報 文

(昭和 31 年 10 月 12 日 受理)

紡績用綿繊維の成熟度(maturity)に関する研究

第 2 報* Differential dyeing method による成熟度の測定方法について

東京農工大学繊維学部 大 野 泰 雄

STUDIES ON THE MATURITY OF COTTON FIBER FOR COTTON-SPINNING. (II) THE MEASURING METHOD OF MATURITY BY THE DIFFERENTIAL DYEING METHOD.

By Yasuo Ōno

(Faculty of Textile Industry, Tokyo University of Agriculture and Technology, Tokyo, Japan)

The observation of maturing process and the measuring of maturity, of lint during the growing process of cotton fiber were carried out by differential dyeing method and the method is discussed from various points of view with a proposal for measuring method of maturity. The cotton variety used for this research was "Rikuchimen Kan-no No. I," a sort of upland cotton.

Relation between the maturity by differential dyeing method and that by microscope method, (percentage maturity) and then the advantage and disadvantage of both methods are discussed.

(Received 12. 10. 1956)

I. 緒 言

原綿の中に含まれる未成熟リントが紡績工程においてネップを生成しやすいこと、あるいは精練、漂白、染色仕上などに多くのトラブルをおこしやすいことは、これまで多くの人々によって指摘されたところである。そこで原綿中にこれらのトラブルをおこしやすい未成熟リント（一般に napy substance と呼ぶ）がどの程度含まれているかを知ることが、紡績工業における製品の品質管理上極めて重要なことである。このような目的に最も適した原綿の成熟度の測定方法として今後の発展の可能性をもった一つの方法が Goldthwait¹⁾ によって 1947 年に提案された。この方法が differential dyeing method である。著者はこの方法を綿繊維の生長過程のリントの成熟過程の観察および測定に採用するとともに、この方法について種々なる検討を加

え、暫定的な一測定方法を提案する。さらに成熟度の測定方法として現在広く採用されている顕微鏡による成熟度の測定方法 (percentage maturity²⁾) との関連について考察するとともに、両者の利害得失につき検討を加える。differential dyeing method の紡績工程への応用結果については次報に報告する。

II. 実験試料および測定方法

1 実験試料

実験試料はさきに報告³⁾した試料と同じく東京都下小金井の東京農工大学繊維学部試験圃場に 5 月中旬陸地棉関農 1 号を播種し、8 月 3 日に開花した花に一斉に名符をつけ研究試料として逐日的に採取し試料とした。(開架は開花後 59 日目)。綿繊維の生長過程におけるリントの differential dyeing method および顕微鏡法による成熟度の測定には第 1 ～ 第 3 結果枝の第 1

節のボールにつき、整数蒴をとって試料とした。綿繊維の生長過程における種子上綿毛の位置による成熟状態の観察には第1～第3結果枝の第1節のボールにつき蒴内種子の位置C³なる種子を試料とした。

2 測定方法

1. Differential dyeing method による染色法

著者の採用している方法は次のようである。

a) 試料採取量 原綿 2～3g

b) 操作

前処理——試料を沸騰せる蒸留水で十分しめした後、後述の沸騰せる染色浴に入れる。

染色——染色浴の組成は次の通りである。

Chlorantine Fast Red 5B (Ciba); 1.2% (綿繊維の全重量に対し)

Chlorantine Fast Green BLL (Ciba); 2.8% (綿繊維の全重量に対し)

水: 綿繊維の全重量の40倍量の蒸留水

上記の染色浴にて15分間染色、しかる後助剤としてNaClを綿繊維の全重量の2.5%を加え、よく攪拌しながら15分間染色、再び助剤として第2回目のNaClを綿繊維の重量の2.5%を加え、よく攪拌しながら15分間染色、かくして全部で45分間染色する。

