

**NORGE**



**STYRET  
FOR DET INDUSTRIELLE  
RETTSVERN**

**Utlegningsskrift nr. 117649**

Int. Cl. D 01 f 3/28 Kl. 29b-3/20

Patentsøknad nr. 159.660 Inngitt 10.IX 1965

Løpedag

Søknaden alment tilgjengelig fra 1.VII 1968

Søknaden utlagt og utlegningsskrift utgitt 8.IX 1969

Prioritet begjært fra: 2.XI-64 Japan,  
nr. 61.841/64

Tachikawa Research Institute,  
199, Nakanocho, Shirakawabashi Higashi,  
4-chome, Sanjo, Higashiyama-ku-Kyoto, Japan.

Oppfinner: Takashi Asaeda, 42, Koaza Minamikaito, Oaza Kuse,  
Jyoyo-cho, Kuse-gun, Kyoto Prefecture, Japan.

Fullmektig: Siv. ing. Erling Quande.

Fremgangsmåte til å forbedre høyt polymeriserte  
viscose-rayon-filamenter og -fibre.

Det er kjent at i den prosess hvor en høyt polymerisert celluloseviscose spinnes inn i et bad av lav syrekonsentrasjon (i det følgende betegnet höopolymer-svaksyre-prosessen) har de transversale egenskaper, d.v.s. knute- og lökkestyrken, o.s.v., en tendens til å forringes, mens de aksiale egenskaper, d.v.s. tørr- og våtstrekkskystren, o.s.v., lett forbedres, når de spundne filamenter underkastes en viss strekking.

Dette kan skyldes at "höopolymer-svaksyre-prosessen" har en tendens til å frembringe spenninger i fibrene, og at disse spenningene lett fikseres i fibrene, i motsetning til hva tilfellet er i den konvensjonelle viscoseprosess.

Målet med denne oppfinnelsen er å oppnå forbedring av lökke-

# 117649

og knutestyrken, o.s.v., for höypolymeriserte rayonfilamenter og -fibre uten ledsagende forringelse av deres såkalte "polynosiske" egenskaper (i det nedenstående betegnet som "forbedringseffekt").

I viscoseprosessen inngår følgende tre hovedreaksjoner mellom ekstrustringen inn i spinnebadet og regenereringen av cellulose-filamentene: a) nøytralisering av fri alkali i viscosen, b) regenerering av cellulosen ved spaltning av cellulosexanthatet, og c) krystallisering av cellulosemolekyler ved dannelse av hydrogenbindinger mellom moleylene.

I "höypolymer-svaksyre-prosessen" forløper som følge av den lave syrekonsentrasjon i spinnebadet bare den første reaksjon og en del av den annen reaksjon i spinnebadet, mens de gjenværende reaksjoner fortsetter hovedsakelig ved hjelp av spinnevæske som hefter til filamentene etter at disse har forlatt spinnebadet. Dette vil si at de spundne tråder straks etter at de har forlatt spinnebadet har en dobbeltsjiktstruktur hvor det indre sjikt består av uspalte cellulosexanthat og det ytre sjikt består av regenerert cellulose av meget lav koagulasjonsgrad. Utviklingen av fiberstruktur skjer derfor hovedsakelig utenfor spinnebadet, men den skjer meget langsomt fordi syreinnholdet i væsken som hefter til filamentene, er meget lavt.

På den annen side strekkes de spundne tråder vanligvis mens de fortsatt foreligger i strekkbar tilstand, d.v.s. de strekkes straks etter at de har forlatt spinnebadet, i den hensikt å øke fiberstyrken. I "höypolymer-svaksyre-prosessen" utføres strekkingen derfor på et relativt tidlig stadium av fiberdannelsen, og utviklingen av fiberstruktur, d.v.s. dannelsen av hydrogenbindinger, finner hovedsakelig sted etter strekkingstrinnet.

