

氏名	井 下 景 信 いの した かけ のぶ
学位の種類	工 学 博 士
学位記番号	論 工 博 第 103 号
学位授与の日付	昭 和 41 年 6 月 21 日
学位授与の要件	学 位 規 則 第 5 条 第 2 項 該 当
学位論文題目	ポリノジック繊維に関する研究

論文調査委員 (主査) 教授 堀尾正雄 教授 桜田一郎 教授 河合弘迪

論 文 内 容 の 要 旨

ポリノジック繊維とは、特別な組成のビスコースを特殊な組成の紡糸浴を用いて紡糸してつくる繊維で、立川らの研究に端を発し、本邦だけでなく外国においても工業的関心をひいているもので、その主な特徴は湿潤強度および湿潤時の弾性率が高い点にあるとされている。その反面結節強度が低く紡績時における繊維の損傷が大きく、織物の屈曲および摩擦強度が低く、また紡糸速度が極めて低く、生産性に劣ることが問題となっている。この研究はポリノジック繊維の有利な特徴を失うことなく、その欠点を改良するために行なった一連の製造研究と、繊維の性質の向上と微細構造との関連を記したもので、3編、11章から成っている。

第1編第1章においては立川および共同研究者により提案されている条件によって製造した繊維 T-0 の性質を検討し、彼らが基本的なものとして提案した条件を守る限り、その他の作業条件をいかに変化しても結節強度は 1.2 g/d を越えないことを明らかにしている。

立川法においては、第一浴の硫酸含有量 15 g/l、硫酸亜鉛含有量 0.1 g/l 以下、温度 15°C を原則としているのに対し、著者は、第2章において、硫酸亜鉛含有量、温度、浸漬長、延伸率等種々の条件を変化する多数の実験を行なった結果、硫酸亜鉛含有量 0.5 g/l、温度 25°C の第一浴を用い浸漬長 17 cm において湿潤強度 3 g/d 以上、湿潤弾性率 200 kg/mm² 以上、結節強度 2.2 g/d の繊維をつくりうることを記し、これを T-1 と命名している。すなわちポリノジック繊維の有利な特徴を保存しながら、最大欠点の一つである結節強度を高めることに成功している。

ポリノジック繊維製造上の欠陥は、紡糸速度が 10 m/min を越えることができず、生産性において著しく劣る点である。第3章において、著者は紡糸速度を 50 m/min に上昇しうる方法を見出したことについて記し、この方法で得た繊維を T-2 と命名している。T-0 紡糸浴を用いた場合は、50 m/min の紡速では延伸可能な繊維を与えないが、T-1 の紡糸浴を用いると紡速 50 m/min において延伸可能な繊維を与える。著者は、優れた性質をもつ繊維をつくるためには、ビスコース再生途上の適切な分解点におい

て延伸を行なうべきことに着目し、第一浴を出た繊維を空气中適切な距離を無延伸のまま走行させたのち、室温から 100°C にわたる種々の温度の第二浴中にて種々の程度に緊張する実験を行なった。その結果、第二浴にて延伸を行なう直前の r 値は 20~30 が適切で、この点において最高の湿潤強度と結節強度の得られることが判明した。また第二浴の温度は 90~100°C のとき結節強度が著しく高まることを見出した。T-1 の紡糸浴を用いるときは浸漬長は 17 cm が適切で、これの僅かな変化は r 値に影響し、糸質にも鋭敏に影響することが示された。空气中走行距離は、第一浴組成、紡糸速度等により変わるが、50 m/min の紡糸においては 6~7 m が最適であった。また空气中走行距離を短くして延伸前の r 値を高めると捲縮繊維が得られる。

第 4 章において著者は紡速をさらに高め、120 および 160 m/min においてポリノジック繊維を紡糸する技術を開発したことを記している。この方法で得られた繊維を T-3 と命名している。この場合はビスコースの粘度を低下するため、セルロース含有量を従来の 5% から 4% に下げ、アルカリ含有量 2.4% のビスコースを使用している。粘度は 15°C において 100 ポイズとなり、T-0 法の約 $\frac{1}{3}$ である。また粘度 50 ポイズのビスコースを用いてポリノジック繊維をつくりうることを明らかにし、従来の観念を改めている。紡速を高めるためには第一浴中の硫酸亜鉛含有量を高める必要があり、160 m/min では 0.8 g/l 以上が必要である。著者は、120 m/min および 160 m/min の紡糸において湿潤強度 2.8-3.0 g/d、結節強度 2.1 g/d の繊維を得ている。空气中の走行距離は、紡速 120 m/min のときは 16 m、紡速 160 m/min のときは 22 m 付近が最適である。走行時間はいずれも 16~17 秒である。

