

真空紫外光照射による羊毛繊維の濃染化

村井美保^{*1}、杉本貴紀^{*2}、山本周治^{*1}

Dyeability on Wool Fabrics Treated with Vacuum Ultra Violet

Miho MURAI^{*1}, Takanori SUGIMOTO^{*2} and Shuji YAMAMOTO^{*1}

Owari Textile Research Center, AITEC^{*1*2}

真空紫外光を利用した低環境負荷プロセスによる毛織物の濃染化について検討した。染色工程の前処理として真空紫外光を照射することで、羊毛の繊維表面を改質し、染料の吸収を高めることにより濃色化を行った。その結果、真空紫外光処理により、羊毛繊維の表面に著しい親水性を付与することができた。また、織物の風合いを損なうことなく、濃染化のための最適処理条件を見出した。染色時間及び温度についても短縮（低温化）できることを確認し、新規加工方法の濃染化への有効性を確認した。

1. はじめに

近年、地球環境保護意識の高まりから、環境に配慮した製品づくりが求められている。繊維業界も例外ではなく、中でも、染色加工における工程は、大量の水やエネルギー、薬品等を使用するため、その環境負荷が問題視されている。また、近隣アジア諸国からの輸入製品や従来製品との差別化を図るため、付加価値の高い新規加工方法の開発が望まれている。そうした中で、水や薬品を使用しない、廃液処理も必要のない乾式プロセスによる加工技術に注目が集まっている。

その一つとして、真空紫外光（以下 VUV と記す）による表面処理がある。紫外線は、波長が可視光より短く、X線より長い 10～400nm の不可視光である。特に、紫外線の中で最も波長の短い 10～200nm 付近の領域を VUV と呼んでいる。VUV は、様々な分子結合を解離可能な高いエネルギーを持っているため、半導体等のエレクトロニクス分野を始めとする幅広い産業分野で利用され、液晶パネルのガラス基板の洗浄や濡れ性向上等の表面改質に実用化されている^{1,2)}。

繊維分野でも、従来より低温プラズマやコロナ放電を利用した加工技術について研究されている。しかし、バッチ処理であるため生産性が低く、真空排気が必要であるため、水分含有量の多い天然繊維は、風合いが悪化する等問題から、実用化の例は少ない。

これに対して、VUV は、大気圧下での処理が可能であり、光による化学反応であるため、均一性も高い。また、可視光や赤外光が比較的少ないので、熱の発生が抑えられ、低温で処理できる。従って、繊維の損傷も少なく、

織物本来の風合いの保持が期待できる。

ここでは、VUV を羊毛繊維に照射することにより、繊維表面を改質し、その効果について検討するとともに、染色性を向上させることを試みた。

2. 実験方法

2.1 使用試料

実験用羊毛布帛は、ウールトロピカルを用いた。織物規格は以下のとおり。

使用糸：経緯 梳毛糸 2/60

密度：たて 274 本/10cm

よこ 228 本/10cm

目付：180g/m²

2.2 真空紫外光（VUV）照射

羊毛布帛への VUV 照射には、キセノンエキシマランプ（Model: MEBF-380BQ、波長 172nm、光強度 50mW/cm² 以上（メーカー公称値）、（株）エム・ディ・エキシマ製）を搭載した VUV 照射装置³⁾（（株）エヌ工房製）を用いた。

試料を載せたステージをランプ下部で往復移動させ、一定時間ランプを点灯することにより試料に VUV を照射した。照射距離は 1mm とした。

2.3 染色条件

染料および助剤は、市販の酸性染料および試薬、染色機は、ミニカラー（（株）テクサム技研製）およびカラーペット（日本染色機械（株）製）を使用した。

基本の染色条件としては、染料濃度 1%o.w.f.、浴比 1:40、昇温条件 40℃で 10 分間保持後、100℃まで 2℃/分で昇温した。その後、100℃で 30 分間保持した。

*1 尾張繊維技術センター 加工技術室（現機能加工室）

*2 尾張繊維技術センター 加工技術室（現基盤技術部）

2.4 水滴接触角

接触角測定装置（DropMaster-501 協和界面科学（株））により、水滴落下 5 秒後の接触角を測定した。水滴落下量は $4\mu\text{l}$ とした。

2.4 表面観察

羊毛繊維の表面観察は、走査型電子顕微鏡（JSM-T330 日本電子（株））を用いて、加速電圧 5kV、測定倍率 3000 倍で行った。

2.5 曲げ特性

曲げ剛性の測定には、KES-F システム（カトーテック（株））を使用し、曲げ剛性（B）および（2HB）を測定した。

2.6 白色度

分光測色計（CM3600d コニカミノルタセンシング（株））により、羊毛布帛の白色度を測定した。白色度は JIS L 0803 の WI で示した。

2.7 染色性

分光測色計により、K/S 及び色差（ ΔE_{ab} ）を測定した。K/S は 400~700nm の波長領域を測定し、最大吸収波の値を用いた。

2.8 染料吸尽率

染液の吸光度（Abs）を分光測色計により測定し、染料吸尽率を求めた。吸光度は最大吸収波長の値を用いた。

$$\Delta X = (X_1 - X_2) / X_1 \times 100$$

ΔX : 染料吸尽率 (%)

