧反應

器說明於美國專利第4,295,925、4,295,926、4,298,426、及4,295,927號，將其全體以引用的方式併入本文中。反應器可在高稠度下操作，其中至反應器之進料流的稠度係大於20%，或其可在中稠度下操作，其中介質稠度係在8%直至20%之間。如使用高稠度氧反應器，則氧壓力可到達對反應器所評定的最大壓力較佳，但其大於0至約85 psig更佳。在中稠度反應器中，氧可以每噸紙漿大於0至約100磅之量存在，但其係每噸紙漿約50至約80磅更佳。O階段之溫度係自約100°C至約140°C。

在製造適用於製造萊奧塞成型體之紙漿之方法的一具體實施例中，於O階段-方塊116之後進行D階段-方塊118。D階段包括利用二氧化氯將來自氧反應器之紙漿漂白。二氧化氯對於移除木質素較氧更具選擇性。於此階段中使用之二氧化氯之量係自約20至約30磅/噸，其可較處理來自具不在本發明之低比重範圍內之比重之木片之紙漿的習知漂白廠低。D階段之溫度係自約50°C至約85°C。

在製造適用於製造萊奧塞成型體之紙漿之方法的一具體實施例中，於D階段-方塊118之後進行E_p階段-方塊120。E_p階段係經過氧化氫加強的萃取階段，其中使用自約20至約50磅/噸之量的鹼將木質素自紙漿移除。過氧化氫之量係自約20至約60磅/噸，其可較處理來自具不被視為在本發明之低比重範圍內之比重之木片之紙漿的習知漂白廠低。E_p階段之溫度係自約75至約95°C。

在一具體實施例中，於E_p階段-方塊120之後進行第二個

D階段-方塊122。於此階段中使用之二氧化氯之量係自10至約30磅/噸，其可較處理來自具不被視為在本發明之低比重範圍內之習知比重之木片之紙漿的習知漂白廠低。D階段之溫度係自約60°C至約90°C。

由低比重木料製得之紙漿的一具體實施例具有至少7%半纖維素之半纖維素含量，低於32厘泊之紙漿黏度，低於2.0，及在一些情況中低於1.3之銅值(TAPPI T430)，低於2.7毫米之重量平均纖維長度，及低於23毫克/100米之糙度。根據本發明製得之紙漿的其他具體實施例具有低於2 ppm之結合銅、錳、及鐵含量，低於300 ppm之總金屬載入量，及低於50 ppm之矽含量。由本發明之紙漿製得之萊奧塞成型體將具有至少7重量%之相當高的半纖維素含量及纖維素。

半纖維素係利用以TAPPI標準T249 hm-85為基礎的糖含量鑑定法測量。

紙漿黏度之測量方法係技藝中所熟知，諸如TAPPI T230。銅值係紙漿之羧基含量的量度。銅值係用於測量纖維素之還原值的實驗試驗。銅值係以在鹼性介質中被特定重量之纖維素材料自氫氧化銅還原成氧化亞銅之金屬銅的毫克數表示。銅值在漂白操作中改變的程度係經由比較進入漂白廠之粗漿之銅值與於漂白廠後之經漂白紙漿之銅值而測定。由於一般咸信高銅值在經漂白紙漿溶解形成濃液之過程中及之後會導致纖維素及溶劑降解，因而希望低銅值。

重量平均纖維長度(WAFL)係利用 Optest Company (Hawkesbury, Ontario, Canada)製造之 FQA 機器，型號 LDA93-R9704與2.0版軟體適當地測量。

糙度係使用威爾豪瑟(Weyerhaeuser)標準方法 WM W-FQA測量。

由於過渡金屬會加速纖維素及NMMO於萊奧塞製程中之降解，因而並不希望其存在於紙漿中。常見於經漂白紙漿中之過渡金屬的例子包括鐵、銅、及錳。利用威爾豪瑟試驗編號AM5-PULP-1/6010測得之此三金屬於本發明之紙漿中的結合金屬含量係低於約20 ppm較佳。

