

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 761444 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application **761444**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification (IPC¹)
C08L

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **21.05.1976**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **21.05.1976**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **01.12.1976**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **12.06.2019**

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

30.05.1975 CH 6992/75 22.08.1975 CH 10908/75

05.11.1975 CH 14262/75 18.11.1975 CH 14918/75

27.11.1975 CH 15387/75

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • Sandoz AG, Lichtstrasse 35, 4056 Basel, SVEITSI, (CH)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • Mauric, Claudine, Switzerland, SVEITSI, (CH)

2 • Wolf, Rainer, Switzerland, SVEITSI, (CH)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Kalvon muodostuva koostumus

Filmbildande komposition

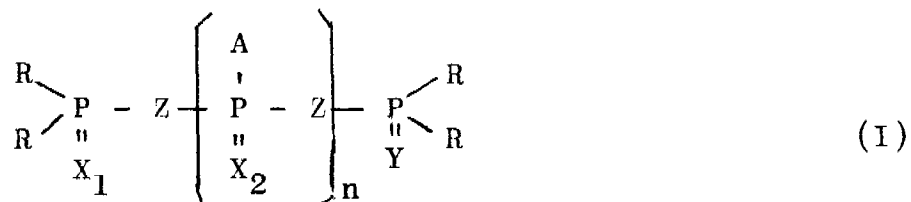
Sandoz A.G., Basel, Sveitsi

761444

Orgaaniset yhdisteet - Organiska föreningar

Esillä oleva keksintö koskee palamista jarruttavaa selluloosaa, erityisesti regeneroitua selluloosaa, joka on tunnettu siitä, että se sisältää yhdisteenä, joka vaikuttaa palamista jarruttaen, pyrofosforihapon, monotiono-, ditiono-, tritiopyrofosforihapon, trifosforihapon, monotiono-, ditiono-, tritiono-, ja/tai pentatio-trifosforihapon esterinä, esteriamidia ja/tai amidia. Keksintö koskee myös menetelmää palamista jarruttavan selluloosan valmistamiseksi, joka on tunnettu siitä, että selluloosa saostetaan liuoksesta, joka sisältää jotakin mainituista yhdisteistä, joilla on tulenestovaikutus.

Edullisena pidetään palamista jarruttavaa selluloosaa, erityisesti regeneroitua selluloosaa, joka sisältää palamista jarruttavana yhdisteenä sellaista, yhdistettä, jolla on kaava

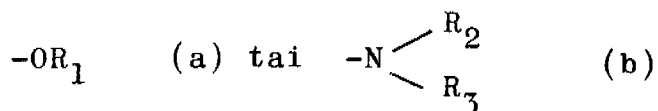


jossa n on nolla tai 1,

X_1 , X_2 , Y ovat toisistaan riippumatta happi tai rikki,
 Z on happi tai rikki, jolloin jos X_1 ja/tai X_2 ja/tai Y
ovat happi,

Z on yksinomaan happi,

R on toisista riippumatta tähde,



jolloin,

jos X_1 ja Y ovat happi, korkeintaan 2 R :ää on tähde (a)

R_1 on toisista riippumatta metyyli, jolloin korkeintaan 2 metyyliähdettä on läsnä, mahdollisesti 1-3:lla halogeeniatomilla tai 1 alkoksitähdeellä, jossa on 1-6:lla C-atomia substituoitu etyyli- tai propenyylitähde, mahdollisesti 1-4:llä halogeeniatomilla substituoitu alkyylitähde, jossa on 3-12 hiiliatomia tai alkenyyli- tähde, jossa on 4-12 C-atomia; mahdollisesti 1:llä tai 2:lla halogeeniatomilla substituoitu sykloalkyyli- tähde, jossa on 5-8 C-atomia tai sykloalkyylialkyyli- tähde, jossa on 7-9 hiiliatomia; fenyyli- alkyylitähde, jossa on 7-10 C-atomia tai fenyyli, jolloin fenyyli- alkyylitähteen fenyyliydin tai fenyyli- tähde voi olla substituoitu 1-5:llä halogeeniatomilla, tai 1,2 tai 3:lla alkyyli- tai alkoksi- tähdeellä, joissa on 1-3 C-atomia tai

kaksi hapen kautta samaan fosforiatomiin liittynyttä tähdettä R_1 ovat tähde, jolla on kaava



jolloin, jos $n =$ nolla ja $Z =$ happi, molekyyliä kohden on läsnä ai-
noastaan yksi ainoa tähde (c),

R_2 on alkyylitähde, jossa on 1-4 C-atomia, sykloheksyyli, bentsyyli tai mahdollisesti yhdellä tai kahdella klooriatomilla, joista korkeintaan toinen on orto-asemassa tai yksi bromiatomi on para-asemassa tai 1 tai 2:lla alkyyli- tai alkoksitähdeellä, joissa on 1-3 C-atomia yhteensä korkeintaan kolmella C-atomilla substitu-
oituu fenyyli- tähde, jolloin (i) tähteissä (b), jotka ovat liittyneet

P-ryhmään R_2 on erilainen kuin alkyyli ja (ii) jos kaksi tähdettä

$\overset{0}{\underset{0}{\text{P}}}$ (b) on liittynyt $\overset{0}{\underset{0}{\text{P}}}$ -ryhmään, niin näissä tähteissä R_2 on yksinomaan

alkyyli, jossa on 1-4 C-atomia,

R_3 on alkyyli­tähde, jossa on 1-4 C-atomia, ja jos $n = \text{nolla}$ ja

R_2 on sykloheksyyli, bentsyyli tai mahdollisesti substitu­oitu fenyyli,

R_3 on myös vety, tai

R_2 ja R_3 ovat yhdessä yhteisen N-atomin kanssa, mahdollisesti jonkin toisen happi- tai rikkiatomin kanssa tai tertiäärisen N-ato­min kanssa, edullisesti -N(alkyyli, C_1-C_4)-ryhmän kanssa 5- tai 6-jäseninen, tyydytetty, heterosyklinen rengas,

R_4 ja R_5 ovat toisistaan riippumatta vety, alkyyli­tähde, jossa on 1-4 C-atomia, $-\text{CH}_2\text{Cl}$, $-\text{CH}_2\text{Br}$ tai fenyyli, tai

R_4 ja R_5 ovat yhdessä yhteisen C-atomin kanssa sykloheksy­lideeni-, sykloheksenylideeni- tai 3,4-dibromisykloheksylideeni- rengas,

R_6 ja R_8 ovat toisistaan riippumatta vety tai alkyyli­tähde, jossa on 1-4 C-atomia,

R_7 on vety tai metyyli, jolloin vähintään yksi substituenteista R_4 , R_5 , R_6 , R_7 ja R_8 on erilainen kuin vety, ja jos R_4 ja R_5 ovat CH_2Cl , CH_2Br tai muodos­tavat renkaan yhdessä yhteisen C-atomin kanssa, R_6 , R_7 ja R_8 mer­kitsevät aina vetyä, ja jos X_1 ja $Y = \text{happi}$: R_4 ja R_5 ovat toisis­taan riippumatta ainoastaan $-\text{CH}_2\text{Cl}$ tai $-\text{CH}_2\text{Br}$ tai merkitsevät yh­dessä yhteisen C-atomin kanssa jotakin mainituista renkaista,

