

羊毛繊維の化学的特性評価と高品質化に関する指導

鈴木 雅子* 磯 智昭*

鈴木 信雄*

1. はじめに

快適な睡眠環境を求め寝具への価値観が高まり、羊毛メ、とんの需要が増加している。これに伴い、羊毛ふとんに係わる諸々の技術相談が増加してきた。

一般に繊維製品には、多種多様の加工剤が用いられ、製品の性能に重要な役割を果たしている。したがって、製品開発や品質管理等、製品の性能を評価・解析する上で、組成分析は極めて重要である。

組成分析は成分をそれぞれ分離・精製し、FX, UV, GC, LC, FTIR, MS, NMR・・・等、複数の分析機器と分析条件を駆使し、得られたデータを基準物質のデータベースと対比したり、さまざまなデータ処理を加える等の手順で行われる。このため、多大な費用と時間、労力を必要とするが、分析の多様化、高度化に加えて、試料の微量化や迅速化の使命をもおびている。

このような状況のなかで、分析機器としては、比較的簡単な装置といわれる熱分解装置-ガスクロマトグラフ(Py-GC)にフーリエ変換赤外分光光度計(FTIR)、質量分析計(MS)を接続した GCMS-FTIR 分析システムの活用を検討し、これまで困難かつ長時間を要した分析の一助にしたいと考えている。さらに今後、業界が新たな展開を図るためにも、慢性的な問題点の解決が重要であり、的確な分析法の確立がその糸口になると考えられる。

今回、本システム中の機器の活用法について検討を行ったなかで、FTIR と Py-GCMS による測定例を報告する。

2. GCMS-FTIR 分析システムの概要

本システムは、GCMS(島津製作所, GCMS-QP2000A 型), FTIR(同, FTIR-8100M 型), Py-GC (日本分析工業(株), JHP-3 型-島津製作所, GC14A 型), データ処理装置から構成されている。それぞれ単独、または組み合わせて複合機器として使用可能である。

通常、約 300 ℃までで気化する試料は GC で成分分離し、気化しにくいものは Py により予め低分子に分解し、気化させてから GC に導入する。さらに、分離成分を MS や FTIR で定性、GC 内蔵の検出器や MS で定量測定し、データ処理装置において種々のデータ処理、解析を行う。

3. 測定例

3.1 羊毛ふとん測地から吹き出した物質の定性

羊毛ふとんにおいて慢性的に出るクレームの一つに、メ、とん側地の布目から内容物が吹き出し

*繊維工業指導所技術指導部

てくるという現象がある。測地の織り密度によって、中のわたそのもの、細かい繊維屑、加工樹脂が繊維から脱落したもの、使用中にたまったほこり、あるいはそれらの混合物等が吹き出すと考えられる。

ここでは、FTIR 測定により、簡単に主成分の定性ができた例を報告する。

(1) 試料

試料 A: X 社製造の羊毛メ、とんから吹き出した白色粉末状物質を採集したもの

試料 B: 洗浄済み未処理の羊毛わたを、はさみで切り刻み粉末状にしたもの

(2) FTIR による測定

試料をそれぞれ KBr で希釈し、拡散反射法により分解肯 E4cm⁻¹ で赤外吸収スペクトルを測定した。

で得たスペクトルをクベルカームンク (K-M) 変換により、透過法制定で得られるスペクトルに近似させる補正処理をした。

試料 A から試料 B のスペクトルを差し引くダイナミック差スペクトル処理を行った。

(3) 結果

赤外吸収スペクトルを K-M 変換した結果を、図 1、図 2 に示す。試料 A は試料 B とは、明らかに異なる形状のスペクトルを示しているため、少なくとも主成分は、羊毛繊維ではないと判断できる。

試料 A の顕微鏡観察により、極少量の羊毛繊維物質を確認したので、試料 A のスペクトルより試料 B のスペクトルを差し引くことで、主成分単体に近いスペクトルが得られるダイナミック差スペクトル処理を行った結果が図 3 である。これは、アクリル酸エステル系樹脂であると同定できた 1)。

また、図 1、図 3 を比べるとスペクトルの形状自体はそれほど変化していないことから、試料 A は、アクリル酸エステル系樹脂が主成分で、羊毛繊維はわずかしが含まれていないと考えられる。

