(昭和 36 年 4 月 17 日受理)

赤外線吸収スペクトルによる織物繊維の確認 と混紡繊維組成の検出

東京大学工学部応用化学科 祖父江 寛・福原 節雄*

STUDIES ON THE IDENTIFICATION OF TEXTILE FIBERS AND DETECTIONS OF MIXED FIBERS BY INFRARED ABSORPTION SPECTRA

By Hiroshi Sobue and Setsuo Fukuhara

(Department of Applied Chemistry, Faculty of Engineering, University of Tokyo, Japan)

Identification of several kinds of textile fibers and detection of composition of mixed fibers were studied by infrared absorption spectra.

The results are as follows :

Identification of textile fibers is generally simple.

Detection of functional groups in mixed fibers is easily performed by the use of characteristic absorption band.

For this method the necessary amount of samples are very small, but when the same functional groups existed in each fiber, the detection of compositions of mixed fibers are difficult because the characteristic absorption bands are similar.

It is more effective to use together the two auxiliary means of microscopic and dissolving methods together for the more effective identification of the compositions of mixed fibers. (Received April 17, 1961)

緒 言

従来、混紡繊維及び各種繊維の識別には光学顕微鏡を用いる方法、溶解法、燃焼法、融点法などが主に用いられてきた。これらの方法はいずれも簡便で優れた方法であるが著者らは官能基の検出には有利であると考えられる赤外線吸収スペクトルを用いてみた。この結果、予期のごとく微量の試料でも迅速容易に混紡繊維全般の官能基についての知見が得られ、さらにまた、各種繊維の識別が簡単にできるのでこの方法が有力な手段であることを認めたが、一方本質的な問題として官能基が等しいかまたは類似する場合には、その識別が困難であることを知ったので以下にその利点と欠点を述べることにする。

本報においては、はじめに国産アクリル繊維の共重合体について述べ、さらに各種繊維のスペクトル、2成分混合繊維のスペクトル、実際の混紡繊維の識別、混紡率等について述べる。なお、混紡繊維の赤外線吸収スペクトルによる研究は見当らない。

[1] 実験法

使用分光器 光研 301 型

プリズム NaCl (4,000~650 cm^{-1} 領域) および

KBr (950~400 cm^{-1} 領域)

試料の調製 KBr (KCl) 錠剤法 (註1)。祖父江, 福原; 工化, 60, 88 (1957)¹⁾によつた。

試料の粒度 鉄で約 200 メッシュに細断後 P_2O_5 上で乾燥した。

KBr 錠剤の試料濃度 $\frac{\text{試料の重量}}{\text{KBr 重量}} : \frac{4\sim 8 \text{ mg}}{700 \text{ mg}}$

この際、塩化ビニール、アクリル系、ポリアミド類、セルロース (ビニロン、アセテート) ポリエステルの順にスペクトルの吸収強度はおおむね強くなるから、上記濃度の範囲で適当に調節した。

註1 (1) 測定に際してはなにも入れていないKBr錠剤を別に作り、補償回路に入れて補正したが、3,400 および 1,640 cm^{-1} 付近の OH 基吸収強度は試料調製中の吸湿による水分の影響により不正確になる。しかし OH 基吸収強度の顕著なちがいはわかる。参考のために Fig. 11 に KBr 錠剤のブランクテストをした結果を示す。

(2) 一般に、赤外線吸収スペクトルの測定はフィルムで測定する場合が最もよいスペクトルを示すが、未知の混紡繊維について適当な溶剤を選び、適当な厚さの膜を作ることは繁雑であり (セルロースでは適当な溶剤がない) それだけで混紡繊維の一つの試験法になる。また、フィルムにする場合の溶媒の除去が不十分なときは

