

ヴィスコースに関する研究 (第23報)

ヴィスコース液熟成中の表面張力に就て

喜 多 源 逸

岩 崎 振 一 郎

増 田 周 三

(京都帝國大學工業化學教室)

ヴィスコース液紡絲の際に於て、其の液の表面張力が影響を與ふるものなるや否やを検する爲に、ヴィスコース液熟成中の表面張力を測定せり。

既に表面張力に關しては、福島、春木、高松三氏 (工化、大正14年, 843)、厚木、岡村二氏 (工化、大正14年, 1331)等に依り du Noüy の Surface tension apparatus を用ひて、測定せられたり。厚木氏等は、表面張力は粘度と共に變化を爲し、一度極小となり、後増加すと報告す。されど其の差餘り大ならず。

又 Tropfen-Zahl の法に依りては、向山氏 (*Koll Zeit.*, 1927, 42, 353)の研究報告あり。Tropfen-Zahl は熟成中一定なりと見る事を得。

I ヴィスコースの製法

纖維素原料として、リントーは大日本セルロイド會社寄贈のリントーを用ひ、パルプは、ML3、Corona の2種を用ひたり。20 g の纖維素原料に 200 g 18% NaOH を加へ、冷蔵庫 (6°C) にて 24 時間アルカリ浸漬を行ひ壓搾して、60 g となし、次の如く纖維素濃度 6% 及 0.5% のヴィスコース液を作る。

	6 %	0.5 %
アルカリ纖維素	52.5 g	7.5 g
CS ₂	8.75	1.25
8 % NaOH	230.35	491.25

加硫時間は5時間、温度は 13° なり。CS₂ を加へし時より 24 時間後に、1 時間水流ポンプにて引きつゝ攪拌脱泡す。ヴィスコースの熟成温度は各々に就き、13°, 20° の2種行ひたり。

II 表面張力測定方法

a) du Noüy 法

du Noüy の Surface tension apparatus を用ひて、室温 (10—14°C) にて測定す。その廻轉角を以て示す。その廻轉角 1° は 0.756 dyne/cm に當る。

b) Tropfen-Zahl 法

Stalagmometer (Wo. Ostwald, Kleines Praktikum der Kolloidchemie, 1926, 33) を用ひ室温にて (10—14°) 測定す。5 cc の 0.5% 纖維素濃度の液の落下滴数を以て示す。

du Noüy 法に依りては、(i) 6% 纖維素濃度、(ii) 0.5% 纖維素濃度のヴィスコース液、及び (iii) 測定前に 6% 濃度のヴィスコース液 1 g を秤り、

水 11g を加へて、0.5% 纖維素濃度になしたるもの、の 3 種に就き實驗す。Tropfen-Zahl 法に依りては、後者の 2 種に就き行へり。

III 實驗結果

A. 熟成温度 13°C

I. リンター

熟成 日数	纖維 素濃 度	0.5% (du Noüy) 度		0.5% (Tropfen-Zahl) 滴 數		6 % du (Noüy) 度
		a	b	a	b	
1		98	95	33.0	34.0	81
2		102	103	33.2	34.0	80
4		101	102	32.8	33.8	82
5		100	102	32.8	34.0	82
6		102	101	32.5	33.7	86
8		96	100	32.6	33.7	85
9		95	99	32.5	33.8	83
11		102	99	32.5	33.7	84
13		101	98	32.5	33.6	84
15		104	97	32.6	33.6	81
18		105	97	32.4	33.5	85
22	102	水にて稀釋に依り一部凝固		32.4	水にて稀釋に依り一部凝固	85
26		103		32.4		85
29		107		32.4		85
33		105		32.8		84
36		104		32.6		84
39						凝固

II ML 3.

