NORGE [B] (11) **UTLEGNINGSSKRIFT** Nr. 129467

STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN

(51) Int. Cl. D 01 f 3/10

(52) Kl. 29b-3/20

(21) Patentsøknad nr. 170530
(22) Inngitt 14.11.1967
(23) Løpedag 14.11.1967
(41) Søknaden alment tilgjengelig fra 1.7.1968
(44) Søknaden utlagt og utlegningsskrift utgitt 16.4.1974

(30) Prioritet begjært fra: 15.11.-66 og 12.5.1967 USA, nr. 595563 og 637986

(71)(73) CHIMIOTEX S.A.,
3, Rue du Mont-Blanc,
Genève, Sveits.

(72) Nicolas Drisch, Avenue de Saxe,
Paris VII, Frankrike.

(74) Dr. ing. K. O. Berg.

(54) Regenererte cellulosefibre, -tråder og liknende av alkaliresistent type og en fremgangsmåte for fremstilling av disse.

Nærværende oppfinnelse vedrører nye alkaliresistente, regenererte cellulosefibre fra visköse opplösninger og vedrører spesielt nye regenererte celluloseenkeltfibre -fibre, -tråder -garn og -filmer av alkaliresistent type som har usedvanlige og uventede egenskaper, særlig följende:

a) en ny fibrillær ordning som skiller seg fra den hos andre kunstige fibre og som karakteriseres ved en "krysset" stilling av fibrillene som danner enkeltfibrene,

b) relativt höy strekkfasthet sammen med relativt höy bruddforlengelse,

c) et usedvanlig energinivå (som kommer til å defineres i det följende) og följelig en meget höy seighet,

d) usedvanlig tverrstyrke som uttrykkes ved höy maskeresistens og som karakteriseres ved höy motstand mot fibrillering.

Nærværende oppfinnelse vedrörer også en fremgangsmåte for fremstilling av den angitte, nye, regenererte celluloseenkeltfiber, hvilken kommer til å bli nærmere beskrevet i det følgende.

Vanlig regenererte celluloseenkeltfibre av alkaliresistent type oppnås, slik som det er velkjent, ved spinning av viskose som har et höyt γ-tall og en höy viskositet, og som inneholder cellulose av höy polymerisasjonsgrad i kalde bad med lav syrekonsentrasjon. De dannede fibre kan strekkes i luft og/eller i det förste badet, og de regenereres deretter i et annet, varmt, fortynnet syrebad. De ifölge fremgangsmåten av beskrevet art oppnådde fibre har fordelaktige egenskaper i sammenligning med cellulosefibre som regenereres på vanlig måte. De regenererte cellulosefibrene av alkaliresistent type har strekkfastheter i törr og våt tilstand som ligger langt over de for vanlige rayons. Forholdet mellom strekkfasthetene i våt og törr tilstand hos nå kjente, regenererte cellulosefibre av denne type går opp til 75-80%. Disse fibre har höy elastisitetsmodul i våt tilstand, hvilket gir de tilsvarende stoffer en usedvanlig dimensjonsstabilitet. Fibrene har dessuten en meget karakteristisk mikrofibrillær struktur, som bare ubetydelig påvirkes av 5% natriumhydroksydopplösninger, mens vanlige tekstilrayons og dekktråder av rayon med höy strekkfasthet, som behandles med en 5 % sodaopplösning under samme betingelser, blir sterkt beskadiget.

Uttrykket "alkaliresistent" anvendes her med henvisning til regenererte cellulosefibre med lavere forlengelse i våt tilstand enn 8% ved en belastning på 0,5 g/den. etter at de er behandlet med en 5 % natriumhydroksydopplösning ved 20°C i 15 minutter. Denne forlengelse måles på en eneste fiber og representerer i realiteten en elastisitetsmodul.

Uttrykket "fiber" som anvendes her, betyr ikke bare "fiber", men også "enkeltfiber" og andre formede gjenstander som opp-

nås fra viskose.

Alle de angitte egenskapene gir de ferdige gjenstander, som fremstilles fra regenererte cellulosefibre av alkaliresistent type, bemerkelsesverdige egenskaper, særlig dimensjonsstabilitet ved gjentatt vasking, merceriseringsresistens og en bedre evne enn gjennomsnittlig til å oppta harpiksappretering.

De sammenlignbare egenskaper hos regenerte cellulosefibre av alkaliresistent type, rayon med höy strekkfasthet for industriell anvendelse og vanlig tekstilrayon er beskrevet i flere artikler i litteraturen, f.eks. i Reyon Zellwolle 1959, bind 7, side 431-436 og i Svensk Papperstidning 1962, bind 4, side 118-121. Disse artikler beskriver forskjeller som skiller regenererte cellulosefibre av alkaliresistent type fra vanlige eller ordinære regenererte cellulosefibre. Regenererte cellulosefibre av alkaliresistent type står i realiteten i sin struktur nærmere bomull enn vanlig eller ordinær rayon.

Et stort antall fremgangsmåter er kjent for fremstilling av regenererte cellulosefibre av alkaliresistent type. Under den förste utviklingsperiode som strakk seg fra 1943 til 1959 ble en rekke pionerpatenter bevilget. Tross sine fordelaktige egenskaper har fibre som er fremstilt etter kjent teknikk, imidlertid fremdeles strekkfasthets- og forlengelsesegenskaper som er relativt utilstrekkelige for dagens krav i tekstilindustrien, og de viser også lav maske- og knutestrekkfasthet. Spesielt etter 1960 er derfor nye fremgangsmåter blitt utviklet, som gjör det mulig å forbedre disse fibres longitudinelle egenskaper uten å ofre tverregenskapene. Alternativt har disse fremgangsmåter gjort det mulig å oppnå höyere maskestrekkfastheter og större forlengelse uten noe tap av de opprinnelige strekkfasthetsegenskaper.

De fibre som oppnås ifölge de siste fremgangsmåter, har vanligvis höyere strekkfasthet, men deres forlengelse er i det vesentlige den samme, og deres tverregenskaper er ikke blitt vesentlig forbedret. Visse av de siste fremgangsmåtene base-

rer seg på tilsetning av formaldehyd til viskosen umiddelbart för spinningen eller til det fortynnede spinnebadet for dannelse av stabile xantatkompleks og for at det skal bli mulig å öke strekningen og orienteringen hos fibrene i gelformet tilstand. Det er kjent at spinning i nærvær av formaldehyd medförer visse meget alvorlige vanskeligheter, og följelig utnyttes disse kjente metoder ikke med hell kommersielt. Dessuten innebærer de kjente metoder ofte en meget höy aksiell orientering, og det er nödvendig å anvende svelningsbehandlinger i mellombad under spinningen eller etter spinningen for å forbedre fibrenes tverresistens. Svelningsbehandlingene utföres med opplösninger av natriumhydroksyd eller andre alkaliske midler, og de har den ulempe å gi uregelmessige resultater, hvilket derved alvorlig kompliserer den industrielle fremstilling av regenererte cellulosefibre av alkaliresistent type.

Hvis de mekaniske egenskapene hos fibre av alkaliresistent type, som er beskrevet og fremstilt på kjent måte, undersökes, viser det seg at fibrene kan inndeles i to grupper:

Gruppe I: Fibre med meget höy strekkfasthet og lav bruddforlengelse.

Disse fibre oppnås vanligvis ved fremgangsmåter ved hvilke spinningen utföres i nærvær av formaldehyd, og de har en strekkfasthet i törr tilstand på 4-10 g/den. og forlengelse i törr tilstand på 8-4 % (uttrykket "i törr tilstand" eller "törr", som ofte vil bli anvendt i det följende, betyr i kondisjonert tilstand). Fibrene har et overskudd av strekkfasthet som ikke tjener noe formål, men de har på den annen side utilstrekkelig forlengelse. De har dessuten lav maskestrekkfasthet og de fibrilleres lett.

Når disse fibre undersökes med vanlig röntgenteknikk, viser det seg at de har lav orienteringsvinkel (krystallittene er sterkt orientert i forhold til fibrenes akser) og en höy organiseringsgrad.

Gruppe II: Fibre som har relativt lav strekkfasthet og relativt höy bruddforlengelse.

Disse fibre har med andre ord en strekkfasthet i törr tilstand på 3,5 - 4,5 g/den. og tilsvarende forlengelse på 13 - 11 %. I den andre gruppe finnes også såkalte "forbedrete" fibre som har höyere strekkfasthetsverdier uten å ha tapt i forlengelse, da disse fibre har en törr strekkfasthet på 5 - 5,5 g/den., og forlengelsen forblir i det vesentlige den samme. Hele gruppen omfatter derfor fibre med en törr strekkfasthet på 3,5 - 5,5 g/den. og en törr forlengelse på 13 - 11 %. Deres tverrstrekkfasthet er, skjönt bedre enn den for fibrene i første gruppe, likevel ikke tilfredsstillende for kommersielle tekstilformål ved fremstilling av töyer med god totalopptreden med hensyn til anvendelsesegenskapene.

Når disse fibre undersökes ved vanlig röntgenteknikk, viser det seg at de har höyere orienteringsvinkel (krystallittene er mindre orientert i forhold til fibrenes akser) og en langt lavere organisasjonsgrad.

Ifölge den foreliggende, nye fremgangsmåte som kommer til å beskrives i det följende oppnås nye, regenererte, alkaliresistente cellulosefibre ifölge nærværende oppfinnelse, hvilke fibre har usedvanlige og uventede egenskaper som hittil ikke har kunnet oppnås hos kjente, regenererte cellulosefibre, slik som de som er omtalt i gruppene I og II.

Nærværende oppfinnelse vedrörer således en tredje gruppe av regenererte cellulosefibre av alkaliresistent type med en orienteringsvinkel på 35 - 47° og en organisasjonsgrad på 0,42 - 0,48.

Foreliggende regenererte cellulosefibre av alkaliresistent type har en helt ny struktur som kjennetegnes ved en krysset stilling hos fibrillene i forhold til fiberaksen. En regenerert cellulosefiber av alkaliresistent type har ifölge oppfinnelsen en törr strekkfasthet på 3,5 - 7 g/den., en törr for-

lengelse på 30 - 14 %, en våt strekkfasthet på 2,7 - 6 g/den., en våt forlengelse på 40 - 16 %, et arbeidsprodukt i tørr tilstand på 70 - 115 og et arbeidsprodukt i våt tilstand på 70 - 115. Foreliggende regenererte cellulosefiber av alkaliresistent type har foruten en tørr forlengelse på 30 - 14 % og en våt forlengelse på 40 - 16 %, hensiktsmessig en tørr maskestrekkfasthet på 1,2 - 2,1 g/den. Den er dessuten hensiktsmessig i det vesentlige ikke-fibrillær og har et vannfiltreringstall på 3 - 10. Ifölge nærværende oppfinnelse har en regenerert cellulosefiber av alkaliresistent type et fargningstall på ca. 1,15.

Nærværende oppfinnelse vedrörer også en acetylert cellulosefiber med en strekkfasthet i törr tilstand på 3 - 5 g/den., en strekkfasthet i våt tilstand på 2,3 - 3,6 g/den., en forlengelse i törr tilstand på 27 - 14 %, en forlengelse i våt tilstand på 38 - 17 %, en våtmodul på 1,6 - 0,6 % og en maskestrekkfasthet i törr tilstand på 1,9 - 0,8 g/den..

Oppfinnelsen beskrives nærmere under henvisning til vedlagte tegning, hvorved den uventede natur hos de foreliggende nye, regenererte cellulosefibre anskueliggjöres. Fig. 1 - 8 viser alle fibre av gruppe I, II og III av alkaliresistent type. Fig. 1 viser skjematisk et flow sheet som anskueliggjör foreliggende fremgangsmåte for fremstilling av de nye alkaliresistente fibre. Fig. 2 (A) anskueliggjör strukturen hos en vanlig, höyt orientert, regenerert cellulosefiber fra gruppe I (fiber A). Fig. 2 (B) viser strukturen hos en forbedret, regenerert cellulosefiber fra gruppe II (fiber C). Fig. 2 (C) viser den helt nye strukturen hos en fiber fra gruppe III ifölge nærværende oppfinnelse (fiber D). Fig. 2 (C') viser også den nye strukturen hos en annen fiber ifölge nærværende oppfinnelse, gruppe III (fiber E). Fig. 2 (C'') viser den nye struktur hos ytterligere en annen fiber ifölge nærværende oppfinnelse, gruppe III (fiber F). Fig 2 (D) viser strukturen for bomull. Fig. 3 viser et röntgendiagram som anskueliggjör diffraksjonsbuene hos fiber A i gruppe I (höyt orientert, regenerert cellulosefiber), for fiber C i gruppe II (for-

bedret, regenerert cellulosefiber) og for fibrene D, E og F i gruppe III (foreliggende nye, regenererte cellulosefibre). Fig. 4 viser intensitetskurver som oppnås ved forskjellige vinkler med et röntgengoniometer og anskueliggjör organisasjonsgraden for fiberen A i gruppe I, fiberen C i gruppe II og fiberen D i gruppe III. Fig. 5a og 5b viser spenningsforlengelseskurver i törr henholdsvis våt tilstand og anskueliggjör fordelene med de regenererte cellulosefibrene D, E og F ifölge nærværende oppfinnelse overfor slike regenererte cellulosefibre A, B og C av alkaliresistent type, som tidligere er fremstilt. Fig. 6 anskueliggjör våtmodulen for fibre som tidligere er fremstilt (gruppe I og II), av fibrene D, F og G ifölge nærværende oppfinnelse (gruppe III) og andre forskjellige typer av regenererte cellulosefibre etter behandling av alle disse fibre med 5 % natriumhydroksydopplösning. Fig. 7A og A' viser at ved kjente regenererte cellulosefibre fra gruppe I dannes tallrike fibriller etter 18 og 36 minutters kraftig malning i en blander. Fig. 7B og B' viser at med kjente, regenererte cellulosefibre fra gruppe II dannes fremdeles tallrike fibriller etter 18 og 36 minutters kraftig malning i en blander. Fig 7 (C) og (C') viser begynnende fibrillering hos de regenererte cellulosefibrene D ifölge nærværende oppfinnelse etter 18 minutters kraftig malning i en blander samt fibrilleringen av fibrene etter 36 minutters kraftig malning i en blandeanordning. Fig. 7 (D) og (D') og fig. 7 (E) og (E') viser at det skjer praktisk talt ikke noen fibrillering med fibrene E og F etter 18 og 36 minutters kraftig malning i en blandeanordning. Fig. 8 viser et diagram som anskueliggjör de forskjellige egenskaper hos stoffer som er fremstilt av regenererte cellulosefibre fra gruppene I, II, III og bomull, idet de er gitt en vaske- og anvendelsesappreteringsbehandling (wash and wear finishing treatment).