X_1 : 染色前の吸光度

X_2 : 染色後の吸光度

2.9 耐光堅ろう度

染色後の羊毛布帛の耐光堅ろう度は、JIS L 0842 第 3 露光法により、4 級照射試験を行った。

3. 実験結果及び考察

3.1 VUV 処理条件の検討

羊毛繊維の表面を改質するための VUV の照射時間及び照射速度について検討した。

まず始めに、試料をランプ下で停止した状態で、親水化にかかる処理時間を検討した。その結果、未処理布の水滴接触角は 140° であったが、2 分間 VUV を照射することで水滴接触角が 0° になり、繊維表面が親水化された。

次に、試料を一定速度で動かしながら照射した時の親水効果について検討した。その結果を図 1 に示す。試料を停止状態で照射した場合よりも親水効果を得るには時間がかかることがわかった。水滴接触角が 0° になるには $3.6\text{cm/min} \times 20$ 分以上の処理が必要であった。

従って、以後、VUV 処理条件は、照射速度 3.6cm/min 、

照射時間 20 分として染色性の検討を進めることとした。

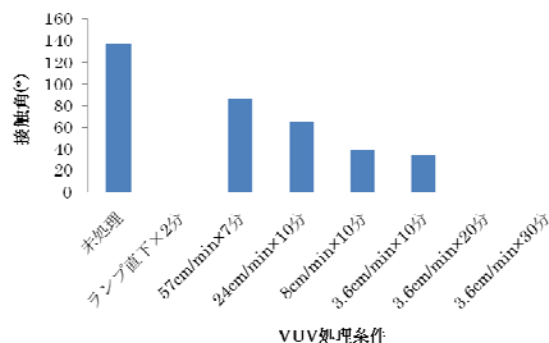


図 1 VUV 処理条件と水滴接触角

3.2 処理布の特性評価

VUV 処理により得られた親水効果の経時変化について検討した。処理布帛の水滴接触角を VUV 照射直後から 30 日後まで測定した。VUV 処理は、照射時間 2 分で行った。その結果を図 2 に示す。照射直後 0° であった接触角は時間の経過に従い大きくなっていき、親水効果は次第に低下していく。照射後 1 週間で水滴接触角が最も大きく変化し、その後、ほぼ一定となるが、未処理の値までは戻らなかった。この結果から、VUV 照射後 1 週間以内に染色することが望ましいと考えられる。

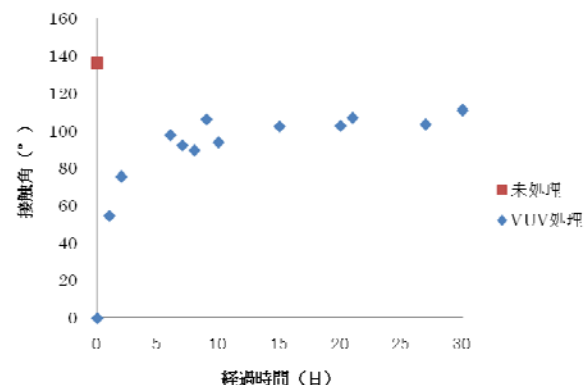


図 2 VUV 処理による親水効果の経時変化

VUV 処理後の羊毛繊維表面の SEM 写真を図 3 に示す。VUV 処理は、照射速度および照射時間 $3.6\text{cm/min} \times 20$ 分とランプ下で停止したまま 15 分間照射の 2 条件で行った。未処理繊維の表面は平滑であるが、VUV 照射により、繊維表面に細かな凹凸が現れ、表面形状が変化しているのが観察された。b) では、繊維表面の部分的に凹凸が見える程度であるが、c) では、スケール全体に小さな穴が開いたように、表面が激しく荒れている様子が観察された。この結果から、処理条件によっては、エッチング効果もあることが確認できた。一方で、繊維の強

度低下などの物性変化による損傷も懸念される。

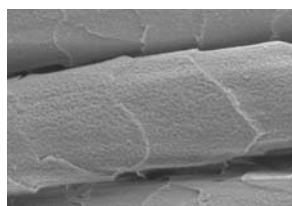
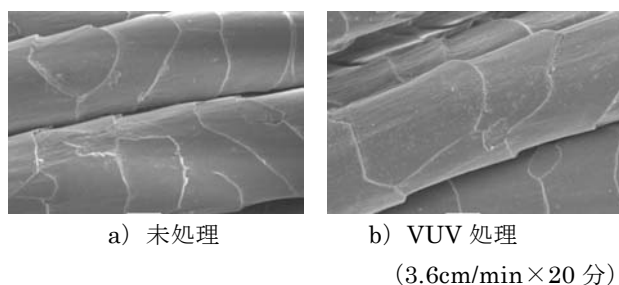


