Fig. 3 Elastic recovery of fibers after acetalization with various aldehydes.

- ① Nonalization (20.5 mol %)
- ② Formalization (13.9 mol %) after nonalization (20.5 mol %)
- ③ Nonalization (22.3 mol %) after formalization (12.1 mol %)
- ④ Formalization (36 mol %)

著しくない。

図には示さなかったが、12モル%程度F化した繊維

の弾性度は第3図の3のカーブと殆んどことならず、わずかに高伸長率の点でよりすぐれた弾性度を示している。又後N化前のF化の程度によって弾性度は影響をうけ、F化の程度の小さい方がN化後の弾性度はすぐれている。更にF化後N化をすすめてゆくと低伸長率の点の弾性度が向上するが、伸長率10%位から高伸長率の所ではかえって、弾性度は低下してゆく傾向がみられる。

結 論

N化繊維は弾性度がすぐれているので注目に価するものと考えられるが、熱的性質に損色があり、十分な耐熱、耐熱水性を得るためのアセタール化度の範囲が割合にせまいが、F化を併用することによってこのような困難をのぞき、しかも実用上はN化繊維の特色をうしなわないような繊維を得ることができる。

御指導をたまわった桜田先生に感謝する。なお本報告の概要は繊維学会秋期研究発表会(昭29. 11. 7)において発表した。

文 献

- 1) 本誌, 11, 9, 526 (1955)

(昭和30年4月26日受理)

ビスコースに関する研究

第18報 稀薄ビスコースのアセトン添加による濃縮

慶応大学工学部・静岡大学工学部 藤井光雄・高木三千男
鈴木昭三郎

STUDIES ON VISCOSE. (XVIII) ON THE CONCENTRATION OF DILUTE VISCOSE

By Mitsuo Fujii, Michio Takagi and Shozaburo Suzuki

Generally, acetone and aqueous solution of caustic soda do not mix but they separate into two layers, accompanying the volume constraction of caustic soda solution. Only small amount of the caustic soda enters into acetone part, so the concentration of caustic soda solution increases.

The authors have applied this phenomenon to the dilute viscose and have succeeded to concentrate the dilute viscose without decomposition of xanthate.

(Received 26. 4. 1955)

緒 言

繊維素濃度の低いビスコースを濃縮して繊維素濃度を増加する必要を生ずる場合があるが、加熱濃縮は不

可であるので、アセトン添加法を試みた。アセトンを苛性ソーダ水溶液に加えると後者の濃度及び相互の量的関係にもよるが一般に2層に分れ、アルカリ部は下層となる。各層の量的関係(層の厚さ)はアルカリ濃度及

びアセトン添加量により一定しないが多くの場合苛性ソーダ水溶液の容積は減少する、そしてアセトン部にアルカリは殆んど入らないから、苛性ソーダ水溶液は濃縮されることになる。本研究はこの現象をビスコースに適用して繊維素含有量の少ないものの濃縮を試みたのである。

実験方法及び実験結果

各種濃度の苛性ソーダ水溶液を作り、これにアセトンを添加した場合の両者の量的関係は第1図のごとくになった(測定温度 20°C)。これは目盛付試験管型容器を用いて行った実験結果であって、両者の合計容積を液柱の高さで100(容積収縮が起るから、添加後は100より少なくなる)としたもので、その内訳は縦軸に記してあるごとく、たとえばアルカリ水溶液を25部($\times$ 印のグラフ、したがってアセトンは75部、ただし容積収縮が起る)とり、これにアセトン75部を加えてよく振盪してから静置し、平衡となったときに両液層の界面の高さを読んだものである。第1図には各種のアルカリ濃度及び種々なアセトン添加量について画いたものである。すなわちアルカリが25部の場合について説明すれば、始めのアルカリ部の高さは縦軸の目盛りの25の点より、横軸に平行に引かれた直線で表わされるが、これにアセトン75部を加えたときには、その下部の $\times$ 印の曲線で示される高さとなる、たとえばアルカリ濃度10%のときは容積(高さ)は約1/2となる、アルカリ濃度があまり低いときは両者均一に混合した2層に分れない。

