ノート

合成繊維糸の熱的特性の測定

皆川　森夫*

An Experiment about Thermal Properties of a Synthetic Fiber

MINAGAWA Morio*

1. 緒　　言

織物に発生するたて筋やよこ筋といった欠点は，素材である合成繊維に熱や張力を加える工程での物理的変動が要因となって発生することが多いとされている。

一般的に合成繊維の熱的挙動は，その繊維が受けた熱履歴により異なることが知られており，織物の欠点に関する原因調査では，熱応力測定や示差走査熱量測定などを利用し，試料の熱履歴から原因を推察する手法が用いられている。

この手法を使うことで，織物の段及び染むらの発生原因の追究と対策，繊維の熱応力特性に応じた適切な二次加工セット条件の設定あるいはヒートセット糸のセット温度の判定などに利用できると考えられる。

そこで本研究では，合繊研究のモデル素材として広く採用されているポリエステル糸に関する熱的特性について調査した。

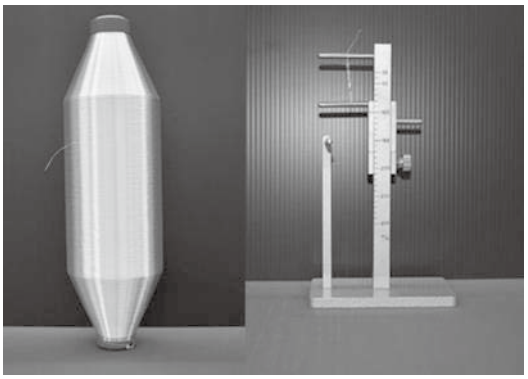
2. 実　　験

2.1　供試試料および熱処理条件

本研究の供試試料には，代表的な合繊研究用試料であるポリエステル糸を使用した（図1(a)）。その諸元を表1に示す。

表1　供試試料の諸元

素材/形状	繊度/フィラメント数
ポリエステルフィラメント/スーパーブライト糸（三角断面糸）	167dtex/72filaments



(a)供試試料　　(b)試料調製器

図1　供試試料と試料調製器

表2　熱処理条件

項目	条件						
温度[℃]	未処理	80	100	120	140	180	200
時間[min]	－	10					
冷却法	急冷						
荷重[gf]	0						
真空度[MPa]	0.095						

本研究では，この試料に表2に示す熱処理を施し，熱応力測定と示差走査熱量測定の結果を調べることとした。なお，試料はボビンから約3m程度の長さをランダムに採取し，試料の酸化を抑えるために熱処理には真空定温乾燥器（ヤマト科学(株)製 ADP-21）を使用した。

また，熱処理時の荷重はポリエステルに機械的な制約を与えないよう0gfとした。

2.2　熱応力測定

2.1の条件で熱処理した各試料に関して，表3に示す条件により熱応力を測定した。

* 素材応用技術支援センター

表 3　熱応力測定条件

項目	条件
試料長[mm]	100
結び目数	3
荷重[gf]	5.0
昇温速度[K/sec]	2.5
測定温度[℃]	室温～約 285℃
各試料あたりの測定回数	5

表 4　DSC 測定条件

項目	条件
試料量[mg]	3.6～5.2
試料セル	アルミニウムセル
雰囲気ガス	窒素
ガス流量[mL/min]	20
昇温速度[K/min]	10
ホールド温度[℃]	300

本測定には，熱応力測定装置（カネボウエンジニアリング（株）製 KE-2LS）を使用した。その際の試料調製に関しては，試料調製器（図 1(b)）を使用し，その上部に 3 回結び目を作ったものを測定に供した。

2.3　示差走査熱量測定

2.1 の条件で熱処理した試料に関して，表 4 に示す条件により示差走査熱量測定（以降「DSC」）を行った。本測定には示差走査熱量計（島津製作所(株)製 DSC-50）を使用した。

