

インジゴ染色における摩擦堅牢度向上に関する検討

國藤勝士・前田進悟

Katsushi KUNITOU and Shingo MAEDA

キーワード インジゴ／染色／綿／摩擦堅牢度／色相
KEY WORDS Indigo / Dyeing / Cotton / Rubbing Fastness / Hue

要 旨

還元状態のインジゴを染着した布を空気酸化するときの布水分量がインジゴ染色物の摩擦堅牢度に及ぼす影響について検討した。その結果、インジゴ染着量は乾燥処理の有無に関わらずほぼ同等であったが、摩擦堅牢度は乾燥処理を施すことにより乾燥で2級、湿潤で半級向上することがわかった。乾燥処理を施した染色布には繊維表面付近にインジゴはほとんど存在しないことが電子顕微鏡観察および抽出試験により確認された。乾燥処理はインジゴの染着状態に影響を与えることが示唆された。また乾燥処理は染色布の色相にも影響を及ぼすことがわかった。

1 はじめに

インジゴは藍染めやジーンズ用染料として広く使用されているが、その染色方法は経験や勘に頼るところが多く、またインジゴ染色製品についても、摩擦堅牢度の低さが指摘されている。これまでインジゴ染色物の摩擦堅牢度を向上させる試みは数多く行われているものの、ほとんどが加工剤を付与する方法¹⁾であり、摩擦堅牢度向上に関する抜本的な解決方法は未だに見出されていないのが現状である。

インジゴは還元状態のときに繊維へ染着し、染着した後で空気酸化させることにより繊維に固着する。このため染浴の温度、pH、電解質濃度等の各種染色条件が染着状態に大きく影響を与えることが報告されている²⁾。本研究では、染色条件の一つである還元状態のインジゴを空気酸化するときの布水分量に着目して検討したところ、乾燥により繊維の水分を除去することで、得られるインジゴ染色物の摩擦堅牢度が向上することを見出したので、染着状態との考察も含めて報告する。

2 実験方法

2.1 試料

被染物は(財)日本規格協会より入手したJIS L 0803準拠の綿添付白布を用いた。また染料は三井BASF染料(株)製のIndigo Pureを使用した。ハイドロサルファイト、炭酸ナトリウムおよび水酸化ナトリウムはナカライテスク(株)製の特級試薬を用いた。

2.2 染色条件

2.2.1 インジゴストックバット溶液の作製

Indigo Pure 2gとハイドロサルファイト2gを30g/Lの水酸化ナトリウム溶液50mLに入れ、60℃で30分間攪拌した。インジゴが還元状態になったことを確認した後、窒素雰囲気下で室温まで冷却した。

2.2.2 染色方法

各染色ポットに10g/Lの炭酸ナトリウム溶液140mL、ハイドロサルファイト7g、インジゴストックバット溶液(0.7~7mL:1~10%owf相当)を入れた。(owfは繊維重量に対する染料量を示す)その後、綿添付白布 2.8gを入れ、ミニカラー((株)テクサム技研製、UR・MINI-COLOR)を用いて30℃で30分間、染色を行った。窒素雰囲気下で染色ポットから布を取り出し、それぞれ下記条件の処理を行った。

①ブランク

脱水処理(脱水率:約70%)を施した後、そのまま空气中に放置して布に染着した還元状態のインジゴを酸化させた。

②真空乾燥

脱水処理(脱水率:約70%)を施した後、ヤマト科学(株)製、真空乾燥機DP33に布を入れ50℃で3時間処理した後、湿度100%の空气中に放置して布に染着した還元状態のインジゴを酸化させた。

③窒素乾燥

脱水処理（脱水率：約70%）を施した後、ガス洗浄瓶に布を入れ、窒素を流しながら室温で2時間処理した後、湿度100%の空气中に放置して布に染着した還元状態のインジゴを酸化させた。

未染着のインジゴを取り除くため、各処理により得られた染色布を0.5%石鹼溶液中で40℃、30分間ソーピングし試料とした。

2.3 染色布の評価

1) 染着量

染色布をジメチルホルムアミド溶液に、100℃で約5分間の浸漬を3回行い、染色布のインジゴをすべて溶出させた。得られたインジゴ溶解液をメスフラスコでメスアップし、分光光度計（（株）島津製作所製、UV-3100PC）を用いて605nmの吸光度を測定することにより定量した。

