

## 資材用新素材繊維の環境特性測定技術と製品化技術(第3報)

小祝 和彦\*

### 1. 緒言

前年度に引き続き、新素材繊維の環境特性の検討と新しい用途開発のためのデータ蓄積をはかり、測定技術及び製品化技術を確立するための研究を実施した。

今年度はポリフェニレンサルファイド繊維やアラミド繊維などについて、耐薬品性評価試験を実施した結果、ある特定の化学環境下ではあるが各新素材繊維の耐薬品性が明らかとなったので報告する。

### 2. 試料

- |                           |                          |
|---------------------------|--------------------------|
| 2.1 ポリフェニレンサルファイド(PPS)繊維  | 200 デニール/72 フィラメント(T社製)  |
| 2.2 パラ系芳香族ポリアミド(PPTA)繊維   | 400 デニール/267 フィラメント(D社製) |
| 2.3 メタ系芳香族ポリアミド(PMIA)繊維   | 200 デニール/100 フィラメント(D社製) |
| 2.4 ポリエーテルエーテルケトン(PEEK)繊維 | 200 デニール/48 フィラメント(T社製)  |

### 3. 試験

#### 3.1 耐薬品性

ある素材が実際に使用される場合、素材へ影響を与える化学的要因は、薬品種やその濃度、温度、時間及び素材への応力負荷の有無、またその種々の環境の時間的変動・変化など多くの因子が関与していると考えられる。今回実施した耐薬品性評価試験において、これら多くの因子すべてを扱うのは無理であること、また新素材が使用される環境は従来素材が耐えられないような厳しい条件が多いと予想されることなどから、代表的薬品の高濃度溶液に浸せきすることで、各素材の耐薬品性の傾向を把握することを目標に、次の方法により試験を行った。

各試料を、40%硫酸水溶液、36%塩酸水溶液、40%硝酸水溶液、40%水酸化ナトリウム水溶液、29%アンモニア水、99.5%エタノール溶液、及び20%塩化ナトリウム水溶液(試薬は特級、希釈・溶解には蒸留水を使用)に、それぞれ室温において一定時間(25時間及び100時間)浸せき後、よく洗浄・乾燥して重量測定、引張強さ及び伸び率試験、試料表面観察に供した。また一部試料については、赤外吸収スペクトルを測定した。

#### 3.2 引張強さ及び伸び率(引張強伸度)

引張試験機 UTM-500(東洋ボールドウィン)により標準状態において、つかみ間隔 100mm、引張速度 100mm/min で試験を行った。

---

\*繊維工業指導所編織部

### 3.3 走査電子顕微鏡(SEM)による試料表面観察

走査電子顕微鏡 MSM-102 (明石製作所)により,試料表面を観察・撮影(3000倍)した。

### 3.4 赤外吸収スペクトル測定

赤外分光光度計 FTIR-8100M (島津製作所)を用いて, KBr 拡散反射法により測定した。

## 4. 結果

### 4.1 PPS 繊維の耐薬品性

浸せきによる外観上の変化は,光沢のある白色繊維が硝酸 25 時間で薄い黄色に 100 時間で黄色に変色したが,他の溶液で変化は見られなかった。繊維表面を SEM で観察すると,元々は平滑な表面をしているのが,硝酸 100 時間浸せき試料では図 1 のように部分的に突起物が表面に生じた。

浸せきによる重量変化は硝酸 100 時間で 2.9%増加したが,他の溶液では 100 時間浸せき後も 1%以内の増減であった。

100 時間浸せき後の引張強何度を図 2 に示す。強度は硝酸により 74%と低下が生じたほかは,90%以上の保持率を示した。

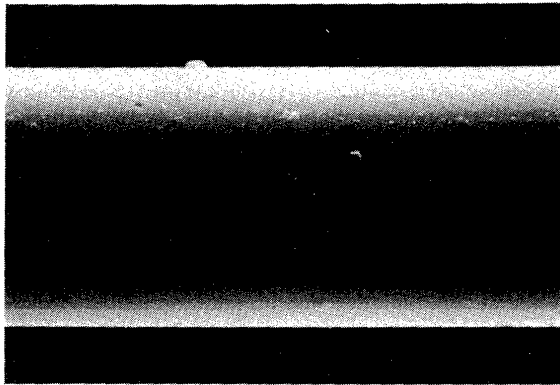


図 1 PPS 繊維の硝酸浸せき試料表面

このように硝酸の影響が特に認められたことからその原因解明を試みた。無処理試料及び 100 時間浸せき試料の赤外吸収スペクトルを図 3 に示す。せきに伴い 1050cm<sup>-1</sup> 近傍に新たなピークが現れ浸せき時間が 25 時間から 100 時間へと進むにつれてピーク強度も増加した。このピークがスルフォキサイド基の S-O 伸縮振動に起因する吸収と考えられることから,硝酸による影響は主に PPS 分子鎖のサルファイド部分が酸化されスルフォキサイドに変化したことが原因で現れたと考えられる。

