



(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 I615516 B

(45) 公告日：中華民國 107 (2018) 年 02 月 21 日

(21) 申請案號：103142137

(22) 申請日：中華民國 103 (2014) 年 12 月 04 日

(51) Int. Cl. : **D01D1/02 (2006.01)**(71) 申請人：財團法人紡織產業綜合研究所 (中華民國) TAIWAN TEXTILE RESEARCH  
INSTITUTE (TW)

新北市土城區承天路 6 號

(72) 發明人：趙虹宇 CHAO, HUNG YU (TW) ; 劉國良 LIU, KUO LIANG (TW) ; 林煜登 LIN,  
YU DENG (TW)

(74) 代理人：葉璟宗；詹東穎；劉亞君

(56) 參考文獻：

TW I340774

TW 201422658A

TW 201443086A

審查人員：徐七冠

申請專利範圍項數：14 項 圖式數：0 共 16 頁

(54) 名稱

纖維的製備方法與紡絲黏液

PREPARATION METHOD OF FIBER AND SPINNING VISCOSE

(57) 摘要

一種纖維的製備方法。在纖維的製備方法中，先將聚合物溶解於離子液體與鹽類的混合溶液中，以形成紡絲黏液，其中鹽類包括 KCl、KBr、KOAc、NaBr、ZnCl<sub>2</sub> 或其組合。接著，以紡絲黏液為原料進行紡絲製程，以形成纖維。

A preparation method of fiber is provided. In the preparation method of fiber, a polymer dissolved in a mixing solution of an ionic liquid and a salt to form a spinning viscose, wherein the salt includes KCl, KBr, KOAc, NaBr, ZnCl<sub>2</sub>, or a combination thereof. Afterwards, the spinning viscose is used as a material to perform a spinning process to form a fiber.

# 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】

纖維的製備方法與紡絲黏液

PREPARATION METHOD OF FIBER AND SPINNING VISCOSE

## 【技術領域】

【0001】 本發明是有關於一種纖維的製備方法與紡絲黏液，且特別是有關於一種再生纖維的製備方法與紡絲黏液。

## 【先前技術】

【0002】 近年來，科學家積極開發透過將現有的高分子材料進行溶解，製作成再生纖維以取代天然纖維的消耗。再生纖維可以廣泛應用於各種產業中，如家飾紡織品、光學薄膜、可撓式電子顯示器、化妝品、醫學藥品與食品添加物等。

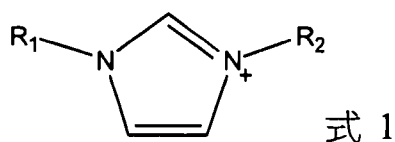
【0003】 在製造再生纖維的過程中，往往需要將聚合物 (polymer) 溶解於溶劑中。舉例來說，目前商業化纖維素濕式紡絲通常是以甲基氧化嗎啉 (NMMO) 作為溶劑。然而，NMMO 的製程溫度較高 (110-130°C) 造成其中溶質降解且耗能。此外，NMMO 為一種強氧化劑，在製程中需額外添加安定劑，導致回收成本較高。因此，如何有效提升纖維強度、降低製程溫度且節能是目前積極研究的方向。

## 【發明內容】

【0004】 本發明提供一種纖維的製備方法，可增加聚合物的溶解度，提升纖維的強度，並降低製程溫度。

【0005】 本發明提出一種纖維的製備方法如下。首先，將聚合物溶解於離子液體與鹽類的混合溶液中，以形成紡絲黏液，其中鹽類包括 KCl、KBr、KOAc、NaBr、ZnCl<sub>2</sub> 或其組合。接著，再以紡絲黏液為原料進行紡絲製程，以形成纖維。

【0006】 在本發明的一實施例中，離子液體由陽離子及陰離子組成，陽離子為烷基咪唑型，包括式 1 所示的結構：



其中 R<sub>1</sub> 與 R<sub>2</sub> 為碳原子數為 1-4 的烷基。而陰離子為 Cl<sup>-</sup>、Br<sup>-</sup> 或 CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup>。