* 現在、横浜ゴム製造株式会社研究所

それがスペクトル図に重複してあらわれてくるため紡糸に用いた残存溶剤を調らべる目的には適当でない。従つて著者らはこのような欠点のない KBr 錠剤法を用いた。

(3) 各スペクトルには標準物質にポリスチレンフィルムを用い標準波数を 2,850, 1,603, 906 cm^{-1} に入れた (OH, CH 伸縮振動領域はやや高波数側にずれている。

〔2〕 国産アクリル繊維について

周知のごとくアクリル繊維はアクリルニトリルと共重合する相手方の物質によつて性質の異つた多数の繊維ができる。すでに三宅²⁾ および鎌田³⁾ らは赤外線吸収スペクトルを用いてこれらの繊維の共重合成分の研究を行なつた。これらの研究は主に外国製品について行なつたものであり、かつ 650 cm^{-1} 以下の KBr 領域についての研究は試みなかつた。著者らは必要上、市販される国産アクリル繊維について研究を試みた。国産 4 社 (A, B, C, D 社) 製品のスペクトルを Fig. 1 に示す。Fig. 1 の A, B 社製品中にはそれぞれポリアクリルニトリルの吸収と異なる 1,735, 1,240, 1,030 cm^{-1} などの強い吸収がある。この吸収はポリ酢酸ビニールの吸収と一致するため A, B 中にはポリ酢酸ビニールが存在^{2,3)} するものと考えられる。さらに、A, B 中にはポリアクリロニトリ

ルや酢酸ビニールにない吸収として 740, 835, 1,603 cm^{-1} などの弱い吸収があるがこの吸収は 2 メチル, 5 ビニール, ビリジンの吸収に一致する^{2,3)}。従つて 2 メチル, 5 ビニール, ビリジンが存在することは明らかであるが、その量は前 2 者にくらべて少いようである。なお、A, B はほぼ同一のスペクトルを示し、従つてその組成も類似したものであると赤外線スペクトルからは判断される。

C は 1,735 cm^{-1} の C=O 吸収が A, B に比べて少量しかあらわれず (C≡N 吸収と比較した場合)、かつ A, B の示す 1,030 cm^{-1} の吸収がない。従つて A, B とはかなり異つている。D は 1,735 cm^{-1} の吸収は非常に弱い、また 700 cm^{-1} 付近の吸収がかなり強いことから C-Cl の存在が考えられた。これからポリ塩化ビニル共重合体が考えられたので KBr プリズム領域で以上述べた各試料および塩化ビニル繊維のスペクトルを同一試料を用いて測定した (塩化ビニル繊維は Fig. 4 のものと同一である)。

Fig. 2 に示すように A, B, C では 700~600 cm^{-1} 領域に吸収はないが D では約 630, 700 cm^{-1} 付近にかなり強い吸収を示した。塩化ビニル繊維では約 610, 635, 690 cm^{-1} 付近に吸収が認められる。これらの吸収はいずれも C-Cl^{4,5)} によるものと考えられるが D では 610,

Fig. 1, Fig. 2. Infrared spectra of home made acrylic fibers (A, B, C, D) and polyvinyl chloride fibers.

Fig. 3. Infrared spectra of acrylic fibers.

700 cm^{-1} 付近の吸収は塩化ビニル繊維に比べてピーク位置がやや高波数側にずれている。ポリ塩化ビニルは合成条件、後処理などによつて分子構造が変化しこれらの C-Cl 振動の吸収の形や強度が変化することが島内⁵⁾ らによつて報告されている。

従つて、この実験に用いた塩化ビニル繊維のスペクトルとはやや異なるが D の中にはポリ塩化ビニルが存在

しているものと考えられる（塩化ビニリデンは異つた吸収を示す⁴⁾ ので塩化ビニリデンの存在は考えられない）。

参考のために本研究に用いた外国製のアクリラン、ダイネル、オーロンなどのスペクトルを Fig. 3 に示す。

同図よりアクリランは Fig. 1 に示す国産 A, B 型のものでありダイネルは D 型であることはあきらかである。

オーロンは旧型のもつと 42 型では著しく異なり、42 型ではポリアクリル酸メチルが共重合体であると考えられている²⁾。

[3] 各種繊維の赤外線吸収スペクトル図

混紡繊維の基礎的な知識を得るためには、現在実際に使用されている各種繊維の個々のスペクトルを測定し、それぞれの特徴をよく確かめておく必要がある。また、未知の繊維の識別にはこれらのスペクトルを比較すれば容易に何の繊維に属するかがわかる。

