

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

D01F 6/94

D01D 5/00

[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 93120067.9

[45] 授权公告日 2001 年 1 月 31 日

[11] 授权公告号 CN 1061391C

[22] 申请日 1993.12.3 [24] 颁证日 2000.11.4

[21] 申请号 93120067.9

[30] 优先权

[32] 1992.12.3 [33] US [31] 07/985,060

[73] 专利权人 东洋纺织株式会社

地址 日本大阪

[72] 发明人 R·A·布伯克 周介俊

S·J·诺兰 S·罗森堡

M·D·纽沙姆 M·塞拉诺

[56] 参考文献

CN93116234 1992. 8.13 D01D5/08

US4578432

审查员 封钧祥

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事
务所

代理人 李 勇

权利要求书 1 页 说明书 19 页 附图页数 0 页

[54] 发明名称 具有超高物理性能的聚吡啶纤维及其制
造方法

[57] 摘要

本发明提出了制造超高物理性能的 PBZ 纤维的方法。由本发明方法制造的聚苯并吡啶纤维具有的拉伸强度几乎是先前报导值的两倍。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

权 利 要 求 书

1. 制备具有超高物理性能聚吡啶纤维的方法,其步骤包括:

(a)使含聚吡啶聚合物的易溶液晶聚吡啶聚合物的纺丝原液和溶剂通过喷丝头纺丝纺制成纺丝原液纤维;

(b)穿过气隙牵伸纺丝原液纤维;及

(c)除去纺丝原液纤维中的大部分溶剂;

条件是纺丝原液纤维在气隙中是透明的。

2. 权利要求1的方法,补充步骤为

(d)纤维热定形;

条件是使在气隙中的纺丝原液纤维和所得到的热定形纤维是透明的。

3. 聚吡啶纤维,其拉伸强度至少为 6.89GPa。

4. 聚吡啶纤维,其拉伸强度至少为 8.27GPa。

5. 聚吡啶纤维,其拉伸强度至少为 10.7GPa。

6. 权利要求3的纤维,其中纤维是聚苯并吡啶。

7. 权利要求4的纤维,其中纤维是聚苯并吡啶。

8. 权利要求5的纤维,其中纤维是聚苯并吡啶。

说明书

具有超高物理性能的聚 吡咯纤维及其制造方法

本发明涉及聚吡咯(“PBZ”)纤维及其制造方法。

已知聚吡咯具有优良的物理性能如拉伸强度(750ksi/5.17GPa, GPa 代表 Giga Pascals)和拉伸模量(43msi/296GPa(经热处理的纤维))。将 PBZ 在各种溶剂中的溶液纺制成聚吡咯纤维是已知的(见 *Encyclopedia of Polymer Science and Technology*, copyright 1988, Jhon Wiley & Sons Inc, Vol, 11, p601—635)。已知在低温凝固 PBZ 纤维可使纤维的拉伸性能稍有提高(U. S. 3, 767, 756)。并已知在酸和水的混合物中凝固的已纺丝的 PBO 纤维与单独用水凝固法相比其拉伸性能也有所提高(*Synthesis. Spinning and Fiber Mechanical Properties of Poly (P—Phenylene benzobisoxazole)*, Choe and Kim, *Macromolecules*, Vol. 14, 1981, p. 920—924)。

需要有具有超高物理性能的 PBZ 纤维和制造该纤维的纺丝工艺以满足一定的市场需求。

本发明的一个形态是制造具有超高物理性能聚吡咯纤维的方

法,其步骤包括:

(a)使含聚吡啶聚合物的易溶液晶聚吡啶聚合物的纺丝原液和溶剂通过喷丝头纺丝纺成纺丝原液纤维;

(b)穿过气隙牵伸纺丝原液纤维;及

(c)除去纺丝原液纤维中的大部分溶剂;条件是纺丝原液纤维在气隙中是透明的。

本发明的第二个形态是聚吡啶纤维的拉伸强度至少为1000ksi/6.89GPa。

本发明的第三个形态是聚吡啶纤维的位伸模量至少为50msi/345GPa。

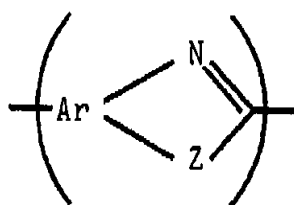
本发明使用含聚吡啶(聚苯并噁唑和聚苯并噻唑)聚合物的成型制品。聚苯并噁唑、聚苯并噻唑以及无规的、序列的和嵌段的聚苯并噁唑和聚苯并噻唑共聚物已在文献中叙述,如

