

# Cotton Technical Brief



COTTON INCORPORATED

6399 Weston Parkway, Cary, North Carolina 27513 • Telephone 919-678-2220

TRI 4005

## MEASUREMENT OF DURABLE PRESS RESIN ON COTTON BY NEAR-INFRARED SPECTROSCOPY

近赤外分光分析器による  
綿の形態安定加工  
樹脂量の測定法

Copyright, 1998, Cotton Incorporated

# 目次

## ページ

|                                           |    |
|-------------------------------------------|----|
| まとめ                                       | 1  |
| 始めに                                       | 1  |
| 実験手順                                      | 2  |
| NIR 統計分析用語                                | 2  |
| 結果と考察                                     | 3  |
| トータルおよび固着樹脂量の定量                           | 3  |
| トータルおよび固着樹脂量のオンライン測定                      | 4  |
| グループ分類                                    | 5  |
| 参考文献                                      | 6  |
| 表 1 : 加工樹脂処方                              | 7  |
| 表 2 : 較正モデル化に使用した生地組織と使用染料                | 7  |
| 表 3 : 3×1 ツイルにおけるトータル樹脂濃度 (%) 基礎データ       | 8  |
| 表 4 : 3×1 ツイルにおける固着樹脂濃度 (%) 基礎データ         | 9  |
| 表 5 : 生地組織と染料に関する研究におけるトータル樹脂濃度 (%) 基礎データ | 10 |
| 表 6 : 生地組織と染料に関する研究における固着樹脂濃度 (%) 基礎データ   | 11 |
| 表 7 : オンライン基礎試験の対象生地と樹脂処方                 | 13 |
| 表 8 : オンライン基礎試験でのトータル樹脂濃度 (%) 基礎データ       | 14 |
| 表 9 : オンライン現場試験でのトータル樹脂濃度 (%) 基礎データ       | 16 |
| 表 10 : オンライン現場試験での固着樹脂濃度 (%) 基礎データ        | 16 |
| 表 11 : トータル樹脂と固着樹脂のグループ別データ               | 18 |
| 表 12 : 実証データのグループ分類結果                     | 18 |
| 図 1 : NIR スペクトル                           | 19 |
| 図 2 : 綿と薬剤の微分吸光                           | 19 |
| 図 3 : 樹脂加工綿の NIR スペクトル                    | 20 |
| 図 4 : 樹脂加工綿の微分吸光                          | 20 |
| 図 5 : トータル樹脂の比較 (3×1 ツイルにおける基礎試験)         | 21 |
| 図 6 : 固着樹脂の比較 (3×1 ツイルにおける基礎試験)           | 21 |
| 図 7 : トータル樹脂の比較 (生地組織／染料に関する基礎試験)         | 22 |
| 図 8 : 固着樹脂の比較 (生地組織／染料に関する基礎試験)           | 22 |
| 図 9 : トータル樹脂の比較 (オンライン基礎試験)               | 23 |
| 図 10 : トータル樹脂の比較 (オンライン現場試験)              | 24 |
| 図 11 : 固着樹脂の比較 (オンライン現場試験)                | 24 |
| 図 12 : NIR 分類作業フローチャート                    | 25 |
| 図 13 : サンプル同定とその後の定量分析作業フローチャート           | 26 |

## 近赤外分光分析器による 綿の形態安定加工樹脂量の測定法

### まとめ

この技術冊子は、綿 100%生地が付与した形態安定加工用樹脂の近赤外（NIR）分析に関して、弊社（コットンインコーポレイテッド）が行った研究開発をまとめたものである。NIR 分析技術を応用したこれら一連の研究は、三つのステップから構成されている。最初の研究は、異なる生地組織の生地を数色の色に染め、その生地に付着したトータルおよび固着樹脂の定量測定に関するものである。次にこの研究成果を、生産現場でのオンライン測定に適用した。そして最終段階では、生地と染料別もしくは品質要因別に定められたグループに、サンプルを分類する可能性について考察した。形態安定加工生地や製品の製造において、そこに付与されたトータルおよび固着樹脂量を迅速、かつ非破壊で測定する方法として、NIR を用いた測定方法が推奨される。

### 始めに

電磁波スペクトルにおける NIR の領域は、700 から 2500 ナノメートル（nm）の範囲である。この領域で観測される吸収バンドは、主として O—H、C—H および N—H 基によるものである。本質的に、テキスタイル産業で使用される総ての繊維、助剤および仕上薬剤には、NIR スペクトルが認められる。この NIR 領域においては、相対的に弱い吸光も観測されるが、このことは測定サンプルの事前調査が不要になるという点で、大きな優位性となり得る。すなわち、生地もしくは製品の走査がそのまま可能となる。複合組成物の場合、広範囲にそれらの吸光バンドが重なり、個々の組成を容易には測定できないことが起こり得る。しかし、スペクトルの予備測定と多変数校正技術によって、サンプルに含まれる一種ないし複数の組成物の定量分析が可能となる。測定装置またはサンプル形状によって、吸光バンドもしくは反射バンドのいずれかが測定に用いられることになる。通常、テキスタイル製品においては拡散反射測定法が使われる。なお、NIR 理論とその応用については、参考文献 1 の中で非常に上手く解説がなされている。

テキスタイル産業においては、寸法、仕上、混率、成熟度やマーセル化などの測定に NIR が応用されている。しかも、ほとんどの測定は試験室もしくは生産ライン上（すなわち、工場の製造現場）で行われており、オンライン測定はあまり一般的ではない。しかし、この取り組み自体は大いに興味をそそられるテーマである。確かに、NIR によるトータル樹脂量の測定は、綿 100%（参考文献 2）と綿／ポリエステル 50／50（参考文献 3）で既に報告されている。しかしながら、未固着樹脂が含まれた状態で、その中の固着樹脂量を計測するというような報告はなされていない。一般的な方法としては、トータル樹脂量はトータル窒素量を測定ことで、また固着樹脂量は洗濯後の窒素量を測定することで求められる。いずれの方法も測定に時間が掛かること、サンプルの破壊検査であること、そして他に由来する窒素によって誤差が生じる欠点が指摘される。弊社での NIR 研究の目的としたことは、綿テキスタイル業界に対して、形態安定樹脂加工のモニタリング計測が行えるよう、即時に（1 分以下）、非破壊で、しかも信頼できる品質管理技術を提供することにあった。

