

## 研究論文

## ポリエステル織物の防炎加工における環境負荷低減技術の開発

小林孝行\*<sup>1</sup>、行木啓記\*<sup>1</sup>、石川和昌\*<sup>2</sup>

## Development of Technologies for Environmental Load Reduction in the Flame Retardant Treatment of Polyester Textiles

Takayuki KOBAYASHI\*<sup>1</sup>, Hirofumi NAMEKI\*<sup>1</sup> and Kazumasa ISHIKAWA\*<sup>2</sup>Mikawa Textile Research Center\*<sup>1</sup>\*<sup>2</sup>

臭素系防炎剤のポリエステル織物への吸尽性向上を目的に、染色防炎加工の前処理としてアルカリ減量加工あるいはオゾン処理をポリエステル織物に対し行った。前処理を行った試料に対し、染色防炎加工を行い、吸尽率、及び防炎性能を評価した。防炎剤の吸尽率は、染色防炎加工後の残液中の臭素濃度を蛍光 X 線で測定し算出した。その結果、アルカリ減量加工、及びオゾン処理ともに防炎剤の吸尽率の向上が確認された。一方、防炎性能については、オゾン処理では低下傾向が見られた。これはオゾンによるポリエステルの劣化による低分子化が原因と考えられた。アルカリ減量加工では処理時間が増すにつれて上昇する傾向が見られた。

## 1. はじめに

近年、安全・安心に対する意識が高まる中で、自動車やインテリア業界においても、ポリエステル織物を中心とした繊維製品への防炎性能の付与が求められている。繊維製品の染色防炎加工の課題として防炎剤の吸尽率の向上が挙げられる<sup>1)</sup>。繊維製品の後加工で一般的に用いられる臭素系防炎剤は使用量の約 3 割が排水処理へ流れてしまう。防炎剤の繊維への吸尽率を向上させることは、薬剤のコストの低減や、排水負荷の減少、さらには、環境負荷の低減につながると考えられる。

三河繊維技術センターでは、これまで、微小気泡オゾンによる繊維の表面改質について検討し、芳香族を有する繊維に対し、表面積向上や染料の吸尽性の高い層の形成について報告してきた<sup>2)</sup>。表面積の向上や吸尽性の高い層の存在は、染色防炎加工した際の防炎剤の繊維への吸尽率向上につながると期待される。今回、オゾン処理あるいは表面積向上が期待できるアルカリ減量加工をポリエステル織物に前処理として施すことにより、ポリエステル織物への防炎剤の吸尽率の向上を検討した。

## 2. 実験方法

## 2.1 試料

試料にはカチオン可染ポリエステル(CDP)を 30%含む精練加工済みインテリア用途のポリエステルジャカード織物を用いた。

また、染色防炎加工用分散染料には、紀和化学工業

(株)製 KIWALON POLYESTER RED EKW を用いた。防炎剤には、丸菱油化工業(株)製ノンネン CLB-10 を用いた。アルカリ減量加工用助剤にはセンカ(株)製ア克蘭 KRS-2 を用いた。

## 2.2 前処理

## 2.2.1 アルカリ減量加工

アルカリ減量加工は(株)テクサム技研製ミニカラー染色試験機を使用し、次の条件で行った。浴比 1:10、水酸化ナトリウム濃度 2g/L、ア克蘭 KRS-2 濃度 1g/L、処理温度 100℃、処理時間 30 分、又は 60 分。

## 2.2.2 オゾン処理

オゾン処理は既報に従って行った<sup>2)</sup>。なお、オゾン濃度は 50mg/L とし、オゾンガス吹き込み量は 500mL/分とした。また、処理温度は 20℃から 30℃の範囲とし、処理時間は 2 時間、又は 4 時間で行った。

## 2.3 染色防炎加工

染色防炎加工は次の条件で行った。浴比 1:10、染料濃度 0.1%o.w.f.、防炎剤濃度 10%o.w.f. から 14%o.w.f.、酢酸濃度 1g/L、分散剤濃度 2g/L、処理温度 130℃、処理時間 1 時間。

## 2.4 評価

## 2.4.1 引張試験

前処理前後のポリエステル織物の引張強さを測定した。試験方法は JIS L 1096 A 法(ラベルドストリップ法)にて行った。

## 2.4.2 繊維への防炎剤吸尽性評価

\*<sup>1</sup> 三河繊維技術センター 産業資材開発室 \*<sup>2</sup> 三河繊維技術センター 産業資材開発室 (現尾張繊維技術センター機能加工室)