第 5 章は著者の開発したポリノジック繊維製造原理に基づいて、ビスコース法ではこれまでに達せられなかった 6 g/d あるいはそれ以上の大きい強度をもつ繊維、T-4 の製造について述べている。この方法においては、セルロースおよびアルカリ濃度はともに 3.5%、セルロースの重合度 800 以上、 r 値 88 のビスコースを T-1 の条件で紡糸して得られる。またビスコースの温度を 50°C に高めるとき乾燥強度 6.18 g/d を得ている。これは重合度、ビスコース組成、パルプの種類その他多くの条件を変えながら行なわれた多数の実験の結果から得られたものである。

第 6 章においては、従来ポリノジックはステープルファイバーを指すのが原則であるが、T-2 および T-3 法により紡速を高め得たので、この条件にも基づいて、ポット紡糸法を応用してフィラメント糸の製造に成功したことを述べている。主として T-2 法によって得られた糸は、普通ビスコース糸およびベンベルグ糸に比べて、湿潤強度および湿潤弾性率は大きい、耐燃数はわずかに低い。

第 2 編においては、ポリノジック繊維の最大の欠点である結節強度の小さい点を改良した著者の T-1 繊維を、従来のポリノジック T-0 と同様に、工業的規模において紡績および製織工程に付し、紡績糸 (60^s) および織布 (ウエフトサテン) の性質を比較した結果を記している。T-1 の紡績工程においては、T-0 の場合に比べて繊維損傷極めて少なく改良効果が顕著に現われている。また引張強度および伸度ともに T-0 に勝っている。また織布においても T-1 からつくったものは、T-0 からのものに比べて、引張強度、引裂強度、屈曲強度、防皺度において顕著にすぐれ、繊維の伸度ならびに結節強度を高めた効果が織布の上に明瞭に現われている。

第 3 編は上記のような繊維性能の改善が繊維の構造といかに結びつくかに関して行なった一連の研究結

果を取り扱っている。

第1章では T-0 の微細構造について記し、X線回折像から算定される結晶化度および、小角散乱から推定される結晶の大きさが、普通ビスコース法の繊維に比べて明瞭に大きいことが示されている。また横断面の電子顕微鏡観察により、組織中に 100 m μ 程度の気泡が相当多く存在することがわかる。これは T-1, T-2, T-3 等についてもおなじであって、水または希薄アルカリ中では、重量増加を示すが体積に変化のないのは水が主としてこの気泡中に浸透するためと考えられている。

第2章において著者は T-0 と T-1 および T-2 との性質の差、とくに後の二者が高い結節強度を示すことを説明するために種々の実験を行なった結果を記している。まず乾燥強度、湿潤強度および結節強度の分布を観察し、不遍分散が各試料についてあまり変化なく、平均強度の上昇とともに、類似の分布曲線の中心が高強度側に移動することを示している。つぎに T-0, T-1 および T-2 の表面レプリカの電子顕微鏡写真においては、結節強度の高い T-2 が、かえって縦に凹凸を示し、結節強度の小さい T-0 の方が平滑な表面をもち、また横断面の電子顕微鏡像は酷似していて区別がなく有力な説明資料とはならない。つぎに剥皮法を応用して半径方向の特性を、比重、複屈折、膨潤度等について調査した結果も顕著な差を与えなかった。X線回折像から推定される結晶化度については、T-0, T-1 および T-2 の間に差は認め難いが、アルカリ処理を行なった場合の (101) および (002) 面の配列度の乱れは T-2 においては T-0 に比べて顕著に少ない。またレベリングオフ重合度は T-0, T-1, T-2 の順に大きくなる。しかしと T-2 と T-0 との間に非常に顕著に認められることはスキン構造の差である。T-2 繊維製造の際に熱二浴を用いると、引張強度および切断伸度には変化はないが、ただ結節強度だけが顕著に向上する。これに対応して繊維のスキン効果が明瞭になる。すなわち管状構造になることが、あるいは結節強度と関連があるとも推定されるが、この微妙な変化の説明は極めて困難であるとされている。

