

機能性を有する繊維の開発（第2報）

亀山遼一*、林浩司*、中島孝康*

Development of functional fibers (II)

KAMEYAMA Ryoichi*, HAYASHI Koji* and NAKASHIMA Takayasu*

多価カルボン酸であるクエン酸を使用し、 γ -シクロデキストリン(γ -CD)を綿布に固定化した後、 γ -CDに精油を包接させた。赤外吸収スペクトル測定によりクエン酸は綿布または γ -CDと反応していると考えられ、フェノールフタレイン溶液の呈色反応により、綿布に γ -CDが固定されているのを確認した。香りの持続性を確認するための促進試験を行うと、 γ -CD加工綿布と未加工綿布の香り強度の差は拡大し、 γ -CDにより香りの持続性が増す可能性が示唆された。

1 はじめに

近年、抗菌性や消臭性などの付加価値のある繊維製品の需要が増えており、機能性繊維が多く開発されている。花や木から抽出される精油には、香りによるリラックス効果の他に、消臭や抗菌などの暮らしに有益な効果がある。岐阜県生活技術研究所では、木材から効率よく精油を回収する技術の開発に成功している^{1~3)}。本研究では、この技術で作られる精油を繊維に加工し、芳香性などの機能性を持たせることを目標に研究を行う。

精油は揮発性が高いため、そのまま繊維に付着させても香りの持続性に課題がある。そこで、精油を簡単に揮発させない手法として、シクロデキストリン(以下、CD)を用いた方法を検討した。CDは、環状に結合したオリゴ糖で、内側の疎水性空孔に疎水性物質を包接する性質がある。包接された物質は徐々に放出されることが期待できる。昨年度の研究では、精油を β -CDにより包接させることで、精油の揮発温度よりはるかに高温の300℃付近まで包接状態が維持されること、及び包接された精油成分が徐放されることを確認した⁴⁾。本年度の研究では、CDの繊維への加工方法や包接方法について検討し、香りの評価を行った。

2 実験

2.1 繊維への加工方法

2.1.1 綿布へのCD加工

繊維として綿の添付白布(JIS L0803:2011 カナキン3号)、架橋剤としてポリカルボン酸であるクエン酸一水和物(関東化学(株))、触媒としてホスフィン酸ナトリウム一水和物(関東化学(株))を使用した。クエン酸はCDを繊維に固定するための架橋剤として知られており、カルボキシル基が水酸基と反応し、エステル結合を形成する⁵⁾。綿布とCDはどちらも水酸基を持つため、クエン酸を介して繊維にCDが固定される。昨年度までは β -CDを使

用していたが、より溶解度の高い γ -CDを使用した。まず γ -CD(関東化学(株))の6%水溶液を調整し、そこにクエン酸6%、ホスフィン酸ナトリウム3%となるように両試薬を加え攪拌した。その後、この溶液に綿布(20×25 cm)を入れて15分程度静置させた。綿布を取り出し、パディングマングル試験機(内外特殊エンジ(株)製 P-A0)で絞り、ベーキング試験機((株)大栄科学精器製作所製 DX-1M)で105℃、5分乾燥した後、160℃、5分キュアリングを行った。以降、 γ -CDを固定した綿布を γ -CD加工綿布と記載する。

2.1.2 CD加工の確認方法

γ -CD加工綿布と未加工綿布について、フーリエ変換赤外分光光度計(日本分光(株)製 FT/IR-6700)を使用し、1回反射ATR法により赤外吸収スペクトル測定を行った。条件は積算回数512回、分解能4 cm⁻¹とした。

綿布に γ -CDが固定されたかを確認するために、0.2 M フェノールフタレイン、0.2 M 炭酸ナトリウム、40 vol% エタノール水溶液を2:1:44の割合で混合し、フェノールフタレイン溶液を作製した。未加工の綿布と γ -CD加工綿布を30分浸漬させ、その後、60℃に設定した乾燥機で25分乾燥させ、布の色を目視により観察した。

次に、洗濯機((株)大栄科学精器製作所製 AWS-30)を使用して、 γ -CD加工綿布と未加工綿布の洗濯耐久性を検討した。JIS L1930:2014 方法 No.C4Mを準用し、洗剤は使用せずに洗濯試験した。負荷布I型を使用し、10回繰り返し洗濯後、平干し乾燥を行った。また、洗濯後の γ -CD加工綿布、未加工綿布に対してもフェノールフタレイン溶液の呈色反応を行った。

