

醋酸纖維素皮膜製造及び紡絲試験(第三報)

醋酸纖維紡絲に就て

(京都帝國大學化學研究所) (昭和三年三月二三日受理)

工學博士 喜 多 源 逸

工 學 士 植 松 達 己

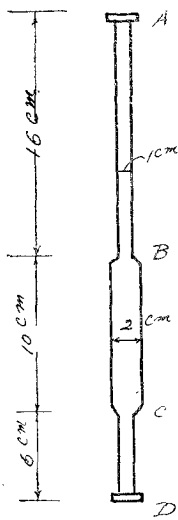
工 學 士 増 田 周 三

醋酸纖維の紡絲方法には 濕式と乾式との 2 法あるも普通近時用ひらるゝは乾式にして且我等の紡絲試験の第一次の目的は醋酸纖維素の性質を絲の形にして比較するに在り茲に於て必然濕式に比し影響因子の少なき乾式を用ふるを至當と考へ乾式を用ひたり以下その實驗方法の概要を説明せん

1. 紡絲液の製法

(a) 濃度 種々の書に依れば紡絲液の濃度は一般に 25%より 35%に至る間に於て用ひらる故

第一圖 紡絲管



に我等の實驗に於ては何れの濃度が最も紡絲に適し且簡単に操作し得るやを見るために 100cc のアセトンに夫々 15g、20g、25g、30g、35g の醋酸纖維を溶かし之を試験したるなり

(b) 溶劑及び醋酸纖維素 アセトンは市販のものを用ひたり第二次の試験即ちアセトンと他の溶劑との混合溶劑の場合はアセトンは蒸溜したる純なアセトンを用ひベンゾールはメルク製品アルコールは純粹のものを用ひたり醋酸纖維は市販のものを用ひたり

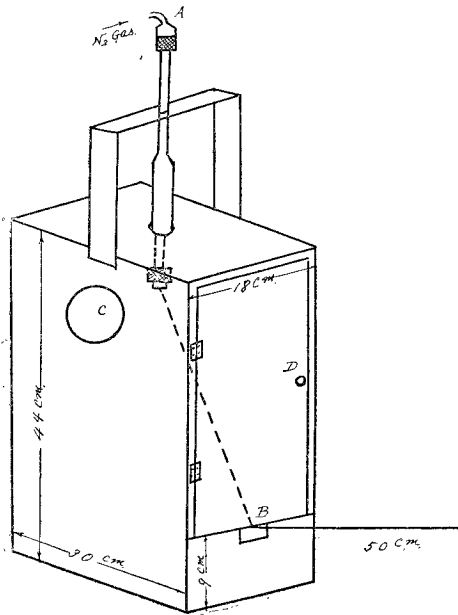
(c) 容器 醋酸纖維と溶劑とを 300cc の栓附三角フラスコに溶解し 3日放置して後紡絲を行へり

2. 紡絲方法

(a) 紡絲管 醋酸纖維紡絲液の容器の謂なり種々考案の結果第一圖の如き硝子製の管を用ふ A の口より壓力を加へ D の先端にデュデンを備ふ B の長さは三角フラスコに入れ試料の採出に容易なる如く長く作れり普通 BC の 1/2—1/3 の高さに試料を入れ其の附近迄を凝固箱中に挿入し箱中の溫度と同溫度になる如く装置しあり

(b) デュデン 白金と金との合金にて作りしものにして孔径約 0.1mm なり普通使用後は水にて洗ひアセトンに浸し後洗滌液にて洗ひ然る後用ふる都度顯微鏡にてよくその孔の開けるや否やを検して用ふなり