Fig. 4 に現在本邦において最もよく用いられているテトロン、二酢酸セルロース（アセテート）、ビニロン、6 ナイロン、羊毛、レーヨン、塩化ビニル繊維のスペクトルを示した。亜麻、ラミーなどの天然セルロースは Fig. 5 に示す。ここには木綿は示していないが木綿とラミーはほとんど同一のスペクトルを示す。また、参考のためにポリプロピレン（モブレン）のスペクトルを

Fig. 4. Infrared spectra of textile fibers.

Fig. 11 に示した。

これらのスペクトルから明らかなように $1,600 \sim 1,000 \text{ cm}^{-1}$ 領域ではいずれの繊維にも比較的強い吸収があるので各繊維を混合した場合、それらがお互に重なり合つてスペクトルは複雑になりその識別は困難になる。そこで便宜的にこの領域以外の低波数側または高波数側で特徴のある強度の強い吸収に着目した。それで不十分なときは $1,600 \sim 1,000 \text{ cm}^{-1}$ 領域で強度の強い特有のピークを用いて識別することにした。

アクリル繊維 A (Fig. 1)

Fig. 1 に示す国産 4 種のアクリル繊維のうち、比較的吸収が多く、かつ現在よく用いられている A を代表として便宜的に選らんだ。このアクリル繊維の特徴を示す。

(1) $2,250 \text{ cm}^{-1}$ に $\text{C}\equiv\text{N}$ の非常に鋭いピークがある。この実験に用いた他の繊維にはこの領域に吸収がないのでアクリル繊維の顕著な特徴とみなしてよい (ビニリデンシアナイド系繊維にも此の位置に吸収があるがこの場合は非常に強度が弱い²⁾)。 (2) 前述のように共重合成分として $1,735 \text{ cm}^{-1}$ に強い $\text{C}=\text{O}$ 吸収がある ($1,240, 1,030 \text{ cm}^{-1}$ 吸収もポリ酢酸ビニールによるものである)。 (3) $1,000 \text{ cm}^{-1}$ 以下の領域に顕著な吸収はない。

テトロン (Fig. 4)

(1) $880 \sim 700 \text{ cm}^{-1}$ 領域にかけて特徴ある吸収曲線を示す。特に 727 cm^{-1} の吸収は強い。これは out of plane ($\text{O}=\text{C}-\text{O}$) によるものと考えられている⁹⁾。 (2) 約 $1,700 \text{ cm}^{-1}$ に $\text{C}=\text{O}$ の強い吸収がある。なお、前述のようにテトロンは強い吸収を示すので比較的少量混紡されていても以上の吸収はスペクトルに強くあらわれる。

二酢酸セルロース (アセテート) (Fig. 4)

(1) 890 cm^{-1} の吸収が特徴的である。この吸収は三酢酸セルロースになるとより顕著になる。なお、後述のセルロースにもこの位置に吸収があるが、他の繊維ではこの波数位置にほとんど吸収を示さない (ただしテトロンではこの位置に後述する非晶性バンド⁶⁾の小さい吸収があるが市販されるテトロンでは非常に吸収が弱い)。 (2) 約 $1,750 \text{ cm}^{-1}$ に強い $\text{C}=\text{O}$ 吸収がある。 (3) 二酢酸セルロースであるために OH 基吸収強度がレーヨンに比較してはるかに弱い。

ビニロン (Fig. 4)

(1) $760 \sim 880 \text{ cm}^{-1}$ 領域に特徴ある吸収曲線を示す。

Fig. 5. Infrared spectra of cellulose fibers.