2.1.3 精油包接方法

包接方法は、広島県立東部工業技術センターの松田らが行った方法⁶⁾を参考に試験を行った。エタノール90 ml、蒸留水10 ml、精油(交告製材(株)提供)1 mlを混合して精油溶液を作製した。包接方法は、バットに精油溶液と γ -CD加工綿布を入れて1晩静置させる浸漬包接と精油溶液を γ -CD加工綿布にスプレーするスプレー包接の

* 繊維・紙業部

2方法で検討を行った。

2.2 香りの評価

2.2.1 精油加工後の香り

浸漬包接、スプレー包接した試料に対して、包接加工した翌日に香りの官能評価を行った。官能評価は精油加工した試料を手で持ち、鼻に近づけて香りを嗅ぐ方法で試験を行った。評価項目は、香りの強さを表す「香りの強度」で被験者は30~50歳代の男女6人で「香りがしない」を1、「強烈な香りがする」を5として1~5段階、1刻みで評価を行った。比較として未加工綿布にも精油溶液を浸漬もしくはスプレーして同様に官能評価を行った。

2.2.2 香りの持続性

香りの持続性を確認するために、ポリ塩化ビニル製の容器(30×31×43 cm)にスプレー包接した未加工綿布、 γ -CD加工綿布を吊り下げ、3L/minの流量で空気を流し促進試験を行った。1時間と12時間後に綿布を取り出し、試料とした。0時間の試料と合わせて合計6枚について、一度に官能評価を行った。なお官能評価は男女5人で行い、1~5段階、0.5刻みで評価した。

3 結果及び考察

3.1 CD加工の確認

未加工綿布と γ -CD加工綿布に対する赤外吸収スペクトル測定結果を図1、2に示す。b) γ -CD加工綿布には1730 cm^{-1} 付近のa)未加工綿布には見られないピークが確認された。これはカルボニルの伸縮振動に由来するピーク

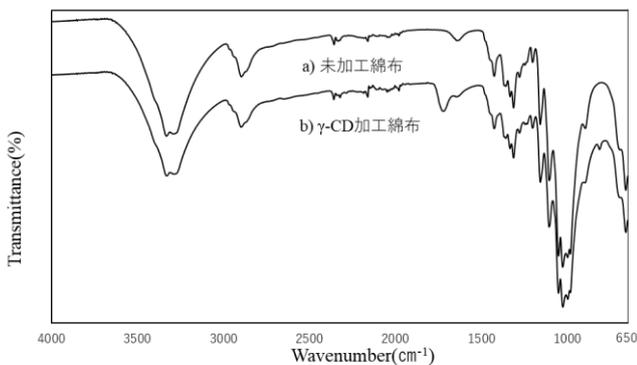


図1 未加工綿布及び γ -CD加工綿布の赤外吸収スペクトル

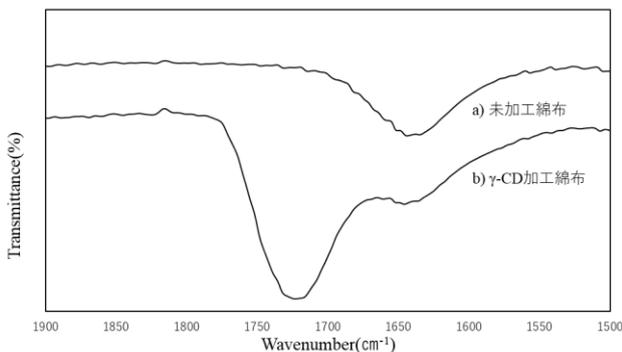


図2 図1の拡大図(1500~1900 cm^{-1})

クであり、クエン酸が綿布または γ -CDと反応していると考えられる。

赤外吸収スペクトル測定の結果からはクエン酸とCDが反応しているかは分からない。そのため、フェノールフタレイン溶液による確認試験を行った。その結果を図3に示す。フェノールフタレインのアルカリ性溶液はフェノールフタレイン分子がCDに包接されることで赤色から無色に変わることが知られている⁷⁾。未加工綿布は色がついたままであるが、 γ -CDを固定した綿布は赤色から無色に変化していることから、クエン酸により綿布に γ -CDが固定されていると推察される。

さらに洗濯後も γ -CD加工綿布は未加工綿布と比べて薄い赤色になっているため、10回洗濯後も γ -CDは繊維に固定化されており、洗濯耐久性があると考えられる。

