

ガラス繊維の紡糸に就て(第2報)

澤井研究室

工學博士 澤井郁太郎

工學士 嶺正男

1. 緒言

ガラスを耐火粘土製坩堝で熔融して坩堝底部に取付けたノズルからガラスの糸を引出して高速度で回轉するドラムに捲取る、所謂ボツト式のガラス長繊維の製造行程に於ける基礎的な紡糸条件を明にする目的で著者等の一人は先に(京都帝大工學部中央實驗所第一回講演會、昭和13年6月)白金製圓錐型ノズルの圓錐の開きの角と熔融ガラスの流出の難易及びノズルの中心軸の溫度勾配とガラス繊維の引き易さに就て考察し適當な溫度勾配を作る爲に圓錐型ノズルの中心に棒を垂直に取り付けてこの棒に沿つて降りて來るガラスを適當な粘度の所から糸に引く事に依り如何なる組成のガラスを使つてもこの方法に依れば4 μ 程度迄の細い繊維を引き得る事を報告した。次に紡糸用ノズルとして白金の代りにジンターコールンドを使用する爲に原料アルミナの精製・粉碎・成型及び成形に就て二、三の基礎的實驗を行ひ(著者、電氣評論、27, 580, 昭和14)、(窯協誌、49, 附77, 昭和16)、又其後の實驗によりジンターコールンド製ノズルは熔融ガラスに對して充分なる耐久性を有する事を確めた(工化誌、43, 778, 昭和15)。そこで前報(化研講、11, 107, 昭和16)に於てノズルからガラスを自然滴下させる場合にノズルの材質及び形状と熔融ガラスの流出の難易並にノズルの口を出たガラスがある溫度条件のもとで表面張力の影響に依てノズルの外壁を濡らして擴り紡糸の障害になる、所謂クリープ(Creep)の現象に就き比較した結果、特殊な形のジンターコールンド製ノズルが最も好都合なる事を認めて、このノズル35個を坩堝の底に取付けて市販ソーダ石灰珪酸ガラスを一定溫度に熔融したもののから捲取速度を變へて紡糸し、捲取速度の増加により繊維が細くなる爲にある範囲内で速度を變化せしめても引出される繊維の重量は殆ど一定に保たれる事を確めた。

2. ノズル1個による紡糸實驗

熔融ガラスの一部を細く引伸して纖維狀に凝固せしめる過程は多くの複雑な要素に支配され

るものでこれを純理論的に取扱ふ事は異常に困難である。熔融ガラスの如き高粘度の液體の一定容積から一定速度 v で糸を引上げて糸が切斷する迄に引き得る長さ l はこの液體の紡糸能 (Spinnbarkeit) 又は曳糸性 (Faserzievermögen) を表す一つの量であると考えて l, v , 及び液體の粘度 η との間の實驗式を求めた Tammann (Z. anorg. Chem., 162, 1, 1927) の古典的研究及びそれ以來コロイド科學の領域で引續き行はれてゐる各種有機液體の曳糸性の研究 (例へば川道, 日化, 60, 88, 昭和14)等は全て一定温度のもとで實驗したものであつて従つて液體の粘度は實驗中一定であると考へられるのであるが, これに對して熔融軟化せるガラスからガラス纖維の出来る過程は熔融ガラスの千數百度の温度から常溫迄温度が急激に降下するに伴つてガラスの粘度が $10^1 \sim 10^{19}$ poise 程度の間急激に増大する現象を取扱ふものであつてこの點からみても理論的な取扱の困難さが豫想されるのである。

そこで著者等は紡糸条件を出来るだけ系統的にしらべる目的で組成の明瞭なガラスを原料としてジスターコールンド製圓錐型ノズル 1 個だけを取付けた坩堝から 1 本のガラス纖維を紡糸する實驗を一, 二行つた。未だ充分な測定數値を得るに至つてゐないがその結果の一端を報告する。

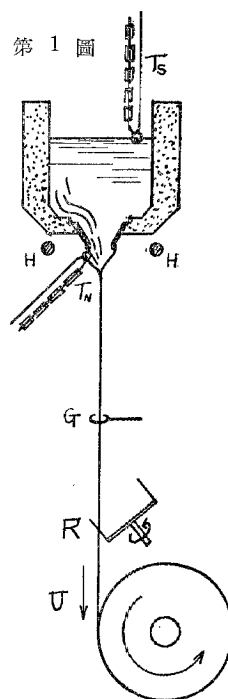
先づ實驗裝置を模型的に圖示すると第 1 圖の如くであり, 實驗の條件及び紡糸の可能性を假に分類してみると次の如く表す事が出来る。