## 実験手順

開発研究の初期段階においては、綿 100% 3/1 綾の晒生地 (7.0oz/yd<sup>2</sup>、約 240 g/m<sup>2</sup>) に典型的な樹脂処方 (表 1 参照) を施したものを使用した。生地に付与された DMDHEU の有効濃度は、ほぼ 0.2% から 4.1% の範囲であった。NIR 分析を用いて、この綾生地に付着したトータル樹脂量および固着樹脂量の正確な測定方法を確立した後に、反応性染料およびバット染料 (表 2 参照) で染色した生地を含めて、異なる生地組織の綿 100% 生地にまでその研究対象を広げていった。

いくつかの組織の生地に所定の樹脂加工を施した試験用サンプルを作成した。試験パッダーを使って樹脂液を付与し、その後サンプルを 200° F (93° C) で 8 分間乾燥した。まず、一つは各濃度の樹脂処方で処理したそれぞれ生地サンプルを 290~310° F (143~154° C) で、45~60 秒間の乾熱処理を施した。これにより 8~52% の固着率を持ったサンプルが得られた。また、他の生地サンプルは 310° F (154° C) で 15 分間の処理を行い、これにより 85% 以上の固着率を持つサンプルを得た。乾熱処理後のサンプルは NIR を使って経および緯方向に走査し、スペクトルデータを採取した。その後、各サンプルのトータルおよび固着窒素量を実測し、個々の樹脂量に対応する固有の NIR スペクトルを特定した。

こうして得られた NIR スペクトルデータは、その後の数式のモデル化と推定研究のための較正および実証作業に供された。

これら総てのスペクトルは、携帯型の遠隔測光ユニットを備えた、NIRSystems 社製モデル 5000 型分光光度測定装置を使って採取された。この装置は 1100~2500nm の波長域をカバーするが、2200nm 以上の波長は光ファイバーケーブルで吸収されるため、較正は 1100~2200nm に限定した。

## NIR 統計分析用語

最近の NIR 測定装置には専用のソフトウェアが用意されており、スペクトルの一連の較正に十分使えるような数式モデル (すなわち、優れた統計資料) を提供してくれる。しかしながら、較正作業が行われていない生地の場合には、ここでの数式モデルを使って正確な値を推定することができない可能性があった。そこで数点のサンプルスペクトルを較正用データとして使わずに残しておき、これらを実証用のデータとして供することにした。すなわち較正用モデル式を使って、実証用サンプルの樹脂濃度推定を行った。これらの推定作業は較正用モデル式を実証する上での正しい手法である。こうした作業により、較正用モデル式の精度を評価する上で使えるような、いくつかの統計分析上の条件項が明らかになった。以下に二つの条件項 (推定値データの各表に記述) の簡単な説明を示す。

- 1) バイアスはラボでの実測値 (すなわち、窒素分析をベースに求めた樹脂量) から NIR 測定による推定値を導き出すための指数となるものである。プラスのバイアス値はその値が大きいほど、平均的に数式モデルの推定値がラボでの実測値より大きな値となるものである。バイアス値は小さいほど良い。
- 2) 推定値の平均誤差 (SEP) は NIR とラボ値との誤差に対する標準偏差である。SEP 値は将来の計測のために必要な推定誤差を見積るための指数となるものである。95% の信頼限界で、いずれの樹脂濃度測定においても、その測定誤差は約  $\pm (2 \times \text{SEP 値})$  となる。

## 結果と考察

### トータルおよび固着樹脂量の定量

綿、DMDHEU、シリコン柔軟剤およびポリエチレン柔軟剤の各々の NIR スペクトルを図 1 に示す。一般的に、較正式のモデル化もしくはその実証テストの前には、拡散反射スペクトルの二次微分処理が行なわれる。この二次微分処理によって、生地表面特性に起因する散乱光の変動要因をほとんど取り除くことができる。また、この二次変換スペクトルはサンプルに含まれるケミカル組成の差異を際立たせてくれる。図 1 のスペクトルに対する二次変換スペクトルを図 2 に示す。図 3 と 4 では樹脂を乾燥処理しただけと、乾燥後に乾熱処理を施した綿布のスペクトルとその二次変換スペクトルを示す。

最も確度の高い推定値は、部分最小区分（PLS）モデル化法を使って得られる。1150～2200nm もしくは 1600～1860nm のいずれの波長域においても、それらの全スペクトル域で PLS モデル化法を適用した。PLS モデル化法によって、スペクトルからいくつかのパターン（例えば、その主要成分）を取り出し、その後、サンプル中の既知の樹脂濃度と対応させた。実際の処理布は関連しあった複合的な特性を持つが故に、このモデル化法は非常に上手く機能した。ちなみに、参考文献 4 には PLS 法の詳細が解説されている。

本研究の第一段階における、ツイル生地を使った実証サンプルでの NIR による推定試験結果を、表 3 と 4 および図 5 と 6 に示す。この表と図の結果を見ると、この段階でトータルおよび固着樹脂量の数値を非常に正確に予測できることが示された。

しかし、一品種の生地組織でのモデル化で、他の組織の生地に付着する樹脂量を正確に分析する訳にはいかない。染料によっても、その推定精度はさらに低下するし、樹脂浴に添加する薬剤を変えることで、さらに試験が必要であった。NIR が真の品質管理のツールとなるには、仕上加工現場で目の当たりをする日々の変化にも、上手く対応できなければならないということである。

次の研究段階としては、生地の組織と染色の変化に上手く対応するベストな方法を決めることであった。現在 NIR をテキスタイルに応用する多くの場合で、その目的のためにバイアス補正テクニックが使われている。生地組織の変化にはそこそこ対応するものの、このバイアス補正では色もしくは染料の種類の変化に上手く対応し切れなかった。表 2 に示す生地と染料のすべての組合せから得られた較正スペクトルの二次微分変換に、PLS モデル化法を適用した。実際のところ、このモデル化法による実証サンプルの推定では非常によい結果が得られた。詳細は表 5 と 6 および図 7 と 8 を参照のこと。特に表 5 において、モデル 1 は生地 A、B、E、F、G および H で非常に上手く推定できることが判るが、生地 C と D ではモデル 2 の方がより良い結果であった。最も高い精度の推定値を得るには、モデル 1 は生地 C と D 以外の生地に適用し、モデル 2 は生地 C と D に用いるのがよい。後のグループ分けのところでも述べるが、ここで用いた NIR 解析用ソフトウェア自身が生地の違いを認識し、正しい分析モデルを適用する仕組みとなっている。

