

## 研究論文

## 無機・有機繊維複合化不織布の機能性発現に関する研究

山田卓司\*1、浅野春香\*2、近藤温子\*2

## Research on Functionality Appearance of Nonwoven Fabrics Made from Inorganic and Organic Fiber Mixture

Takuji YAMADA\*1, Haruka ASANO\*2, Atsuko KONDO\*2

Mikawa Textile Research Center, AITEC \*1\*2

無機繊維と有機繊維を混合することにより、複合化不織布を作製した。作製した不織布を用いて、難燃性能評価を行った。有機繊維にウールを用いて炭素繊維を50%混合させることにより、難燃規格UL94-V0を達成することができた。さらに、炭素繊維に触媒を担持させて有機化合物の分解除去性能を調べたところ、トルエンを90%以上分解除去することができた。この結果、分解除去フィルターとしての機能性を発現することができた。

## 1. はじめに

現在、産業資材として使われている不織布は製造が容易な有機繊維不織布が汎用的に用いられているが、難燃性などの機能性に関して課題が多いのが現状である。これに対して、難燃性や高強度を有する無機繊維を用いた不織布は高機能である反面、製造が困難な不織布である。

そこで有機繊維と無機繊維を複合化させた不織布を開発した。具体的には有機繊維の持つ不織布製造の簡便さを利用し、無機・有機繊維の混合不織布を製造した。また、耐炎性に優れた不織布資材及び無機繊維に金属触媒を担持させて分解機能を有するフィルターとしての展開を図るために下記の項目について検討した。

## 2. 実験方法

## 2.1 試料

試料の原材料として有機繊維には汎用的に用いられているポリエステル繊維(織度:3d、繊維長:51mm)、無機繊維にはピッチ系炭素繊維(繊維長:51mm)を用いることとした。また、有機繊維単独の不織布との性能比較のため、製造条件を可能な限り同等とし不織布を作製した。不織布作製にあたっては、カード機(京和機械製作所 サンプルローラーカード)及びニードルパンチ機(大和機工 NL-380)を用いた。製造条件を表1に示す。

表1 不織布製造条件

単位面積あたりの質量(目付)[g/m <sup>2</sup> ]	200
ニードルパンチ機による針密度[本/m <sup>2</sup> ]	64
針深度[mm]	10

## 2.2 複合化不織布の基本特性評価

作製した不織布に関して基本的な物性値を把握するために、引張強さおよび通気性試験(JIS L 1913 一般短繊維不織布試験方法)を行った。また、電子顕微鏡により繊維の損傷状態を観察した。

## 2.3 燃焼性評価

不織布の燃焼性を調べるために、水平型燃焼試験(FMVSS No.302 燃焼試験)、LOI試験(JIS L 1091 E法)、垂直型燃焼試験(UL 94 V試験)を行った。

## 2.4 無機繊維への触媒担持手法の開発

無機繊維に触媒を担持させることによる、不織布の機能性付与技術について検討した。白金触媒が本研究のターゲットでは期待できるため白金を用いることとした。

触媒の担持方法については、蒸発乾固法および、水素還元により担持させた。蒸発乾固法はヘキサクロロ白金(IV)酸六水和物を約10倍希釈したものを炭素繊維に含浸させ、105℃により熱風乾燥し乾固させた。さらに水素ガスを流しながら300℃で2時間放置し白金塩を還元させ、炭素繊維上に金属白金を担持させた。触媒の担持状態については、電子顕微鏡(日本電子 JSM-5310LV)、蛍光X線分析(島津 EDX-900HS 以下 EDX)、広角X線回折(リガク RINT2000 以下 XRD)により解析した。

## 2.5 除去性能評価

## 2.5.1 液相におけるホルマリン除去性能評価

触媒担持した炭素繊維の液相における性能評価についてホルマリンをターゲットとした評価試験を行った。ターゲットには水に溶けやすく身近な有害物質としてはホルムアルデヒドがあげられるため、ホルマリンを用いる