したがって、試料 A は、製造過程で羊毛わたに加工されたアクリル酸エステル系樹脂が、繊維より脱落して、側地の布目から吹き出したものと推定した。

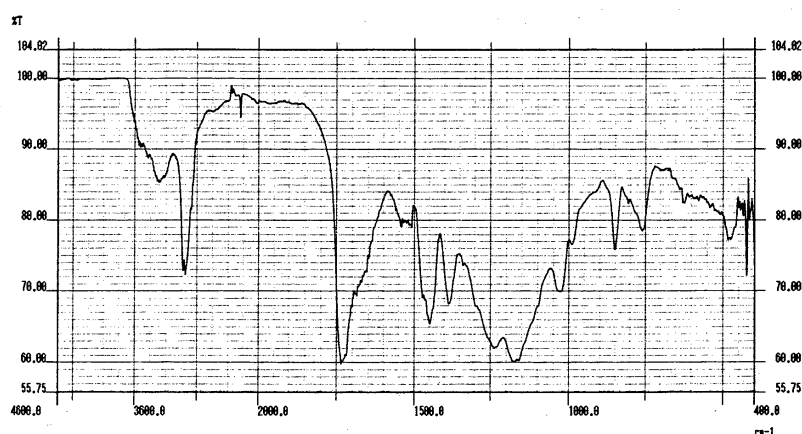


図 1 試料 A の赤外吸収スペクトル

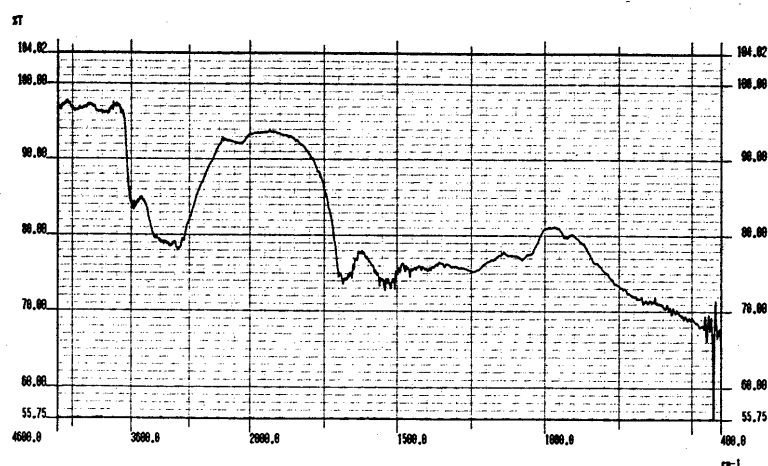


図2 試料Bの赤外吸収スペクトル

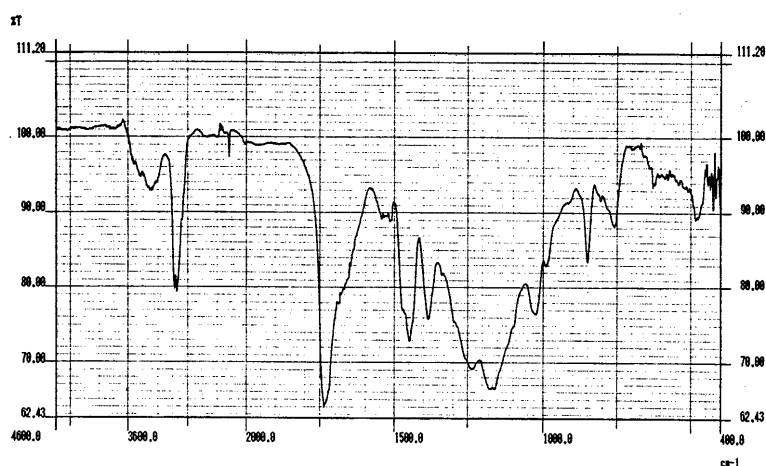


図3 ダイナミック差スペクトル(試料A－試料B)