【0007】 在本發明的一實施例中，其中離子液體為 1-乙基-3-甲基咪唑醋酸鹽。

【0008】 在本發明的一實施例中，其中聚合物包括纖維素或聚間苯二甲醯間苯二胺。

【0009】 在本發明的一實施例中，其中按重量比鹽類與離子液體的比例為 10：90 至 0.1：99.9。

【0010】 在本發明的一實施例中，其中以紡絲黏液的總重量計，聚合物的含量為 5 wt% 至 20 wt%。

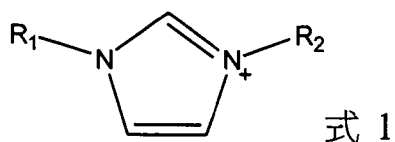
【0011】 在本發明的一實施例中，其中將聚合物溶解於離子液體

與鹽類的混合溶液是在 60°C ~80°C 之間的溫度進行。

【0012】 在本發明的一實施例中，其中紡絲製程為濕式紡絲技術或乾噴濕式紡絲技術。

【0013】 本發明另提出一種紡絲黏液，包括聚合物、鹽類及離子液體，其中鹽類包括 KCl、KBr、KOAc、NaBr、ZnCl<sub>2</sub> 或其組合。

【0014】 在本發明的一實施例中，其中離子液體由陽離子及陰離子組成，陽離子為烷基咪唑型，包括式 1 所示的結構：



其中 R<sub>1</sub> 與 R<sub>2</sub> 為碳原子數為 1-4 的烷基，而陰離子為 Cl<sup>-</sup>、Br<sup>-</sup> 或 CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup>。

【0015】 在本發明的一實施例中，其中離子液體為 1-乙基-3-甲基咪唑醋酸鹽。

【0016】 在本發明的一實施例中，其中聚合物包括纖維素或聚間苯二甲醯間苯二胺。

【0017】 在本發明的一實施例中，其中按重量比鹽類與離子液體的比例為 10：90 至 0.1：99.9。

【0018】 在本發明的一實施例中，其中以紡絲黏液的總重量計，聚合物的含量為 5 wt%至 20 wt%。

【0019】 基於上述，本發明提出一種纖維的製備方法，可增加纖維的強度。另外，亦可降低製程溫度，改善製程耗能之現象，並降低回收成本，而具有產業價值。此外，本發明提出一種紡絲黏

液，可紡性良好，利用濕式紡絲技術或乾噴濕式紡絲技術可得到纖維強度較高的纖維。

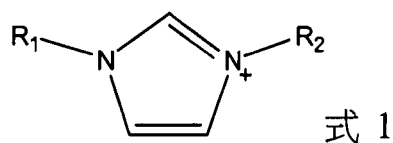
【0020】 為讓本發明的上述特徵和優點能更明顯易懂，下文特舉實施例作詳細說明如下。

### 【圖式簡單說明】

【0021】 無

### 【實施方式】

【0022】 依據本發明的一實施例，提出一種纖維的製備方法。首先，將聚合物溶解於離子液體與鹽類的混合溶液中，以形成紡絲黏液。在本實施例中，聚合物例如是纖維素或聚間苯二甲醯間苯二胺。鹽類例如是 KCl、KBr、KOAc、NaBr、ZnCl<sub>2</sub> 或其組合。離子液體例如是由陽離子及陰離子組成，陽離子例如是烷基咪唑型，包括式 1 所示的結構：



其中 R<sub>1</sub> 與 R<sub>2</sub> 為碳原子數為 1-4 的烷基；而陰離子例如是 Cl<sup>-</sup>、Br<sup>-</sup> 或 CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup>。在另一實施例中，離子液體例如是 1-乙基-3-甲基咪唑醋酸鹽（1-ethyl-3-methylimidazolium acetate，[EMIM]OAc）。

【0023】 在本實施例中，將鹽類加入離子液體中，鹽類與離子液

體的重量比的比例例如是 10 : 90 至 0.1 : 99.9，較佳的是，鹽類與離子液體的重量比的比例例如是 3 : 97 至 1 : 99，更佳的是，鹽類與離子液體的重量比的比例例如是 3 : 97。將鹽類加入離子液體後，可使離子液體的極性增加，以進一步提升聚合物的溶解度。

【0024】 在本實施例中，以紡絲黏液的總重量計，聚合物的含量例如是 5 wt%至 20 wt%。在另一實施例中，以紡絲黏液的總重量計，聚合物的含量例如是 10 wt%至 15 wt%。在又一實施例中，以紡絲黏液的總重量計，聚合物的含量例如是 10 wt%。