A on tähde, jolla on kaava (a) tai sellainen, jolla on kaava



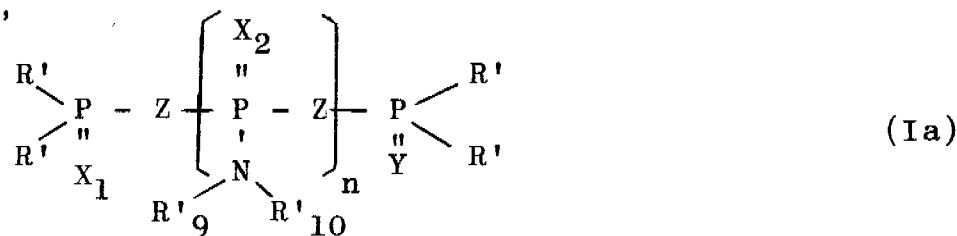
R_9 on metyyli, mahdollisesti halogeeniatomilla substituoitu etyyli­tähde, mahdollisesti yhdellä tai kahdella halogeeniatomilla substituoitu propyyli­tähde, mahdollisesti 1-3:lla halogeeniatomilla substituoitu alkyyli­tähde, jossa on 4-12 C-atomia, sykloheksyyli, bentsyyli, fenyyli, jolloin fenyyli­tähde voi olla mahdollisesti yhdellä tai kahdella klooriatomilla tai yhdellä bromiatomilla para- asemassa ja/tai kulloinkin yhdellä tai kahdella alkyyli- tai alkoksi-

tähteellä, joissa on 1-3 C-atomia yhteensä korkeintaan 3 C-atomilla substituoitu,

R_{10} on vety, metyyli, mahdollisesti halogeeniatomilla substituoitu etyyli- tai propyyli- tai kahdella tai kolmella halogeeniatomilla substituoitu alkyylitähde, jossa on 4-12 C-atomia, sykloheksyyli, bentsyyli, fenyyli tai

R_9 ja R_{10} merkitsevät yhdessä yhteisen typpi- tai rikkiatomin kanssa mahdollisesti toisen happi- tai rikkiatomin tai tertiäärin N-atomin, edullisesti $=N(\text{alkyyli } C_{1-4})$ -ryhmän kanssa, 5- tai 6-jäsenistä, tyydytettyä heterosyklistä rengasta.

Erittäin edullisena pidetään palamista jarruttavaa selluloosaa, erityisesti regeneroitua selluloosaa, joka sisältää yhdistettä, jolla on kaava,



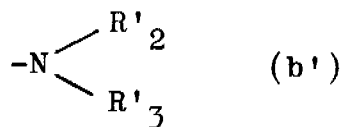
jossa $n =$ nolla tai 1,

X_1 , X_2 ja Y ovat toisistaan riippumatta happi tai rikki,

Z on happi tai rikki, jolloin jos X_1 ja/tai X_2 ja/tai Y on happi,

Z on ainoastaan happi,

R' on toisista riippumatta OR'_1 (a) tai

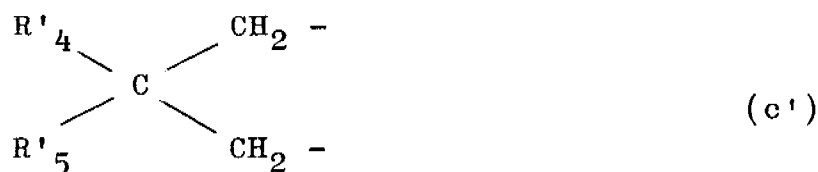


jolloin, jos X_1 ja Y ovat happi, R' on aina tähde (b'),

R'_1 on toisista riippumatta etyyli ja korkeintaan kaksi tähteistä,

R'_1 merkitsee etyyliä; kloorietyyliä, bromietyyliä, mahdollisesti yhdellä- kolmella kloori- tai bromiatomilla substituoitu alkyylitähde, jossa on 3-6 hiiliatomia, mahdollisesti yhdellä tai kahdella kloori- tai bromiatomilla substituoitu alkenyyli- tai sykloheksyyli, bentsyyli tai fenyyli, jolloin

bentsyyliähteen fenyyliydin tai fenyyliähde voivat olla sub-
tutoituja 1-3:lla kloori- tai 1:llä bromiatomilla para-asemassa ja
fenyyliähde voi myös olla substituoitu 1-3:lla metyyliiryhmällä,
tai kaksi hapen kautta samaan fosforiatomiin liittynyttä tähdetä
R' merkitsevät tähdetä, jolla on kaava,



jolloin, jos $n = 0$ ja Z on happi, niin molekyyliä kohden on
läsnä korkeintaan yksi tähde (c'),

R'₂ on metyyli, etyyli, propyyli tai mahdollisesti kloori-
atomilla tai bromiatomilla para-asemassa tai metyyli-ryhmällä substi-
tuoitu fenyyli-tähde, jolloin (i) tähteissä (b'), jotka ovat liit-
tyneet P-ryhmään, R'₂ on aina mahdollisesti substituoitu fenyyli-
tähde, (ii) jos kaksi tähdettä (b') on liittynyt P-ryhmään, niin
näissä tähteissä R'₂ on yksinomaan alkyyli ja (iii) R'₂ on ainoas-
taan silloin etyyli tai propyyli, kun myös R'₃:lla on jokin näistä
merkityksistä,

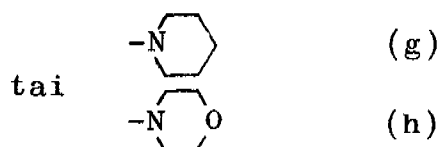
R'_3 on metyyli, etyyli, propyyli, jolloin (i) jos $n =$ nolla ja R'_2 on mahdollisesti substituoitu fenyyli, R'_3 on myös vety ja (ii) R'_3 on ainoastaan silloin etyyli tai propyyli kun myös R'_2 :lla on jokin näistä merkityksistä,

R'₄ ja R'₅ ovat toisistaan riippumatta alkyylitähde, jossa on 1-4 C-atomia, -CH₂Cl tai CH₂Br tai

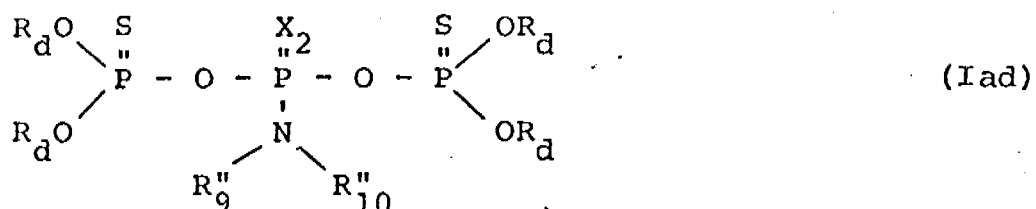
R'₄ ja R'₅ ovat yhdessä yhteisen C-atomin kanssa sykloheksyli-
deeni-, sykloheksenylideeni-, tai 3,4-dibromisykloheksylideeni-
rengas,

R'₉ on alkyylili C₁₋₄, sykloheksyyli, bentsyyli, fenyyli,
R'₁₀ on vety, alkyylili C₁₋₄, sykloheksyyli, bentsyyli, fenyyli,
tai

R'_9 ja R'_{10} ovat yhdessä yhteisen N-atomin kanssa tähde, jolla on kaavat

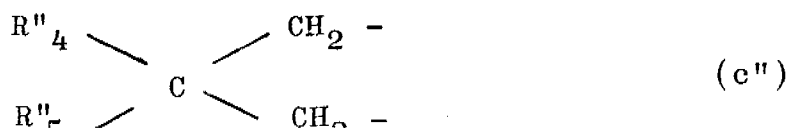


Kaavan (Ia) mukaisilla yhdisteillä on neljä edullisenapidettyä perusrakennetta, nimittäin:



Näissä merkitsee R_a fenyyliähdettä, joka on mahdollisesti substituoitu klooriatomilla para-asemassa tai metyyliiryhmällä, edullisesti substituoimaton fenyyliä tai orto-metyyliiryhmä.