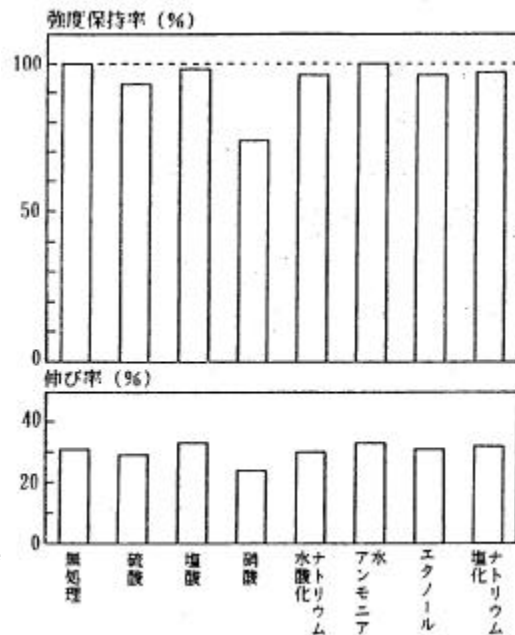


図 2 PPS 繊維の引張強伸度

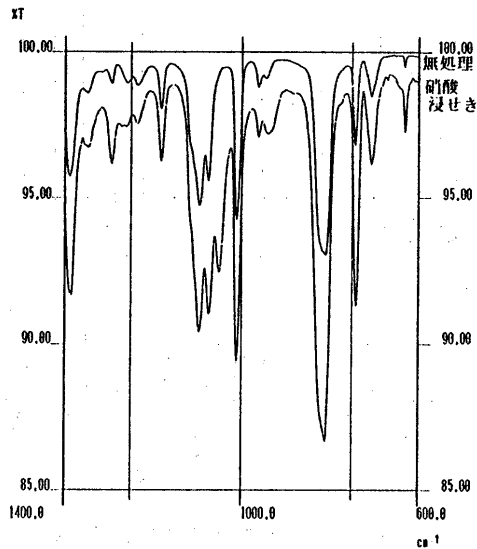


図3 PPS 繊維の赤外吸収スペクトル

4.2 P・PTA 繊維の耐薬品性

浸せきによる外観上の変化は、黄色繊維が硫酸及び塩酸で薄黄色に、硝酸では25時間で金色に100時間で濃金色に変色した。繊維表面をSEMで観察すると、元々はほぼ平滑な表面をしているが、塩酸100時間浸せき試料では少ないが表面に点状の突起物が見られるようになり、また硝酸100時間浸せき試料でも図4のように表面に点状の突起物が見られ、薬品が繊維表面の形状に影響を与えることが明らかになった

浸せきによる重量変化は、全ての溶液で100時間浸せき後1~3%の増減があった。

100時間浸せき後の引張強伸度を図5に示す。

水酸化ナトリウム、アンモニア水、エタノール、塩化ナトリウムでは90%以上の強度保持率を示したが、硫酸・塩酸・硝酸では強度低下が生じ、とくに塩酸・硝酸で大きな低下を示した。

