

醋酸纖維素皮膜製造及び紡絲試験(第一報)

醋酸纖維素の品質と皮膜の強度との關係

(京都市國大學化學研究所) (昭和三年三月二三日受理)

工學博士 喜 多 源 逸

工 學 士 菅 野 源 一 郎

會て余等の實驗室に於てアセトン可溶性醋酸纖維素の製法に就て研究し銅價低く粘度高き製品を得る條件を明にせり即ち製造の際溫度が重要な因子をなす事特に第一次醋酸纖維素製造の溫度を一定に保つ事の必要なを明にせり(理化彙報、大正一三年、3)此結果を知る時は 1、2 本邦にて研究せられたる如き(例へば厚木氏日本學術協會、1、92)又市販品(輸入品にも多し)に見る如き粘度低き製品を作る事は極めて容易の事なり當時及び其後フィルム製造試験に於て余等はフィルムの強度の相違は粘度の關係の如く著名に非ざる事を觀察せり

近時岡田氏が硝化纖維素に就て發表せられたる結果は(織工、1927、3、288)大體吾人の首肯する所なり然るに厚木氏(上述、97)の結果を見る時は却つて粘度高き方皮膜強度弱きものあり皮膜の強度は原醋酸纖維素の品質の外は膜製造の諸種の條件に基くものなる事勿論にして且つ厚木氏の製品は(第一次醋酸化に 30°C 第二次水化に 30—40°C) 高溫度を使用し従ふて余等の良製品と比較するを得ざれども(高溫度を使用せる厚木氏の製品に此の如き結果の現はるゝは吾人の解する能はざる所なるも)余等の處方に従ひ低溫度製品殊に余等が前報告に記述せるものより更に低き溫度にて製造せるもののフィルムの性質に就て記述し此等の關係を明にせんと欲す

實驗第一 原料 原料紙としてセルロイド用チ。スーパーペーパーを用ひ氷醋酸、無水醋酸及び濃硫酸(66 度ボーメ)は前報告同様の品を用ふ

製法 原料紙 10g、氷醋酸 50g、無水醋酸 50g、濃硫酸 1g の處方にて作りたる混合液を 500cc の磨合せ栓を有する硝子瓶中に取り冷却しつゝ徐々に紙を投入して時々攪拌し溫度を 7°C 以上にならざる如く調節し紙が均一に溶解した後種々の溫度の恒温槽中にて 24 時間反應せしむ

醋酸化を終れるものを冷却しつゝ氷醋酸 9g、水 9g の處方にて作りたる混合液を徐々に加へ攪拌して均一になりたる後醋酸纖維素がアセトンに溶解する迄種々の溫度の恒温槽中に入れて熟成す

洗滌及び乾燥 上法にて熟成を終りたる醋酸纖維素は少量の氷醋酸を加へて適當なる粘度を有する如くし醋酸曹達の 10 %溶液を攪拌しつゝ徐々に加へて醋酸纖維素を沈澱さし 24 時間洗水して後 24 時間 40°C の通風乾燥器中にて乾燥す猶最低溫度にて作りたるものは充分にアセトンに溶解せず其他のものも多少不溶解物を含む(重量としては極少量なるも)を以て此等の影響を

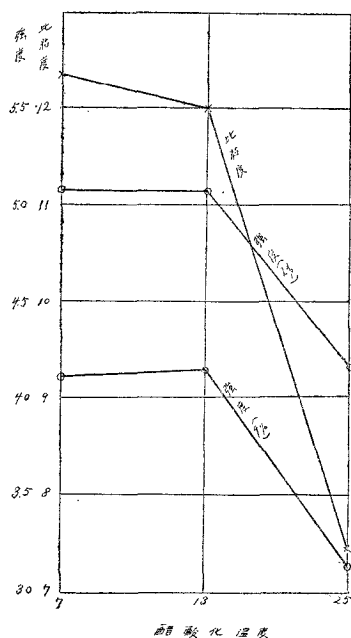
完全に除く爲め以上の法にて作りたる醋酸纖維素を一度アセトンに溶解し後放置して上澄液のみを取り水を加へて醋酸纖維素を沈澱せしめ 40°C の通風乾燥器中にて大部分乾燥し後2日間硫酸乾燥器中にて乾燥したるものを以て試料とす