(2) $1,020 \text{ cm}^{-1}$ の吸収は特に強い。これは $-\text{O}-\text{CH}_2-\text{O}-$ に関係あるものと考えられている⁹⁾。 (3) $2,900 \text{ cm}^{-1}$ 付近の CH 伸動に 4 つの小ピークを示す。 (4) 後述のセルロース同様 $3,400 \text{ cm}^{-1}$ 付近の OH 基および $950 \sim 1,150 \text{ cm}^{-1}$ 領域の吸収が強い。

6 ナイロンおよび羊毛 (Fig. 4)

6 ナイロンおよび羊毛は類似する官能基を有しているため両者のスペクトルは、2, 3 の吸収をのぞいてよく類似している。両者の類似点を示すと、(1) $3,080 \text{ cm}^{-1}$ にポリアミドおよびポリペプチドに見られる¹⁰⁾特徴のある吸収を示す。この吸収は NH に関係¹⁰⁾あるものと考えられている。 (2) $1,650 \text{ cm}^{-1}$ に amide I バンド ($\text{C}=\text{O}$) の強い特徴のある吸収を示す。 (3) 700 cm^{-1} 付近に NH の変角振動を示す。さらに 6 ナイロンおよび羊毛の区別をあげると 6 ナイロンでは $3,080 \text{ cm}^{-1}$ 吸収が明瞭にあられるが羊毛では明瞭さを欠く傾向がある (註 2)。

註 2

これは試料の粒度にも 1 部依存するが羊毛は缺で切るだけでは微細粉になりがたい。

さらに 6 ナイロンでは $1,170 \text{ cm}^{-1}$ に特有のピークを示す。

レーヨン (Fig. 4)

(2) 二酢酸セルロースと同様に 890 cm^{-1} に特徴のある吸収を示す。 (2) $3,400 \text{ cm}^{-1}$ の OH 基吸収強度が強

い。(3) $1,000\sim 1,100\text{ cm}^{-1}$ 領域 (主に C-O, ν) の吸収が強い。(4) 約 650 cm^{-1} に OH 面外変角振動¹¹⁾の吸収がある。別表に (Fig. 5) 天然セルロースと再生セルロースの相違点を比較する。天然セルロースの亜麻、ラミーなどでは $1,420, 1,370, 1,317\text{ cm}^{-1}$ などの吸収ピークは顕著である。特に $1,420\text{ cm}^{-1}$ 吸収は結晶化バンドと呼ばれているが^{18,19)}、シャープな吸収を示している。一方、再生セルロースのレーヨンでは結晶化バンドは不明瞭である。

次に天然セルロースでは非晶性バンドと言われる^{18,19)} 890 cm^{-1} の吸収強度は弱いが逆に再生セルロースでは強い。以上の点は天然、再生セルロースを区別する1つの目安になる。なお、 $1,420\text{ cm}^{-1}$ 吸収は CH_2 変角振動であると考えられている¹²⁾。以上において現在最も多く使用されている繊維の特徴ある主なる吸収帯を示した。これらのスペクトル図と未知の試料のスペクトルを単独に比較することによってそれが何の種類に属する繊維であるのか容易に識別することができる。次の実験では、混紡繊維の研究をするために典型的な例として以上の諸繊維を混合したものについてスペクトルを測定した。

[4] 2成分混合繊維のスペクトル

いうまでもなく混紡繊維ではその成分を増し、かつ混紡比率を変えることによって多数の組み合わせができる

が、それらすべての試料についてスペクトルを測定することは困難である。そこで、ここでは典型的な例としてその成分を2成分とし、現在最もよく組み合わせが行なわれている繊維について、その混紡比率を 50%, 50% として研究を試みた。実用上、最も多く用いられている組み合わせについては三越本店商品試験室の御協力を得て下記の組み合わせを選んだ。