【0025】 值得注意的是，將聚合物溶解於離子液體與鹽類的混合溶液是在 60°C~80°C 之間的溫度進行。習知技術使用 NMMO 的製程溫度為 110°C~130°C，較為耗能。相較之下，使用本發明之離子液體可有效降低整體製程溫度，因此，可改善聚合物降解現象且具有節能效果。此外，離子液體亦具有無揮發性、高化學安定性與高穩定性之優點。

【0026】 之後，以上述紡絲黏液為原料進行紡絲製程，以形成纖維。在本實施例中，紡絲製程例如是透過乾噴濕式紡絲技術 (Dry-jet Wet Spinning) 將紡絲黏液紡出，並使紡出的絲落入成型液 (例如是乙醇、水或其組合) 中，再移至水中清洗，即完成纖維的製備。在其他實施例中，也可透過例如是濕式紡絲技術來進行紡絲製程。

【0027】 以下，藉由實驗例來詳細說明上述實施例所提出之纖維的製備及其特性。然而，下述實驗例並非用以限制本發明。

## 實驗例

【0028】 爲了證明本發明所提出之纖維的製備方法所製備出的纖維具有優異的纖維強度，且整體製程溫度較低而具有節能效果，以下特別作此實驗例。

## 纖維的製備

### 實例 1

【0029】 取 48.5g 的離子液體 1-乙基-3-甲基咪唑醋酸鹽（以下簡稱[EMIM]OAc）與 1.5g（3 wt%）的 KOAc 於 60°C 下加熱攪拌至溶解，以形成混合溶液。接著，加入 5g 的纖維素，並於 60°C 經攪拌與加熱溶解後，形成紡絲黏液。以上述紡絲黏液爲原料進行紡絲製程，利用乾噴濕式紡絲技術形成纖維素纖維。

### 實例 2

【0030】 取 48.5g 的離子液體[EMIM]OAc 與 1g（2 wt%）的 KOAc 及 0.5g（1 wt%）的 KBr 於 60°C 下加熱攪拌至溶解，以形成混合溶液。接著，加入 5g 的纖維素，並於 60°C 經攪拌與加熱溶解後，形成紡絲黏液。以上述紡絲黏液爲原料進行紡絲製程，利用乾噴濕式紡絲技術形成纖維素纖維。

### 實例 3

**【0031】** 取 48.5g 的離子液體[EMIM]OAc 與 1.5g (3. wt%) 的 KBr 於 60°C 下加熱攪拌至溶解，以形成混合溶液。接著，加入 5g 的纖維素，並於 60°C 經攪拌與加熱溶解後，形成紡絲黏液。以上述紡絲黏液為原料進行紡絲製程，利用乾噴濕式紡絲技術形成纖維素纖維。

#### 實例 4

**【0032】** 取 48.25g 的離子液體[EMIM]OAc 與 1.75g (3.5 wt%) 的 KBr 於 60°C 下加熱攪拌至溶解，以形成混合溶液。接著，加入 5g 的纖維素，並於 60°C 經攪拌與加熱溶解後，形成紡絲黏液。以上述紡絲黏液為原料進行紡絲製程，利用乾噴濕式紡絲技術形成纖維素纖維。

#### 實例 5

**【0033】** 取 48.5g 的離子液體[EMIM]OAc 與 1.5g (3 wt%) 的 KCl 於 80°C 下加熱攪拌至溶解，以形成混合溶液。接著，加入 5g 的纖維素，並於 80°C 經攪拌與加熱溶解後，形成紡絲黏液。以上述紡絲黏液為原料進行紡絲製程，利用乾噴濕式紡絲技術形成纖維。

#### 實例 6

**【0034】** 取 48.5g 的離子液體[EMIM]OAc 與 1.5g (3 wt%) 的 KBr 於 80°C 下加熱攪拌至溶解，以形成混合溶液。接著，加入 10g 的



聚間苯二甲醯間苯二胺，並於 80°C 經攪拌與加熱溶解後，形成紡絲黏液。

### 比較例

【0035】 將 5g 的木漿纖維素加入 50g 的離子液體 [EMIM]OAc 中，並於 60°C 經攪拌與加熱溶解後，進行紡絲製程，利用乾噴濕式紡絲技術形成纖維。