2) 摩擦堅牢度

JIS L 0849により評価した。

3) 繊維表面状態の観察

走査型電子顕微鏡（（株）日立製作所製、S-4700）を用いて染色した後の繊維表面を拡大率3000倍および20000倍で観察した。

4) 繊維表面インジゴ量

染色布（1×3cm）をジメチルホルムアミド溶液10mLに室温で10秒間浸漬し、直ちに染色布を取り出した。ジメチルホルムアミド溶液に抽出されたインジゴを分光光度計（（株）島津製作所製、UV-3100PC）により定量した。

5) 色相

分光光度計（（株）島津製作所製、UV-3100PCおよび倉敷紡績（株）製、COLOR-7x）を用いて染色布の反射スペクトルおよびL*値、a*値、b*値を求めた。

3 結果と考察

3.1 乾燥処理とインジゴ染着量との関係

一般に染着量の多い染色布ほど摩擦により移染する染料量も増加する傾向を示すため、各染色布の摩擦堅牢度評価を行うためには染色布ごとのインジゴ染着量を同等にする必要がある。一方、実際の染色操作では繊維重量に対する染料量(owf)が用いられるため、インジゴ量を一定としたときに、インジゴ染着量に及ぼす影響について調べた。図1にインジゴ量と各染色布のインジゴ染着量の関係を示す。その結果、インジゴの染着量は blanks、真空乾燥、窒素乾燥ともに10%owf以下でほぼ同等であることがわ

かった。

乾燥処理を施しても blanks との染着量に変化が生じないことが確認されたことより、以降では、代表例としてインジゴ量10%owfの場合について各染色布の比較を行った。

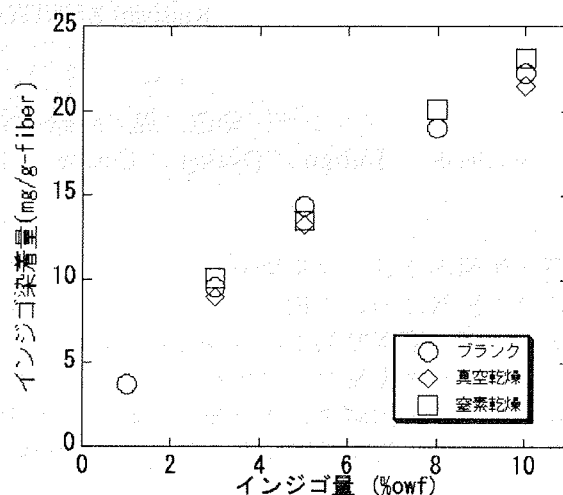


図1 インジゴ量と各染色布のインジゴ染着量との関係

3.2 乾燥処理による摩擦堅牢度の向上

表1に各染色布の摩擦堅牢度を示す。 blanks では乾燥2-3級、湿潤1-2級であるのに対し、真空乾燥、窒素乾燥ではそれぞれ乾燥4-5級、湿潤2級であった。 blanks と比較して乾燥では2級、湿潤では半級摩擦堅牢度が向上することが確認された。インジゴの摩擦堅牢度を向上させる方法としてはこれまでに薬剤付与¹⁾を中心として検討されていたが、乾燥処理の方法を検討することによっても向上することがわかった。

表1 各染色布の摩擦堅牢度

染色布	乾燥(級)	湿潤(級)
blanks	2 - 3	1 - 2
真空乾燥	4 - 5	2
窒素乾燥	4 - 5	2

3.3 乾燥処理によるインジゴ染着状態の変化

図2および図3に走査型電子顕微鏡による各染色布の表面観察結果を示す。 blanks では繊維表面に約1μmの針状物質が多量に存在するのに対し、窒素乾燥、真空乾燥では針状物質は

ほとんど存在しないことがわかった。インジゴを使用せずにblankと同等な方法で染色を行った試料(blank (インジゴ未使用))では針状物質が確認できないことより、この針状物質はインジゴ染料と推察した。blankではインジゴが繊維表面に多く存在することから、この繊維表面に付着したインジゴ量が摩擦堅牢度に影響を及ぼした要因の一つと考えられる。

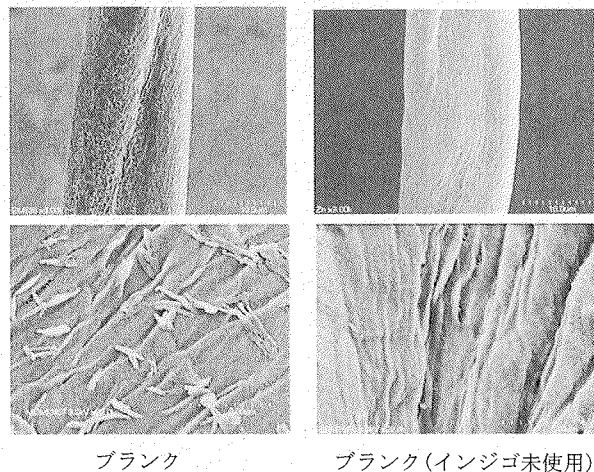


図2 各染色布の電子顕微鏡観察結果
(blank : 上3000倍 下20000倍)