二成分混合繊維

混合割合 50%, 50%

国産アクリル繊維 (A)	テトロン
	レーヨン(ビスコース法)
テトロン	羊毛
	レーヨン
二酢酸セルロース (アセテート)	レーヨン
	テトロン
ビニロン	レーヨン
	羊毛
ナイロン	羊毛
	レーヨン
羊毛	テトロン
	レーヨン

国産アクリル繊維A+テトロン (Fig. 6)

(1) $2,250\text{ cm}^{-1}$ の $\text{C}\equiv\text{N}$ 吸収からアクリル繊維が存在することが容易にわかる。かつ $1,735\text{ cm}^{-1}$ の吸収から共重合物の存在が考えられる。(2) $880\sim 700\text{ cm}^{-1}$ 領

Fig. 6, Fig. 7. Infrared spectra of mixed fibers 50% : 50%.

域の吸収及び $1,700\text{ cm}^{-1}$ ($1,735\text{ cm}^{-1}$ 吸収の肩にある) $1,230\text{ cm}^{-1}$ 吸収からテトロンが考えられる。

国産アクリル繊維A+レーヨン (Fig. 6)

(1) 前項同様に $2,250\text{ cm}^{-1}$ …… $\text{C}\equiv\text{N}$ ……アクリル繊維。 $1,735\text{ cm}^{-1}$ …… $\text{C}=\text{O}$ ……共重合体。(2) 890 cm^{-1} の吸収からセルロースまたは二酢酸セルロースが考えられた。上記のように $1,735\text{ cm}^{-1}$ に $\text{C}=\text{O}$ 吸収がある。これは共重合のものと考えられるが二酢酸セルロースの $\text{C}=\text{O}$ ……約 $1,750\text{ cm}^{-1}$ よりやや波数が低い。さらに OH 基吸収が非常に強いことからレーヨンの存在が考えられる。

国産アクリル繊維A+羊毛 (Fig. 6)

(1) 同様に $2,250\text{ cm}^{-1}$ …… $\text{C}\equiv\text{N}$ ……アクリル繊維。 $1,735\text{ cm}^{-1}$ …… $\text{C}=\text{O}$ 共重合体。(2) $3,080\text{ cm}^{-1}$ や $1,650, 700\text{ cm}^{-1}$ 等の吸収からポリアミド類 (ポリペプチドも含む) が考えられる。 $3,080\text{ cm}^{-1}$ の吸収が弱く、かつ $1,170\text{ cm}^{-1}$ の吸収がないから羊毛であると考えられる。この際、光学顕微鏡を併用すれば、うろこの存在から形態的に羊毛であることは一目にしてわかる。

テトロン+羊毛 (Fig. 7)

(1) $880\sim 700\text{ cm}^{-1}$ 領域の吸収および $1,700\text{ cm}^{-1}$ の吸収からテトロンの存在が考えられる。(2) $3,080\text{ cm}^{-1}$

の吸収および $1,650\text{ cm}^{-1}$ 付近の吸収の形からポリアミド類が考えられるが $1,170\text{ cm}^{-1}$ の吸収がないから6ナイロンではない。従つて羊毛の存在が考えられる。

テトロン+レーヨン (Fig. 8)

(1) 同様に $880\sim 700\text{ cm}^{-1}$ 領域の吸収、 $1,700\text{ cm}^{-1}$ 吸収からテトロン。(2) 890 cm^{-1} に吸収があることからセルロースまたは二酢酸セルロースの存在が考えられる。 $3,400\text{ cm}^{-1}$ 付近の OH 基吸収強度が大であり、かつ $1,750, 1,380\text{ cm}^{-1}$ などの吸収がないからレーヨンの存在が考えられる。

二酢酸セルロース+レーヨン (Fig. 8)

890 cm^{-1} 吸収からセルロースまたは二酢酸セルロースが考えられた。しかし $3,400\text{ cm}^{-1}$ 付近の OH 基の吸収が非常に強い。従つてレーヨンの存在が考えられる。この場合はスペクトルのみでは不充分でありアセトン溶解法を併用すると確実である。