なお第1図で明らかなごとく、アルカリ部が約60を越えると、アセトンの添加により、アルカリ部の容積が増大する場合や、または両者が均一に混合する場合などがある。アルカリ部の収縮が起るときは低濃度の場合の方が著しいことが明かである。両液を混合して振盪したときに起る容積の収縮は第1図の最上部の線(図には3本記入してある)で示してある、すなわち合計は100より少ないことになる。

第2, 3, 4図はそれぞれ始めのアルカリ部が25, 50及び75部(アセトンの添加量は逆に75, 50及び25部

Fig. 1

となる)の場合について詳細に示したものである。アセトン添加後のアルカリ部の容積(高さ)は測定温度が10, 20及び 30°C の場合について記入してある。図中の各種のグラフについて説明すると、たとえば第3図において、横軸は原アルカリ液の濃度を示し、縦軸は高さ(この場合はアルカリ50部に対してアセトンを50部加えたものである)であって、縦軸の右側の目盛りはアセトン添加後のアルカリ部及びアセトン部のアルカリ濃度を示す。第3図の最下部の曲線はアセトン部に移行(溶解及び化合による)したアルカリ量を示し、原点を通る斜線はアセトン添加前のアルカリ部のアルカリ濃度(この線は横軸と縦軸の目盛りより簡単に引くことができる、同じ間隔の目盛りならば図のごとき傾斜 45° の直線となる)を示し、この斜線の上に平行に近い斜線が記してあるが、これはアセトン添加後のアルカリ部のアルカリ濃度(実測)であって、上

Fig. 2

Fig. 3

Fig. 4

Fig. 5

方に移行しただけ、アルカリが濃縮されたことになる。アセトン添加により始め高さが50であったアルカリ部はグラフに示したごとく、アルカリ濃度に応じて収縮し容積(高さ)が減ずる、アルカリ濃度の低い程著しく、また温度が低い方が収縮が大きいことが判る。アルカリ部の容積の収縮より計算して得られたアセトン添加後のアルカリ部のアルカリ濃度は容積収縮が甚しくなると上方に曲った曲線となる。実測値も同様であって第2図はよい例である。実測曲線は計算曲線(省略)より下となるが、これはアセトン中にアルカリの移行が起るためである。移行量の少ない12%以上のアルカリ濃度の場合は計算値とよく一致する。第3図の上部の曲線群は容積の収縮状態を示したものであって、合計100にはならない。

第4図はアルカリ部がアセトン添加により容積(高さ)が増大する場合の例で、アルカリを75部にアセトン25部を加えたものであって、アルカリ濃度が16%以上では僅かに収縮している。

アセトン添加量(合計量を100とする)とアルカリ部の容積収縮率(始めの高さとアセトン添加後の高さの比)を各アルカリ濃度についてまとめると第5図のごとくになる。すなわち原アルカリ濃度の低い程、またアセトン添加量の多い程収縮が烈しい。原アルカリ濃度と収縮率の関係を各アセトン添加量について示せば第6図のごとくになる。なお温度の影響を示せば第7図のごとくである。

第8図は収縮率とアルカリ濃度との関係を容積関係より計算した値と実測(分析)して得た値との両者を示したもので、両曲線のずれはアルカリがアセトン中に移行するためである。

さて以上は基本的関係を知るために苛性ソーダ水溶液を用いた研究であるが、次にビスコースの場合について述べる。

第9図は1例を示す。これは纖維素濃

度 1.5% のビスコースを原液としたものであって、全アルカリ濃度は横軸に示すごとく種々なものである。このビスコースを 50 部とり、これにアセトン 50 部を加えて 20°C で振盪し静置してビスコース部の容積の収縮を測定したものである。アルカリの場合と同様なことが起り、ビスコースは濃縮される。第 10 図は定量的関係を示したもので、原ビスコースの全アルカリ濃度は横軸で示され、縦軸（左側）はアセトン添加後のアルカリ濃度を示す。原ビスコースの全アルカリ濃度を両軸の関係で示せば原点を通る斜線となる。この斜線にやや平行している上方にある線は、アセトン添加後のビスコースの全アルカリを示したもので、上方にずれただけ濃縮されたことになる。

