アルカリ セルローズ連続前熟機について

(昭和30年12月1日受理) 会 員 深谷直藏 力石進平*

〃 池本 澄 二宮 武

筧 忠正

→ 摘 要 ←

研 究 目 的

アルカリ セルローズの回分老成を連続化し、製造コストの低減、品質の安定、設備費の低廉を保証する装置の製作。

研 究 結 果

(1) 内部攪拌式多段円筒設備を製作したか、アルカリ セルローズの滞在時間の むら が多く、実用に適さなかった。

(2) 加熱、反応、冷却と3部に分割し、各部の反応に適した型式の装置を組合した結果、品質のすぐれたアルカリ セルローズの老成を行うことに成功した。

この型式は、構造簡単で、拡大化、計装化も頗る容易である。

1. 緒 言

ヒスコース繊維のコスト低下、品質の向上を目標として、各製造工程の連続化が行われ、その一部は、既に工業化されている。わが国においても、パルプ浸漬より粉碎工程まで、又紡糸工程等は、種々の研究の発表もあり、二、三の機械メーカーにより製作されている。しかしながら、粉碎工程につづく、アルカリ セルローズの老成(前熟)工程については、種々の試みが行われたけれども、いまだ満足すべき結果が発表されていない。われわれは、この工程の連続化による設備費、製造コスト低下を目標として種々研究の結果、二、三の設備改造を経た結果、品質的にも満足すべき連続装置を完成することかてきたか、その大要をここに報告する。

2. 従 来 の 研 究

回分(バッチ)式アルカリ セルローズ 前熟(以下単に前熟と称す)方法には、知られているように、老成缶(Aging Can)に入れ2昼夜老成室内で放置するか、ウェルナ型粉碎機、又はニータ内で40~45°C、4~6 hr 攪拌しながら行う二、三の方法がある。この回分式を連続化する試みは、戦時中主として、ドイツにおいて行われ、

(第1図a) コンベヤ式

(第1図b) ヒュートナ式

* On the Continuous Aging Apparatus of Alkali-Cellulose. 昭和30年5月17日第8回年次大会にて発表

** N. Fukaya, S. TIKARAISHI, K. IKEMOTO, Member. 三菱レイヨン(株)試験所

T. Ninomiya, T. Kakei, 三菱レイヨン(株)試験所

その結果は **P. B. Report** において報告されている¹⁾か、大別すれば次の3型式である。

- 1) コンヘア ハント式 第1図(a)に示す
- 2) 回転トラム式 ロータリキルンのことし
- 3) ヒュノトナ乾燥機式 第1図(b)に示す

これらは、いずれもアルカリ セルローズの充填率が低く、したかつて機械容量が大きくなり、また品質的にも色々の欠陥を藏するために、戦後わか国においては勿論、アメリカにおいても採用されていない。これらの不採用の理由は、次の条件を満足していないからである。

3 連続前熟装置の具備すべき条件

連続前熟装置の具備すべき条件とは、結局、良いヒスコースを安く作り得ることであるか、これを設備的な条件に分けて考えると

- 1) アルカリ セルローズの 温度管理の 容易にして正確なること (加熱, 保持, 冷却)
- 2) アルカリ セルローズの 機内滞在時間の バラツキの 少ないこと
- 3) 機械構造簡単にして補修容易なこと
- 4) 充填率高く機械容積の小さいこと
- 5) 拡大化の容易なこと

(第 1 表) アルカリセルローズ組成変化

老 成 前	Cell (%)	31.86	32.42	32.10	31.60	32.22	31.34	31.99	31.93
	NaOH(%)	15 33	15 32	15 25	15 29	15 11	15.28	15.17	15.25
老 成 後	Cell (%)	31 83	32 25	32 02	32.21	32 57	32 05	32 08	32 22
	NaOH(%)	15.32	15.29	15 12	15.25	15 25	15.13	15.32	15 33
1 hr 毎	Cell (%)	32 51	32 24						
	NaOH(%)	15.18	15.19						