樹脂のオンライン測定に先立つラボでの主要な研究として、まず6種類の異なる組織と目付けの下晒上りの生地を用いて、その各々に異なる樹脂処方を施した。樹脂としてはグリコール化すなわち、改質 DMDHEU を用いた。表7に示すように、試験に用いた生地とその処方には広範囲の変化を持たせた。試験のこの時点では、樹脂は生地に乾燥させて付与するだけで、乾熱処理は行っていない。表7に示す生地と処方の組合せで得られたすべてのサンプルについて、その校正用スペクトルを取り、それから得られた二次変換スペクトルに PLS 法でのモデル化を行った。こうして行った実証用サンプルの推定結果は、非常に満足のいくものであった。(表8と図9を参照)

上述の試験が上手く運んだことで、適正な手順で校正を行えば、NIR を“真に実用的な”品質管理用の計測に使えることが明らかとなった。ただし、この適正な校正を行うには、さらに数日の作業が必要になることを特記しておかなければならない。しかしながら、1 分間以下で素早くしかも非破壊での計測を可能にすることを考えると、多少の時間をかける手間を惜しむことはない。実現すれば、こうした計測はラボもしくは現場でも行え、室温付近まで温度が下っていれば、ガーメントであろうと箱積みもしくはロール巻きの生地であろうと、サンプルを切り取らずに計測が可能となる。

#### トータルおよび固着樹脂量のオンライン測定

このトータルおよび固着樹脂量のオンライン測定は、弊社（コットンインコーポレイテッド）とテキスタイル技術研究所 (The Institute of Textile Technology) の共同研究で行われた。研究資金は弊社（コットンインコーポレイテッド）が提供することになった。そして、両機関の研究者各人がその持てる技術と経験を出し合うことで、非常に効率的なチームとなった。

NIRSystems 社製の遠隔式反射分光光度計 “Direct Light™” が本研究で使用された。この分光光度計は従来のオンライン装置とはデザイン的に大幅に異なっており、移動する生地の上部に数インチ間隔での取り付けが可能となっている。

表7に示す生地から、3ないし5ヤード×18インチの大きさの校正用基準サンプルを用意した。ちなみに、これらの生地はいくつかの染料を使って、異なる色と濃度に染色したものである。数段階の固着率を得るために、これら基準サンプルに異なる温度での乾熱処理を施した。これら基準サンプルをテキスタイル技術研究所 (ITT) に持ち込み、毎分 2 ヤードの速度で運転された試験装置を使って、測定を行った。校正と実証データの統計は、既に述べたラボでのそれらと同様の結果となった。

現場サンプルは検反機を使ってスキャン測定を行った。この際の速度は通常の生産速度を想定した毎分 65 ヤードとした。検反機を使用したのは、このテスト期間中、生産スケジュールの変更によって、対象となる校正用生地の現場での加工が見送られたことによる。基準サンプルと、加工始めと終わりの両端から採取された現場加工サンプルの正確な樹脂量はトータル窒素分析を基にして測定した。この際これらの生地自身と樹脂以外の処方薬剤が発生する窒素は差し引かれた。トータル樹脂量の測定結果を表9と図10に示す。また、固着樹脂量の結果は表10と図11に示す。NIR と窒素分析で得られた各々の樹脂量の間で認められたマイナスのバイアス値 (0.4 – 1.0%) は、主に測定速度の違いに起因する。すなわち、生産現場での測定 (65 ヤード/分) は校正時の測定 (2 ヤード/分) より遙に早い速度で行われた。こうしたバイアス値はITT での他のオンライン現場計測試験でも認められている。こうしたバイアス値をいかに補正するかが重要な課題ではあるが、これに供する NIR モデル式を決めることで、より高い精度での補正が可能になると考えられた。通常では現場サンプルの樹脂濃度の範囲は極めて限られており、バイアス補正は一点補正で

十分であろう。しかしながら、こうした補正ではより高いもしくは低い濃度域での樹脂濃度の推定値に大きな誤差を生み出すことになる。弊社はこうしたバイアス問題を解決すべく、引き続き検討を進めることにした。

プレキュアラインでの NIR を用いたオンライン測定によって、トータルと固着樹脂量の推定は上手くいくことが判った。より速いライン速度でのバイアス問題は避けられず、正確な推定値を得るためにはこの問題解決に取り組む必要があった。いずれにしても、これまでのラボでの研究で利用してきた較正技法は、オンライン分析においても十分な成果をもたらしてくれた。

## グループ分類

分類区分は後述するとして、サンプルのグループ分けには有利な点としていくつかの理由が上げられる。図 1 2 のフローチャートにて、サンプルの分類がどの様になされたかを示す。この分類は加工製品の持ついくつかの品質要因に基づいて実施された。この作業の数値的な意味合いは何もないし、またこれらがあらゆるケースで求められるわけでもない。加えて、較正用モデルを創り上げるための作業に較べれば、分類のためのこうした作業は必ずしも緻密で時間の掛かるものでもない。図 1 3 のフローチャートに従って、サンプルの確認に始まり、その後で正しい較正モデル式に当てはめていくことで、分類作業で正しい数値解析がなされるように配慮した。

NIRSystems 社製モデル 5000 型分光光度測定装置に付属する IQ<sup>2</sup> (Identify, Qualify, and Quantify) プログラムをこの作業に適用した。IQ<sup>2</sup> プログラムには試料の同定のために、三つの異なるオプションの選択が可能となっている。複雑性を増すことにはなるが、これらのオプションにはスペクトル相関、マハラノビス (Mahalanobis) の汎距離および主要素分析が含まれる。(後の二項目に関する詳細については文献 4 を参照のこと)。ここでの分類作業では最初の二つのオプションのみを用いることにした。

弊社におけるここまでの作業は「公理の証明」のための研究に類するものであった。次に示すように、限定的なものではあるが、二種類の試験において、この分類作業を上手く実施することができた。

