(昭和30年10月6日受理)

樹脂加工用縮合物の研究(第16報)(第17報)

東京大学工学部 祖父江 寛・池 潤 泰
 繊維工業試験所 村上 謙 吉

STUDIES ON CONDENSATES FOR RESIN FINISHING(XVI) (XVII)

By Hiroshi Sobue and Yoon Tae Chi

(Faculty of Engineering, University of Tokyo, Motofuji-Cho. Bunkyo-ku, Tokyo, Japan)

By Kenkichi Murakami

(Textile Research Institute, Sawatari, Kanagawa-ku, Yokohama-shi, Japan)

(XVI) ON THE METHOD OF DETERMINING THE OPTIMUM BAKING TIME ON RESIN-TREATED FABRICS (I)

We studied on the method of determine the most effective baking time on resin-treated fabrics, using the method of measuring some properties of treated fabrics (Resin amount washed away from fabrics by soaping, crease angle, acid dyestuff, luminous dyestuff, shrinkage and swelling) without using direct measuring method as before.

(XVII) ON THE METHOD OF DETERMINING THE OPTIMUM BAKING TIME OF RESIN-TREATED FABRICS (II)

We tried to determine the optimum baking time by three of five above mentioned method on fabrics resin treated under each condition. Then some relations between time and methods were observed.

(Received 6. 10. 1955)

第16報 樹脂加工織布の最有効熱処理時間の判定法(その1)

1. 緒 言

一般に樹脂加工の最終工程であるベーキング工程において、最有効のベーキング時間を探知することは、品質優秀な加工製品を産出するために大いに必要であることは、前報で既述した諸報告¹⁾より明らかである。

前報(第14, 15報)において筆者らは、樹脂濃度及びキュアリング温度因子が完全樹脂化に及ぼす影響について、直接樹脂化状況を観察し諸知見を得たのであるが、かかる直接法を樹脂加工布のキュアリング時間探知のために応用することは、単なるめやすとしてはよいが、正確に言えばやや不正確であることを知った。この理由については、前報の結論中で述べた通りである。それ故本報では、かかる完全樹脂化時間を織布を使用して間接的に測定することにより、直接法と比較検討し、以って織布中加工樹脂の硬化状況を更に精密に追究せんとした。

2. 実験方法並びに試料について

(1) 樹脂加工方法

樹脂加工の対象試料として、人絹スフ平織布(未染色)を使用した。試料は10%, 40%の各濃度樹脂液中に室温で浸漬後、80°Cで15分間予備乾燥を行いその後、110°Cでそれぞれ各試料につき5分, 10分, 20分, 40分, 60分, 90分, 120分, 200分の8回にわけてキュアリングを行い、次記する測定に供する。

(2) 樹脂加工程度の判定法

a) 加工樹脂脱落量の測定

織布の樹脂加工度の判定法の一つとして、E. Elöd²⁾の方法を採用した。即ち pH=5(弱酸及び弱酸の塩類により調製)の水溶液中で80°Cで20分間、加工織布試料を処理する。そのさいの加工樹脂脱落量の百分率を以って加工度の判定を行う。勿論、脱落量の百分率が小さいほど加工度は完全なわけである。

樹脂脱落率 = $\frac{\text{処理前の加工織布重量} - \text{処理後の加工織布重量}}{\text{処理後の加工織布重量}}$

$\frac{\text{加工織布重量}}{\text{量}} \times 100\%$

b) 加工織布の皺角測定

各種の樹脂加工織布試料を 10gr/l のアニオン活性剤を添加した水中に浸漬し、50°C、30 分間十分攪拌ソービング処理後、温水で洗滌乾燥せしものを測定に供する。測定方法は日本織物樹脂加工同業会の規格に準じて行う。即ち、測定用織布試料は、長さ 4cm × 幅 1cm の細長片を使用し、長さの方向に中央より二つに折りたたみ、荷重 500g、5 分間造皺後、除荷放置 5 分間後の開角度を測定して下式に代入する。

防皺度 = $\theta^\circ / 180 \times 100\%$

かくして防皺度測定を行う。

c) 酸性染料による染色度の測定

一般に織布の樹脂加工状況を染色によって調べるテストは、繊維横断面の状況³⁾、均一加工効果の判定⁴⁾などに多く利用されている。

ここでは、繊維素系繊維に染色し難く、加工樹脂との親和力が強い適当な酸性染料を選出し、これによって加工度を測定せんとした。

即ち Roccelline NS conc. (赤色系酸性染料) に酢酸 2 ~ 3 % を入れて pH = 3 ~ 4 に保ち、この中に上記 b) と同様条件でソービング後の樹脂加工織布を浸漬し、90°C、1 時間の下で染色する。かくして染色した加工布試料を別に無処理布に染色した試料 (上と同条件で) とともに冷水中でよく洗滌する。この洗滌は染色無処理布が完全脱色するまで行う。しかる後各加工布試料の染色程度を、第 1 図の如き Photovolt Photoelectric Reflection Meter Mod. 610 によって測定した。当然加工度の完全に近い試料ほど濃く染色されているわけである。

