



F10000910898

**(B) (11) KUULUTUSJULKAISU
UTLAGGNINGSSKRIFT**

91089

C (45) Patentti myönnetty

Patent meddelat 10 05 1991

(51) Kv.1k.5 - Int.cl.5

D 01F 2/28

SUOMI-FINLAND**(FI)****Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen**

(21) Patenttihakemus - Patentansökning	895251
(22) Hakemispäivä - Ansökningsdag	06.11.89
(24) Alkupäivä - Löpdag	24.04.85
(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig	06.11.89
(44) Nähtävöksipanon ja kuul.julkaisun pvm. - Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad	31.01.94
(86) Kv. hakemus - Int. ansökan	PCT/CH85/00065
(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet	
27.04.84 FR 8406912 P	

(71) Hakija - Sökande

1. Michelin Recherche et Technique S.A., Schützenmattstrasse 77, B.P. 96, 4051 Basel, Switzerland, (CH)

(72) Keksijä - Uppfinnare

1. Villaine, Philippe, Raubbülstrasse 5a, 8600 Dubendorf, Switzerland, (CH)
2. Janin, Claude, 28 rue Colombier Lanore, 63200 Riom, France, (FR)

(74) Asiamies - Ombud: Oy Kolster Ab

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning

**Vähintään yhteen selluloosajohdannaiseen perustuva kuitu
Fiber baserad på minst ett cellulosaderivat**

(62) Jakamalla erotettu hakemuksesta - Avdelad från ansökan: 855055 (patentti - patent 81822)

(56) Viitejulkaisut - Anförda publikationer

(57) Tiivistelmä - Sammandrag

Keksintö koskee kuitua, joka koostuu ainakin osaksi filamentista, joka perustuu esteriryhmiä sisältävään selluloosajohdannaiseen. Tällöin osa esteriryhmistä on formaattiryhmiä siten, että selluloosan substituoaste formaattiryhmien suhteen on vähintään 2 %.

Uppfinningen avser en fiber, vilken åtminstone till en del består av ett estergrupper innehållande cellulosaderivat. Därvid utgörs en del av estergrupperna av formiatgrupper sålunda, att cellulosans substitutionsgrad med avseende på formiatgrupperna är minst 2 %.

Vähintään yhteen selluloosajohdannaiseen perustuva kuitu

Erotettu jakamalla hakemuksesta 855055

5 Keksinnön kohteena on kuitu, joka koostuu ainakin osaksi filamentista, joka perustuu selluloosajohdannaiseen, jolla on selluloosaesteriryhmiä, jolloin ainakin osa näistä esteriryhmistä on formiaattiryhmiä.

10 Keksinnön mukaiselle kuidulle on tunnusomaista seuraavat ominaisuudet:

a) selluloosan substituutioaste DS formiaattiryhmien suhteen on vähintään 2 % ja selluloosan polymerointiaste DP on yli 150, mutta alle 1 500;

15 b) kuidun lujuus T ja alkumoduuli M_i toteuttavat seuraavat yhtälöt, joissa T ja M_i on ilmaistu cN/tex:einä:
 $T > 20$; ja $M_i > 1\ 000$;

20 c) filamentti on morfologialtaan sellainen, että se koostuu ainakin osaksi toinen toisensa peittäivistä kerroksista, jotka ympäröivät filamentin akselia, ja että kussakin kerroksessa optinen suunta ja kiteytyssuunta vaihtelevat näennäisen jaksollisesti pitkin filamentin akselia.

25 Koostumus, josta keksinnön mukainen kuitu on saatu, valmistetaan liuottamalla selluloosa, jolloin tämä liuotus voidaan suorittaa alentamatta merkittävästi selluloosan polymerointiastetta.

 Tässä menetelmässä, jota kutsutaan "liuotusmenetelmäksi" on oleellista seuraavat kohdat:

30 a) valmistetaan seos käyttämällä ainakin kolmea materiaalia:

(I) selluloosamateriaalia;

35 (II) materiaalia, johon kuuluu ainakin yhdiste, joka on valittu ryhmästä, jonka muodostavat orgaaniset monokarboksyylihapot, näiden happojen anhydridit ja halogenidit, jolloin tämä materiaali on muodostunut ainakin

osaksi muurahaishaposta ja/tai muurahaishapon anhydridistä ja toisesta orgaanisesta haposta;

(III) materiaalia, jossa on joko fosforihappoanhydridiä, tai ainakin yhtä fosforihappoa tai fosforihappoanhydridiä ja ainakin yhtä fosforihappoa;

b) seoksen aikaansaamiseksi veden määrä on nolla tai sellainen, että suhde

$$R_{e,r} = \frac{P_e - P_{e,r}}{P_I + P_{II} + P_{III} + P_e - P_{e,r}}$$

on pienempi kuin 15,0 % ja suurempi kuin 7,5 %, ja $R_{e,r}$ on annettu prosentteina (%), P_e on mahdollisesti läsnäolevan veden paino, $P_{e,r}$ on sen vesimäärän paino, joka voi reagoi-
da materiaalin (II) ja/tai (III) kanssa, P_I on selluloosan
paino materiaalissa (I), P_{II} on materiaalin (II) paino ja
 P_{III} on materiaalin (III) paino;

c) suhteet R_I , R_{II} ja R_{III} on määritelty seuraavas-
ti:

$$R_I = \frac{P_I}{P_I + P_{II} + P_{III} + P_e - P_{e,r}}$$

$$R_{II} = \frac{P_{II}}{P_I + P_{II} + P_{III} + P_e - P_{e,r}}$$

$$R_{III} = \frac{P_{III}}{P_I + P_{II} + P_{III} + P_e - P_{e,r}}$$

suhteet R_I , R_{II} , R_{III} ja $R_{e,r}$, joiden summa $R_I + R_{II} + R_{III} + R_{e,r}$ on yhtä kuin 100 % määritelmän mukaan, toteut-
tavat seuraavat yhtälöt, joiden arvot on annettu prosent-
teina:

3

jos $R_{e,r}$ toteuttaa yhtälön:

$$12,5 \leq R_{e,r} < 15,0$$

saadaan yhtälöt:

$$10,0 \leq R_I \leq 14,5; \quad 2,0 \leq R_{I,I} \leq 10,0$$

5 ja yhtälö:

$$R_{I,I} \leq 0,89 R_I - 2,89;$$

jos $R_{e,r}$ toteuttaa yhtälön:

$$10,0 \leq R_{e,r} < 12,5$$

saadaan yhtälöt:

10 $10,0 \leq R_I \leq 19,5; \quad 2,0 \leq R_{I,I} \leq 17,0$

ja yhtälö:

$$R_{I,I} \leq 1,78 R_I - 8,78$$

jos R_I toteuttaa yhtälön:

$$R_I \leq 14,5;$$

15 tai yhtälö:

$$R_{I,I} \leq -1,40 R_I + 37,30$$

jos R_I toteuttaa yhtälön:

$$R_I \geq 14,5;$$

jos $R_{e,r}$ toteuttaa yhtälön:

20 $7,5 \leq R_{e,r} < 10,0$

saadaan yhtälöt:

$$10,0 \leq R_I \leq 31,0; \quad 2,0 \leq R_{I,I} \leq 23,0$$

ja yhtälö:

$$R_{I,I} \leq 4,40 R_I - 32,00$$

25 jos R_I toteuttaa yhtälön:

$$R_I \leq 12,5$$

tai saadaan yhtälö:

$$R_{I,I} \leq 1,19 R_I + 41,50$$

jos R_I toteuttaa yhtälön:

30 $R_I \geq 15,5;$

jos $R_{e,r}$ toteuttaa yhtälön:

$$5,0 \leq R_{e,r} < 7,5$$

saadaan yhtälöt:

$$10,0 \leq R_I \leq 37,0; \quad 2,0 \leq R_{I,I} \leq 27,5$$

ja yhtälö:

$$R_{I,I} \leq 4,17 R_I - 26,67$$

jos R_I toteuttaa yhtälön:

$$R_I \leq 13,0;$$

5 tai saadaan yhtälö:

$$R_{I,I} \leq 1,14 R_I + 49,14$$

jos R_I toteuttaa yhtälön:

$$R_I \geq 19,0;$$

jos $R_{e,r}$ toteuttaa yhtälön:

10 $2,5 \leq R_{e,r} < 5,0$

saadaan yhtälöt:

$$10,0 \leq R_I \leq 37,0; \quad 2,0 \leq R_{I,I} \leq 36,5$$

ja yhtälö:

$$R_{I,I} \leq 4,63 R_I - 28,25$$

15 jos R_I toteuttaa yhtälön:

$$R_I \leq 14,0$$

tai saadaan yhtälö:

$$R_{I,I} \leq 1,23 R_I + 55,60$$

jos R_I toteuttaa yhtälön:

20 $R_I \geq 15,5;$

jos $R_{e,r}$ toteuttaa yhtälön:

$$- 2,5 < R_{e,r} < 2,5$$

saadaan yhtälöt:

$$10,0 \leq R_I \leq 38,0; \quad 2,0 \leq R_{I,I} \leq 40,0$$

25 ja yhtälö:

$$R_{I,I} \leq 2,80 R_I + 5,00$$

jos R_I toteuttaa yhtälön:

$$R_I \leq 12,5$$

tai saadaan yhtälö:

30 $R_{I,I} \leq - 1,14 R_I + 62,14$

jos R_I toteuttaa yhtälön:

$$R_I \geq 19,5;$$

jos $R_{e,r}$ toteuttaa yhtälön:

$$- 5,0 < R_{e,r} \leq - 2,5$$

saadaan yhtälöt:

$$10,0 \leq R_i \leq 35,0; \quad 2,0 \leq R_{i,i} \leq 45,0$$

ja yhtälö:

$$R_{i,i} \leq -1,30 R_i + 64,50;$$

5 jos $R_{e,r}$ toteuttaa yhtälön:

$$-7,5 < R_{e,r} \leq -5,0$$

saadaan yhtälöt:

$$10,0 \leq R_i \leq 32,0; \quad 2,0 \leq R_{i,i} \leq 36,0$$

ja yhtälö:

$$10 \quad R_{i,i} \leq 4,00 R_i - 22,00$$

jos R_i toteuttaa yhtälön:

$$R_i \leq 14,5;$$

d) materiaalin (I) selluloosan polymeroitumisaste DP on suurempi kuin 150 ja pienempi kuin 1 500;

15 e) selluloosan esteröinnin annetaan tapahtua tässä seoksessa riittävän kauan anisotrooppisen seoksen muodostamiseksi.

Selluloosajohdannaisesta valmistetut kuidut

A. Laitteisto ja menetelmän toteuttaminen

20 1. Kehruuliuksen valmistus

25 Liuos voidaan valmistaa sopivalla tavalla millä tahansa termostoidulla sekoittajalla työstämällä edullisesti tyhjössä. Jos sekoittajaan ei voida saada aikaan tyhjöä, on välttämätöntä poistaa kaasut kehruliuksesta sopivalla tavalla.

Keksinnön mukaisen kehruliuksen valmistamiseksi käytetään esimerkiksi seuraavanlaista tapaa.

30 Käytetään kaksinkertaisella vaipalla varustettua reaktioastiaa, jonka sisäinen tilavuus on noin 4 litraa. Tähän astiaan pannaan ensin materiaalia (II) ja materiaalia (III) ja tehdään homogeeniseksi sekoittamalla. Sitten lisätään materiaali (I) sekoittamalla, reaktioastiaan vedetään tyhjö, joka on noin 5 - 10 mBar (500 - 1 000 Pa). Sekoitus aloitetaan ja esteröinti ja liukeneminen alkaa

samalla hetkellä. Seoksen lämpötila on sekoituksen aikana edullisesti 5 - 20°C.

On huomattava, että muutkin menetelmät olisivat mahdollisia. Voitaisiin esimerkiksi valmistaa esiliuos
 5 impregnoimalla materiaali (I) materiaalilla (II) jäähdyt-
 tämällä seosta (edullinen lämpötila: -15 - 0°C) ja lisää-
 mällä materiaalia (III) kiinteänä, homogenisoimalla koko
 seos esiliuoksen valmistamiseksi, joka on kiinteä, ja se-
 koittamalla tätä esiliuosta sitten 5 - 20°C:ssa kuten
 10 edellä on kuvattu esteröintireaktion ja liukenemisen
 aloittamiseksi.

Voitaisiin myöskin valmistaa liuos käyttämällä suu-
 lakepuristinta, jossa on yksi tai useampia ruuveja, jol-
 loin perusmateriaalia lisättäisiin jatkuvasti tähän suula-
 15 kepuristimeen ja valmistus tapahtuisi edullisesti tyhjös-
 sä.

2. Liuosten kerääminen kuitujen aikaansaamiseksi

Kuitujen valmistamiseksi käytetään suoraan edellä
 kohdassa 1 kuvatulla menetelmällä valmistettuja liuoksia
 20 uuttamatta sitä ennen selluloosajohdannaista. Käytetty
 kehrutekniikka on ilmatilaa apunaan käyttäväksi kutsuttu
 tekniikka (dry jet-wet), jota on kuvattu US-patenttijul-
 kaisussa 3 414 645. Kehruurumpuun syötetään liuosta, joka
 voi esimerkiksi tulla suoraan liuosta muodostavasta reak-
 25 tioastiasta. Liuos puristetaan sitten suulakkeen läpi,
 jossa on reikiä. Suulakkeen aukko on asetettu vaakasuoraan
 sellaiselle etäisyydelle, joka voi olla muutamista milli-
 metreistä useisiin senttimetreihin koagulointihauteen pin-
 nan yläpuolella. Ennen kuin liuos joutuu koagulointihau-
 30 teeseen, suihku suunnataan ilmaan, jotta molekyylit suun-
 tautuisivat virtauksen mukaan ja mekaanisten ominaisuuksien
 saamiseksi ennen koagulointia. Selluloosajohdannaista
 oleva kuitu muodostuu koagulointihauteessa. Koagulointi-
 hauteen pitää olla sellainen, että selluloosamateriaali
 35 saostuu ja orgaaniset ja epäorgaaniset happamat materiaa-

lit liukenevat. Koagulointihaude on edullisesti asetonipohjainen ja sen lämpötila vaihtelee 10:stä -20°C:seen. Koagulointihauteen jälkeen kehrätty tuote, jossa on useita filamentteja, pannaan vetolaitteeseen. Vetolaitteessa olevan kehrätyn tuotteen nopeuden suhde verrattuna laitteesta tulevan kehrätyn tuotteen nopeuteen on langan vetolujuuskerroin (FEF).