後処理——染色が終れば綿繊維の50倍量の冷水で2回十分よく洗う。その後過剰の水はしぼり、その染色せる試料を30秒間強く沸騰した沸騰水(綿繊維の重量の50倍量)中に投入してよく攪拌する。それからひきあげて水をきり、再び水で洗う。最後にしぼった後80°C以下の乾燥器中で乾燥させる。

Goldthwait¹⁾はDiphenyl Fast Red 5BL Supra I (Geigy. Color index No. 278)を使用しているが、著者は同じ構造のCiba製品Chlorantine Fast Red 5B (Color index No. 278)を用い、redおよびgreenの両染料をCiba製品に統一した。

ii Differential dyeing method による成熟度の測定法

著者はdifferential dyeing methodによる暫定的な一つの測定法として次の方法を提案する。

原綿の染色試料より明瞭に緑に染色されたリントを除去し、残った暗赤色に染められたリントおよび中間色のリントの原綿の染色試料に対する重量百分率をもって成熟度をあらわすことにする。したがって成熟度が90の場合は、原綿中にネップになりやすいリント(napy substance)が10%含まれていることを意味し

ている)

iii Percentage maturity の測定方法

顕微鏡による成熟度の測定方法としては、現在標準法としてpercentage maturity²⁾が採用されている。percentage maturityの測定方法は18% NaOH溶液で処理した綿繊維を顕微鏡下で観察し、細胞膜壁の厚さの和 $a_1 + a_2$ がそれらのルーメンの幅 b に等しいか、あるいはより大きいリントは成熟綿(mature fiber)として分類し、それ以外のすべての繊維を未成熟綿(immature fiber)として分類する。この試料の成熟度は成熟綿として分類される繊維の百分率で表わされる。測定は300～400本のリントについて測定した。

$a_1 + a_2 \geq b$ MATURE FIBER

$a_1 + a_2 < b$ IMMATURE FIBER

Fig. 1 Percentage maturity by microscope method

III. 実験結果および考察

1. 綿繊維の生長過程におけるリントの differential dyeing method による成熟度の測定

綿繊維の生長過程におけるリントの成熟度を differential dyeing method で求めるため、前述の暫定的測定方法を採用した。これらの染色試料を観察すると、最も未成熟なリント(たとえば開花後15日目および21日目のリント)すなわち細胞膜壁の薄いリントは緑に染められ、最も成熟したリント(たとえば開花後59日目のリント)すなわち細胞膜壁の厚いリントは暗赤色に染められ(その中には約7%の緑色に染められた

Fig. 2 Maturity (by differential dyeing method) of lint during the growing process of cotton fiber

未成熟リントが認められる), その中間の成熟過程のリントは緑色および暗赤色のリントが認められる。(これらのカラー写真については日本綿業技術研究所報告⁹⁾を参照されたい) これらの試料につき逐日的に成熟度を測定した結果を Fig. 2 に示した。

同図より明らかなように開花後 15 日目および 21 日目のリントの成熟度は 0 を示し, (これらのリントは 100% 緑に染められる) 開花後 24 日目のリントの成熟度は 4.5 となり, その後急速に増加し開花後 36 日目では, 65.8, 開花後 59 日目 (開絮綿) では 93.1 となる。differential dyeing method の測定原理は Goldthwait¹⁾ も指摘するようにまだあまりよくわかっていない。そこで一つの試みとしてこれらの同一試料を用いて赤 (Chlorantine Fast Red 5B) および緑 (Chlorantine Fast Green BLL) の染料で別々に染色した (染料濃度は前述の混合溶液の場合と同じにした。後処理も前述の通りである)。これらの染色試料を観察した結果, (これらのカラー写真は日本綿業技術研究所報告⁹⁾を参照されたい) 緑の染料は未成熟リントおよび成熟リントの両方ともに, 同じ程度によく緑に染色されることより, 緑の染料は細胞膜壁の第 1 次細胞膜 (第 1 次膜と呼ぶ) のみに主として染着されるものと考えられる。これに反して赤の染料は未成熟リントたとえば開花後 15 日目のリントではほとんど染着せず (30 秒間の熱湯処理で第 1 次膜の赤の染料は速やかに溶解除去されるためと考えられる) 薄桃色であるが, 次第に成熟するとともに染着量を増し, リントは桃色より赤色へと変化し, 開花後 36 日目頃より赤色となる。このことは第 2 次細胞膜 (第 2 次膜と呼ぶ) が赤の染料の染着に関与していることを示している。