Wolfe 等人的 Liquid Crystalline Polymer Compositions, Process and Products, U.S. Patent 4,703,103 (October 27, 1987); Wolfe et al., Liquid Crystalline Polymer Compositions, Process and Products, U.S. Patent 4,533,692 (August 6, 1985); Wolfe et al., Liquid Crystalline poly(2,6-Benzothiazole) Compositions, Process and Products, U.S. Patent 4,533,724 (August 6, 1985); Wolfe, Liquid Crystalline Polymer Compositions, Process and Products, US Patent 4,533,693 (August 6, 1985); Evers, Thermooxidatively Stable Articulated p-Benzobisoxazole and p-Benzobisthiazole Polymers, U.S.

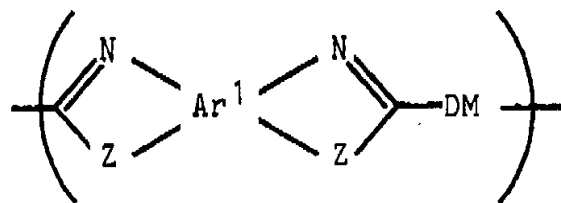
Patent 4,359,567 (November 16, 1982); Tsai et al.,
Method for Making Heterocyclic Block Copolymer, U.S.
Patent 4,578,432 (March 25, 1986); 11 Ency. Poly. Sci.

Eng., Polybenzothiazoles and Polybenzoxazoles, 601 (J.
Wiley & Sons 1988) and W. W. Adams et al., The Materials
Science and Engineering of Rigid-Rod Polymers (Materials
Research Society 1989).

聚合物可包含如在式 1(a) 所表示的 AB-链节单元和/或如
在式 1(b) 所表示的 AA/BB-链节单元。



1(a) AB



1(b) AA/BB

其中：

每个 Ar 代表芳族基团。芳族基团可以是杂环基如亚吡啶基，但是碳环基是优选的。芳族基团可以是稠合的或非稠合的多环系统，但单六元环是优选的环。大小不是关键的，但含不多于约 18 个碳原子的芳族基团是优选的，更优选是不多于约 12 个碳原子以及最优选的不多于约 6 个碳原子。适用的芳族基团例子包括亚苯基部分、甲代亚苯基部分、亚联苯基部分以及双亚苯醚部分。在 AA/BB 键节单元中的 Ar^1 以 1,2,4,5-亚苯基部分或它们的类似物为优选。在 AB-链节单元中的 Ar 以 1,3,4-亚苯基部分或它们的类似物为优选。

每个 Z 是独立的氧或硫原子。

每个 DM 是独立的键或不会干扰聚合物的合成、加工或应用的二价有机部分。二价有机部分可以包括脂族基团，尽管具有不多于 12 个碳原子的脂族基团是优选的，但是正如前面所述的优选