I fig. 2 (A), 2 (B), 2 (C) 2 (C'), 2 (C'') og 2 (D) sammenlignes foreliggende nye fibre med kjente fibre. Fig. 2 (A) viser at for vanlig, höyorientert fiber A i gruppe I er fibrillene i det vesentlige parallelle og tett passet mot hverandre og at denne struktur er ansvarlig for lav forlengelse, lav

elastisitetsmodul, lavt arbeid til brudd, höy tendens til fibrillering o.s.v..

Fig 2 (B) viser at for fiberen C i gruppe II er fibrillene ikke i det vesentlige parallelle og er uregelmessig anordnet over hele fiberens tverrsnitt.

Fig. 2 (C), 2 (C') og 2 (C'') viser den nye struktur hos fibrene D, E og F i gruppe III ifölge oppfinnelsen og spesielt den kryssede stilling hos fibrillene i forhold til fiberaksen. Denne struktur kjennetegnes ved en samling av perfekt veldefinerte fibriller, som er regelmessig anordnet over hele fiberens tverrsnitt, men er anordnet i vinkel i forhold til fiberaksene.

En slik makrostruktur frembringer en sammenfiltring av fibrillene, som sterkt öker de foreliggende fibres kohesjon.

Det er denne nye struktur som er ansvarlig for de overlegne og uventede egenskapene hos de foreliggende fibre D, E og F og spesielt for den relativt höye bruddforlengelse og den relativt höye strekkfasthet og derfor det betydelig forbedrete bruddarbeid. Denne nye struktur er også årsaken til den höye trekkstrekkfasthet i våt tilstand, den höye elastisitetsmodul i våt tilstand og den höye resistens mot fibrillering.

Fig. 2 (D) viser som sammenligning den kjente struktur hos bomullsfiberen med den skrueformede anordning av fibrillene i forhold til aksen. Det fremgår av fig. 2 (A), 2 (B), 2 (C), 2 (C'), 2 (C'') og 2 (D) at fibrillærstruktur hos fibrene i gruppe III ligger meget nærmere strukturen for bomull enn strukturen for fibrene i gruppe I og II ligger i forhold til bomull.

Fotografiene i fig. 2 (A), (B), (C), (C'), (C'') og (D) er tatt på fibre fra gruppene I, II, III og bomull, som er svellet i 70 % salpetersyre og deretter ubetydelig spaltet ved knusning.

Ifölge nærværende oppfinnelse har de nye fibrene en middel-orienteringsvinkel på 35 - 47°.

Orienteringsvinkelen kan defineres som middelvinkelen som stammer fra krystallittenes middelorientering i fibrillene og fra middelorienteringen av fibrillene i forhold til hverandre. Orienteringsvinkelen bestemmes vanligvis fra röntgendiagram ved analyse av kurvene som viser fordelingen av energi som brytes langs kurven 002. Denne orientering kan defineres spesielt av vinkelen 2α, idet α er halv-maksimumsvinkelen, d.v.s. vinkelen i grader av den målte interferensbuen ved halv maksimumsintensitet etter korreksjon for bakgrunnsintensiteten. Denne metoder er beskrevet f.eks. i "Physical Methods in Chemical Analysis" av W. G. Berl., bind 1, 1950, Acadimic Press, Incorporate Publishers New York.

Fibrene i gruppe III ifölge oppfinnelsen og fibrene i gruppene I og II ble undersökt ifölge den angitte metode, og röntgendiagrammene som ble oppnådd fra fibrene A og C i gruppe I og II og fibrene D, E og F i gruppe III vises på fig. 3. Fig. 3 viser at vinkelen for buen 002 öker i ordning fra fibre i gruppe I til fibre i gruppe III, idet åpningsvinklene x, y, z,z' og z'' (ikke vist) omtrent tilsvarer vinkel 2α.

Forskjellene i åpningsvinkler x, y, z, z' og z'' vises tydeligere når vinkelen 2α måles fra den fotometriske intensitetskurven for buen 002, idet α er vinkelen i grader for interferensbuen ved halv-maksimumsintensitet, slik som det er beskrevet. Intervallet for åpningsvinkler for fibrene i gruppene I, II og III vises i fölgende tabell.

Tabell 1

Regenererte, alkaliresistente cellulosefibre	Orienteringsvinkel
Gruppe I (inklusive fiber A)	20 - 25°
Gruppe II (" " C)	28 - 34°
Gruppe III (" " D,E og F)	35 - 47°

De angitte resultater viser tydelig at de nye fibrene i gruppe III har höyere orienteringsvinkel enn fibrene i gruppe I og II og at fibrillenes middelinklinasjon i forhold til fiberaksene derfor er höyere for fibrene i gruppe III. Dette fremgår klart av fig. 2 (A), (B), (C), (C'), (C'') og (D) som viser strukturen og spesielt fibrillinklinasjonen i fibrer fra gruppe I, II, III og bomull.

Foreliggende fibre har foruten en orienteringsvinkel over 35° også en organisasjonsgrad på ca. 0,42 - 0,48.

Organisasjonsgraden står i direkte forbindelse med summen av de krystallinske deler som utgjör fibrene, og den har forbindelse med det som også benevnes ordningsgrad. Det finnes ulike kjente metoder for måling av organisasjonsgraden hos tekstilmateriale. Bestemmelsen av organisasjonsgraden for fibrene i gruppe I, II og III ble utfört ifölge en metode av C. Legrand i "Bulletin de l'Institut Textile de France", nr. 125, juli-august 1966, side 519 - 53o.

Ved denne metode faller divergerende röntgenstråler, som fremstilles i et röntgenrör, på en pröve av ca. 350 mg komprimerte fibre (ved romtemperatur og romfuktighet), knyttet til en lengde på ca. 30 mikron og anbrakt med en tykkelse på ca. 2 mm på en rektangulær plate 24 x 13 mm på et roterende plan i sentrum av et goniometer.

Fokusering frembringes på en sliss av den goniometriske sirkel, bak hvilken det er anordnet et målehode, idet både slissen og

målehodet beveger seg langs den goniometriske sirkel med en vinkelhastighet som er to ganger den for det roterende plan som bærer pröven av skårne fibre.

Organisasjonsgraden beregnes bare i området for maksimal intensitet hos de oppnådde kurver, d.v.s. ved vinkelen 2α 14 - 26° tilsvarende de krystallinske soner $1\bar{0}1$ og 002. Disse kurver vises på fig. 4. Et omtrentlig mål på organisasjonsgraden oppnås fra forholdet $\frac{C}{C+D}$, idet C er overflaten som tilsvarer de krystallinske sonene og D overflaten som tilsvarer den amorfe sonen. Foreliggende nye fibre sammenlignes i tabell 2 med kjente fibre.

Tabell 2

Regenererte, alkaliresistente cellulosefibre	Orienteringsgrad
Gruppe I (inklusive fiber A)	0,42 - 0,47
Gruppe II (" " C)	0,40 - 0,42
Gruppe III (" " D,E og F)	0,42 - 0,48

Disse resultater viser at fibrene D, E og F har en organisasjonsgrad som er höyere enn den for fiberen C og omtrent lik den for fiberen A. Disse resultater viser dessuten at fibrene D, E og F til tross for deres lave orientering (og höyere orienteringsvinkel) fremdeles har en höy organisasjonsgrad som er sammenlignbar med den for fiberen A. Disse resultater fremgår klarere fra tabell 3, i hvilken målinger er sammenfattet både av orienteringsvinkelen og av organisasjonsgraden, som er vist i tabell 1 og tabell 2.

Tabell 3

	Orienterings-vinkel	Organi-sasjons-grad
Gruppe I (inklusive fiber A)	20 - 25°	0,42-0,47
Gruppe II (inklusive fiber C)	28 - 34°	0,40-0,42
Gruppe III (inklusive fibrene D,E og F)	35 - 47°	0,42-0,48

Alkaliresistente fibre, som ble fremstilt för nærværende oppfinnelse, hadde enten höy organisasjonsgrad på bekostning av orienteringsvinkelen, slik som det fremgår av fiber A i gruppe I, eller höyere orienteringsvinkel på bekostning av organisasjonsgraden, slik som det fremgår av fiber C i gruppe II. För nærværende oppfinnelse, d.v.s. utviklingen av fibrene D, E og F, var det umulig samtidig å kombinere begge egenskaper ved deres höyeste verdier i samme fiber. Alle de betydningsfulle egenskapene hos regenererte cellulosefibre, f.eks. strekkfasthet, forlengelsesmodul, bruddarbeid, fibrilleringsresistens, maskestrekkfasthet, resistens mot sterke alkalier, fargestoffsaffinitet etc. beror i virkeligheten enten på organisasjonsgraden eller på orienteringsvinkelen eller på begge deler samtidig. Veldefinerte fibriller med höy organisasjonsgrad, som også er sterkt hellende i forhold til fiberaksene, synes å være den grunnleggende årsaken til de höyere mekaniske og teknologiske egenskapene hos foreliggende nye fibre.

Fig. 5a og 5b viser spennings-forlengelseskurver som anskueliggjör fordelene med foreliggende fibre overfor kjente fibre. Fig. 5a angir nærmere bestemt törrforlengelseskurver. Fig. 5b angir nærmere bestemt våtforlengelseskurver.

Forliggende fibre som har en trekk-strekkfasthet i törr tilstand på minst ca. 3,5 g/den. og samtidig en forlengelse i törr tilstand på minst 14 %, sammenlignes i tabell 4 med kjente fibre.

12 167

Tabell 4

Alkaliresistente fibre	Törr strekkfasthet g/den.	Törr forlengelse %
Gruppe I		
Fibre med meget höy strekkfasthet og meget lav forlengelse	4 - 10	8 - 4
Gruppe II		
Fibre med lav strekkfasthet og höyere forlengelse	3,5 - 5,5	13 - 11
Gruppe III		
Fibre ifölge oppfinnelsen	3,5 - 7	30 - 14

Tabell 4 viser at foreliggende fibre kan fremstilles i forskjellige intervaller av strekkfasthet og forlengelse. Törrstrekkfastheten kan stige fra 3,5 til 7 g/den., mens den tilsvarende törrforlengelse minsker fra 30 til 14 %. Dette kombinerte nivå av törrstrekkfasthet og törrforlengelse for foreliggende fibre (gruppe III) er meget höyere, slik som det vil bli vist, enn for fibre i gruppene I og II.

Med hensyn til den höye våtstrekkfastheten og våtforlengelsen hos fibre som er fremstilt ifölge nærværende oppfinnelse, henvises det til tabell 5, hvor foreliggende fibre sammenlignes med kjente fibre.

Tabell 5

Alkaliresistente fibre	Våt strekkfasthet g/den.	Våt forlengelse %
Gruppe I		
Fibre med meget höy strekkfasthet og meget lav forlengelse	3 - 8,6	9,6 - 5
Gruppe II		
Fibre med lavere strekkfasthet og höyere forlengelse	2,2 - 4,7	16 - 7
Gruppe III		
Fibre ifölge oppfinnelsen	2,7 - 6	40 - 16

Tabell 5 viser at våtstrekkfastheten hos foreliggende fibre kan stige fra 2,7 til 6 g/den., mens den tilsvarende våtforlengelse minsker fra 40 til 16 %. Dette kombinerte nivå for våtstrekkfasthet og våtforlengelse for foreliggende fibre (gruppe III) er meget höyere, slik som det vil bli vist, enn for fibre i gruppene I og II.

"Bruddarbeidet" for tekstilfibre er et ytterst betydningsfullt parameter fra industrielt synspunkt, og det er meget mer representativt enn de enkelte faktorene bruddgrense eller bruddforlengelse, fordi "bruddarbeidet" betegner det arbeid som kan utföres av fiberen, de påkjenninger som den kan motstå under sin passasje gjennom tekstilmaskinen og dens motstand mot å utmattes og slites.

Bruddarbeidet for tekstilfibre er en funksjon av området som dekkes av belastnings-forlengelsesdiagrammet. Ettersom spenningsforlengelseskurvene har form som en meget utplattet S eller en utplattet bue, kan nevnte område vanligvis likestilles med rettvinklete triangler, og derfor er området omtrent halve produktet av spenningen multiplisert med forlengelsen. Spenningen multiplisert med forlengelsen er derfor proporsjonelt et omtrentlig mål på bruddarbeidet. Når våt- henholdsvis törrspenningen i g/den. multipliseres med våt- henholdsvis törrforlengelsesprosenten for foreliggende fibre, oppnås et tall som benevnes "arbeidsprodukt", som strekker seg fra ca. 70 til ca. 115 i områder for törr strekkholdfasthet på ca. 3,5 - 7 g/den. og områder for törr forlengelse på ca. 30 - 14 %, som er spesielt verdifullt for kommersiell tekstilanvendelse.

I tabell 6 sammenlignes arbeidsproduktverdiene i törr og våt tilstand for fiberen A i gruppe I, fiberen B i gruppe II (normal), fiberen C i gruppe II (forbedret) og de nye fibrene D, E og F i gruppe III (ifölge oppfinnelsen).

