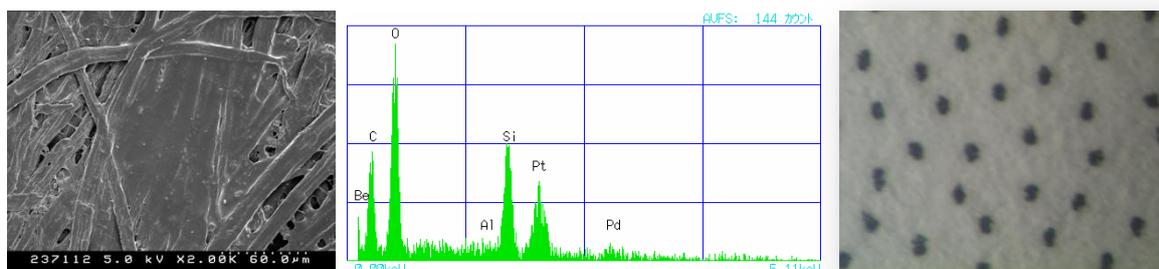


# 生物材料学実験

## 3年生春学期 AB3-5 限 12:15-16:30

生物材料工学分野/環境材料学研究室担当  
**「紙の調製とその特性の制御／紙の物性評価と利用技術の基礎」**



期間： 2016年4月13日(水)、20日(水)、27日(水)の3日  
 開始時間： 12時15分  
 集合場所： 総合研究棟 A618号室（あれば安全メガネ・白衣を持参）  
 学生数： 3名（1班構成）

レポートは3日分の実験終了後にまとめて提出してください。

〆切： 2016年5月11日(水)17時  
 提出先： 生農C棟2階209号室の江前敏晴まで（ドアにポストを置く予定）

実験内容：  
 1. 叩解（2D121）と抄紙（E202）  
 2. 紙の表面観察（2D123）と親水性の評価  
 3. 繊維形状の評価と紙の力学物性評価（総合A棟618）

指導： 江前敏晴 t@enomae.com, Tel: 029-853-4646, 090-9291-6374  
 シュ インチャオ (D2)、フ ドンハオ (M1)、森井雅人 (M1)、小柳津延予 (M1)、  
 リン クァンシュアン (M1)

参加者： 3年次生3名

### 実験参加者

年次	学籍番号	氏名	4/13(水)	4/20(水)	4/27(水)	レポート
3		①				
3		②				
3		③				

## 紙の調製とその特性の制御（紙料調成と抄紙）

### 1. 総論

生物資源学の重要な一部門が生物体を利用した材料（バイオマス材料）の科学であり、“紙”は古くから使用されている典型的なバイオマス材料である。実際の工場で設計される紙の物理的・化学的諸性質を実験室レベルでも十分に再現できる。実験室でパルプから手抄きシートを調製し、そのシートの物理的性質を測定することにより処理の効果を容易に知ることができる。手抄きシートの調製手順は、実際の製紙工程にできるだけ近づけた以下のフローシートに従う。

パルプ試料→離解→脱水→叩解（こうかい）→希釈→（添加剤）→抄紙→プレス脱水→乾燥

#### 1-1 離解(disintegration)

通常のパルプシートは乾燥状態なので水中で機械的にほぐして1本1本の繊維にする必要がある。また、湿潤パルプでも繊維同士の塊をほぐすためにこの離解処理を行う。装置は標準離解機を用い、パルプ濃度1.5%、湿潤パルプでは1500rpm程度で5分間攪はんする。

#### 1-2 叩解(refining or beating)

叩解は製紙工程の中でも重要であり、紙の物性に大きく影響する。パルプ懸濁液にPFIミルなどを用いて機械応力を加えることにより、繊維のフィブリル化や切断、膨潤を起こさせ、繊維に柔軟性を与える。繊維に柔軟性が増すと繊維間結合面積が増加する結果、引張り強さなどの物理的性質が向上する。しかし、繊維間結合面積が増加してくると紙の不透明性は低下する。また、叩解し過ぎたパルプでは濾水度（脱水性）が下がる。従って、目的に合わせて叩解の条件を適当に選択する必要がある。

#### 1-3 抄紙添加剤の添加

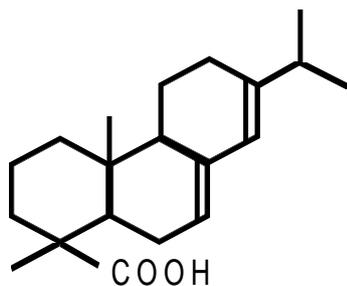
工業製品としての紙は手抄きシートとは多くの性質が異なり、製品の品質コントロールや操業コントロールのために多種多様な添加物が加えられている。その代表的なものは、紙への水の浸透性を抑え、発水性を付与するサイズ剤(size)、紙に不透明性を付与し、白色度を上げる填料(filler)、更にサイズ剤や填料、微細繊維等の抄紙ワイヤーから抜けてしまい易い成分をシート中に保持する役割を有する歩留り向上剤(retention aid)、その他、湿潤紙力増強剤(wet-strength resin)、乾燥紙力増強剤(dry-strength resin)等がある。代表的な酸性紙および中性紙と言われる添加剤システムを示すと、

#### 酸性紙

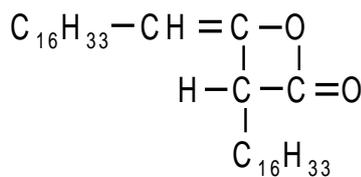
サイズ剤：	ロジンサイズ（アビエチン酸等のテルペン類を主成分とする）
リテンションエイド：	硫酸アルミニウム（通称アラム）
填料：	クレー、二酸化チタン、タルク等
pH：	4.5～5.5

#### 中性紙

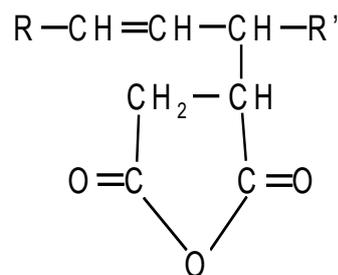
サイズ剤：	アルキルケテンダイマー（AKD）、アルケニル無水コハク酸（ASA）等のカチオン性エマルジョン
リテンションエイド：	カチオン性高分子
填料：	炭酸カルシウム、二酸化チタン等
pH：	7.5～8.5



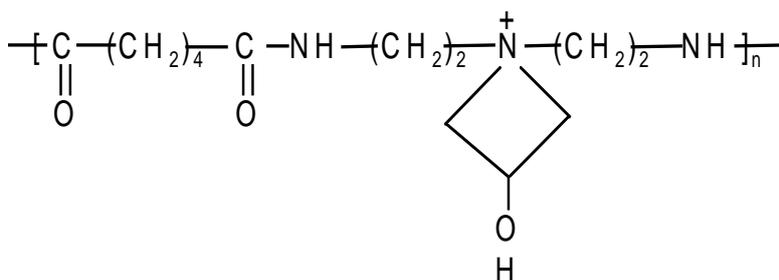
Abietic acid



Alkylketene dimer (AKD)