R_b merkitsee toisista riippumatta mahdollisesti yhdellä tai kahdella kloori- tai bromiatomilla substituoitua n-propyyli- tai isopropyyliähdettä, mahdollisesti 1-3:lla kloori- tai bromiatomilla substituoitua alkyyliähdettä, jossa on 4-6 C-atomia, sykloheksyyliä tai fenyyliä, jolloin fenyyliähdde voi olla substituoitu metyyli-ryhmällä, tai kaksi hapen kautta samaan fosforiatomiin liittyneistä tähteistä, R_b merkitsee tähdettä, jolla on kaava



jolloin molekyyliä kohden on läsnä korkeintaan tähte (c"), ja

R''_4 ja R''_5 ovat toisistaan riippumatta metyyli, etyyli, propyyli, CH_2Cl tai CH_2Br , jolloin jos $R''_4 = \text{CH}_2\text{Br}$, $R''_5 \neq \text{CH}_2\text{Cl}$, tai jos $R''_5 = \text{CH}_2\text{Br}$, niin silloin $R''_4 \neq \text{CH}_2\text{Cl}$.

Edullisesti merkitsee R_b mahdollisesti yhdellä tai kahdella kloori- tai bromiatomilla substituotua n-propyyli- tai isopropyylitähdettä, tai alkyylitähdettä, jossa on 4-6 C-atomia.

R_c merkitsee propyyli- tai butyyylitähdettä, tai kulloinkin kaksi hapen kautta samaan fosforiatomiin liittyneistä tähteistä R_c merkitsevät tähdettä (c").

Edullisesti merkitsevät kulloinkin kaksi hapen kautta samaan fosforiatomiin liittynyttä tähdettä R_c tähdettä, jolla on kaava:



jossa R''_4 ja R''_5 ovat toisistaan riippumatta metyyli tai CH_2Br . Kaavan (Iad) mukaisissa yhdisteissä merkitsee X_2 happea tai rikkiä, edullisesti rikkiä.

R_d merkitsee mahdollisesti 1:llä tai 2:lla kloori- tai bromiatomilla substituotua n-propyyliä tai isopropyylitähde merkitsee alkyylitähdettä, jossa on 4-6 C-atomia tai kulloinkin kaksi samaan fosforiatomiin liittyneistä tähteistä R_d muodostavat tähteen (c"). Edullisesti muodostavat kulloinkin kaksi hapen kautta samaan fosforiatomiin liittynyttä tähdettä R_d tähteen, jolla on edelläoleva kaava (c"), edullisesti (c'''),

R''_9 merkitsee alkyylitähdettä, jossa on 1-4 C-atomia, sykloheksyyliä, bentsyyliä,

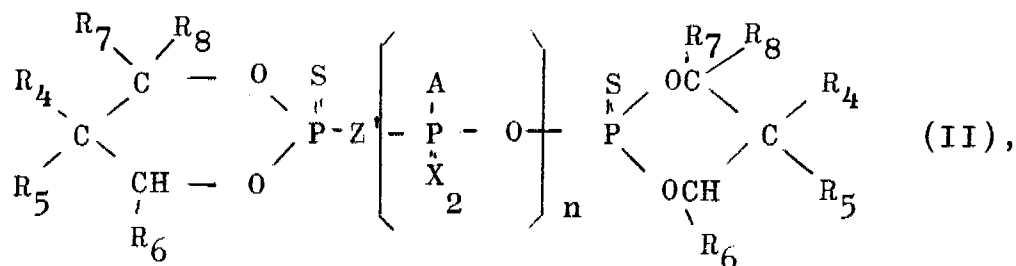
R''_{10} merkitsee vetyä, alkyylitähdettä, jossa on 1-4 C-atomia, tai

R''_{10} merkitsee vetyä, alkyylitähdettä, jossa on 1-4 C-atomia, tai

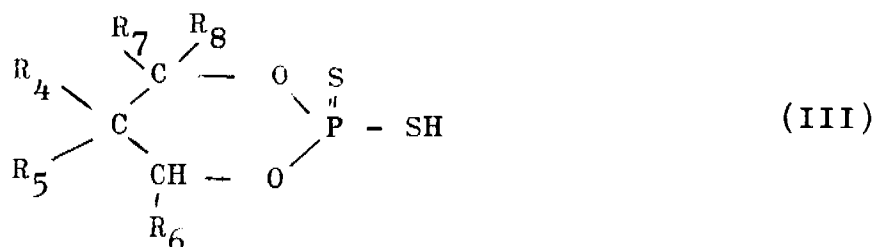
R''_9 ja R''_{10} merkitsevät yhdessä yhteisen N-atomin kanssa tähdettä, jolla on edelläolevat kaavat (g) tai (h).

Edullisesti on R''_9 :llä ja R''_{10} :llä sama merkitys ja ne merkitsevät edullisesti alkyylitähdettä, jossa on 1-4 C-atomia tai yhdessä tähdettä, jolla on edelläoleva kaava (g).

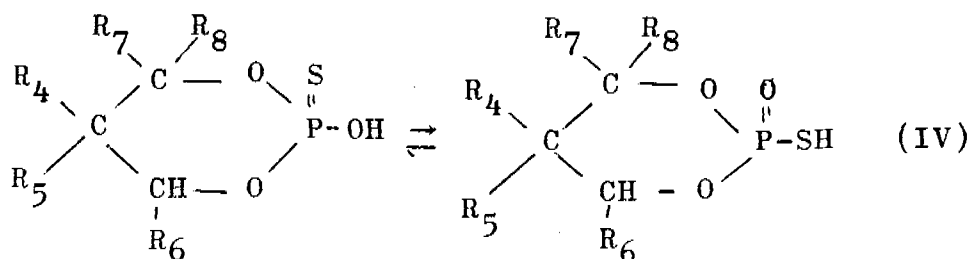
Yhdisteet, joilla on kaava:



jossa n , R_4 , R_5 , R_6 , R_7 , R_8 , A ja X_2 merkitsevät samaa kuin edellä, jolloin jos $n = 0$: Z' on rikki ja vähintään R_4 ja R_5 ovat erilaisia kuin metyyli ja jos $n = 1$: Z' on happi, ovat uusia. Tapa valmistaa kaavan (II) mukaisia yhdisteitä, joissa n on nolla, on tunnettu siitä, että yhdisteessä, jolla on kaava:



jossa R_4 , R_5 , R_6 , R_7 ja R_8 merkitsevät samaa kuin edellä, lohkaistaan samanaikaisesti vety ja rikki tai peräjälkeen ensiksi vety ja lopuksi rikki. Reaktio-olosuhteet ovat tunnettuja vastaavista reaktioista. Vedyn lohkaisuun yksinään käytetään esimerkiksi jodia, rikin lohkaisuun yksinään esimerkiksi trifenyylifosfiinia. Tapa valmistaa kaavan (II) mukaisia yhdisteitä, joissa n on 1, on tunnettu siitä, että annetaan 2 moolin yhdistettä, jolla on kaava:



jossa R_4 , R_5 , R_6 , R_7 ja R_8 merkitsevät samaa kuin edellä, reagoidea 1 moolin yhdistettä kanssa, jolla on kaava:



jossa A ja X_2 merkitsevät samaa kuin edellä, edullisesti happoa-sitovan aineen läsnäollessa, edullisesti tertiäärisen amiinin, edullisesti pyridiinin läsnäollessa. Edelleen ovat reaktio-olosuhteet tunnettuja vastaavista reaktioista, mikä pätee myös muihin, kaavaan (I) kuuluviin, kuitenkin ei vielä tunnettuihin yhdisteisiin.