繊維素ザントゲン酸ソーダはアセトンに対して可なり安定であり、またビスコースとアセトンを混じて振盪しても、熟成がなければ凝固は起らない。後述するごとく繊維素ザントゲン酸ソーダが僅かにアセトン中に溶解することが認められる、微量なのでアセトンを添加した場合、ビスコースの容積と繊維素濃度の積は大体一定と考えてよく、実測結果も第 10 図で判るごとく双曲線型のグラフとなっている。

第 11 図に全アルカリ 4%，繊維素濃度 0.2, 0.4, 0.6 及び 0.8% のビスコースをそれぞれ 25 部とり、これにアセトンを 75 部添加した結果を示す。ビスコース部の容積は $1/4$ 以下となり、全アルカリは 16~17% となる、そして始めの繊維素濃度は濃縮状態には余り影響を与えていない。

第 12 図にアセトンをビスコース量の 2 倍（すなわち 66.7:33.3）添加した場合の原ビスコースの繊維素含有量と濃縮ビスコースのそれとの関係を示した、点線は収縮した容積より計算して画いたもので、実線は分析値である。実線が点線より下方となっているのはアセトン中にビ

Fig. 8

Fig. 9

Fig. 10

Fig. 11

Fig. 12

スコースが僅かであるが移行するためである（アセトン部の繊維素を沈澱捕集して確かめた）。第13図にはアルカリの濃縮状態を示す。

さて以上記したごとく、ビスコースの濃縮の度合は全アルカリ濃度及びアセトン添加量により異なるが、第12,13図より引例すると全アルカリ4%, 繊維素0.2%のビスコース1部にアセトン2部を添加すると全アルカリ11.5%, 繊維素0.8%となる。かくて稀薄ビスコースの濃縮の一方法として使用できるものであり、濃縮状況は苛性ソーダ水溶液の場合の実験結果より類推することができる。

繊維素濃度の大きいビスコースはアセトン添加により濃縮され高粘度となり、2層に分離させることが困難となる。

本研究の応用についてはいろいろ考えられるが、次に1例として稀薄繊維素濃度のビスコースよりの皮膜作成について述べる。

たとえばビスコース中の繊維素量を測定する方法は通常2通りある。すなわちビスコースを攪拌しつつ酸を加えて分解し、再生繊維素を沈澱させ、濾過捕集し定量する方法と、ビスコースをガラス板上に流し、皮膜を作り定量する方法とである。後者は比較的簡単な方法であるが、著者等の実験によるとビスコースの繊維素濃度が0.8%位以上でないと皮膜作成は困難である。しかしアセトン添加による濃縮法を利用すると、たとえば上例のごとく繊維素濃度0.2%位のものから容易に作ることが可能となる。

なお苛性ソーダとアセトンとは反応を起すが、本研究のごとき場合にはこの反応は考える必要はないと思われる。ただしアセトンとの接触が長時間になるとき

Fig. 13

は影響があるかも知れない（着色してくる）。

総括

稀薄ビスコースの濃縮法としてアセトン添加法について研究し、種々な条件において濃縮状況を調べた。その応用の1例として稀薄ビスコースより皮膜を作成する方法を述べた。本研究は文部省科学研究費の一部を充当した。

文献

- 1) 厚木, 藤井: 繊維素化, 9, 26 (昭8)

(昭和30年5月17日受理)

ポリ塩化ビニール繊維の製造

第11報 繊維の耐光性に及ぼす延伸の影響

東邦レーヨン株式会社研究所 吉岡民雄

PREPARATION OF POLYVINYLCHLORIDE FIBERS. (XI) INFLUENCES OF DRAWING TO LIGHT RESISTANCE OF THE FIBER.

By Tamio Yoshioka

Light resistance of polyvinylchloride fibers drawn to various extent were studied and the