

3. 化 学 部

3.1 グラフト加工糸の迅速定量について

間世田春作, 仁科勝海

Rapid Compositional Analysis of Grafted Silk by FT-IR

Shunsaku MASEDA and Katsumi NISHINA

絹の改質加工としてグラフト重合が行われている。グラフト加工糸の定性、定量分析法としては、これまで溶解法が中心で、他に熱分解がスクロマトグラフ法や比重法についても報告がある。

しかしながら、操作法の複雑さや時間がかかるなどの問題点もある。そこで今回、赤外分光光度計を利用する迅速な分析法について検討した。グラフト剤として2-ヒドロキシエチルメタアクリレートやメタアクリルアミドを用いたグラフト重合糸を試験したところ、定性及び定量分析ともに良好な結果が得られた。

1. はじめに

絹の増量や改質加工を目的として、近年グラフト加工が行われてきている。そのグラフト剤も多種にわたり、品質表示上の問題からグラフト加工絹糸分析技術の確立が望まれてきた。

そのため、繊維連合部の絹に関する技術研究会でこの問題が取り上げられ、昭和57年より全国23関係試験場参加のもとに（当場も参加）4回にわたって研究、検討がなされ、その結果がまとめられた。

しかし従来の化学分析（溶解法）による定量法（グラフト率）は多くの時間を要し、また熟練も要求される上に成果報告の中では溶解時の絹成分の未溶解や乾燥時の水分除去率の差によるデータのバラツキが見られたことも指摘されている。¹⁾

そこで今回、この検討会の標準試料を使って赤外分光光度法による、グラフト加工絹糸の定性・定量分析を試み、その可能性を検討したので報告する。

2. 実験方法

2.1 試料及びグラフト剤

繊維連合部の絹に関する研究会で検討した標準試料（グラフト加工糸）11種類について試験を行った。

なお、グラフト剤はグラフト率の異なる2-ヒドロキシエチルメタアクリレート（HEMA）及びメタアクリルアミド（MAA）で検討した。

2.2 試料の調整

KBr400mgと試料4mgを混合粉砕し、直径10mmの錠剤を成形した。

2.3 実験方法

定性分析は、試料と未加工絹糸の差スペクトルで確認した。定量法についてはニピーク法により行い、濃度は研究会の表示値を用いてその相関を求めた。なおFT-IRの走査回数は120回で行った。

2.4 使用機器

フーリエ変換赤外分光光度計

（FT-IR-3型、日本分光工業KK）

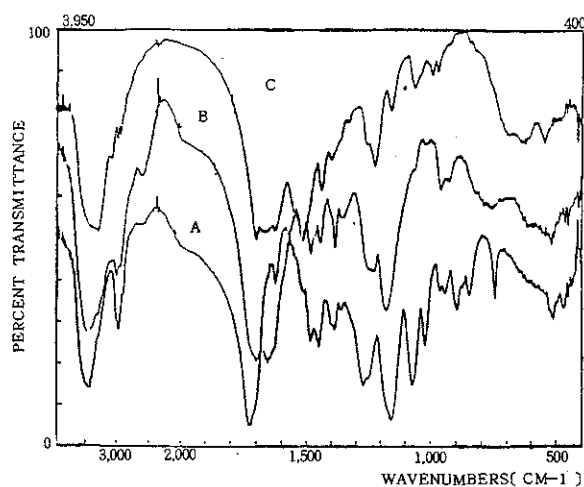


図 1. HEMA, MAA 及び絹糸の赤外吸収スペクトル
A: HEMA, B: MAA, C: 絹糸 (未加工)