一般に緑の染料⁹⁾は赤の染料⁹⁾の分子量の約 2 倍の分子量をもっており, また緑の染料は人絹の染色の場合にその染色速度がおそいという事実が報告されている⁷⁾。さきに著者は綿繊維の生長過程におけるリントの結晶領域量を逐日的に測定し, 第 1 次膜の結晶領域量は第 2 次膜のそれに比較して極めて小さいことを報告した⁸⁾。また最近著者の電子顕微鏡観察⁹⁾によると柔軟細胞の第 1 次膜は幅約 70 Å のマイクロ・フィブリルの管状構造をなし, 極めてポーラスな構造をもつにたいし, 第 2 次膜は同じ幅をもったマイクロ・フィブリルの集束よりなる螺旋構造をなし, 第 1 次膜に比して相当緻密な構造をもっている。

上述の実験結果および諸事実より differential dye-

ing method の染色機構は恐らく次のようなものではないかと考えられる。

第 1 次膜のみよりなる未成熟リントはその構造がポーラスなため, 緑の染料も赤の染料もともに拡散しながら進入する。しかし熱湯 30 秒間の洗滌によって赤の染料は緑の染料よりすみやかに溶解除去され, その結果未成熟リントは緑色に染められる。しかるに成熟せるリントは第 1 次膜と第 2 次膜よりなり, 前述のように第 2 次膜は第 1 次膜に比して緻密な構造をもっており, さらに緑の染料の分子量は赤の染料よりも大きく, かつ染着速度がおそいので, 緑の染料はほとんど第 1 次膜にのみとどまる。一方赤の染料は第 1 次膜, 第 2 次膜に拡散しながら進入する。そこで熱湯による 30 秒間の洗滌によって, 第 1 次膜の緑の染料, 第 1 次膜および第 2 次膜の赤の染料が溶解除去されるが, 第 2 次膜にはなお赤の染料が多量に染着されたままのこり, 緑に染められた第 1 次膜は薄いので, その結果外観的には暗赤色に観察されるものと考えられる。

2. 綿繊維の生長過程における種子上綿毛の位置による成熟状態の観察

綿繊維の生長過程における種子上綿毛の位置による成熟状態を観察するため第 1 ~ 第 3 結果枝の第 1 節のボールにつき, 蒴内種子 C の位置の種子をとり differential dyeing method により染色した。(これらのカラー写真は日本綿業技術研究所報告⁹⁾を参照されたい。)

これらの染色試料を観察した結果, 伸長生長過程の開花後 17 日目, 20 日目の種子毛はその位置に関係なく全部緑色にそめられる。肥厚生長に入った開花後 28 日目の種子毛では種子上綿毛の位置 3, 4 の部分でまずリントは暗赤色にそめられ, その後次第に成熟するとともに 5 の部分を経て 2, 1 の部分と暗赤色に染められ, 開花後 46 日目では種子上綿毛のすべての部分が暗赤色のリントとなりほぼ成熟を完成する。したがって種子上綿毛の細胞膜壁の肥厚は胚珠の珠孔 (micropylar tip) の部分のリントが最もおそいことがわかった。なお蒴内種子の位置¹⁰⁾では C の位置の種子毛が最も早く成熟することも明らかとなった。