On huomattava, että keksintö soveltuu tapauksiin, joissa käytetään muita ei-koaguloivia nesteitä kuin ilmaa niin kutsutussa "ilmatilatekniikassa", esimerkiksi typpeä tai muita kaasuja, ja että keksintö soveltuu tapauksiin, joissa käytetään muita kehrutekniikoita, esimerkiksi märkäkehrutekniikkaa.

B. Artikkelien ominaisuuksien määrittäminen

1. Kehrättyjen artikkeleiden mekaaniset ominaisuudet

Tässä käytetty termi "kehrätty lanka" tarkoittaa pelkästään filamenttien muodostamaa kokonaisuutta, joka on saatu samalla kehrutoimenpiteellä saman suulakkeen läpi.

"Ilmastoinnilla" tarkoitetaan tässä kuvauksessa kehrättyjen kuitujen käsittelyä Saksan Liittotasavallan DIN-normien 53802-20/65 heinäkuulta 1979, mukaisesti.

Langan numero määritetään Saksan Liittotasavallan DIN 53830 heinäkuulta 1965, mukaisesti, jolloin langat on ennen sitä ilmastoitu. Mittaus suoritetaan ainakin kolmesta näytteestä, joista kukin on pituudeltaan 50 m, punnitsemalla tämän pituinen lanka.

Filamenttien numero määritetään yksittäisten filamenttien värähtelystä mittaamalla annetulla jännitteellä, joka on 0,5 cN/tex luokkaa, aikaansaatu yksittäisen filamentin antaman resonanssin taajuus. Absoluuttinen virhe on alle 0,01 dtex.

Lankojen mekaaniset ominaisuudet mitataan vetolaitteen Zwick GmbH & Co (RFA) type 1435 avulla, joka vastaa Saksan Liittotasavallan normeja DIN 51220 lokakuulta 1976, ja 51221 elokuulta 1976, menetelmällä, joka on kuvattu
 5 Saksan Liittotasavallan normissa DIN 53834 tammikuulta 1979. Langoille annetaan mittauksessa suojaava kierre 100 kierrettä per min ja niitä venytetään alkupituuteen 400 mm. Kaikki tulokset on saatu 10 mittauksen keskiarvona.

10 Filamenttien mekaaniset ominaisuudet mitataan Tex-techno (RFA) tyyppi FAFEGRAPH-T vetolaitteen avulla Saksan Liittotasavallan normin DIN 53816 heinäkuulta 1976 mukaisesti. Tulokset annetaan 10 mittauksen keskiarvona.

Lujuus (T) ja alkumoduuli (M_1) annetaan cN/tex:inä.
 15 Murtovenymä (A_r) annetaan prosentteina. Alkumoduuli (M_1) määritetään murtovoima-venymä-käyrän lineaarisen osan kulmakertoimena, joka alkaa juuri 0,5 cN/tex:in esijännityksen jälkeen.

Äänimodulin määrittäminen

20 Äänen etenemisnopeus kuiduissa määritetään käyttämällä "dynamic Modulus Tester" PPM-5R:n tyyppistä mittauslaitetta, jonka valmistaja on Morgan Co., Inc.; Cambridge, Mass., USA.

Mitattavat näytteet ovat edeltäkäs in ilmastoituja
 25 lankoja. Mittaukset suoritetaan samassa ympäristössä kuin ilmastointi.

Langalle annetaan noin 2:lle metrille 5 cN/tex:in suuruinen esijännite. Sitten lankaa vasten pannaan kaksi MORGAN-WTRT-5 FB-tyyppistä sondia vakioisella kevyellä
 30 tukipaineella. Sondien pietso-elektrisen keramiikan resonanssifrekvenssi on 5 kHz. L on näiden kahden sondin välinen etäisyys metreinä. Tämän etäisyyden absoluuttinen määrittäsvirhe on pienempi kuin millimetri; "t" on se aika sekunteina, joka lähtöimpulssilta kuluu lähetettävästä
 35 sondista vastaanottosondiin.

Mittausten suhteellinen virhe on pienempi kuin 3 % kulkuajalle "t". Äänimoduuli M_v määritellään yhtälöllä:

$$M_v = V^2 \times 10^{-4} \text{ cN/tex}$$

jossa V on äänen etenemisnopeus (m/s), joka annetaan regressiosuoran kulmakertoimen käänteislukuna, joka on määritetty N:lle L:n ja "t":n mittauspaperille, jossa N on vähintään 3.

2. Kehrättyjen artikkeleiden kemialliset ominaisuudet

10 Substituutioaste (DS) ja polymerointiaste (DP)

Kehrätty artikkeli ilmastoidaan huoneen lämpötilassa (esimerkiksi noin 22°C) ja sen huoneen kosteudessa, jossa DS:n ja DP:n määritykset on tehty. Kehrätyn artikkelin vesipitoisuus määritetään esimerkiksi termogravimet-

15 rilla.

Selluloosajohdannaisen selluloosan substituutioaste DS ja polymerointiaste DP määritetään samoilla menetelmillä kuin kantahakemuksen kohdassa I.C mainituille koostumuksille ilman asetoniuutosta.

20 3. Kehrättyjen artikkeleiden fysikaaliset ominaisuudet

3.1. Optiset ominaisuudet

Kehrättyjen artikkeleiden optinen anisotropia havaitaan ja mitataan Olympus BH2 tyyppisellä polarisaatiomikroskoopilla. Erityisesti kahtaistaittuminen määritetään Berek'in kompensatiomenetelmällä.

3.2. Röntgensäteillä mitattu rakenne

a) Laitteet ja koejärjestelyt

Laitteet: määritykset on suoritettu kahdentyyppisillä laitteilla:

Suuritehoisella generaattorilla (generaattori A). Tällöin on kyse Rikagu RU-200 PL laitteistosta, joka on varustettu pyörivällä anodilla, joka toimii seuraavissa olosuhteissa: 40 kV; 200 mA: polttopiste 0,5 x 10 mm² anodilla, näennäinen pistemäinen polttopiste 0,5 x 1 mm²;

kuparin säteilytys, josta poistuu K β -säde, joka suodataan Ni-kalvolla ja jonka energia rajataan.

Siemens-merkkisellä klassisella generaattorilla, jossa on suljettu putki ja joka toimii seuraavissa olosuhteissa: 40 kV; 30 mA: hieno lineaarinen polttopiste 0,04 x 8 mm²; kuparin K α_1 -säteily, joka saadaan aikaan CGR-monokromaattorin avulla, joka on valmistettu hiotusta kristallista (R = 1 400 mm); polttoväli on D = 510 mm. (DGF = Compagnie Générale de Radiologie, France).