Edellä olevissa kaavoissa merkitsevät edelleen R edullisesti R' :tä, edullisesti $R_a\text{NH}$:ta, tai $R_b\text{O}$:ta, tai $R_c\text{O}$:ta, tai $R_d\text{O}$:ta, jolloin viimeksimainitut noudattavat edullisena pidettyjä perusrakenteita (Iaa), (Iab), (Iac) tai (Iad).

R_1 on toisista riippumatta edullisesti mahdollisesti substituoitu alkyyli-, alkenyyli-, fenyylialkyyli- tai fenyyli-tähde, edullisesti R'_1 , edullisesti mahdollisesti substituoitu alkyyli.

R_2 merkitsee edullisesti alkyyliä, tai mahdollisesti substituoitua fenyyliä, edullisesti R'_2 :tä.

R_3 on edullisesti R'_3 .

R_4 ja R_5 merkitsevät edullisesti alkyyliä, CH_2Cl :ää, CH_2Br :ää ja edellämainittuja renkaita, joita ne voivat muodostaa yhteisen C-atomin kanssa. Edelleen merkitsevät R_4 ja R_5 edullisesti R'_4 :ää tai R'_5 :ttä, edullisesti R''_4 :ää tai R''_5 :ttä, edullisesti R'''_4 :ää tai R'''_5 :ttä.

R_6 , R_7 , R_8 merkitsevät edullisesti vetyä.

R_9 ja R_{10} merkitsevät edullisesti R'_9 :ää tai R'_{10} :tä, edullisesti R''_9 :ää tai R''_{10} :tä.

R_1 :llä mahdollisesti substituoituna alkyylitähteenä on edullisesti R'_1 :n kohdalla olevan määritelmän merkitys. Jos läsnä on enemmän kuin 2 R_1 -tähdetä, niin silloin merkitsee edullisesti ainnoastaan 2 näistä tähteistä etyyliä.

R_1 :llä mahdollisesti substituoituna fenyyli-tähteenä on edullisesti R'_1 :n merkitys.

Tähde (c) merkitsee edullisesti (c'):tä, edullisesti (c''):tä, edullisesti (c'''):tä.

R_2 :lla alkyylitähteenä on edullisesti R'_2 :n mukainen merkitys.

R_3 :lla alkyylitähteenä on edullisesti R'_3 :n mukainen merkitys, edullisesti metyyli.

R_4 ja R_5 alkyylitähteinä merkitsevät edullisesti metyyliä, etyyliä, propyyliä, edullisesti metyyliä.

R_4 ja R_5 halometyylitähteinä merkitsevät edullisesti bromimetyyliä. Edullisesti on R_4 :llä ja R_5 :llä sama merkitys. R_9 alkyylitähteenä merkitsee edullisesti sellaista alkyylitähdettä, jossa on 1-4 C-atomia.

R_9 fenyylinä on edullisesti substituoimaton.

R_{10} alkyylitähteenä sisältää edullisesti 1-4 C-atomia.

R_{10} fenyylinä on edullisesti substituoimaton.

Jos R_9 ja R_{10} muodostavat yhdessä renkaan, niin on tämä edullisesti tähteen (g) rengas.

Halogeenilla ymmärretään klooria tai bromia, edullisesti klooria. Edullisesti käytetään alussa mainittuja yhdisteitä, edullisesti sellaisia, joilla on kaava (I), saattamaan regeneroitu selluloosa palamista jarruttavaksi. Tällöin saatetaan ensiksi selluloosa sinänsä tunnetulla tavalla liuokseksi, esimerkiksi muutetaan liuokseksi johdannaiseksi, esim. tetraminiini-kupari-(II)hydroksidilla tai ksantogenaatti-menetelmän mukaisesti. Näin valmistettuun selluloosaliuokseen lisätään kaavan (I) mukaista yhdistettä. Lisäys voidaan suorittaa jatkuvasti tai e-jatkuvasti välittömästi sekoittaen intensiivisesti selluloosaliuosta. Mutta kaavan (I) mukaiset yhdisteet voidaan myös ensiksi dispergoida hienona veteen ja lisätä vesipitoisena dispersiona selluloosaliuokseen. Kaikissa tapauksissa voi olla edullista lisätä tavanomaisia dispersio-stabilisaattoreita ja dispergaattoreita. Saostetun regeneraattiselluloosan teknisesti tärkeisiin ominaisuuksiin, lukuunottamatta tulenestovaikutusta, vaikutetaan ainoastaan epäoleellisesti lisäämällä kaavan (I) mukaisia yhdisteitä. Ottaen huomioon α -selluloosa, voidaan esimerkiksi jakaa 5-35 painoprosenttia siitä selluloosaliuoksessa. Edullisesti käytetään 8-25 painoprosentin suuruisia määriä. Selluloosaliuoksesta, joka sisältää näitä reagointituotteita, saostetaan sinänsä tunnetulla tavalla selluloosaregeneraatti muotoilemalla. Muotoilevana

toimenpiteenä tulee kysymykseen ennen kaikkea säikeiden ja kalvojen muodostuminen johtamalla selluloosaliuos saostuskylpyyn, käyttäen hienoja suuttimia tai rakoja. Tällöin voidaan käyttää selluloosaregeneraattisäikeiden tai -kalvojen valmistuksessa tavanomaisia saostuskylpyjä. Tällöin liitetään selluloosaliuoksen sisältämät, palamista estävät reagointituotteet saostettuun selluloosaregeneraatti-aineeseen. On myös mahdollista käyttää kaavan (I) mukaisen yhdisteen ohella muita palamista estäviä aineita. Tällaisia yhdisteitä ovat esimerkiksi fosforinitriilikloridin ja glykolin, esim. neopentaglykolin väliset reaktiotuotteet tai vastaavat yhdisteet, tai syklofosfatsaanit tai tionosyklofosfatsaanit, esim. 2,4-dianilino-2,4-diokso-1,3-difenyylisyklofosfatsaani.

Näiden muiden komponenttien osuus voi vaihdella suuresti ja voi olla aina 90 % yhteensä läsnäolevasta määrästä palamisen estävää koostumusta. Edullisesti käytetään 10-70 %, erityisesti 15-60 % fosforinitriilikloridin ja glykolin reaktiotuotetta tai syklofosfatsaania tai tionosyklofosfatsaania ottaen huomioon kokonaismäärä läsnäolevaa palamisen estävää kombinaatiota, jolloin viimeksimainittu vastaa jo edelläilmoitettua määrää.