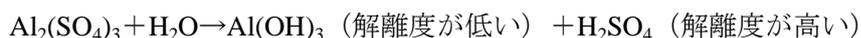


Alkylkenyl succinic anhydride (ASA)



### Polyamineamide-epichlorohydrin resin (PAE)

ところで、図書の保存の問題がクローズアップされているが、これは従来のサイズ剤がロジン-アラム系であったため、長時間の図書の保存中に硫酸アルミニウムやpH制御を目的に添加される硫酸の酸性によりセルロース、ヘミセルロースが加水分解して高分子材料としての強度が低下していく（劣化）ためと考えられている。一方、中性サイズ剤と呼ばれるAKD-カチオンポリマー系ではこの劣化作用は小さい。本実験では、AKD-カチオン性高分子の中性手抄きシートを調製する。



#### 1-4 抄紙、プレス、乾燥

標準手抄き装置を用いて面積  $200 \text{ cm}^2$ 、坪量 ( $1 \text{ m}^2$  当りの絶乾重量を  $\text{g}$  で表わしたもの) 約  $60 \text{ g/m}^2$  (本実験の場合は填料の重量を含まない) の手抄きシートを調製する。プレスによる脱水はコーチロール、油圧プレスを用い、吸水紙に水分を吸収させる。乾燥はドラム式乾燥機を用いる。

#### 2. 実験 (シート調製のフローシート参照)

試料：市販広葉樹漂白クラフトパルプ

試薬：AKD系サイズ剤-ハーサイズ-720 (固形分21.1%)  
 助剤カチオンポリマー(PAE樹脂)-ハーマイドPY-525 (固形分25%)  
 (PAE=ポリアミンポリアミドエピクロロヒドリン樹脂)

装置：標準離解機、PFIミル、ろ水度測定器、標準手抄き装置、油圧プレス機

器具：ポリエチレン製メスシリンダー(2L, 500mL, 100mL)、ふるい(目開き  $90 \mu\text{m}$ )、ポリエチレン製バケツ(1L, 2L)、ポリエチレン製注射器(10mL)、はかり、厚手ろ紙、薄手ろ紙

試薬調製操作：

- (1) 1%AKDエマルジョンは、AKDエマルジョン原液を約1g秤り取り、約21倍に希釈して調製。1%カチオン性高分子溶液はPAE原液約1gを秤り取り、25倍に希釈して調製。

離解操作：

- (1) (風乾質量で) 27 g (絶乾24 g 相当) のパルプを採取し、水を加え少なくとも3時間は浸漬しておく。(できれば前日から準備) (通常10%程度吸湿しているため27 gを秤り取る。また叩解や網を使った脱水などの作業中に2~3%程度は回収しきれないと考え、多めによってよい。) 未叩解分は風乾で19.8g (絶乾24 g 相当) を採取する。
- (2) この水膨潤パルプに更に水を加え、全量で1.6Lとする。
- (3) 5分間離解する。

叩解操作：

- (1) 離解パルプをふるいにあけ、手で水を絞って全量を240 gにする (パルプ濃度10%)。
- (2) 上記のパルプをミルハウスに入れ、その内壁に手でパルプを万遍無く押し付ける。
- (3) ロールをミルハウス内に降ろし、カバーを取り付ける。
- (4) まずミルハウスを回転させ、次にロールを回転させる。ストップハンドルを倒し、ロールを加圧状態にすると同時にカウンターのリセットボタンを押して回転数をカウントさせる。回転数は実際の1/10の値が表示される。
- (5) 回転数は5000 (カウントでは500) とする。
- (6) カウント数が予定数に達したら、ストップハンドルを戻して無加圧にし、スイッチを切る。

**注意!** P F I ミル使用中はロールとミルハウスが大きな慣性で回転しており、非常に危険なので、使用中は近寄らないようにすること。

- (7) カバーをはずし、ロールを上げ、ミルハウスからパルプを取り出し標準離解機の容器に入れる。その約30gはろ水度測定のために取り出し、プラスチック製秤量皿に入れておく。さらに繊維長測定用に約30g程度を取り分けて冷蔵庫で保管する。
- (8) ロールとミルハウス内に付着したパルプを洗い流し、洗浄しておく。
- (9) 叩解した残りのパルプは、水を加えて1.6 Lとし、標準離解機で離解を行って凝集物をなくす。

添加剤の添加操作：

- (1) 離解した叩解パルプを大きいポリバケツに入れ、水を加えて14 Lとする。
- (2) よく攪はんしてから、そのうち3.2 L (絶乾パルプ4.8 gを含む) を小さいポリバケツに分け取る。サイズ剤無添加シートの調製にはこのパルプ懸濁液を用いる。
- (3) 叩解無添加シート3枚 (A系列) を後述の抄紙操作により調製する。
- (4) 大きいポリバケツから別に3.2 L (絶乾パルプ4.8 gを含む) を小さいポリバケツに分け取る。パルプ懸濁液を攪はんしながら1%AKDエマルジョン1.0mLをマイクロピペットで測り取って加える。約1分後、1%カチオン性高分子 (PAE) 溶液0.5mLを同様にして添加し、シート3枚 (B系列) を調製する。
- (5) 更に未叩解サイズ剤添加シート (C系列) も同様にそれぞれ3枚ずつ調製する。

抄紙操作：抄紙機を用いて行う。

- (1) 別紙フローチャートを参照しながら、広葉樹パルプを用いて叩解無添加シート (A系列)、叩解サイズ剤添加シート (B系列)、未叩解無添加シート (C系列) をそれぞれ3枚ずつ調製する。
- (2) 絶乾重量4.8gのパルプを含む懸濁液 (それぞれ3.2Lで、濃度0.15%) から、取っ手付き1L容ポリ容器でよく攪はんし、パルプを十分に分散させる。次の手順で、叩解無添加シート (A系列) 3枚を調製する。さらに、サイズ剤添加シート (B系列) 3枚、未叩