10 Kumpaakin generaattoria käytetään neljään erilaiseen koejärjestelyyn.

Koejärjestelyt

Järjestely 1

15 Suurten kulmien goniometri Rikagu SG-9R (säde 250 mm), joka on varustettu Eulerin piirillä ja nestetuikelaskurilla; pyyhkäisynopeus 2 θ :na 2°/mm; Eulerin piirin pyörimisnopeus: 2°/mm kiinteällä 2 θ :lla. Röntgensädekimpun kollimaatiotason valinta

Poikkeama: pistemäisen kollimaattorin ϕ 1 mm.

20 Analyysi: ristinmuotoiset raot 0,9 x 0,9 mm² (kulma-aukko 0,5° x 0,5°), joka on 110 mm näytteen tasosta.

Järjestely 2

25 Rikagu SG-9R goniometri, joka on varustettu pyöri-vällä näytepidikkeellä (pyörimisnopeus 100 r/min) ja nestetuikelaskurilla, joka toimii portaittain 0,1°:een lisäyksin 2 θ :n suhteen.

Röntgensädekimpun kollimaatiotason valinta: poikkeamarako 1/6°; diffuusiorako 1°; analyysirako 0,15 mm, joka on sijoitettu 250 mm:n päähän näytteestä.

30 Järjestely 3

Siemensin suurten kulmien goniometri, joka on varustettu Eulerin piirillä ja nestetuikelaskurilla. Pyyhkäisynopeus 0,1°/min 2 θ :na.

Monokromaattori CGR, polttoväli 510 mm.

35 Analyysirako 0,4 mm - 155 mm näytteestä.

Järjestely 4

Keskusdiffuusiogoniometri Rikagu SASG, joka on varustettu Leti-tyyppisellä lineaarisella goniometrillä ja Ortec monikanava-analysaattorilla.

- 5 Röntgensädekimpun kollimaatiotason valinta: ensimmäinen rako $15 \times 0,1$ mm; toinen rako $15 \times 0,05$ mm - 250 mm.

Näytteen ja detektorin välinen etäisyys: 360 mm.

Näytteen ja toisen raon välinen etäisyys: 105 mm.

- 10 Seuraavassa taulukossa 15 on käytetyt järjestelyt, kulma-alueet ja käytetty generaattori mitattujen parametrien funktiona.

Taulukko 15

15	Mitatut parametrit	Käytetty järjestely	Röntgensäteiden diffraktiokulma	Käytetty generaattori
20	Kiteen orientaatioindeksi (I-O)	1	suuret kulmat	A
	Kiteisyysindeksi (I.C)	2	suuret kulmat	A
25	Pituusakselin suuntaiset (T_1) Vaaka-akselin suuntaiset (T_2) näennäiset koot	3	suuret kulmat	B
30	Jakson pituus (L.P.)	4	pienet kulmat	A
	Puoliarvoveveys ($\Delta\varphi$)	4	pienet kulmat	A
	Integroitu intensiteetti	4	pienet kulmat	A

b) Käytetyt heijasteet erilaisten rakenteellisten parametrien määrittämiseksi suurten kulmien diffraktiolla

5 Tutkittujen kuitujen röntgendiffraktio-ilmion valokuvat osoittavat tietyn määrän kaaria vaaka-akselilla, pystyakselilla ja näiden kahden akselin ulkopuolelle. Näiden kaarien ominaispiirteet liittyvät materiaalin rakenteen ominaispiirteisiin.

10 Pystyakselin kaaren kulmarako, joka on sijoittunut diffraktiokulman 2θ noin $34,7^\circ$:een kohdalle, riippuu kristalliittien tilastollisesta orientaatiosta kuidun akselin suhteen. Tämä heijastus 2θ :n noin $34,7^\circ$:een kulmassa valitaan orientaatioindeksin (O-I) ja kristalliittien näennäisen pituusakselin suuntaisen koon (T_1) määrittämiseksi.

Vaaka-akselilla käytetään kaarta, joka sijoittuu noin 11° :een kohdalle 2θ :ssa kristalliittien näennäisen vaaka-akselin suuntaisen koon (T_c) määrittämiseksi.

20 Jos edellä esitettyjen parametrien määrittämiseksi käytetään erityisiä heijastuksia, on kiteisyysindeksin määrittämiseksi tarpeen ottaa huomioon koko diffraktiogrammi.

c) Käytetyt menetelmät erilaisten parametrien määrittämiseksi

25 Kaikki mittaukset on suoritettu yhdellä tai useammalla kuidulla, joista kukin on muodostunut useista keskenään yhdensuuntaisista filamenteista eli ei-kierretyistä kuiduista.

Kiteen orientaatioindeksi (I-O)

30 Kiteen orientaatiota voidaan karakterisoida kulmalta, joka on kuidun akselin ja diatrooppisten tasojen kohtisuoran välillä.

Mittaamalla pystyakselin suuntaisen kaaren suuntakulman aukko, joka sijoittuu noin $2\theta = 34,7^\circ$:een kohdalle, saadaan suoraan kristalliittien orientaatioaste kuidun akselin suhteen.

5 Orientaatioindeksi voidaan määritellä kaavasta

$$I.O = \frac{180 - \alpha}{180} \times 100$$

10 jossa α on käyrän puoliarvoveveys, joka on saatu suuntakulman suuntaisella pyyhkäisyllä; α on ilmoitettu asteina.

Kiteisyysindeksi (I-C)

Suhteellinen kiteisyysindeksi määritellään Wake-
lin'in menetelmällä (Journal of applied Physics, Vol. 30,
n° 11, s. 1654, marraskuu 1959).

15 Ennen kuin verrataan minkään näytteen röntgendiffraktiokuviota kahteen standardiin: toiseen, joka on 100-%:isesti amorfinen ja toiseen, joka on 100-%:isesti kiteinen, korjataan alkuperäiset kokeelliset arvot eri parametrien suhteen, pulssitaajuuden, röntgensädesuihkun stabiiliisuuden, ilmasta aiheutuvan diffuusion, polarisaatio- ja
20 absorptiovaikutusten suhteen.

Kuviot normalisoidaan sitten ennen kuin tutkitaan menetelmällä, jotka kutsutaan "suhteelliseksi".

25 Saadut kiteisyysindeksit ovat tietenkin amorfisen ja kiteisen standardin valinnan funktioita. Nämä standardit on valmistettu seuraavalla tavalla:

Kiteinen standardi saadaan käsittelemällä hapolla regeneroitua kuitua käyttämällä lähtöaineena selluloosaformiaattia, joka jo on voimakkaasti kiteistä (24 tuntia
30 1N kloorivetyhappoliuoksessa 60°C :ssa).

Amorfinen standardi: amorfinen selluloosaformiaatti.

Näiden kahden standardin ominaisspektrit on esitetty kuviossa 5. Tässä kuviossa 5 spektri S_1 , joka vastaa kiteistä standardia, on esitetty jatkuvalla viivalla ja spektri S_2 , joka vastaa amorfista standardia, on esitetty katkoviivalla. Näissä spektreissä pystyakseli vastaa kulmaa 2θ asteina ja vaaka-akseli vastaa korjattua intensiteettiä I , joka on ilmaistu pulsseina sekuntia kohti (cps).