Det vil fremgå av det ovenstående at i "höypolymer-svaksyre-prosessen" er ikke bare utviklingen av krystallområder meget fremtredende, men også dannelsen av hydrogenbindinger i lav-ordnede områder. Dette er grunnen til at det i "höypolymer-svaksyre-prosessen" er meget vanskelig å oppnå fibre med høy lökke- eller knutestyrke, mens det er meget lett å oppnå høy strekkstyrke, både på tørr og på våt basis.

Dersom nu trådene under strekkingstrinnet underkastes en avspenningsbehandling som begrenser den spenning i fibrenes indre struktur som oppstår som følge av strekkingen, eller hvis trådene

etter strekkingen underkastes en avspenningsbehandling ved hvilken spenningen elimineres i fibrene, vil det være mulig å oppnå spenningsløse fibre. Den foreliggende oppfinnelse er sprunget ut fra dette synspunkt.

Ved hjelp av oppfinnelsen tilveiebringes der således en fremgangsmåte til å forbedre höyt polymeriserte viscose-rayon-filamenter og -fibre erholdt ved spinning av en höyviskös viscose med kulefall-viskositet höyere enn 250 sek inn i et syrebad av lav konsentrasjon inneholdende svovelsyre i en mengde av mindre enn 50 g/liter, samt strekking og varmebehandling av de spundne tråder, hvilken fremgangsmåte utmerker seg ved at man (a) på strekkings-trinnet behandler de spundne tråder ved en temperatur lavere enn  $30^{\circ}\text{C}$  med en fortynnet syreopplösning med pH 1,4 - 6,0, og/eller (b) like etter strekkingen behandler de spundne tråder ved en temperatur i området  $10 - 40^{\circ}\text{C}$  med vann eller en opplösning med pH ca. 7, og/eller (c) like før varmherdningstrinnet behandler de spundne tråder ved en temperatur i området  $30 - 80^{\circ}\text{C}$  med en opplösning med pH 8 - 10,5 av et alkalisk syresalt eller et alkalisk nøytralsalt.

Styrken og sammensetningen av avspenningsvæsken må velges i overensstemmelse med det trinn på hvilket behandlingen utføres. I praksis må en avspenningsvæske ha slik styrke at den forårsaker avspenning av de amorfe områder men ikke innvirker på krystallområdene.

Dersom avspenningsstyrken er for lav for fiberstrukturen, vil "forbedringseffekten" være utilstrekkelig, og dersom den er for höy, kan, skjönt "forbedringseffekten" blir tilstrekkelig, krystallområdene også forstyrres, og forskjellige skadefirkninger, f.eks. minskning av de polynosiske egenskaper eller dannelse av klebrige fibre, oppstå.

Det er fra US patentskrift nr. 3.084.021 kjent en fremgangsmåte hvor trådene i avspent eller ikke-strukket tilstand behandles med et sekundært bad av lavere surhet enn det primære bad, for å holde trådenes  $\gamma$ -verdi mellom 20 og 40 like før strekkingen finner sted. Hensikten med sekundærbadet i henhold til US patentskriften er således å avpasse trådenes  $\gamma$ -verdi før strekking. Sekundærbadet har med andre ord bare som oppgave å forberede de påfølgende strekkoperasjoner.

**117649**

Ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen derimot, behandles trådene med sekundærbadet (den fortynnede syreopplösning) på strekkingstrinnet, mens trådene foreligger i strukket tilstand, til tross for at dets surhet er lavere enn for spinnebadet. Sekundærbadets rolle i den nærværende fremgangsmåte er nemlig å svekke spenninger i trådene som kan oppstå under strekkeoperasjonen, og sekundærbadet som anvendes ved den nærværende fremgangsmåte, er således uavhengig av den påfølgende behandling.