Tabell 6

	Arbeids-produkt i törr til-stand	Arbeids-produkt i våt til-stand
Gruppe I		
Vanligvis	30 - 90	20 - 77
Fiber A	42	39
Gruppe II		
Vanligvis	45 - 75	30 - 70
Fiber B (gruppe II normal)	45,5	39
Fiber C (gruppe II forbedret)	67	58
Gruppe III (fibre ifölge nårværende oppfinnelse		
Vanligvis	70 - 115	70 - 115
Fiber D	102	90,5
Fiber E	91	92
Fiber F	114	112

Det fremgår av fig. 5a og 5b at områdene som begrenses av kurvene, av x-aksene og av normaler fra kurvenes ender til x-aksene er meget större for fibrene D, E og F ifölge oppfinnelsen enn for de kjente fibrene A, B og C.

Tabell 6 viser også at foreliggende fibre har et arbeidsprodukt som er meget höyt i sammenligning med kjente alkaliresistente fibre såvel i törr som i våt tilstand.

Det bör dessuten fremholdes at foreliggende fibre også i det allerede kjente intervallet for arbeidsproduktet har strekkfasthets- og forlengelsesegenskaper i et helt nytt og meget mer fordelaktig område som er ukjent for kjente fibre.

Fig. 6 viser våtforlengelsen ved en belastning på 0,5 g/den. for fibrene D, G og F ifölge oppfinnelsen (gruppe III) etter

behandling med en 5 % natriumhydroksydopplösning ved 20°C i 15 minutter. Denne våtforlengelse betraktes vanligvis som en "elastisitetsmodul".

Fig. 6 viser også våtforlengelsen ved en belastning på 0,5 g/den. for fiber A i gruppe I, fiber C i gruppe II og for en rayonfiber for dekk og for en såkalt fiber med höy våtmodul (H W M) etter behandling med en 5 % natriumhydroksydopplösning ved 20°C i 15 minutter.

Fig. 6 viser en våt elastisitetsmodul (etter behandling med en 5 % natriumhydroksydopplösning) på 7 for fiberen F, på 5,5 for fiberen G og på 3,2 for fiberen D, alle fra gruppe III, og en våt elastisitetsmodul på 2,5 for en fiber fra gruppe I og på 5 for en fiber fra gruppe II normal.

Følgelig er det tydelig at alle alkaliresistente fibre fra gruppene I, II og III har en relativt höy elastisitetsmodul, som alltid er lavere enn 8, mens en rayonfiber for dekk har en modul på 20 og en såkalt H W M - fiber en modul på ca. 15, d.v.s. en meget lav elastisitetsmodul. Tilsvarende modul for en vanlig rayonfiber er til og med höyere enn 20.

Andre usedvanlige egenskaper hos foreliggende fibre er maskestrekkfastheten, som i kondisjonert tilstand er over 1,2 g/den. og i allminnelighet ca. 1,2 - 2,1 g/den..

At foreliggende fibre samtidig i kondisjonert tilstand har en maskestrekkfasthet på 1,2 - 2,1 g/den. og en töyning på 14 - 30 % er dessuten en av de mest spesielle egenskapene for foreliggende fibre.

Maskestrekkfastheten i g/den. i kondisjonert tilstand for fibrene i gruppene I, II og III vises i följende tabell.

Tabell 7

Alkaliresistente fibre	Maskestrekkfasthet
Gruppe I (fiber A)	0,8
Gruppe II (fiber C)	0,9 - 1,1
Gruppe III (fiber D)	1,4
(fiber E)	1,7
(fiber F)	2,1

Det er derfor i höy grad uventet at foreliggende fibre kunne ha en utmerket maskestrekkfasthet og god forlengelse og samtidig en höy organisasjonsgrad.

De her angitte maskestrekkfastheter beregnes fra forholdet:

$$\frac{\text{spenning ved brudd av masken (g)}}{2 \times \text{titer (den.)}}$$

og ikke slik som det av og til angis i litteraturen, fra forholdet:

$$\frac{\text{spenning ved brudd av masken (g)}}{\text{titer (den.)}}$$

Fibrilleringstendensen ble undersökt ved at en blanding av 2 g produkt og 200 cm^3 vann ble utsatt for kraftig malning i en blander, "Knapp Monarch", forsynt med en roterende skovl, som roterte med 12 000 omdreininger/minutt. 18 minutters behandling i blanderen forårsaker en viss begynnende fibrillering på foreliggende fiber D, slik som det vises i fig. 7C, og ingen fibrillering av fibrene E og F, slik som det vises i fig. 7 D og 7 E, mens kjente alkaliresistente fibre viser tallrike fibriller, slik som det klart vises i fig. 7 A og 7 B. Hvis behandlingstiden fordobles, d.v.s. ökes fra 18 til 36 minutter, fremgår det av fig. 7 C' at en del av den foreliggende fiber D oppviser noen lengre fibriller og av fig. 7 D' og 7 E' at fibrene E og F praktisk talt ikke i det hele tatt er fibrillert, mens fibrilleringen på alkalireistente, kjente fibre er meget utpreget, slik som det tydelig fremgår av fig. 7A' og 7 B'.

Fibrilleringsresistensen kan vurderes nöyaktigere ved bestemmelse av "vannfiltreringstallet" for alkaliresistente fibre, som er blitt underkastet kraftig malning, ifölge en metode som beskrives av Battista, Howsmon og Coppick i "Industrial and Engineering Chemistry, bind 45, side 2107, september 1953.

Ved utförelsen av denne metode filtteres en dispersjon av 4 g malte fibre i 180 cm^3 vann under vakuum på et sintrert glassfilter med en diameter på 32 mm. En kake av malte fibre dannes på overflaten av glassfilteret, og en ytterligere mengde av 100 cm^3 vann helles over kaken av malte fibre og filtreres under vakuum. Vannfiltreringstallet er tiden i sekunder som kreves for disse 100 cm^3 vann for å filtrere fullstendig gjennom kaken av malte fibre. Vannet filtrerer langsommere når fibrene er mer fibrillerte. Vannfiltreringstallet som oppnås fra fibre fra gruppe I, II og III, vises i tabell 8.

Tabell 8

Alkaliresistente fibre	Vannfiltreringstall
Gruppe I (fiber A)	70
Gruppe II (fiber C)	20
Gruppe III (fiber D)	8 - 10
(fiber E)	5 - 6
(fiber F)	< 4

Foreliggende regenererte cellulosefibre har foruten en orienteringsvinkel på over 35° og en organisasjonsgrad på 0,42 - 0,48 også et fargningstall på ca. 1,15.

Vanligvis er fargningstallet vektforholdet av fargestoff som fikseres på fibre som er neddyppet i ca. 30 minutter i et bad som inneholder "Chlorantine Light Green 5 BLL", (C.I. Direct Green 27), under gitte betingelser som angis i det følgende:

Forholdet fiber/bad	1/75 (vektforholdet mellom fiber og bad)
Konsentrasjon av fargestoff	1,5 % i forhold til fibrenes vekt
Elektrolyttkonsentrasjon Na_2SO_4	50 % i forhold til fibrenes vekt
Temperatur	80°C

Fargetallet uttrykkes av vektforholdet:

$$\frac{\text{Fargestoff opptatt av fibrene}}{\text{Fargestoff opprinnelig tilstede i badet}} \quad \text{(uttrykt i \%)}$$

Følgende tabell angir prosentandelen av fargestoff som opptas av fibre fra gruppe I, II og III ved forskjellige tider opp til 5 timer:

Tabell 9

Fargningstid	% Fargestoff fiksert på fibrene		
	Gruppe I	Gruppe II	Gruppe III (fiber D, E og F)
5 minutter	0,21	0,8	0,9 - 1
15 "	0,36	1	1,1 - 1,2
30 " (fargningstall)	0,50	1,10	1,15
1 time	0,80	1,18	1,25 - 1,30
2 timer	1,05	1,30	1,30
5 "	1,3	1,38	1,35

Tabell 9 viser at fargningstallet for fibre fra gruppe III er meget höyere enn fargningstallet for fibre fra gruppe I, mens det er nesten lik fargningstallet for fibre fra gruppe II. For lengre fargningstider blir, slik som det er kjent, forskjellene mindre og forsvinner til slutt nesten fullstendig etter ca. 5 timer. Etter 5 minutters fargningstid, en meget kort tid, er derimot forskjellene mer utpregete. Etter ca. 30 minutter, som nærmer seg fargningstiden i industriell målestokk, viser imidlertid fibre fra gruppe III et spesifikt höyere fargningstall

enn det som oppvises av fibrene i gruppe I. Selvom fibre fra gruppe II oppviser et fargningstall etter 30 minutter på 1,10 har disse fibre lavere orienteringsvinkel, lavere organisasjonsgrad og følgelig dårligere mekaniske egenskaper enn fibre fra gruppe III.

Foreliggende fibre kan opparbeides til stoffer som har en usedvanlig evne til å gjennomgå vaskings- og slitasjebehandlinger. Garn med metrisk nr. 70 og snodd med 830 omdreininger/meter ble fremstilt fra 1,5 den. fibre fra gruppe I, II og III (fiber D), skåret til en lengde på 40 mm, og fra bomull. De mekaniske egenskaper hos de spundne garn som ble oppnådd, gjengis i tabell 10.

Tabell 10

Egenskaper hos garn med metrisk nr. 70

	Gruppe I	Gruppe II (forbedret)	Gruppe III (nærværende oppfinnelse) (fiber D)	Bomullsgarn
+RKm, kondisjonert	18,9	19,1	27,5	14,1
RKm, våt	14,6	14,8	22,3	17,9
Forlengelse, kondisjonert	7,7	8	9,9	6,8
Forlengelse, våt	7,8	9	12,5	7,7
Lea-Test	2 900	2 800	3 980	2 220

+Slitelengde i km.

Poplinstoffer ble vevet av de beskrevne spundne garn, og stoffene ble deretter utsatt for en permanentpressbehandling (Koratrontype), hvoretter stoffene oppviste de i tabell 11 gjengitte egenskaper.

129467

Tabell 11

	Gruppe I	Gruppe II (forbedret)	Gruppe III (nærværende oppfinnelse) (fiber D)	Bomull
Flatevekt, g/m^2	112	113	112	111
Trådantall/cm	47 x 28	47 x 28	47 x 28	47 x 28
Vaskings- og slitasjetall+	3 - 4	3 - 4	3 - 4	3 - 4
Kondisjonert strekkfasthet: innslag, kp	28	28	38	18
Rivstyrke, innslag, kp	1,1	1,3	1,9	0,4
Slitasjesykler, Stoll-flex	130	110	275	180

+Monsanto-metoden - AATCC - 1965 - nr. 88A 1964P.

De i tabll 11 viste resultater, spesielt kondisjonert strekkfasthet, rivstyrke og slitasje, betones ytterligere ved anskueliggjörelse av resultatene fra tabell 11 i fig. 8. Det fremgår av fig. 8 at foreliggende stoff som er fremstilt fra fiber D fra gruppe III, oppviser en uventet evne til å motstå vaskings- og slitasjebehandlinger i sammenligning med stoffer som er fremstilt fra fibre fra gruppene I, II og bomull.

Et garn med metrisk nr. 50 og snodd med 760 omdreininger/meter ble dessuten fremstilt fra en 3 den. fiber F fra gruppe III, og skåret til en lengde på 40 mm.

De mekaniske egenskaper hos de erholdte spundne garn vises i tabell 12.

Tabell 12

RKm, kondisjonert	16,1
RKm, våt	12,9
Forlengelse, kondisjonert	12,6
Forlengelse, våt	17,6
Lea-test	2.500

Tabell 12 viser at spundne garn av fiberen F har meget verdifulle egenskaper for tekstilområdet, spesielt når høy forlengelse kreves sammen med relativt høy strekkfasthet.

Garn med metrisk nr. 30 ble fremstilt av de 2,2 den. acetylerte fibre D' (som skal beskrives senere i eksempel 17), og skåret til en lengde på 40 mm.

De mekaniske egenskaper hos erholdte spundne garn vises i tabell 13 og sammenlignes med egenskapene hos tilsvarende spundne garn av den likeledes i eksempel 17 beskrevne triacetatfiber.

Tabell 13

Egenskaper hos garn med metrisk nr. 30

	Av fiber D'	Av triacetat
RKm, kondisjonert	15,1	6,4
RKm, våt	12,4	4,1
Forlengelse, kondisjonert, %	9,4	13
Forlengelse, våt %	11,7	21,3
Lea-test	2.438	928

Plane stoffer ble vevet av de beskrevne 30/2 garn, hvorved stoffene oppviste de i tabell 14 angitte egenskaper

Tabell 14

	ifölge nærværende oppfinnelse, acetylert fiber D'	Triacetat-fiber
Flatevekt, g/m^2	199	193
Trådantall/cm	18 x 13	18 x 12
Kondisjonert strekkfasthet, innslag, kp	85	31
Kondisjonert forlengelse, innslag, %	14	17,8
Vaskings- og slitasjetall (Monsanto-metoden, tabell 11)	4 - 5	5
Slitasjesyklus til varpbrudd, Stoll-flex (under standardvekt)	450 - 500	100

Det fremgår av tabell 14 at stoffer av foreliggende acetylerte fibre har overlegne generelle egenskaper i sammenligning med tilsvarende stoffer fra vanlige triacetatfibre.

En fremgangsmåte kommer nå til å beskrives for fremstilling av foreliggende alkaliresistente fibre.

Foreliggende fremgangsmåte for fremstilling av de alkaliresistente fibre innebærer at viskose, som inneholder cellulose hvis DP er minst 400 og har et γ-tall mellom 60 og 100 og större viskositet enn 300 P, spinnes ut i et fortynnet syrespinnebad som inneholder mindre enn 25 g/liter svovelsyre, og natriumsulfat og sinksulfat i en mengde på höyst 2 g/liter ved en temperatur under 40°C for dannelse av gelfibre med et större γ-tall enn 45, når fibrene er kommet ut fra det fortynnete spinnebad.