Luonnollisten kuitujen ollessa kysymyksessä saatetaan keksinnön mukaisesti käytetyt yhdisteet ulkoapäin liuottimesta tai vesipitoisen dispersion muodossa.

Luonnollisten ja synteettisten kuitujen seosten ollessa kysymyksessä voidaan jokaista kuitumateriaalia käsitellä yksinään ja sitten sekoittaa tai käsitellä seosta itseään, esim. polyesteri-puuvillaseoksia.

Kaavan (I) mukaisia yhdisteitä voidaan myös käyttää polymeerien orgaanisten aineiden, jotka eivät ole selluloosaa tulenkkestäväksi saattamiseen. Menetelmä tällaisten polymeerien materiaalien valmistamiseksi on tunnettu siitä, että näihin lisätään kaavan (I) mukaista yhdistettä ennen polymeerimuodostumista, sen aikana tai sen jälkeen. Tähän käsittelyyn soveltuvia orgaanisia aineita ovat esimerkiksi polyolefiinit, erityisesti polyetyleni ja polypropyleeni, polyesteri, polyakryyliesteri, esim. polymetyylimetakrylaatit, polyfenyleenioksidit, polyuretaanit, polystyrolit, ABS-polymeerit, polyamidit, kuten nailon, polypropyleenioksidi, polyakryylinitriili ja vastaavat copolymeraatit. Edullisesti käytetään halogeenipitoisia kaavan (I) mukaisia yhdisteitä näitä mainittuja polymeerejä varten. Keksinnön mukaisia yhdisteitä voidaan käyttää

ruiskuvalu- ja kehruuliuosten, puristettujen tuotteiden ja

Split-Fiberin varustamiseen. Palamista estävien aineiden työstämiseen polymeereiksi voidaan käyttää erilaisia tunnettuja menetelmiä. Muutamien polymeerityyppien, kuten esimerkiksi polyolefiinien ollessa kysymyksessä voidaan palamista estävät aineet sekoittaa monomeereihin tai esipolymeereihin, minkä jälkeen orgaaniset aineet valmistetaan polymeroimalla, polykondensoimalla tai polyaddition avulla kuten esimerkiksi polyuretaanien ollessa kysymyksessä. Keksinnön mukaiset yhdisteet voidaan myös työstää sulatetuiksi tai liuenneiksi polymeereiksi kuten esimerkiksi polypropyleeniksi tai polyakryylnitriiliksi ja muuttaa tunnettujen menetelmien mukaan muotoilluiksi materiaaleiksi kuten filmeiksi, ruiskuvalutuotteiksi ja kuiduiksi. Se määrä keksinnön mukaista yhdistettä, joka tarvitaan kulloisenkin orgaanisen aineen käytännössä tyydyttävään tulenestovaikutukseen vaihtelee suuresti. Tavallisesti käytetään noin 1-40, edullisesti noin 2-10 ja erityisesti 2-6 painoprosenttia keksinnönmukaista yhdistettä.

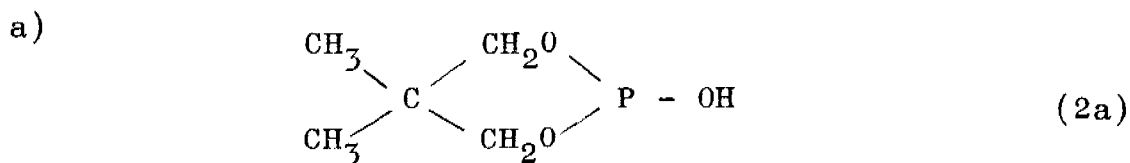
Seuraavissa esimerkeissä merkitsevät osat paino-osia, prosentit painoprosentteja.

Esimerkki 1

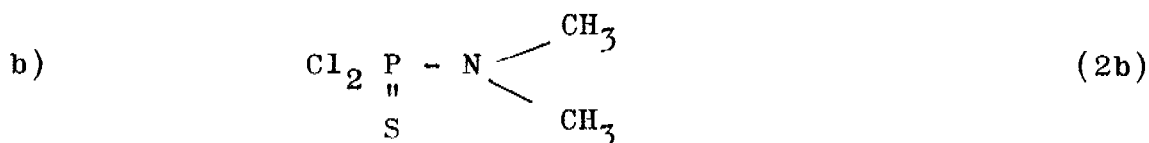
44,4 osaa difosforipentasulfidia ja 104,5 osaa 2,2-bis-(bromimetyyli)-1,3-propaanidiolia suspensoidaan 200 osaan toluolia ja seosta lämmitetään 2,5 tunnin ajan 90°C :ssa. Annetaan reagoida tässä lämpötilassa 7 tunnin ajan ja lopuksi paluujäähdytyslämpötilassa edelleen 2 tunnin ajan, jolloin saadaan kirkas liuos. Toluoli tislataan vakuumissa ja jäännös kiteytetään hiilitetrakloridista uudelleen.

64 osaa näin saatua kiinteätä ainetta, jonka sp. on $117-120^{\circ}\text{C}$, suspensoidaan 250 osaan vettä ja 12,2 osaan 25 %:sta ammoniakki-liuosta ja huoneenlämpötilassa lisätään 6 tunnin sisällä liuos, jossa on 22,65 osaa jodia ja 44,95 osaa kaliumjodidia 178,8 osassa vettä. Sekoitetaan vielä 1 tunti huoneenlämpötilassa. Saatu sakka suodatetaan, kuivataan ja suspensoidaan 150 osaan bentseeniä. 30°C :ssa lisätään tipottain liuos, jossa on 14 osaa trifenyylifosfiinia 60 osassa bentseeniä 20 min. sisällä ja seosta pidetään 8 tunnin ajan 30°C :ssa. Lopuksi haihdutetaan bentseeni puoleen tilavuusmäärään, sakka suodatetaan, kuivataan, pestään hyvin kuumalla vedellä (70°) ja kuivataan uudelleen. Saadaan taulukon 1. yhdiste

Nr. 34.

Esimerkki 2

Yhdisteen (2a) valmistamiseksi menetellään kuten julkaisussa "Houben Weyl, Methoden der organischen Chemie 4. Auflage, Band 12/II, Seiten 26" on kuvattu.



valmistetaan A. Michaelis'in menetelmän mukaan, kuvattu julkaisussa "Annalen der Chemie, Band 326, 1903, Seite 210".

c) Sekoitusastiassa liuotetaan 27,5 osaa yhdistettä (2a) 90 osaan pyridiiniä. Siihen lisätään hyvin sekoittaen ja lievän typpivirran alaisena 5,8 osaa rikkijauhetta huoneenlämpötilassa. Lämpötila kohoaa tällöin 45-50°C:een. Käytetään jää-vesi-jäähdytystä, jotta lämpötila ei kohoaisi yli 50°C:een. Jäähdytystä pidetään, kunnes reaktioseoksen lämpötila on laskenut noin 30°C:een. Lopuksi lisätään tipottain 13,4 osaa yhdistettä (2b) 30 minuutin sisällä, reaktioseosta lämmitetään 50°C:een ja sekoitetaan 4 tunnin ajan tässä lämpötilassa. Annetaan jäähtyä huoneenlämpötilaan ja lisätään reaktioseokseen sekoittaen 80 osaa etanolia ja jäähdytetään 5°C:een. Suodatetaan, pestään etanolilla, kuivataan ja edelleenpuhdistamista varten kiteytetään uudelleen 200 osasta toluolia. Saadaan 20 osaa taulukon 1. yhdistettä nr. 42.