- (c) 凝固箱 今著者等の考案せる絲の凝固に用ひし箱を便宜上凝固箱と稱す木製の箱にして第二圖の如し前面は扉にて開閉自由にして上部の兩側面には C なる硝子窓を設く之に依りデューデンより絲の紡出するを檢す A の處には N_2 瓦斯を N_2 ポンプより送り壓力を加ふ此の箱は下に臺を置き安定を保ち且底部には砂を入れ電球にて箱中を熱しその點燈の數に依り各々所要の一定溫度に保つ砂は位置安定と同時に保温の用をなすデューデンより出でし絲は B の口より捲取機に送る B は木なり硝子を用ふれば始終絲切れる恐ありデューデンより絲紡出さるれば底部のベルト運搬機の上に落ち之により B の口に持ち來る即ち之れ箱中の溫度一定になさんが爲の裝置なり絲はガイドにより捲取機に行くこの操作中可成の熟練を要するは論を俟たず紡絲操作中は D の扉は絶対に開かず溫度一定になす爲なり



第二圖の如し前面は扉にて開閉自由にして上部の兩側面には C なる硝子窓を設く之に依りデューデンより絲の紡出するを檢す A の處には N_2 瓦斯を N_2 ポンプより送り壓力を加ふ此の箱は下に臺を置き安定を保ち且底部には砂を入れ電球にて箱中を熱しその點燈の數に依り各々所要の一定溫度に保つ砂は位置安定と同時に保温の用をなすデューデンより出でし絲は B の口より捲取機に送る B は木なり硝子を用ふれば始終絲切れる恐ありデューデンより絲紡出さるれば底部のベルト運搬機の上に落ち之により B の口に持ち來る即ち之れ箱中の溫度一定になさんが爲の裝置なり絲はガイドにより捲取機に行くこの操作中可成の熟練を要するは論を俟たず紡絲操作中は D の扉は絶対に開かず溫度一定

になす爲なり

- (d) 捲取機 之は本教室の富久氏の案になるものにして紡絲機を用ひたり

(e) 操作 先づ紡絲管に紡絲液を入れ管の D の口は更紗布にて口を閉づ即ち濾過の用をなす普通 4 枚重ね用ふ其先にパッキングをなしデューデンを取附く之を凝固箱の上の口に据え箱中の溫度と同一となすため 15 分間放置す然る後壓力を加ふ若し絲にならずして液のデューデンの口に溜る時はアセトンで丁寧な掃けば直に絲となりて出づこれも熟練の問題なり絲の出始めより 5 分間は出でし絲を試験用に供せず 5 分間後に於て始めて捲取機に捲取る

3. 絲の試験方法

萩原式セリメーターを用ふ 5—10 本試験しその結果著しき弱きものを除き平均を取れり其の理由は氣泡其他の原因に依りて本來の強さよりも弱くなる事あり得るも強くなるは考へられざるが故なり絲は特別に乾燥することなく室内に 1 晝夜若くは 2 晝夜放置せるものなり

實 験 結 果

先づ紡絲液の濃度と之に加ふる壓力及び捲取る速度の關係を試験せり而して適當と考へられたる條件の下に溫度の影響を見次に溶劑の影響を研究せり

1. 濃度、壓力、速度の絲に及ぼす影響 前述の 15、20、25、30、35g の 5 種の紡絲液を作りしも 15、35g は餘り粘度小なるか或は粘度大に過ぎ紡絲に適せず 20、25、30g の 3 種に就き試

驗せり其の結果第一表の如し表中濃度 20g とあるは溶劑 100cc に醋酸纖維 20g を溶解せるの意なり壓力は氣壓を單位とす又速度 A は約 1 分間 34 m、B 約 21 m、C は約 17 m なり強さは單位デニルに對する g 數なり

第一表 濃度壓力及び速度の關係

濃 度	壓 力	速 度	デ ニ ル	強 さ	延 伸 率
20g/100cc	1.5	A	6.12	0.69	13.4
"	1.5	B	7.20	0.71	16.0
25g/100cc	2.0	A	6.84	0.83	15.0
"	"	B	10.44	0.90	17.3
"	2.5	A	8.64	0.93	17.0
"	"	B	10.80	1.00	23.4
"	"	C	16.80	0.92	15.3
30g/100cc	2.5	A	7.20	0.71	10.5
"	"	B	9.00	0.87	15.0
"	3.0	A	9.00	0.90	14.8
"	"	B	16.18	0.87	19.0