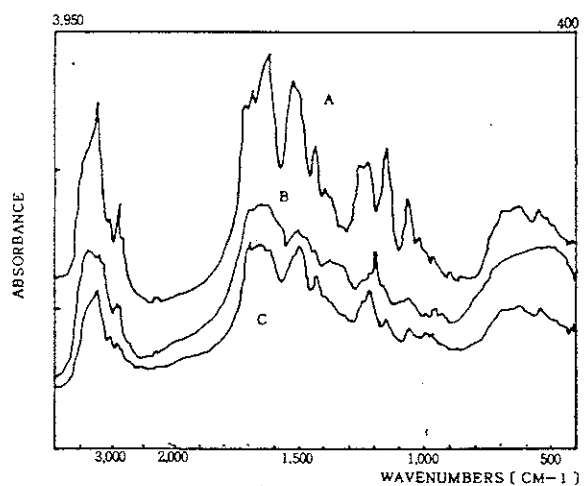


図 2. グラフト加工糸及び絹糸の赤外吸収スペクトル
A: HEMA + 絹糸, B: MAA + 絹糸, C: 絹糸

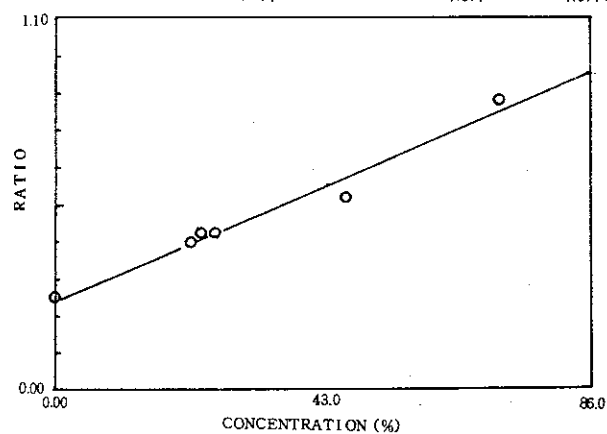


図 3. 濃度とピーク比の相関 (HEMA)

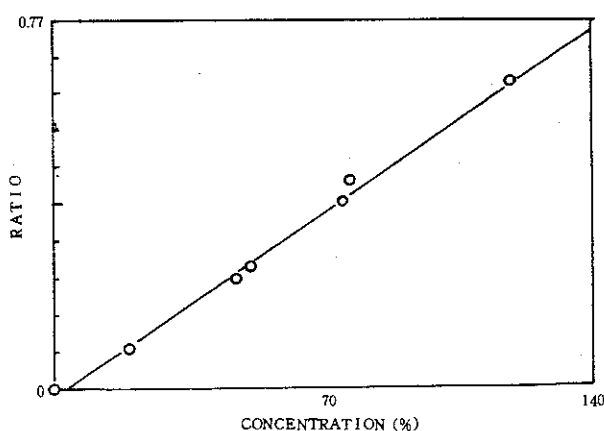


図 4. 濃度とピーク比の相関 (MAA)

3. 結果及び考察

図1にHEMA, MAA及び絹糸単体の吸収スペクトルを, 図2にグラフト加工糸と絹糸の吸光度表示による吸収スペクトルを示した。

図3にHEMA, 図4にMAAの濃度とピーク比の相関を示した。

なおHEMAについては $1,073\text{ cm}^{-1}$ と $1,532\text{ cm}^{-1}$ のピーク比, MAAについては $1,204\text{ cm}^{-1}$ と $1,655\text{ cm}^{-1}$ のピーク比をとった。

HEMA及びMAAの回帰直線はそれぞれ

$$Y = 6.91 \times 10^{-3} X + 0.30 \quad (r = 0.955)$$

$$Y = 5.36 \times 10^{-3} X - 0.01 \quad (r = 0.997)$$

であり, ピーク比と濃度との間に良好な相関が認められた。

このことよりグラフト剤の定量分析に本方法が充分適用できることがわかった。

4. 終わりに

今回, 赤外分光光度法によるグラフト加工絹糸中のグラフト剤の定性及びグラフト率の定量法について検討し, 良好な結果を得た。また, 分析時間も一試料につき約30分と大幅な時間短縮が可能となった。

さらに今後, 試料数を増加して詳細な検討を続ける予定である。

参考文献

- 1) 絹に関する技術研究会「グラフト加工の分析法について(1986)」