Det er videre foreslått en fremgangsmåte til å forbedre polynosiske fibre, ved hvilken fibrene, når deres indre struktur allerede er fiksert, behandles med en opplösning av kaustisk alkali, såsom kaustisk soda. Ved en slik behandling økes riktig nok løkkestyrken, men det har lett for å oppstå visse ulemper, f.eks. ökning av fibrene forlengelse, minskning av våtstyrken eller økning av den annen svelleverdi, o.s.v. Fordi også de amorse områder i fullstendig fikserte fibre oppviser en höy koaguleringsgrad, bør man anvende en opplösning med en höyere avspenningsstyrke for å fjerne spenningen i disse amorse områder. Som et resultat derav inntrer forstyrrelser også av krystallområdene.

I den nærværende fremgangsmåte unngåes denne ulempe, fordi behandlingen av fibrene med alkalisk opplösning for å oppnå "forbedringseffekten" utføres før varmherdningstrinnet.

I det nedenstående skal den foreliggende fremgangsmåte for å oppnå "forbedringseffekt", beskrives mer detaljert.

De spundne tråders bearbeidelse fra spinnebadet til varmherdningstrinnet deles i tre hovedtrinn, nemlig strekkingstrinnet, trinnet som følger umiddelbart etter strekkingen og det trinn hvor fiberstrukturen er temmelig höyt utviklet etter at tråden etter strekkingen er fremfört en viss distanse i luft.

På et tidspunkt mens utviklingen av fiberstrukturen ennå ikke er kommet særlig langt, f.eks. på strekkingstrinnet, må man, for å oppnå den tilskirkede "forbedringseffekt", behandle trådene med en fortynnet syre av pH höyere enn 1,4. Dette betyr at syrekonsentrasjonen i behandlingsvæsken må være lavere enn i den væske som på forhånd hefter til fibrene. Syrekonsentrasjonen i den væske som omgir fibrene, blir derved mindre, og fiberstrukturen, som allerede er utviklet tilsvarende den væske som hefter til fibrene,

avspennes, og følgelig begrenses den spenning som oppstår under strekkingen. Behandlingsvæskan må i dette tilfelle være sur, da vann eller en alkalisk væske virker for sterkt avspennende på fiberstrukturen og følgelig kan forårsake dannelse av klebrige fibre eller forringelse av de polynosiske egenskaper. Som vist i tabell 2 bør dessuten anvendes en behandlingsvæske som ikke endrer trådene  $\gamma$ -verdi. Dette tilfelle er vist i eksempel 1.

På et tidspunkt da cellulosemolekylene har nådd parallel orientering og dannelsen av hydrogenbindinger i de amorfne områder har funnet sted i en viss utstrekning, f.eks. straks etter strekkingen, må man, for å oppnå ytterligere "forbedringseffekt" behandle trådene med vann eller en opplösning hvis pH-verdi er 7 eller der omkring og som inneholder bare små mengder syrer, alkalier eller salter. Ved denne behandling avspennes bare de amorfne områder og "forbedringseffekten" oppnås.

På dette tidspunkt har sure væsker ingen "forbedringseffekt". På den annen side er alkaliske væskers avspenningsvirkning fortsatt for sterk for trådene, og følgelig vil dannelse av klebrige fibre såvel som forringelse av de polynosiske egenskaper forårsakes ved deres anvendelse. Den behandling som er aktuell på dette tidspunkt, er vist i eksempel 2.

På et tidspunkt hvor fiberstrukturen såvel i krystallområdene som i de amorfne områder er såpass utviklet at varmherding kan utføres, oppnås "forbedringseffekten" ved behandling av trådene med en alkalisk opplösning hvis pH-verdi er 8 - 10,5. I dette tilfelle er nøytrale salter eller sure salter hvis vandige opplösninger er alkaliske, egnede som behandlingsmidler. Særlig oppviser sure salter såsom natriumbicarbonat eller dinatriumhydrogenfosfat en utmerket "forbedringseffekt" i visse konsentrasjonsområder, uten å forårsake noen forringelse av fibrenes polynosiske egenskaper. pH-verdien av opplösninger av slike sure salter er omtrent konstant uansett konsentrasjon, som vist i tabell 4.