A. 實 驗 條 件

- 1) ガラスの性質
- 2) ガラスの仕込量
- 3) 坩堝及び加熱爐の構造
- 4) ノズルの材質及び構造
- 5) ノズルの口径 (a mm)
- 6) ノズル出口に於けるガラスの温度 T_N .
- 7) T_N から下の温度勾配
- 8) 坩堝内熔融ガラスの表面の温度, T_s .
- 9) 捲取線速度, U (m/min)

B. 紡 糸 可 能 性

- 10) 定常状態で紡糸し得る事
- 11) 綾をかけ得る事



12) 繊維の太さ, $D(\mu)$

13) 繊維の毎分生産量 W (g/min)

然して 1)~5) 迄の条件を一定に保つて6)~9)の条件を変化せしめ10)11)を満足せしめ乍ら紡糸した場合に12)繊維の太さと13)繊維の生産量に如何なる影響を與へるかを観察した。即ち

1) ガラスの調合組成は SiO_2 65, Al_2O_3 10, B_2O_3 8, CaO 7 及び Na_2O 10% の相当硬質系のガラスで Al_2O_3 , B_2O_3 等の爲このガラスは高温度に於ける粘度が大で作業範囲（粘度 $10^9 \sim 10^8$ poise）に於て伸び易い性質を有する事が豫想される。

2) 試料ガラスは豫め太さ 10 mm 内外の棒に引いて置きこれを長さ 20~30 mm に切断して豫め高温度に加熱した坩堝の底に 1 個宛落して完全に熔解するのを待つて次の片を加へ、かくして熔解ガラスに泡が混入する事を防いだ。1 回の實驗に約 100 g 宛のガラスを使用しノズルの口からガラスの表面までの高さは約 5 cm 位に保つた。

3) 坩堝は耐火粘土製圓筒形のもので試料ガラスの熔融にはガス爐を用ひノズルの部分の温度の細い調節は非金屬電熱體 H に通す電流を加減して行つた。

4) ノズルはジスターコールド製圓錐形のもので使用したガラスの粘度特性の爲か實驗した温度範囲内では熔融流出したガラスがノズル外面を濡して擴る現象は見られなかつた。

5) ノズル出口の内径は 2.7 mm であつた。

6) ノズル出口のガラスの温度 T_N の測定には Pt-Pt-Rh 熱電對の頭をノズルの下縁に接觸させ特別な注意を拂つて丁度半分だけ熔融ガラスに浸して測定した。

7) ノズルの下端からガラスの糸が引伸されて一定の太さになる迄のガラスの粘度の變化を確實に知る事は極めて大切な事であると考へる。その爲には紡糸實驗と並行して試料ガラスの粘度の温度特性を測定した上でノズルの中心軸の温度勾配を測る方法を考案すべきであると考へるが、この引伸されつゝあるガラスの糸の温度勾配を簡單迅速精確に測定する適當な方法を未だ考へついて居ない。又ノズルから引出されたガラスが引伸されて一定の太さの繊維になる部分の形狀が試料ガラスの性質、温度、引張速度等により種々に變化する事が觀察されてゐるがこれはいづれ適當な方法で比較實驗を試みたいと考へる。

8) 熔融ガラスの表面の温度 T_s はガスバーナーの調節によつて最も簡単に調節出來、光學高溫計によつて簡単に測定出來る。この實驗の場合にはノズル出口温度 T_N との關係をみる爲同一の熱電對を隨時挿入し、注意して熱電對の頭を丁度半分だけガラスに浸して T_s を測定した。元より爐の構造、熔融ガラスによる熱の傳導等の爲 T_N は T_s によつて一定の制限をうけるものであるが現在の装置に於ては非金屬電熱體に通す電流を加減する事により T_s 一定の場