\*1 三河繊維技術センター 開発技術室(現加工技術室)

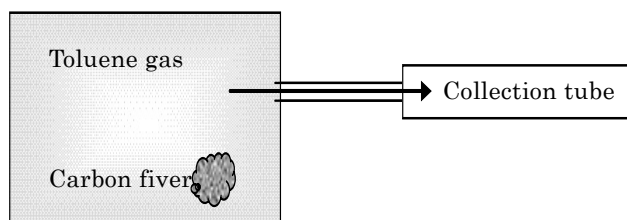
\*2 三河繊維技術センター 開発技術室

こととした。

試験方法としては、0.02vol%のホルマリン液にそれぞれ触媒担持繊維と未担持繊維 0.03g を 1 時間および 6 時間浸漬させた後、波長 410nm の吸光度を測定することによりホルマリン濃度を算出した。吸光度測定には紫外分光光度計（日立 U-2000）を用いた。

### 2.5.2 気相におけるトルエン除去性能評価

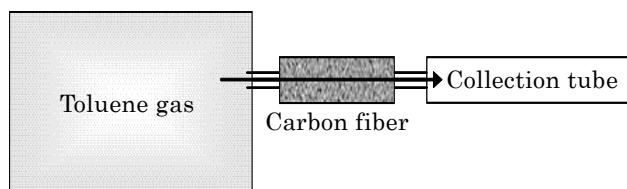
気相では、トルエンをターゲットとして除去性能を評価した。試験方法概略図を **図 1** に示す。テドラーバッグに触媒担持繊維と未担持繊維をそれぞれ入れ、1ppm に調整したトルエンガス 5l を封入した。そのまま、20°C で 30 時間静置した後、捕集管にガスを集めてトルエン濃度を測定した。測定にはクロマトグラフ（島津製作所 GC-17A）、マススペクトロメーター（島津製作所 GCMS-QP5050A）を用いた。



**図 1** 試験方法概略図（静置）

### 2.5.3 フィルターとしての性能評価

通気による動的環境下のフィルター性能としての評価について検討した。試験方法概略図を **図 2** に示す。ガラス管に炭素繊維綿を詰めた簡易的なフィルターを作製した。1ppm のトルエンガスを封入したテドラーバッグ出口にフィルターを取り付け、その先の捕集管にサンプルガスを捕集し **2.5.2** と同様にガスクロマトグラフでトルエン濃度を測定した。



