



セルロース系纖維の識別

東京理科大学 理学第一部 化学科 教授

いのうえ まさゆき
井上 正之

はじめに

人類は古くからセルロースを主成分とする纖維を利用してきました。天然纖維である木綿や麻は、その代表的な例である。またセルロースを化学的に加工した再生纖維（レーヨン）も我々の身のまわりで広く利用されている。今回は、加水分解の進みやすさの比較によるセルロース系天然纖維と再生纖維の識別実験を紹介する¹⁾。過去の高等学校「化学」の教科書には、セルロースの加水分解実験として濃硫酸を用いる方法が記載されていた²⁾。しかし高密度の液体である濃硫酸の使用には、液だれによる薬傷や衣服の損傷の危険性が高い。ここでは濃硫酸を直接使用しない方法として、濃硫酸をシリカゲルに含浸させた固体試薬（以下、硫酸シリカゲルと記す）を用いる方法を採用する。

1. 器具の準備

試験管（内径 18 mm）、2 mL 駒込ピペット、300 mL ビーカー（湯浴用）、ガラス棒、褐色ガラス製スクリューパイプ、シリカゲルデシケーター、窒素スプレー缶、ろ紙、ろうと、金網、三脚、ガスバーナー、安全メガネ、保護手袋、マスク

2. 試薬の準備

クロマトグラフィー用シリカゲル（和光純薬 C-100）、濃硫酸（96 wt%）、綿纖維およびレーヨン（ビスコース・レーヨン）各纖維は多纖維織物（JISL0803 準拠、ナリカ）より採取したものを 1 cm の長さに切断して使用、フェーリング A 液、フェーリング B 液

3. 実験手順

(1) 硫酸シリカゲルの調製

クロマトグラフィー用シリカゲルを 110°C に設定した乾燥機で十分に乾燥させた後、シリカゲルデシケーター中で放冷する。褐色スクリューパイプ中で乾燥させたシリカゲル 3.0 g と濃硫酸 3.7 g を混合し、固体がサラサラになるまでガラス棒で攪拌する。これを 110°C に設定した乾燥機中に 3 時間静置した後にシリカゲルデシケーター中で放冷し、窒素を吹き込んで密閉する。この容器をシリカゲルデシケーター中に保

存する。

(2) 綿纖維とレーヨン纖維の加水分解

試験管 2 本に綿纖維およびレーヨン纖維を各々 30 mg ずつとり、硫酸シリカゲル 100 mg を入れ、ガラス棒で 1 分間攪拌する。これに水 0.2 mL を加え、300 mL ビーカー中の沸騰水で 5 分間加熱する。試験管を流水で冷却した後、水酸化ナトリウム 1 粒を加えて中和する。

(3) 加水分解で生成した還元糖の量の比較

別の試験管でフェーリング A 液 1 mL と B 液 1 mL を混合したフェーリング液を調製し、中和後の反応溶液に加える。これを沸騰水 10 分間加熱した後、生成した酸化銅（I）（以下 Cu₂O）の赤色沈殿の量を比較する。続けて試験管の混合物をろ別し、ろ紙上に残った Cu₂O の量を比較する。

4. 実験を行う際の注意

硫酸シリカゲルは、プラスチック製の薬さじではかり取る。実験中は保護メガネと活性炭入りのマスクを着用させる。さらにビニール製またはゴム製の保護手袋も着用させる。反応後の溶液と固形物は、それぞれ所定の容器に回収させる。事後に固形廃棄物と重金属系廃液とに分けて業者に処理を委託する。

5. 結果と理解すべき内容

セルロースの加水分解では、反応の進行に伴って還元糖が生成する。そこで加水分解後の反応溶液を中和した後、フェーリング液を加えて加熱した時に生成する Cu₂O の量を観察することで反応の進みやすさを比較することができる。

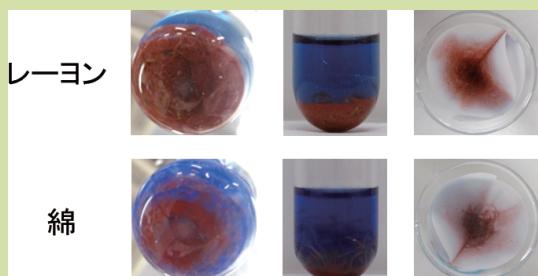
上記のように天然纖維である綿と再生纖維であるレーヨンの加水分解を行うと、【図 1】の写真のように生成する Cu₂O の量に明確な差が見られ、加水分解の難易によって天然纖維である綿と再生纖維であるレーヨンを判別できる。なお【図 2】の棒グラフは、上記と同じ条件で実験を行った場合に生成した Cu₂O の量を数値データとして比較した結果である。