Vastaavalla tavalla valmistetaan seuraavassa taulukossa 1. esitettyjä yhdisteitä, joilla on perusrakenne (Iac) ja (Iad).

Esimerkki 3

200 osaan ksantogenaatti-pohjaista selluloosaliuosta, joka sisältää 18 osaa α-selluloosaa, sekoitetaan 15,7 osaa 23 %:sta taulukon 1. vaikutusaineen nr. 1 vesipitoista dispersiota. Tällaista dispersiota valmistetaan seuraavalla tavalla:

40 osaa yhdistettä nr. 1 jauhetaan hiekaksi yhdessä 10 osan dispergaattoria kanssa, jonka pohjana on natriumnaftaliinisulfonaat-

ti, ja 110 osan vettä kanssa 160 osan kvartsiiittihelmiä läsnäollessa 4 tunnin aikana jolloin työskennellään jääjäähdytyksen alaisena kierrosluvun ollessa 1 500 kierrosta minuutissa. Sen jälkeen kun kvartsiiittihelmet on erotettu suodattamalla saadaan 140 osaa dispersiota, joka sisältää 23 % vaikuttavaa ainetta. Edellä kuvattu, palamista jarruttavalla vaikutusaineella varustettu selluloosaliuos puristetaan tavanomaisen kehrumenetelmän mukaisesti suuttimien läpi saostuskylpyyn, joka sisältää litraa kohden seuraavia aineita:

125 g rikkihappoa, 240 g natriumsulfaattia (vedetöntä) ja 12 g sinkkisulfaattia (vedetöntä). Saatu kuitu pestiin riittävästi ja työstettiin neuleiksi. Neuleita tutkittiin Fenimoren ja Martin'in menetelmän mukaan (vrt. Modern Plastics, November 1966) määrittämällä happi-raja-arvo (LOI-arvo) niiden tulenkestävyyden suhteen.

Vastaavalla tavalla voidaan käyttää myös edullisesti taulukon 1. yhdisteitä nr. 2, 4, 12, 15, 33-36, 41-44 palamista jarruttavana vaikuttavana aineena.

Esimerkki 4

200 osaan ksantogenaatti-pohjaista selluloosaliuosta, joka sisältää 18 osaa α -selluloosaa, sekoitetaan 3,6 osaa taulukon 1. palamisen estävää vaikuttavaa ainetta nr. 9. Vastaavan tulenkestäväksi tehdyn selluloosan valmistamiseksi ja tutkimiseksi menetellään vastaavasti kuten esimerkissä 3.

Vastaavalla tavalla voidaan myös käyttää edullisesti taulukon 1. yhdisteitä nr. 8, 10, 14, 17-19, 32, palamista estävänä vaikuttavana aineena.

Esimerkki 5

200 osaan ksantogenaattipohjaista selluloosaliuosta, joka sisältää 18 osaa α -selluloosaa, sekoitetaan peräjälkeen 1,8 osaa taulukon 1. yhdisteen nr. 9 palamisen estävää vaikuttavaa ainetta, ja 9 osaa 20 %:sta vesipitoista 2,4-dianilino-2,4-diokso-1,3-difenyylisyklo-difosfaatin dispersiota. Vastaavan tulenkestäväksi saatetun selluloosan valmistamiseksi ja tutkimiseksi menetellään vastaavasti kuten esimerkissä nr. 3.

Muutoin käytetään vastaavalla tavalla seuraavia taulukossa 1. esitettyjä yhdisteitä.

Esimerkki 6

Sekoitusastiaan pannaan 500 osaa dimetyyli-formamidia. Huoneen lämpötilassa lisätään samalla hyvin sekoittaen 2 tunnin aikana annoksittain 125 osaa polyakryylinitriilijauhetta. Viskoosista liuosta sekoitetaan sitten vielä tunnin ajan. 60 osaan tätä liuosta lisätään 3 osaa taulukon 1. yhdistettä no. 10. Seos kuumennetaan sekoittaen 50°C:seen ja sekoitusta jatketaan tässä lämpötilassa 15 minuuttia. Saatu liuos sivellään hitaasti ja tasaisesti lasilevyille, ja sivelyn jälkeen lasilevy kastetaan huoneen lämpöiseen veteen. Noin 30 minuutin kuluttua kalvo irtaantuu levyiltä, se pestään useita kertoja vedellä, kuivataan ja pingotetaan kahden metallikehyksen väliin ja kuivataan sitten 10 minuuttia 150°C:ssa. Kalvon tulenkestävyys kokeillaan Fenimore'n ja Martin'in (Modern Plastics, marrask. 1966) menetelmällä määrittämällä happi-raja-arvo (LOI).

Analogisesti voidaan käyttää myös taulukon 1. yhdistettä no. 14.

No.	Rakenne	Sp. °C	No.	Rakenne	Sp. °C
1	$\left(\text{C}_6\text{H}_4\text{-NH} \right)_2 \text{P} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array} \text{O} \text{P} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array} \left(\text{NH-C}_6\text{H}_4 \right)_2$	218-9	7	$\left(\text{C}_6\text{H}_4\text{-N(CH}_3\text{)} \right)_2 \text{P} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array} \text{O} \text{P} \begin{array}{c} \text{OCH}_2 \\ \parallel \\ \text{OCH}_2 \end{array} \text{C(CH}_3\text{)}_2$	108-9
2	$\left(\text{CH}_3\text{-C}_6\text{H}_4\text{-NH} \right)_2 \text{P} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array} \text{O} \text{P} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array} \left(\text{NH-C(CH}_3\text{)-C}_6\text{H}_4 \right)_2$	215-6	8	$\left(\text{n-C}_3\text{H}_7\text{-O} \right)_2 \text{P} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array} \text{O} \text{P} \begin{array}{c} \text{OCH}_2 \\ \parallel \\ \text{OCH}_2 \end{array} \text{C(CH}_3\text{)}_2$	öljy
3	$\left(\text{Cl-C}_6\text{H}_4\text{-NH} \right)_2 \text{P} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array} \text{O} \text{P} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array} \left(\text{NH-C}_6\text{H}_4\text{-Cl} \right)_2$	221-3	9	$\left(\text{n-C}_3\text{H}_7\text{-O} \right)_2 \text{P} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array} \text{O} \text{P} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array} \left(\text{OC}_3\text{H}_7\text{-n} \right)_2$	öljy
4	$\left(\text{CH}_3\text{-C}_6\text{H}_4\text{-NH} \right)_2 \text{P} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array} \text{O} \text{P} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array} \left(\text{NH-C(CH}_3\text{)-C}_6\text{H}_4 \right)_2$	219-220	10	$\left(\text{i-C}_3\text{H}_7\text{-O} \right)_2 \text{P} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array} \text{O} \text{P} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array} \left(\text{OC}_3\text{H}_7\text{-i} \right)_2$	öljy
5	$\left(\text{C}_6\text{H}_4\text{-CH}_2\text{-NH} \right)_2 \text{P} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array} \text{O} \text{P} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array} \left(\text{NH-CH}_2\text{-C}_6\text{H}_4 \right)_2$	93-4	11	$\left(\text{C}_6\text{H}_4\text{-O} \right)_2 \text{P} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array} \text{O} \text{P} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array} \left(\text{O-C}_6\text{H}_4 \right)_2$	öljy
6	$\left(\text{C}_6\text{H}_4\text{-NH} \right)_2 \text{P} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array} \text{O} \text{P} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array} \left(\text{NH-C}_6\text{H}_4 \right)_2$	210-213	12	$\left(\text{C}_6\text{H}_4\text{-O} \right)_2 \text{P} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array} \text{O} \text{P} \begin{array}{c} \text{OCH}_2 \\ \parallel \\ \text{OCH}_2 \end{array} \text{C(CH}_3\text{)}_2$	105