合 T_N の温度は $\pm 100^\circ$ 位變化せしめ得る。

9) 捲取速度は捲取ドラムの軸に直径の異なるプーリーを取換へる事により約 300 m/min から 840 m/min までの間を6段に變化せしめた。

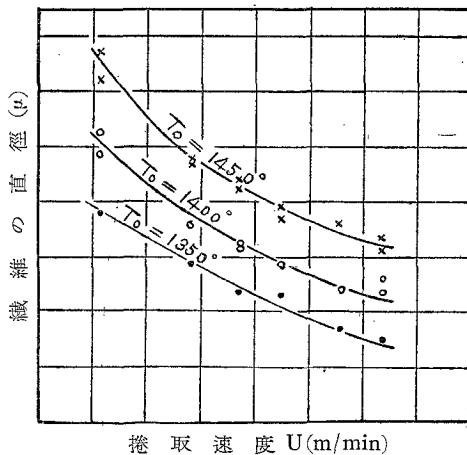
10) ノズルから引出されるガラスの温度に對して捲取速度が大に過ぎると纖維が次第に細くなり側面から白熱電燈で照して觀察してゐると赤緑青等の干渉色が次々に現れて3~4秒経つと切れて了ふ。原料ガラス中に泡があると熔融ガラスから纖維が出来る際泡は引伸されて纖維の中に入るがその部分だけ中空になるので折れ易い。又坩堝がガラスに侵蝕されてガラス中に「石」が入ると「石」の入つた部分から急に纖維が細くなつて切れて了ふ。又多數のノズルから引出された纖維をガイド G で1本に集める際にガイドの面が餘程滑かでないとな摩擦の爲纖維が切れ、ガイドの材質が硬くないと高速度で引張られてゐる非常に細いガラス纖維の爲に傷がつき、次に來た纖維がこの傷に引掛つて切れる様になる。

11) 同様に廻轉式の綾掛装置 R の纖維に觸れる棒の面も充分硬く滑かである必要がありいづれも厚くクロム鍍金した鐵の棒を使用した。

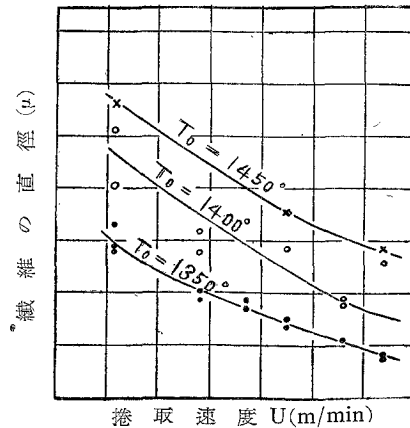
熔融ガラスの温度が低過ぎる場合に無理に引張出した纖維は一般に非常に張力がかゝつてゐるものと思はれ寄せ集めて糸にした場合に硬直した感じがしてしなやかさが無い。張力のかゝり過ぎた纖維は又綾掛装置にあたると折れ易い危険がある。纖維の引張速度に應じて綾掛装置の廻轉速度を調節しないと綾掛装置の棒に纖維が摩擦してゐる時間が長くなる事があり此處で切れ易いがこの實驗では綾掛装置の廻轉速度を適當に調節して、以上の諸條件を考慮に入れた上で纖維の切れない状態で紡糸し纖維の直径と毎分生産量を測定した。

3. 實 驗 結 果

第 2 圖 $T_N=1020^\circ$ の場合



第 3 圖 $T_N=1040^\circ$ の場合

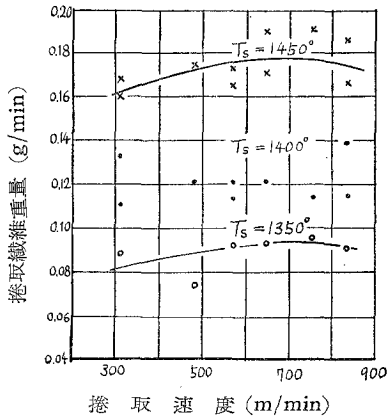


12) ノズル出口に於ける熔融ガラスの温度、 $T_N=1020^\circ$ 及び 1040° の場合に就き捲取速度と繊維の直径の間の関係を圖示すると第2及び第3圖の如くなり、捲取速度が約 300 m/min から 840 m/min に増加する間に繊維が次第に細くなつて来る有様が見られる。

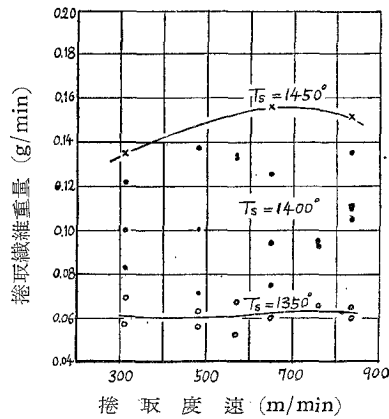
而してノズル下端の温度 T_N が一定であつても坩堝内の熔融ガラス自體の温度が高くなる程引出されるガラスの量が多くなる爲繊維が太くなつて来る事が判る。