### 纖維強度的量測

【0036】 接著，對實例 1 至實例 5 的纖維素纖維以及比較例的纖維素纖維，以 ASTM D3822 的檢測方法進行纖維強度的量測，並將各量測結果顯示在下方表 1 中。

表 1

	離子液體	鹽類及濃度	纖維強度 (gf/den)
實例 1	[EMIM]OAc	3 wt% KOAc	4.6
實例 2	[EMIM]OAc	2 wt% KOAc/ 1 wt% KBr	3.8
實例 3	[EMIM]OAc	3 wt% KBr	4.1
實例 4	[EMIM]OAc	3.5 wt% KBr	4.9
實例 5	[EMIM]OAc	3 wt% KCl	3.5
比較例	[EMIM]OAc	無	3.2

【0037】 從上方表 1 可得知，比較例僅以離子液體溶解纖維素，所製備出之纖維素纖維的纖維強度為 3.2 gf/den。相較之下，實施例 1 至實例 5 是依據本發明所提出之纖維的製備方法進行纖維素

纖維的製備，其中所使用的離子液體為[EMIM]OAc，並分別加入 3 wt% KOAc、2 wt% KOAc/ 1 wt% KBr、3 wt% KBr、3.5 wt% KBr 或 3 wt% KCl 等鹽類於離子液體中。再將纖維素溶於前述離子液體與鹽類的混合溶液中，並透過乾噴濕式紡絲技術形成纖維。由表 1 可得知，實施例 1 至實例 5 所形成的纖維素纖維，纖維強度分別為 4.6 gf/den、3.8 gf/den、4.1 gf/den、4.9 gf/den 與 3.5 gf/den。因此，和比較例所製備的纖維素纖維相比，實施例 1 至實例 5 所製備的纖維之纖維強度明顯較高。亦即，透過本發明所提出之纖維的製備方法，可明顯改善纖維強度。

**【0038】** 綜上所述，本發明提出一種纖維的製備方法，可增加纖維的溶解度，並可增加纖維強度。離子液體本身無揮發性，且具有高化學安定性與高熱穩定性，亦可回收再利用。將鹽類加入離子液體後，可增強極性，改善對聚合物的溶解度，並有效提升纖維強度。另外，亦可降低製程溫度，改善製程耗能之現象。除此之外，和習知技術使用 NMMO 相比，本發明所提出之纖維的製備方法不需額外添加安定劑或並溶劑（如 DMSO），因此可降低回收成本，而具有產業價值。此外，本發明提出一種紡絲黏液，可紡性良好，利用濕式紡絲技術或乾噴濕式紡絲技術可得到纖維強度較高的纖維。

**【0039】** 雖然本發明已以實施例揭露如上，然其並非用以限定本發明，任何所屬技術領域中具有通常知識者，在不脫離本發明的精神和範圍內，當可作些許的更動與潤飾，故本發明的保護範圍

當視後附的申請專利範圍所界定者為準。

**【符號說明】**

【0040】 無

## 發明摘要

※ 申請案號：103142137

※ 申請日：103/12/04

※IPC 分類：D01D 1/02 (2006.01)

## 【發明名稱】

纖維的製備方法與紡絲黏液

PREPARATION METHOD OF FIBER AND SPINNING VISCOSE

## 【中文】

一種纖維的製備方法。在纖維的製備方法中，先將聚合物溶解於離子液體與鹽類的混合溶液中，以形成紡絲黏液，其中鹽類包括 KCl、KBr、KOAc、NaBr、ZnCl<sub>2</sub> 或其組合。接著，以紡絲黏液為原料進行紡絲製程，以形成纖維。

## 【英文】

A preparation method of fiber is provided. In the preparation method of fiber, a polymer dissolved in a mixing solution of an ionic liquid and a salt to form a spinning viscose, wherein the salt includes KCl, KBr, KOAc, NaBr, ZnCl<sub>2</sub>, or a combination thereof. Afterwards, the spinning viscose is used as a material to perform a spinning process to form a fiber.