なお，昇温速度は 3.2 に示す変曲点温度が明確に判別できる範囲でできるだけ小さい値を選定することとし，予備実験の結果をもとに決定した。

3. 実験結果

3.1　熱応力測定結果

各温度条件下で熱処理した試料に関して，その熱応力を測定した結果を図 2 に示す。なお，140℃以下の温度で熱処理した試料では，昇温に伴って応力のピークが現れたので，応力が増加に転じる点 A と，応力が最大になる点 B を算出して図中に示す。

次に，応力増加が著しい温度を可視化するため，熱応力 σ を温度 T で 1 次微分した。その結果を図 3 に示し，図中に応力変化が最大となる点 C を示す。更に変化点 A，B，C の温度の一覧を表 5 に示す。

なお本測定では，対象の試料が単一種類で太さの違いを考慮する必要がないため，簡単のため熱応力の単位を gf とし，[g]と略記する。

図 2，3 及び表 5 の結果から，熱処理温度を高温にするほど，変化点 ABC は高温側へシフトし，ピークの応力値（最大応力値 B ほか）や C で応力変化は減少していく傾向であった。

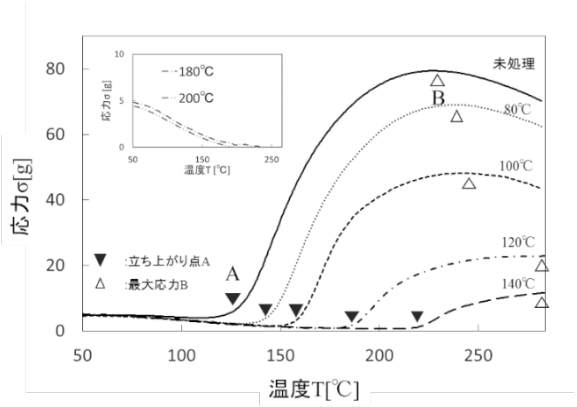


図 2　熱処理条件による熱応力曲線の変化

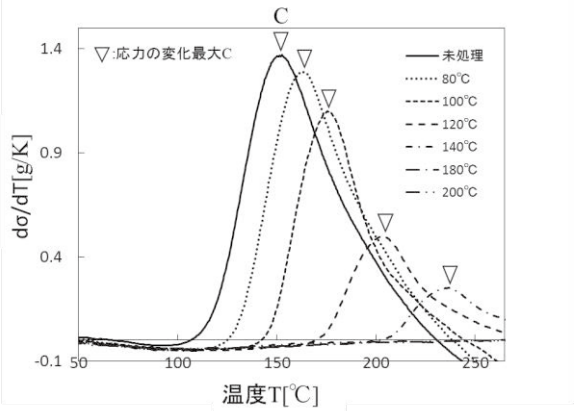


図 3　熱応力曲線の 1 次微分曲線

表 5　熱応力曲線上の変化点

項目	各温度[℃] 熱処理条件				
	未処理	80℃	100℃	120℃	140℃
立ち上がり点（A）	127.8	143.6	158.4	185.6	220.7
最大応力点（B）	226.7	236.5	248.1	283.3	284.4
応力の変化最大（C）	152.5	162.6	175.5	203.7	236.5

※180℃および 200℃の結果は除いた。

3.2　示差走査熱量計による測定結果

2.1 の条件で熱処理した試料に関して，DSC により得られた吸発熱曲線を図 4 に示す。また 3.1 と同様に，図 4 の各曲線を平滑化処理した後，熱流量 q を温度 T で 1 次微分した結果を図 5 に示す。図 4 において，250℃以上にある大きなピークはポリエステルの融点（約 258℃）での吸熱を示す。また 100℃～200℃で熱処理した試料では，昇温に伴いベースラインが段階的に変化する箇所（変曲点）が確認できた（図 5 の Tc）。