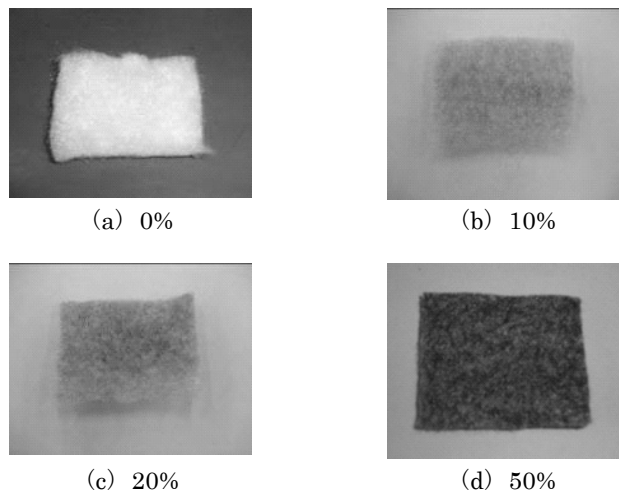
**図 2** 試験方法概略図（フィルター）

## 3. 実験結果及び考察

### 3.1 不織布の基本特性

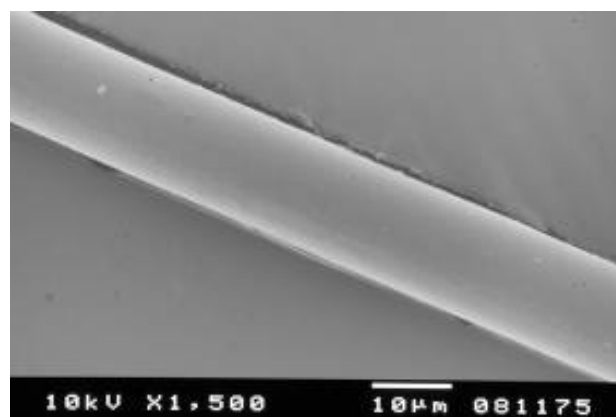
作製した不織布写真を **図 3** に示す。写真のそれぞれの数字は炭素繊維の混合率を表している。ポリエステル繊維は白色のものを使用しているため、混合率を増加するにつれて炭素繊維が持つ黒色が濃くなってきているのが

わかる。炭素繊維を混合させた不織布は、原料投入時に重量比 50%まで混合することが可能となった。図 3 (d) のサンプルを、高温で焼成させてみたところ約 46%炭素繊維が含有していたため、作製中における繊維の脱落はほぼないと考えられる。



**図 3** ポリエステル・炭素繊維複合化不織布

さらに、電子顕微鏡で不織布に加工した後の炭素繊維の顕微鏡写真を **図 4** に示す。炭素繊維には、ニードルパンチ機のニードルによる損傷状態はみられなかった。炭素繊維表面には傷はついていないが、ニードルによって折れるように切断され、不織布内部では繊維長が短くなっている可能性は考えられる。



**図 4** 不織布加工後の炭素繊維の電子顕微鏡写真

次にポリエステル単独の不織布及び炭素繊維 50%混不織布の各物性値を **表 2** に示す。通気性については特に大きな違いはみられなかったが、引張強さに関しては炭素繊維を混ぜることにより、強度が落ちる結果となった。不織布の強度は繊維の絡み具合に大きく依存するため、剛直である炭素繊維を混ぜることにより、繊維同士がより絡まりにくくなったためと考えられる。強度を上げる

ためには針密度をより多くするか、樹脂による加工が必要であると考えられる。

**表2** 物性値結果 (引張試験・通気性試験)

		PET100	PET50/CF50
引張強さ [N]	たて方向	132	92.9
	よこ方向	332	155
通過空気量 [cm <sup>3</sup> /cm <sup>2</sup> ・s]		138	132

(PET: ポリエステル、CF: 炭素繊維)

### 3.2 難燃性能評価

水平型燃焼試験結果では有機繊維単独および複合化不織布共に燃焼速度が0mm/minであるため、水平部材としての難燃性は有していることがわかった。次に、LOI試験結果を**表3**に示す。炭素繊維を混合することによって限界酸素指数を上昇させることに成功した。一般的に酸素指数が26以上で難燃性があると言われている。このことから無機繊維を有機繊維に混合することにより、難燃性を付与することが可能であると考えられる。

**表3** 酸素指数試験結果

	限界酸素指数
PET100	21.8
PET50/CF50	26.2

垂直型燃焼試験結果を**表4**に示す。炭素繊維とポリエステルの混合不織布を用いても、V試験の最低難燃基準でもあるV2を達成することができなかった。ポリエステル繊維は本来、燃焼中の繊維自身をドリップ(溶融滴下)することによって燃焼性を抑えている。ポリエステル100%の不織布ではドリップするよりも速くクランプまで試料が燃え尽きてしまい、炭素繊維との混合布織布では炭素繊維との絡みによりドリップが抑えられ、燃焼が伝播していると考えられる。またポリエステルに難燃加工剤(明成化学工業 ホスコン FR-4936)による難燃処理を施しても同様の結果であった。