此の表に見るが如く或濃度に對しては壓力に限界あり之より小なる壓力にてはデューデンの孔塞り連續したる絲を紡ぐ事能はず又此の限界より大なる時は乾燥し終らずして途中にて切斷し易く捲取るを得ず又 1 氣壓以下にては如何なる濃度にては捲くを得ず一定條件に於ては捲く速度小となればデニルと延伸率は増大するは豫想せらるゝ所にして實驗の結果は明に之を示せり絲の強度に如何に影響あるか興味ある點にして先づ速度を見るに濃度 30g 壓力 3 氣壓の場合を除き B が A より強きが如し然れども必ずしも然らざるは後の實驗の際に明に見る處にして要するに或速度に於て最大となり此の速度は之より大なる速度にて切斷し又之より小なる速度にて弛むが如き速度なり

尙表より見れば壓力大なる程絲の強さ大となるが如きも常に然るにあらず又濃度も 25g が 30g より常に良好なるにあらず濃度と壓力と速度との 3 者が良く適合する時最大の強さの絲を得ること後の實驗より明確となれり但し 25g の濃度は取扱に最も都合よく 30g になれば紡絲管に入れる時氣泡多く生じ而して此の氣泡は永く除去し難し依て爾後の實驗には 25g の濃さを採用せり

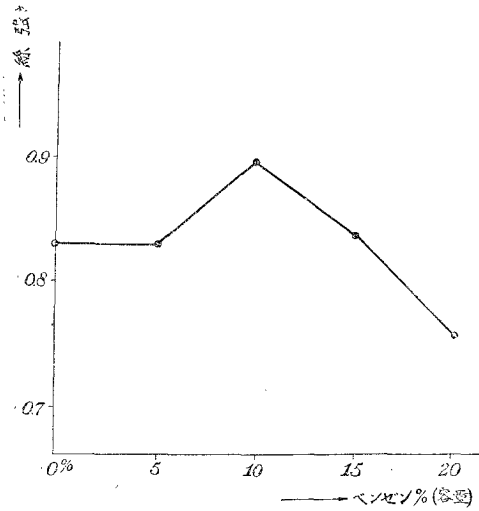
2. 温度の絲に及ぼす影響 装置の都合上自由の温度にするを得ず常溫電球 1 個及電球 2 個の 3 種とせり須く尙進みてニクロム線等を用ひ自由の温度を得る如くになすを可とす第一回と第二回とは室溫の差により多少の差を生じたり其の結果第二表の如し

第二表 温度の影響

温 度	デ ニ ル		強 さ			延 伸 率		
	A	B	A	B	平均	A	B	
I {	18°C	3.96	7.40	0.85	0.89	0.87	11.7	19.5
	28°C	7.03	10.80	0.85	0.86	0.86	17.5	22.7
	33°C	7.75	(10.11)	0.86	(0.92)	0.89	19.2	23.6
II {	20°C	4.41	7.20	0.88	0.99	0.94	9.9	17.3
	30°C	7.20	12.96	0.92	0.90	0.91	18.0	22.0
	40°C	9.72	18.00	0.99	0.89	0.94	21.4	23.0

抑々温度の影響は次の3点と考へらる第一は温度の上昇に伴ひ紡絲液の粘度減少するが故に他の条件同一なりともデュデンより出る速度に差を生ずべし第二はデュデンより出たる絲の溶剤の揮發速度に差異あり急なる時は組織粗となる傾向を生ずべし第三は温度による紡絲液の膨脹の結果同一のデュデンより出たる絲に大小を生ずべし第二表の結果を見るに第二、第三の影響は之を殆ど認め難きも第一の影響は著しく著明なり即ち温度の上昇と共に粘度減少するが故に同一壓力にて流出速度大となりデニルと延伸率大となる又前述の如く或温度にて適當なりし速度も粘度の變化のために不適當となり絲の強さの關係全く反對となることあり表中()を附したるは何等かの原因により不規の結果を得たるものと考ふるを至當とす