しなけければならなかった。(第2図に装置外観図を示す)

筒の型式: 傾斜 4° 6 段 3 1 回転/min
充填率 25%
筒径 200 mm, 筒長 3 000 mm
最上段一加熱, 最下段一冷却用
滞在時間: 6 hr ± 30 min
標準偏差 σ=11.8 min

滞在 むら = $\frac{\text{滞在時間のバラツキの標準偏差 } \sigma}{\text{平均滞在時間 } \theta_m}$
 $= \frac{11.8}{360} \times 100 = 3.28\%$

アルカリ繊維素の組成を第1表に示す。たたしサンプルは 4 hr 毎に採取した平均値を示す。

平均重合度は老成前 $\bar{P}=700$ か老成後 2 hr 毎の試料は

- * 6) 計装化可能にして運転, 監視に人を要しないこと
 - 7) (品質的に) Na_2CO_3 の生成少く, セルローズの乾燥, ベタツキ等のないこと
- 等である。

4 実験結果とその考察

1) 横型攪拌羽根型式

横型円筒を若干傾斜を設けて数段重ね, 種々の攪拌翼を用いて実験を行ったか, 普通の回分式ともし品質のアルカリセルローズを得るためには, 充填率を20%以下に

(第2図) 連続老成装置 (旧型)

(第 2 表) 平均重合度変化

260	270	250	260	290	270	260	300
平 均 2 7 0							

第2表の値を示した。
得られた糸は, 糸質はあまり良好でなかったか, 紡糸状態は良好であった。

(第 3 表) 糸 質 表

織 度	乾 強 (g/den)	湿 強 (g/den)	乾 伸 (%)	湿 伸 (%)
2 08~ 2.28	2.24~ 2.44	1.32~ 1.54	14.8~ 16.7	19 9~ 24 1

これらの実験の結果, かかる型式の前熟装置は工業的に不満足であるので断念し, 改造型の製作に着手した。

2) 改 造 型

a) 装置型式

上述の実験結果より更に温度管理の向上、輸送時間のむらの減少、充填率の向上に主眼をおいて検討の結果、ほぼ満足できる連続前熱装置の製作に成功した。即ちすべての連続装置について云えることであるが、その反応を解析して単位操作の組合せに変え、できるだけ現象を簡単にする。即ち装置を3部分に分けて

1) アルカリ セルローズ加熱部

2) 反応部

3) アルカリ セルローズ冷却部

とし、アルカリ セルローズの加熱、冷却を可能な限り均一に行うことを目標として反応部と別構造とした。

加熱部と冷却部の大きさは、保持時間の関係で若干異なるが、構造は同じで、単一棒状翼に第3図に示す如き特別の取出部を設けることにより、攪拌（羽根）輸送（傾斜）取出し（取出装置）と3操作にした。

(第3図) 連続老成装置 (新型)

取出しはアルカリ セルローズの架橋性を利用して回転数と Linear の量を自由に調節し得る。また攪拌効果も良好で、輸送時間のむらも充填率を60~80%程度にまで増加しても前述の σ/θ_m は極めて小さい。

加熱部分の総括伝熱係数 $U = 30 \text{ Kcal/m}^2\text{hr}^\circ\text{C}$ であって、これにより装置の大きさが定まる。

実験装置の大きさ

処理能力、バルブ 100 kg/day

加熱冷却筒 3° 傾斜

加熱筒 長さ 1385

反応筒 400 $\phi \times (1650 + 300)$ } 全高 4000

冷却筒 長さ 2085

加熱筒 13.6 r.p.m.

冷却部 12 r.p.m.