**表4** 垂直型燃焼試験結果 (PET)

	判定	判定理由
PET100	Not	クランプまでの燃焼があるため
PET50/CF50	Not	
難燃処理 PET50/CF50	Not	

そこで、有機繊維の見直しを図った。目標であるV0を達成するためには、ポリエステルよりも難燃性を有する有機繊維が必要であると考えられる。候補としてはウ

ール(羊毛)、ポリイミド、PBO繊維等が挙げられるが、汎用性を考えウールを用いることとした。有機繊維にウールを用いた不織布による垂直型燃焼試験結果を**表5**に示す。

**表5** 垂直型燃焼試験結果②

	判定	判定理由
W100	Not	クランプまでの燃焼があるため
W50/CF50	V0	V0の基準を全て満たす

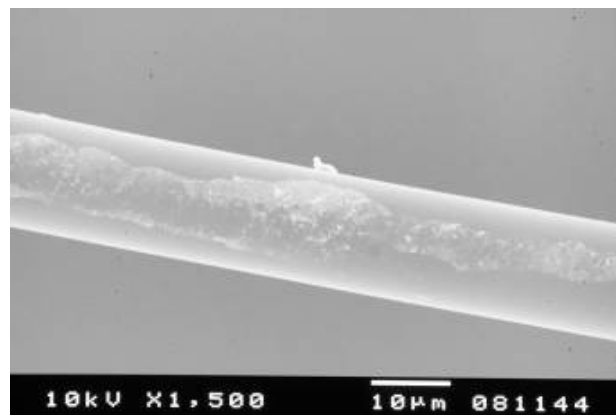
(W: ウール)

ウールを100%使用してもポリエステル繊維不織布同様の結果であった。しかし、炭素繊維を50%投入することにより、燃焼の進行が抑えられ判定V0を達成することができた。燃焼挙動はバーナーを接炎してもサンプルに着炎がみられず、高い難燃性を有していることが言える。

ポリエステル繊維とは異なり、ウールは炎を取り除くと自然に消火する性質(自消性)を有している。ウール100%では燃焼速度に自消性が追いつかないため保持クランプまですぐに試料が燃焼してしまうが、複合化不織布では炭素繊維の影響により半分はすでに炭化されているため接炎部の炭化が速やかに行われ、サンプルに着炎しなかったと考えられる。

### 3.3 触媒の担持状態

蒸発乾固および水素還元処理後の炭素繊維についての電子顕微鏡写真を**図5**に示す。図4と比較すると、繊維表面に付着物が観察された。付着物はヘキサクロロ白金(IV)六水和物によるものだと考えられる。



**図5** 蒸発乾固・水素還元処理による炭素繊維の電子顕微鏡写真

EDXによる測定結果を**図6**に示す。白金由来によるピークが大きく出ていることから、付着物は白金元素によ

るものと考えられる。

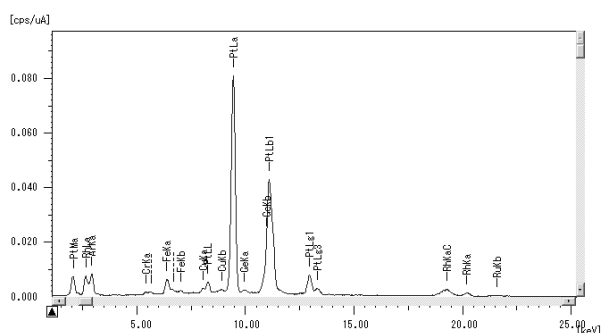


図6 蛍光 X 線分析結果

白金元素が白金塩であるのか、金属白金であるか調べるために XRD による測定を行った。測定結果を図7に示す。金属白金由来のピークが2つ大きく出ているのがわかる。このことから、蒸発乾固および水素還元処理を行うことにより、炭素繊維に金属白金を担持できたと考えられる。しかし、電子顕微鏡での観察では一部の繊維にのみ担持しており担持状態は不均一であった。