第三圖 溶劑中ベンゼンの影響



之を要するに温度の影響はその粘度に及ぼす影響にして適當なる条件の下に紡絲すれば絲の強さには殆んど影響なしと見るを得べし

3. 溶劑に關する研究

A. ベンゼンの影響 濃度は前述の理由により 25g/100cc とせり溶劑はアセトンにベンゼンを加へそのベンゼンの容量%を 0、5、10、12.5、15、20% とせり

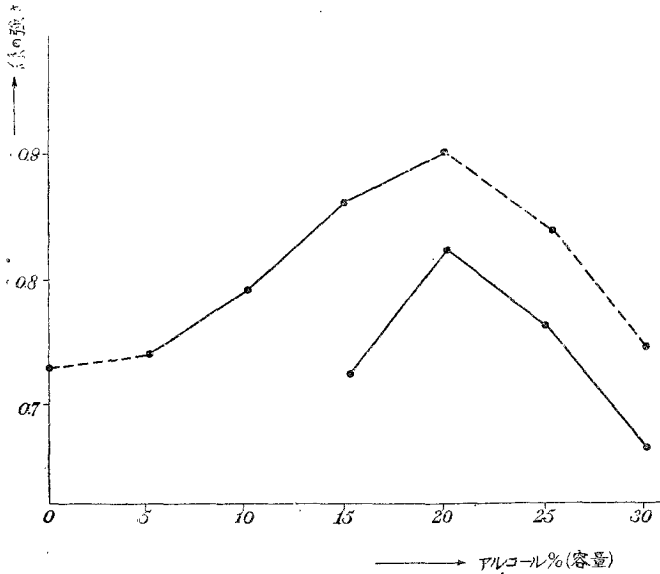
壓力は 2.5 氣壓にして速度は AB の 2 にして温度は 40°C にて行ふその結果を表にて示せば第三表の如く絲の強さの平均を曲線を以て示す時は第三圖の如し

第三表 溶劑中のベンゼンの影響

ベンゼン%	壓力	速力	デニル	強さ	同平均	延伸率
0	2.5	A	9.00	0.84	0.83	21.4
"	"	B	15.50	0.83		26.5
5	2.5	A	7.92	0.86	0.83	19.0
"	"	B	14.03	0.81		25.3
10	2.5	A	9.00	0.92	0.84	23.2
"	"	B	11.70	0.87		26.0
15	2.5	A	7.92	0.87	0.84	18.8
"	"	B	10.44	0.82		26.0
20	2.5	A	8.64	0.80	0.76	17.6
"	"	B	14.40	0.73		22.8

第三表を見るに絲の太さは A の時は若干の大小ありて一定の方向に増減するを見ず速度 B の場合はベンゼンの%を増加すると共にデニルは減少す但し 20% は例外なり之は粘度の増加の結果正當なりと思はる要するに大なる變化なくその時のデュデンの狀況等がより多くの影響を供

第四圖 溶剤中アルコールの影響



するを見るなり延伸率はベンゼンの%の増加と共に減少する傾向あり強さは第三圖に示すが如くベンゼン10%の時最大にして之より増減すれば共に強さを減少す

B. アルコールの影響 ベンゼンの時と略同様に於てアルコールの容量%を 0、5、10、15、20、25、30% とせり壓力を 2.0 及び 2.5 氣壓となしたるは今迄の研究の結果 2.5 氣壓の場合の A と 2.0 氣壓の場合の B が略同一の價を得