Dette vil si at disse salters avspenningsevne ikke er avhengig av deres konsentrasjon, fordi avspenningsevnen hovedsakelig avhenger av konsentrasjonen av hydroxylioner (pH-verdien). På den annen side har tilstedeværelsen av disse saltene en antagonistisk virkning på hydroxylioners avspenningsvirkning (i det følgende betegnet som "salteffekt").

117649

Ved anvendelse av passende konsentrasjoner av disse salter vil derfor avspenningseffekten stort sett begrenses til de relativt lav-ordnede områder hvor spenningene akkumuleres. Dannelsen av klebrige fibre reduseres med økende saltkonsentrasjon.

Opplösningar av kaustisk soda og vandig ammoniakk har hög pH-verdi selv ved lave konsentrasjoner, og ved anvendelse av disse midler kan passende pH-verdi for avspenningsbehandling oppnås ved ytterst lav konsentrasjon, slik at "salteffekten" ikke kan ventes å innstre for disse. Förringelse av de polynosiske egenskaper finner derfor sted allerede ved de betingelser ved hvilke spenningene såvidt elimineres fra fibrene. Av denne grunn er det ikke önsklig å anvende kaustiske alkalier i den nærværende fremgangsmåte.

På den annen side har natriumcarbonat og natriumsilikat visse ulemper på grunn av at de er temmelig sterkt basiske, til tross for at de hörer til de nøytrale salter. De er imidlertid ikke så ugunstige som kaustiske alkalier.

Nedenstående tabell 1 viser en sammenligning mellom "forbedringseffektene" som fås ved de tre ovenfor beskrevne behandlinger.

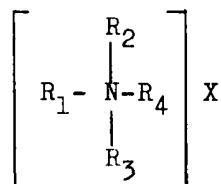
Tabell 1

Behandling	Relativ lökkestyrke
Ingen	100
Under strekkingen (a)	120 - 140
Straks etter strekkingen (b)	130 - 150
Like för varmherdningen (c)	150 - 200
(a) + (b)	200 - 250
(a) + (b) + (c)	230 - 280

Hva behandlingstemperaturen angår, oppnås desto større "forbedringseffekt" desto lavere temperaturen er. Ved lavere temperaturer er imidlertid förringelsen av de polynosiske egenskaper samt risikoen for dannelsen av klebrige fibre større. Behandlingstemperaturen må også velges etter fiberstrukturen, d.v.s. etter behandlingstrinnet. På strekkingstrinnet må således trådene behandles ved en temperatur lavere enn  $30^{\circ}\text{C}$ . Straks etter strekkingen er det egnede temperaturområde  $10 - 40^{\circ}\text{C}$ , og like för varm-

herdingen er det egnede temperaturområde 30 - 80°C.

Som ovenfor nevnt er der ved de betingelser hvor höy "forbedringseffekt" kan oppnås, en risiko for dannelse av klebrige fibre. For å hindre sådan effekt er det hensiktsmessig å tilsette behandlingsopplösningene et kvartært ammoniumsalt



hvor  $R_1$  er et alkylradikal med mer enn 12 carbonatomer,  $R_2$ ,  $R_3$  og  $R_4$  er methyl-, ethyl-, hydroxymethyl eller hydroxyethylradikaler, og X er halogen eller en sulfatgruppe. Eksempelvis er tilsetning av fra 0,3 g til 1,0 g dimethyl-stearyl-hydroxylethyl-ammonium-klorid til 1 liter av avspenningsvæsken markert virkningsfull.

Et av de bemerkelsesverdige resultater som oppnås ved hjelp av den foreliggende oppfinnelse, er det at fibre som er blitt behandlet med et alkalisk medium, har et utpreget bølget utseende. Hittil har det vært meget vanskelig å oppnå höypolymere fibre med et bølget utseende. Ved hjelp av den foreliggende fremgangsmåte er det temmelig enkelt å fremstille fibre med et bølgetall på mer enn 10 pr. 2,5 cm.