Spektrit on rekisteröity "pyörivästä näytteestä" lähtevänä säteilynä, jonka $2\theta = 10^\circ - 2\theta = 38^\circ$. "Pyörivällä näytteellä" tarkoitetaan yhdensuuntaisten ja vierekäisten kuitujen kerrosta; tämä kerros pyörii akselin ympäri, joka on kohtisuoraan sitä vastaan ja tämä tapahtuu röntgensäteiden kimpun muodostuessa.

Kristalliittien näennäinen koko

Debye-Scherrer'in kaavan avulla lasketaan kristalliittien näennäinen ulottuvuus yhteen suuntaan, joka liittyy pyyhkäisyheijastuksen valintaan. 2θ :n funktiona piirretty pyyhkäisy, joka seuraa noin $34,7^\circ$:seen sijoittuneen heijastuksen kohtisuoraa akselia, tuottaa diffraktiointensiteettikäyrän kulman 2θ funktiona. Profiilin puoliarvoleveyden avulla, joka on β_0 , ja ilmaistaan radiaaneina, voidaan päästä määrittelemään kristalliittien näennäinen pitkittäismitta yhtälöllä

$$T_1 = \frac{\lambda}{\sqrt{\beta_0^2 - \beta^2} \cdot \cos \theta}$$

jossa β vastaa määritettyä "laitteiston suuruutta", joka on määritetty käyttämällä diffraktiota heksametyleenitetr-amiinijauheessa.

Kulma θ on puolet kulmasta 2θ , joka on käyrän maksimi. λ on käytetyn röntgensäteilyn aallonpituus.

Samanlaisella menetelmällä, jota sovelletaan vaakasuoraan pyyhkäisyyn noin 11° 2θ kohdalla sijoittuneen heijastuksen tasolla vaakasuoraa tasoa kohti, saadaan

kristalliittien näennäinen kohtisuora koko (T_c). Kristalliittien näennäisen koon kasvua tulee pitää todellisen koon kasvun tuloksena ja/tai paikallisen järjestyksen parantumisena.

5 Pitkä jakso

Röntgensäteiden keskusdiffuusiolla tehty koe orgaanisilla kuiduilla saattaa paljastaa valokuvassa diffuusiota kohtisuoraan tulevan sädekimpun ympärillä, joka pitenee vaakasuoraan suuntaan ja kaksi pienissä kulmissa tapahtuvaa diffraktiota, toisaalta keskusdiffuusiota kohtisuoralta akselilla. Tämä mahdollinen diffraktioilmiö pienissä kulmissa tarkoittaa tutkittavassa materiaalissa olevaa elektronitiheyden jaksollisuutta. Tämä jaksollisuus määriteltiin yhtälöllä

15

$$\text{L.P.} = \frac{\lambda}{\sin \varepsilon}$$

jossa λ on röntgensäteilyn aallonpituus ja ε on kulma 2θ , joka seuraa kohtisuoraa tasoa ja joka on diffraktion intensiteetin maksimi.

20

Tämän pienissä kulmissa tapahtuvan diffraktion intensiteetin rekisteröinnin, joka seuraa kohtisuoraa tasoa ε :n funktiona, avulla saadaan käyrä, jonka puoliarvoveveys $\Delta\varphi$ esittää jaksollisuuden tasaisuutta ja käyrän alle jäävä pinta-ala (integroitu intensiteetti) esittää jaksollisen ilmiön amplitudia. Pitkän jakson mahdollista ilmiötä kuvaavat parametrit L.P., $\Delta\varphi$ ja I.I.

25

3.3. Morfologia

Kehrättyjen artikkeleiden morfologiset ominaisuudet on määritetty optisella mikroskoopilla ja pyyhkäisyelektronimikroskoopilla.

30

c) Esimerkit

Jäljempänä seuraavat esimerkit kuvaavat esteröityjen selluloosakuitujen valmistusta, jotka on saatu edellä kuvatun kohdan A.1. mukaisesti. Kaikissa näissä esimer-

35

keissä viitteet R_I , R_{II} , R_{III} ja $R_{e,r}$ merkitsevät samaa kuin edellä, ja ne lasketaan samalla tavalla kuin edellä. Kehruu suoritetaan kuten edellä kohdassa A.2. on kuvattu.

Esimerkki II-1.

5 Valmistetaan seos käyttämällä seuraavia perusaineita:

Materiaali (I): selluloosamateriaali, joka sisältää 99,3 paino-% holoselluloosaa (45,7 paino-% α -selluloosaa ja 53,6 paino-% hemiselluloosaa).

10 Materiaali (II): muurahaishappo.

Materiaali (III): ortofosforihappo.

Seoksen valmistamisen aikana siinä on seuraavat suhteet: $R_I = 19,8 \%$; $R_{II} = 18,1 \%$; $R_{III} = 61,05 \%$ ja $R_{e,r} = R_e = 1,05 \%$.

15 20 minuutin kuluttua saadaan liuos, jonka koostumus on seuraava: Selluloosajohdannainen (selluloosaformiaatti): 23,65 paino-%; orgaaninen happo (muurahaishappo): 11,8 paino-%; epäorgaaninen happo (ortofosforihappo): 61,05 paino-%; ja vesi: 3,5 paino-%. Liuos on anisotrooppinen.

20 Liuotusastiasta liuos pannaan suoraan kehrupumpuun. Pumpusta liuos puristetaan suulakkeen läpi, jossa on 100 reikää, joiden kunkin halkaisija on 0,005 cm. Suulake on sijoitettu 2 cm koagulointihauteen yläpuolelle, joka on -17°C :n lämpötilan omaavaa asetonia. Vetolaitteessa kuidun nopeus on 90 m/min, joka vastaa 4,5:n FEF:ää. Saatu puola pestään vedellä ja kuivataan sitten ilmassa. Näin saadaan kehrättyä lankaa, joka on muodostunut 100 filamentista ja kuitu on muodostunut tästä kehrätystä lankasta.

30

Esimerkki II-2

Valmistetaan seos, jossa perusaineet ovat seuraavat:

5 Materiaali (I): selluloosamateriaali, joka sisältää
99,3 paino-% holoselluloosaa (52,2 paino-% α -selluloosaa
ja 47,1 paino-% hemiselluloosaa).

Materiaalit (II) ja (III): samat kuin esimerkissä II-1.

Seoksen valmistuttua siinä on seuraavat suhteet:

10 $R_I = 19,8 \%$; $R_{I,I} = 18,1 \%$; $R_{I,I,I} = 61,05 \%$ ja $R_{\cdot,r} = R_{\cdot} = 1,05 \%$.

20 minuutin kuluttua saadaan anisotrooppinen liuos, jonka koostumus on seuraava: Selluloosaformiaattia: 24,05 paino-%; muurahaishappoa: 11,1 paino-%; ortofosforihappoa:
15 61,05 paino-%; ja vettä: 3,8 paino-%.

Tästä liuoksesta tehdään kuitua edellä esitetyn esimerkin II-1 mukaisesti.