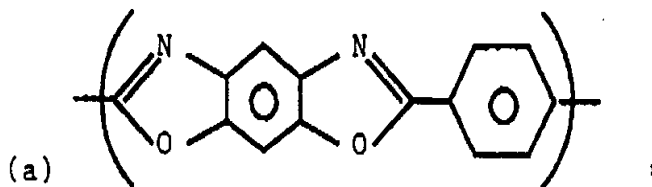
的二价有机部分为芳族基团(Ar),最优选的是1,4-亚苯基部分或它们的类似物。

在每个吡啶环中氮原子和Z部分与芳族基团中与其邻近的碳原子相键合,以使五元吡咯环与芳族基团形成稠环。

在AA-BB-键节单元中吡咯环彼此可以是顺式或反式位置,如在11Ency、Poly、Sci、& Eng. ,supra,602中所说明的。

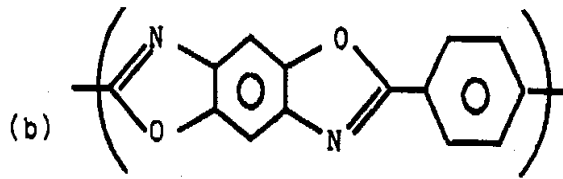
优选的聚合物主要由AB-聚吡啶链节单元或AA/BB-聚吡啶链节单元所组成,更优选的主要由AA-BB聚吡啶链节单元所组成。聚吡啶聚合物的分子结构可以是刚性棒、半刚性棒或柔顺线团。在AA/BB-聚吡啶聚合物的情况下刚性棒是优选的或在AB-聚吡啶聚合物情况下半刚性棒是优选的。聚合物中的吡咯环以噁唑环(Z=O)为优选。优先选择的聚吡啶聚合物中的单元要使聚合物为易溶的液晶,这就意味着当其浓度超过“临界浓度点”时在溶液中形成液晶区域。优选的链节单元在式2(a)-(h)中作了说明。更优选是聚合物链节单元主要选自2(a)-(h)的链节单元,最优选的是主要选自2(a)-(c)中许多等同单元。

2



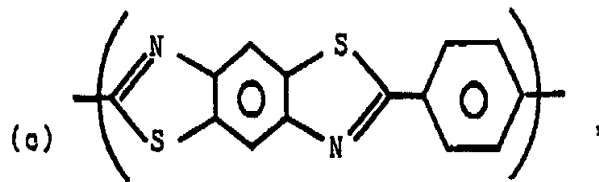
顺式-聚苯并噁唑

聚[苯并(1, 2-d: 5, 4-d')双噁唑-2, 6-二基-1, 4-亚苯基]

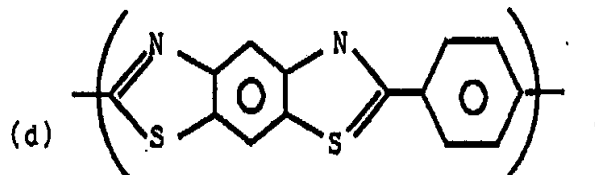


反式-聚苯并噁唑

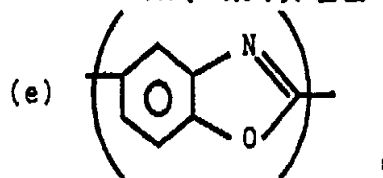
聚〔苯并(1, 2-d: 4, 5-d')双噁唑-2, 6-二基-1, 4-亚苯基〕



反式-聚苯并噻唑

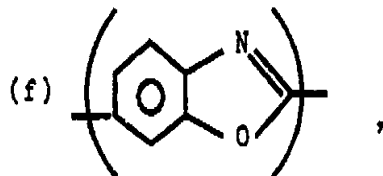


顺式-聚苯并噻唑



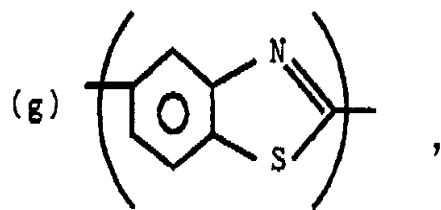
AB-PBO

聚(2, 5-苯并噁唑)

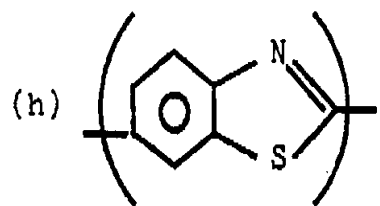


AB-PBO

聚(2, 6-苯并噁唑)



聚(2,5-苯并噻唑)



聚(2,6-苯并噻唑)

每种聚合物优选平均至少含 25 个链节单元,更优选至少约 50 个链节单元,最优选的至少约 100 个链节单元。易溶液晶 AA/BB-聚吡啶聚合物的特性粘度(在 25℃下,甲磺酸中以一点法测定)优选为至少约 10dl/g,更优选至少约 15dl/g,最优选至少约 20dl/g。为某些目的,特性粘度最好为至少约 25dl/g 或 30dl/g。虽然特性粘度达 60dl/g 或更高是可能的,但优选的特性粘度不大于约 45dl/g,最优选的特性粘度是 33dl/g。易溶液晶半刚性的 AB-聚吡啶聚合物优选的特性粘度为至少约 5dl/g,更优选至少约 10dl/g,最优选至少约 15dl/g。