各曲線に関して，この変曲点温度 Tc を算出した結果を表 6 に示す。その結果，100℃～200℃で熱処理した各試料において，熱処理温度 Tr と変曲点温度 Tc はほぼ同程度であり，両者に相関性があることを確認できた（図 6）。

このことから，本実験の条件では，試料に施した熱処理の温度を DSC の結果から確認することができた。

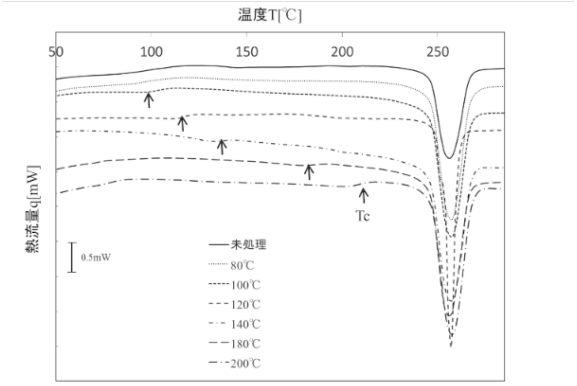


図 4　熱処理条件による吸発熱曲線の変化

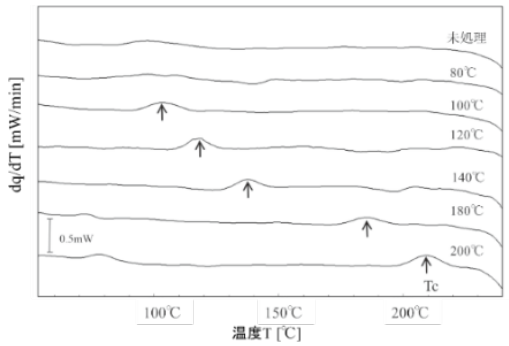


図 5　吸発熱曲線の 1 次微分曲線

表 6　熱処理条件による変曲点温度

	熱処理温度 Tr						
	未処理	80℃	100℃	120℃	140℃	180℃	200℃
変曲点温度 Tc[℃]	−	−	103.7	118.5	135.8	184.5	209.1

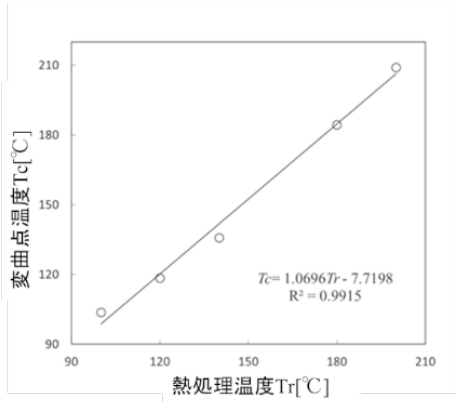


図 6　熱処理温度と変曲点温度の相関性

4. 考　　察

3.1 熱応力測定では，未処理および 80℃～140℃で熱処理した試料において，昇温に伴い熱応力のピークが現れ，その応力値は，熱処理温度が高くなるにつれて減少し，熱処理温度が 180℃～200℃に達するとピーク自体が現れなくなった。特徴的な変化点 ABC の温度が熱処理温度に比べてかなり高温となっているのは，昇温速度が大きい(2.5K/sec)ことが影響しているものと思われる。

一方，3.2 示差走査熱量計による測定結果では，熱処理温度が吸発熱曲線上の変曲点とほぼ一致していた。こちらは昇温速度をできるだけ小さく(10K/min)したため，反応と試験温度のずれがほとんどなかったものと思われる。

5. 結　　言

(1) 代表的な合成繊維であるポリエステル糸に関して，各種温度条件で熱処理した試料の熱応力特性および吸発熱特性を確認し，繊維の熱履歴として欠点調査に利用できることを確認した。

(2) 試料に施した熱処理温度を DSC のデータから読み取ることができた。

謝　　辞

本研究の実施に際し，帝人フロンティア DG 株式会社様より試料のご提供をいただきました。厚くお礼申し上げます。