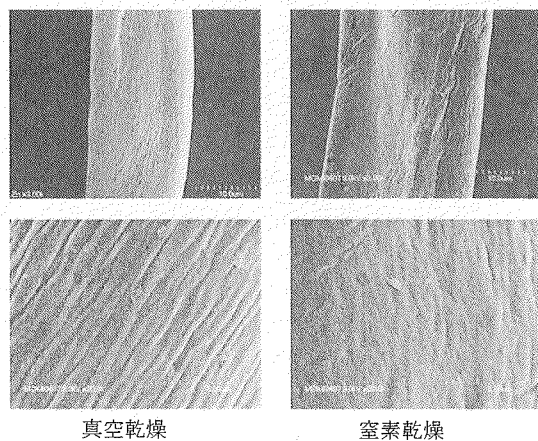


図3 各染色布の電子顕微鏡観察結果
(真空乾燥および室温乾燥 : 上3000倍 下20000倍)

図4にジメチルホルムアミドによる各染色布のインジゴ抽出量を示す。電子顕微鏡観察では繊維表面付近のインジゴ量を推定することができないため、抽出法による測定を試みた。ジメチルホルムアミドはインジゴを溶解可能な溶剤であり、染色布を長時間浸漬することによって、繊維内部のインジゴを抽出可能である。本試験では繊維表面付近のインジゴ量を測定するため

浸漬時間を10秒間とし、その時間に抽出されたインジゴ量を用いて比較した。その結果、blankではインジゴ染着量の増加に伴って、抽出されるインジゴ量も増加したが、真空乾燥、窒素乾燥では10%owf以下のいずれの領域においてもblankよりインジゴ抽出量は少ないことが確認された。真空乾燥および窒素乾燥とblankの差は空気酸化時における繊維の水分のみであることから、インジゴ染着状態の相違は、この繊維水分の影響によって引き起こされたものと考えられる。

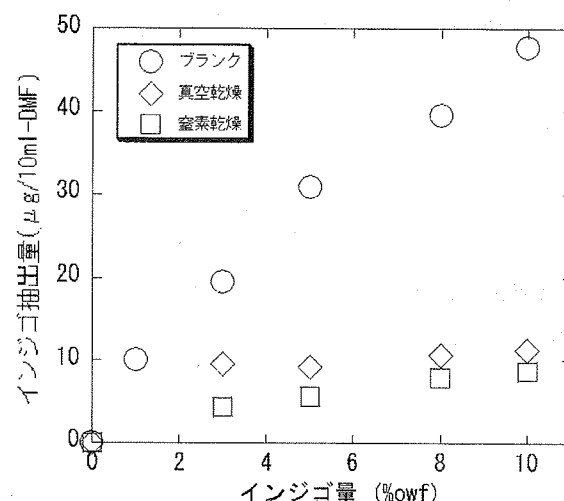


図4 各染色布のインジゴ抽出量

図5にインジゴの酸化・還元状態、図6に想定される染色機構を示す。インジゴはそのままの状態では水に溶解せず、繊維に対してほとんど染着性を有しない。そのため、インジゴの染色においては、ハイドロサルファイト等の還元剤を用いて繊維に染着可能なインジゴ還元状態(ロイコインジゴ)を作製する必要がある。脱水処理直後ではロイコインジゴとして存在するが、空気酸化を経ることで元のインジゴに戻る。blank試料では繊維内に残った水が媒体となり、インジゴの一部が繊維表面へ析出したと考えられる。一方の乾燥処理試料ではblankと