13) 同じく $T_N=1020^\circ$ 及び 1040° の場合に就き捲取速度と1分間に引出される繊維の重量

第4圖 $T_N=1020^\circ$ の場合

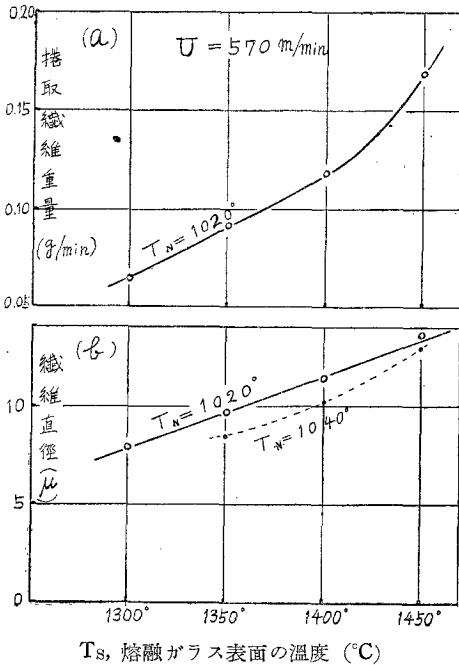


第5圖 $T_N=1040^\circ$ の場合



との関係を第4及び第5圖に示す。連続引出した時間が短かつた爲誤差が多くガラスの毎分流出量は相當偏差が劇しいが、然しノズル出口の

第6圖



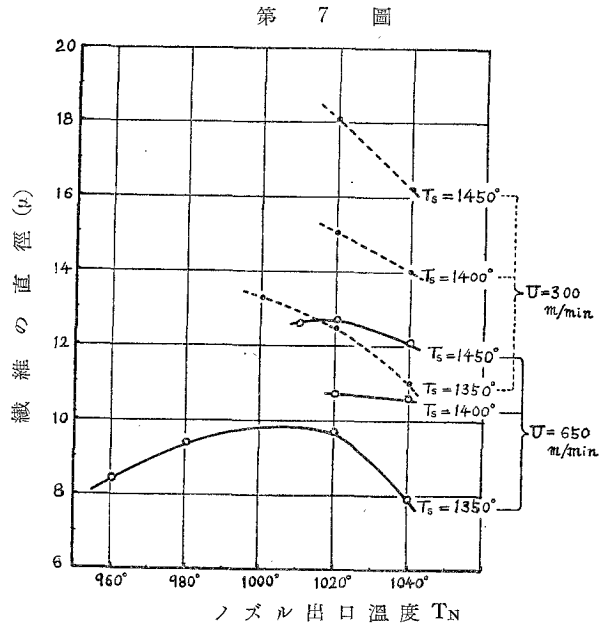
温度を一定に保つて坩堝内熔融ガラス自體の温度を上げて行くと流出量が増加して行く事だけは明かである。

4. 結果の考察

最初の豫想ではノズル出口の温度 T_N が一定して居れば捲取速度一定の場合には略々一定の太さの繊維が出来、又 T_N が上れば繊維が大きなるものと考へてゐたのであるが、以上に圖示した如く實際には T_N を一定に保つ事が出て来ても坩堝内熔融ガラスの表面の温度 T_s の變化によつて繊維の太さ及び流出量が明瞭に變化する。例へば $T_N=1020^\circ$, $U=570 \text{ m/min}$ の場合

に就て第6圖 (a) に T_s とガラスの流出量の 關係を, (b) に T_s と纖維の直徑の 關係を示す.

即ち T_s が高くなる程流出量が増し従つて纖維が太くなる事が見られる. 又圖中黒丸點は T_N を 1040° に上げた場合の關係を示し, 捲取速度一定で T_N の溫度を上昇せしめてかへつて纖維が細くなり一定時間に捲取られる纖維の重量が減少する事がある様に思はれる. 充分な測定數値を得てゐないので確言は出来ないが一定捲取速度で, 熔融ガラスの表面の溫度 T_s を一定に保つてノズルの出口の溫度 T_N を次第に上げて行くと最初は次第に纖維が太くなるがある溫度以上ではガラスがかへつて引伸され易くなる爲か太さがある極大値に達した後はかへつて細くなる事があるのは他の實驗の場合の經驗からもうかがわれる所である. 今捲取速度 $U =$



300 及び 650 m/min の場合に就き T_s を夫々 1350° , 1400° , 1450° に保つた場合の T_N と纖維の直徑との關係を圖示すると第7圖の如くなり T_N が 1020° から 1040° に上つた場合にいづれの場合も纖維がかへつて細くなつてゐる事がみられる.

かゝる現象はこの様なガラスの粘度特性の爲であるか又は他の原因によるものであるかは更に實驗を重ねた上でないと結論を下す事は出来ない.