No.	Rakenne	Sp. °C	No.	Rakenne	Sp. °C
13	$\left(\text{C}_6\text{H}_4\text{O} \right)_2 \text{P-O-P} \left(\text{O-C}_6\text{H}_4 \right)_2$	öljy	19	$\left(\text{sec-C}_4\text{H}_9\text{O} \right)_2 \text{P-O-P} \left(\text{OC}_4\text{H}_9\text{-sec} \right)_2$	öljy
14	$\left(\text{ClCH}_2\text{CH}(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{Cl}) \right)_2 \text{P-O-P} \left(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{Cl} \right)_2$	öljy	20	$\left(\text{n-C}_6\text{H}_{13}\text{O} \right)_2 \text{P-O-P} \left(\text{OC}_6\text{H}_{13}\text{-n} \right)_2$	öljy
15	$\left(\text{CH}_3\text{N}(\text{CH}_3) \right)_2 \text{P-O-P} \left(\text{N}(\text{CH}_3)_2 \right)_2$	102-103 kiehu- mispiste 102-8 (0.3-0.5 Torrla	21	$\left(\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{O} \right)_2 \text{P-O-P} \left(\text{O-C}_6\text{H}_4\text{CH}_3 \right)_2$	öljy
16	$\left(\text{C}_2\text{H}_5\text{O} \right)_2 \text{P-O-P} \left(\text{OC}_2\text{H}_5 \right)_2$	öljy	22	$\left(\text{CH}_3\text{C}(\text{CH}_3)(\text{CH}_2\text{O}) \right)_2 \text{P-O-P} \left(\text{OC}_2\text{H}_5 \right)_2$	öljy
17	$\left(\text{n-C}_4\text{H}_9\text{O} \right)_2 \text{P-O-P} \left(\text{OC}_4\text{H}_9\text{-n} \right)_2$	öljy	23	$\left(\text{CH}_3\text{C}(\text{CH}_3)(\text{CH}_2\text{O}) \right)_2 \text{P-O-P} \left(\text{OC}_4\text{H}_9\text{-n} \right)_2$	öljy
18	$\left(\text{i-C}_4\text{H}_9\text{O} \right)_2 \text{P-O-P} \left(\text{OC}_4\text{H}_9\text{-i} \right)_2$	öljy	24	$\left(\text{BrCH}_2\text{C}(\text{CH}_3)(\text{CH}_2\text{O}) \right)_2 \text{P-O-P} \left(\text{OC}_3\text{H}_7\text{-n} \right)_2$	öljy

No.	Rakenne	Sp.°C	No.	Rakenne	Sp.°C
25		öljy	29		öljy
26		öljy	30		öljy
27		130-131,5	31		131-2
28		öljy	32		öljy
			33		235-6

No.	Rakenne	Sp. °C
44	$\left(\begin{array}{c} \text{BrCH}_2 \quad \text{CH}_2\text{O} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{C} \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{BrCH}_2 \quad \text{CH}_2\text{O} \end{array} \begin{array}{c} \diagup \\ \text{P} - \text{O} \\ \diagdown \\ \text{S} \end{array} \right)_2 \begin{array}{c} \text{P} \\ \text{S} \end{array} - \text{N} \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{CH}_3 \end{array}$	144-5
45	$\left(\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{CH}_2\text{O} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{C} \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{CH}_3 \quad \text{CH}_2\text{O} \end{array} \begin{array}{c} \diagup \\ \text{P} - \text{O} \\ \diagdown \\ \text{S} \end{array} \right)_2 \begin{array}{c} \text{P} \\ \text{S} \end{array} - \text{N} \begin{array}{c} \text{C}_3\text{H}_7^{-n} \\ \diagdown \\ \text{C}_3\text{H}_7^{-n} \end{array}$	105-6
46	$\left(\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{O} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{C} \text{ (cyclohexyl)} \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{CH}_2\text{O} \end{array} \begin{array}{c} \diagup \\ \text{P} - \text{O} \\ \diagdown \\ \text{S} \end{array} \right)_2 \begin{array}{c} \text{P} \\ \text{S} \end{array} - \text{N} \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{CH}_3 \end{array}$	157-8

$$\begin{array}{c} \text{R}' \\ \diagup \\ \text{P} \\ \diagdown \\ \text{R}' \\ \parallel \\ \text{X}_1 \end{array} - \text{Z} - \left[\begin{array}{c} \text{X}_2 \\ \parallel \\ \text{P} \\ \parallel \\ \text{N} \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{R}' \quad \text{R}' \end{array} - \text{Z} \right]_n - \begin{array}{c} \text{R}' \\ \diagup \\ \text{P} \\ \diagdown \\ \text{R}' \\ \parallel \\ \text{Y} \end{array} \quad (\text{Ia})$$
$$\begin{array}{c} \text{R}'_2 \\ \diagup \\ -\text{N} \\ \diagdown \\ \text{R}'_3 \end{array} \quad (\text{b}') \quad$$
$$\begin{array}{c} \text{R}'_4 \\ \diagdown \\ \text{C} \\ \diagup \\ \text{R}'_5 \end{array} \begin{array}{c} \text{CH}_2^- \\ \diagup \\ \text{C} \\ \diagdown \\ \text{CH}_2 \end{array} \quad (\text{c}')$$

10

(ii) jos kaksi tähdettä (b') on liittynyt P-ryhmään, niin

näissä tähteissä R'_2 on yksinomaan alkyyli ja (iii) R'_2 on ainoastaan silloin etyyli tai propyyli, kun myös R'_3 :lla on jokin näistä merkityksistä,

R'_3 on metyyli, etyyli, propyyli, jolloin (i) jos $n = 0$ ja R'_2 on mahdollisesti substituoitu fenyyli, R'_3 on myös vety ja (ii) R'_3 on ainoastaan silloin etyyli tai propyyli kun myös R'_2 :lla on jokin näistä merkityksistä,

R'_4 ja R'_5 ovat toisistaan riippumatta alkyyli- tai 1-4-hiiliatomia, $-CH_2Cl$ tai CH_2Br tai

R'_4 ja R'_5 ovat yhdessä yhteisen C-atomin kanssa sykloheksyli- deeni-, sykloheksenylideeni-, tai 3,4-dibromisykloheksylideeni- rengas,

R'_9 on alkyyli C_{1-4} , sykloheksyyli, bentsyyli, fenyyli,

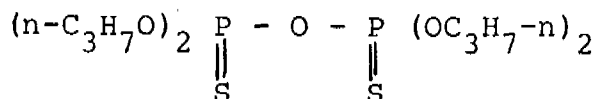
R'_{10} on vety, alkyyli C_{1-4} , sykloheksyyli, bentsyyli, fenyyli, tai

R'_9 ja R'_{10} merkitsevät yhdessä yhteisen N-atomin kanssa tähdettä, jolla on kaava (g) tai (h)

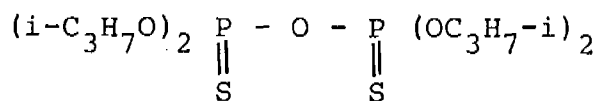


ja jota on 1-40 paino-% α -selluloosan määrästä laskettuna.