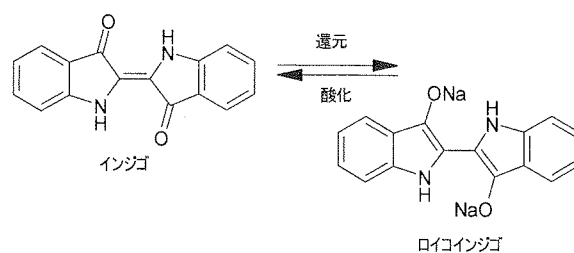


図5 インジゴの酸化・還元状態

比較して、さらに水分量が減ったことにより、インジゴが繊維内に多く留まり、インジゴの繊維表面への析出を抑制させたものと考えられる。

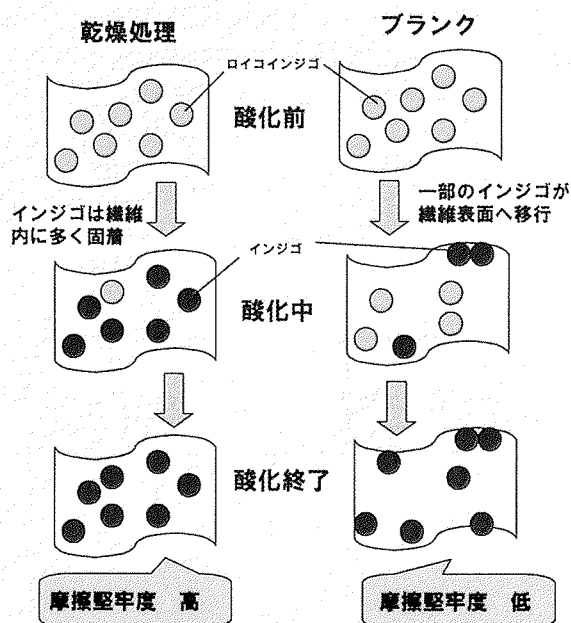


図6 想定される染色機構

3.4 乾燥処理による染色布の色相変化

図7に各染色布の分光反射スペクトルを示す。反射スペクトルはいずれの染色布も約660nmに吸収極大を示したが、ブランクと比較して真空乾燥、窒素乾燥では400-450nmおよび700-800nmの反射率が高いことがわかった。400-450nmは藍色領域であり、また700-800nmは赤色領域であることから、染色布の色相にも影響が生

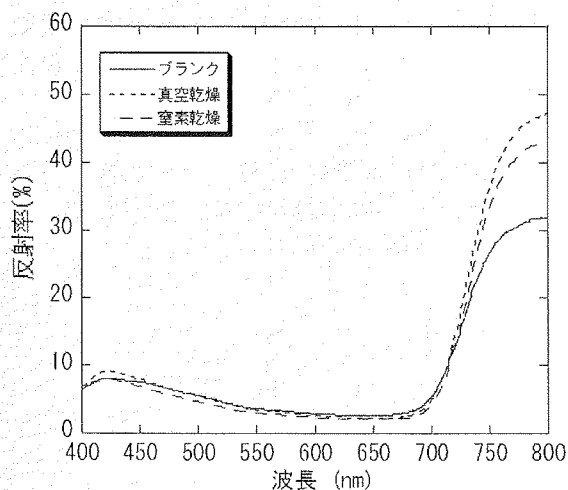


図7 各染色布の分光反射スペクトル

じていることが推察された。

そこで染色布の色相を表2に示すようにL*値、a*値、b*値で表記したところ、ブランクと比較して乾燥処理を施した場合、a*値が増加し、b*値が減少することがわかった。すなわち、乾燥処理により、赤みが増加し、また青みも増加したした試料が得られることが確認された。インジゴ染色布の色相はインジゴの染着状態が影響するとの指摘があり^{3,4)}、乾燥処理を施した場合においては、その色相変化からもインジゴの染着状態に変化が生じていることが推察された。

表2 各染色布の色相

試料	L*値	a*値	b*値
ブランク	24.96	0.27	-16.58
真空乾燥	26.63	1.83	-21.06
窒素乾燥	24.29	1.94	-19.72

4 まとめ

還元状態のインジゴが染着した布を空気酸化するときの布水分量に着目して検討した結果、以下のことが明らかとなった。

- 1) インジゴ染着量はブランク、真空乾燥、窒素乾燥ともにほぼ同等であった。
- 2) 乾燥処理を施すことにより、摩擦堅牢度が向上（乾燥2級、湿潤半級の向上）した。
- 3) ブランクには繊維表面に多くのインジゴが存在するが、乾燥試料にはインジゴはほとんど存在しないことがわかった。このことが摩擦堅牢度向上の要因の一つと推察された。乾燥処理はインジゴの染着状態に影響を与えることが示唆された。
- 4) 染色布の色相（分光反射スペクトルおよびa*値およびb*値）はブランクと真空乾燥、窒素乾燥で異なった。

参考文献

- 1) 例えば、沖達也, 特開 2004-176238.
- 2) J.H. Xin, C. L. Chong, and T. Tu, J. Soc. Dyer. Color., **116**, 260 (2000).
- 3) M. Kawahito, H. Urakawa, M. Ueda, and K. Kajiura, Sen' i Gakkaishi, **58**, 122 (2002).
- 4) K.Kunitou, S. Hongyou, S.Maeda, and K. Mishima, Tex. Res. J., **75**, 149 (2005).