将纺丝原液通过喷丝或挤出的方法可将聚合物加工成纤维或薄膜。纺丝原液是聚合物在溶剂中的溶液。如果新制备的聚合物或共聚物不能用于喷丝或挤出工艺,则应将预先制备的聚合物或共聚物溶于溶剂中以形成溶液或纺丝原液。某些聚苯并噻唑和聚苯

并噻唑可溶于甲酚中，但优选的溶剂是能溶解聚合物的酸。优选非氧化性酸。适用酸的例子包括多磷酸、甲磺酸和硫酸及它们的混合物。优选的酸是多磷酸和/或甲磺酸，更优选多磷酸。

纺丝原液应含浓度足够高的聚合物以使聚合物凝固成形为固体制品，但其浓度不能高到由于纺丝原液的粘度而变得难以处理。如果聚合物是刚性或半刚性的，聚合物在纺丝原液中的优选浓度为高到足以形成液晶纺丝原液。优选的聚合物浓度为至少约7%（重量），更优选至少约10%（重量），最优选至少约14%（重量）。最高浓度基本上是由各种实际因素所限制的，如聚合物的溶解度以及已提到过的纺丝原液的粘度。由于这些限制因素，聚合物浓度极少超过30%（重量），常用的浓度不高于约20%（重量）。

适用的聚合物或共聚物及纺丝原液能用已知方法合成，如已在 Wolfe 等，美国专利 4,533,693 (August, 6, 1985); Sybert 等美国专利 4,772,678 (September, 20, 1988); Harris, 美国专利 4,847,350 (July 11, 1989); 和 Ledbetter 等, “An Integrated laboratory Process for Preparing Rigid Rod Fibers from The Monomers”, The Materials Science and Engineering of Rigid-Rod Polymers, P 253-64 (Materials Res. Soc. 1989) 中加以说明。总而言之，将适用的单体(AA-单体和 BB-单体或 AB-单体)在非氧化性、无水的酸溶液中，在非氧化性气氛下在强烈搅拌混合和高剪切条件下反应，反应温度逐步上升或成直线上升、由起始温度不超过约

120℃至最终温度至少190℃。适用的AA-单体的实例包括对苯二甲酸及其类似物。适用的BB-单体实例包括4,6-二氨基间苯二酚、2,5-二氨基氢醌、2,5-二氨基-1,4-二硫代苯及其类似物,它们通常以酸的盐形式储备。适用和AB-单体实例包括3-氨基-4-羟基苯甲酸、3-羟基-4-氨基苯甲酸、3-氨基-4-硫代苯甲酸、3-硫代-4-氨基苯甲酸及它们的类似物,它们通常以酸的盐形式储备。

纺丝纤维

为了制备聚吡啶纤维,将聚吡啶纺丝原液通过喷丝头进入气隙形成纺丝原液纤维。纺丝原液纤维穿过气隙被牵伸,并除去溶剂,优选的方法是将牵伸的纤维与不是作为聚合物溶剂的流体接触。如果需要,将纺丝纤维进行热定型以改善它们的拉伸模量。

为了获得纤维的最佳位伸和压缩性能,必须满足一个及可能两个(对高模量纤维)透明性条件。第一个条件是挤出的纺丝原液(未凝固的)纤维在气隙中必须是光学透明的。此时限定的“透明”的挤出的纺丝原液纤维是指挤出纺丝原液纤维后面的毛细孔模(capillary die)的边缘可透过实际纺丝原液纤维而易于观察到。长焦距显微镜如Questar长焦距显微镜或与它相当的装置能用于观察挤出的纺线原液纤维是否透明。在所要求的“透明”条件下纺丝原液纤维仅具有可见的浅琥珀色。具有非最佳拉伸和/或压缩性能的纤维,当其处在挤出的纺丝原液纤维阶段时将具有特征性“不透

明”外观。在挤出的纺丝原液纤维中所不希望的“不透明”状态也容易地从该纺丝原液纤维中所具有的特征的浅绿黄色中观察到。该浅绿黄色容易用肉眼看到。当用长焦距显微镜观察纤维,由于不透明状态,仅有很少或者没有光线透过纤维。