另外，本發明之紙漿具有低於300 ppm之利用威爾豪瑟試驗編號AM5-PULP-1/6010測得之總金屬載入量。總金屬載入量係指鎳、鉻、錳、鐵及銅之以每百萬份之份數(ppm)之單位表示的結合金量。

一旦紙漿經漂白以降低其黏度，而未實質上使其之銅值增加或使半纖維素含量減低，則可將紙漿於水中洗滌，並轉移至有機溶劑，諸如N-甲基嗎啉-N-氧化物(NMMO)之浴中，以在萊奧塞成型體形成之前溶解。或者，可將經漂白洗滌之紙漿乾燥及分散成碎片，以例如，以捲筒、片材或捆包儲存及/或運送。

為自低比重木質紙漿製造萊奧塞產品，先將紙漿溶解於胺氧化物(以第三胺氧化物較佳)中。有用於實施本發明之胺氧化物溶劑的代表性例子記述於美國專利第5,409,532號，將其全體以引用的方式併入本文中。較佳的胺氧化物溶劑

為NMMO。有用於實施本發明之溶劑的其他代表性例子包括二甲亞砷(D.M.S.O.)、二甲基乙醯胺(D.M.A.C.)、二甲基甲醯胺(D.M.F.)及己內醯胺衍生物。利用任何已知之方式，諸如記述於美國專利第5,534,113、5,330,567、及4,246,221號中之方式(將其全體以引用的方式併入本文中)，將經漂白紙漿溶解於胺氧化物溶劑中。將紙漿溶液稱為濃液。利用各種技術，包括熔噴、紡黏、離心噴絲、乾噴射濕式、或任何其他適當的方法，將濃液使用於製造萊奧塞纖維、薄膜、及不織物或其他產品。一些此等技術之例子說明於美國專利第6,235,392、6,306,334、6,210,802、及6,331,354號，將其全體以引用的方式併入本文中。製造薄膜之技術的例子記述於美國專利第5,401,447、及5,277,857號，將其全體以引用的方式併入本文中。用於製造萊奧塞纖維及不織網片之熔噴、離心噴絲及紡黏說明於美國專利第6,235,392及6,306,334號，將其全體以引用的方式併入本文中。乾噴射濕式技術更完整說明於美國專利第6,235,392、6,306,334、6,210,802、6,331,354、及4,142,913、4,144,080、4,211,574、4,246,221號，將其全體以引用的方式併入本文中。

提供自源自紙漿之濃液製造萊奧塞產品，包括纖維、薄膜及不織網片之方法的一具體實施例，其中紙漿係自低比重木料製得，此紙漿具有至少7%之半纖維素，低於或約32厘泊之黏度，低於或約2之銅值，低於或約2.7毫米之重量平均纖維長度，及低於或約23毫克/100米之糙度。此方法包括將濃液擠塑通過模頭形成複數根長絲，洗滌長絲以移

除溶劑，利用非溶劑(包括水或醇)將長絲再生，及將長絲乾燥。

圖2顯示根據本發明自低比重木料製得之紙漿形成萊奧塞纖維之方法之一具體實施例的方塊圖。於方塊200中以低比重木質紙漿開始，將紙漿物理崩解，例如於方塊202中利用撕碎機。利用胺氧化物-水混合物將紙漿溶解形成濃液 - 方塊204。可利用約40% NMMO及60%水之非溶劑混合物將紙漿潤濕。可將混合物於雙臂西格馬槳葉混合機(double arm sigma blade mixer)中混合，及將足夠的水餾除，而留下以NMMO計約12-14%，以致形成纖維素溶液 - 方塊208。或者，可一開始即使用適當水含量之NMMO，以消除對於真空蒸餾方塊208的需求。此係在實驗室中製備噴絲濃液的便利方式，其中可將約40-60%濃度之市售NMMO與僅具約3%水之實驗室試劑NMMO混合，而製得具7-15%水之纖維素溶劑。在調整存在於溶劑中之水分時，應考慮一般存在於紙漿中之含水量。關於在NMMO及水溶劑中之纖維素濃液之實驗室製備，參見Chanzy, H.、及A. Peguy之文件，聚合物科學期刊，聚合物物理版(Journal of Polymer Science, Polymer Physics Ed.) 18:1137-1144(1980)，及Navard, P.、及J.M. Haudin，英國聚合物期刊(British Polymer Journal)，174頁(1980年12月)。