次に綿繊維の生長過程における地毛 (fuzz) を逐日的に採取し, differential dyeing method によって染色した結果, 地毛はその成熟が非常に早く陸地棉開農 1 号においては, 開花後 28 日目頃ですべての位置の地毛が完全に暗赤色に染められ, リントに比してその成熟

が極めて早いことが明らかとなった。¹³⁾

3. Differential dyeing method における実験 試料の履歴のリントの着色におよぼす影響

コットン・ボールの開架時におけるボール内のリン
トの乾燥過程がリントの微視的構造にいかなる変化を
あたえるかを differential dyeing method で染色し観
察した。圃場において開架直前のコットン・ボールを
採取し、その一蒴を水中で割り、その一房のリントを
しめったままで differential dyeing method で染め、
一方他の一房のリントを乾燥した後染めると前者は緑
色に後者は暗赤色に染められる。(後者のリント中には
緑色に染められた未成熟リントが少量含まれている)
前述の緑に染められたリント(圃場で採取してから一
度も乾燥過程にかけていないリント)を乾燥し、5%
のソジウム・ハイドロサルファイトで脱色し、これを

前と同様の方法で染色すると、前述の圃場から採取し
乾燥したリントと同様に暗赤色に染る。また前述の暗
赤色に染められたリントを前記5%のソジウム・ハイ
ドロサルファイトで脱色し、これを前と同様の方法で
染色すると、前述の圃場から採取し乾燥したリントと
同様に暗赤色に染る。また前述の緑に染められた繊維
を前記5%のソジウム・ハイドロサルファイトで脱色
し、圃場で採取してから一度も乾燥しないで再び染色
すると全く前と同様に緑に染る。しかし乾燥過程にか
けないで染色したリントの緑色は細胞膜壁のうすい未
成熟リントの緑色よりは濃い緑色である。これは第2
次膜壁にも緑の染料分子が拡散し染着したことを示し
ているものと考えられる。以上の実験事実をとりまと
め Table I に示した。これらの実験事実 Goldthwait¹¹⁾ もすでに指摘しているところである。

Table I. The colour of lint during the boll opening process by differential dyeing method

State of cotton	Treatment				
	Color after treatment indicated				
	Dyed	Dried	Not dried	Stripped	Dyed again
Lint in bolls just before opening (Undried, Wet)	Green	Green	—	White	Red
Lint in bolls just before opening (Undried, Wet)	Green	—	Green	White	Green
Lint in bolls just before opening (Dried)	Red	Red	—	White	Red

以上の実験事実よりリントの乾燥過程における微細
構造の変化を次のように考察することができる。

開架直前のコットン・ボール中の湿潤状態における
リントは高度の膨潤状態にあり、その水分含有量およ
び断面積ともに開架後の乾燥リントに比して大きい¹²⁾。
したがって第2次膜における非結晶領域あるいはフィ
ブリル間隙は緑の大きな染料分子さえ通過をゆるすと
ともに、より大きな染着表面をもつ。そこで differen-
tial dyeing method における30秒間の熱湯洗滌によっ
て第1次膜および第2次膜の赤および緑の染料分子は
ともに溶解除去されるが、緑の染料分子は赤の染料分
子にくらべて分子の大きさは大きいので第2次膜にの
こり、リントは緑色に染められる。これに対して一度
乾燥過程にかけたリントの第2次膜は乾燥過程におけ
る水分含有量の減少にともないフィブリル間隙の減少
あるいは配列の向上にともなう結晶化などにより緻密
な構造をもった第2次膜を形成し、緑の大きな染料分
子の拡散をさまたげるようになるものと考えられる。
したがってリントは暗赤色に染められる。