欲使纤维的模量性能尽可能高,纤维必须经过热定形。为了制造具有最佳模量性能的纤维,必须满足的第二个透明性条件(首先挤出的纺丝原液纤维是透明的)是纤维热定形后必须是透明的。热定形纤维的透明性意味着使用标准光学显微镜能很容易地观察到透过纤维的光线。已经观察到透明的热定形纤维仅稍有浅琥珀色。当在光学显微镜下观察到纤维外观有花斑纹深棕色斑点时,热定形纤维的不透明状态是明显的。

为了制造具有最佳拉伸和压缩性能的纤维,满足这些透明性标准的工艺条件将在后面作更详尽的讨论。

纤维可以由单丝或复丝生产线纺制。适用的单丝纤维纺制生产线例子已在 *J. F Wolfe* 的评述文章 p625 中叙述(见“*Polybenzothiazoles and Polybenzoxaxoles,*” *Encyclopedia of Polymer Science and Engineering*, 2nd ed., vol. 11, p601—635)。优选的纺丝设备包括具有一个或多个喷丝孔的喷丝头及推动纺丝原液通过喷孔的装置。当喷丝头含许多的喷丝孔时,优选的设备还包括喷丝模板(*Spin die*)以促使纺丝原液以大约相同的压力和流动速率流向每一喷丝孔。驱使纺丝原液流动的装置可以是,如

泵、活塞或单或多螺杆挤出机。喷丝孔的直径优选 0.013—0.038cm (5—15mils) 之间,更优选 0.018—0.023cm(7—9mils)之间,最优选为 0.020cm(8mils)。当纺丝原液通过喷丝孔时其剪切速率优选为约 1500—5000 秒⁻¹ 之间,更优选的范围大约 1500—2000 秒⁻¹ 之间,而最优选范围约 1700 秒⁻¹。

作为纺丝操作的准备,拉伸辊需预热使其达到热平衡,优选至少 1 小时。能在大约 100℃与大约 220℃之间的温度范围内纺制纤维,在该范围内纺出的纤维其直径变化的范围为正或负 15%。优选的温度范围为约 110℃—约 170℃之间,最优选的纺丝温度约 110℃。

纺丝原液纤维是由对聚吡啶纺丝原液施加压力让其通过喷丝头形成的。挤出的纺丝原液纤维穿过通称为“气隙”的空隙进行牵伸。在气隙中的气体可以是空气,但也可以是其它气体如氮、二氧化碳、氦或氩,气隙温度优选 0℃与 100℃之间。

纺丝牵伸比是纤维卷绕速度被纺丝原液的挤出速度相除所得之比率。纺丝牵伸比的范围在 10 与 60 之间。优选的纺丝牵伸比范围在 15 与 50 之间,最优选的纺丝牵伸比范围在 15 与 20 之间。

凝固是用来定义聚合物与其溶剂分离的概括性术语。一旦喷丝后,纺丝原液中的大部分溶剂必须在凝固浴或洗涤浴中或喷淋时除去。任何所用的凝固浴或洗涤浴/喷淋可包括水或水/酸混合物,优选的酸是磷酸,其浓度为 30%或更少。其它的供纤维凝固/洗

漆的介质包括有机溶剂如丙酮、甲醇或己腈。

纤维洗涤后进行干燥。纤维在热处理前应干燥到其残留含湿量为12%或更低。

如果需要，对纤维进行热处理可以增加纤维的模量。热处理（或如有时称作为热定形）优选是在含惰性气体，如氮气的炉子中进行。当纤维通过热定形部件时张力作用在纤维上。热定形可在300℃—600℃之间的任何温度下进行，优选的温度范围为400℃—550℃之间而最优选温度是450℃。热定形滞留时间取决于温度，温度越高所需时间越少。热定形滞留时间范围优选1至30秒。

在这些条件范围内所纺制的纤维成品（指经热处理后直径为12—35微米。已经发现纺丝牵伸比与一定的纤维直径相结合（见实施例1中表I）可使产生的挤出纺丝原液纤维或是不透明的或是透明的，并且纺丝牵伸比越高纤维的直径越小，挤出的纺丝原液纤维为透明的机会更大。如前所述，已发现挤出的纺丝原液纤维的透明性对于获得具有高物理性能的纤维是决定性的。可以认为透明性是分子“高度”有序或分子有序“增高”的象征。