まず、一つ目の試験の対象は、綿 100% の生地処理された DMDHEU のトータルおよび固着樹脂量を区分することであった。先に述べた第一段階で行われたトータルおよび固着樹脂量の同定作業から得られた較正スペクトルを基にして、更にそこからその二次微分変換を求めた訳だが、これを基にして次に示す六つのデータグループへの分類を行った。1) 樹脂量：低／固着率：低、2) 樹脂量：低／固着率：適、3) 樹脂量：適／固着率：低、4) 樹脂量：適／固着率：適、5) 樹脂量：高／固着率：低および 6) 樹脂量：高／固着率：適。モデリングを行うために各グループに十分なサンプルが割り当てられるよう、樹脂量の区分は任意に設定した。詳細データを表 1 1 に示す。二、三のサンプルで 100% を超える固着率が認められるが、窒素分析でのエラーによるものである。これらグループに含まれるデータを IQ<sup>2</sup> プログラムで処理し、次にこのプログラムを使って、実証用データを取った各サンプルがどのグループに該当するかを求めた。スペクトル相関のオプションを使うことで、最も良い結果が得られた。表 1 2 に示す様に、すべてのサンプルは、トータル樹脂量と固着率 (%) のパラメーターに従って正しく分類することができた。

第二段階では、同様の一連の同定作業から得られた二次微分変換を基に、次に示す六グループへの分類を行った。1) 未染色ニット、2) 反応染ニット、3) 未染色 2×1 ツイル、4) 未染色 3×1 ツイル、5) バット染 3×1 ツイル、6) 平織。同様に IQ<sup>2</sup> プログラムを使って、サンプルの分類を行った。マハラノビス

(Mahalanobis) の汎距離のオプションを使うことで、正しい分類結果が得られた。一旦  $IQ^2$  でサンプルを分類すれば、後は定量分析のための正しい校正モデル式の適応が可能となる。第二段階の研究過程での考察において既に述べたが、サンプルの種類によって異なる校正モデル式を適応させることで、樹脂量の測定が効果的に行えるようになる。モデル2はCやD(バット染3×1 ツイル)の生地タイプに、またモデル1はその他の生地に適応される。

二種類のグループ分類を上手く適用させられたことで、これら一連の取り組みが将来的に大きな成果をもたらす見通しが立った。「真に実用的な」技術としての分類方法を確立するために、更に広範な試験を計画する予定である。

## 参考文献

- 1) "Near-Infrared Analysis(NIRA): A Technology for Quantitative and Qualitative Analysis," E. Stark, K. Luchter, and M. Margoshes, Applied Spectroscopy Reviews, Vol. 2 (4), 335-399 (1986).
- 2) "Quantitative Analysis of Durable Press Resin on Cotton Fabrics Using Near Infrared Reflectance Spectroscopy," S. Ghosh and M. Cannon, Textile Research Journal, Vol. 60 (3), 167-172 (1990).
- 3) "On-Line Measurement of Durable Press Resin on Fabric Using NIR Spectroscopy Method," S. Ghosh and G. Brodmann, Textile Chemical and Colorist, Vol. 25 (4), 11-14 (1993).
- 4) "Chemical Systems Under Indirect Observation: Latent Properties and Chemometrics," S. Brown, Applied Spectroscopy, Vol. 49 (12), 14A-31A (1995).

表 1

## 加工樹脂処方

| 薬剤名                  | 浴濃度 (%OWB*)    |
|----------------------|----------------|
| 樹脂 DMDHEU (有効成分 38%) | 1.0%～17.0%の範囲で |
| 触媒 塩化マグネシウム          | 0.2%～2.8%の範囲で  |
| 浸透剤                  | 0.1%           |
| シリコン系柔軟剤             | 3.0%           |
| ポリエチレン系柔軟剤           | 3.0%           |

\*樹脂の校正精度をより上げるために、柔軟剤の濃度は若干変化させた。

表 2

## 校正モデル化に使用した綿 100%の生地組織と使用染料

| 試料 | 生地規格                                  | 染料           |
|----|---------------------------------------|--------------|
| A  | 両面スムース、40/1 RS、5.2 oz/yd <sup>2</sup> | 未染色          |
| B  | 平織、6.25 oz/yd <sup>2</sup>            | 未染色          |
| C  | 3×1 ツイル、7.5 oz/yd <sup>2</sup>        | バット染、ダークオリーブ |
| D  | 3×1 ツイル、7.5 oz/yd <sup>2</sup>        | バット染、ライトオリーブ |
| E  | 3×1 ツイル、7.5 oz/yd <sup>2</sup>        | 未染色          |
| F  | 3×1 ツイル、7.5 oz/yd <sup>2</sup>        | 未染色          |
| G  | 両面スムース、40/1 RS、5.2 oz/yd <sup>2</sup> | 反応染、ライトブルー   |
| H  | 両面スムース、40/1 RS、5.2 oz/yd <sup>2</sup> | 反応染、ダークネイビー  |

表 3

3×1 ツイルにおけるトータル樹脂濃度（％）基礎データ

| ラボ測定値（窒素ベース） | NIR 計測値 | 差異          |
|--------------|---------|-------------|
| 0.89         | 0.97    | 0.08        |
| 1.14         | 1.25    | 0.11        |
| 1.33         | 1.26    | -0.07       |
| 1.73         | 2.01    | 0.28        |
| 2.02         | 1.99    | -0.03       |
| 2.30         | 2.27    | -0.03       |
| 2.63         | 2.76    | 0.13        |
| 3.08         | 3.03    | -0.05       |
| 3.66         | 3.44    | -0.22       |
| 0.81         | 0.76    | -0.05       |
| 1.19         | 1.35    | 0.16        |
| 1.62         | 1.73    | 0.11        |
| 1.78         | 1.97    | 0.19        |
| 2.29         | 2.31    | 0.02        |
| 2.62         | 2.66    | 0.04        |
| 3.40         | 3.43    | 0.03        |
| 3.67         | 3.83    | 0.16        |
| Bias = 0.05% |         | SEP = 0.13% |

表 4

3×1 ツイルにおける固着樹脂濃度（%）基礎データ

| ラボ測定値（窒素ベース） | NIR 計測値 | 差異          |
|--------------|---------|-------------|
| 0.85         | 0.77    | -0.08       |
| 1.11         | 1.14    | 0.03        |
| 1.28         | 1.17    | -0.11       |
| 1.84         | 2.10    | 0.26        |
| 1.97         | 1.87    | -0.10       |
| 2.31         | 2.50    | 0.19        |
| 2.56         | 2.77    | 0.21        |
| 3.07         | 3.31    | 0.24        |
| 3.60         | 3.47    | -0.13       |
| 0.26         | 0.08    | -0.18       |
| 0.37         | 0.44    | 0.07        |
| 0.32         | 0.44    | 0.12        |
| 0.55         | 0.43    | -0.12       |
| 0.64         | 0.81    | 0.17        |
| 0.55         | 0.74    | 0.19        |
| 0.58         | 0.48    | -0.10       |
| 0.53         | 0.78    | 0.25        |
| 0.62         | 0.82    | 0.20        |
| 1.61         | 1.54    | -0.07       |
| Bias = 0.06% |         | SEP = 0.17% |