Esimerkki II-3

Valmistetaan seos panemalla reaktioastiaan 368,6 g
20 materiaalia C_1 ($C_1 = \alpha$ -selluloosaa 50,97 %, hemiselluloosaa 45,91 %, pihkaa 0,02 %, tuhkaa 0 %, vettä 3,1 %; holoselluloosaa 96,88 %; DP 270,0; massan pH = 6,98), joka on osittain kuivattua, 442,6 g muurahaishappoa ja 1 500 g ortofosforihappoa.

25 Seoksen valmistuttua siinä on seuraavat suhteet:
 $R_I = 15,85 \%$; $R_{I,I} = 19,0 \%$; $R_{I,I,I} = 64,05 \%$ ja $R_{\cdot,r} = R_{\cdot} = 1,1 \%$.

20 minuutin kuluttua saadaan anisotrooppinen liuos, jonka koostumus on seuraava (painoprosentteina): selluloosaformiaattia: 19,6 %; muurahaishappoa: 12,85 %; ortofosforihappoa: 64,05 %; ja vettä: 3,5 %.
30

Tästä liuoksesta tehdään kuitua edellä esitetyn esimerkin II-1 mukaisesti.

Esimerkki II-4

Valmistetaan analogisesti esimerkin II-2 mukainen liuos sillä erotuksella, että seoksen valmistuttua sillä on seuraavat suhteet: $R_I = 23,75 \%$; $R_{II} = 17,2 \%$; $R_{III} = 58,0 \%$ ja $R_{e,r} = R_e = 1,05 \%$.

20 minuutin kuluttua saadaan anisotrooppinen liuos, jonka koostumus on seuraava (painoprosentteina): selluloosaformiaattia: $28,5 \%$; muurahaishappoa: $9,4 \%$; ortofosforihappoa: $58,0 \%$; ja vettä: $4,1 \%$.

Tästä liuoksesta tehdään kuitua edellä esitetyn esimerkin II-1 mukaisesti seuraavin eroin: vetolaitteen nopeus: 81 m/min ; FEF = $5,4$.

Esimerkki II-5

Valmistetaan seos seuraavista perusaineista:

Materiaali (I): selluloosamateriaali, joka sisältää $99,4 \%$ paino-% holoselluloosaa ($91,3 \%$ paino-% α -selluloosaa ja $8,1 \%$ paino-% hemiselluloosaa).

Materiaali (II) ja (III): samat kuin esimerkissä II-1.

Seoksen valmistuttua siinä on seuraavat suhteet: $R_I = 15,85 \%$; $R_{II} = 19,0 \%$; $R_{III} = 64,05 \%$ ja $R_{e,r} = R_e = 1,1 \%$.

90 minuutin kuluttua saadaan anisotrooppinen liuos, jonka koostumus on seuraava (painoprosentteina): selluloosaformiaattia: $19,35 \%$; muurahaishappoa: $13,25 \%$; ortofosforihappoa: $64,05 \%$; ja vettä: $3,35 \%$.

Tästä liuoksesta tehdään kuitua edellä esitetyn esimerkin II-1 mukaisesti seuraavin eroin: vetolaitteen nopeus: 90 m/min ; FEF = $3,6$.

Esimerkki II-6

Valmistetaan seos käyttämällä seuraavia perusaineita:

Materiaali (I): selluloosamateriaali, joka sisältää $99,1 \%$ paino-% holoselluloosaa ($89,4 \%$ paino-% α -selluloosaa ja $9,7 \%$ paino-% hemiselluloosaa).

Materiaali (II) ja (III): samat kuin esimerkissä II-1.

Seoksen valmistuttua siinä on seuraavat suhteet:

5 $R_1 = 19,75 \%$; $R_{11} = 18,1 \%$; $R_{111} = 61,05 \%$ ja $R_{.r} = R_{.} = 1,1 \%$.

90 minuutin kuluttua saadaan anisotrooppinen liuos, jonka koostumus on seuraava (painoprosentteina): selluloosaformiaattia: 24,95 %; muurahaishappoa: 9,6 %; ortofosforihappoa: 61,05 %; ja vettä: 4,4 %.

10 Tästä liuoksesta tehdään kuitua edellä esitetyn esimerkin II-1 mukaisesti.

Esimerkki II-7

15 Valmistetaan liuos samoissa olosuhteissa kuin esimerkissä II-2, mutta käyttämällä materiaalina (II) muurahaishapon ja etikkahapon seosta, jolloin muurahaishappo/-etikkahapposuhde on 9 ja suhteen R_{11} arvo on sama kuin esimerkissä II-2.

20 30 minuutin kuluttua saadaan anisotrooppinen liuos, jonka koostumus on seuraava (painoprosentteina): selluloosaasetoformiaattia: 23,45 %; muurahaishapon ja etikkahapon seosta: 12,1 %; ortofosforihappoa: 61,05 %; ja vettä: 3,4 %. Termi "selluloosa-asetoformiaatti" tarkoittaa sellulloosan sekaesteriä, jossa on formiaatti- ja asetaattiryhmiä.

25 Tästä liuoksesta tehdään kuitua edellä esitetyn esimerkin II-1 mukaisella menetelmällä.

Esimerkki II-8

Valmistetaan seos seuraavista perusaineista:

30 Materiaali (I): selluloosamateriaali, joka sisältää 97,4 paino-% holoselluloosaa (95,1 paino-% α -selluloosaa ja 2,3 paino-% hemiselluloosaa).

Materiaalit (II) ja (III): samat kuin esimerkissä II-1.

Seoksen valmistuttua siinä on seuraavat suhteet:

$R_I = 15,55 \%$; $R_{I_I} = 19,0 \%$; $R_{I_{II}} = 64,05 \%$ ja $R_{e_r} = R_e = 1,4 \%$.

5 Kaksiruuvisen sekoittajan kautta kulkemisen ja 30 minuutin jälkeen saadaan anisotrooppinen liuos, jonka koostumus on seuraava (painoprosentteina): selluloosaformaattia: 18,85 %; muurahaishappoa: 13,6 %; ortofosforihappoa: 64,05 %; ja vettä: 3,5 %.

10 Tästä liuoksesta tehdään kuitua esimerkin II-1 mukaisesti poistamalla liuoksesta sitä ennen kaasut pitämällä liuosta 30 minuutin ajan tyhjöissä.

Esimerkki II-9

Valmistetaan seos seuraavista perusaineista:

15 Materiaali (I): selluloosamateriaali, joka sisältää 98,7 paino-% holoselluloosaa (89 paino-% α -selluloosaa ja 9,7 paino-% hemiselluloosaa).

Materiaalit (II) ja (III): samat kuin esimerkissä II-1.

Seoksen valmistuttua siinä on seuraavat suhteet:

20 $R_I = 19,7 \%$; $R_{I_I} = 18,1 \%$; $R_{I_{II}} = 61,05 \%$ ja $R_{e_r} = R_e = 1,15 \%$.

90 minuutin jälkeen saadaan anisotrooppinen liuos, jonka koostumus on seuraava (painoprosentteina): selluloosaformaattia: 13,75 %; muurahaishappoa: 11,4 %; ortofosforihappoa: 61,05 %; ja vettä: 3,8 %.

Tästä liuoksesta tehdään kuitua esimerkin II-1 mukaisesti.