物理性能及其测量

在纤维经热处理后，按下面方法测定其性能。

拉伸性能

单丝试样拉伸性能的获得是先将试样制成2.54cm(1英寸)长的样品(标准)装在纸板薄片上。测量单丝试样的平均直径后用装

有气动夹具的 Instron 4201 型试验机进行拉伸试验，十字头速度大约 $0.051\text{cm}/\text{min}$ 。纤维的平均拉伸强度优选至少为约 600ksi ($1\text{ksi}=1000\text{psi}$ (磅 / 每平方英寸)) / 4.14GPa 高度优选至少约 $800\text{ksi}/5.52\text{GPa}$ ，更高优选至少约 1000GPa ，最高优选至少约 $1200\text{ksi}/8.27\text{GPa}$ ，极高优选至少约 $1600\text{ksi}/11.03\text{GPa}$ 。纤维的平均拉伸模量优选的至少约 40msi ($1\text{msi}=1,000,000\text{psi}$) / 276GPa ，更优选的至少约 $50\text{msi}/345\text{GPa}$ ，最优选至少约 $57\text{msi}/393\text{GPa}$ 。

已经发现对给定的成品单丝直径来说，拉伸性能随纺丝温度降低而提高。这是部分地由于随温度降低所经受的熔融张力增加有关。挤出的纺丝原液纤维外观的透明性清楚地表明有足够高的熔融张力。

当纤维是在 110°C 温度下纺制时，纤维将得到最大的拉伸性能。

压缩性能

用三种方法来评价单丝纤维的压缩性能，3点压缩模量的测定、反弹试验和单纤维组合压缩试验。本发明采用了3点压缩模量试验。在实施例1中3点压缩模量测定报告是按照 Moalli 所述的方法 (J. E. Moalli and F. J. McGarry, MIT REPORT R90-4 September 1990) 在单丝上进行的。平均压缩强度优选至少约 $25\text{ksi}/0.172\text{GPa}$ ，更优选至少约 $55\text{ksi}/0.379\text{GPa}$ 。平均压缩模量优选至多约 $6,000,000\text{psi}/41\text{GPa}$ ，更优选至多约 $30,000,000\text{psi}/$

207GPa。

下面实施例仅作为说明的目的，不应将它们作为对本说明书或权利要求书的限制。除非另有说明，所有的份数和百分比都以重量计。

实施例 1

制备几份含 14% (重量) 的顺式一聚苯并噁唑在多磷酸中的纺丝原液试样 (PBO/PPA 纺丝原液)。这些 PBO/PPA 纺丝原液试样具有的特性粘度为 22dl/g—44dl/g 之间，优选的特性粘度约 33dl/g。这些制备的 PBO/PPA 纺丝原液试样储存在氮气吹扫过的手套式箱内。

作为纺丝操作的准备，将单丝流变仪的套筒预热到 150°C、110°C 或 100°C 并让其达到平衡至少 1 小时。将 14% PBO/PPA 纺丝原液迅速引入套筒中。在此所给的实施例中，PBO 纤维是在 150°C、110°C 或 100°C 下经过具有 1700 秒⁻¹ 剪切速率的 0.008"/8 mils/0.02cm 模具 (L/D=2) 挤出，纺丝牵伸比范围为 10—60。卷绕速度约 35m/min。这些工艺参数导致单丝的直径范围从 35μm 降至 12μm。纤维在大约 1.5 升水中凝固，并转移到洗涤浴或后续腐蚀浴 (staging bath) 中。纤维在洗涤浴 (H₂O) 中停留约 12 小时 (过夜)，然后通过有加热元件的氮气吹扫过的管式炉，在 450°C 下滞留约 10 秒。在热定形时在纤维上保持 20—30cN 的恒定张力。得到的纤维直径作为纺丝牵伸比 (SDR) 的函数列于表 1 中 (在表中所

列纤维是在 150°C 纺制的)。应当注意在实施例的条件下,发现挤出的纺丝原液纤维在 *SDR* 高于约 10 时由不透明向透明转变,且在 *SDR* 等于 15 或更高时纤维是完全透明的。

由本发明实施例所形成的单丝所得到的拉伸和压缩性能列于表 2-4 中。这些表中的单位转换为 $1\text{msi}=6.894\text{GPa}$ 及 $1\text{ksi}=0.006894\text{GPa}$ 。