論文審査の結果の要旨

ポリノジック繊維は、湿潤時の強度および弾性率が高く、膨潤性の少ないことを主な特徴としているが、その反面、結節強度が低く、紡績中の繊維の損傷が著しく、織物の屈曲および摩擦強度が小さく、さらに紡糸速度が低いために生産性に劣ることが問題となっている。この論文は、ポリノジック繊維の有利な特徴を失うことなく、上記の欠点を改良するために行なった一連の製造研究と、繊維の性質の変化と微細構造との関係に関する研究を取り扱ったものである。

ポリノジック繊維製造の基本的条件のもとでは、付帯条件をどのように変化しても、得られる繊維 (T-0) の結節強度は 1.2 g/d を越えない。そこで著者は基本的条件に検討を加え、第一浴の硫酸亜鉛濃度を 0.5 g/l に高め、温度を 25°C に上昇することなどにより結節強度を 2.2 g/d に高めうることを明らかにし、この繊維を T-1 と命名した。

T-0 繊維製造条件のもとでは紡速が 10 m/min 以下でなければ紡糸工程中の延伸が行ない難く、実用的繊維が得られない。この点に関し著者は、ビスコース再生途上の適切な分解点において延伸を行なうべきことに注目し、T-1 の紡糸浴を用い、ビスコースの分解度が r 値において 25 付近に達するまで繊維を無緊張で空气中を走行させたのち 90°C 以上の熱浴中において延伸するときは、紡速 50 m/min におい

て湿潤強度 3.0 g/d 以上、結節強度 2.2 g/d、湿潤弾性率 200 kg/mm² 以上の繊維 T-2 を得る条件を見出した。

著者はさらにこの結果を基礎とし、ビスコースおよび紡糸浴の組成にもわずかの修正を加えることにより、120 m/min および 160 m/min の紡速で T-2 と同様の性能をもつ繊維 T-3 を製造することに成功した。この場合にも延伸前の r 値が大体25になるように繊維を空気中で走行させた。このようにして、従来のポリノジック製造法では、紡速がわずか 10 m/min であったものを 160 m/min にまで高めえたが、T-0、T-1、T-2 および T-3 のいずれの場合にも空気中の滞留時間が15~17秒であって、結局延伸前のビスコースの分解度を一定にするという条件によってすべての紡糸条件が設定されるという原則が明らかにされた。つぎに著者は上記の研空結果を基礎として、ビスコース法によってはいまだ到達しえなかった 6 g/d 以上の強度をもつ繊維 T-4 の製造方法を見出し、またポット紡糸法を応用して、ポリノジック性をもつフィラメント糸の製造にも成功している。ビスコース繊維の製造においては多数の条件の影響が錯綜するが、それをよく整理して重要な結果を得ている。

従来のポリノジック繊維 T-0 の最大の欠点は結節強度の小さいことと、破壊伸度の小さいことにあるが、これを改良した T-1 の実用効果を確認するために、著者は、T-0 および T-1 のおのおのについて紡績および製織試験を行ない、T-1 では紡績時の繊維の損傷が少ないこと、紡績糸の強度が優れていること、織布の摩擦強度、屈曲強度、引裂強度および寸法安定性が優れていることを明らかにし、改良効果を工業的実験によって証明している。

次に著者は T-0 に比べて T-1 および T-2 の結節強度が非常に高いことが、微細構造のいかなる相違に帰せられるかを知るために、X線回折による結晶化度、結晶面の配列度、小角散乱による結晶間の距離の算定、繊維表面のレプリカおよび横断面の電子顕微鏡的観察、剥皮試験による半径方向における比重、複屈折、面配向等の変化を詳しく調査したが、適切な説明を与えるに足る相違を見出し得なかった。ただスキン検出のための染色を行なった横断面の顕微鏡観察において T-2 が T-0 に比べて明瞭なスキン構造を持つことが認められたが、その適切な解釈は今後譲らねばならない。

これを要するにこの研究は、ポリノジック繊維の製造方法に画期的な改良を加え、その利点を保有しながら、欠点の大部分を改良することに成功している。また性質の向上と微細構造との関係を明らかにするためにも種々の実験を行なった結果、適切な解明を得るには至らなかったが、ポリノジック繊維の微細構造について多くの新しい知見を加えた。よってこの論文は工業的にも、学術的にも貢献するところが少なく、工学博士の学位論文として価値あるものと認める。