在稱為噴絲的程序-方塊210 - 中，強制溶解的經漂白紙漿(現稱為濃液)通過擠塑孔口，而製得纖維素長絲，接著利用非溶劑將其再生-方塊212。形成包括纖維、薄膜、及不

織物之萊奧塞成型體的噴絲可包括熔噴、離心噴絲、紡黏、及乾噴射濕式技術。最後將萊奧塞長絲或纖維洗滌-方塊214。

可將溶劑棄置或再利用。由於其之高成本，因而一般不希望將溶劑棄置。將溶劑再生有再生方法會涉及危險、潛在爆炸性條件的缺失。

以下實施例僅說明現據認為係實施本發明之最佳方式，但不應將其解釋為限制本發明。

實施例1

在實驗室中利用具有相關輔助設備，包括循環泵、蓄電池、及直接熱交換器等等之經特殊構造的反應容器模擬商業的連續延長脫木質素方法。反應器溫度係經由間接加熱及連續循環蒸煮液而控制。將反應容器裝填標準量之相等的無水分木料。在蒸煮之前可進行非必需的大氣預汽蒸步驟。然後將自全體之約50%至80%之量的蒸煮液連同稀釋水加至蒸煮鍋，以獲致標的的液體對木料比。然後使反應器達到浸漬溫度及壓力，及使其停留標的的時間。於浸漬期間後，將自全體之約5%至15%之全體蒸煮液之額外部分加至反應容器。然後使反應器達到蒸煮溫度，及使其停留標的的期間，以模擬同流部分的蒸煮。

於同流部分的蒸煮後，將剩餘的蒸煮液以固定速率加至反應容器。速率係視標的的期間及使用於此步驟之蒸煮之蒸煮液的比例而定。將反應器控制於標的的蒸煮溫度下，及在模擬逆流部分之蒸煮的期間中使其停留於該溫度。將

用過的蒸煮液在相同的固定速率下自反應器取出至外部收集容器中。在蒸煮結束時，使反應容器緩慢減壓，及使其冷卻至低於閃點。將反應容器打開，及將經蒸煮之木片收集，將液體排乾，洗滌，篩選及準備測試。製備三個低比重木片之蒸煮以及三個非低比重木料之蒸煮。

實施例2

低比重木料之製漿方法參數

低比重木片之一蒸煮具有下列參數。

表 1

木片S.G.	0.410
預汽蒸@110°C，分鐘	5
浸漬：	
時間，分鐘	35
%有效鹼，起始	8.5
% EA，第二@5分鐘	1.6
%硫化度	29
液比	4
溫度-°C	110
殘留，G/L EA	9.63
殘留，% EA	3.85
pH	12.77
H-因數	2
壓力釋放時間，分鐘	3
同流：	
%有效鹼	4.2
%硫化度	29

液體添加時間，分鐘	1
溫度-°C	154
到達時間，分鐘	9
停留時間，分鐘	5
溫度-°C	170
到達時間，分鐘	51
停留時間，分鐘	3
殘留，G/L EA	9.42
殘留，% EA	3.77
pH	12.92
H-因數	649
逆流：	
%有效鹼	8
%硫化度	29.2
溫度-°C	171
到達時間，分鐘	54
停留時間，分鐘	0
溫度-°C	171
到達時間，分鐘	0
停留時間，分鐘	162
EA, G/L-強度	16.0
置換速率，CC/M	93
置換體積，公升	20.00
殘留，G/L EA	9.95
殘留，% EA	3.98
pH	12.74
H-因數	3877
總時間，分鐘	319
%有效鹼-總蒸煮	22.3