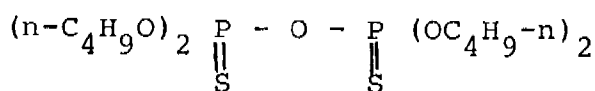
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen regeneroitu selluloosa, t u n n e t t u siitä, että se sisältää yhdistettä, jolla on kaava



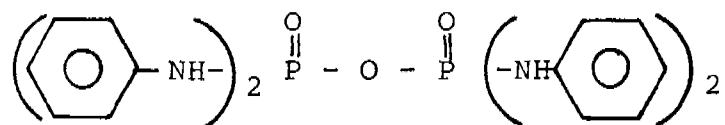
3. Patenttivaatimusten 1-2 mukainen regeneroitu selluloosa, t u n n e t t u siitä, että se sisältää yhdistettä, jolla on kaava:



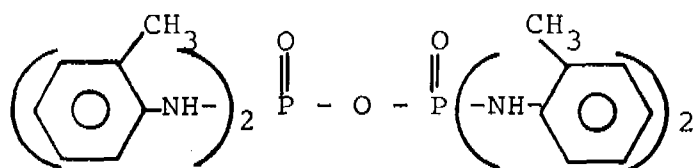
4. Patenttivaatimusten 1-2 mukainen regeneroitu selluloosa, t u n n e t t u siitä, että se sisältää yhdistettä, jolla on kaava



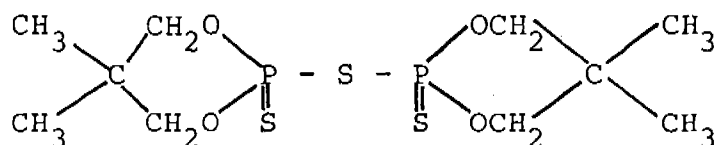
5. Patenttivaatimusten 1-2 mukainen regeneroitu selluloosa, tunnettu siitä, että se sisältää yhdistettä, jolla on kaava



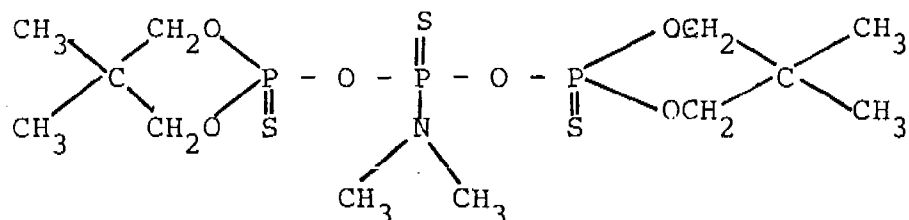
6. Patenttivaatimusten 1-2 mukainen regeneroitu selluloosa, tunnettu siitä, että se sisältää yhdistettä, jolla on kaava



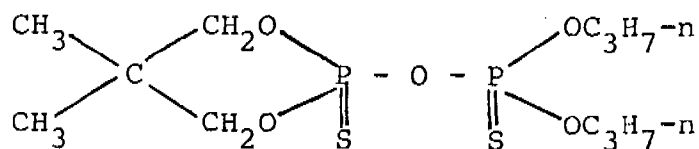
7. Patenttivaatimusten 1-2 mukainen regeneroitu selluloosa, tunnettu siitä, että se sisältää yhdistettä, jolla on kaava



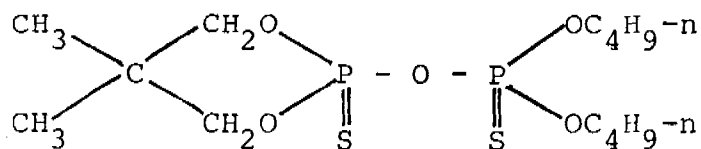
8. Patenttivaatimusten 1-2 mukainen regeneroitu selluloosa, tunnettu siitä, että se sisältää yhdistettä, jolla on kaava



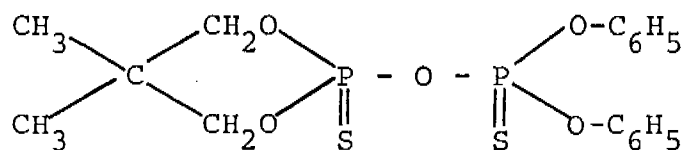
9. Patenttivaatimusten 1-2 mukainen regeneroitu selluloosa, tunnettu siitä, että se sisältää yhdistettä, jolla on kaava



10. Patenttivaatimusten 1-2 mukainen regeneroitu selluloosa, tunnettu siitä, että se sisältää yhdistettä, jolla on kaava



11. Patenttivaatimusten 1-2 mukainen regeneroitu selluloosa, t u n n e t t u siitä, että se sisältää yhdistettä, jolla on kaava



12. Patenttivaatimusten 1-11 mukainen tulenkestäväksi tehty regeneroitu selluloosa, t u n n e t t u siitä, että se sisältää kaavan (Ia) mukaisen yhdisteen ohella lisäksi 10-90 paino-%, edullisesti 10-70 paino-% ja erityisesti 15-60 paino-% fosforinitriilikloridin ja neopentyyliglykolin reaktiotuotetta, syklofosfatsaania ja/tai tionosyklofosfatsaania, läsnäolevien palamista estävien aineiden kokonaismäärästä laskettuna.

13. Patenttivaatimusten 1-11 mukainen tulenkestäväksi tehty regeneroitu selluloosa, t u n n e t t u siitä, että se sisältää kaavan (Ia) mukaisen yhdisteen ohella lisäksi 10-90 paino-%, edullisesti 10-70 paino-% ja erityisesti 15-60 paino-%, 2,4-dianilino-1,3-syklofosfatsaania, läsnäolevien palamista estävien aineiden kokonaismäärästä.

14. Patenttivaatimusten 1-13 mukainen tulenkestäväksi tehty regeneroitu selluloosa, t u n n e t t u siitä, että se sisältää 5-35 paino-% tulenkestäväksi tekevää yhdistettä α -selluloosan määrästä laskettuna.

15. Patenttivaatimusten 1-14 mukainen tulenkestäväksi tehty regeneroitu selluloosa, t u n n e t t u siitä, että se sisältää 8-25 paino-% tulenkestäväksi tekevää yhdistettä α -selluloosan määrästä laskettuna.

16. Patenttivaatimusten 1-15 mukainen tulenkestäväksi tehty regeneroitu selluloosa, t u n n e t t u siitä, että se on ksantogenaatti-selluloosa.

Viitejulkaisuja - Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia: - Offentliga finska patentansökningar

752091 (COK 5/51) (PL 252 mom. 3. virke)
(P 64615)

Hakemus-, kuulutus- ja patenttijulkaisuja: - Ansökningspublikationer, utläggnings- och patentskrifter:

FI _____

CH _____

DE K 1040498 (864)K 1011394 (864)

DK _____

FR _____

GB _____

NO _____

SE _____

US _____

Merkitse hakemusjulkaisun (esim. saksal. Offenlegungsschrift) numeron eteen H ja vastaavasti kuulutus- ja patenttijulkaisun numeron eteen K ja P.