30 Kaikissa edellä esitetyissä esimerkeissä II-1 - II-9 materiaalin (I) selluloosan polymerointiaste on suurempi kuin 150 ja pienempi kuin 1 500 ja DP:n vaihtelu koostumuksia valmistettaessa on aina pienempi kuin 20 %.

35 Kehrättyjen artikkelien mekaaniset ominaisuudet ja kemialliset ominaispiirteet annetaan seuraavassa taulukossa 16. Ominaisuudet T , A_r , M_i , DP ja DS on määritetty kaikissa kokeissa, M_e on määritetty useimmissa kokeissa.

Taulukossa 16 käytetyt lyhenteet ovat seuraavat:
 F = kehrätty lanka; F_t = filamentti; T_1 = langan numero;
 T = lukuus; A_r = murtovenymä; M_1 = alkumoduuli; M_n = ääni-
 moduuli; DS = selluloosan kokonaissubstituutioaste; DP =
 5 selluloosan johdannaisten selluloosan polymerointiaste.

Taulukko 16

10	Esi- merkin n:o	Ominaispiirteet						Kemialliset ominais- piirteet	
		Mekaaniset ominaisuudet							
		T ₁ (F) tex	T ₁ (F _t) dtex	T cN/tex	A _r (%)	M ₁ cN/tex	M _n cN/tex		
		DP	DS						
15	II-1 F	18,5	1,96	24	2,3	1550	2570	167	37,2
	II-1 F _t			30	3	2160			
	II-2 F	19,7		47	3,4	2330		262	41,6
	II-3 F	16,8		41	3,3	2030	2814	246	45,6
	II-4 F	19,9		48	3,0	2430	3179	254	38,7
20	II-5 F	20,7	1,96	56	4,2	2130	2812	380	42,6
	II-6 F	20,6		57	3,7	2410	3277	284	50,7
	II-6 F _t			60	3,7	2780			
	II-7 F	20,7		46	3,6	2210	3041	526	35,3*
	II-8 F	16,9		65	4,0	2390	3082	420	40,7
25	II-8 F _t		1,72	72	4,0	2780			
	II-9 F	20,5	2,13	58	3,7	2460	3720	326	39,8
	II-9 F _t			64	3,7	2780			

*) Esimerkissä II-7 formiaattiryhmien suhteellinen DS on
 30 34,4 %, asetaattiryhmien suhteellinen DS on 0,9.

Saatujen artikkeleiden fysikaaliset ominaisuudet
 kokeissa II-1 - II-9 on koottu seuraavaan taulukkoon 17.
 Ominaisuus Δn on määritetty kaikissa kokeissa; muut omi-
 35 naisuudet on määritetty suurimmassa osassa kokeita.

Taulukossa 17 käytetyt lyhenteet merkitsevät seuraavaa:

Δn = kahtaistaittuminen; I.O. = kiteen orientaatioindeksi; I.C. = kiteisyysindeksi; T_1 = kristalliittien koko vaakatasossa; T_t = kristalliittien koko pystysuorassa tasossa.

Taulukko 17

Esimerkin n:o	Fysikaaliset ominaisuudet				
	Δn	I.O. (%)	I.C. (%)	T_1 (Å)	T_t (Å)
II-1	0,0379				
II-2	0,0400	92,00		130	35
II-3	0,0365	91,35	49	123	32
II-4	0,0404	92,65	55	130	37
II-5	0,0325	92,10	54	132	31
II-6	0,0400	93,20	54	144	36
II-7	0,0400	92,55	51	142	31
II-8	0,0400				
II-9	0,0389				

Huomautuksia kokeista II-1 - II-9:

Kaikki kokeet ovat keksinnön mukaisia. Filamenttien polarisaatiomikroskooppinen tutkimus, jotka filamentit muodostavat näissä esimerkeissä saadut kehrätyt langat, osoittaa, että kukin filamentti on morfologialtaan kompleksinen, ja morfologia vaihtelee reunoilta keskelle päin tarkasteltaessa. Tällainen filamentti 1 on esitetty kaavamaisesti kuvioissa 6 ja 7.

Kuvio 6 esittää filamentin 1 poikkileikkausta tason suuntaisesti, jossa on tämän filamentin akseli xx' , joka on oletettu suoraviivaiseksi; ja kuvio 7 esittää filamen-

tin 1 poikkileikkausta tason suuntaisesti, joka on kohtisuorassa akselia xx' vastaan, joka on esitetty kaavioissa kirjaimella O kuviossa 7.

5 Filamentissa 1 on ulompi vyöhyke 2, jota kutsutaan "kuoreksi" ja sisempi vyöhyke 3, jota kutsutaan "yttimeksi". Polarisaatiomikroskoopissa kuori 2 on morfologialtaan yhtenäinen ja muistuttaa esimerkiksi raionfilamenttia. Ydin 3 sitä vastoin näyttää palmunytimeltä ja on muodostunut päällekkäisistä kerroksista 4; nämä kerrokset ovat
10 käytännöllisesti katsoen keskittyneet kohtisuoraan akselin xx' tasoa vastaan kuten kuviossa 7 esitetään. Tämä filamentti koostuu siis ainakin osaksi toinen toisensa peittävistä kerroksista, jotka ympäröivät filamentin akselia. Kerrokset 4 ovat paksuudeltaan pienempiä kuin $1\ \mu\text{m}$ ja värähtelevät kuvion 6 tasossa yhdensuuntaisesti akselin xx'
15 kanssa. Kussakin kerroksessa optinen akseli (optinen suunta) ja kiteytyssuunta vaihtelevat avaruudessa näennäisjaksoillisesti akselin xx' suunnassa. Näitä suuntia ei ole esitetty piirroksessa yksinkertaisuuden vuoksi.

20 Saaduilla kuiduilla on arvot T ja M_i , jota toteuttavat keksinnön mukais(t)en selluloosajohdannais(t)en kuitujen määritelmässä annetut yhtälöt.

Saadaan seuraavat yhtälöt:

25 $DS \geq 2\ \%$; $150 < DP < 1\ 500$; $T > 20$; ja $M_i > 1\ 000$, joissa T ja M_i on ilmaistu cN/tex:einä .

Näillä kuiduilla on siten paremmat mekaaniset ominaisuudet ja tässä toteutuksessa ilman kehräyksen jälkeen tapahtuvaa lisävenytystä.

30 Nämä toteamukset ovat voimassa niin, että selluloosan substituutioaste DS formiaattiryhminä on vähintään $2\ \%$, jolloin nämä DS :n arvot on saatu esimerkiksi regeneroimalla osittain selluloosajohdannaisten selluloosaa.

Toisaalta on todettava seuraavat tosiasiat esimerkeistä II-1 - II-9:

Kahtaistaittuminen Δn on korkea, koska se on suurempi kuin 0,03.

Mitään pitkän jakson ilmiötä ei havaita analysoimalla kuituja röntgensäteillä.

- 5 Keksinnön mukaisten kuitujen selluloosan substituoaste formiaattiryhminä on edullisesti vähintään 30,0 % ja enintään 70,0 % ja selluloosan substituoaste DS muina esteriryhminä on 0 tai pienempi kuin 10,0 %.

