

## 醋酸纖維素皮膜製造及び紡絲試験(第5報)

喜 多 源 逸

増 田 周 三

松 山 紀 陽 作

(京都大學化學研究所)

配合溶剤を用ひたる醋酸纖維素液の紡絲に就きては已に工業化學雜誌(1928, 31, 739)に2, 3記述する所ありたり。其後諸種の醋酸纖維素を用ひ紡絲し原料と絲の間に何等かの關係ありやを見出さんご企てたり。紡絲方法竝に試験法は總て前方法と同じ。

### 〔I〕 異粘度の醋酸纖維素を用ひ紡絲したる絲の性質

既に第1報にて述べし如く同一醋酸纖維素を用ふるも其紡絲方法如何に依り絲の性質を幾分異にするを以て、簡単に粘度異なる醋酸纖維素の絲の

品質を檢し能はざるも、粘度と絲の品質との間の關係を驗す爲に異粘度の諸會社製品及び自製品を紡絲せり。

(1) Heyden 製品の紡絲試験 Heyden 會社製醋酸纖維素の高、中、低粘度の3種に就き試験せり。各々 25g を 100cc のアセトンに溶解し紡絲せり。粘度は 2g の醋酸纖維素を 100cc のアセトンに溶解し、20°C に於てオストワルド粘度計にて測定し水に對する比粘度を求む。以下實驗結果は數回紡絲試験の綜合結果なり。紡絲箱溫度 40°C。

	比 粘 度	壓力(氣壓)	太さ(d)	強さ(g/d)	伸長度(%)	測定條件	
						溫度 16°C	濕度 53%
低 粘 度	2.00	1.5	8.84	0.76	16.7	—	—
中 粘 度	2.25	2.0	10.44	1.04	22.1	—	—
高 粘 度	2.83	3.5	9.00	0.90	10.4	—	—

次に中粘度を濃度 25%、低粘度 26%、高粘度 22.7% となし各々同じ壓力 2 氣壓の下に紡絲せり。

	太さ(d)	強さ(g/d)	伸長度(%)
低 粘 度	7.92	0.78	18.5
中 粘 度	8.64	1.04	20.8
高 粘 度	6.48	0.71	14.0

Heyden 製品にては紡絲操作のし易き中粘度が最良の結果を得たり。

(2) Bayer, France, Japan 及び Heyden 中粘度の紡絲試験 獨逸 Bayer 會社製、フランス製、日本某所製及び Heyden 中粘度を 25% 濃度にて紡絲せり(紡絲溫度 40°C)。

	比 粘 度	圧力(氣壓)	太さ(d)	強さ(g/d)	伸長度(%)	測定條件	
						溫度 19°C	濕度 46%
Bayer	3.88	2.0	6.12	0.98	16.4		
佛 國	2.91	1.5	7.92	0.97	20.5	—	—
日 本	2.82	1.5	8.10	0.95	17.4	—	—
Heyden中	2.25	1.5	8.64	0.93	15.1	—	—

この結果を見るに粘度高き方漸々絲強き傾を呈す。

(3) Cellit の紡絲試験 獨逸國 I. G. 會社製

Cellit L の高、中、低 3 種に就き (2) と同様にア

	比 粘 度	圧力(氣壓)	太さ(d)	強さ(g/d)	伸長度(%)	測定條件	
						溫度 24°C	濕度 48%
低 粘 度	2.73	1.5	5.04	0.92	19		
		2.0	9.72	1.04	23.4	—	—
中 粘 度	4.20	2.5	9.36	1.12	20.2	—	—
		3.0	10.80	1.12	20.4	—	—
高 粘 度	4.60	3.0	9.00	1.15	23.3	—	—
		3.5	12.60	1.13	24.2	—	—

この場合も (2) と同様高粘度程幾分強さを増す。余等は尙この間の關係を確めん爲に高粘度の製品を作りて試験せり。

(4) 自製品の紡絲試験 理研彙、3, 13 に記載せる醋酸纖維素を製造せり。處方は Ost 氏法にて醋酸化溫度 13°C, 1 日、加水熟成 20°C にて行へり。加水熟成日数は各々製造試験の結果 6, 7, 8 日の適當なるを確め、紡絲してその何れが良きかを檢す。何れも比粘度 9 (25°C に於て) 以上なるを以て、著者等の紡絲装置にては 25% の濃度を以て紡絲し能はざる爲 15—19% 程度になし紡絲せり。

	濃度(%)	圧力(氣壓)	太さ(d)	強さ(g/d)	伸長度(%)	測定條件	
						溫度 26°C	濕度 78%
Bayer	25	2.0	8.28	0.95	20.8		
"	25	2.5	12.24	1.00	26.0		