Generelt kan sies at dersom de spundne tråder strekkes på et tidspunkt da det uspalte cellulosexanthat ennå er bibeholdt i fibrene indre sjikt, og samtidig med eller straks etter strekkingen behandles med varmt vann eller et varmt syrebad, oppstår det bølger. Mens den regenererte cellulose i det ytre sjikt knapt oppviser noen makroskopisk endring ved denne behandling, trekker cellulosexanthatet i det indre sjikt seg sterkt sammen på grunn av dets temmelig løse struktur. Som et resultat herav oppstår der bølger i en utstrekning som svarer til differansen i graden av sammentrekning mellom det indre og det ytre sjikt.

Ikke desto mindre er det ved "höypolymer-svaksyre-prosessen" umulig å oppnå de bølgende fibre ved hjelp av den ovennevnte behandling. Dette har følgende årsak. I fibrene erholdt ved "höypolymer-svaksyre-prosessen" danner det ytre sjikt av regenerert cellulose en hardere struktur ved strekkingen enn tilfellet er

**117649**

for fibre erholdt etter den konvensjonelle viscoseprosess. Denne harde struktur av det ytre sjikt overvinner fullstendig sammentrekningskrefte i det indre sjikt som oppstår ved varmebadbehandling. Som følge herav akkumuleres sammentrekningskrefte i det indre sjikt bare som en spenning inne i fibrene.

Dersom slike fibre for varmherdingen behandles med en alkalisk væske med pH lavere enn 10,5, omdannes det hårde ytre sjikt av regenerert cellulose til et mykt yttersjikt som følge av at hydrogenbindingene i dette sjikt forsvinner. Følgelig minsker anti-sammentrekningskrefte i det ytre sjikt til samme størrelsesorden som sammentrekningskrefte i det indre sjikt, og det bølgende utseende fæs.

#### Eksempel 1

Viscose med en kulefall-viskositet på 420 sek og en  $\gamma$ -verdi på 65 spinnes ved  $30^{\circ}\text{C}$  i et spinnebad inneholdende 17 g/liter svovelsyre, 60 g/liter natriumsulfat og 0,5 g/liter sinksulfat. De spundne tråder ledes til strekkeanordningen etter å ha passert gjennom styringsinnretninger og trekkvalsen. Konsentrasjonen av svovelsyre i den væske som hefter til fibrene ved inngangen til strekkeanordningen, er 11 g/liter (pH 1,27).

Mens de strekkes på strekkeanordningen behandles trådene med forskjellige væsker med de syreinnhold som er vist i første spalte av tabell 2. Resultatene er vist i tabell 2 i sammenligning med de ubehandledde fibre.

Tabell 2

Behandlings-væske		pH	temp. ( $^{\circ}\text{C}$ )	Denier (d)	Våt-styrke (g/d)	Våtforgelgelse %	Lökkes-styrke (KM)	Trådenes $\gamma$ -verdi	
$\text{H}_2\text{SO}_4$ (g/l)	$\text{Na}_2\text{SO}_4$ (g/l)							För strekking	Etter strekking
7,5	20	1,31	15,0	1,67	3,50	13,0	8,4	24	23
5,9	20	1,36	14,2	1,67	3,45	13,1	5,9	24	24
4,9	20	1,51	12,5	1,60	3,64	13,9	7,1	24	24
2,8	20	1,72	18,5	1,63	3,66	12,6	7,2	24	24
Ubehandlet		-	-	1,67	3,59	13,6	4,6	24	20

Eksempel 2

En viscose med en kulefall-viskositet på 440 sek og en  $\gamma$ -verdi på 70 spinnes ved 32°C i et spinnebad inneholdende 17,6 g/liter svovelsyre, 60 g/liter natriumsulfat og 0,4 g/liter sinksulfat. Etter strekking på strekkeanordningen behandles trådene ved å ledes gjennom en veldig oppløsning inneholdende 0,85 g/liter dimethyl-stearyl- $\beta$ -hydroxyethyl-ammoniumklorid. Til slutt fikseres fiberstrukturen ved 90°C ved at de ledes gjennom et varmt syrebad inneholdende 3 g/liter svovelsyre. Resultatet er vist i tabell 3 i sammenligning med de ubehandlede fibre.