熟成 日数	纖維 素濃 度	0.5% (du Noüy) 度		0.5% (Tropfen-Zahl) 滴 數		6 % du (Noüy) 度
		a	b	a	b	
1		98	95	55.2	55.0	82
2		103	102	55.3	54.6	83
4		98	101	55.3	54.8	82
5		99	100	55.2	54.8	82

6	98	99	54.9	—	82
8	92	98	55.0	54.6	78
9	95	98	55.0	54.5	79
11	99	95	55.0	54.8	80
13	99	97	55.0	54.6	80
15	96	96	55.1	54.6	80
18	95	96	55.1	54.6	82
22	102	水にて稀釋に依り一部凝固	55.0	水にて稀釋に依り一部凝固	82
26	102		54.9		80
29	102		54.5		82
33	102		54.4		81
36	104		55.2		81
39	104				80
41	102				79
44					凝固

III Corona

熟成 日数	纖維 素濃 度	0.5% (du Noüy) 度		0.5% (Tropfen-Zahl) 滴 數		6 % du (Noüy) 度
		a	b	a	b	
1		68	73	55.2	—	54
2		68	73	55.0	55.0	52
3		67	74	54.8	55.1	54
5		73	75	54.8	55.1	55
6		72	73	54.8	55.1	54
8		70	73	54.7	55.1	54
10		72	74	54.7	55.0	55
13		72	76	54.7	54.9	55
16		72	77	54.6	54.7	54
19		72	78	54.6	54.6	55
22	73	水にて稀釋に依り一部凝固		54.4	水にて稀釋に依り一部凝固	57
24	74			54.6		57
27	74			54.4		56
30	74			54.0		56
33	73					55
35	73					55
38	72					55

B. 熟成温度 20°C

IV リンター

熟成 日數	纖維 素濃 度	0.5% (du Noüy) 度		0.5% (Tropfen-Zahl) 滴 數		6 % du Noüy 度
		a	b	a	b	
1		96	98	—	—	82
2		95	96	33.0	33.0	81
3		101	97	33.1	34.0	83
5		96	98	32.9	33.9	82
6		97	99	32.7	33.8	78
8		96	水にて稀釋に 依り一部凝固	32.7	水にて稀釋に 依り一部凝固	78
10		95		32.7		77
12		95		32.5		76
14		97		32.5		77
16		97		32.5		凝固
19		95		32.3		
21		96		32.1		

V ML 3.

熟成 日數	纖維 素濃 度	0.5% (du Noüy) 度		0.5% (Tropfen-Zahl) 滴 數		6 % du Noüy 度
		a	b	a	b	
1		98	98	55.4	55.1	79
2		99	98	55.3	55.0	79
3		101	100	55.2	54.2	79
5		93	98	55.2	54.6	77
6		88	99	55.5	54.6	77
8		85	99	56.1	54.6	78
10		80	水にて稀釋に 依り一部凝固	56.6	水にて稀釋に 依り一部凝固	78
12		76		56.7		74
14		77		54.0		76
16		72		57.4		73
19		75		58.2		凝固
21		72		58.2		

VI Corona

熟成 日數	纖維 素濃 度	0.5% (du Noüy) 度		0.5% (Tropfen-Zahl) 滴 數		6 % du Noüy 度
		a	b	a	b	
1		74	82	55.6	55.2	53
2		75	83	55.6	55.0	53
3		74	81	55.7	55.0	53
4		70	80	55.8	55.0	55
5		70	81	55.8	54.8	53
7		70	77	56.0	55.1	53
10		72	水にて稀釋に 依り一部凝固	55.5	水にて稀釋に 依り一部凝固	55
12		72		55.2		54
14		72		55.7		54
16		68		55.9		50
19		68				50

IV 結 論

以上、實驗結果を見るに Tropfen-Zahl は何れの場合に於ても熟成中は大概一定にして、向山氏の報告結果と一致するを見る。du Noüy 法の結果は其の測定方法に依り一概に結論を得ず。6%纖維素濃度ヴィスコースは粘度高き爲に表面張力測定上に多大の困難を生ず。又 0.5%纖維素濃度のヴィスコースは試料の採取様に爲し能はざる爲に、その結果多少の不規則となる事を免れず。されど何れに就きても、大概その差は明瞭に大なるものにあらず (ML 3, 20°C (a) は例外)。

以上よりして du Noüy 法に於ても、表面張力は熟成中大なる變化をなすものにあらずと云ひ得。即ち、表面張力は熟成中に於て粘度の變化程著しき變化を呈せずして、殆ど不變化と結論する事を得ん。(和和4年4月5日受理)