解無添加シート（C系列）3枚を順次調製する。

- (3) 坪量約60 g/m<sup>2</sup>となるように手抄きシートを作るが、1枚の網の面積が200 cm<sup>2</sup>なので、1枚当りの絶乾パルプ重量は1.2 gである。パルプ懸濁液の濃度が0.15%であるから1枚当たり800 mLの懸濁液をとればよい。
- (4) 手抄きシート装置の排水コックを閉じ、注水コックを開ける。網面を洗ってからシリリンダーを立てて留める。
- (6) シリンダー内に高さ数cmの水を網から湧き出させ、メスシリンダーのパルプ懸濁液（800mL）をシリンダー内に注ぎ入れる。
- (7) シリンダー内部の刻線（網から35 cm）まで水が満ちたら注水を止める。
- (8) 多孔板を上下に6往復（2秒／往復）し、最後に引き上げる時はゆっくり上げる。
- (9) 10秒待って排水コックを開けて排水し、排水音が消えたらシリンダーを倒す。
- (10) 手抄きシートとほぼ同じ大きさのろ紙を、網の上のシートにきちんと重ねる。
- (11) その上に厚い吸水ろ紙2枚を重ね、その上にクーチ板（金属板）をのせる。
- (12) 金属製の重いクーチロールを静かにクーチ板上に置き、前後に5往復する。
- (13) 吸水ろ紙を除き、薄いろ紙のついたままのシートを金網から注意深くはがし、乾燥プレート（金属板）にシートの金網面を張り付ける。
- (14) 薄いろ紙上に吸水ろ紙2枚を敷く。
- (15) 以下(1)に戻り、繰り返しシートを作り、乾燥プレート、シート、薄いろ紙、吸水ろ紙2枚の組み合わせで、積み重ねる。全部で12枚のシートができる。
- (16) 上記の積み重ねをプレス器に置く。手回しハンドルを回して加圧が始まるころまでプレートを押し付ける。ゲージの針が動き始めたら、油圧シリンダーのハンドルで加圧を続け、410 kPa（4.18 kg/cm<sup>2</sup>）の圧で5分間保つ。油圧を0まで下げてから手回しハンドルを回して加圧装置を上げておく（自動装置の場合は圧力、時間をセットしてから開始するだけでよい）。  
※ JISでは、吸水ろ紙を交換し、同じ圧力でさらに2分間プレスするが、ここでは省略する。
- (17) シート類の重ね合わせた物を取り出す。
- (18) 薄いろ紙が手すきシートに付いた状態で乾燥プレートから2枚いっしょにはがす。
- (19) A-1, A-2, A-3, B-1, ..., C-3まで、シートの端に試料名を鉛筆で小さく書く。

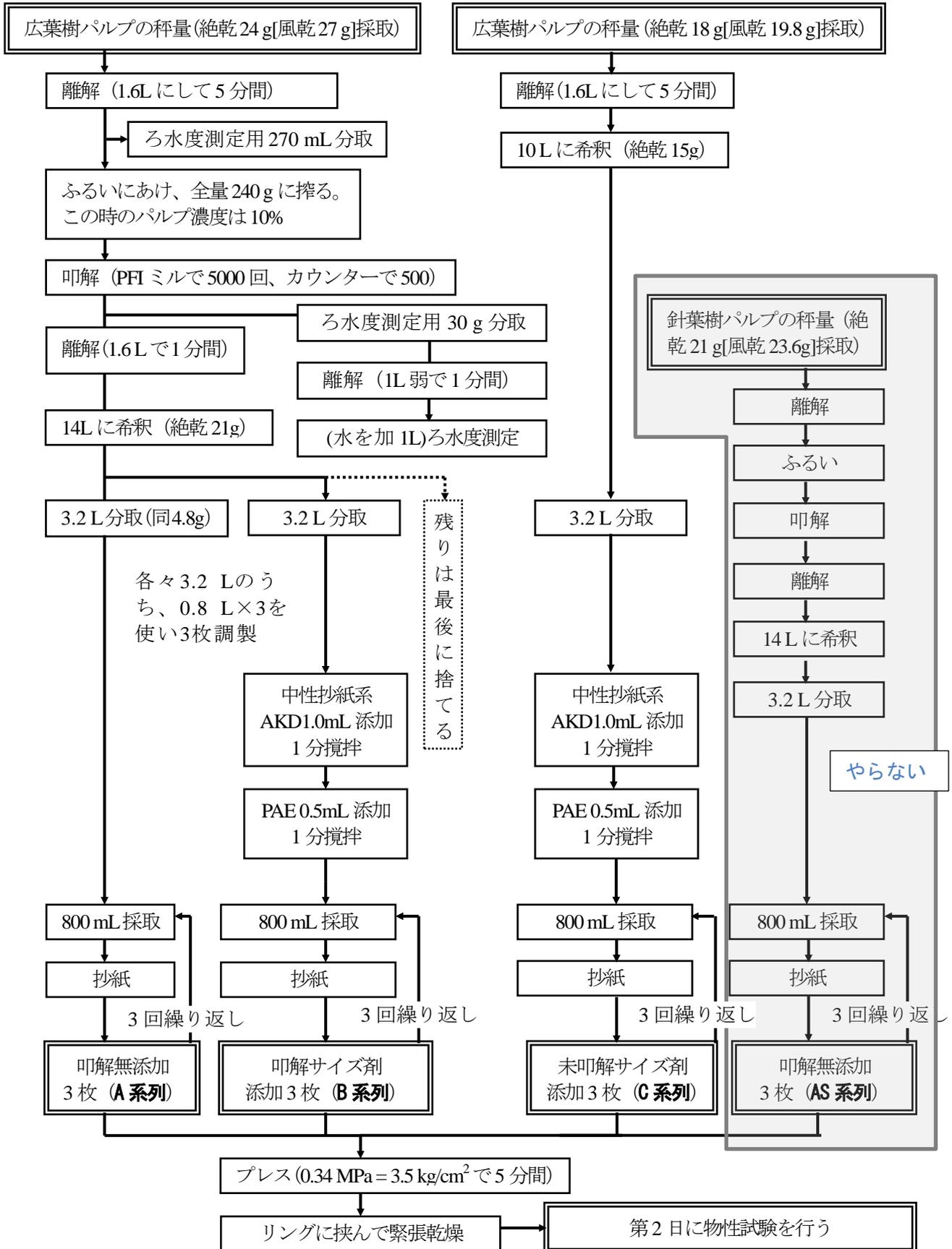
### 3. 考察

★離解と叩解の違い

★AKD及びカチオン性高分子の添加量（乾燥パルプ質量に対し何%か）と化学構造

★AKD及びカチオン性高分子の役割

紙料調成・抄紙フローシート



\*AKD、PAE は各 1% 溶液で添加する。手抄きシート 1 枚は、絶乾パルプ重量で 1.2 g、面積は 200 cm<sup>2</sup> なので坪量は 60 g/m<sup>2</sup> が目安となる。

## 紙の物性評価と利用技術の基礎（評価と観察）

前回の実験では、抄紙（しょうし）の条件を変えて4種類の試験用すき紙（以下、シートと呼ぶ）を調製した。今日の実験は、このシートの分析と観察、使用した繊維の分析を行うことにより、抄紙条件の変化がどのように紙の性質に影響を与えたかを評価する。

事前準備：針葉樹パルプと広葉樹パルプを水に漬けておく。

### 4月20日(水)

時間（予定）	測定項目	場所	担当者
12:15-13:00	（回収後）厚さと質量	総合A618	江前
13:10-13:30 13:30-15:00	試料採取・イオンスパッタ S-4200<電子顕微鏡観察>	2D123	江前
15:00-15:15	休憩	総合A618他	
15:15-16:15	吸水速度	総合A618	シュ
16:15-16:30	レポート作成	総合A618	江前