4. Differential dyeing method によるリント の着色と繊維構造の関係について

differential dyeing method による成熟度の測定は
植物生理学的なリントの成熟度とは直接的には関係は
ない。前述の開架直前のボール中のリントを乾燥した
試料と、未乾燥の試料に differential dyeing method
を適用した場合に示されたように、細胞膜壁の厚さの
直接的な函数でもない。この際示されたリントの色は
乾燥過程に起った繊維構造の次微視的構造の変化に大
いに負っている。しかしながら一度乾燥されたリント
(たとえば紡績用原綿)では細胞膜壁の厚いリントある
いは成熟したリントでは differential dyeing method
によって明瞭に暗赤色に染められ、細胞膜壁の薄いリ
ントあるいは未成熟リントでは明瞭に緑に染められる
そしてこの事実は第1次膜は第2次膜に比してもっと
ポーラスな繊維構造をもつという見解を実証してい
る。

次に成熟過程のリントの中には differential dyeing
method によって染色するとリントの基部が赤く、尖

端部が緑色に染められたものが見出される。これは肥厚がリントの基部より次第に肥厚して行くことを示している。そこでリントが暗赤色より緑色にかわる変色点の細胞膜壁の断面をとり、その細胞膜壁の厚さを測定した結果、 $4.5 \pm 0.4 \mu$ の範囲であることがわかった。(陸地棉関農1号の開絮綿のリントの細胞膜壁の厚さは 6.7μ である) リントの膜壁の厚さが $4.5 \pm 0.4 \mu$ になるのはさきに報告したように陸地棉関農1号では開花後31~34日目である。(開花後31~34日目のリントの細胞膜壁の厚さの測定は蒴内種子C、種子3の位置のリントで測定) 開花後32日目のリントの織度は micronaire fineness では $4.0 \mu\text{g/in.}$ causticaire fineness では $4.2 \mu\text{g/in.}$ arealometer fineness では $4.2 \mu\text{g/in.}$ であり、maturity index(causticaire method) では72.8であり、immaturity ratio では2.50であった。

したがって陸地棉関農1号の品種のリントでは一般的には前述の micronaire fineness $4.0 \mu\text{g/in.}$ (たとえば maturity index 73) 以下の未成熟リントは緑に染められ、それ以上の成熟リントは暗赤色に染められることになる。特に鮮明に緑色に染められるリントは織度 $2.5 \mu\text{g/in.}$ 以下の未成熟リントが多い。

5. 綿繊維の生長過程におけるリントの percentage maturity について

綿繊維の生長過程におけるリントを逐日的に採取し顕微鏡法により percentage maturity を測定した。これらの結果を Fig. 3 に示す。

Fig. Percentage maturity (by microscope method) of lint during the growing process of cotton fiber

同図より明らかなように伸長生長過程における開花

後15日目のリントの percentage maturity は0を示すが、肥厚生長に入るとともに開花後21日目では2.2, 24日目では9.0, 32日目では40.0, 45日目では85.0 59日目(開絮綿)では92.0を示し、32日目前後で percentage maturity は急速に増大することを示している。これは前述の differential dyeing method による成熟度が開花後32日目前後で急速に増大する事実と良く一致している。

現在 percentage maturity は標準法として採用されているが、この方法には次のような欠点がある。まず第1に原綿を differential dyeing method で染色した場合に明らかに示されるように、緑色に染められた未成熟リントは原綿中においてブロック状に混在している¹⁴⁾。したがってサンプリングが非常にむずかしい。次にこの方法では細胞膜壁を測定する際、リントの繊維軸方向のある一点で測定される。細胞膜壁の肥厚は繊維軸方向を通じて完全に均一でない(膜壁の肥厚は基部より尖端の方向に肥厚してゆく)。したがって測定位置の選定に注意を要する。以上のような測定上種々な欠点をもっているにもかかわらず、この方法はネップになりやすいような未成熟リント(napy substance)あるいは紡績工程に種々なる障害をおこしやすい未成熟リント(trouble cotton)が原綿中にどのくらい含まれているかを知ることができる意味で、現在極めて有用な方法である。その点では前述の differential dyeing method は上述の未成熟リントが原綿中にどのような状態で分布しているかを直接的に目で観察できる点で一層有用な方法といえることができる。Goldthwait は原綿中における未成熟リントの分布状態を目で直接的に観察することができる利点を強調し、具体的な成熟度の測定方法を提案していない。しかし将来は測色的方法を採用して数量的な取扱いを示唆している。その方法は染色試料を粉碎し、円形のプレートとし、これを color eye その他の測定器で測色しようとするものである。しかしこの方法を採用するためには、なお多くの解決しなければならない問題がある。まず第1に測定のための試料作製の技術的な面に問題があり、第2に原綿の品種および産地により、その成熟綿の第1次膜と第2次膜の比が異なること、また原綿中の非繊維素物質(主として灰分)の塩基度(alkalinity)が異なり、したがって染色試料の色の濃度が異なってくることである。