Fremgangsmåten karakteriseres ved at gelfibrene utsettes for en förste strekning på 30-80 % utenfor badet og samtidig utsettes for en utpresningsvirkning for å fjerne det vedheftende

syrebad, at gelfibrene deretter utsettes for en andre strekning, for et avspenningstrinn og endelig for en fiksering, hvorved γ-tallet (γ_1) hos de på denne måte strukne og avtrukne gelfibre er mellom 28 og 40, at deres svellingstall (G) er mellom 5 og 8 og at syrekonsentrasjonen (a) hos væsken, som er trukket av fra geltrådene ved slutten av strekningen og presningen, er mellom 6 og 9,5 g/liter, hvorved γ-tallet (γ_1), svellingstallet (G) og syrekonsentrasjonen (a) har et slikt gjensidig forhold som fremgår av formelen

$$18 < [\gamma_1 - \frac{a\ (G - 1)}{3}] < 28.$$

Det følgende er typisk for den nye kombinasjon av trinn og betingelser ved den foreliggende fremgangsmåte:

1. En viskose med et γ-tall mellom 60 og 100, större viskositet enn 300 P, fortrinnsvis mer enn 500 P, som inneholder en cellulose hvis DP er over 400.

2. Et fortynnet syrebad med en temperatur under 40°C som inneholder mindre enn 25 g/liter svovelsyre, natriumsulfat og små mengder sinksulfat, f.eks. mindre enn 2 g/liter. Ved tiden for spinningen bör badet ikke spalte mer enn 40 % av xantatgruppene, som fra begynnelsen finnes i viskosen.

3. En vertikal eller horisontal spinneanordning med eller uten rör kan med fordel anvendes, f.eks. den i det amerikanske patentskrift nr. 3.139.467 beskrevne anordning, hvorved vertikalt spundne fibre som er for svake til å være selvbærende, understöttes fra utgangen fra badet av en partielt nedsenket valse, på hvilken fibrene innkommer tangensielt.

4. En foranstaltning som er et av de vesentlige kjennetegn for fremgangsmåten for fremstilling av foreliggende nye, alkaliresistente fibre, er dannelsen av en gel som samtidig oppviser meget nöyaktige fysikalske og kjemiske egenskaper (uttrykket "gel" er her tilsiktet å definere nyspundne fibre i en tilstand av partiell regenerering).

Disse egenskaper er: γ-tall, aciditet og svelning og må ligge innenfor et spesifikt intervall. Hver og en av disse egenskaper må dessuten ha en spesifikk verdi i sitt eget intervall, slik at de angitte resultater kan oppnås. Det må med andre ord finnes en gjensidig avhengighet mellom disse tre parametre, og en eventuell variasjon av et av parametrene i dets eget intervall påvirker umiddelbart de andre parametrene. Hvis disse betingelser ikke iakttas, kommer bare alkaliresistente fibre av middels kvalitet til å oppnås med et arbeidsprodukt som f. eks. kan være 30 % lavere. Gelen oppnås ved at de nyspundne fibre ved utgangen fra det förste fortynnede badet og mens de har et γ-tall >45, utsettes for en friksjonsstrekning på faste styreorganer, som frembringer en hurtig fjerning av syren som impregnerer fibrene. På dette tidspunkt må fibrene (helt enkelt betegnet med uttrykket "gelen") ha följende egenskaper:

a) Gelen må inneholde et cellulosexantat med et spesifikt γ-tall, hvis γ_1-verdi ligger mellom 28-40, fortrinnsvis mellom 32 og 36, d.v.s.

$$(1) \qquad 28 < \gamma_1 < 40$$

(γ-tallet betegner somkjent antallet CS_2-molekyler bundet til 100 glukoseenheter).

b) Gelen må ha en lav svelningsgrad (nær grensesvelningsgraden) for å ha en homogen sammensetning. Den bör ha en svelningsgrad G mellom 5 og 8, fortrinnsvis av störrelsesordenen 6, d.v.s.

$$(2) \qquad 5 < G < 8$$

(gelsvelningen betegner i virkeligheten forholdet mellom vekten av sentrifugert gel (G = 300) og vekten av cellulose i gelen).

c) Væsken som impregnerer gelen, bör ha en syrekonsentrasjon a i g/liter mellom 6 og 9,5, fortrinnsvis mellom 7,5 og 8, d.v.s.

$$(3) \qquad 6 < a < 9,5.$$

5. En annen ny foranstaltning i foreliggende fremgangsmåte for fremstilling av de nye, alkaliresistente fibre er strekning av de erholdte fibre i luft. Denne strekning som er av störrelses-

orden 0-100 %, ledsages av mer eller mindre betydningsfull oppvarmning av gelen, og det skjer i dette trinn en spaltning av en del av de gjenværende xantatgruppene under innvirkning av syren som finnes i væsken som impregnerer gelen.

Denne andre strekning gjör det mulig å fremstille alkaliresistente fibre med mekaniske egenskaper som varierer i stor utstrekning og f.eks. strekker seg fra 2,7 til 6 g/den. for strekkfastheten i våt tilstand og fra 40 til 16% for tilsvarend forlengelse.

Men alle de erholdte fibre har uavhengig av betydningen av den andre strekningen samme strukturtype og holder et höyt arbeidsprodukt. Dette betoner den langtgående betydningen av den foreliggende nye fremgangsmåte.

6. Av betydning ved foreliggende fremgangsmåte er dessuten at fibrene i geltilstand etter strekningen i luft har et gjenværende γ-tall, γ_2, mellom 18 og 28, fortrinnsvis mellom 21 og 25, d.v.s.

$$(4) \qquad 18 < \gamma_2 < 28$$

Det er betydningsfullt at mengden av fri syre i gelen er utilstrekkelig til å frembringe fullstendig spaltning av cellulosexantatet i strekningsöyeblikket.

En stökiometrisk beregning gjör det mulig med en tilstrekkelig presisjon å fastslå at:

$$(5) \qquad \gamma_2 = \gamma_1 - \frac{a(G - 1)}{3}$$

Da γ_2 må ligge mellom 18 og 28 ifölge formel (4), må

$$(6) \qquad 18 < \left[\gamma_1 - \frac{a(G - 1)}{3}\right] < 28$$

Formel (6) uttrykker en annen vesentlig betingelse ifölge oppfinnelsen. Med andre ord må γ_1, G og a ikke bare tilfredsstille formlene (1), (2) og (3), men også formel (6).

Hvis γ_1 = 35, G = 6 og a = 7,5, gir således formel (5) γ_2 = 22,5, som ligger godt innen intervallet 18 - 28. De nödvendige prosessbetingelser vil bli oppnådd.

Hvis på den annen side γ_1 = 29, G = 7 og a = 8, gir formel (5) γ_2 = 13. Dette oppfyller ikke prosessbetingelsene, fordi formel (6) ikke oppfylles.

Det er derfor klart at det må finnes en viss likevekt mellom γ_1, γ_2, a og G hvis formel (6) skal verifiseres. Når f.eks. γ_1 ökes, må a eller G eller både a og G ökes, slik at γ_2 vil forbli ved den önskede verdi.

7. En ytterligere foranstaltning ved fremgangsmåten for fremstilling av foreliggende nye fibre er avspenningen av fibrene i et bad, som inneholder mindre enn 2 g/liter svovelsyre.

Denne avspenning utföres i et fortynnet syrebad, hvis temperatur ligger mellom 20 og 80°C. Denne avspenning forbedrer ytterligere de usedvanlige tverregenskapene hos initialfibrene i geltilstand med bestemt γ-tall, aciditet og svelningsgrad, og den gir opphav til en höy maskestrekkfasthet og en usedvanlig fibrilleringsresistent hos fibrene. Denne avspenning bör varieres etter de fysisk-mekaniske egenskaper som önskes hos de ifölge oppfinnelsen fremstilte fibre.

Avspenningen bör være ca. 8 - 20 %. Etter avspenningen kommer γ-tallet hos fibrene til å ligge mellom 14 og 6. Regenerering av fibrene utföres til slutt i et tredje bad som inneholder en fortynnet, varm syre.

Oppfinnelsen beskrives nærmere i de fölgende eksempler.

EKSEMPEL 1

En sulfatmasse med en DP på 760 - 780 og som inneholder 98 % α-cellulose, ble dyppet ned i en 240 g/liter natriumhydroksyd-opplösning ved 18°C i 30 minutter og deretter presset til et forhold på 2,87 i relasjon til α-cellulosen. Den på denne måte dannete alkalicellulosen ble deretter revet i en Werner-kvern i 45 minutter og eldet ved 32°C i 4 - 5 timer. Denne alkali-cellulose ble deretter xantogenert med 55 % karbondisulfid (i forhold til α-cellulosen) i en barett ved 22°C i 5 timer, og det resulterende cellulosexantat ble deretter innfört i en blander med vann og en natriumhydroksydopplösning for overfö-ring til en viskose som inneholder 5,5 % cellulose med DP = 600 og 3,4 % natriumhydroksyd, med en viskositet mellom 550 og 600 P og et γ-tall på 76 i den ferdige opplösning. Denne viskose inneholdt dessuten 25 ppm glukonsyre (et kompleksdan-nende middel) og 0,1 % av et skumdempende middel, slik som isodekanol.

Denne viskose ble spunnet i et förste bad som inneholdt 15 g/liter svovelsyre, 52 g/liter natriumsulfat, 0,3 g/liter sink-sulfat og 0,03 g/liter av et anionisk middel (natriumalkylaryl-sulfonat, som gir en overflatespenning på 32 dyn/cm^2 til ba-det) ved en temperatur på 25°C under anvendelse av et spinne-munnstykke med 6 600 huller med diameter 0,07 mm. Fibrene ble spunnet vertikalt uten rör, brakt til å passere gjennom badet i en lengde på 20 cm og ble opptatt ved utgangspunktet, mens de fremdeles ikke kunne bære seg selv, tangensielt av en valse, som var halvveis nedsenket i badet, og som bar fibrene langsomt ut av badet. Når de hadde passert et visst stykke på valsens ytre del, hadde koaguleringen skredet tilstrekkelig langt frem og fibrene hadde da tilstrekkelig strekkfasthet til å bære seg selv i luften og til å kunne utsettes for den faste strekning-gen. Den anvendte vertikale spinneanordning var i det vesent-lige den som beskrives i det amerikanske patentskrift nr. 3.139.467. Firebnes γ-tall når de kom opp fra badet, var av störrelsesordenen 50.

129467

Fibrene ble deretter bragt til å passere på faste styreorganer gjennom en rekke skarpe vinkler og langs en med åpninger forsynt (louvered) vei, mens de ble utsatt for en første strekning på 60 %, som hadde den virkning å presse ut vedheftende, sur væske, hvorved den medförte bad-væsken ble totalt fjernet. Den fra fibrene deretter utpressede væske stammet således praktisk talt fra fibrenes indre. Ved det siste styreorganet hadde væsken et syreinnhold på 7,5 g/liter. På samme måte hadde fibrene i geltilstand et γ-tall på 34 og en gelsvelning på 6.

Fibrene uten vedheftende væske, d.v.s. utpressede gelfibre, ble deretter i luft og uten innvirkning av noen ytre væske utsatt for en annen 80% strekning, som brakte totalstrekningen til 188%. Etter strekningen var det gjenstående γ-tall fremdeles 22 på grunn av aciditeten og den beskrevne gelsvelningen, slik at betingelsene for formlene (1), (2) (3) og (6) ble oppfylt. Fibrene ble deretter avspent mellom to oppsetninger av valser i et bad ved 20°C som inneholdt 0,5 g/liter svovelsyre, slik at de under denne behandling trakk seg sammen 12 %. Ved utgangen fra avspenningsbadet var γ-tallet 12. Til slutt ble regenereringen fullbyrdet i et bad ved 95°C som inneholdt 10 g svovelsyre og 20 g natriumsulfat pr. liter. Fiberhastigheten ved slutten av spinnemaskinen var 20 m/min.

Etter vanlig ferdigbehandling viste de erholdte fibre de i tabell 15 angitte egenskapene.

Som sammenligning vises i tabell 15 egenskapene hos en fiber fra gruppe I (höy strekkfasthet og meget lav forlengelse - fiber A), for en fiber fra gruppe II normal (lav strekkfasthet og höy forlengelse - fiber B), for en fiber fra gruppe II forbedret (fiber C) og for en fiber ifölge oppfinnelsen, som er oppnådd ifölge eksempel 1 (fiber D - gruppe III).

Tabell 15

	Gruppe I fiber A	Gruppe II normal fiber B	Gruppe II forbedret fiber C	Gruppe III Fiber ifölge nærværende oppfinnelse fiber D
Titer, den.	1,5	1,5	1,5	1,5
Strekkfasthet, g/den. (törr)	7,0	3,5	5,3	6,2
Forlengelse, % (törr)	6,0	13,0	12,8	16,6
Strekkfasthet, g/den. (våt)	6,0	2,6	4,2	5,0
Forlengelse, % (våt)	6,5	15,0	13,9	18,2
Arbeidsprodukt: (Strekkfasthet x forlengelse)				
Kondisjonert	42,0	45,5	67,0	102,0
Våt	39,0	39,0	64,0	90,0
Maskestrekkfasthet, g/den.	0,83	0,7	0,9	1,4
Våtmodul (forlengelse i % under en belastning på 0,5 g/den.)	1,0	2,8	2,4	2,2
Våtmodul etter innvirkning av 5 % NaOH (forlengelse i % under en belastning på 0,5 g/den.)	1,6	4	3,7	3,1
Orienteringsvinkel	22	30	32	42
Organisasjonsgrad	0,47	0,40	0,42	0,48
Vannfiltreringstall	70	20	20	10
Fargningstall	0,5	1,2	1,1	1,15

Alle egenskaper vedrörende bruddstrekkfasthet og bruddforlengelse i tabell 15 og i hele denne beskrivelse er bestemt etter velkjente regler fra B.I.S.F.A. (Bureau International pour la Standardisation des Fibres Artificielles). Spennings- og forlengelsesprövene ble med andre ord utfört på pröver (fiber eller enkelfiber) med lengden 10 mm under standardiserte be-

tingelser (20°C, 65 % relativ fuktighet) og med slik forlengelseshastighet at brudd inntraff i löpet av 20 ± 2 sekunder.