- 10 Keksinnön mukaisten kuitujen selluloosan tai selluloosajohdannaisien polymerointiaste DP on vähintään 200 ja enintään 1 200.

Patenttivaatimukset

1. Kuitu, joka koostuu ainakin osaksi filamentista, joka perustuu selluloosajohdannaiseen, jossa on selluloosaesteriryhmiä, jolloin ainakin osa näistä esteriryhmistä on formiaattiryhmiä, t u n n e t t u siitä, että kuidun ominaisuudet ovat seuraavat:

a) selluloosan substituutioaste DS formiaattiryhmien suhteen on vähintään 2 % ja selluloosan polymerointiaste DP on yli 150 mutta alle 1 500;

b) kuidun lujuus T ja alkumoduuli M_i toteuttavat seuraavat yhtälöt, joissa T ja M_i on ilmaistu cN/tex:einä:

$$T > 20, \quad \text{ja} \quad M_i > 1\,000;$$

c) filamentti on morfologialtaan sellainen, että filamentti koostuu ainakin osaksi toinen toisensa peittävästä kerroksista, jotka ympäröivät filamentin akselia, ja että kussakin kerroksessa optinen suunta ja kiteytys-suunta vaihtelevat näennäisen jaksollisesti pitkin filamentin akselia.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen kuitu, t u n n e t t u siitä, että sitä ei ole venytetty muuta kuin mitä aiheutuu valmistuksesta.

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen kuitu, t u n n e t t u siitä, että sen kahtaistaittuminen Δn on suurempi kuin 0,03.

4. Jonkin patenttivaatimuksen 1 - 3 mukainen kuitu, t u n n e t t u siitä, että selluloosajohdannaisen tai -johdannaisten selluloosan polymerointiaste DP on vähintään 200 ja enintään 1 200.

Patentkrav

1. Fiber, vilken åtminstone till en del består av ett filament på basis av ett cellulosaderivat med cellulo-
 5 saestergrupper, varvid åtminstone en del av dessa ester-
 grupper utgörs av formiatgrupper, k ä n n e t e c k n a d
 därav, att den har följande egenskaper:

a) cellulosans substitutionsgrad DS med avseende på
 formiatgrupper är minst 2 % och cellulosans polymerisa-
 10 tionsgrad DP ligger över 150 men understiger 1 500;

b) fiberns hållfastighet T och initiella modul M_i
 uppfyller följande ekvation, där T och M_i uttryckts i
 cN/tex:

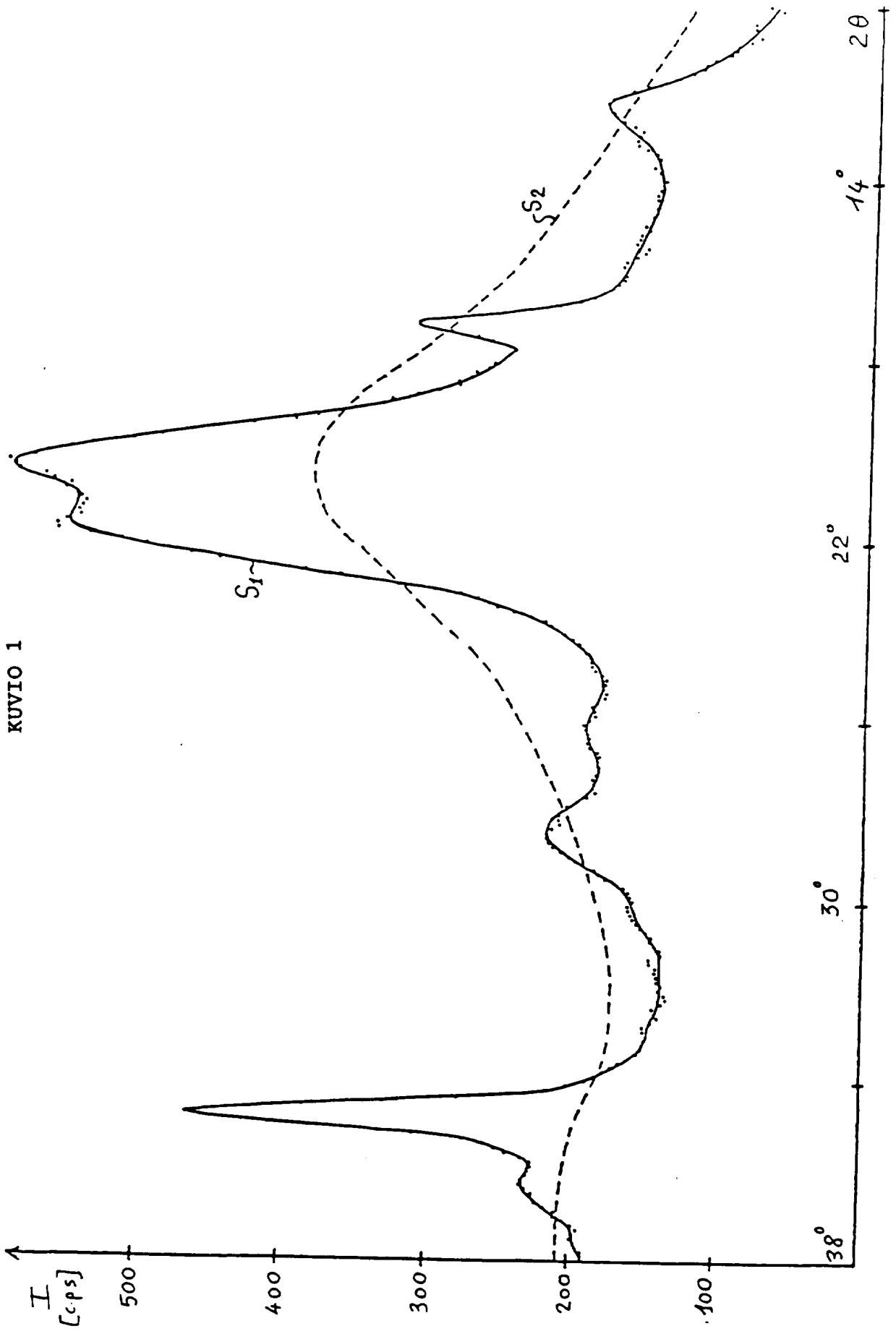
$$T > 20; \quad \text{och} \quad M_i > 1\,000;$$

15 c) filamentet uppvisar en sådan morfologi att fila-
 mentet består av åtminstone till en del varandra täckande
 skikt, vilka omger filamentets axeln och den optiska rikt-
 ningen och kristallisationsriktningen i varje skikt växlar
 pseudoperiodiskt utmed filamentets axeln.

20 2. Fiber enligt patentkravet 1, k ä n n e -
 t e c k n a d därav, att den ej töjts annat än vad som
 förorsakas av framställningen.

3. Fiber enligt patentkravet 1 eller 2, k ä n -
 n e t e c k n a d därav, att dess dubbelbrytning Δn
 25 överstiger 0,03.

4. Fiber enligt något av patentkraven 1 - 3,
 k ä n n e t e c k n a d därav, att cellulosans polymeri-
 sationsgrad DP i cellulosaderivatet eller -derivaten är
 minst 200 och högst 1 200.



KUVIO 2