接受，於O.D.木料上之%	41.01
廢料，於O.D.木料上之%	0.03
總產率，於O.D.木料上之%	41.04
卡帕值，10分鐘	16.80

實施例3

低比重木料之漂白方法

根據以下步驟將利用實施例2之方法製得之紙漿漂白。

O階段

將Inwoods低比重木片製漿成具16.8之卡帕值的鹼性牛皮紙漿(TAPPI標準 T236 cm-85及239厘泊之黏度(TAPPI T230))。於具高稠度混合能力之壓力容器中利用氧處理粗漿。將容器預熱至約120°C。將相當於每噸紙漿100磅之量的氫氧化鈉(NaOH)加至鹼性紙漿。然後將反應容器關閉，及經由將氧引入至壓力容器中而使壓力提高至60 psig。水以足以提供10%稠度之量存在於容器中。

於45分鐘後，停止攪拌，及將紙漿自壓力容器移出並洗滌。所得之經洗滌紙漿黏度為35.3厘泊，且具有3.8之卡帕值。

D階段

D階段經由利用蒸餾水將經於O階段中處理之紙漿洗滌三次，將紙漿針抓起毛(pin fluffing)，然後將紙漿轉移至聚丙烯袋中，而進行處理。經由加入水而將聚丙烯袋中之紙漿之稠度調整至10%。將相當於每噸紙漿28.4磅量之二氧化氯經由將二氧化氯溶解在用於調整袋中紙漿之稠度的水

中，而引入至經稀釋之紙漿中。將袋密封及混合，然後於水浴中在75℃下維持30分鐘。將紙漿移除，及以去離子水洗滌。

E_p階段

然後將來自D階段之經洗滌紙漿置於新的聚丙烯袋中，及將鹼與提供10%稠度所需之水的一半量引入。將過氧化氫與另一半之稀釋水混合並加至袋中。過氧化氫之加料相當於每噸紙漿40磅。將袋密封及混合，及於水浴中在88℃下維持55分鐘。於將紙漿自袋中移出並以水洗滌後，將氈片過濾，然後放回至聚丙烯袋中，並以手弄碎。

D階段

將二氧化氯以相當於每噸紙漿19磅之量與提供10%稠度所需之稀釋水第二次引入至紙漿中。將袋密封及混合，然後於水浴中在88℃下維持3小時。經處理紙漿具有約0.9之利用TAPPI標準T430測得之銅值，及具有12.7%之半纖維素(聚木糖及多甘露糖)含量。

實施例4

使用牛皮紙方法將具0.410之比重的低比重木料製漿，接著利用不同量之氧漂白及處理，以降低其黏度。使用Inwoods低比重木片製得之紙漿中的成分為7.2%聚木糖及5.5%多甘露糖。