綿とレーヨンは共にセルロースからなる纖維であるが、【表 1】のように平均重合度と結晶領域の割合（以

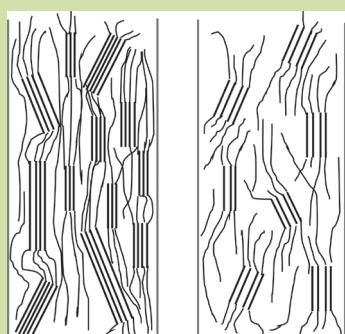
下、結晶化度) および結晶構造が異なる³⁾。綿はセルロース I 型 (I_α と I_β の複合結晶)、レーヨンはセルロース II 型の結晶構造をとることが知られている。I 型と II 型ではセルロース分子の配列の方向が異なるが、両者ともセルロースの分子が水素結合によって結合しながらシート状に並んでいる。I 型ではこのシートどうしが主にファンデルワールス力によって結合しているが、II 型ではシート間にも水素結合が存在する⁴⁾。このように水素結合という観点からは、レーヨンの II 型の方が分子どうしの結合が強い。しかし実際にレーヨンの方が加水分解されやすいのは、重合度と共に結晶化度の差によるものと考えられる【図 3】。セルロースの加水分解では硫酸エステル化と分子間の水素結合の切断が重要な過程であるが、この変化は非晶領域の

方が進行しやすい。また非晶領域では分子間の水素結合が疎であるから、硫酸水溶液が浸透しやすく、グリコシド結合の切断も円滑に進む。以上の理由によって、結晶化度が小さいレーヨンの方が加水分解されやすいと考えられる。

ろ紙上に濃硫酸を滴下すると、速やかにセルロースの溶解と炭化が始まる。一方、硫酸シリカゲルを室温で 10 分間ろ紙と接触させても、外見上の変化は見られない【図 4】。このように、硫酸シリカゲルは実験中の薬傷の危険が少ない試薬である。また固体であるため、持ち運びも容易である。なお、硫酸シリカゲルとろ紙を接触させると、その箇所でセルロースの硫酸エステルが生成することが、実験データから示唆されている。



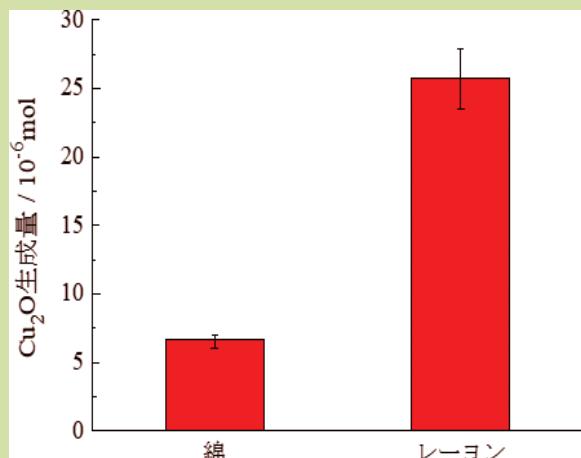
【図 1】 Cu_2O の生成の様子



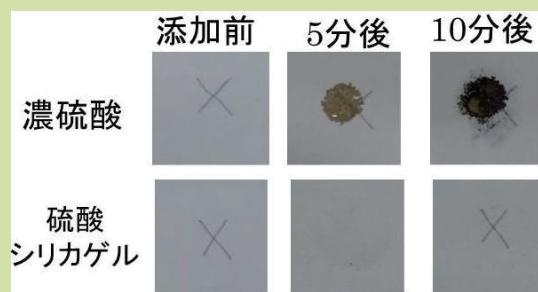
【図 3】綿（左）とレーヨン（右）の結晶化度（模式図）

【表 1】綿とレーヨンの構造の比較

繊維	重合度	結晶化度 /%	結晶型
綿	2,000～3,000	70～80	セルロース I 型
レーヨン	200～500	35～55	セルロース II 型



【図 2】 Cu_2O の生成量の比較



【図 4】濃硫酸、硫酸シリカゲルとろ紙の接触

参考文献

- 吉川翔吾、井上正之、化学と教育 2019、67、564.
- 山内 薫、ほか 22 名、高等学校 改訂化学、第一学習社、2017、pp. 412-413.
- 花田朋美、安藤 穂、東京家政学院大学紀要 2005、45、61.
- 杉山淳司、堀川祥生、木材学会誌 2008、54、49.