Det fremgår dessuten allerede tydelig av tabell 10 at foreliggende nye, alkaliresistente fibre gjör det mulig å fremstille garn som ikke bare i törr tilstand, men også i våt tilstand har strekkfasthets- og forlengelsesegenskaper som er overlegne dem for tilsvarende kjemmede, amerikanske bomullsgarn.

De usedvanlige generelle egenskapene hos foreliggende fibre er også åpenbart i alle trinn etter spinning, spesielt ved klistring, vevning, blekning, appretering etc..

Disse fibres evne til å anta "wash and wear"-behandlinger av "Koratron"-type er f.eks. usedvanlig. Etter denne behandling er bruddbelastning og slitasjeresistens betydelig höyere for stoffer fremstilt fra de beskrevne fibre enn for stoffer som er fremstilt fra fibre fra gruppe I, gruppe II og bomull, slik som det vises nærmere i fig. 8. Disse resultater viser at fiberen D er spesielt egnet for blanding med bomull.

EKSEMPEL 2

Nöyaktig samme viskose ble anvendt som den i eksempel 1, og spinningen ble utfört i et bad som inneholdt 17,5 g/liter svovelsyre, 50 g-liter natriumsulfat, 0,3 g/liter sinksulfat og 0,03 g/liter av et anionisk middel, f.eks. natriumalkylarylsulfonat (som ga badet en overflatespenning på 32 dyn/cm^2) ved en temperatur på 24°C under anvendelse av et spinnemunnstykke med 6 600 huller med diameter 0,07 mm. Fibrene ble spunnet vertikalt uten rör, passerte gjennom badet over en badlengde på 20 cm og ble opptatt ved utgangspunktet tangensielt av en halvveis nedsenket valse, som bar fibrene ut fra badet, slik som i eksempel 1. Etterat fibrene hadde passert en viss avstand på den ytre del av valsen, ble de utsatt for en förste 45% strekning, men de ble ikke brakt til å passere på faste styreorganer langs en med åpninger forsynt vei, slik som i eksempel 1. Under disse betingelser frembrakte den förste strekningen en meget mindre reduksjon av væskeinnholdet

enn i eksempel 1, og av denne grunn hadde væsken som ble ekstrahert fra fibrene, og som ble samlet opp umiddelbart etter den förste strekning, et syreinnhold på 10 g/liter. Ved dette punkt hadde fibrene et γ-tall på 30 og en gelsvelling på 7.

De ubetydelig utpressede gelfibrene ble deretter utsatt for en kompletterende strekning på 70% i luft uten å undergå innvirkning av noen ytre væske, hvilket brakte totalstrekningen opp til 146 %. Etter strekningen hadde fibrene et gjenværende γ-tall på 10. Fibrene ble deretter avspent uten noen spenning i et bad ved 20°C, som inneholdt 0,5 g/liter svovelsyre. Under denne behandling undergikk fibrene en maksimal sammentrekning på 6%. Ved uttagningen fra avspenningsbadet var γ-tallet 3. Fibrene ble til slutt brakt til å passere inn i et regenereringsbad som hadde samme sammensetning og temperatur som i eksempel 1. Fiberbuntens hastighet ved slutten av spinnemaskinen var 20 meter/min.

Etter vanlig ferdigbehandling ble en fiberbunt oppnådd, som hadde följende egenskaper:

Totalt deniertall	9 900
Fiberens deniertall	1,5
Strekkfasthet (törr), g/den.	5
Forlengelse (törr), %	11
Strekkfasthet (våt), g/den.	4
Forlengelse (våt), %	12,5
Maskestrekkfasthet, g/den.	0,9
Arbeidsprodukt (tört)	55
Arbeidsprodukt (vått)	50
Orienteringsvinkel	28
Organisasjonsgrad	0,47
Vannfiltreringstall	35
Fargningstall	0,6

De relativt dårlige kvaliteter av de i eksempel 2 erholdte fibre beror tydeligvis på at verdien av a og γ_2 ikke tilfredsstilte grensekravene for formlene (3), (4) og (6).

EKSEMPEL 3 - 8

Den samme viskosen ble spunnet i det samme badet under nöyaktig samme tekniske betingelser som beskrevet i eksempel 1, men med varierende grader av förste og andre strekning og följelig total strekning.

Fibrene ble spunnet vertikalt uten rör, passerte gjennom et bad med en badlengde på 20 cm og ble opptatt tangensielt av en i badet halvveis nedsenket valse ved punktet for utgangen av badet, mens de fremdeles ikke hadde evne til å bære seg selv, hvilken valse bar fibrene langsomt ut av badet. Når de hadde passert en viss avstand på valsens ytre del, hadde koaguleringen skredet tilstrekkelig frem, og fibrene hadde deretter tilstrekkelig strekkfasthet til å bære seg selv i luften og til å kunne utsettes for den förste strekningen. Den anvendte vertikale spinneanordning var i det vesentlige den som er beskrevet i det amerikanske patentskrift nr. 3.139.467. Fibrenes γ-tall når de kom opp fra badet, var av störrelsesorden 50.

Fibrene passerte deretter på faste styreorganer gjennom en rekke skarpe vinkler og langs en med åpninger forsynt vei, mens de ble utsatt for en förste strekning på 45, 50, 60, 60, 65, 45 %, som hadde virkningen av å presse ut den vedheftende, sure væske, hvorved den medförte bad-væske ble totalt fjernet. Den fra vibrene deretter utpressede væske stammet således praktisk talt fra fibrenes indre. Ved det siste styreorganet hadde væsken et syreinnhold på 7 - 7,5 g/liter. Ved samme punkt hadde fibrene i geltilstand et γ-tall på 33-35 og en gelsvelling på 6 - 6,5.

Fibrene uten vedheftende væske, d.v.s. utpressede gelfibre, ble deretter i luft og uten innvirkning av noen ytre væske utsatt for en andre strekning på 0, 7, 11,2, 38, 60 og 90 %, slik at totalstrekningen var 45, 60, 80, 120, 165 og 175 %. Etter denne andre strekning lå fibrenes γ-tall, γ_2, mellom 18 og 22.

Etter denne andre strekning ble fibrene avspent 11 - 12 % i et bad ved 20°C som inneholdt 0,5 g/liter svovelsyre, og regenereringen ble deretter fullført i et bad ved 95°C, som inneholdt 10 g svovelsyre og 20 g natriumsulfat pr. liter. Fibrenes slutthastighet ved slutten av spinnemaskinen var 10, 11,1, 12,5, 15,2, 18,4 og 19 meter/min..

Etter vanlig ferdigbehandling viste de erholdte fibre egenskaper som angis i tabell 16, inklusive egenskapene for fiber D, som vises til sammenligning.

Tabell 16

Gruppe III: Fibre ifölge oppfinnelsen

Eksempel	4	5	3	6	7	1	8
Fiber	F	G	H	E	I	D	J
Förste strekning	45	50	60	60	65	60	45
Andre strekning	0	7	11,2	38	60	80	90
Total strekning	45	60	80	120	165	188	175
Titer, denier	3	2,7	2,4	2	1,6	1,5	1,5
Strekkfasthet, g/den. (törr	3,8	4,2	4,7	5,1	5,8	6,2	6,5
Forlengelse, % (törr)	30	26	21	18	17,5	16,6	14,5
Strekkfasthet, g/den. (våt)	2,8	3,2	3,6	4,2	4,6	5	5,5
Forlengelse, % (våt)	40	33	27	22	19	18,2	16
Arbeidsprodukt (strekkfasthet x forlengelse)							
Kondisjonert	114	109	98	91	101	102	94
Våt	112	105	97	92	87	90	88
Maskestrekkfasthet, g/den.	2,1	1,8	1,7	1,7	1,6	1,4	1,2
Våtmodul(forlengelse i % under en belastning på 0,5 g/den.)	4,5	3,7	3,2	2,8	2,4	2,2	1,8
Våtmodul etter innvirkning av 5% NaOH (forlengelse i % under en belastning på 0,5 g/den.)	7	5,5	4,7	3,9	3,4	3,1	2,9
Orienteringsvinkel	47	-	45	43	-	42	37
Organisasjonsgrad	0,42	-	0,43	0,46	-	0,48	0,48
Vannfiltreringstall	3	4	4	6	10	10	10
fargningstall	1,2	1,15	1,15	1,1	1,15	1,1	1,1

Tabell 16 viser tydelig det store intervallet for egenskaper, spesielt forlengelse og maskestrekkfasthet hos de foreliggende alkaliresistente fibre, som alle likevel har et höyt arbeidsprodukt, relativt höy våtmodul og en usedvanlig fibrillerings-resistent.

Det fremgår like klart fra tabell 16 at foreliggende fibre D, E, F, G, H, I og J i höy grad er egnet for blandinger enten med en rekke syntetiske fibre eller ull eller bomull, da de har strekkfasthets- og forlengelsesegenskaper som er spredd over et meget stort område, hvorved maskestrekkfastheten alltid forblir ved et höyt nivå.

EKSEMPEL 9 - 12

En sulfatmasse med en DP på 760 - 780 og som inneholdt 98% α-cellulose, ble dyppet ned i 240 g/liter natriumhydroksydopplösning ved 18°C i 30 minutter og ble deretter presset til et forhold på 2,87 i relasjon til α-cellulosen. Den på denne måte dannede alkalicellulosen ble revet i en varme-kvern i 45 minutter og deretter aldret ved 32°C i 4 - 5 timer. Denne alkalicellulose ble deretter xantogenert med 55% karbondisulfid (i forhold til α-cellulosen) i en barett ved 22°C i 5 timer og deretter innfört i en blandeanordning sammen med vann og en natriumhydroksydopplösning for overföring til en viskose som inneholdt 6,2 % cellulose med DP = 600 og 3,5 % natriumhydroksyd med en viskositet på 900 P og et γ-tall på 77 i den ferdige opplösningen. Denne viskose inneholdt dessuten 25 ppm glukonsyre (et kompleksdannende middel) og 0,1 % av et skumdempende middel, slik som isodekanol.

Denne viskose ble spunnet i et förste bad som inneholdt 15,8 g/liter svovelsyre, 53 g/liter natriumsulfat, 0,3 g/liter sinksulfat og 0,03 g/liter av et anionisk middel (natriumalkylarylsulfonat som ga badet en overflatespenning på 32 dyn/cm^2) ved en temperatur på 25°C under anvendelse av den samme tekniske anordning som i eksempel 1, bortsett fra at fibrene passerte gjennom badet i en badlengde på 22 cm.

Fibrene passerte deretter på faste styreorganer gjennom en rekke skarpe vinkler og langs en med åpninger forsynt vei, mens de ble utsatt for en förste strekning på 54, 60, 60, 65%, som hadde den virkning å presse ut vedheftende, sur væske, hvorved den medförte badvæsken ble fullstendig fjernet. Ved det siste styreorganet hadde væsken et syreinnhold på 7 - 7,8 g/liter. Ved det samme punkt hadde fibrene i geltilstand i γ-tall på 32 - 35 og en gelsvelling på 6 - 6,5.

Fibrene uten vedheftende væske, d.v.s. utpressede gelfibre, ble deretter i luft og uten innvirkning av noen ytre væske utsatt for en andre strekning på 0, 11,2, 38 og 60%, hvilket ga en totalstrekning på 54, 80, 120 og 165 %. Ved slutten av den andre strekningen var γ-tallet, γ_2, mellom 19 og 23. Fibrene ble deretter avspent i en utstrekning på 11 - 12,5 % i samme bad som i eksempel 1 og ble deretter regenerert under samme betingelser som i eksempel 1. Ved oppsamlingspunktet hadde fibrene en hastighet på 15, 17,5, 21 og 26 meter/min..

Etter vanlig ferdibehandling oppviste de erholdte fibre de i tabell 17 angitte egenskaper.

Tabell 17

Gruppe III: Fibre ifölge nærværende oppfinnelse

Eksempel	9	10	11	12
Fiber	K	L	R	S
Förste strekning	54	60	60	65
Andre strekning	0	11,2	38	60
Totalstrekning	54	80	120	165
Titer, denier	2,8	2,4	2	1,6
Strekkfasthet, g/den. (törr)	3,6	4	4,6	5,4
Forlengelse, % (törr)	21	18	16	14,2
Våt strekkfasthet, g/den.	2,7	2,9	3,5	4,3
Våt forlengelse, %	30	25	22	16
Arbeidsprodukt (strekkfasthet x forlengelse)				
Kondisjonert	75	72	73	76
Våt	81	72	77	69
Maskestrekkfasthet, g/den.	1,7	1,5	1,4	1,3
Våtmodul (forlengelse i % under en belastning på 0,5 g/den.)	3,6	3,1	2,7	1,9
Våtmodul etter innvirkning av 5 % Na OH (forlengelse i % under en belastning på 0,5 g/den.)	5,5	4,5	3,8	3
Orienteringsvinkel	-	43	-	42
Organisasjonsgrad	-	0,43	-	0,47
Vannfiltreringstall	5	7	8	9
Fargningstall	1,1	1,1	1,1	1,1

Fibrene K, L, R og S i tabell 17 viser generelle egenskaper som er noe lavere enn dem for fibrene i tabell 16, spesielt på grunn av den höyere spinnehastigheten i eksemplene 9 - 12.

EKSEMPEL 13

Nöyaktig samme viskose som ble anvendt i eksempel 1, og samme spinning ble utfört i et bad som inneholdt 14 g/liter svovelsyre, 50 g/liter natriumsulfat, 0,3 g/liter sinksulfat og 0,03 g/liter av et anionisk middel, natriumalkylarylsulfonat (som ga badet en overflatespenning på 32 dyn/cm^2) ved en temperatur på 25°C under anvendelse av et spinnemunnstykke med 200 huller med diameter 0,008 mm. Fibrene passerte horisontalt under 250 mm i badet og ble deretter trukket ut fra badet, passerte over en valse og deretter på faste styreorganer over en med åpninger forsynt vei, mens de samtidig ble utsatt for en strekning på 60 %. Passasjen på styreorganene i en rekke skarpe vinkler og den förste strekningen hadde den virkning å redusere fibrenes væskeinnhold og fjerne fra dem en stor mengde av den impregnerende badevæske. Den fra fibrene ekstraherte væske, som ble oppsamlet på det i passasjeretningen siste styreorganet, hadde et syreinnhold på 8 g/liter. Ved det siste styreorganet hadde fibrene et γ-tall på 33 o· en gelsvelling på 7.