### 4月27日(水)

12:15-12:30	ろ水度測定乾燥パルプ秤量	E202	江前
12:30-12:40	ろ水度の計算	総合A618	江前
12:40-13:10	強度試験用 試験片採取	総合A618	江前
13:10-13:40	耐折試験	総合A618	江前
13:40-15:00	引張試験	2D121	江前
15:00-15:15	休憩	総合A618他	
15:15-16:15	繊維長と幅の測定	総合A618	江前
16:15-16:30	レポート作成	総合A618	江前

### 系列名と各系列シートの原料と処理

系列	繊維の種類	叩解	サイズ剤・助剤
A系列	広葉樹	叩解	無添加
B系列			AKD 1.0 mL PAE 0.5 mL
C系列		未叩解	

※ このテキストは、ホームページからダウンロードできます。  
<http://www.enomae.com/JNREXP2016/index.html>

# 紙の物性値測定

## 1. 総論

紙は我々の日常生活と最も密接に結び付いている材料の一つである。従って、その用途に応じて様々な性質が要求されることになり、紙自身はそれぞれの要求に沿った性質をもつように設計、製造されなければならない。本実験では、紙の持つ基礎的な性質を理解することを目的とし、前実験で調製した3種の手抄きシートの厚さ、坪量、密度、引張り強さ、耐折強さ、引裂き強さ、サイズ度、白色度、不透明度を測定し、それらの結果の要因を考察する。なお、紙は（特に）湿度によって物性値が変化するので、物性測定の実験環境は、23℃、相対湿度 50%である。しかし、今回の実験では恒温恒湿室が使用できないので測定中に温度と相対湿度を記録しておく。

## 2. 実験

試料：前実験で調製したA, B, Cの各系列のシート3枚

装置：はかり、紙厚計、MIT耐折試験機、自動走査吸液計（ASA）、走査型電子顕微鏡（SEM）、白金スパッタ

器具：カッターナイフ、裁断機、定規、SEM用アルミニウム試料台、導電性テープ、はさみ、切片作製用透明ブロック、カミソリの刃、ピンセット

### [1]厚さ、質量測定操作：

- (1) すべての試料が区別できるように目印（番号）をつける。A-1, A-2, ..., C-3まで端に小さい文字で書き込む。
- (2) マイクロメータのゼロ点を、zeroボタンを押して調整する。円板昇降ボタンを押して隙間を開け試験片をマイクロメータの円形加圧面の間に入れ、上部加圧面を試験片から約0.6mmの位置から落下させて厚さを読み取る。1枚のシートにつき3点を測定する（1  $\mu\text{m}$ の桁数まで記録する）。
- (3) はかりでシートの質量を測定する。g単位で小数点以下4桁まで記録する。はかりの精度が低い場合でも小数点以下2桁まで記録すること。
- (4) 全てのシート計12枚

### 坪量、密度の計算：

- (1) 1枚のシート面積は200  $\text{cm}^2$ なので上の測定値から坪量( $\text{g}/\text{m}^2$ )を計算する。
- (2) 坪量と厚さから密度( $\text{g}/\text{cm}^3$ )を計算する。  
\*力学物性値計算の際に、どのシートを使用したかを記録しておき、計算で坪量が必要であれば、ここで計算した値を用いる。

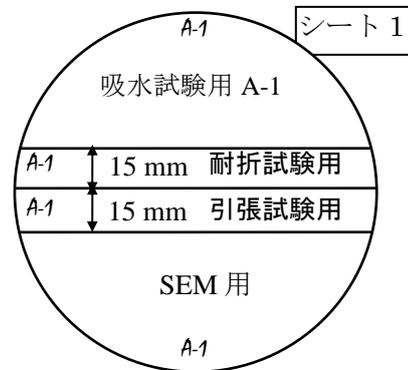
## [2]試験片採取の手順：

(1) A、B、Cの3系列のシートから次のように物性試験用の試料を採取する。系列の種類がわかるように、試験片の隅に小さく、鉛筆で“A-1”（「Aのシート1」の意味）のように、書き込んでください。

(2) シート1：幅15 mmの試験片を2枚採取する。1枚は耐折試験用、もう1枚は引張試験用。残りは、吸水試験用と電子顕微鏡（SEM）観察用とする

(3) シート2：中央の幅15mmの試験片2枚を引張試験用。幅15 mmの試験片を2枚採取する。1枚は耐折試験用、もう1枚は引張試験用。残りは

(4) シート3：予備（シート1、シート2に折り目や裂けなどの欠点があればシート3を使ってください。）



## [3]耐折強さ試験操作：

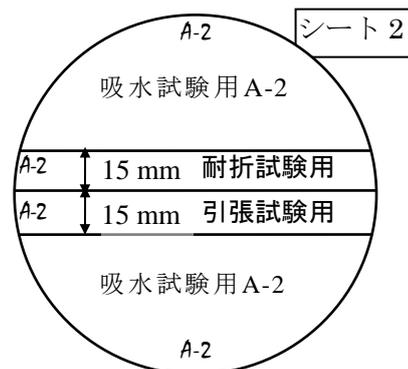
(1) 3系列のシート1から採取した幅15mmの各2枚の試験片を用意する。

(2) 張力9.8N(1.0 kgf)になるように上部のピストンを押し込み、右のネジで留める。

(3) 試験片を試験機にセットし、ネジを弛めてカウンターを0にしてからスイッチを入れる。

(4) 往復折り曲げ試験をして試験片が切れるまでの往復折り曲げ回数を記録する。

以下、簡易マニュアル。試験中はこれを参照して繰り返し測定する。



- ① スイッチをoffにする。
- ② バネを1.0 kgfになるように押し込んで右側のねじで止めておく。
- ③ 下側の回転つかみが上を向くように手で回す。
- ④ 上のつかみに試料を付ける。つかみに対し試料が直角となるようにする。
- ⑤ 下のつかみに付ける。
- ⑥ カウンターを99999にしてから000000に合わせる。
- ⑦ 【忘れやすい注意！】バネのネジを緩める。
- ⑧ スイッチをonにし、試料が切れるまで待つ。  
→ ①に戻る

試験片ごとに次のように計算する（下記の式参照）。往復折り曲げ回数の個々の値の対数を取り、その対数の平均値である耐折強さ（小数点以下2けたに丸める）を求める。さらにその真数を取り、ISO耐折回数（有効数字2けたに丸める）を求める。

$$\text{耐折強さ} = \overline{\log_{10}(\text{往復折り曲げ回数})}$$

$$\text{ISO耐折回数} = 10^{\text{耐折強さ}}$$

#### [4] 繊維長と繊維幅測定操作：

- (1) 広葉樹漂白クラフト及び針葉樹漂白のクラフトのドライラップパルプ（乾燥した製紙原料用のパルプ）を各0.8g採取し、約1.6Lの水を入れて、各5分程度ずつ離解する。
- (2) 離解機の容器から繊維の懸濁液約100mLを専用の500mL容ビーカーにそれぞれ採取し、水で希釈して約400mLとしておく。
- (3) ファイバーテスター（写真）の回転ステージにセットする。
- (4) アプリケーションを起動する。
- (5) Detailedを選択し、測定を開始する。
- (6) 数分後に結果が表示されたら、各繊維長区分と頻度（%）or 本数を記録する。
- (7) 横軸に繊維長区分、縦軸に長さ平均繊維長を取りプロットする。