## 【代表圖】

【本案指定代表圖】：無。

【本代表圖之符號簡單說明】：無。

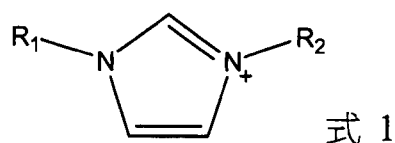
## 申請專利範圍

1. 一種纖維的製備方法，包括：

將一聚合物溶解於一離子液體與一鹽類的一混合溶液中，以形成一紡絲黏液，其中該鹽類包括 KCl、KBr、KOAc、NaBr、ZnCl<sub>2</sub> 或其組合；以及

以該紡絲黏液為原料進行一紡絲製程，以形成該纖維。

2. 如申請專利範圍第 1 項所述的纖維的製備方法，其中該離子液體由一陽離子及一陰離子組成，該陽離子為烷基咪唑型，包括式 1 所示的結構：



其中 R<sub>1</sub> 與 R<sub>2</sub> 為碳原子數為 1-4 的烷基；

該陰離子為 Cl<sup>-</sup>、Br<sup>-</sup> 或 CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup>。

3. 如申請專利範圍第 1 項所述的纖維的製備方法，其中該離子液體包括 1-乙基-3-甲基咪唑醋酸鹽。

4. 如申請專利範圍第 1 項所述的纖維的製備方法，其中該聚合物包括纖維素或聚間苯二甲醯間苯二胺。

5. 如申請專利範圍第 1 項所述的纖維的製備方法，其中該鹽類與該離子液體的重量比的比例為 10：90 至 0.1：99.9。

6. 如申請專利範圍第 1 項所述的纖維的製備方法，其中以該紡絲黏液的總重量計，該聚合物的含量為 5 wt% 至 20 wt%。

7. 如申請專利範圍第 1 項所述的纖維的製備方法，其中將該

聚合物溶解於該混合溶液是在 60°C~80°C 之間的溫度進行。

8. 如申請專利範圍第 1 項所述的纖維的製備方法，其中該紡絲製程為濕式紡絲技術或乾噴濕式紡絲技術。

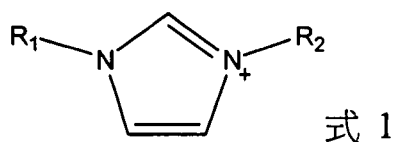
9. 一種紡絲黏液，包括：

一聚合物；

一離子液體；以及

一鹽類，其中該鹽類包括 KCl、KBr、KOAc、NaBr、ZnCl<sub>2</sub> 或其組合。

10. 如申請專利範圍第 9 項所述的紡絲黏液，其中該離子液體由一陽離子及一陰離子組成，該陽離子為烷基咪唑型，包括式 1 所示的結構：



其中 R<sub>1</sub> 與 R<sub>2</sub> 為碳原子數為 1-4 的烷基；

該陰離子為 Cl<sup>-</sup>、Br<sup>-</sup> 或 CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup>。

11. 如申請專利範圍第 9 項所述的紡絲黏液，其中該離子液體包括 1-乙基-3-甲基咪唑醋酸鹽。

12. 如申請專利範圍第 9 項所述的紡絲黏液，其中該聚合物包括纖維素或聚間苯二甲醯間苯二胺。

13. 如申請專利範圍第 9 項所述的紡絲黏液，其中按重量比該鹽類與該離子液體的比例為 10：90 至 0.1：99.9。

14. 如申請專利範圍第 9 項所述的紡絲黏液，其中以該紡絲

黏液的總重量計，該聚合物的含量為 5 wt%至 20 wt%。

## 發明摘要

※ 申請案號：103142137

※ 申請日：103/12/04

※IPC 分類：D01D 1/02 (2006.01)

## 【發明名稱】

纖維的製備方法與紡絲黏液

PREPARATION METHOD OF FIBER AND SPINNING VISCOSE

## 【中文】

一種纖維的製備方法。在纖維的製備方法中，先將聚合物溶解於離子液體與鹽類的混合溶液中，以形成紡絲黏液，其中鹽類包括 KCl、KBr、KOAc、NaBr、ZnCl<sub>2</sub> 或其組合。接著，以紡絲黏液為原料進行紡絲製程，以形成纖維。

## 【英文】

A preparation method of fiber is provided. In the preparation method of fiber, a polymer dissolved in a mixing solution of an ionic liquid and a salt to form a spinning viscose, wherein the salt includes KCl, KBr, KOAc, NaBr, ZnCl<sub>2</sub>, or a combination thereof. Afterwards, the spinning viscose is used as a material to perform a spinning process to form a fiber.

## 【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】：  
無。