表2顯示三不同蒸煮條件之結果。雖然提供粗漿WAFL，但明顯可見根據本發明之條件將粗漿漂白以降低其黏度而不實質地降低半纖維素含量將不會導致經漂白紙漿WAFL

的任何明顯增加，且事實上可能較粗漿 WAFL 低。

表 2

	Inwoods木片 蒸煮A	Inwoods木片 蒸煮B	Inwoods木片 蒸煮C
木片比重	0.410	0.410	0.410
粗漿之卡帕值	24.4	20.1	16.8
產率%	43.2	41.4	41.0
粗漿黏度(cP)落球	414	235	153
粗漿 WAFL (mm)	2.70	2.70	2.69
粗漿糙度(mg/100 m)	18.3	17.9	17.6
O2紙漿黏度cP (100磅/噸NaOH)	55 7.6卡帕	34 6.0卡帕	28 3.8卡帕
O2紙漿黏度cP (60磅/噸NaOH)	80 6.0卡帕	63 7.5卡帕	49 5.6卡帕
經漂白紙漿糙度(mg/100 m)	32.4		21.8
經漂白紙漿纖維/g x 10 ⁶	4.8		4.6
經漂白紙漿黏度(cP)	31.8		29.5
經漂白紙漿固有黏度	4.1		4.2
經漂白紙漿Cu (ppm)	0.6		<0.6
經漂白紙漿Fe (ppm)	12		14.3
經漂白紙漿Mn (ppm)	1.5		3.6
經漂白紙漿Cr (ppm)	<0.4		<0.3
經漂白紙漿Si (ppm)	41		31

比較實施例 5：

非低比重木料之製漿方法參數

使用牛皮紙方法將由具 0.495 之比重之木料製得之習知的 Tolleson 木片製漿，接著利用不同量之氧處理，以降低其

黏度。表3顯示 Tolleson木片之一蒸煮的製漿條件。

表 3

木片S.G.	0.495
預汽蒸@ 110°C，分鐘	5
浸漬：	
時間，分鐘	35
%有效鹼，起始	8.5
% EA，第二@ 5分鐘	1.6
%硫化度	30.5
液比	4
溫度-°C	110
殘留，G/L EA	9.17
殘留，% EA	3.67
pH	13.24
H-因數	2
壓力釋放時間，分鐘	2
同流：	
%有效鹼	4.2
%硫化度	30.5
液體添加時間，分鐘	1
溫度-°C	157
到達時間，分鐘	14
停留時間，分鐘	0
溫度-°C	170
到達時間，分鐘	54
停留時間，分鐘	0
殘留，G/L EA	8.31
殘留，% EA	3.32

pH	13.07
H-因數	680
逆流：	
%有效鹼	8
%硫化度	30.0
溫度-°C	171
到達時間，分鐘	54
停留時間，分鐘	0
溫度-°C	171
到達時間，分鐘	0
停留時間，分鐘	162
EA, G/L-強度	20.4
置換速率，CC/M	73
置換體積，公升	15.87
殘留，G/L EA	9.72
殘留，% EA	3.89
pH	13.18
H-因數	3975
總時間，分鐘	319
%有效鹼-總蒸煮	22.3
接受，於O.D.木料上之%	44.23
廢料，於O.D.木料上之%	0.13
總產率，於O.D.木料上之%	44.36
卡帕值，10分鐘	17.75

表4顯示使用由非低比重木料製得之習知 Tolleson 木片之三不同蒸煮的結果。使用 Tolleson 非低比重木片製得之紙漿中的成分為 6.5% 木糖；6.6% 甘露糖；5.7% 聚木糖；及 5.9% 多甘露糖。

表 4

	Tolleson木片 蒸煮A	Tolleson木片 蒸煮B	Tolleson木片 蒸煮C
木片比重	0.495	0.495	0.495
粗漿之卡帕值	26.9	20.8	17.8
產率%	46.6	46.1	44.4
粗漿黏度(cP)落球	633	358	243
粗漿WAFL (mm)	4.13	4.14	4.19
粗漿糙度(mg/100 m)	26.1	24.4	24.3
O2紙漿黏度cP (100磅/噸NaOH)	96 6.4卡帕	43 6.9卡帕	41 4.7卡帕
O2紙漿黏度cP (60磅/噸NaOH)	180 8.3卡帕	88 5.5卡帕	70 6.2卡帕
經漂白紙漿糙度(mg/100 m)	24.9		27.5
經漂白紙漿纖維/g x 10 ⁶	3.8		2.8
經漂白紙漿黏度(cP)	28.5		24.2
經漂白紙漿固有黏度	4.3		4
經漂白紙漿Cu (ppm)	<0.6		<0.7
經漂白紙漿Fe (ppm)	11.5		16
經漂白紙漿Mn (ppm)	5		6
經漂白紙漿Cr (ppm)	<0.4		0.3
經漂白紙漿Si (ppm)	≥1		32