PPTA は他の新素材に比較して吸湿性が大きいことなどから、分子構造的に化学的環境の影響を受けやすいと考えられる。

また PPTA の特徴の一つであった耐切削性も、硝酸浸せき試料ではかなり失われた。

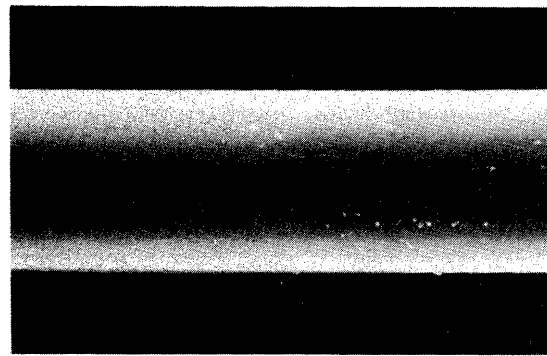


図4 PPTA 繊維の硝酸浸せき試料表面

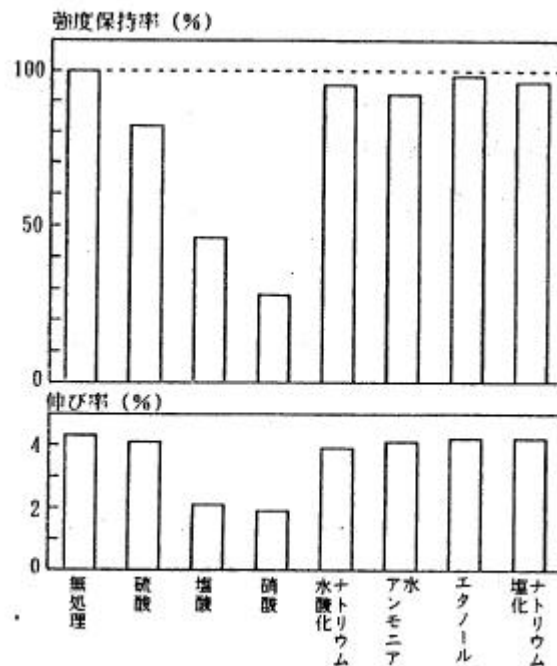


図5 PPTA 繊維の引張強伸度

#### 4.3 PMIA 繊維の耐薬品性

浸せきによる外観上の変化は、白色繊維が塩酸 100 時間によりわずかに黄ばみ、硝酸 25 時間で鶯色に 100 時間で黒色(濃緑色)に変色した。

浸せきによる重量変化を図 6 に示す。PMIA は塩酸・硝酸では大きな重量増加を示したが、他の溶液ではほとんど影響を受けなかった。

100 時間浸せき後の引張強伸度を図 7 に示す。強度保持率も外観変化や重量変化と同様の影響を受け、塩酸・硝酸で低下を示したが、他の溶液では良好な保持性を示した。

同じアラミドではあるが、バラ系の PPTA よりもメタ系の PMIA の方が、耐薬品性に関しては優れた特性を示した。

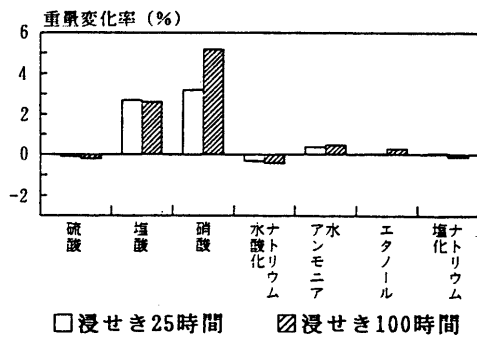


図 6 PMIA 繊維の薬品浸せきに伴う重量変化

#### 4.4 PEEK 繊維の耐薬品性

浸せきによる外観上の変化は、余り光沢の無い白色繊維が硝酸 100 時間でごく薄いクリーム色に少し変わったが、他の溶液での変化は無かった。

浸せきによる重量変化は、いづれの溶液に 100 時間浸せきしても 1%以下のごく小さな変化で、溶液の影響はほとんど認められなかった。

100 時間浸せき後の引張強伸度を図 8 に示す。浸せきによる試料重量変化に薬品の影響がほとんど現れなかったと同様に、強度もすべての溶液に対し 90%以上の優れた保持性を示した。