ることを認めたるが故なり實驗結果を示せば第四表の如く又絲の強さの平均を曲線を以て示せば第四圖の如し

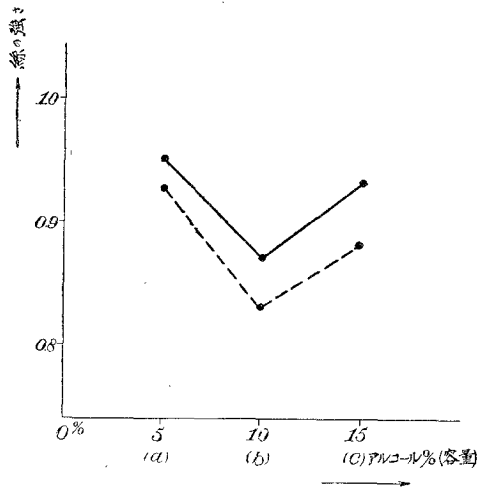
第四表 溶剤中のアルコールの影響

	アルコール%	壓力	速度	デニル	強さ	同平均	延伸率
I	0	2.5	A	7.55	(0.90)	(0.90)	22.4
	"	2.0	B	9.70	(0.90)		25.6
	5	2.5	A	8.25	0.70	0.74	17.0
	"	2.0	B	9.00	0.78		19.2
	10	2.5	A	8.65	0.78	0.79	18.2
	"	2.0	B	9.35	0.80		23.0
	15	2.5	A	8.65	0.83	0.86	20.6
	"	2.0	B	9.35	0.90		23.6
20	2.5	A	9.00	0.87	0.90	22.4	
"	2.0	B	9.00	0.93		22.0	
II	15	2.5	A	11.50	0.69	0.72	23.0
	"	2.0	B	11.50	0.75		24.9
	20	2.5	A	9.70	0.82	0.82	22.0
	"	2.0	B	10.80	0.82		26.8
	25	2.5	A	9.70	0.76	0.76	24.4
	"	2.0	B	20.10	0.77		23.2
	30	2.5	A	8.30	0.67	0.66	20.4
	"	2.0	B	8.30	0.66		23.4

最初 20%迄の紡絲液を作りしも 20%が最大となりしが故に更に 25%、30%のものを作り比較せり第四表 I に於て 0%のものは著しく大なる強さを表すも此の紡絲液は前實驗に用ひしものにして更に 0、5、10 の3種に就き試験の結果第四圖の如し

第四表 AB を通してデニルを見るにアルコール 15%附近に於て最大となり其より多きも又少きもデニル小となる傾向を略認むるを得即ち粘度が 15%の時最小となると云ふ他の報告に合致

第五圖 溶剤中ベンゼン及アルコールの影響



するが如し延伸率も概ね之と傾向を一にするを見る絲の強さは第四圖に示すが如く 20%附近にて最大となる

C. アルコール及びベンゼンを併用せる時の影響 (A)(B)の場合に於けると略同様にして溶剤は次の3種とす

	アセトン	アルコール	ベンゼン
(a)	80%	5%	15%
(b)	80	10	10
(c)	80	15	5

即ちアルコールとベンゼンをアセトンに對して 20% (容量) 加へしなり實驗結果第五表の如く絲の強さは第五圖の如し

第五表 溶剤中のベンゼン、アルコール混合の影響

	壓力	速度	デニル	強 度	同平均	延伸率	
I	a	2.0	B	9.72	0.93	0.93	20.4
	〃	2.5	A	9.00	0.94		21.6
	b	2.0	B	9.72	0.84	0.83	21.2
	〃	2.5	A	10.08	0.82		15.8
	c	2.0	B	(6.84)	(0.82)	0.88	(18.0)
	〃	2.5	A	11.16	0.88		21.8
II	a	2.0	B	9.72	0.94	0.95	22.0
	〃	2.5	A	9.55	0.97		20.6
	b	2.0	B	9.72	0.87	0.87	19.2
	〃	2.5	A	9.72	0.87		19.8
	c	2.0	B	9.36	0.94	0.93	22.0
	〃	2.5	A	9.72	0.93		20.9