醋酸纖維素フィルム製造法 醋酸纖維素の 2 % (2g の醋酸纖維素を 100cc のアセトンに溶解す) 及び 4 % アセトン溶液を作り其の 15cc を水平板上の硝子箱 (5.5cm×16cm) 中に取り硫酸乾燥器中に 2日間乾燥す此の際壓力、溫度等の影響は同一の乾燥器中同時間取扱ひたる故同一と見做さる

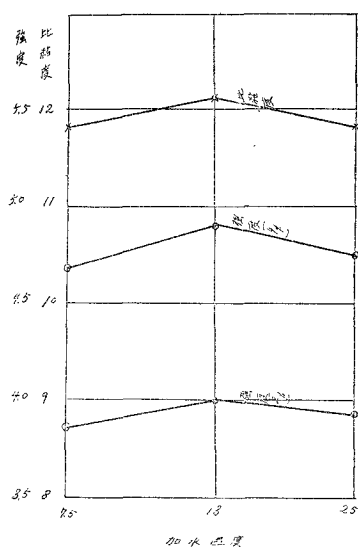
製品試験 比粘度は醋酸纖維素の 2 % アセトン溶液をオストワルド粘度計にて 25°C 恒温槽中にて其の落下時間を測定し蒸溜水の落下時間との比を以てす

フィルム強度 上の法にて作れるフィルムを 1cm×7cm の大きに10枚切り之をショッパー試験器にて測定し其平均をとる強度はライスレンゲとして示さるライスレンゲ = $S / (B \times D) \times 1000 \text{ km}$

第 一 圖



第 二 圖



こゝに S はショッパー器にて示さる強度(kg) B はフィルムの幅 (mm) D はフィルム 1qm の重量 (g)を表はす

揮発分 フィルムの切り残りたる部分數片を硝子皿に取り 105°C の恒温槽中に 4 時間入れて其の重量差より %にて表はす

第 一 表
第一次醋酸化温度の影響

實驗 番號	醋酸化溫 度 (°C)	醋酸化程 度 (日)	水化溫度 (°C)	水化熱 日 (日)	比粘度	フィルム強度(km)		揮發分(%)	
						2%溶液	4%溶液	2%溶液	4%溶液
1	25±0.5	1	13±1	8	7.4	4.31	3.24	4.3	5.2
2	13±1	1	13±1	11	12.0	5.04	4.26	5.1	5.0
3	7±0.5	1	13±1	16	12.4	5.97	4.20	4.8	5.6

(1) の粘度低く此のフィルムの強度小なり (2) 及び (3) 同様と見るべきなり

第 二 表
第二次水化温度の影響

實驗 番號	醋酸化溫 度 (°C)	醋酸化程 度 (日)	水化溫度 (°C)	水化熱 日 (日)	比粘度	フィルム強度(km)		揮發分(%)	
						2%溶液	4%溶液	2%溶液	4%溶液
4	12.5±1	1	25±0.5	2	11.8	3.92	4.78	4.6	5.2
5	12.5±1	1	13±1	10	12.2	4.00	4.63	4.6	5.3
6	12.5±1	1	7.5±0.5	12	11.8	3.81	4.70	5.1	5.9

比粘度及びフィルム強度の相違少く一樣と見るを適當とすべし然れども比粘度高き (2) より作りたるフィルムの強度幾分高し

以上七結果より次の事實を知る

(1) 第一次醋酸化及び第二次加水作用の製品粘度に対する温度の影響は前報の如く 25°C 附近の温度にても第一次醋酸化にて製品粘度に著しき影響を及ぼすも第二次加水に際しては其の影響少し

(2) 7°C と 12-13°C を比較するに 7°C に於ては可溶性の物を作る事困難なるも可溶物の粘度には大差なし

(3) フィルムの強度は 25°C にて第一次醋酸化を行ひたるものは他のものに比し明瞭に劣等なり

(4) 粘度高きもの却つて、反弱きフィルムを作る如き事なし