表 5

生地組織と染料に関する研究におけるトータル樹脂濃度（％）基礎データ

| 試料 | ラボ測定値 | NIR 計測値<br>モデル 1 * | NIR 計測値<br>モデル 2 # | 差異          |
|----|-------|--------------------|--------------------|-------------|
| A  | 2.87  | 2.92               |                    | 0.05        |
| A  | 2.47  | 2.54               |                    | 0.07        |
| A  | 1.84  | 1.85               |                    | 0.01        |
| A  | 2.97  | 2.81               |                    | -0.16       |
| B  | 1.34  | 1.34               |                    | 0.00        |
| B  | 3.04  | 2.90               |                    | -0.14       |
| B  | 2.67  | 2.63               |                    | -0.04       |
| B  | 0.98  | 0.94               |                    | -0.04       |
| C  | 2.32  | 2.12               | 2.45               | -0.20/0.13  |
| C  | 3.22  | 2.72               | 3.02               | -0.50/-0.20 |
| C  | 1.88  | 1.94               | 1.86               | 0.06/-0.02  |
| C  | 1.04  | 1.26               | 1.12               | 0.22/0.08   |
| D  | 1.46  | 1.34               | 1.50               | -0.12/0.04  |
| D  | 3.25  | 2.82               | 3.17               | -0.43/-0.08 |
| D  | 2.99  | 2.76               | 2.91               | -0.23/-0.08 |
| D  | 1.07  | 1.18               | 1.06               | 0.11/-0.01  |
| E  | 2.38  | 2.49               |                    | 0.11        |
| E  | 3.32  | 3.09               |                    | -0.23       |
| E  | 2.93  | 3.06               |                    | 0.13        |
| E  | 1.09  | 1.28               |                    | 0.19        |
| F  | 3.35  | 3.19               |                    | -0.16       |
| F  | 3.09  | 3.01               |                    | -0.08       |
| F  | 1.95  | 2.16               |                    | 0.21        |
| F  | 1.10  | 1.31               |                    | 0.21        |
| G  | 2.97  | 3.03               |                    | 0.06        |
| G  | 2.39  | 2.46               |                    | 0.07        |
| G  | 3.03  | 2.99               |                    | -0.04       |
| G  | 1.73  | 1.89               |                    | 0.16        |
| H  | 1.04  | 1.20               |                    | 0.16        |
| H  | 2.53  | 2.52               |                    | -0.01       |
| H  | 3.09  | 3.07               |                    | -0.02       |
| H  | 2.53  | 2.60               |                    | 0.07        |

\*7 因子 PLS モデル（1150 - 2200nm）

#7 因子 PLS モデル（1600 - 1860nm）

表 5 (続く)

| 試料       | Bias, % | SEP, % |  | 試料       | Bias, % | SEP, % |
|----------|---------|--------|--|----------|---------|--------|
| A        | -0.06   | 0.10   |  | D(モデル 2) | -0.03   | 0.07   |
| B        | -0.05   | 0.09   |  | E        | 0.05    | 0.20   |
| C(モデル 1) | -0.11   | 0.34   |  | F        | 0.04    | 0.20   |
| C(モデル 2) | 0.00    | 0.14   |  | G        | 0.06    | 0.11   |
| D(モデル 1) | -0.17   | 0.30   |  | H        | 0.05    | 0.10   |

表 6

生地組織と染料に関する研究における固着樹脂濃度 (%) 基礎データ

| 試料 | ラボ測定値 | NIR 計測値 | 差異    |
|----|-------|---------|-------|
| A  | 0.41  | 0.40    | -0.01 |
| A  | 1.11  | 0.76    | -0.35 |
| A  | 1.68  | 1.68    | 0.00  |
| A  | 2.73  | 2.71    | -0.02 |
| B  | 0.03  | 0.09    | 0.06  |
| B  | 0.43  | 0.52    | 0.09  |
| B  | 2.55  | 2.64    | 0.09  |
| B  | 0.90  | 0.83    | -0.07 |
| C  | 0.19  | 0.16    | -0.03 |
| C  | 0.58  | 0.59    | 0.01  |
| C  | 1.91  | 2.00    | 0.09  |
| C  | 1.01  | 1.18    | 0.17  |
| D  | 0.10  | 0.06    | -0.04 |
| D  | 0.49  | 0.39    | -0.10 |
| D  | 2.87  | 2.93    | 0.06  |
| D  | 1.03  | 1.14    | 0.11  |
| E  | 0.10  | 0.14    | 0.04  |
| E  | 0.21  | 0.46    | 0.25  |
| E  | 2.84  | 3.11    | 0.27  |
| E  | 1.05  | 1.24    | 0.19  |
| F  | 2.93  | 2.89    | -0.05 |
| F  | 0.15  | -0.10   | -0.25 |
| F  | 1.05  | 1.11    | 0.06  |

表 6 (続く)

| 試料 | ラボ測定値 | NIR 計測値 | 差異    |
|----|-------|---------|-------|
| G  | 0.76  | 0.71    | -0.05 |
| G  | 0.54  | 0.73    | 0.19  |
| G  | 2.77  | 2.95    | 0.18  |
| G  | 1.60  | 1.64    | 0.04  |
| H  | 0.27  | -0.14   | -0.41 |
| H  | 0.66  | 0.69    | 0.03  |
| H  | 0.74  | 0.90    | 0.16  |
| H  | 2.31  | 2.52    | 0.21  |

| 試料 | Bias, % | SEP, % |
|----|---------|--------|
| A  | 0.09    | 0.20   |
| B  | 0.04    | 0.09   |
| C  | 0.06    | 0.11   |
| D  | 0.07    | 0.10   |
| E  | 0.19    | 0.24   |
| F  | -0.07   | 0.18   |
| G  | 0.09    | 0.15   |
| H  | 0.00    | 0.28   |