De utpressede gelfibrene ble deretter utsatt for en kompletterende 80 % strekning i luft uten å undergå innvirkning av noen ytre væske, hvilket ga en totalstrekning på 188%. Ved slutten av strekningen hadde fibrene et gjenværende γ-tall på 17. Det er således tydelig at i eksempel 13 var γ_2-verdien ved grensen for sitt intervall. Fibrene ble deretter avspent i et bad ved 20°C, som inneholdt 0,5 g/liter svovelsyre. Under denne behandling ble fibrene avspent 9%, og da de kom opp fra avspenningsbadet, oppviste fibrene et γ-tall på 10. Fibrene ble til slutt brakt til å passere ned i et regenereringsbad, som hadde samme sammensetning og temperatur som badet i eksempel 1, og garnet ble oppsamlet på en spole. Hastigheten ved slutten av spinnemaskinen var 30 meter/min.

Etter vanlig ferdigbehandling ble en fiberbunt med följende egenskaper oppnådd.

Fiber	T
Totaldenier	300
Fiberens deniertall	1
Strekkfasthet, g/den (törr)	6
Forlengelse, % (törr)	15
Strekkfasthet, g/den (våt)	4,8
Forlengelse, % (våt)	17
Maskestrekkfasthet, g/den.	1,3
Arbeidsprodukt (tört)	90
Arbeidsprodukt (vått)	81
Orienteringsvinkel	41
Organisasjonsgrad	0,48
Vannfiltreringstall	9
Fargningstall	1,1

EKSEMPEL 14

En viskose nöyaktig lik de i eksempel 1 ble spunnet i et bad som inneholdt 13 g/liter svovelsyre, 50 g/liter natriumsulfat og 0,03 g/liter av et anionisk middel, natriumalkylarylsulfonat (som ga en overflatespenning på 32 dyn/cm^2) ved en temperatur på 25°C under anvendelse av et spinnemunnstykke med 1 100 huller med diameter 0,07 mm. Fibrene ble spunnet vertikalt uten rör, og etter en passasje på 350 mm ble de opptatt tangensielt ved utgangspunktet av en halvveis nedsenket valse, som langsomt bar dem ut av badet. Når fibrene hadde passert langs en viss bue på valsen, hadde koaguleringen skredet tilstrekkelig frem, slik at fibrene hadde tilstrekkelig strekkfasthet til å bære seg selv i luften og til å undergå strekning. Den anvendte vertikalspinneanordningen var i det vesentlige identisk med den som er beskrevet i det amerikanske patentskrift nr. 3.139.467. Fibrenes γ-tall da de kom opp fra badet, var av störrelsesorden 50.

Fibrene passerte deretter over faste styreorganer i en rekke skarpe vinkler, slik som i eksempel 1, mens de samtidig ble utsatt for en 64 % preliminær strekning. Væsken som ble samlet opp på det siste styreorganet, hadde et syreinnhold på

7 g/liter. Ved dette punkt hadde fibrene et γ-tall på 36 og en gelsvelling på 7.

De utpressede gelfibrene ble deretter utsatt for en 84 % strekning i luft uten innvirkning av noen ytre væske, hvilket brakte totalstrekningen opp til 201 %. Ved slutten av strekningen hadde fibrene et gjenværende γ-tall på 22. De ble deretter brakt til å passere gjennom et avspenningsbad som besto av en 0,5 % svovelsyreopplösning ved 20°C, hvor de trakk seg sammen 11 %. Fibrene ble til slutt brakt til å passere inn i et regenereringsbad som hadde samme sammensetning og temperatur som regenereringsbadet i eksempel 1.

Etter den vanlige ferdigbehandling ble en fiberbunt oppnådd, som oppviste följende egenskaper:

Fiber	U
Totalt deniertall	1 900,0
Fiberantall	1 100,0
Törr strekkfasthet, g/den.	6,2
Törr forlengelse, %	16,0
Våt strekkfasthet, g/den.	4,8
Våt forlengelse, %	18,0
Maskestrekkfasthet, g/den.	1,3
Arbeidsprodukt (tört)	99,0
Arbeidsprodukt (vått)	86,0
Orienteringsvinkel	40
Organisasjonsgrad	0,47
Vannfiltreringstall	10
Fargningstall	1,1

Hvis dette garn ble utsatt for en 15 % strekning mens det fremdeles var vått, ble til slutt et garn med höy strekkfasthet oppnådd, som oppviste följende egenskaper:

Titer, denier	1 650
Törr strekkfasthet, g/den.	7,2
Våt forlengelse, %	9,0
Arbeidsprodukt (tört)	64,0

Det viser seg således at man oppnår et garn med meget höy strekkfasthet for industriell anvendelse uten anvendelse av formaldehyd i spinneopplösringen, til tross for det tap av energi som frembringes ved trekningen.

EKSEMPEL 15

Nöyaktig samme viskose ble spunnet i samme bad og under nöyaktig samme tekniske betingelser som i eksempel 1, med unntak av at fibrene ble avspent 18% i avspenningsbadet i stedet for 12%, slik som det er beskrevet i eksempel 1. Fibrene ble deretter brakt til å passere inn i regenereringsbadet og ble utsatt for vanlig ferdigbehandling, hvoretter de viste följende egenskaper:

Fiber	V
Titer, denier	1,45
Strekkfasthet, kondisjonert, g/den.	5,4
Forlengelse, kondisjonert, %	20
Våt strekkfasthet, g/den.	4
Våt forlengelse, %	26
Arbeidsprodukt (strekkfasthet x forlengelse), kondisjonert	108
Arbeidsprodukt, vått	104
Maskestrekkfasthet, g/den.	2
Våtmodul (forlengelse i % under en belastning på 0,5 g/den.	3
Våtmodul etter innvirkning av 5 % Na OH (forlengelse i % under en belastning på 0,5 g/den.)	4,5
Orienteringsvinkel	45
Organisasjonsgrad	0,45
Vannfiltreringstall	8
Fargningstall	1,15

EKSEMPEL 16

Nöyaktig samme viskose ble spunnet i samme bad under nöyaktig samme betingelser som i eksempel 1, med den unntagelse at fiberbunten ble skåret til fibre etter den andre strekningen og at de erholdte fibre ble mottatt på en bevegelig vire, på hvilken de ble behandlet i ca. 20 sekunder med et avspenningsbad med samme sammensetning og temperatur som det i eksempel 1 og som falt som regn på viren. De ble deretter behandlet med samme regenereringsbad som i eksempel 1. Etter ferdibehandlingen viste fibrene följende egenskaper:

Fiber	W
Titer, denier	1,5
Strekkfasthet, kondisjonert, g/den.	3,8
Forlengelse, kondisjonert, %	23
Våt strekkfasthet, g/den.	2,8
Våt forlengelse, %	31
Arbeidsprodukt (strekkfasthet x forlengelse), kondisjonert	87
Våt	87
Maskestrekkfasthet, g/den.	2
Våtmodul (forlengelse i % under en belastning på 0,5 g/den.)	3,7
Våtmodul etter innvirkning av 5 % NaOH (forlengelse i % under en belastning på 0,5 g/den.)	5,3
Orienteringsvinkel	47
Organisasjonsgrad	0,43
Vannfiltreringstall	8
Fargningstall	1,1

EKSEMPEL 17

De i eksemplene 1 og 4 beskrevne fibre D og F ble acetylert ifölge en i litteraturen velkjent metode.

En bunt av 6 600 kontinuerlige fibre ble i en tilstand av den andre svelling brakt til å passere inn i en vandig opplösning som inneholdt 500 g/liter kaliumacetat (katalysator), hvoretter fiberbunten ble ekstrahert, törret ved 80°C og brakt til å passere gjennom et acetyleringskammer med en hastighet

på 15 cm/min. En acetyleringsblanding av luft og eddiksyreanhydrid i gassfase ble samtidig ved en temperatur på 125 - 130°C ført inn i kammeret i en mengde på ca. 3 liter/min.. Etterat fiberbunten forlot acetyleringskammeret, ble den skylt i varmt vann, oljet og tørret ved 80°C.

De fra fibrene D og F erholdte, acetylerte fibrene D', D'' og F' oppviste de i tabell 18 angitte egenskaper, i hvilken tabell de sammenlignes med en vanlig triacetatfiber. (Fiberen D' ble acetylert ved en diskontinuerlig fremgangsmåte og D'' ved en kontinuerlig fremgangsmåte.).

Tabell 18

	Fiber D'	Fiber D''	Fiber F'	Triacetat-fiber
Acetyleringsforholdet (eddiksyre % / acetylert fiber)	53	53	53	61
Svelling i vann, %	18	19	18	13
Titer, denier	2,2	2,2	4	2,8
Kondisjonert strekkfasthet, g/den.	4,1	5	3	1,3
Våt strekkfasthet, g/den.	3,1	3,6	2,3	0,7
Kondisjonert forlengelse, %	15	14	27	40
Våt forlengelse, %	19,6	17	38	43
Våtmodul (forlengelse i % under en belastning på 0,5 g/den.)	0,9	0,6	1,6	25
Maskestrekkfasthet, kondisjonert g/den.	1,2	0,8	1,9	0,5

Det fremgår dessuten allerede av tabell 13 at foreliggende nye, acetylerte fibre gjör det mulig å fremstille garn som har strekkfasthets-, forlengelses-, modul- og maskeegenskaper, hvilke som en helhet er overlegne dem for tilsvarende spundne triacetatgarn.

De gode generelle egenskaper hos de foreliggende acetylerte fibre fremgår også ved alle trinn etter spinning, klistring

og vevning og i totalopptreden, slik som det er vist i tabell 14.

P a t e n t k r a v

1. Alkaliresistent fiber av regenerert cellulose, k a r a k t e r i s e r t v e d at den har en orienteringsvinkel på 35 - 47° og en organisasjonsgrad på 0,42 - 0,48.

2. Regenerert cellulosefiber i henhold til krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at den för en behandling med et alkalisk svellingsmiddel har en törr maskestrekkfasthet på 1,2 - 2,1 g/den.

3. Fiber etter krav 1 eller 2, k a r a k t e r i s e r t v e d at den har en forlengelse i törr tilstand på 14 - 30 % og en forlengelse i våt tilstand på 16 - 40 %.

4. Fiber etter noen av kravene 1 - 3, k a r a k t e r i s e r t v e d at den har en strekkfasthet i törr tilstand på 3,5 - 7 g/denier, en strekkfasthet i våt tilstand på 2,7 - 6 g/denier og et arbeidsprodukt såvel i törr som i våt tilstand på 70 - 115.

5. Fremgangsmåte for fremstilling av fibre av regenerert cellulose med alkaliresistens ifölge krav 1, hvorved viskose, som inneholder cellulose hvis DP er minst 400 og har et γ-tall mellom 60 og 100 og större viskositet enn 300 P, spinnes ut i et fortynnet syrespinnebad som inneholder mindre enn 25 g/liter svovelsyre, og natriumsulfat og sinksulfat i en mengde på höyst 2 g/liter ved en temperatur under 40°C for dannelse av gelfibre med större γ-tall enn 45 etter at fibrene er kommet ut av det fortynnede spinnebadet, k a r a k t e r i s e r t

v e d at gelfibrene utsettes for en første strekning på 30 - 80 % utenfor badet og samtidig utsettes for en utpresningsvirkning for å fjerne det medheftende syrebad, at gelfibrene deretter utsettes for en andre strekning, for et avspenningstrinn og endelig for en fiksering, hvorved γ-tallet (γ_1) hos de på denne måte strukne og avtrukne gelfibre er mellom 28 og 40, at deres svellingstall (G) er mellom 5 og 8, og at syrekonsentrasjonen (a) hos væsken, som er trukket av fra geltrådene ved slutten av strekningen og presningen, er mellom 6 og 9,5 g/liter, hvorved γ-tallet (γ_1), svellingstallet (G) og syrekonsentrasjonen (a) har et slikt gjensidig forhold som fremgår av formelen

$$18 < [\gamma_1 - \frac{a\ (G - 1)}{3}\ ] < 28.$$

6. Fremgangsmåte ifølge krav 5, k a r a k t e r i s e r t v e d at presningsvirkningen på fibrene for å fjerne syre fra fibrene under den første strekningen på 30 - 80 utföres ved friksjonsstrekning av fibrene på faste eller bevegelige styreorganer eller valser.

7. Fremgangsmåte ifölge krav 5 eller 6, k a r a k t e r i s e r t v e d at den andre strekningen utföres i luft til 0 - 100 %, hvilket förer til fibre med en geltilstand med et gjenværende γ-tall (γ_2) mellom 18 og 28.

8. Fremgangsmåte ifölge noen av kravene 5 - 7, k a r a k t e r i s e r t v e d at avspenningen utföres i et fortynnet syrebad som inneholder mindre enn 2 g/liter svovelsyre ved en temperatur mellom 20 og 80°C, hvorved avspenningen er mellom 8 og 20 %, og γ-tallet hos fibrene etter avspenningen er mellom 6 og 14.

9. Fremgangsmåte ifölge noen av kravene 5 - 8, k a r a k t e r i s e r t v e d at regenereringen skjer i varmt, fortynnet syrebad.