セトンに溶解し紡絲せり。この時紡絲の凝固箱は大きさ少し改造し 30 cm × 40 cm × 90 cm のものを用ひ溫度は 40°C なり。

大體次の如き結果を得たり(凝固箱小)。

熟成日數	醋酸價	強さ(g/d)	伸長度(%)	測定時の條件	
				溫度	濕度
6 日	54.90	1.01	27.0	25°C	79%
7 日	54.00	1.03	25.0	—	—
8 日	53.40	1.05	18.0	—	—

種々試験の結果 7 日、8 日を適當とし以後の試験には 7 日、8 日熟成せし製品を用ふ。

(5) Bayer 製品と自製品との比較 Bayer 製品及び自製品を紡絲試験をなし、その粘度の及ぼす影響を驗む。凝固箱小、溫度 50°C

自製熟成7日	15	2.0	6.84	1.02	20.0
	15	2.5	7.20	1.08	24.4
	17.5	2.5	7.20	1.08	18.4
	17.5	3.0	8.28	1.06	18.2
	19.0	3.5	9.00	1.02	20.0
	19.0	4.0	11.88	1.01	23.0
	20	4.0	10.80	1.04	16.7
自製熟成8日	20	4.5	13.32	1.07	18.0
	15	2.0	7.20	1.05	25.4
	15	2.5	9.00	1.02	28.0
	19	3.5	7.20	1.05	16.6
	19	4.0	7.92	1.06	15.0

以上の結果にては尙不充分なるを以て次に凝固温度は 40°C を用ひたり。箱は (3) の場合の如く大なるものを用ひ凝固箱の

	濃度(%)	壓力(氣壓)	太さ(d)	強さ(g.d)	伸長率(%)	測定條件		
						温度	湿度	
Bayer	25	{	2.5	4.68	0.85	14.0	21°C	3%
			3.0	9.00	1.05	23.4	—	—
			3.5	11.78	1.00	23.4	—	—
自製熟成7日	18	{	4.0	6.12	1.14	19.4	—	—
			4.5	9.72	1.03	18.0	—	—
自製熟成8日	15	{	3.0	5.40	1.04	15.0	—	—
			3.5	8.28	1.23	24.0	—	—
	18	{	4.0	8.28	1.18	18.4	—	—
			4.5	12.24	1.16	24.2	—	—

之より觀察するに自製高粘度醋酸纖維素の絲は幾分 Bayer より勝れたりさ見ゆる點あるも著しく明瞭云ふ事能はず。

紡出せる絲をば卷取機に卷取らずに其儘紡絲箱中にて 30 分放置し、之を取出しデシケタに貯へ普通絲と同様試験せり(温度 50°C)。

(6) 自然垂下に依る試験 之はデュゼンより

	濃度(%)	壓力(氣壓)	太さ(d)	強さ(g.d)	伸長率(%)	測定條件		
						温度	湿度	
Bayer	25	{	2.0	19.22	0.90	35.6	26.5°C	64%
			2.5	20.88	0.80	34.5		
			3.0	21.88	0.94	40.6		

Cellit L 中粘度	25	{	2.5	19.44	0.78	34.2
			3.0	19.80	0.93	36.0
自製熟成7日	15	{	2.0	14.04	1.00	36.4
			2.5	14.92	0.94	36.0
			3.0	15.48	1.03	38.0
	18	{	3.0	16.20	0.82	39.6
			3.5	19.84	0.99	40.0
自製熟成8日	15	{	2.5	15.45	0.86	38.0
			3.0	17.28	0.95	42.0
	18	{	3.0	15.12	0.98	42.2
			3.5	18.72	0.97	42.6

大體 (5) の場合と同様の結果を得たり。

(7) フィルム試験 2%, 4%, 8% のアセトン溶液を作り硫酸デシケーター中にて岡田氏(本誌 1927, 3, 288) の法に倣ひ水銀の上に硝子板を乗せ、その上に 25cc の溶液を注ぎ2日放置しフィルムを作り熱風乾燥器に 12 時間入れ以て試料させり。

フィルムの強度(ライスレンゲ Km)

	2%	4%	8%
Bayer	4.43	4.25	4.04
熟成7日	4.51	4.94	5.16
熟成8日	4.58	4.82	4.22

フィルムのの場合にては絲の場合よりも幾分その差を明瞭に見るを得。

以上諸結果を綜合するに高粘度の醋酸纖維素程幾分その強さを増す様なり。勿論高粘度の試料に取りし自製品は粘度の高き爲市販品と同様の濃度即ち 25% 程度を用ひず、前述の如く 15-19% を用ひし故實際の意味の比較を云ひ能はざるも、幾分高粘度なる自製品の方勝れたる傾あり。然し