可以看見由Inwoods低比重木片製得之紙漿的黏度較由Tolleson非低比重木片製得之紙漿的黏度低。

雖然已說明及描述本發明之較佳具體實施例，但當明瞭可不脫離本發明之精神及範圍而於其中進行各種變化。

【圖式簡單說明】

本發明之前述態樣及許多附隨優點將可經由結合附圖參照以上之詳細說明而更加明白，其中：

圖1係說明根據本發明之紙漿製造方法之一具體實施例的流程圖；及

圖2係說明根據本發明之萊奧塞成型體製造方法之一具體實施例的流程圖。

【圖式代表符號說明】

100	裝填木片
102	預汽蒸
104	添加化學物質
106	浸漬
108	同流
110	逆流
112	吹送內容物
114	洗滌
116	"O"階段
118	"D"階段
120	"EP"階段
122	"D"階段
200	低比重木質紙漿
202	撕碎機
204	胺氧化物-水
206	混合機
208	非溶劑水移除(若需要)

- 210 噴絲濕式絲束
- 212 不溶解於非溶劑中
- 214 洗滌、漂白(若需要)乾燥

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：

100	裝填木片
102	預汽蒸
104	添加化學物質
106	浸漬
108	同流
110	逆流
112	吹送內容物
114	洗滌
116	"O"階段
118	"D"階段
120	"E _P "階段
122	"D"階段

捌、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

(無)

拾、申請專利範圍：

1. 一種萊奧塞(lyocell)產品，包括：
至少7重量%之半纖維素；及
纖維素，其中用於製造該產品之紙漿具有低於32厘泊(cP)之黏度，低於2之銅值，低於2.7毫米之重量平均纖維長度，及低於23毫克/100米之糙度(coarseness)。
2. 如申請專利範圍第1項之萊奧塞產品，其中該產品係纖維、薄膜、或不織網片之其中之一者。