図3 SEM 写真

曲げ剛性の測定結果を図4に示す。VUV 処理の照射速度 3.6cm/min で行った。その結果、処理時間が 30 分になると未処理に比べて 2HB の値が増加し、曲げに対する回復性が低下していることがわかった。

JIS L 0803 により WI を測定した。その結果を図5に示す。VUV 処理により、羊毛繊維の白度は一時的に向上するが、一定の処理条件（時間及び速度）を超えると低下することが確認できた。今回検討した処理条件では、照射距離 1mm、3.6cm/min×30 分でも未処理布と同等の値であった。

3.3 VUV 照射による濃染効果

VUV 処理した試料を酸性ミーリング染料 (KNM Blue GW)、酸性ハーフミーリング染料 (Kayacyl Blue HRL)、酸性レベリング染料 (KN Blue N2G)、酸性含金染料 (KK Grey BL 167) を用いて染色した。

染色布の K/S および ΔE_{ab} を測定した結果を図6、表1に示す。染料により濃色効果に差が見られるが、最も変化の大きかったミーリング染料で 24%程度、未処理試料に比べて K/S 値が増加した。また、色差 ΔE_{ab} はミーリング>レベリング>含金>ハーフミーリングの順に大きな差が得られた。いずれの染料も目視で色の差が認められるとされる $\Delta E_{ab}=0.5$ 以上であった。

未処理布と VUV 処理布の染色開始時から終了時までの各染料の吸尽率を測定した。その結果を図7に示す。いずれの染料でも初期段階（染色開始から 40 分間）での吸尽率に差が見られ、VUV 処理により染料の吸収速度が速くなることがわかった。

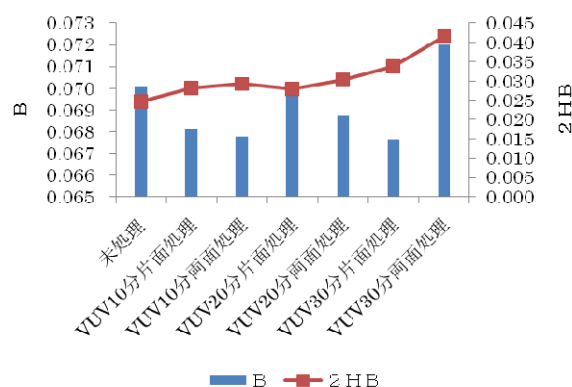


図4 VUV 照射による曲げ剛性の変化

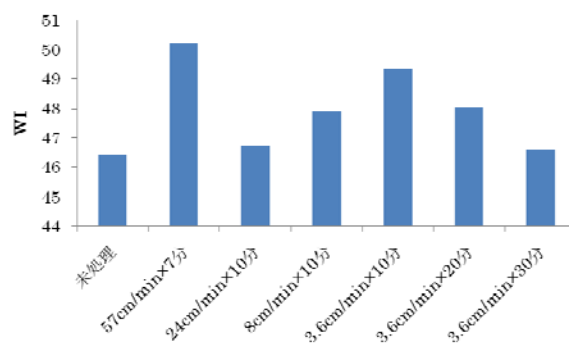


図5 VUV 照射による羊毛繊維の黄変

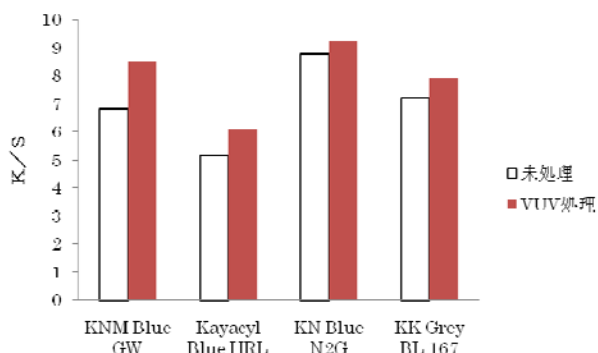


図6 VUV 処理による濃染効果

表1 未処理布と VUV 処理布の色差

試 料	ΔE_{ab}
KNM Blue GW	2.46
Kayacyl Blue HRL	2.57
KN Blue N2G	0.99
KK Grey BL 167	1.36