同一醋酸纖維素にても多少の差生するものなれば、この點より考ふる時は先づ大なる差なきを見るを至當とす、されど高粘度製品の劣るを云ふ意にはあらざるなり。

## 〔II〕 異種醋酸纖維素混合の場合及び他の物質混合の場合の影響

(1) 異種醋酸纖維素配合 高粘度と低粘度のものを混合し、アセトンに溶解し紡絲せり。高粘度のは自製品、低粘度としては佛國製品を用ひたり。

配 合		壓力 (氣壓)	力太さ (d)	強さ (g/d)	伸長率 (%)	測定條件	
自製熟成7日	佛國製					溫度	濕度
16%	4%	3.0	10.44	0.98	18.0	26 C	71%
16%	9%	3.5	11.16	0.94	20.4		
自製熟成7日	佛國製						
16%	4%	3.0	8.10	1.04	14.2		
16%	9%	4.0	15.12	0.97	24.4		

自然垂下の結果は次の如し(溫度 50°C)。

配 合		壓力	力太さ	強さ	伸長率
自製熟成7日	佛國製				
16%	4%	3.0	29.88	0.82	40.6
16%	9%	4.0	46.44	0.74	40.6

自製熟成8日	佛國製	16%	4%	3.0	34.20	0.82	44.6
16	9	4.0	42.12	0.73	41.8		

以上諸結果に於て配合せる場合は強度は強度弱きもの、配合量が多き程強度が低くなるなり。恐らく分子配列の不整に基くこゝも一の原因と見るべきなり。

(2) 他の物質混合の影響 アセトン可溶性の他の物質を混じて分子間の連結を強固ならしめ以て絲の強さを大にせんとの目的を以て、Manila Kopal 及 Dammar-Harz をアセトンに溶解せしめて用ひたり。醋酸纖維素は Bayer 製品を用ふ。壓力=2.5 氣壓、溫度 40°C。

Dammar-Harz 添加量 (溶劑に對す%)	太 量 (d)	強 量 (g/d)	伸長率 (%)	測定條件	
				溫度	濕度
0	12.6	1.01	23	21°C	65%
0.65	6.48	0.80	16		
0.91	13.32	0.71	21.2		
1.31	10.08	0.68	21.0		
Kopal-Manila					
0.88	13.32	0.69	20.0		
1.6	7.56	0.58	16.8		

各々添加量の増すに従ひ強さ減少し且色の光澤も次第に白くなりその性質を悪くす。

### 附記〔III〕摩擦の影響

紡絲箱よりの出口は木を用ひ居るも、今護謨を用ひ紡絲せり。紡絲條件： 壓力=2.5 氣壓、溫度 40°C。

ガイドの種類	太 木 (d)	強 木 (g/d)	伸長率 (%)	測定時の狀況	
				溫度	濕度
木	10.80	0.97	26.0	16°C	48%
護 謨	10.08	1.04	22.0	—	—

更にガイドを變更し箱中に尙一つのガイドを設けて紡絲せり。箱は小なる方を用ひ上部より 32cm の處へ出口より 8, 10, 12, 15 cm の箇所へ夫々ガイドを變更して試験す(表中ガイド箇所を出口より 1, 2, 3, 4 の順序とす)。

佛製醋酸纖維素25%、壓力=2.5氣壓、溫度 40°C。

#### (a) ガイドに木を用ひたる場合

内側ガイドの箇所	太 量 (d)	強 量 (g/d)	伸長率 (%)	測定條件	
				溫度	濕度
なし	10.80	0.97	26.0	15°C	43.5%
1	10.08	1.09	21.0		
2	9.36	1.11	21.0		
3	9.36	1.14	19.0		
4	7.20	1.17	19.0		

#### (b) ガイドに護謨を用ひし場合

内側ガイドの箇所	太 量 (d)	強 量 (g/d)	伸長率 (%)	測定條件	
				溫度	濕度
なし	10.08	1.04	22.0	15°C	43.5%
1	6.84	1.05	22.0	—	—
3	5.40	1.14	17.6	—	—

之等種々の結果より考ふるにガイドが奥になる程即引伸ばす程、絲の太さ、伸長率は減少し、強さは次第に増加するものなり。絲の光澤も普通の場合よりもよくなるが如く思はる。

(昭和3年11月9日受理)