3.2 ふとんわた加工用樹脂のPy-GCMS 測定

3.1 の事例のように、一度繊維に加工された樹脂が、製品から脱落する原因としてさまざまな要因が推定できるが、その一つとして、樹脂加工時の乾燥温度が考えられる。乾燥温度と樹脂脱落との関連を探るための予備試験として、温度を変えて乾燥させた樹脂について Py-GCMS 測定を行った。

(1) 試料

Y工場で使用している2種のアクリル酸エステル系樹脂液を、実際に即した割合で混合した水溶液を、シャーレに同量ずつ採り、100t と 150t に調節した乾燥器中で、2時間乾燥させたものをそれぞれ試料C、試料Dとした。

(2) Py-GCMS 測定

試料をそれぞれ 1.9kg 採取し,Py 用パイロヒールに包み,下記測定条件により, Py-GCMS 測定を行った。

【測定条件】 ・ Pyrolysis Temp. : 590 *5sec. ・ Oven Temp. : 280
 ・ Needle Temp. : 280 ・ Injection Temp. : 280
 ・ Column:CBJ1,0.25mm*30m ・ ColumnTemp.:40 (hold 5min.)
 -280 ,8 /min.
 ・ Anal.Time:50min ・ Scan Number:3000 (1scan/sec.)

(3) 結果

試料 C と試料 D の Py-GCMS 測定で得られたイオンクロマトグラム(m/z 40~930)を,図 4-1,図 4 -2 に示す。両者は, ScanNo.2000 ぐらいまではほぼ同一形状とみられるが,これ以降では全く異なるクロマトグラムである。

ScanNo.2000 から ScanNo.3000 までを拡大したイオンクロマトグラムを図 5-1,図 5-2 に示す。ScanNo.2200 以後をみると,試料 C ではピークが殆ど無くなっているが,試料 D には,はっきりした 6 個のピークが確認できる。これより,同一条件の熱分解により,100 ℃の乾燥では生成しないものが 150℃の乾燥では生成した可能性があり,両者には多少の構造的相違があったとも考えられる。また,本測定に用いた樹脂は,自己架橋性を有し,水分を乾燥させる過程で,分子間架橋がおこりポリマーをつくる性質があることから,架橋度の違いが示唆される。しかしそれらについては,後半部分のピークについてのマススペクトルパターンの詳しい解析や,GC 分離成分についての定量的測定等,今後の検討が必要とされる。