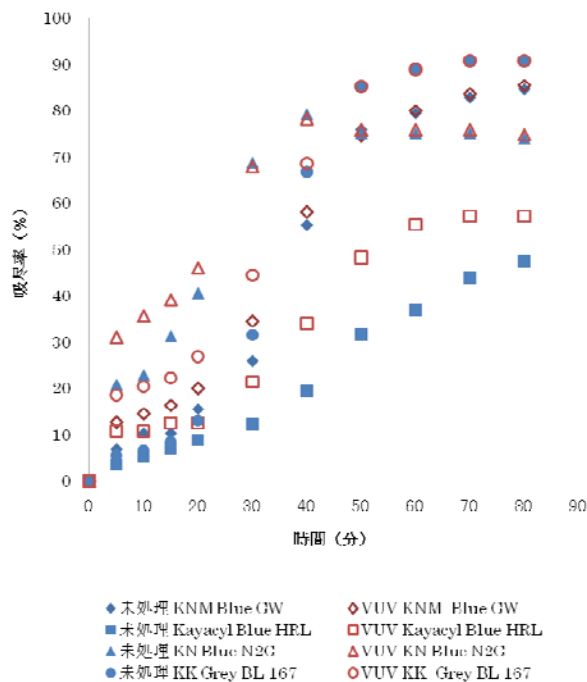


図7 VUV 処理布の染料吸尽率

VUV 処理が染色条件へ及ぼす影響について検討するため、染色温度および染色時間を変えて染色した羊毛布帛の K/S を測定した。その結果を図 8 に示す。染色温度が高いほど K/S 値は大きくなり、未処理布との差も大きくなる。また、染色時間は長いほど K/S 値が大きくなり、100℃×60 分で未処理布に対して K/S 値が 30%以上増加した。

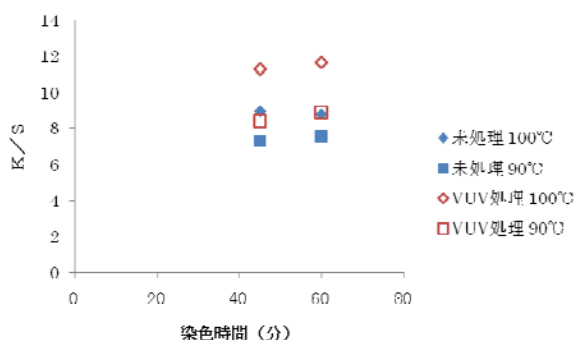


図8 VUV 照射による染色条件への影響

VUV 照射による羊毛繊維の黄変が染色に与える影響が懸念されるが、未処理布と処理布の染色後の Lab 値を比較してみると、照射距離 1mm、36cm/分×20 分の処理条件では黄変による変色の影響はないものと考えられる (図 9)。

また、紫外線照射による堅ろう度の低下が懸念されるため、処理布帛の耐光堅ろう度試験を行った。その結果、

ほとんどの染料が未処理試料と比較して遜色なく、同等の性能が認められた。この結果から、今回検討した処理条件では、VUV 照射による影響はないものと考えられる。

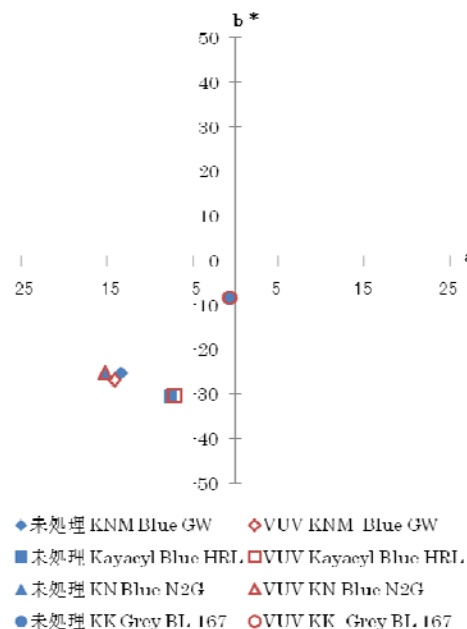


図9 VUV 照射による色相への影響
(染色条件：100℃×30 分)

4. 結び

VUV を羊毛布帛に照射して、繊維表面を改質し、濃染化する方法について検討した。VUV 照射により、羊毛の繊維表面に著しい親水性を付与できること、また、エッチング効果が得られることを確認した。そして、染色工程の前処理として羊毛布帛に VUV を照射することで濃染化することができた。また、濃染化のための最適な前処理条件を見出し、100℃×60 分で染色することにより、K/S 値を未処理布の 30%以上アップさせることができた。この研究成果により、染料や樹脂などの薬剤を大量に使用する従来の染色加工技術に置き換わるドライプロセスによる環境にやさしい染色加工技術として、VUV の有効性を確認することができた。

文献

- 1) 加工技術研究会：コンバーティング・テクノロジー便覧 747
- 2) 光行陽一郎：エム・ディ・エキシマの新しいエキシマ UV ランプ
- 3) 特許開 2000-282240