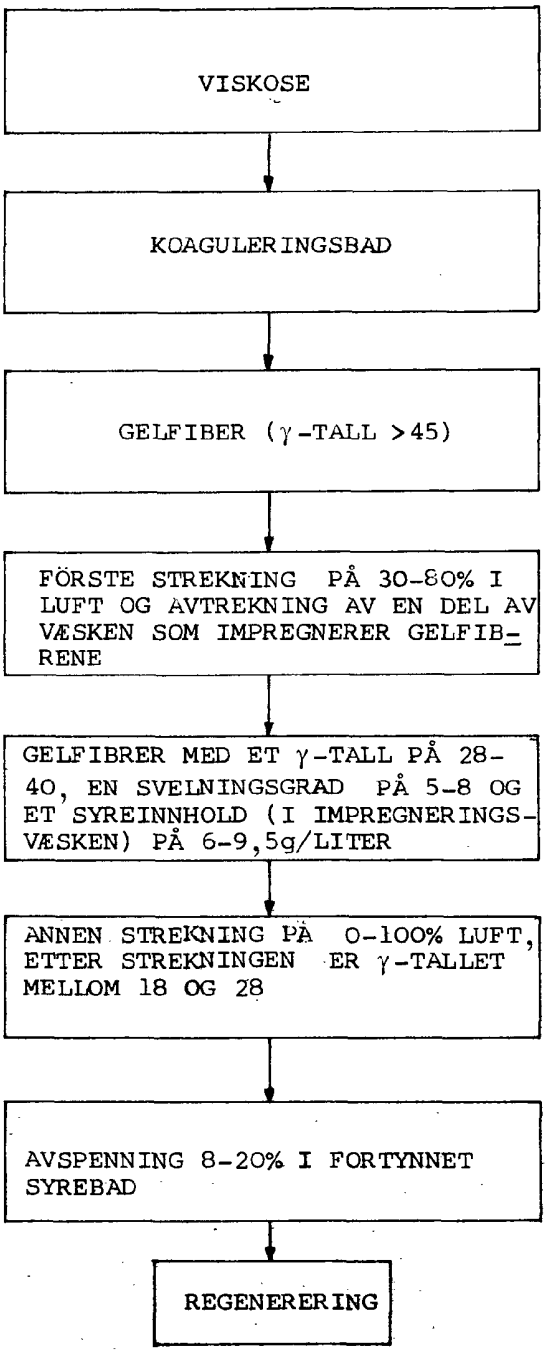
10. Fremgangsmåte ifölge noen av kravene 5 og 7 - 9,

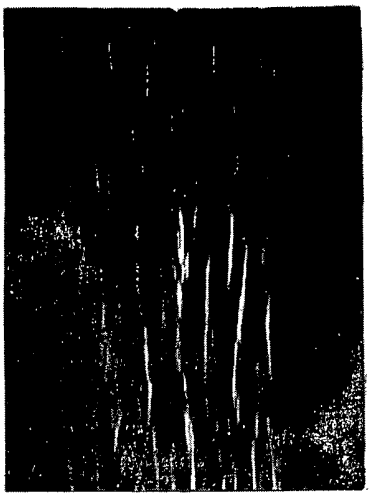
k a r a k t e r i s e r t v e d at fibrene etter den andre strekningen skjæres til stapelfibre, som deretter utsettes for avspenning og fiksering.

(56) Anførte publikasjoner:

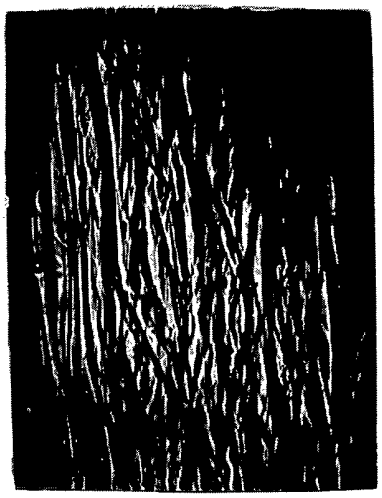
Norsk patent nr. 102507 (29b-3/20)
Fransk patent nr. 1449738, 1457700
U.S. patent nr. 3139467 (264-198), 3324216 (264-197)

FIG. 1

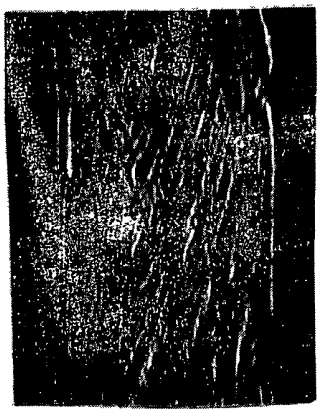

VISKOSE
KOAGULERINGSBAD
GELFIBER (γ-TALL >45)
FÖRSTE STREKNING PÅ 30-80% I LUFT OG AVTREKNING AV EN DEL AV VÆSKEN SOM IMPREGNERER GELFIBRENE
GELFIBRER MED ET γ-TALL PÅ 28-40, EN SVELNINGSGRAD PÅ 5-8 OG ET SYREINNHOLD (I IMPREGNERINGSVÆSKEN) PÅ 6-9,5g/LITER
ANNEN STREKNING PÅ 0-100% LUFT, ETTER STREKNINGEN ER γ-TALLET MELLOM 18 OG 28
AVSPENNING 8-20% I FORTYNNET SYREBAD
REGENERERING



(A)
Gruppe I
(Fiber A)



(B)
Gruppe II
(Fiber C)



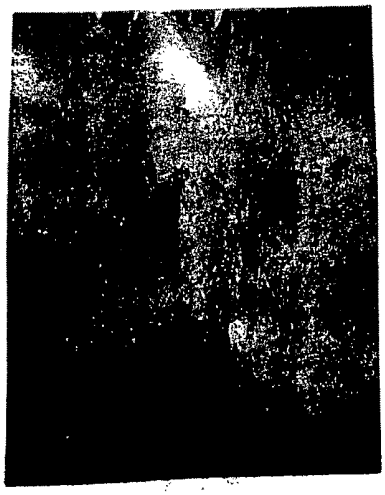
(C)
Gruppe III
(Fiber D)
Foreliggende oppfinnelse

FIG. 2

FIBRILLÆR
ANORDNING



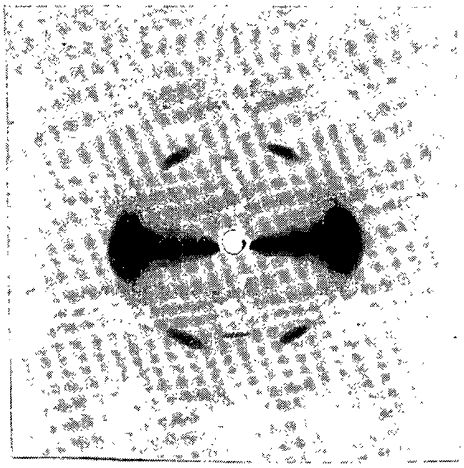
(C')
Gruppe III
(Fiber E)
Foreliggende oppfinnelse



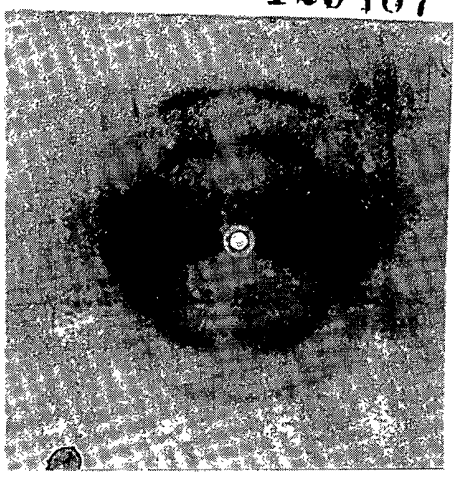
(C'')
Gruppe III
(Fiber F)
Foreliggende oppfinnelse



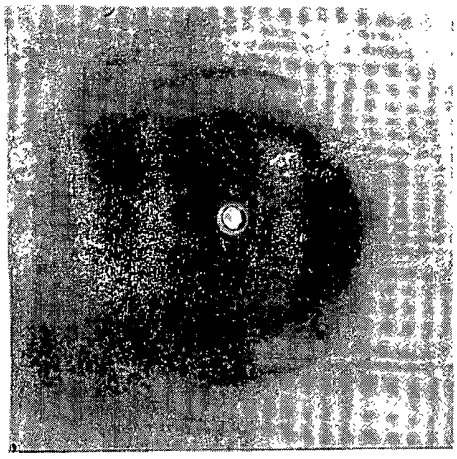
(D)
Bomull



Gruppe I
(Fiber A)



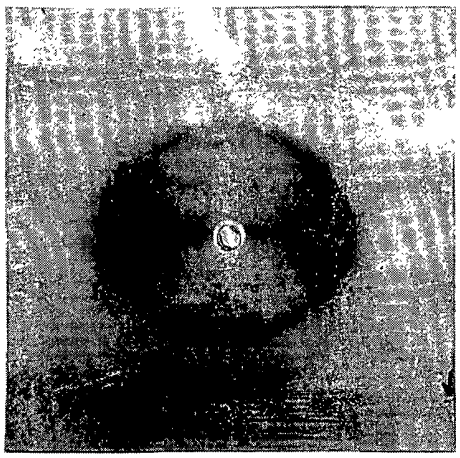
Gruppe II
(Fiber C)



Gruppe III
(Fiber D)
Foreliggende oppfinnelse



Gruppe III
(Fiber E)
Foreliggende oppfinnelse



Gruppe III
(Fiber F)
Foreliggende oppfinnelse

FIG. 3

RÖNTGENDIAGRAMMER
(SOM VISER ORIENTERINGSVINKELEN)

FIG. 4

INTENSITETSKURVER
(SOM VISER
ORGANISASJONSGRADEN)