二酢酸セルロース+テトロン (Fig. 8)

(1) $880\sim 700\text{ cm}^{-1}$ 領域および $1,700\text{ cm}^{-1}$ の吸収からテトロンの存在が考えられる。(2) 890 cm^{-1} 吸収からセルロースまたは二酢酸セルロースが考えられる。(3) $3,400\text{ cm}^{-1}$ 付近の OH 基吸収強度が小であり、かつ $1,750\text{ cm}^{-1}$ の $\text{C}=\text{O}$ 、 $1,380\text{ cm}^{-1}$ の $\text{C}-\text{CH}_3$ 吸収が

Fig. 8, Fig. 9. Infrared spectra of mixed fibers 50% : 50%.

あることから二酢酸セルロースが考えられる。

ビニロン+レーヨン (Fig. 9)

(1) $760\sim 880\text{ cm}^{-1}$ 領域吸収および $1,020\text{ cm}^{-1}$ 吸収からビニロン。(2) 890 cm^{-1} に吸収があるが $1,750\text{ cm}^{-1}$ に $\text{C}=\text{O}$ 吸収がないからレーヨンの存在が考えられる。

ビニロン+羊毛 (Fig. 9)

(1) $760\sim 880\text{ cm}^{-1}$ 領域吸収, $1,020\text{ cm}^{-1}$ ビニロン。(2) $3,080\text{ cm}^{-1}$ 付近吸収および $1,650\text{ cm}^{-1}$ 付近の吸収からポリアミド類が考えられたが $1,170\text{ cm}^{-1}$ の吸収がないから羊毛が考えられる。

6 ナイロン+羊毛 (Fig. 10)

(1) $3,080, 1,650\text{ cm}^{-1}$ 吸収からポリアミド類が考えられる。緒言にも述べたように、その成分の官能基が類似しているときには赤外線スペクトルの本質的な問題として、その識別が困難になる。 $1,170\text{ cm}^{-1}$ 吸収から6ナイロンが存在することはわかるが、羊毛の存在はスペクトルだけでは明瞭でない。この点は光学顕微鏡を併用すれば容易に解決できる。

6 ナイロン+レーヨン (Fig. 10)

(1) $3,080, 1,650\text{ cm}^{-1}$ 吸収からポリアミド類が考えられるが、 $1,170\text{ cm}^{-1}$ 吸収から6ナイロンであると考えられる。(2) 890 cm^{-1} に吸収を示し $1,750\text{ cm}^{-1}$ に $\text{C}=\text{O}$ 吸収を示さないことからレーヨンが考えられる。

6 ナイロン+テトロン (Fig. 10)

(1) $3,080, 1,650, 1,170, 970\text{ cm}^{-1}$ などの吸収から6ナイロン。(2) $850\sim 700\text{ cm}^{-1}$ 領域の吸収および約 $1,700\text{ cm}^{-1}$ 吸収からテトロンが考えられる。

羊毛+レーヨン (Fig. 11)

(1) $3,080, 1,650\text{ cm}^{-1}$ に吸収を示すが $3,080, 1,170\text{ cm}^{-1}$ 吸収が明瞭でないことから羊毛が考えられる。(2) 890 cm^{-1} に吸収があるが $1,750\text{ cm}^{-1}$ に $\text{C}=\text{O}$ 吸収がなく、かつ OH 基吸収強度が大であるからレーヨンが考えられる。

〔5〕 識別の実例

(a) 2成分混紡繊維について

以上行なった実験は典型的な例として2種類の試料を等量混合したものについてスペクトルを測定し各繊維の特徴ある吸収から識別を行なった。次に、実際の二成分混紡繊維について試みた一例を示す。試料は染色された布片（染料の付着量は微量なのでスペクトルにはほとんど影響がない）であるがスペクトルは Fig. 12 A に示すごとく、(1) $2,250\text{ cm}^{-1}$ に $\text{C}=\text{N}$ 吸収がある。これからアクリル繊維が混紡されることは明瞭である。(2) 890 cm^{-1} 吸収からセルロースまたは二酢酸セルロースが考えられた。しかし $3,400\text{ cm}^{-1}$ の OH 基吸収強度が強

Fig. 10, Fig. 11. Infrared spectra of mixed fibers (50% : 50%), polypropylene and KBr tablet.