消炎剤の吸尽性を評価するため、(株)島津製作所製蛍光 X 線分析装置 EDX-900HS を用いて、染色消炎加工後の残液中の臭素量を測定した。液中の臭素量の指標として  $K\alpha$  線の強度を用いた。液体用試料カップ中に測定液を 2mL 採取し、蛍光 X 線分析測定に供した。染色消炎加工原液の臭素量から加工後の残液の臭素量を差し引き、それを染色消炎加工原液の臭素量で除したものに 100 を乗じたものを吸尽率(%)とした。また、吸尽率に添加した消炎剤濃度(%o.w.f.) を乗じたものを、吸着した消炎剤量とした。

2.4.3 燃焼性評価

燃焼性は JIS L 1091 D 法(接炎試験)にて評価した。ただし、評価方向はポリエステル織物のたて方向のみとし、試験前の前処理はなしとした。

3. 実験結果及び考察

3.1 アルカリ減量加工

3.1.1 アルカリ減量加工が物性に及ぼす影響

図 1 にアルカリ減量加工の処理時間と質量残存率、及び引張強さの関係を示す。処理時間が長くなるにつれて質量の減少及び引張強さの低下が確認された。一般的にインテリア用途では 200N 以上であることが望まれるが、今回の処理時間範囲ではたて、よこ方向ともこの条件を満たしていた。また、アルカリ減量加工前後で混用率を解じよ法により測定したところ、未処理布ではレギュラーポリエステル 70%、CDP30%であったのに対し、60分の加工後はそれぞれ 76%と 24%であった。CDP がより影響を受けていることが確認された。試験布帛で CDP はよこ糸のみに使用されているが、引張強さのたて方向、よこ方向に大きな差は見られなかった。

図 2 に CDP のアルカリ減量加工前、及び 60 分処理後の走査型電子顕微鏡(SEM)写真を示す。アルカリ減量加工 60 分処理により表面に凹凸が付与されていることを確認した。データは示さないが、レギュラーポリエステルにおいても同様に繊維表面に凹凸が見られた。