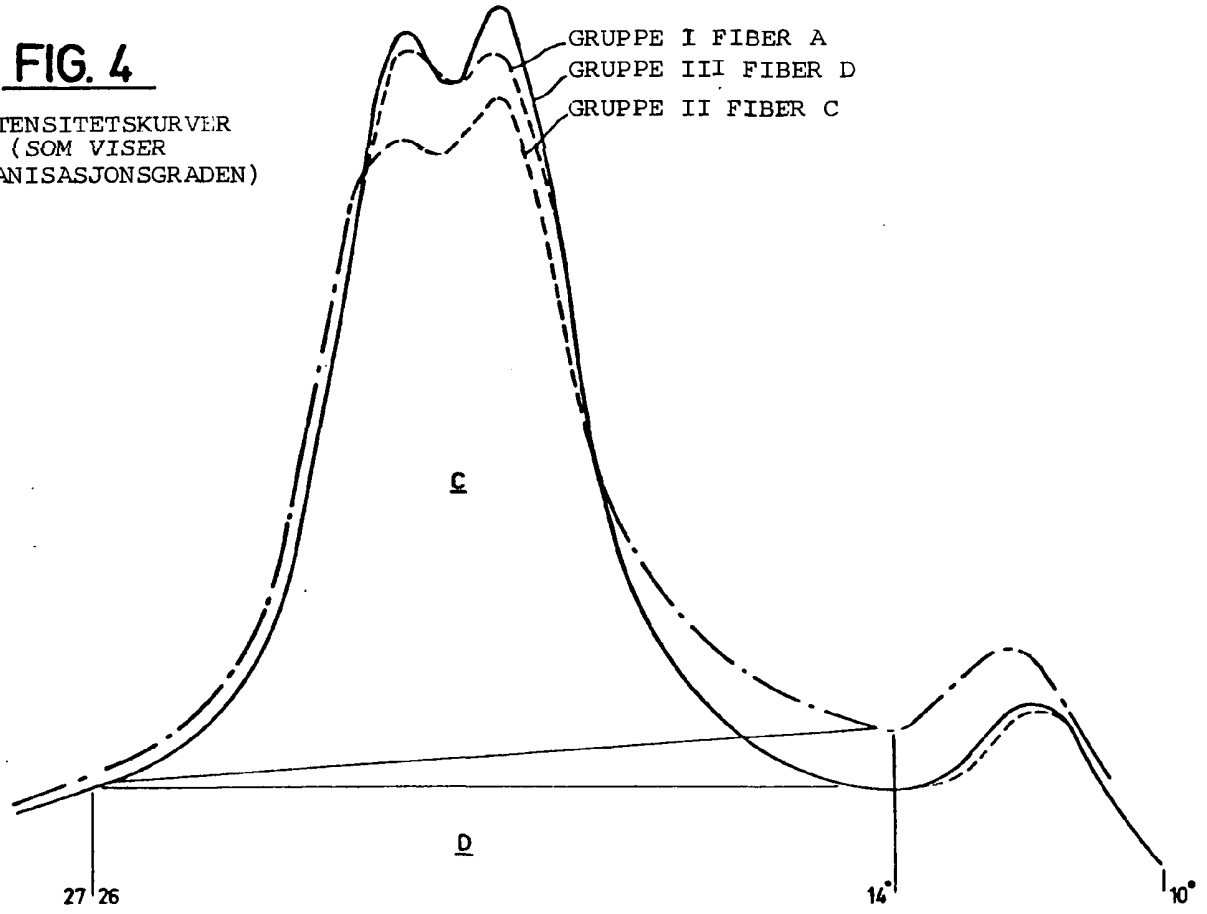


FIG. 5a

BELASTNINGS-FORLENGELSES-KURVER
I TÖRR TILSTAND

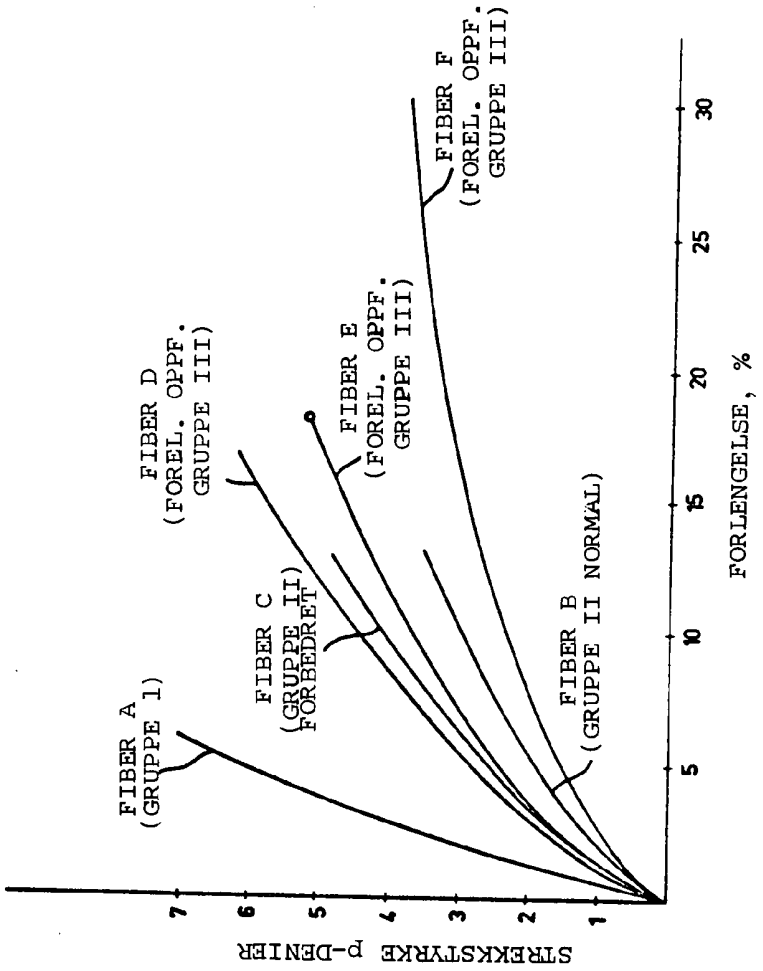
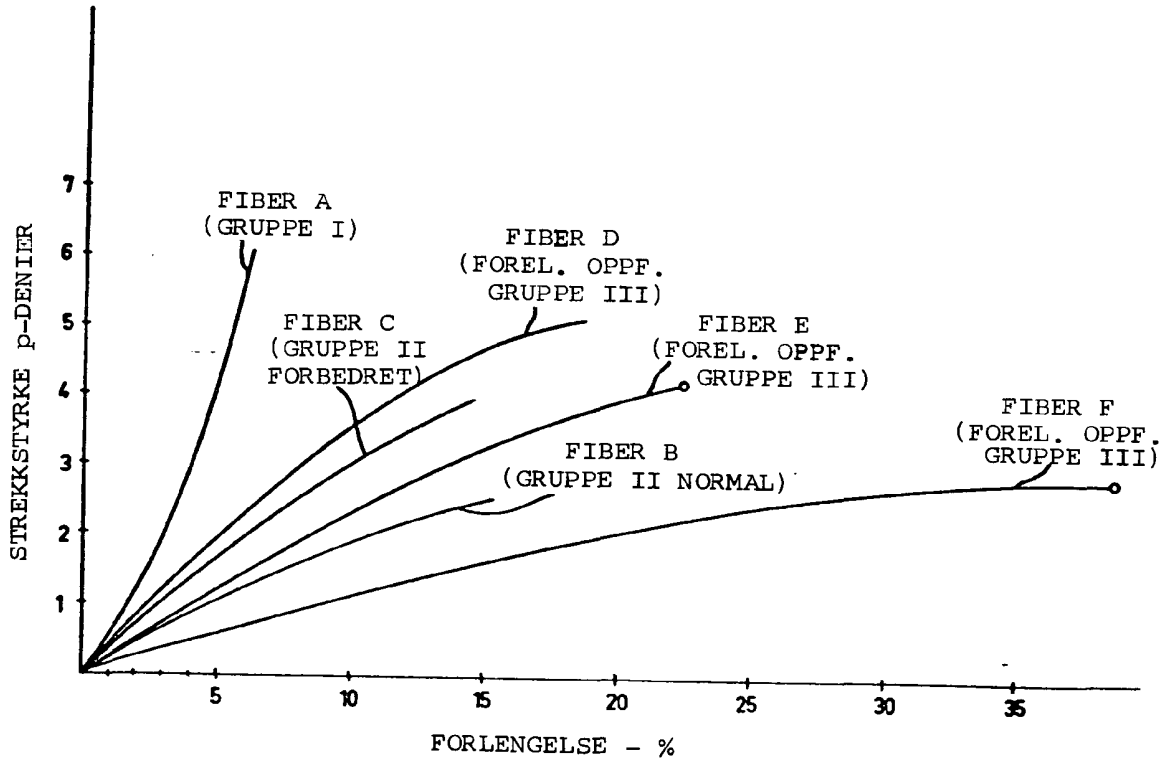


FIG. 5b

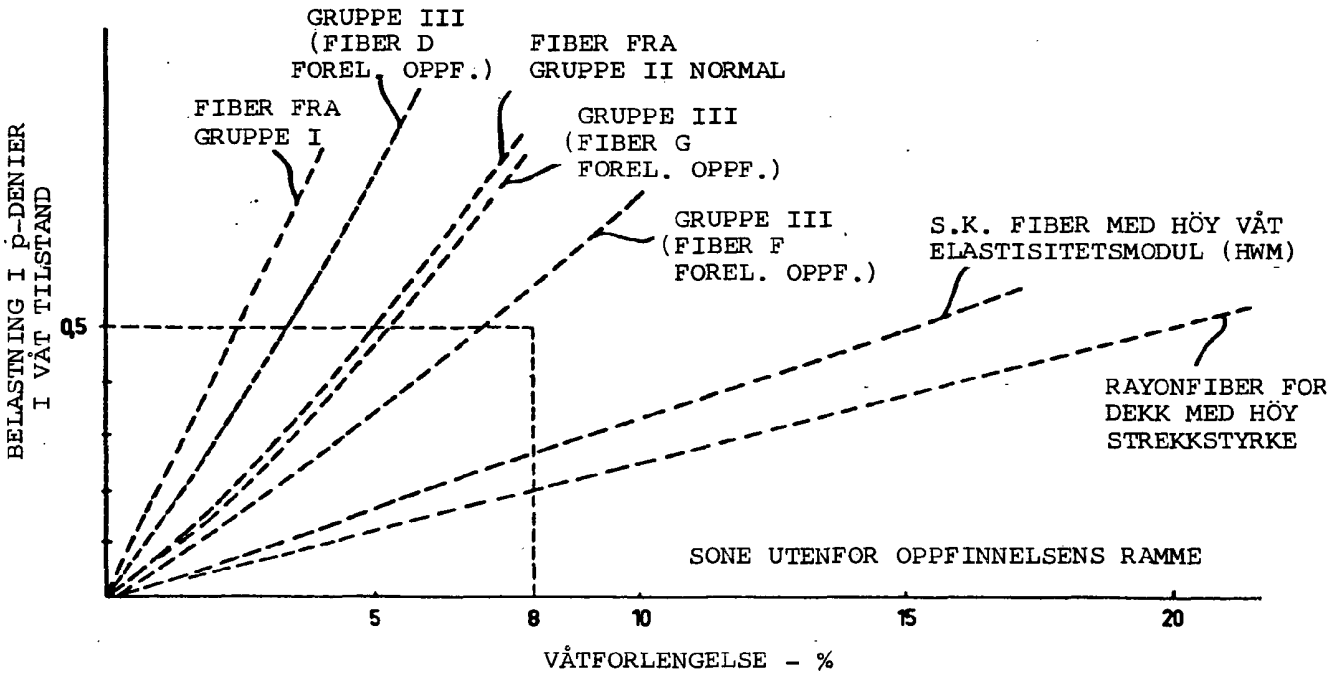
BELASTNINGS-FORLENGELSES-KURVER
I VÅT TILSTAND



129467

FIG.6

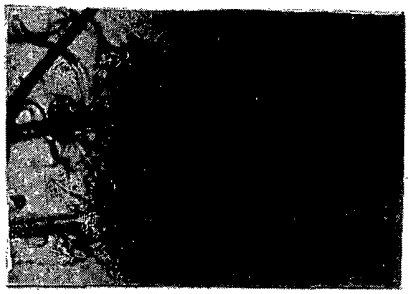
VÅT ELASTISITETSMODUL
(FORLENGELSE 1% UNDER
0,5 p-DENIER) ETTER BEHANDLING
MED 5% NaOH-OPPLÖSNING



129467

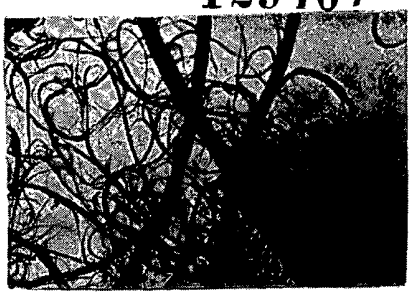
FIG. 7

FIBRILLERING

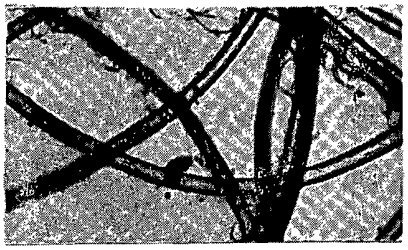


A - 18 minutter

Gruppe I
(FIBER A)

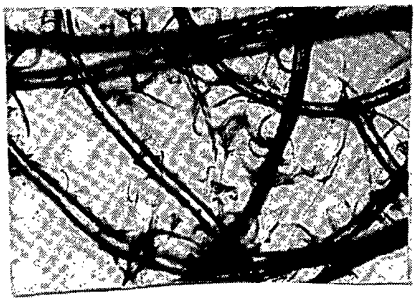


A' - 36 minutter

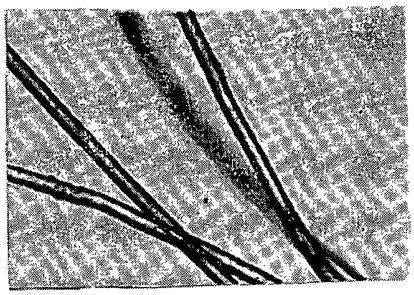


B - 18 minutter

Gruppe II
(Fiber C)



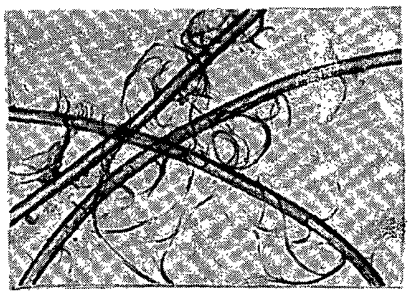
B' - 36 minutter



C - 18 minutter

Gruppe III
(Fiber D)

Foreliggende
oppfinnelse



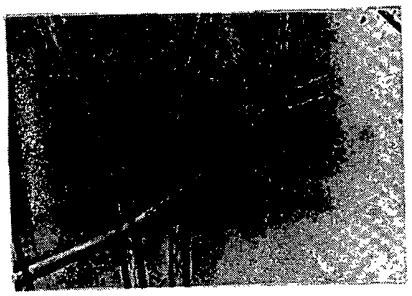
C' - 36 minutter



D - 18 minutter

Gruppe III
(Fiber E)

Foreliggende
oppfinnelse



D' - 36 minutter



E - 18 minutter

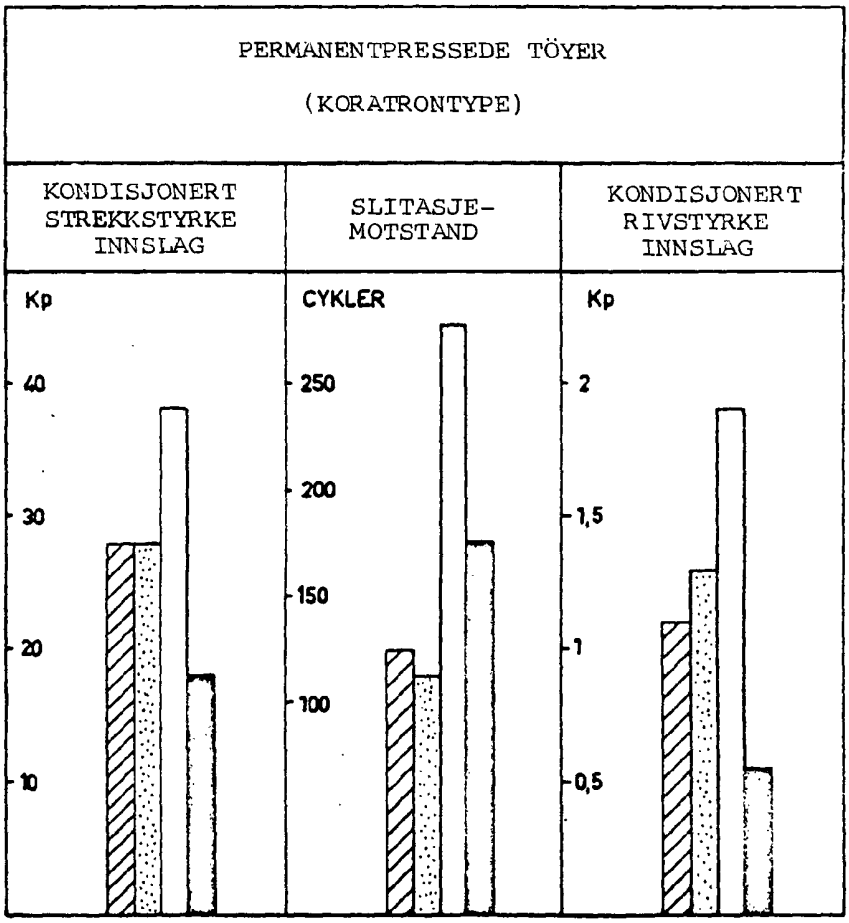
Gruppe III
(Fiber F)

Foreliggende
oppfinnelse



E' - 36 minutter

FIG. 8


PERMANENTPRESSEDE TÖYER
(KORATRONTYPE)
KONDISJONERT STREKKSTYRKE INNSLAG
SLITASJE-MOTSTAND
KONDISJONERT RIVSTYRKE INNSLAG
Kp
40
30
20
10
CYKLER
250
200
150
100
Kp
2
1,5
1
0,5
GRUPPE I
GRUPPE II FORBEDRET
GRUPPE III
BOMULL