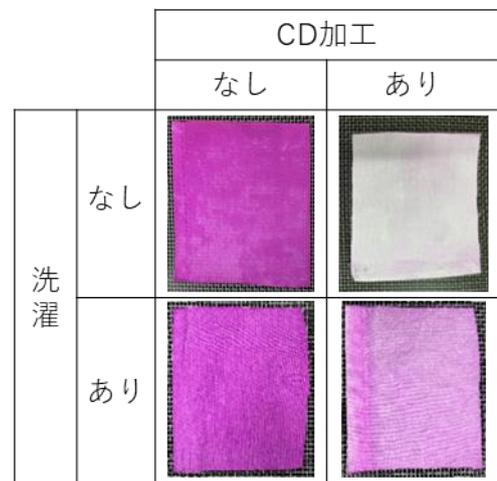


図3 CD加工の確認試験

3.2 精油加工後の香り

浸漬包接、スプレー包接を行った γ -CD加工綿布、未加工綿布に対しての官能評価を行った結果を図4に示す。なお、エラーバーは標準偏差である。精油包接方法による違いを見ると浸漬包接に比べ、スプレー包接の方が香りの強度は高い。未加工綿布と γ -CD加工綿布を比較すると、どちらの包接方法においても大きな差はないが、未加工綿布の方が若干高い。理由として、香り成分が γ -CDに包接される分、揮発する香り成分の量が少なくなると考えられる。

香りの強度が高かったスプレー包接について、次項で香りの持続性の促進試験を行った。

3.3 香りの持続性

香りの継続性の評価結果を図5に示す。空気を流す時間が増加するに従い、香りの強度は徐々に下がっており、香り成分が揮発したと考えられる。各促進試験後における香りの強度を比較すると、未加工綿布と γ -CD加工綿布は、促進試験0h後、1h後には差がほぼなかった。12h後の結果では、 γ -CD加工綿布が未加工綿布よりも若干高くなった。また、被験者5人中4人が γ -CD加工綿布

の方が香りは強いと判断した。これは CD の効果によるものと考えられる。

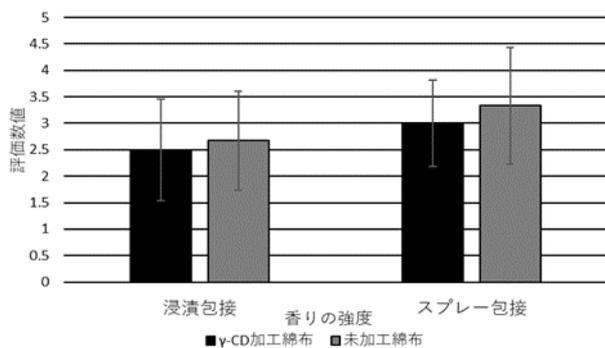


図4 包接方法における官能評価結果

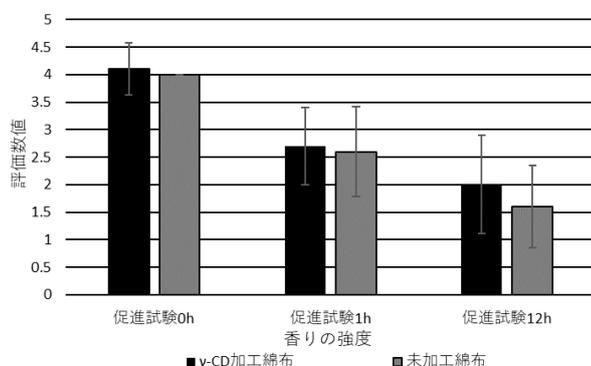


図5 促進試験後の官能評価結果

4 まとめ

繊維に芳香性などの機能性を付与することを目的に、綿布にクエン酸を用いて γ -CD の固定加工を行い、精油を包接させた。赤外吸収スペクトル測定によりクエン酸は綿布または CD と反応していると考えられ、フェノールフタレイン溶液の呈色反応により、綿布に γ -CD が固定化されていることが確認できた。さらに洗濯後も、CD は固定化されていることが分かった。

また、香りの持続性の促進試験を行ったところ、 γ -CD 加工綿布の方が香りの残存が大きく、 γ -CD を固定化することで香りの持続性が増す可能性が示唆された。

【謝 辞】

本研究の遂行にあたり、精油をご提供いただきました交吉製材株式会社様に深く感謝いたします。

【参考文献】

- 1) 伊藤ら, 岐阜県生活技術研究所研究報告 No.18, pp5-9,2016
- 2) 伊藤ら, 岐阜県生活技術研究所研究報告 No.20, pp5-8,2018
- 3) 伊藤ら, 岐阜県生活技術研究所研究報告 No.22, pp1-3,2020

- 4) 亀山ら,岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.4, pp57-58,2023
- 5) 中島ら,岐阜県産業技術センター研究報告 No.5, pp42-45,2011
- 6) 松田ら,広島県立東部工業技術センター研究報告 No.19,pp15-19,2006
- 7) 高橋ら,日本繊維製品消費科学会 Vol.64,No.10,pp623-632,2023