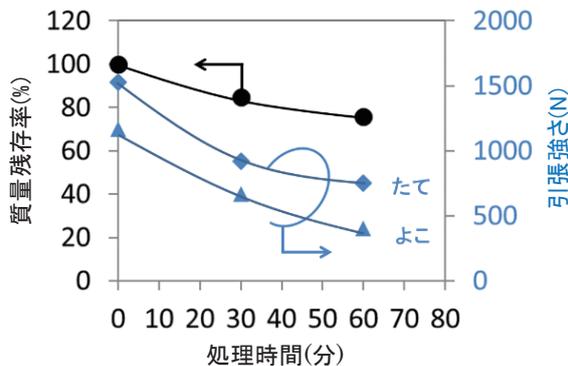


図 1 アルカリ減量加工と質量残存率、引張強さの関係

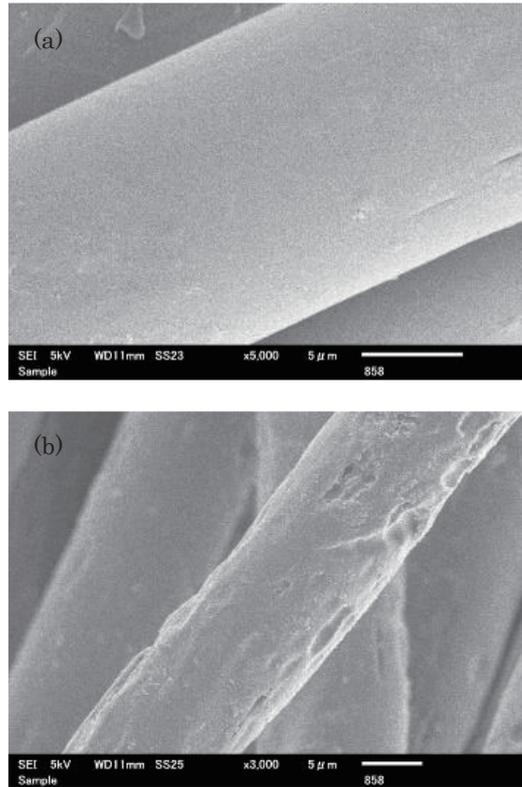


図 2 加工前(a)、及び後(b)の CDP の SEM 写真

3.1.2 アルカリ減量加工が消炎剤吸尽性に及ぼす影響

図 3 にアルカリ減量加工が消炎剤吸着量に及ぼす影響を示す。加工液の消炎剤濃度が高いほど繊維に吸着する消炎剤量が多いことがわかる。また、質量残存率が低くなるに従って、吸着量が向上した。これは、アルカリ減量加工により、繊維表面に凹凸が付与され、消炎剤が繊維に吸尽、又は吸着されやすくなったためと考えられる。

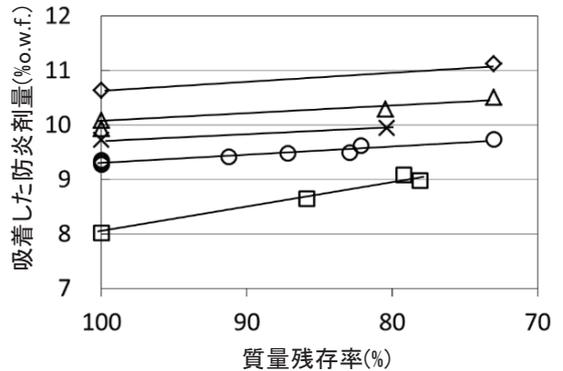


図 3 質量残存率と吸着した消炎剤量の関係  
凡例 ◇消炎剤濃度 14.0%o.w.f.、  
△13.0%o.w.f.、×12.5%o.w.f.、  
○12.0%o.w.f.、□10.0%o.w.f.

3.1.3 アルカリ減量加工が燃焼性に及ぼす影響

図 4 にアルカリ減量加工、及び消炎剤濃度が燃焼性に

及ぼす影響を示す。防炎剤濃度が高くなるにつれて平均接炎回数は増える傾向が見られた。アルカリ減量加工未処理の防炎剤濃度 12%o.w.f.、及び 13%o.w.f.において接炎回数 2 回以下が見られた。この値では防炎性能評価において、不合格となるため未処理の防炎剤濃度 13%o.w.f.以下では防炎剤量が足りないと考えられる。アルカリ減量加工により、ばらつきはあるものの平均接炎回数の上昇傾向が見られた。図 3 の結果と合わせると、アルカリ減量加工により、ポリエステル織物に吸着した防炎剤量が増えた効果と考えられる。

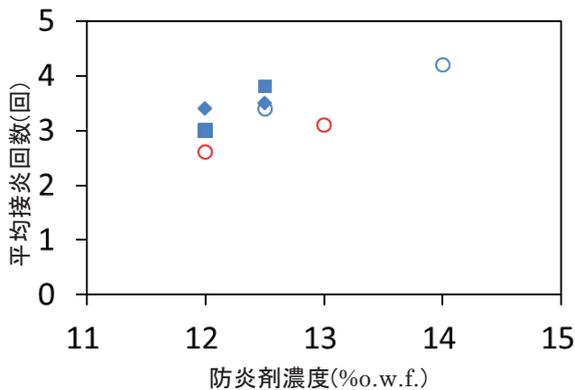


図 4 アルカリ減量加工、及び防炎剤濃度が燃焼性に及ぼす影響  
凡例 ○未処理、○未処理(接炎回数 2 出現)、■処理 30 分、◆処理 60 分

### 3.2 オゾン処理

#### 3.2.1 オゾン処理が物性に及ぼす影響

図 5 にオゾン処理時間が質量残存率、及び引張強さに及ぼす影響を示す。オゾン処理では、アルカリ減量加工で見られた試料の質量変化は見られなかった。一方で、たて、よこ方向ともに処理時間が長くなるにつれて引張強さの低下が見られた。このことからオゾンによるポリエステル繊維の酸化は進んでいることが推測される。よって、ポリエステル表面が劣化し、その劣化層が表面に堆積していると考えられる。