Tabell 3

Behandlings-temp. °C	Denier (d)	Våt-styrke (g/d)	Våtforlengelse (%)	Lökkestyrke (KM)
Ubehandlet	-	1,51	3,35	10,3
Behandlet	30	1,53	3,52	10,8

Eksempel 3

Samme viscose som i eksempel 2 spinnes ved 30°C i et spinnebad inneholdende 18,5 g/liter svovelsyre, 60 g/liter natriumsulfat og 0,45 g/liter sinksulfat. Etter strekkingen på strekkeanordningen kuttes trådene opp i ønsket lengde. De oppkuttede tråder behandles ved 55°C i 5 minutter med væsker som inneholder varierende mengder Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> og behandles deretter ved å ledes gjennom et syrebad av temperatur 85°C inneholdende 3 g/liter svovelsyre for å fiksere fibrene indre struktur.

Resultatene er vist i tabell 4 i sammenligning med ubehandlete fibre. Ved denne behandling oppnåes bølgede fibre. Bølgetallet for fibrene behandlet med 5 g/liter Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> er 9,6 pr. 2,5 cm.

**117649**Tabell 4

$\text{Na}_2\text{HPO}_4$ (g/l)	Denier (d)	Våtstyrke (g/d)	Våtforlengelse (%)	Lökkestyrke (KM)	pH
0	1,41	3,52	12,6	4,8	-
0,3	1,41	3,56	12,3	6,8	8,70
1	1,42	3,53	12,6	7,5	8,90
3	1,39	3,45	12,8	8,0	8,95
5	1,38	3,43	13,7	7,6	9,00
10	1,38	3,65	11,9	6,5	9,10
50	1,39	3,58	12,3	5,4	8,95

Eksempel 4

En viscose med höy viskositet og höy  $\eta$ -verdi spinnes i et spinnebad med lav syrekonsentrasjon. Etter strekkingen kuttes trådene opp i önsket lengde. De oppkuttede tråder behandles ved forskjellige temperaturer med en væske inneholdende 3 g/liter  $\text{NaHCO}_3$ , og behandles deretter ved å ledes gjennom et syrebad av  $90^\circ\text{C}$  inneholdende 3 g/liter svovelsyre for å fiksere fibrene indre struktur.

Resultatene er vist i tabell 5 i sammenligning med ubehandlete fibre. I dette forsök undersökes foruten "forbedringseffekten" av  $\text{NaHCO}_3$  også innvirkningen av temperaturen på behandlingen. Ved disse behandlinger oppnås bølgede fibre hvis bølgetall er 9 - 10 pr. 2,5 cm.

Tabell 5

Temperatur ( $^\circ\text{C}$ )	Denier (d)	Våtstyrke (g/d)	Våtforlengelse (%)	Lökkestyrke (KM)
-	1,52	3,89	11,8	5,1
30	1,55	3,90	14,0	10,8
42	1,51	3,94	13,7	9,4
60	1,56	3,84	13,3	8,2
80	1,50	3,93	12,8	8,0

Eksempel 5

Det anvendes samme viscose og samme spinnebad som i eksempel 3. Etter strekkingen kuttes trådene opp i önsket lengde. De oppkuttede tråder behandles ved  $65^\circ\text{C}$  i ett minutt med væsker inneholdende for-

**117649**

skjellige mengder  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  og behandles deretter ved å ledes gjennom et varmt syrebad av  $90^\circ\text{C}$  for å fiksere fibrene indre struktur.

Resultatene er vist i tabell 6 i sammenligning med ubehandlede fibre. Ved disse behandlinger oppnåes bølgede fibre.