測定法は次の如く行う。即ち、第 1 図において右側の円筒状テスター (i) の側面にそれぞれ A (Amber), B (Blue), G (Green) の 3 種のフィルターを挿入した場合、この (i) テスターを試料染色布上に静置し、Zero Adjustment Knot N の直下の指針が自動的に指示する位置を読む。染色布の色調の明度を求める場合は、A, G いずれかのフィルターの時の指針の位置を知ればよい。

染色布の色調の純度を測定する時には、A, B, G 3 種のフィルターの場合の指針数値を読み、下式に代入する。

$$X = 0.8 \frac{A}{100} + 0.18 \frac{B}{100}, Y = G/100,$$

$$Z = 1.18 \frac{B}{100}$$

$$x = X/(X+Y+Z), y = Y/(X+Y+Z)$$

かくして、x, y より色度図表を用いて純度、主波長を求めうる。

しかるに、本測定には試料織布の不規則な色調のため、樹脂化度判定が困難であった。

d) 螢光染料による白色度の測定

樹脂加工織布を b) と同様条件でソービング後、螢光染料即ち、2 % Blankophor (Ultraphor) WT にて、pH = 2.89、30 分間、60°C で染色処理する。後、50°C で 5 ~ 6 時間温水洗滌を行い、乾燥後、JIS 試験法に準じ、Pulfrich Photometer を使用し、第 2 図の

Fig. 2
Pullwisch photometer

如く、その球状反射照明装置の試料台(a)にバリタ白⁽²⁾の標準白板をのせ、(b)部にフィルター K_6 を使用して標準白板の反射率を 100 とした時の球面反射率 R_1 を測定し、次に試料を試料台にのせ球面反射光を 100 とした場合、試料の反射率 R_2 を測定し、

$$\text{白色度} = R_1 \cdot R_2\%$$

により計算 2 回の平均値で表わす。

e) 加工布の収縮度の測定

この試験は樹脂加工試料布(長さ 25cm×幅 25cm)を、直ちに温度 50°C 下でマルセル石鹼溶液(3%)中で 6 時間、十分攪拌洗滌後、乾燥後の試料布収縮度

Fig. 3

を経緯双方について求める。この方法も日本織物樹脂加工同業会規格に準ずる。

f) 加工繊維の膨潤度測定

b) と同条件で樹脂加工後織布のソーピングを行い、乾燥後織布から単繊維を解離し予め顕微鏡下で本単繊維の平均幅を求め、 d_1 とする。

次に NaOH 5% 水溶液中に本単繊維を浸漬後 20 時間、取出して再び鏡下観察を行い、この時の平均幅を d_2 とする。その時、下式で表示されるものが膨潤度であり、樹脂加工度の著しい試料ほど、ミセル間隙沈積樹脂及び架橋結合生成のため、膨潤度は小さくなる筈である。

$$\text{膨潤度} = \frac{d_2 - d_1}{d_1} \times 100\%$$

以上の 5 種測定法により(既述の如く c) 法は不適なる故省略する)加工織布の最有効熱処理時間を探知せんとした。

今、キュアリング時間が異なる以外は一定条件下で樹脂加工した各試料布を、上記 5 種測定法により性質変化を調べた結果、第 2 図の如き理想図を得たとする。この時は明らかに最有効熱処理時間は t 時間である。かくの如き方法を使用して、次報以下において、各判定法の優劣を検討せんとした。

文 献

- 1) B. C. M. Dorset; *Text. Manuf.*, 81, 198, April (1955), A. Silver; *Am. Dyes. Repr.*, 43, 699, October, (1954), Fluck, Keppler, Cooke and Zimmerman; *Am. Dyes. Repr.*, 40, 154 (1951).
- 2) E. Elöd; *Textil Praxis*, 2, 68 (1954).
- 3) K. P. Monroe; *Am. Dyes. Repr.* 35, 13 (1946), Miss Alexander and J. T. Marsh; "An Introduction to Textile Finishing", p. 410.
- 4) H. W. Best-Gordon; *Brit. Rayon & Silk J.*, XXXI, 47 (1954), B. C. M. Dorset; *Text. Manuf.*, 81, 200, April (1955).