Fig. 12. Infrared spectra of mixed fibers (commercial).

く、かつ $1,400 \sim 1,300 \text{ cm}^{-1}$ 付近の吸収が Fig. 5 の天然セルロースの吸収とよく一致し 650 cm^{-1} 付近の OH 面外変角振動らしい吸収も強い。従つて天然セルロースの存在が考えられた。(3) さらに $1,735 \text{ cm}^{-1}$ の C=O 吸収から国産アクリル繊維 A, B, C (Fig. 1) のどれかが考えられた。これらの区分については(註3), 第2節を参照されたい。この実験に用いた試料は実際には、木綿 75%, 国産アクリル繊維 C 社製品が 25% 混紡されたものであつた。その他、実用されている二成分系混紡繊維についてスペクトルを測定したが前述した典型的な研究によく一致した。

(b) 3 成分混紡繊維の研究

試料として黒色に染色された布片を用いた。Fig. 12 B にそのスペクトルを示す。(1) 同様に $2,250 \text{ cm}^{-1}$ の C≡N 吸収からアクリル繊維の存在がわかる。(2) $1,700 \sim 1,750 \text{ cm}^{-1}$ 領域に C=O 吸収がないので国産アクリル繊維 D 社製品 (Fig. 1) が考えられる。(3) $1,020, 760 \sim 880 \text{ cm}^{-1}$ 領域の吸収からビニロン。(4) 890 cm^{-1} に吸収を示し、さらに前述のように $1,750 \text{ cm}^{-1}$ に C=O の吸収を示さないからレーヨンが考えられた。実際には、レーヨン 45%, 国産アクリル繊維 D 社製品 30%, ビニロン 25% の混紡繊維であつた。

〔6〕 混紡率について

混紡率の定量はかなり検討を要する。しかし各々の繊維について適当な吸収帯があれば、それらの吸収強度比から混紡率の大体の目安をつけることができる。ここでは二成分系のテトロン—アクリル繊維 (A) の例を示す。 $D_{2250 \text{ cm}^{-1}}$ (アクリル繊維), $D_{870 \text{ cm}^{-1}}$ (テトロン) の吸収強度比と両者の混合率との関係を常法によつて求めた (KBr 錠剤法)。その結果を Fig. 13 に示す。もし適当な吸収帯がなければ溶解法その他の方法を用いる必要がある。なお、赤外による定量については三宅のアクリ

Fig. 13. Calibration line for mixed ratio of acrylic fiber (A) and Tetoron.

ル繊維共重合物の研究があるのでそれを参考にされるとよい。

〔7〕 その他の注意事項について

(註3を参照されたい)

註3

(1) 赤外線スペクトルを測定する場合は原則として油剤その他の付着物を除去した後に行なう必要がある。
(2) 前述の結果からもわかるようにアクリル繊維が混入した試料のスペクトルからだけではそのアクリル繊維が何の種類に属するのか明確に判断できない。この場合、試料がごく微量ですむので混紡繊維を顕微鏡下で選り分け、問題のアクリル繊維のみのスペクトルを測定することによつて何の種類に属するかを明確にすることができる。これは他の混紡繊維の場合でも同様である。(3) 混