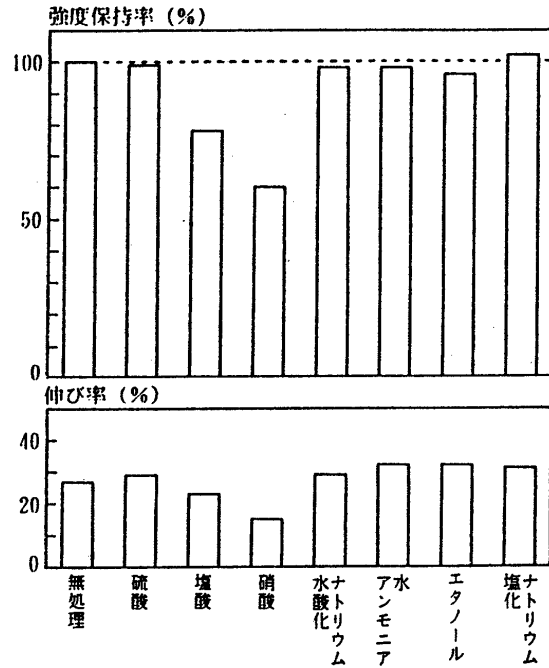


図 7 PMIA 繊維の引張強伸度

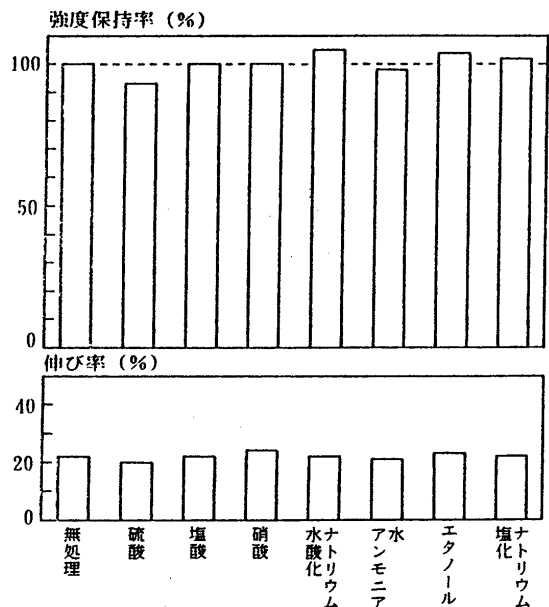


図 8 PEEK 繊維の引張強伸度

## 5. 結 言

今回の耐薬品性評価試験を通して、特定の化学環境下ではあるが、次のことが明らかとなった。

(1) PPS 繊維は、硝酸には比較的弱い<sup>1)</sup>が、他の薬品には良好な耐性を持つ。これより熱可塑性高分子としては良好な耐熱性<sup>1)</sup>と耐薬品性を持つ優れた素朴であることがわかった。なお硝酸による PPS への影響は、主にサルファイド部分の酸化が原因で生じたと考えられる。

(2) PPTA 繊維は、硫酸・塩酸・硝酸の強酸類には弱い<sup>1)</sup>が、他の薬品には比較的良好な耐性を持つ。これより PPTA 繊維は、基本的に強酸類の環境下でなければ、大変優れた特性である高強度りを保持できることがわかった。

(3) PMIA 繊維は、塩酸・硝酸には比較的弱い<sup>1)</sup>が、他の薬品には良好な耐性を持つ。アラミドとしてはバラ系の PPTA よりも、全般に優れた耐薬品性を示した。これはメタ系アラミドが化学的により安定な構造であるためと考えられる。これより PMIA 繊維は、大変優れた耐熱性<sup>2)</sup>と比較的良好な耐薬品性を持つ素材であることがわかった。

(4) PEEK 繊維は、一般合成繊維なみの強伸度特性<sup>3)</sup>と熱可塑性高分子としては PPS よりも更に優れた耐熱性<sup>3)</sup>を示すと同時に、新素材の中でも優れた耐薬品性を持つことがわかった。この良好な耐薬品性は、PEEK の特異な分子構造による優れた化学的安定性に起因するものと考えられる。さらに今回の評価試験結果から、溶液に試料を浸せきして試料の色調変化を観察することや、手で試料を引張って強さをみる簡単な試験が、素材の大まかな耐薬品性を知る方法として比較的有効であることがわかったので、企業等において素材選択をするときの簡易試験として利用可能と考えられる。

また薬品浸せきに伴う重量変化が 1%以上あった場合、PPTA 繊維に若干の例外はあったが、ほとんどの場合その試料の強度保持率にも 10%以上の低下が生じたことから、重量変化 1%を耐薬品性の目安にすることも、一つの方法と考えられる。

素材の長期耐薬品性を評価する場合、実際に使用される期間と同じ時間試験することが一番望ましいが現実的には難しいので、加速評価試験として試験溶液の高濃度化も一つの方法と考えられるが、今後更に検討が必要である。

今回の各素材の耐薬品性評価結果を、今までにわかった環境特性とともに、新素材の特性を最大限に活かした、例えば特殊フィルタ-などの製品開発をするためのデータとして役立てて頂きたい。

最後に、研究を進めるにあたり御指導をいただいた群馬大学工学部生物化学工学科、新井幸三教授(茨城県客員研究員)に深く感謝致します。

### 参考文献

- 1) 小祝,他;茨城県工業技術センター-研究報告, P29, (1990)
- 2) 小祝,他;茨城県工業技術センター研究報告, P59, (1991)
- 3) 小祝,他;平成元年度技術指導施設費補助事業第2回成果普及講習会資料, (1992)