表 7

## オンライン基礎試験の対象生地と樹脂処方\*

| 生地 AA<br>3X1 ツイル,<br>7.3 oz./yd. | % owb |  | 生地 BB<br>3X1 ツイル,<br>12 oz./yd. | % owb |
|----------------------------------|-------|--|---------------------------------|-------|
| 浸透剤 1                            | 0.29  |  | エチレン尿素                          | 1.0   |
| 消泡剤                              | 0.013 |  | 浸透剤 1                           | 0.5   |
| 平滑剤 1                            | 1.5   |  | 消泡剤                             | 0.013 |
| 浸透剤 2                            | 0.14  |  | 平滑剤 1                           | 1.5   |
| 柔軟剤                              | 2.25  |  | 防縮剤                             | 2.0   |
| 平滑剤 2                            | 0.5   |  | 平滑剤 2                           | 0.62  |

| 生地 CC<br>3X1 ツイル,<br>4.8 oz./yd. | % owb |  | 生地 DD<br>3X1 ツイル,<br>14 oz./yd. | % owb |
|----------------------------------|-------|--|---------------------------------|-------|
| 浸透剤 1                            | 0.29  |  | エチレン尿素                          | 1.0   |
| 消泡剤                              | 0.013 |  | 浸透剤 1                           | 0.5   |
| 平滑剤 1                            | 1.5   |  | 消泡剤                             | 0.013 |
| 防縮剤                              | 3.0   |  | 平滑剤 1                           | 2.0   |
| 平滑剤 2                            | 0.5   |  | 防縮剤                             | 3.0   |
|                                  |       |  | 平滑剤 2                           | 0.62  |

| 生地 EE<br>キャンバス,<br>7.5 oz./yd. | % owb |  | 生地 FF<br>キャンバス,<br>7 oz./yd. | % owb |
|--------------------------------|-------|--|------------------------------|-------|
| 浸透剤 1                          | 0.29  |  | 浸透剤 1                        | 0.29  |
| 消泡剤                            | 0.013 |  | 消泡剤                          | 0.013 |
| 平滑剤 1                          | 1.5   |  | 平滑剤 1                        | 3.5   |
| 防縮剤                            | 3.0   |  | 摩擦堅牢度向上剤                     | 2.5   |
| 柔軟剤                            | 2.0   |  | 防縮剤                          | 2.5   |
| 平滑剤 2                          | 0.5   |  | エチレン尿素                       | 1.0   |
|                                |       |  | 尿素                           | 0.4   |

\*グリコール化 DMDHEU 樹脂と触媒については適当な範囲  
(樹脂量で 0.9 - 12.0% owb) で変化させた。

表 8

オンライン基礎試験でのトータル樹脂濃度 (%) 基礎データ

| 生地 | ラボ測定値 | NIR 計測値 | 差異    |
|----|-------|---------|-------|
| AA | 0.18  | 0.09    | -0.09 |
| AA | 0.18  | 0.08    | -0.10 |
| AA | 0.35  | 0.34    | -0.01 |
| AA | 0.53  | 0.41    | -0.12 |
| AA | 0.53  | 0.48    | -0.05 |
| AA | 0.53  | 0.38    | -0.15 |
| AA | 0.70  | 0.78    | 0.08  |
| AA | 0.88  | 0.84    | -0.04 |
| AA | 1.37  | 1.48    | 0.11  |
| AA | 1.41  | 1.33    | -0.08 |
| AA | 1.41  | 1.22    | -0.19 |
| AA | 1.58  | 1.83    | 0.25  |
| AA | 1.93  | 2.02    | 0.09  |
| AA | 2.11  | 2.07    | -0.04 |
| BB | 0.34  | 0.29    | -0.05 |
| BB | 0.52  | 0.71    | 0.19  |
| BB | 0.69  | 0.78    | 0.09  |
| BB | 0.86  | 0.95    | 0.09  |
| BB | 1.03  | 1.09    | 0.06  |
| BB | 1.03  | 1.19    | 0.16  |
| BB | 1.20  | 1.27    | 0.07  |
| BB | 1.20  | 1.18    | -0.02 |
| BB | 1.20  | 1.28    | 0.08  |
| BB | 1.37  | 1.43    | 0.06  |
| BB | 1.72  | 1.64    | -0.08 |
| BB | 1.89  | 1.74    | -0.15 |
| BB | 1.89  | 1.73    | -0.16 |
| BB | 2.23  | 1.99    | -0.24 |
| CC | 0.30  | 0.25    | -0.05 |
| CC | 0.40  | 0.36    | -0.04 |
| CC | 0.40  | 0.41    | 0.01  |
| CC | 0.50  | 0.51    | 0.01  |
| CC | 0.50  | 0.61    | 0.11  |
| CC | 0.60  | 0.53    | -0.07 |
| CC | 0.70  | 0.74    | 0.04  |

表 8 (続く)

| 生地 | ラボ測定値 | NIR 計測値 | 差異    |
|----|-------|---------|-------|
| DD | 0.37  | 0.47    | 0.10  |
| DD | 0.37  | 0.50    | 0.13  |
| DD | 1.12  | 1.33    | 0.21  |
| DD | 1.12  | 1.32    | 0.20  |
| DD | 1.49  | 1.64    | 0.15  |
| DD | 1.49  | 1.64    | 0.15  |
| DD | 1.68  | 1.69    | 0.01  |
| DD | 1.68  | 1.69    | 0.01  |
| DD | 1.87  | 1.78    | -0.09 |
| DD | 1.87  | 1.76    | -0.11 |
| DD | 2.24  | 2.16    | -0.08 |
| DD | 2.24  | 2.10    | -0.14 |
| EE | 0.28  | 0.20    | -0.08 |
| EE | 0.56  | 0.48    | -0.08 |
| EE | 0.93  | 1.06    | 0.13  |
| EE | 1.12  | 1.25    | 0.13  |
| EE | 1.68  | 1.97    | 0.29  |
| EE | 1.68  | 1.83    | 0.15  |
| FF | 0.25  | 0.18    | -0.07 |
| FF | 0.25  | 0.23    | -0.02 |
| FF | 0.76  | 0.77    | 0.01  |
| FF | 0.76  | 0.86    | 0.10  |
| FF | 1.39  | 1.35    | -0.04 |
| FF | 1.39  | 1.47    | 0.08  |
| FF | 1.77  | 1.87    | 0.10  |
| FF | 1.77  | 1.82    | 0.05  |
| FF | 2.28  | 2.12    | -0.16 |
| FF | 2.28  | 2.09    | -0.19 |

| 生地 | Bias, % | SEP, % |
|----|---------|--------|
| AA | -0.02   | 0.12   |
| BB | 0.01    | 0.12   |
| CC | 0.00    | 0.06   |
| DD | 0.04    | 0.13   |
| EE | 0.09    | 0.18   |
| FF | 0.02    | 0.10   |