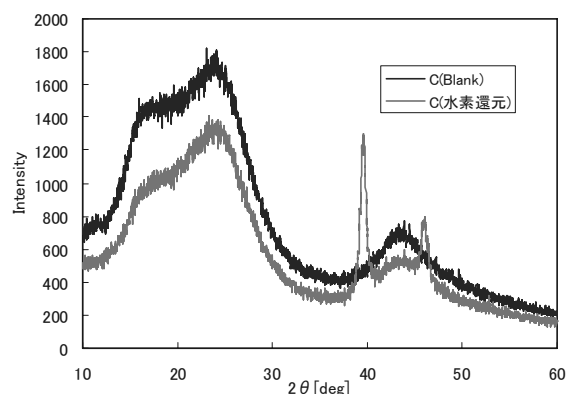


図7 広角 X 線回折分析結果

### 3.4 除去性能評価

2.5.1 において吸光度測定により算出したホルマリン含有量を表6に示す。触媒担持炭素繊維を入れることにより、1時間後、6時間後ともにホルマリン濃度が減少し液相における触媒による有機物分解の可能性が示唆された。

表6 触媒の有無によるホルマリン濃度変化

	ホルマリン濃度 [vol%]	
	1時間後	6時間後
未担持炭素繊維	0.0170	0.0197
触媒担持繊維	0.0158	0.0146

気相における触媒の性能評価について記す。まず炭素繊維をテドラーバッグに静置した実験結果を図8に示

す。トルエン濃度にあまり変化はみられなかった。静置では繊維綿に吸着せず、触媒も活性化していないためだと考えられる。

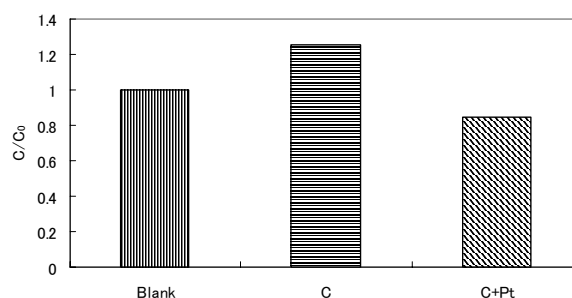


図8 30時間静置による触媒効果

次に、炭素繊維をフィルターとして用いたトルエン濃度変化結果を図9に示す。横軸の温度はフィルター内の温度を示す。温度表記のないものは静置条件と同様20°Cである。20°Cでの状態を比較すると、繊維の影響によりトルエン濃度が多少低下しているが、触媒による効果はみられなかった。この濃度低下は繊維の吸着によるものと考えられる。

しかし、フィルター温度を高温にすることで触媒担持繊維では、90%以上のトルエンを除去することができた。これは触媒が高温状態で活性化し、トルエンを分解したためと考えられる。

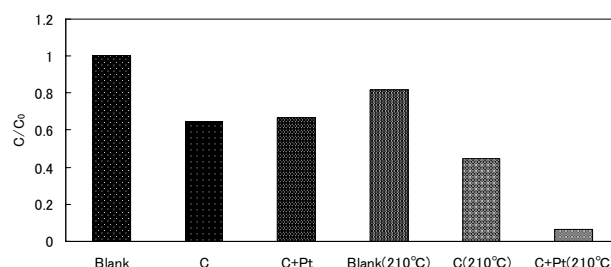


図9 炭素繊維フィルターによるトルエン濃度変化

## 4. 結び

有機繊維と無機繊維の混合不織布を作製し、機能が発現されるか、様々な試験的評価を試みた。その結果、有機繊維にウール、無機繊維に炭素繊維を用いることにより、難燃性規格 UL94 - V0 を達成することができた。

また、炭素繊維に触媒を担持させ 210°C以上により、トルエンを分解するフィルターとしての機能が付与された。

## 付記

本研究は、独立行政法人 科学技術振興機構 地域イノベーション創出総合支援事業 重点地域研究開発プログラム 平成21年度「シーズ発掘試験」により行った。