表 1: 在纺丝温度 150°C 时纺丝牵伸比 (s d r)
与达到的单丝平均直径 (d i a) 比较

	s d r	直径 微米	纤维表现不透明(o), 转变(t), 透明(c)
1	0.4	38.5	o
2	1.1	49.0	o
3	2.2	40.6	o
4	3.7	44.4	o
5	4.3	32.7	o
6	4.6	29.3	o
7	5.0	20.0	o
8	6.9	23.6	o
9	8.4	25.6	o
10	10.2	20.8	t
11	10.5	21.4	t
12	11.4	24.1	t
13	11.6	21.3	t
14	13.4	20.2	t
15	15.4	19.0	c
16	17.0	17.4	c
17	18.7	18.3	c
18	20.0	15.1	c
19	20.0	16.8	c
20	20.3	15.4	c
21	20.6	16.3	c
22	25.7	15.0	c
23	38.9	13.9	c

表 2: 三种不同的纺丝温度下, 纤维直径与单丝的
拉伸模量比较

	纤维直径 (微米)	拉伸 模量 (msi) T=100°C*	拉伸 模量 (msi) T=110°C	拉伸 模量 (msi) T=150°C	纤维外观 不透明 (o), 转变(t), 透明 (c) Appearance of Fiber
1	29.16	33.0			o
2	31.36	31.5			o
3	38.44	20.0			o
4	40.96	17.5			o
5	43.56	15.8			o
6	49.0	12.9			o
7	50.41	11.9			o
8	16.0		55.7		c
9	16.81		47.4		c
10	17.64		48.8		c
11	20.25		38.7		c
12	24.01		25.8		o
13	25.0		24.0		o
14	29.16		21.1		o
15	31.36		16.7		o
16	31.36		18.7		o
17	12.96			32.0	c
18	12.96			35.1	c
19	13.69			31.7	c
20	13.69			32.6	c
21	14.44			28.4	c
22	14.44			28.6	c
23	15.21			27.6	c

* 在这一低工艺温度下, 纺丝原液纤维挤出物的粘度很高妨碍了纺丝原液纤维的充分定向以获得透明性/最佳性能。

表 3：三种不同纺丝温度下纤维直径与单丝拉伸强度比较

	直径 微米	拉伸 强度	拉伸 强度	拉伸 强度	纤维表观不透明 (o), 转变(t), 透明(c)
		(ksi) T=100°C*	(ksi) T=110°C	(ksi) T=150°C	
1	29.16	925			o
2	31.36	793			o
3	38.44	602			o
4	40.96	468			o
5	43.56	518			o
6	49.0	417			o
7	50.41	337			o
8	16.0		1563		c
9	16.81		1178		c
10	17.64		1257		c
11	20.25		1129		c
12	24.01		736		c
13	25.0		597		c
14	29.16		533		o
15	31.36		514		o
16	31.36		472		o
17	12.96			701	c
18	12.96			709	c
19	13.69			520	c
20	13.69			527	c
21	13.69			576	c
22	14.44			407	c
23	14.44			552	c
24	15.21			434	c

* 在这一低工艺温度下，纺丝原液纤维挤出物的粘度很高，妨碍了纺丝原液纤维的充分定向以获得透明性，虽然后挤压提供了充分的定向以便拉伸性能稍有增加。

表 4

纤维直径与压缩模量比较

	直径微米 (microns)	压缩模量 (msi)	纤维外观透明(c), 转变(t), 不透明(o)
1	11.000	33.000	c
2	12.000	12.000	c
3	12.000	35.000	c
4	13.000	10.000	c
5	13.000	11.000	T
6	13.000	23.000	c
7	14.000	3.000	T
8	14.000	16.000	c
9	14.000	18.000	c
10	15.000	3.000	T
11	15.000	4.000	T
12	15.000	6.000	T
13	16.000	3.000	o
14	18.000	4.000	o
15	21.000	9.000	T
16	22.000	1.000	o
17	22.000	2.000	o
18	22.000	3.000	o
19	22.000	9.000	T
20	23.000	4.000	o
21	23.000	8.000	o
22	24.000	5.000	o
23	25.000	5.000	o
24	25.000	1.000	o
25	26.000	5.000	o
26	26.000	5.000	o
27	27.000	5.000	o
28	28.000	2.000	o
29	28.000	4.000	o
30	29.000	1.000	o
31	33.000	4.000	o