第17報 樹脂加工織布の最有効熱処理時間の判定法 (その2)

1. 緒 言

本報では5種の判定法のうち、3種(樹脂脱落量、皺角、螢光染料による白色度)方法による変化につき、最適ベーキング時間を探知せんとした結果について記す。

樹脂加工織布は、ジメチロール尿素未縮合樹脂液並びに初期縮合物溶液の2者につき、それぞれ樹脂濃度10%、40%の場合につき、またトリメチロールメラミン未縮合樹脂液並びに初期縮合物溶液の2者につき、それぞれ樹脂濃度10%、40%の場合と合計8試料につき実験を行った。

2. 実験結果並びに考察

前報の実験方法並びに試料により、実験を行った結果は次の通りである。

(1) 樹脂脱落量とキュアリング時間との関係

第1図～第8図を通じて明らかなことは、未縮合樹脂液による加工織布の方が初期縮合物水溶液のそれよ

り、尿素、メラミンの種類を問わず、加工樹脂脱落量が甚しい。これは前報(第14、15報)の諸結果からも明らかな如く、未縮合液の方は完全樹脂化までにより長い時間を要する故である。初期縮合液では尿素、メラミンともに低濃度より高濃度樹脂液による加工ほど脱落量が目立つ。これは明らかに繊維素繊維内部の非晶領域一定のための飽和に基づくと思われる。未縮合樹脂液加工の方は図の如く、樹脂脱落量が増大する一方で、前報の第3図の如き最有効キュアリング時間の探知は不可能に近いが、初期縮合樹脂液加工の方は、やや前者にくらべて可能性がある。しかし、前報第3図の如き確然たる点は求め得ない。

(2) 皺角変化とキュアリング時間との関係

前報の皺角測定法により、各キュアリング時間変化試料の皺角変化を測定した結果は、第9図より第16図の如くなった。即ち、一般に樹脂加工度が完全に近い試料ほど防皺度が大なる傾向を示している。尿素、メラミン間の防皺度にとくに明らかな優劣はみられない。

Fig. 5

Fig. 6

Fig. 7

Fig. 8

Fig. 9

Fig. 10

Fig. 11

Fig. 12

Fig. 13
Dimethylolurea (precondensate)
40% solution treatment

Fig. 14
Dimethylolurea (Nocondensate)
40% solution treatment

Fig. 15
Trimethylolmelamine (precondensate)
40% solution treatment

Fig. 16
Trimethylolmelamine (Nocondensate)
40% solution treatment

濃度変化による影響の方が表われており、10%より40%樹脂液処理の方が、むしろ尿素・メラミンを問わず防皺効果がやや優れている。しかしながら、樹脂濃度の4倍に比すればそれ相応ほどの効果ではない。

この理由も前述の如く、繊維内非晶領域で沈積、架橋結合を行う加工樹脂量には限度があり、これ以上の

過剰加工樹脂量は飽和のため、繊維表面樹脂としてのみ附着し、何ら防皺効果に寄与せぬためである。

(3) 白色度変化とキュアリング時間との関係

前報の測定法により、各キュアリング時間変化試料の白色度変化を測定したが、この原理は前報の c) で述べた酸性染料による染色機構と同様である。即ち、

Fig. 17
Sample fabric of dimethylolurea (precondensate)
10% solution treatment

Fig. 18
Dimethylolurea (Nocondensate)
10% solution treatment

Fig. 19.
Trimethylolmelamine (precondensate)
10% solution treatment

Fig. 20.
Trimethylolmelamine (No Condensate)
10% solution treatment

Fig. 21
Dimethylolurea (precondensate)
40% solution treatment

Fig. 22
Dimethylolurea (Nocondensate)
40% solution treatment

Fig. 23
Trimethylolmelamine (precondensate)
40% solution treatment

Fig. 24
Trimethylolmelamine (Nocondensate)
40% solution treatment

より完全樹脂化試料ほど、ソーピング後の繊維内部樹脂がより安定なため、樹脂量に応じた附着蛍光染料の白色度の大小によって、樹脂加工度の判定が可能となる。その結果は、第 17 図から第 24 図までの如くである。メラミンが尿素に比し、やや白色度大即ち、同一キュアリング時間に対する加工度の効率がややすぐれ

ていることを示す。これは縮合進行度のより大きなメラミンにあっては、当然の現象である。

そうじて、初期縮合試料の方が、未縮合試料に比し白色度大である。これは未縮合液試料の方がソーピングによる樹脂脱落量の多いことを示し、前述(1)の測定結果と同様の傾向を示す。