表 9

## オンライン現場試験におけるトータル樹脂濃度（％）基礎データ

| 生地 Lot # | 樹脂量（窒素分析） | 範囲   | 樹脂量（NIR 分析） | 範囲   |
|----------|-----------|------|-------------|------|
| 生地 BB    |           |      |             |      |
| 1        | 2.13      | 0.07 | 1.28        | 0.09 |
| 2        | 2.13      | 0.04 | 1.31        | 0.08 |
| 3        | 2.18      | 0.06 | 1.36        | 0.12 |
| 4        | 2.00      | 0.05 | 1.25        | 0.08 |
| 5        | 2.11      | 0.06 | 1.38        | 0.12 |
| 6        | 2.08      | 0.07 | 1.34        | 0.12 |
| 7        | 2.12      | 0.71 | 1.25        | 0.07 |
| 生地 FF    |           |      |             |      |
| 8        | 2.62      | 0.19 | 2.13        | 0.05 |
| 9        | 3.64      | 0.15 | 2.80        | 0.84 |

表 10

## オンライン現場試験における固着樹脂濃度（％）基礎データ

| 生地 Lot # | 樹脂量（窒素分析） | 範囲   | 樹脂量（NIR 分析） | 範囲   |
|----------|-----------|------|-------------|------|
| 生地 BB    |           |      |             |      |
| 1        | 1.74      | 0.04 | 1.62        | 0.09 |
| 2        | 1.76      | 0.05 | 1.55        | 0.16 |
| 3        | 1.77      | 0.08 | 1.47        | 0.22 |
| 4        | 1.67      | 0.04 | 1.28        | 0.17 |
| 5        | 1.68      | 0.06 | 1.37        | 0.24 |
| 6        | 1.74      | 0.05 | 1.30        | 0.12 |
| 7        | 1.74      | 0.07 | 1.40        | 0.16 |
| 生地 FF    |           |      |             |      |
| 8        | 1.66      | 0.06 | 1.09        | 0.03 |
| 9        | 1.59      | 0.10 | 1.55        | 0.06 |

表 11

## トータル樹脂と固着樹脂のグループ別データ

| 樹脂量：低 (<1.9%) / 固着率：低 (<52%) |          |       |
|------------------------------|----------|-------|
| トータル樹脂濃度 %                   | 固着樹脂濃度 % | 固着率 % |
| 1.2                          | 0.27     | 23    |
| 1.2                          | 0.27     | 23    |
| 1.41                         | 0.46     | 33    |
| 1.64                         | 0.55     | 34    |
| 1.89                         | 0.98     | 52    |
| 1.89                         | 0.98     | 52    |

| 樹脂量：低 (<1.9%) / 固着率：適 (93 - 106%) |          |       |
|-----------------------------------|----------|-------|
| トータル樹脂濃度 %                        | 固着樹脂濃度 % | 固着率 % |
| 1.17                              | 1.19     | 102   |
| 1.40                              | 1.49     | 106   |
| 1.40                              | 1.49     | 106   |
| 1.68                              | 1.75     | 104   |
| 1.93                              | 1.88     | 97    |

| 樹脂量：適 (2.1 - 3.2%) / 固着率：低 (<52%) |          |       |
|-----------------------------------|----------|-------|
| トータル樹脂濃度 %                        | 固着樹脂濃度 % | 固着率 % |
| 2.84                              | 0.23     | 8     |
| 2.84                              | 0.23     | 8     |
| 2.38                              | 0.38     | 16    |
| 2.38                              | 0.38     | 16    |
| 2.16                              | 0.46     | 21    |
| 2.63                              | 0.49     | 19    |
| 3.09                              | 0.78     | 25    |
| 3.09                              | 0.78     | 25    |

| 樹脂量：適 (2.1 - 3.2%) / 固着率：適 (93 - 106%) |          |       |
|----------------------------------------|----------|-------|
| トータル樹脂濃度 %                             | 固着樹脂濃度 % | 固着率 % |
| 2.14                                   | 2.22     | 104   |
| 2.36                                   | 2.32     | 98    |
| 2.36                                   | 2.32     | 98    |
| 2.62                                   | 2.47     | 94    |
| 2.90                                   | 2.81     | 97    |
| 2.90                                   | 2.81     | 97    |
| 3.19                                   | 2.98     | 99    |

表 11 (続く)

| 樹脂量：高 (>3.3%) / 固着率：低 (<52%) |          |       |
|------------------------------|----------|-------|
| トータル樹脂濃度 %                   | 固着樹脂濃度 % | 固着率 % |
| 3.36                         | 0.44     | 13    |
| 3.54                         | 0.53     | 15    |
| 3.81                         | 1.32     | 35    |
| 3.81                         | 1.32     | 35    |

| 樹脂量：高 (>3.3%) / 固着率：適 (93 – 106%) |          |       |
|-----------------------------------|----------|-------|
| トータル樹脂濃度 %                        | 固着樹脂濃度 % | 固着率 % |
| 3.53                              | 3.51     | 99    |
| 3.70                              | 3.80     | 103   |
| 3.70                              | 3.80     | 103   |

表 12

## 実証データのグループ分類結果

| 試料 # | トータル樹脂量 | 固着樹脂量 | 固着率 % | 類別  | 相関係数* |
|------|---------|-------|-------|-----|-------|
| 1    | 0.72    | 0.76  | 106   | 低/適 | 1.000 |
| 2    | 0.94    | 1.02  | 109   | 低/適 | 1.000 |
| 3    | 1.17    | 1.19  | 102   | 低/適 | 1.000 |
| 4    | 1.68    | 1.75  | 104   | 低/適 | 1.000 |
| 5    | 1.93    | 1.88  | 97    | 低/適 | 1.000 |
| 6    | 2.14    | 2.22  | 104   | 適/適 | 1.000 |
| 7    | 2.62    | 2.47  | 94    | 適/適 | 1.000 |
| 8    | 3.19    | 2.98  | 93    | 適/適 | 1.000 |
| 9    | 3.53    | 3.51  | 99    | 高/適 | 1.000 |
| 10   | 0.24    | 0.17  | 71    | 低/低 | 0.996 |
| 11   | 0.48    | 0.28  | 58    | 低/低 | 0.999 |
| 12   | 0.93    | 0.23  | 25    | 低/低 | 1.000 |
| 13   | 1.41    | 0.46  | 33    | 低/低 | 1.000 |
| 14   | 1.64    | 0.55  | 34    | 低/低 | 1.000 |
| 15   | 2.16    | 0.46  | 21    | 適/低 | 1.000 |
| 16   | 2.63    | 0.49  | 19    | 適/低 | 1.000 |
| 17   | 3.36    | 0.44  | 13    | 高/低 | 1.000 |
| 18   | 2.54    | 0.53  | 15    | 高/低 | 1.000 |
| 19   | 4.07    | 1.52  | 37    | 高/低 | 1.000 |