$i$ 番目の区分に、繊維長 $l_i$ の繊維が $n$ 本あるとすると、長さ平均繊維長 $L_2$ は、次のように表すことができる。

$$L_2 = \frac{\sum n_i l_i^2}{\sum n_i l_i}$$

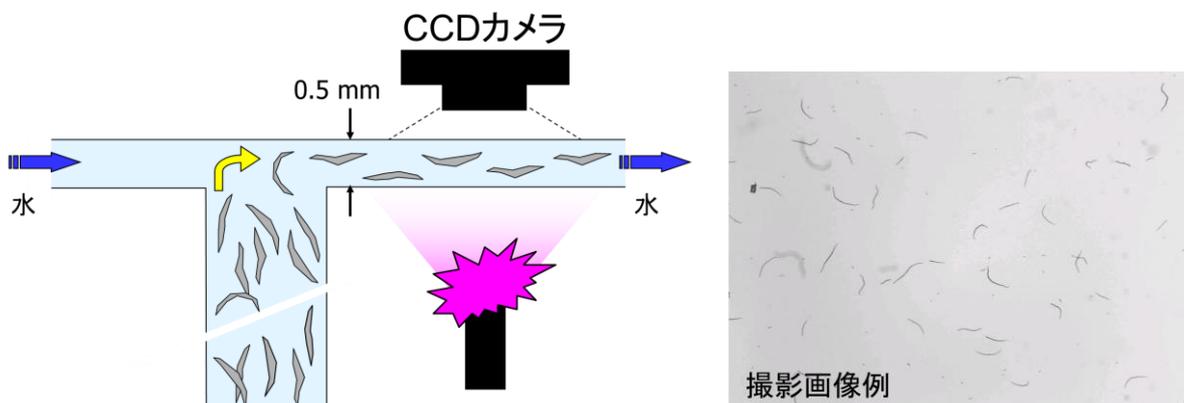
結果は、繊維長の各区分 $i$  ( $i=1, 2, 3, \dots$ ) の中央値 $l_i$ と本数 $n_i$ で表示される。もし、表示が $l_{i\_min} \sim l_{i\_max}$ のように範囲で示される場合は、

$$l_i = \frac{l_{i\_min} + l_{i\_max}}{2}$$

とする。 $l_i$ を横軸に、 $\frac{n_i l_i^2}{\sum n_i l_i^2}$ を縦軸に取りプロットする。

#### ファイバーテスターの測定部の構造

本装置は、2枚のガラス板に挟まれた0.5mmの幅の隙間（図左）に希薄な繊維懸濁液を流し、ストロボ撮影を行って、画像（図右）に写っている全繊維の長さと幅を画像処理によって求める。通常20,000本の繊維の測定が終わると自動的に測定を終了し、結果を表示する。



## [5] ろ水度測定操作：

- (1) カナダ標準ろ水度（“Canadian Standard” freeness=CSF）を実験初日に測定した。  
「ろ水」とは、濾（こ）して出てきた水、及び水がこされて出てくることを指す。
- (2) カナダ標準ろ水度の定義と原理は次の通りである。

単位 mm

**定義** カナダ標準ろ水度試験器（図）のサイドオリフィス（側管）から集めたる水を、試験条件下の試料の温度及び固形分濃度で補正して、容量をミリリットル（mL）で表したものを。

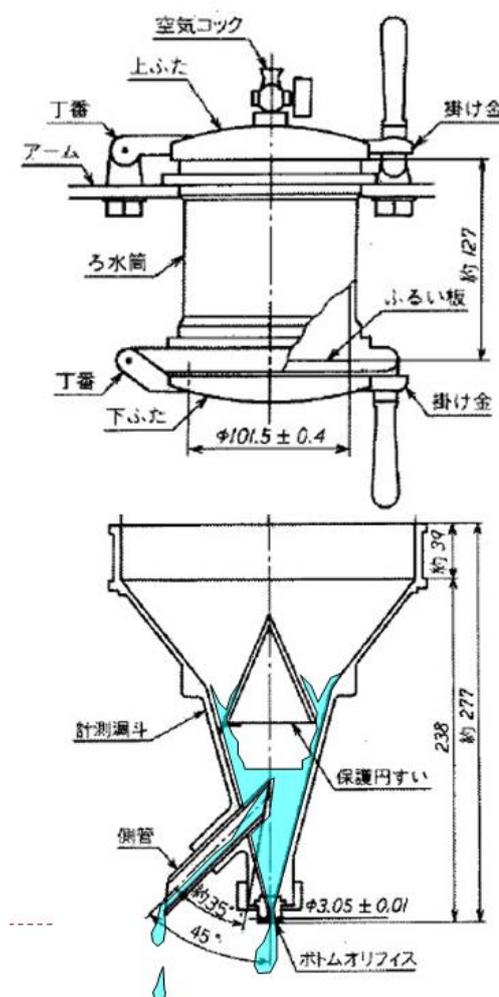
**原理** 一定量のパルプ懸濁液は、孔のあいたふるい板上に形成した繊維マットを通過して計測漏斗の中へ排出される。計測漏斗には、ボトムオリフィス（直下開口部）及びサイドオリフィス（側管）が備わっている。側管から排出されたる水量を測定する。排出されたる水量をミリリットル（mL）で表したものを、パルプのカナダ標準ろ水度とする。

**解釈** ボトムオリフィスは径が小さいため、繊維マットを透過して早くろ水するときには水かさがすぐに上がり、側管からあふれ出す水の量が多くなる。すなわちカナダ標準ろ水度が大きい値（mL）を示す。このときは繊維マットの水切れがよい、と解釈できる。

- (3) ろ水量を測り終わった直後にろ水の温度を測定し、また回収した繊維マットを乾燥器に入れる。

### 今回の実験はここから

- (4) 繊維マットの絶乾質量を測定する。
- (5) カナダ標準ろ水度は繊維マットの質量、水温（水の粘度が変わるため）の影響を受けるため、測定後に補正表に基づいて、値を修正する必要がある。補正表は次ページ及び次々ページにある。温度と濃度でそれぞれ補正する量を補正表から求め、排水量の読み（mL）に加える（引く）。例えば、読みが410（mL）で濃度が0.22%、温度が16.5℃であったとすると、濃度補正-62 mL、温度補正+16 mLなので、 $410-62+16=364$  mLが求めるカナダ標準ろ水度となる。補正表では、大まかな補正值しか掲載されていないので、上下前後の値から案分（比例配分）して補正值を決めてください。  
※漂白クラフトパルプの場合、この補正表の通り補正しても必ずしも正しい値とは言えないという理由で、現在はこの補正表は規格から削除されていますが、だいたい正確です。