紡繊維では、たて糸とよこ糸ではその組成が異なることがあるのでその場合はたて糸、よこ糸を別々に測定すればより容易に解析を行なうことができる。(4) 周知のように赤外線吸収スペクトルで結晶化度を測定するために結晶性バンドおよび非晶性バンドが用いられている。これらのバンドは試料の結晶性に従ってその吸収強度が変化するのでスペクトルを比較したり解読する場合には一応心得ておく必要がある。下記のものについては結晶性バンド、非晶性バンドが知られている。テトロン^{6,12~15)}、6 ナイロン^{16,17)}、セルロース^{18,19)}、ポリプロピレン²⁰⁾。(5) 最近、赤外顕微鏡が実用され単繊維でも容易にスペクトルの測定ができるようになった。著者らはレーヨン単繊維のスペクトルを測定し良好結果を得た(装置は日本分光工業製品を用いた)。

総 括

赤外線吸収スペクトル法を用い、数種の織物繊維の確認と混紡繊維組成の検出を行なった。織物繊維の確認は一般に簡単であり、かつ混紡繊維中の官能基の検出は特性吸収帯を用いることによつて容易にできた。この方法では試料の必要量は非常に少なくてすむ。しかし各繊維中に同一の官能基が存在するときは混紡繊維組成の検出は特性吸収帯が同様なので非常に困難になる。

混紡繊維のより完全な検出をするためには光学顕微鏡法、溶解法などの補助的な手段を用いるとより効果的にできる。

本研究にあたり実験試料の一部をいただいた三越本店商品試験室の島本七郎氏、加茂定吉氏および三菱レイヨン KK 高山雄二氏、倉敷レイヨン KK 平野豊氏に感謝の意を表する。

(この研究は昭和 35 年 5 月 14 日、東京化繊研究会で講演した。)

文 献

- 1) 祖父江、福原; 工化, 60, 88 (1957)

- 2) 三宅; 工化, 62, 1449 (1959)
- 3) 鎌田; 高分子材料試験法 I (高分子実験学講座 7) 267 (共立社)
- 4) S. Krimm, C. Y. Liang; *J. Polmer Sci.*, 22, 95 (1956)
- 5) T. Shimanouchi, S. Tsuchiya, S. Mizushima; *J. Chem. phys.*, 30, 1365 (1959)
- 6) A. Miyake; *J. Polymer Sci.*, 38, 479 (1959)
- 7) R. G. J. Miller, H. A. Willis; *J. Polymer Sci.*, 19, 485 (1956)
- 8) L. J. Bellamy, *The Infrared spectra of complex molecules*, 13 (1958)
- 9) A. Miyake; *J. Polymer Sci.*, 38, 497 (1959)
- 10) 田所; 高分子の固体構造 203 (高分子実験学講座 2) (共立社)
- 11) L. J. Bellamy; *The Infrared spectra of complex molecules*, 208 (1958)
- 12) M. Tsuboi; *J. Polymer Sci.*, 25, 159 (1957)
- 13) C. Y. Liang, R. H. Marchessault; *ibid.*, 39, 269 (1959)
- 14) R. H. Marchessault, C. Y. Liang; *ibid.*, 43, 71 (1960)
- 15) J. B. Nichols; *J. Applied phys.*, 25, 840 (1954)
- 16) W. H. Coffe. TV., R. L. Burton; *J. Polymer Sci.*, 10, 295 (1953)
- 17) A. B. Thompson, D. W. Woods; *Nature*, 176, 78 (1955)
- 18) I. Sandeman, A. Keller; *J. Polymer Sci.*, 19, 401 (1956)
- 19) 向山鋭次; 赤外ラマンスペクトル討論会 (1955 年 10 月)
- 20) F. H. Forziati, J. W. Rowen; *J. Res. Natl. Bur. Standards*, 46, 38 (1951)
- 21) R. T. O'Connor, E. F. Dupre, D. Mitcham; *Text. Res. J.*, 28, 382 (1958)
- 22) 祖父江、斎藤; 工化, 62, 137 (1959)

本論文投稿後、本研究に関係ある Wharton (*Am. Dye, Repr.*, 50, 515 (1961) および Cleverley (*J. Appl. Chem. Part*, 9, 344 (1961)) の文献をみたので付記する。