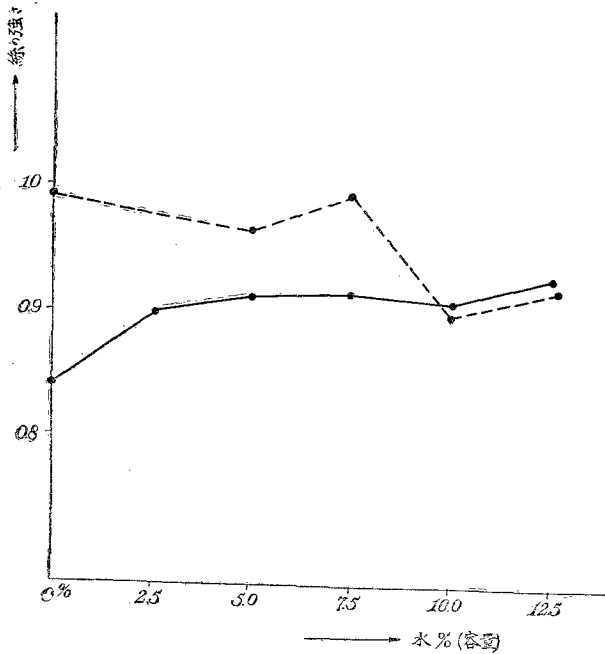
デニルは速度 A にては abc の順に増大するが如きも速度 B にては殆んど變化なし即ち abc はデニルに變化なく延伸率にも變化なしと見るを得べし絲の強さは兩回共第五圖に示す如く a が最大にして c 之に次ぎ b 最も小なり即ちベンゼンとアルコールを等量加ふるよりも何れかを多くするを可とす而してアルコールを多くすれば一層強くなる然し其の差は著しきものにあらず

D. 水の影響 前の場合と同様なり水の容量%を 0, 2.5, 5.0, 7.5, 10.0, 12.5%とせり實驗結果は第六表の如し又絲の強さは第六圖の如し

第六表 溶剤中の水の影響

水%	圧力	速度	デニル	強さ	同平均	延伸率
0	2.5	A	6.48	0.76	0.84	11.0
//	2.0	B	8.82	0.92		17.8
2.5	2.0	A	8.64	0.93	0.90	22.2
//	2.0	B	11.80	0.81		23.0
//	1.5	B	8.10	0.95	0.91	15.5
5.0	2.5	A	8.64	0.95		16.4
//	2.0	B	9.18	0.88	0.91	17.0
7.5	1.5	A	4.68	1.01		15.8
//	1.5	B	6.66	0.82	0.90	13.6
10.0	2.0	A	9.00	1.03		21.8
//	1.5	A	9.00	0.78	0.92	20.2
12.5	2.0	A	6.12	0.93		17.4
//	2.0	B	6.48	0.91	0.99	19.6
0	2.5	B	9.72	0.96		19.3
//	2.0	B	7.20	1.02	0.96	22.2
5.0	2.5	A	10.80	1.00		18.0
//	2.0	B	11.16	0.92	0.99	19.0
7.5	1.5	A	6.12	1.01		20.4
//	1.5	B	10.80	0.97	0.89	22.2
10.0	1.5	A	7.20	0.83		19.8
//	1.5	B	11.52	0.95	0.91	25.2
12.5	2.5	A	10.44	0.96		26.6
//	1.5	A	5.40	0.87		17.6

第六圖 溶剤中水の影響



水 10%以上は外觀著しく白くして甚だ弱き如く見ゆるも第一回の實驗に於ては著しき差を認めず却つて強さ大なる結果を得たるも大體に於て強さに變化なし第二回の實驗の結果 7.5%迄は大なる影響なく 10%以上少し強さを減少するを見る然れども豫想に反して著しく糸の強さを減少せざるは特に注意すべき點なり但し糸は光澤殆んど消滅す壓力が種々に變化しあるは粘度が變化するが故なり斯く條件一定ならざるが故に眞の比較はなし得ざるもデニル及延伸率には大なる影響なきを知るべし又強さ、或程度の水を加ふるも變化なく

水の増加すると共に若干強さを減少す其の光澤は著しく消失して白き糸となる

以上の關係は更に自家製造の試料を以て反覆せらる可し