著者は成熟度を上述のような平均値を求める努力よ

りはむしろネップになりやすいような未成熟リント(一般には napy substance と呼ぶ)が原綿中に何%含まれているかを明らかにすることがより重要と考え、前述の暫定的な成熟度の一測定方法を提案した。

IV. 総 括

綿繊維の生長過程におけるリントの成熟過程の観察および成熟度の測定に differential dyeing method を採用するとともに、この方法について種々なる検討を加え暫定的な一測定法を提案した。さらに顕微鏡法による成熟度の測定方法 (percentage maturity) との関連について考察するとともに両者の利害得失につき検討を加えた。

本研究に当り種々御指導を賜った東京工業大学金丸毅教授、前田弘邦教授に深甚なる感謝の意を表する。本実験の一部は日本綿業技術研究所研究費および文部省科学研究費によった。ここに併記して謝意を表する。

文 献

* 繊維素繊維に関する研究第11報とする。

前報; 大野泰雄; 織学誌., 13, 513 (1957)

- 1) Goldthwait, C. F., H. O. Smith, & M. P. Barnett; *Text. World.*, 93, 105, 201 (1947)

- 2) A. S. T. M. Designation; D 1442-52T
- 3) 大野泰雄; 織学誌., 11, 520 (1955)
- 4) 大野泰雄; 日本綿業技術研究所報告 第18号 p. 114. および別刷 (カラー写真) (昭和29年2月)
- 5) Clayton, E; Identification of dyes on textile fibres and detection of metal in fibrous materials, dyes and organic pigments., 2nd. ed., *Soc. Dyers and Colourists*. 1946, p. 10.
- 6) *Soc. Dyers and Colourists*, "Colour index" 1924, p. 65.
- 7) Boulton, J., & B. Reading; *J. Soc. Dyers and Colourists*, 50, 381 (1934)
- 8) 大野泰雄; 織学誌., 13, 127 (1957)
- 9) 大野泰雄; 未発表
- 10) 大野泰雄; 織学誌., 11., 520 (1955)
- 11) Goldthwait, C. F., H. O. Smith and F. T. Roberts; *Text. Res. J.*, 20, 100 (1950)
- 12) 大野泰雄; 織学誌., 11, 714 (1955)
- 13) 大野泰雄; 繊維学会講演 (昭 23. 5)
- 14) 大野泰雄; 日本綿業技術研究所研究発表会 (昭 31. 4)

技術報文原稿募集について

技術報文は工場現場における技術上の新しい工夫、考案、改良等を内容とするもので会員相互の知識交流に役立つことを目的とするものであります。従って会員各位におかれてはこの主旨に沿って気軽に御投稿下さるようお願いします。

応募要項

- (1) 投稿規定は本学会の報文投稿規定に準拠する。但し英文抄録を添付する必要はない。又図面中の説明は邦語でよい。
- (2) 頁数は組上り3頁以内を原則とする。(本学会所定原稿用紙で表、図面等を含み13枚以内)
- (3) 内容、体裁等については本学会編集委員会において多少の加筆訂正をする場合がある。