電動機 (無段変速機付)

1 HP 1台, 1/2 HP 2台

冷却温度 (5°C ずつ下げる)

40°C, 35°C, 30°C

反応部はジャケット付堅型円筒で、下部に多数の平行な取出用羽根群を備え内部のアルカリ セルローズを重力により徐々に整然と落下せしめる構造である。(充填率80~90%)

これらの組合せにより第3章でのべた条件は、ほぼ満足されたが、その実験結果の一例を次のべる。

b) 実験結果とその考察

1) 滞在時間

赤色に着色したアルカリ セルローズを途中に挿入して 1 min 間毎に吐出されたアルカリの赤色着色度により滞在時間のバラツキを測定した。

平均滞在時間 予熱部 10 min

反応部 3 hr

冷却部 20 min

バラツキの標準偏差 $\sigma = 5 \text{ min}$

滞在むら $\frac{\sigma}{\theta_m} = \frac{5}{210} = 2.4\%$

2) 吐出量のむら

第4図に示す通り平均 150 g/min に対し $\pm 7\%$ の範囲内におさまっている。

(第4図) アルカリ繊維素吐出量

3) 温度むら

加熱部、冷却部においては殆んど差は認められないが、反応筒内の温度むらは第5図に示す通り発熱反応のために 1~2°C 位ずっている。したがって反応筒のジャケットは二分して上下に分離し、1~2°C の温度差をつければよいと思われる。

冷却部は先にのべた如く、アルカリ セルローズのベタツキを防ぐために、徐々に冷却しなければならない

(第4表) ビスコースの性質例

アルカリセルローズ (粉碎後)		ビスコース		粘度 (sec)	硫化度 [*]	副 反応 物	不溶解繊維				濾過率 (KW)	加熱部 温度 (°C)	反応部 温度 (°C)
Cell (%)	NaOH (%)	Cell (%)	NaOH (%)				球	棒	FG	G			
32.85	15.15	8.01	6.11	33	48	0.63	0	0	0	20	294	47	47
〃	〃	7.91	6.03	33	48	0.74	0	10	0	30	206	〃	〃
〃	〃	8.11	6.14	38	46	0.81	0	30	20	50	250	〃	45

* 硫化 17 hr 後に分析

(第5図) 繊維素温度分布

(第6図) アルカリ繊維素組成変化

い。このために 5°C の温度差をつけ、外套を三分割した。これは少ければ少い程、良いことは勿論である。

4) アルカリセルローズ組成の変化

処理中のアルカリセルローズ組成の変化は、殆んどなく(第6図)乾燥等ビスコースの性質に悪影響を及ぼすような現象は生じていない。

Na_2CO_3 の生成防止として充填率を高くし、出入口に回転バルブおよびアルセル層を設けて空気との接触を断つたため、反応前後の Na_2CO_3 生成量変化は

反応前 1.70~1.81%

反応後 1.75~1.78%

の分析値を得ており、有意差は認められない。

5) 平均重合度

粉碎後 600

前熱後 320~350

で異常はない。

6) ビスコースの性質

アルカリセルローズ 1 kg を小型ニーダで硫化、溶解したが、第4表に示す如く普通法で行ったものと変化しない。

5. 結 論

(1) アルカリセルローズの連続老成設備について、その構造と実験結果について若干のべたが、従来の設備の欠陥であった輸送時間のむら、すなわちアルカリセルローズの品質のフレを極度に減少することができた。

(2) その設備構造は反応を分解し、攪拌、輸送、加熱、冷却等单位装置に最適と思われるものを接続した型式とした。すなわち加熱、冷却には横型の攪拌筒を、反応部は堅型の円筒充填式とし、各部の取出しは特殊の構造とし、その回転数とアルセル輸送とが直線的関係を持つよう考慮した。

(3) かかる構造を有する設備はその簡単さのために拡大、計装化が容易であり製作費も低廉である。例えば製品 20 t/day の大きさとして

反応部 2 mφ×4 m

加熱部 巾 1 m×深 0.8 m×長 3.5 m

冷却部 巾 1.4 m×1.2 m×5 m

となり、従来の設備より遙かに小容量となる。

(4) 得られたアルカリセルローズの品質につき、実験結果の一例を示したが、常法(回分式)と何等遜色なく安定している。

文 献

- 1) B. I. O. S., No. 33, The German Rayon Industry during the Period, (1939-45)
- 2) 特許, 昭30-6095
- 3) 特許, 昭28-2810