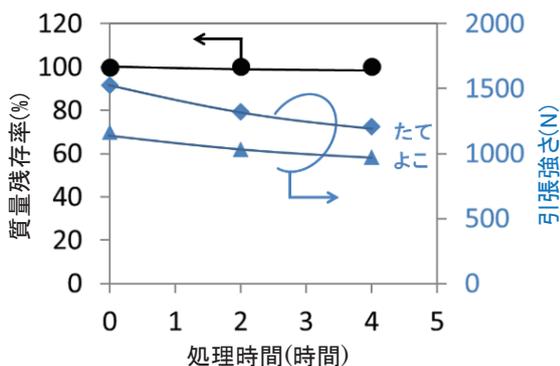


図 5 オゾン処理と質量残存率、引張強さの関係

#### 3.2.2 オゾン処理が吸尽率に及ぼす影響

図 6 にオゾン処理が防炎剤吸着量に及ぼす影響を示す。処理時間につれて繊維への防炎剤の吸着量の増加が確認された。オゾン処理により形成されると考えられる劣化層に防炎剤が吸着したためと考えられる。

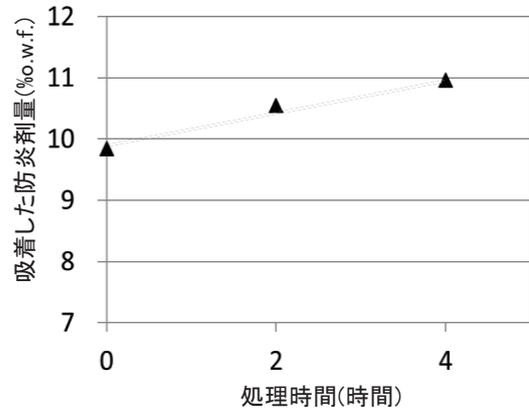


図 6 質量残存率と吸着した防炎剤量の関係  
防炎剤濃度 13%o.w.f.

#### 3.2.3 オゾン処理が燃焼性に及ぼす影響

図 7 にオゾン処理、及び防炎剤濃度が燃焼性に及ぼす影響を示す。オゾン処理 2 時間では防炎剤吸着量は向上したが(図 6)、平均接炎回数では未処理のものと同じで接炎回数 2 回以下が見られた。オゾン処理 4 時間では平均接炎回数が上昇し、接炎回数 2 回以下も見られなかった。オゾン処理 2 時間では劣化層ではポリエステルの低分子化が起きており、その低分子成分が燃えやすくなる原因となったと推測される。4 時間においては防炎剤の吸着量が 2 時間に比べ高くなったため、平均接炎回数が上昇したのと考えられる。

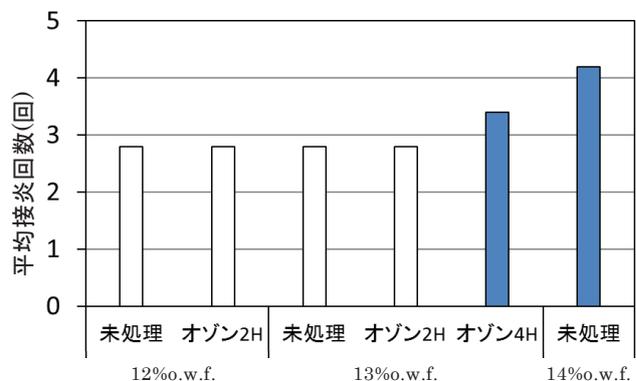


図 7 オゾン処理強度、及び防炎剤濃度が燃焼性に及ぼす影響  
凡例 □接炎回数 2 回以下あり  
■接炎回数 3 以上

#### 4. 結び

- (1) アルカリ減量加工、又はオゾン処理により、ポリエステル織物の防炎剤吸尽性能が向上した。
- (2) アルカリ減量加工、及びオゾン処理ともにポリエステル織物の強度低下を引き起こすものの、インテリア製品としての品質基準は満たしていた。
- (3) オゾン処理の 2 時間処理では吸着した防炎剤が増したにもかかわらず、防炎性能の低下が見られた。
- (4) アルカリ減量加工では、吸着した防炎剤量が増すにつれて、接炎回数の上昇傾向が見られた。

#### 謝辞

本研究を進めるにあたり、防炎剤、及び試験試料の提供、並びに貴重なご議論を頂いた艶栄工業株式会社福井広光様に厚くお礼申し上げます。

#### 文献

- 1) 久保川博夫: 日本化学会誌, **9**, 626(1997)
- 2) 小林孝行, 平石直子, 金山賢治, 吉村裕: あいち産業科学技術総合センター研究報告, **1**, 118(2012)