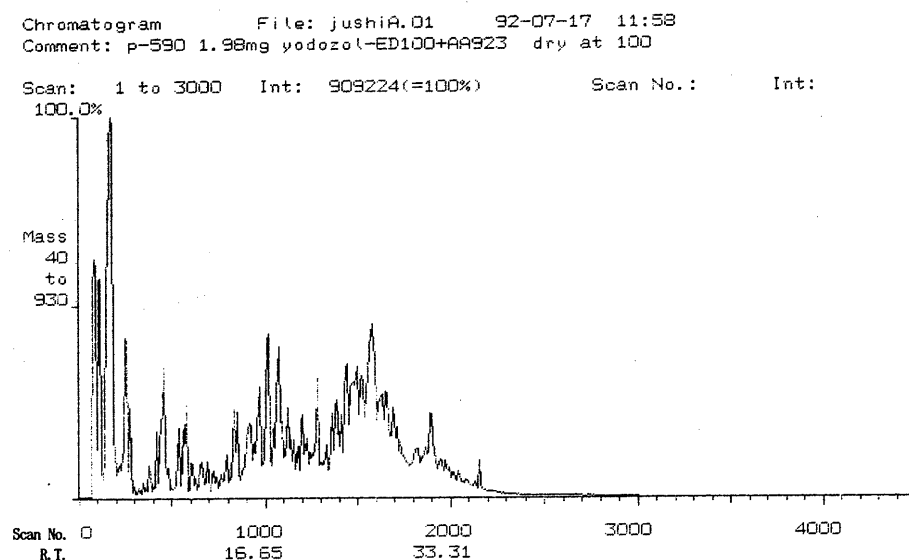


図 4-1 試料 C のマルチイオンクロマトグラム

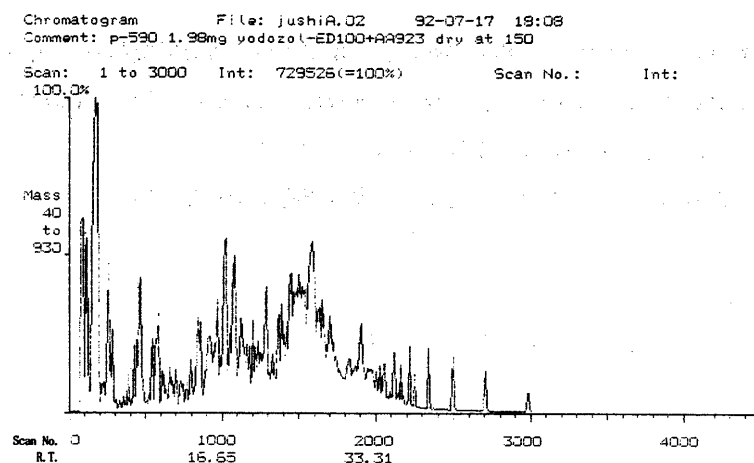


図 4-2 試料 D のマルチイオンクロマトグラム

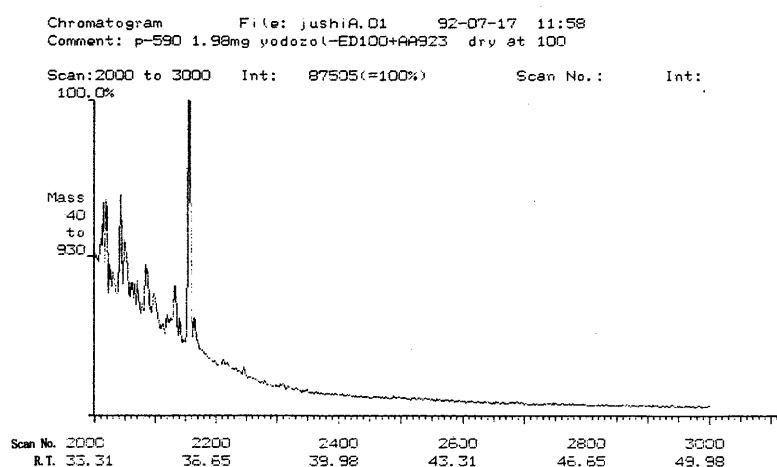


図 5 -1 ScanNo.2000 ~ 3000 における試料 C のマルチイオンクロマトグラム

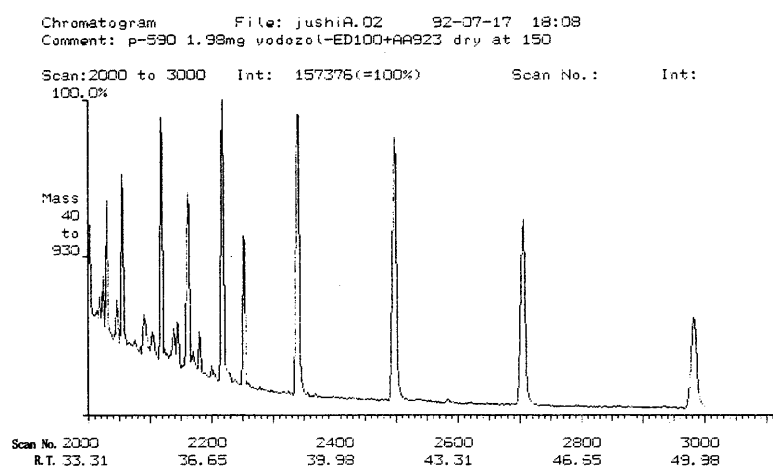


図 5 -2 ScanNo.2000 ~ 3000 における試料 D のマルチイオンクロマトグラム

4. おわりに

以上,寝具製造業界での化学的分析業務の必要性和,現状における分析機器の活用法の一例を報告した。実験室用汎用機器でそのまま即座に,現場での要求に合った分析を行うのは困難なことが多いが,分析手法によっては,かなりの利活用が期待できると考えている。

今後も,本システムの活用については検討を重ね,業界キ旨専に役立てたい。

参考文献

- 1) JIS L 1041-¹⁹⁸³ 樹脂加工織物及び織物の試験方法 P16