拾壹、圖式：

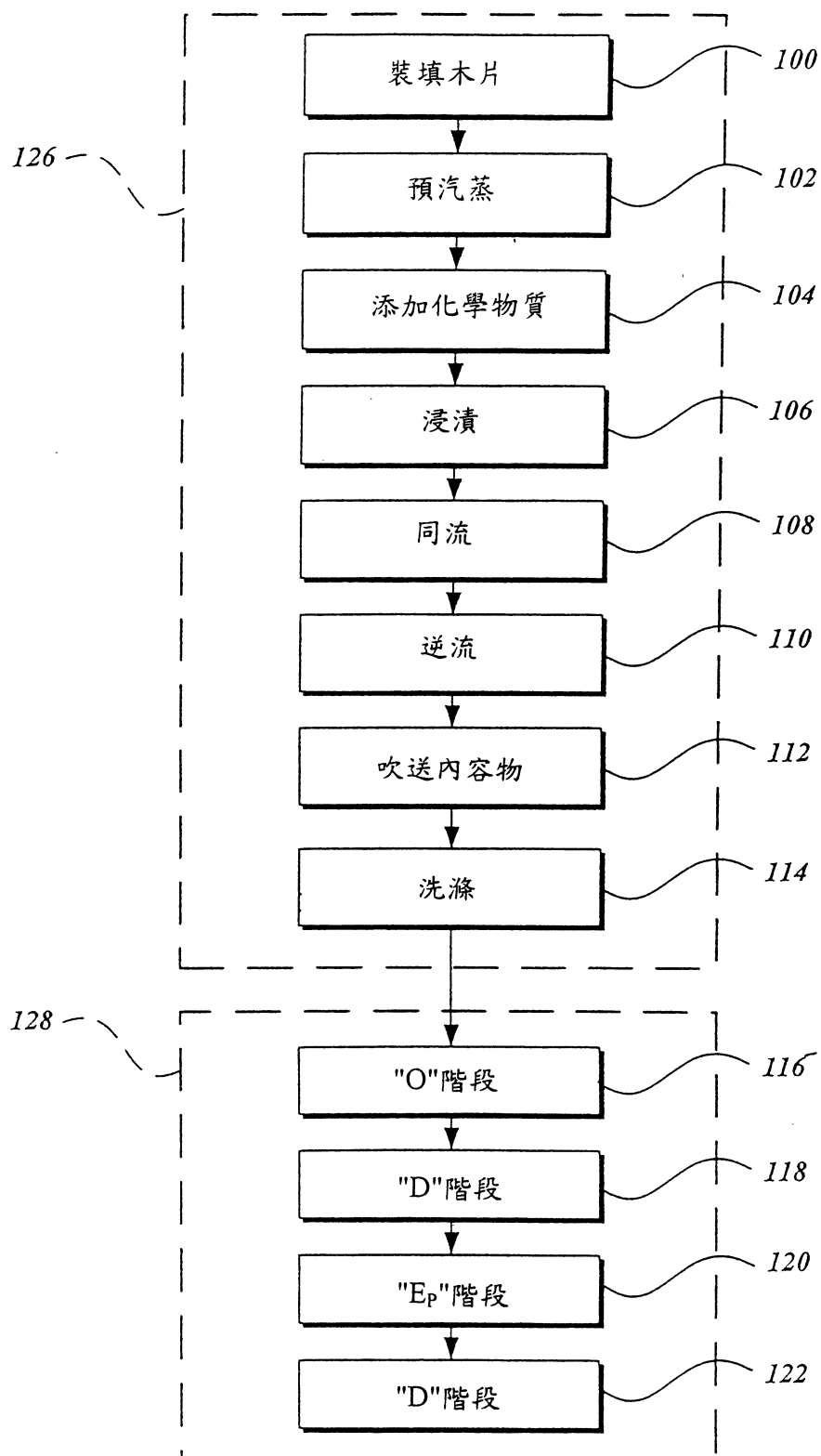


圖 1

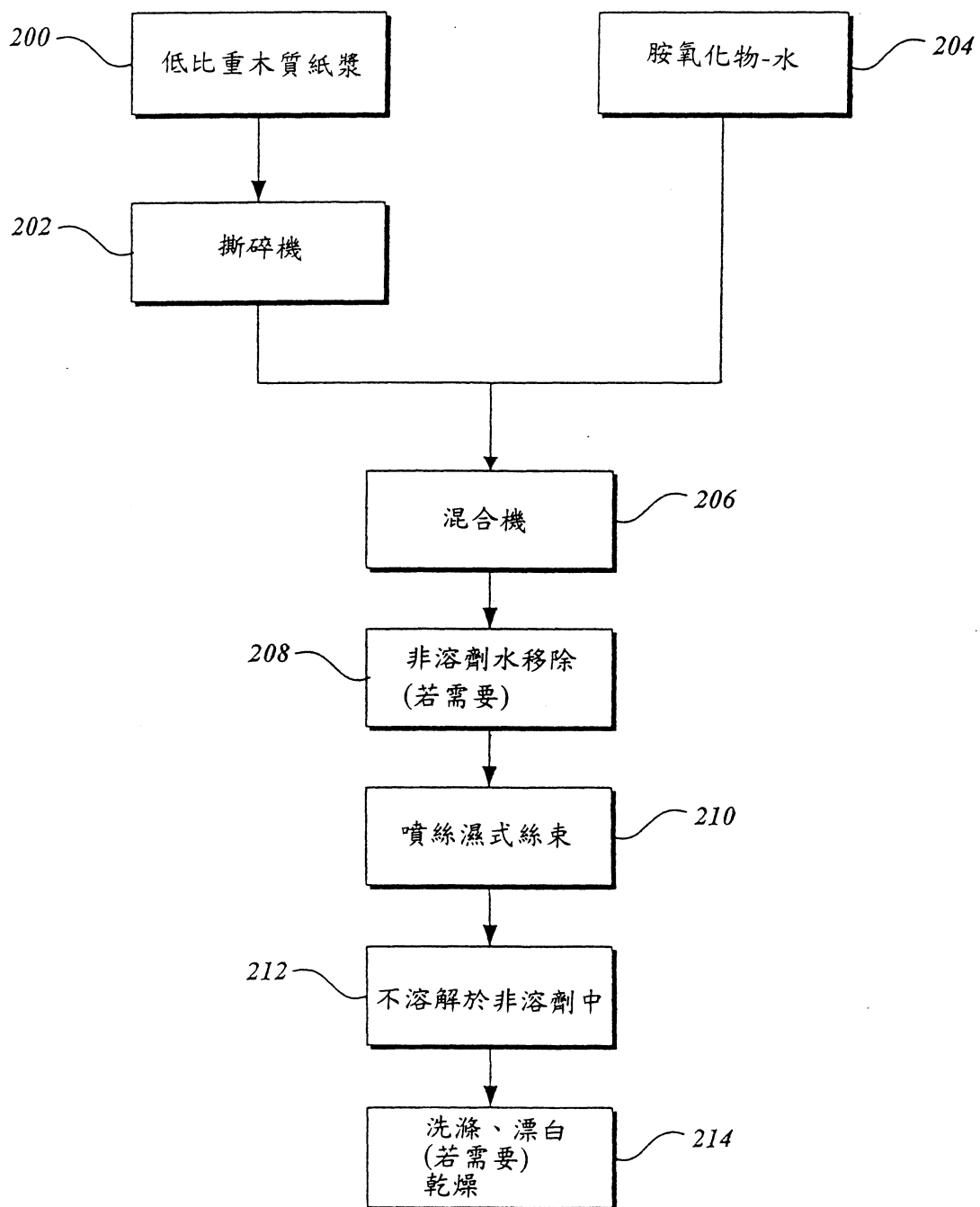


圖2

發明專利說明書

中文說明書替換本(94年5月)

(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：92136706

※申請日期：92.12.24

※IPC 分類：D01F 7/00, D02G 3/00, D04H 1/00

壹、發明名稱：(中文/英文)

萊奧塞(LYOCELL)產品

LYOCELL PRODUCTS

貳、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

美商衛耶豪塞公司

WEYERHAEUSER COMPANY

代表人：(中文/英文)

保羅 W 路茲

LEUZZI, PAUL W.

住居所或營業所地址：(中文/英文)

美國華盛頓州聯邦市郵政信箱9777號

POST OFFICE BOX 9777, FEDERAL WAY, WASHINGTON 98063-9777,
U.S.A.

國 籍：(中文/英文)

美國 U.S.A.

伍、中文發明摘要：

一種來自疏葉操作之低比重木料之用途，例如將對一定的卡帕值標的產生較低的粗漿黏度。已由低及高比重木料之牛皮紙(Kraft)蒸煮偵測到200厘泊(cP)落球紙漿黏度之差異。使用低比重木料可降低在漂白廠中製造萊奧塞(lyocell)紙漿規格所需之漂白階段溫度及化學物質劑量。低比重木料亦可提高將紙漿黏度降至極低值之能力，而不使紙漿之銅值或紙漿中之羰基濃度提高至高於可接受值。

陸、英文發明摘要：

The use of low specific gravity wood from thinning operations, for example, will produce a lower brownstock viscosity for a given kappa number target. A differential of 200-cP falling ball pulp viscosity has been detected from Kraft cooks of low and high specific gravity wood. Using low specific gravity wood can reduce the bleach stage temperature and the chemical dose needed in the bleach plant to produce lyocell pulp specifications. Low specific gravity wood also increases the ability to reduce pulp viscosity to very low levels without increasing the copper number of the pulp or the concentration of carbonyl in the pulp above acceptable levels.