Tabell 6

$\text{Na}_2\text{CO}_3$ (g/l)	Denier (d)	Våtstyrke (g/d)	Våtforslengelse (%)	Lökkestyrke (KM)
-	1,51	3,55	12,1	5,0
0,5	1,52	3,41	12,8	6,3
1	1,53	3,38	13,4	8,3
2	1,49	3,30	13,8	9,1
3	1,54	3,31	13,9	7,4

Eksempel 6

Det ble anvendt en viscose og et spinnebad som angitt i eksempel 1. Trådene behandles under strekkingen med en behandlingsvæske av  $18^\circ\text{C}$  inneholdende 2,8 g/liter svovelsyre. Etter oppkutting til ønsket lengde behandles de oppkuttede tråder ved  $55^\circ\text{C}$  med en væske inneholdende 5 g/liter  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ , hvoretter de behandles ved å ledes ved  $85^\circ\text{C}$  gjennom et varmt syrebad inneholdende 3 g/liter svovelsyre for å fiksere fibrene indre struktur.

Resultatene er vist i tabell 7 i sammenligning med ubehandlete fibre og fibre behandlet bare med sur væske. I dette forsök oppnåes bølgede fibre ved de kombinerte behandlinger.

Tabell 7

Behandlingsmetode	Denier (d)	Våt- styrke (g/d)	Våtfors- lengelse (%)	Lökke- styrke (KM)
Ingen behandling	1,67	3,59	13,6	4,9
Ett-trinns be- handling med sur væske	1,63	3,66	12,6	7,2
To-trinns behan- dling med sur væske og $\text{Na}_2\text{HPO}_4$	1,69	3,54	14,9	13,1

**117649**

12

Eksempel 7

En viscose med en kulefall-viskositet på 450 sek og en  $\gamma$ -verdi på 72 spinnes ved 31°C i et spinnebad inneholdende 18,4 g/liter svovelsyre, 60 g/liter natriumsulfat og 0,4 g/liter sinksulfat. Tråden behandles på strekkeanordningen ved 16°C med en væske inneholdende 3,1 g/liter svovelsyre og 0,3 g/liter dimethyl-stearyl- $\beta$ -hydroxyethyl-ammoniumklorid og behandles deretter med en vandig væske inneholdende 0,5 g/liter av det ovennevnte overflateaktive middel. Etter oppkutting av tråden behandles de oppkuttede tråder ved 40°C i 2 minutter med en væske inneholdende 3 g/liter Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>, hvoretter de behandles ved straks å ledes gjennom et syrebad ved 90°C for å fiksere fibrene indre struktur.

Resultatene er oppført i tabell 8 i sammenligning med ubehandlete fibre. Bølgede fibre ble oppnådd også ved denne tre-trinns behandling.

Tabell 8

Behandlingsmetode	Denier (d)	Våtstyrke (g/d)	Våtforlengelse (%)	Lökkestyrke (KM)
Ingen behandling	1,51	3,47	11,9	5,1
Tre-trinns behandling	1,53	3,52	12,4	14,7

P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte til å forbedre höyt polymeriserte viscose-rayon-filamenter og -fibre erholdt ved spinning av en höyviskös viscose med kulefall-viskositet höyere enn 250 sek inn i et syrebad av lav konsentrasjon inneholdende svovelsyre i en mengde av mindre enn 50 g/liter, samt strekking og varmebehandling av de spundne tråder, karakterisert ved at man (a) på strekkingstrinnet behandler de spundne tråder ved en lavere temperatur enn 30°C med en fortynnet syreopplösning med pH 1,4 - 6,0, og/eller (b) like etter strekkingen behandler de spundne tråder ved en temperatur i området 10 - 40°C med vann eller en opplösning med pH ca. 7, og/eller (c) like før varmherdingstrinnet behandler de spundne tråder ved en temperatur i området 30 - 80°C med en opplösning med pH

13

117649

8 - 10,5 av et alkalisk syresalt eller et alkalisk nøytralsalt.

2. Fremgangsmåte ifølge krav 1, karakterisert ved at der anvendes behandlingsoppløsninger som dessuten er tilsatt et kvartært alkylammoniumsalt i en mengde av mindre enn 1 g/liter.

Anførte publikasjoner:

U.S. patent nr. 3.084.021