### 附属書 C

(参考)

### 濃度 0.30 %へのろ水度補正表

排水量 の読み mL	試料の濃度%																				排水量 の読み mL	
	-mL										+mL											
	0.20	0.21	0.22	0.23	0.24	0.25	0.26	0.27	0.28	0.29	0.30	0.31	0.32	0.33	0.34	0.35	0.36	0.37	0.38	0.39		0.40
20	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0	2	3	5	7	9	11	13	15	17	19	20
30	—	—	—	—	—	10	8	6	4	2	0	2	4	6	8	10	13	15	17	19	21	30
40	22	20	18	16	13	11	9	7	5	2	0	3	5	7	9	12	14	17	19	21	23	40
50	25	23	20	18	15	13	10	8	5	3	0	3	6	8	10	13	16	18	21	23	25	50
60	28	25	22	19	17	14	11	9	6	3	0	3	6	9	11	14	17	19	22	25	27	60
70	31	27	23	20	18	15	12	9	6	3	0	3	6	9	12	15	18	21	24	27	29	70
80	33	29	25	22	19	16	13	9	6	3	0	4	7	10	13	16	19	22	25	28	31	80
90	36	31	27	24	21	17	13	10	7	3	0	4	7	10	13	16	20	23	26	29	32	90
100	38	33	29	26	22	18	14	10	7	3	0	4	7	11	14	17	21	24	27	30	34	100
110	40	35	31	27	23	19	15	11	7	3	0	4	8	11	14	18	22	25	28	31	35	110
120	42	37	33	29	24	19	15	11	7	3	0	4	8	11	15	19	23	26	29	33	36	120
130	44	39	35	30	25	20	16	12	8	4	0	4	8	12	15	20	24	27	31	35	38	130
140	46	41	36	31	26	21	17	12	8	4	0	4	8	12	16	20	24	28	32	36	40	140
150	48	42	37	32	27	22	17	12	8	4	0	4	8	12	16	21	25	30	34	38	42	150
160	50	44	39	33	28	23	18	13	9	4	0	4	8	13	17	22	26	31	35	39	43	160
170	52	46	40	34	29	24	19	14	10	5	0	5	9	14	18	23	27	32	36	41	45	170
180	54	48	42	36	30	25	20	15	10	5	0	5	10	15	19	24	28	33	37	42	46	180
190	56	49	43	37	31	26	20	15	10	5	0	5	10	15	19	24	28	33	38	43	47	190
200	58	51	45	38	32	26	21	15	10	5	0	5	10	15	20	25	29	34	39	44	48	200
210	60	53	46	39	33	27	21	15	10	5	0	5	10	16	21	26	30	35	40	45	49	210
220	61	54	47	40	34	28	22	16	10	5	0	5	11	16	21	26	31	36	41	46	50	220
230	62	55	48	41	35	28	22	17	11	5	0	6	12	17	22	27	32	37	42	47	51	230
240	63	56	49	42	35	29	23	17	11	5	0	6	12	17	23	28	33	38	43	48	53	240
250	64	57	50	43	37	30	23	17	11	5	0	6	12	18	23	29	34	39	44	49	54	250
260	65	58	51	44	37	30	24	18	12	6	0	7	13	19	24	30	35	40	45	50	55	260
270	67	59	52	45	38	31	25	19	12	6	0	7	13	19	25	31	36	41	46	51	56	270
280	68	60	53	46	39	32	25	19	12	6	0	7	13	19	25	31	36	41	47	52	57	280
290	70	62	54	47	40	33	26	19	13	6	0	7	13	19	25	31	36	42	47	52	57	290
300	72	64	56	48	41	34	27	20	13	6	0	7	13	19	25	31	36	42	48	53	58	300
310	73	65	57	49	41	34	27	20	13	7	0	7	13	19	25	31	37	43	48	53	58	310
320	75	66	58	50	42	35	27	20	13	7	0	7	13	19	25	31	37	43	48	53	58	320
330	77	68	59	51	43	35	27	20	13	7	0	7	13	19	25	32	38	43	48	53	58	330
340	78	69	60	52	43	35	27	20	13	7	0	7	14	20	26	32	38	44	49	54	59	340
350	79	70	61	52	43	35	27	20	13	7	0	7	14	20	26	32	38	44	49	54	59	350
360	80	70	61	52	43	35	28	21	14	7	0	7	14	20	26	32	38	44	49	54	59	360
370	81	71	61	52	44	36	28	21	14	7	0	7	14	20	26	32	38	44	49	54	59	370
380	81	71	61	52	44	36	29	21	14	7	0	7	14	20	26	32	38	44	49	54	59	380
390	82	72	62	53	45	37	29	21	14	7	0	7	14	20	26	32	38	44	49	54	59	390
400	82	72	62	53	46	37	29	21	14	7	0	7	14	20	26	32	38	44	49	54	59	400
420	83	72	62	54	45	37	29	21	14	7	0	7	14	20	26	32	38	44	49	54	59	420
440	83	73	63	54	45	37	29	21	14	7	0	7	14	20	26	32	38	44	49	54	59	440
460	83	73	63	54	45	37	29	21	14	7	0	7	14	20	26	32	38	44	49	53	58	460
480	83	73	63	54	46	37	29	21	14	7	0	7	14	20	26	32	38	42	47	52	57	480
500	83	73	63	54	46	37	29	21	14	7	0	7	14	20	26	31	36	41	46	51	56	500
520	82	72	62	53	44	36	28	21	14	7	0	7	13	19	25	30	35	40	45	50	55	520
540	80	71	62	53	44	36	28	21	14	7	0	6	12	18	24	29	34	39	44	49	54	540
560	78	69	60	51	43	35	28	21	14	7	0	6	12	17	22	27	32	37	42	47	52	560
580	76	67	58	50	42	34	27	20	13	6	0	6	12	16	22	27	32	37	42	46	50	580
600	75	66	58	50	42	34	27	20	13	6	0	6	11	16	21	26	31	36	40	44	48	600
620	74	65	57	49	41	33	26	19	12	6	0	5	10	15	20	25	30	34	38	42	47	620
640	73	64	56	48	40	32	25	18	12	6	0	5	10	15	20	25	29	33	37	41	46	640
660	71	63	55	47	39	31	24	17	11	6	0	5	9	14	19	24	28	31	35	39	45	660
680	70	63	55	46	39	31	24	16	11	5	0	4	9	13	18	23	27	30	34	38	44	680
700	69	62	54	46	38	30	23	16	11	5	0	4	8	13	18	22	26	29	33	37	42	700

附属書 D  
(参考)

温度 20 °C へのろ水度補正表

排水量 の読み mL	試料の温度°C																													排水量 の読み mL
	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30									
	+mL										-mL																			
30	11	9	8	6	6	5	4	3	2	1	0	1	2	3	4	5	6	6	8	9	11	30								
40	12	10	9	7	7	6	5	3	2	1	0	1	2	3	5	6	7	7	9	10	12	40								
50	14	12	11	8	8	7	6	4	3	1	0	1	3	4	6	7	8	8	11	12	14	50								
60	15	14	12	9	9	8	6	4	3	1	0	1	3	4	6	8	9	9	12	14	15	60								
70	17	15	13	10	10	8	7	5	3	2	0	2	3	5	7	8	10	10	13	15	17	70								
80	19	17	15	11	11	9	8	6	4	2	0	2	4	6	8	9	11	11	15	17	19	80								
90	20	18	16	12	12	10	8	6	4	2	0	2	4	6	8	10	12	12	16	18	20	90								
100	21	19	17	13	13	10	8	6	4	2	0	2	4	6	8	10	13	13	17	19	21	100								
110	23	21	18	14	14	11	9	7	5	2	0	2	5	7	9	11	14	14	18	21	23	110								
120	25	22	20	15	15	12	10	7	5	2	0	2	5	7	10	12	15	15	20	22	25	120								
130	26	23	21	16	16	13	11	8	5	3	0	3	5	8	11	13	16	16	21	23	26	130								
140	27	24	22	16	16	14	11	8	5	3	0	3	5	8	11	14	16	16	22	24	27	140								
150	29	26	23	17	17	14	11	9	6	3	0	3	6	9	11	14	17	17	23	26	29	150								
160	30	27	24	18	18	15	12	9	6	3	0	3	6	9	12	15	18	18	24	27	30	160								
170	31	28	25	18	18	15	12	9	6	3	0	3	6	9	12	15	18	18	25	28	31	170								
180	32	29	26	19	19	16	13	10	6	3	0	3	6	10	13	16	19	19	26	29	32	180								
190	33	30	26	20	20	16	13	10	6	3	0	3	6	10	13	16	20	20	26	30	33	190								
200	34	31	27	20	20	17	13	10	7	3	0	3	7	10	13	17	20	20	27	31	34	200								
210	35	31	28	21	21	18	14	10	7	3	0	3	7	10	14	18	21	21	28	31	35	210								
220	36	32	29	22	22	18	14	10	7	4	0	4	7	10	14	18	22	22	29	32	36	220								
230	37	33	30	22	22	19	15	11	7	4	0	4	7	11	15	19	22	22	30	33	37	230								
240	38	34	31	23	23	19	15	11	8	4	0	4	8	11	15	19	23	23	31	34	38	240								
250	39	35	31	23	23	20	16	12	8	4	0	4	8	12	16	20	23	23	31	35	39	250								
260	40	36	32	24	24	20	16	12	8	4	0	4	8	12	16	20	24	24	32	36	40	260								
270	41	37	33	24	24	20	16	12	8	4	0	4	8	12	16	20	24	24	33	37	41	270								
280	42	38	34	25	25	21	17	13	8	4	0	4	8	13	17	21	25	25	34	38	42	280								
290	42	38	34	25	25	21	17	13	8	4	0	4	8	13	17	21	25	25	34	38	42	290								
300	43	39	34	25	25	21	17	13	8	4	0	4	8	13	17	21	25	25	34	39	43	300								
310	43	39	34	25	25	21	17	13	8	4	0	4	8	13	17	21	25	25	34	39	43	310								
320	43	39	34	25	25	21	17	13	8	4	0	4	8	13	17	21	25	25	34	39	43	320								
330	44	40	35	26	26	22	18	13	9	4	0	4	9	13	18	22	26	26	35	40	44	330								
340	44	40	35	26	26	22	18	13	9	4	0	4	9	13	18	22	26	26	35	40	44	340								
350	44	40	35	26	26	22	18	13	9	4	0	4	9	13	18	22	26	26	35	40	44	350								
360	44	40	35	26	26	22	18	13	9	4	0	4	9	13	18	22	26	26	35	40	44	360								
370	45	41	36	26	26	22	18	13	9	4	0	4	9	13	18	22	26	26	36	41	45	370								
380	45	41	36	27	27	22	18	13	9	4	0	4	9	13	18	22	27	27	36	41	45	380								
390	45	41	36	27	27	23	18	14	9	4	0	4	9	14	18	23	27	27	36	41	45	390								
400	46	41	37	28	28	23	18	14	9	4	0	4	9	14	18	23	28	28	37	41	46	400								
420	45	41	36	27	27	23	18	14	9	4	0	4	9	14	18	23	27	27	36	41	45	420								
440	45	41	36	27	27	22	18	13	9	4	0	4	9	13	18	22	27	27	36	41	45	440								
460	44	40	35	27	27	22	18	13	9	4	0	4	9	13	18	22	27	27	35	40	44	460								
480	43	39	34	25	25	21	17	13	8	4	0	4	8	13	17	21	25	25	34	39	43	480								
500	42	38	34	25	25	21	17	13	8	4	0	4	8	13	17	21	25	25	34	38	42	500								
520	42	38	33	24	24	20	16	12	8	4	0	4	8	12	16	20	24	24	33	38	42	520								
540	42	37	33	24	24	20	16	12	8	4	0	4	8	12	16	20	24	24	33	37	42	540								
560	41	37	32	24	24	20	16	12	8	4	0	4	8	12	16	20	24	24	32	37	41	560								
580	41	36	32	24	24	20	16	12	8	4	0	4	8	12	16	20	24	24	32	36	41	580								
600	40	36	32	24	24	20	16	12	8	4	0	4	8	12	16	20	24	24	32	36	40	600								
620	39	35	31	23	23	19	16	12	8	4	0	4	8	12	16	19	23	23	31	35	39	620								
640	37	33	29	21	21	18	14	11	7	4	0	4	7	11	14	18	21	21	29	33	37	640								
660	36	32	28	21	21	17	14	10	7	3	0	3	7	10	14	17	21	21	28	32	36	660								
680	35	31	27	20	20	17	13	10	6	3	0	3	6	10	13	17	20	20	27	31	35	680								
700	33	30	26	20	20	16	13	9	6	3	0	3	6	9	13	16	20	20	26	30	33	700								

## [6] 吸水速度測定操作：

- (1) 3系列のそれぞれシート1の残りの弓形状試験片1枚を用意する。
- (2) 自動走査吸液計ASA（図）を用いて吸水速度を測定する。本来は紙表面上を給液ヘッドが走査して測定されるが、ここでは内径1mmのヘッドを紙面上の1点に置いて、水が放射状に濡れ拡がりながら浸透していく体積を経過時間とともに記録する。
- (3) 弓形の試験片をASAの回転ステージ上に載せ、磁石で固定する。このときプレートに当たっていた平滑な面を上にする。
- (4) アプリケーションを起動し、Tをクリックしてからファイル名などを入力する
- (5) ガラス管に十分液体が満たされていることを確認してから内径1mmのヘッドをゆっくり降ろし、約30秒間吸水体積の経時変化を記録する。
- (6) データでは経過時間と測定を開始してからの吸水体積が組が十数点出力されるので

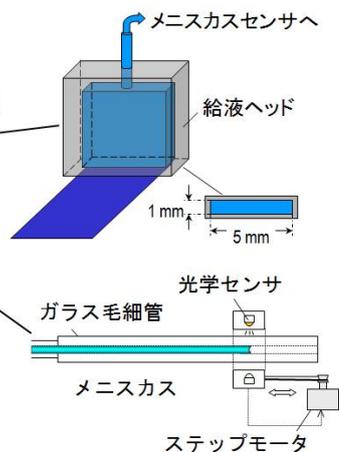
### ■自動走査吸液計

#### (らせん走査プリスト装置)

一定量の液体を入れたヘッドを、速度可変で紙面上で走査する。短時間での吸液速度が測定できる。



自動走査吸液計

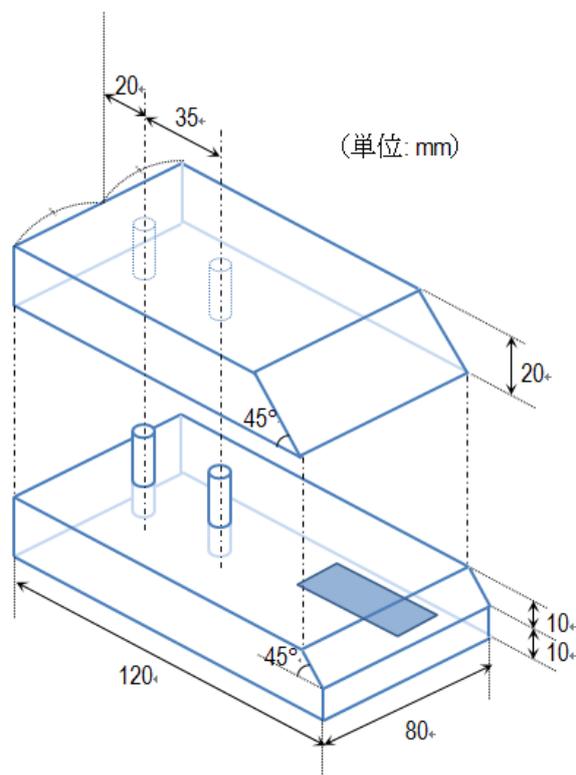


吸水速度を測定するための自動走査吸液計

## [7] 走査型電子顕微鏡 (SEM) 測定操作 :

紙の表面、断面観察には走査型の電子顕微鏡 (SEM) が用いられる。SEMにより、紙表面の構成パルプ繊維の形態、紙層構造等が観察できる。原理的には、真空中で電子を試料に照射させると、一部の電子は反射する (二次電子)。二次電子量の測定位置での差異は、試料の凹凸による二次反射電子量の差異を反映しているため、濃淡で現された二次電子像により試料の表面の凹凸形状を観察することになる。この際、通常のSEM観察では、紙のような非導電性の試料の場合、プラチナや金を蒸着させて導電性を上げる。

- (1) 3系列のそれぞれシート1の残りの、もう一方の弓形1枚を用意する。
- (2) ハサミで幅1cm程度長さ3cm程度短冊状の試験片を採取し、透明ブロックに図のようにセットする。
- (3) カミソリの刃を45°面に当てながら滑らせ、紙の断面が45°となるように切る。
- (4) 残った方の試験片をピンセットでつまみだし、約1cm四方となるように切る。
- (5) アルミニウム試料台に導電性両面テープを張り付け、その上に採取した紙の試料を貼り付けて軽く押さえる。



### 導電性処理

- (6) 白金コーターのパワーオン
- (7) メインバルブをロックからフリーに (時計方向) 回し手前にゆっくり引っ張る (5 cmほど)。止まったら、反時計方向に回しロックにする。
- (8) 蓋を開けて試料を入れる。
- (9) AUTOのランプオン、COATのランプオンを確認し、150秒にセットし、スタートボタンを押す。
- (10) 時間が来て自動終了したら、サンプルを取り出す。
- (11) 終了操作では、蓋を閉めて、スタートを押す、すぐにPAUSEを押す。
- (12) 0.1Torr程度まで真空になったら、バルブを赤い線が入るまで押してからロックし、スイッチをオフにする。

### SEMの操作

- (1) 鏡筒パネルのディスプレイスイッチを引っ張って上に上げてオンにする。
- (2) 試料ホルダーを台に取り付けて高さを合わせる。
- (3) S.C.Air Lock ValveがClose (右) になっていることを確認して、Airボタン (赤) を押して、試料交換部を開け、試料台にセットする。その際、引っ張る棒の部分を手でさわらない。
- (4) 試料交換部を手で締め、Evacボタン (緑) を押して排気し、High vacuumランプが点灯するまで待つ。
- (5) 試料移動ダイヤル (XY2方向) がいずれも12.5であることを確認する。
- (6) 試料室の仕切りレバーを開けて試料台をレールに挿入し、棒を回して台から抜く。棒を引き出し、仕切りをしめる。
- (7) S.C.Air Lock Valveスイッチを引っ張ってOpen (左) に倒す。

観察 :

- (8) ディスプレーパネルのFlush STBYを押してから、HVを押し、Emissionの値が一定になるように繰り返す。
- (9) HVを押し、ピーという音がするまで待つ（約15秒）。
- (10) Beam monitorボタンを押すと自動設定される。
- (11) Focus, Stigmaは、それぞれ自動ボタン（Auto）を押すと自動設定される。

**試料の取り出し方・終了：**

- (12) HVボタンOFFを押して高圧を切る。
- (13) 試料移動ダイヤル（XYその他すべて）を元の値に戻す。
- (14) S.C.Air Lock Valveスイッチを引っ張ってClose（右）に倒す。
- (15) 仕切りをレバーで開けて、試料台を取り出し、仕切レバーで閉める。
- (16) Airボタン（赤）を押すと試料交換部に空気が入り、試料を交換する。
- (17) 終了の場合には、試料台をはずし、交換室を閉めて排気し、Displayスイッチを引っ張って下に下げ、OFFにする。ノートに使用記録を記入する。

**3. 考察**

- ★紙の耐折試験が実際の紙の使用にあたり重要になる理由
- ★サイズ剤の効果
- ★叩解の効果

測定データ記入表

	厚さ (μm)			シート 質量(g)	坪量(g/m <sup>2</sup> )	密度(g/cm <sup>3</sup> )	耐折回数 (回)		
	1	2	3				1	2	ISO 耐折回数
A-1									
A-2									
A-3									
B-1									
B-2									
B-3									
C-1									
C-2									
C-3									

繊維の種類	CSF パルプ質量(g)	CSF 濃度補正(mL)	CSF 温度補正量(mL)	CSF(mL)	平均繊維長(mm)	平均繊維幅(μm)
広葉樹(叩解)						
広葉樹(未叩解)						

※ CSF=カナディアン標準ろ水度(mL)