\*1.00 で完全に合致。0.98 以上の値なら優良。

図 1

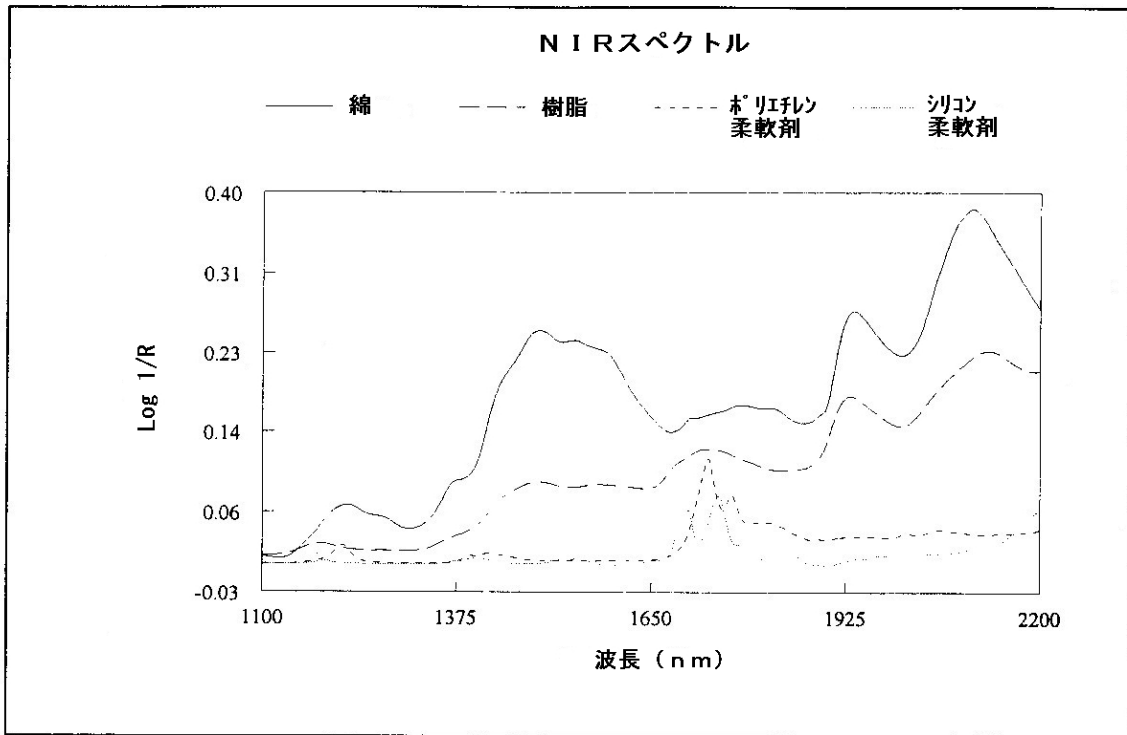


図 2

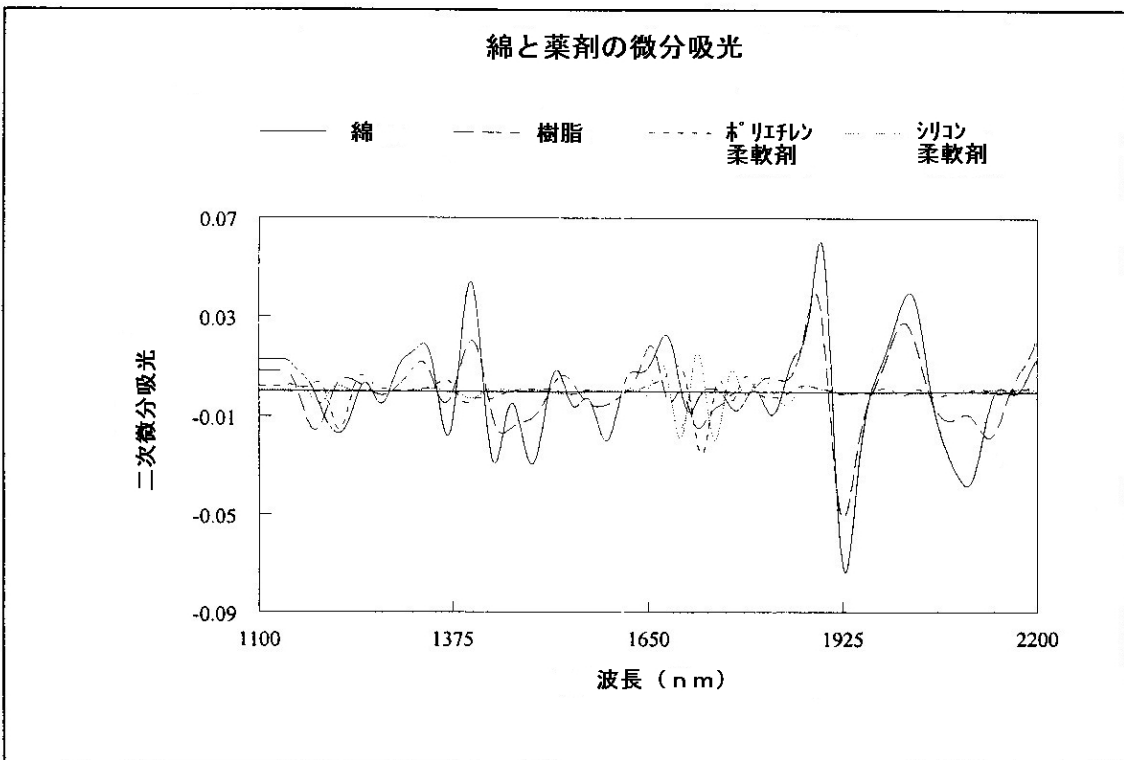


図 3

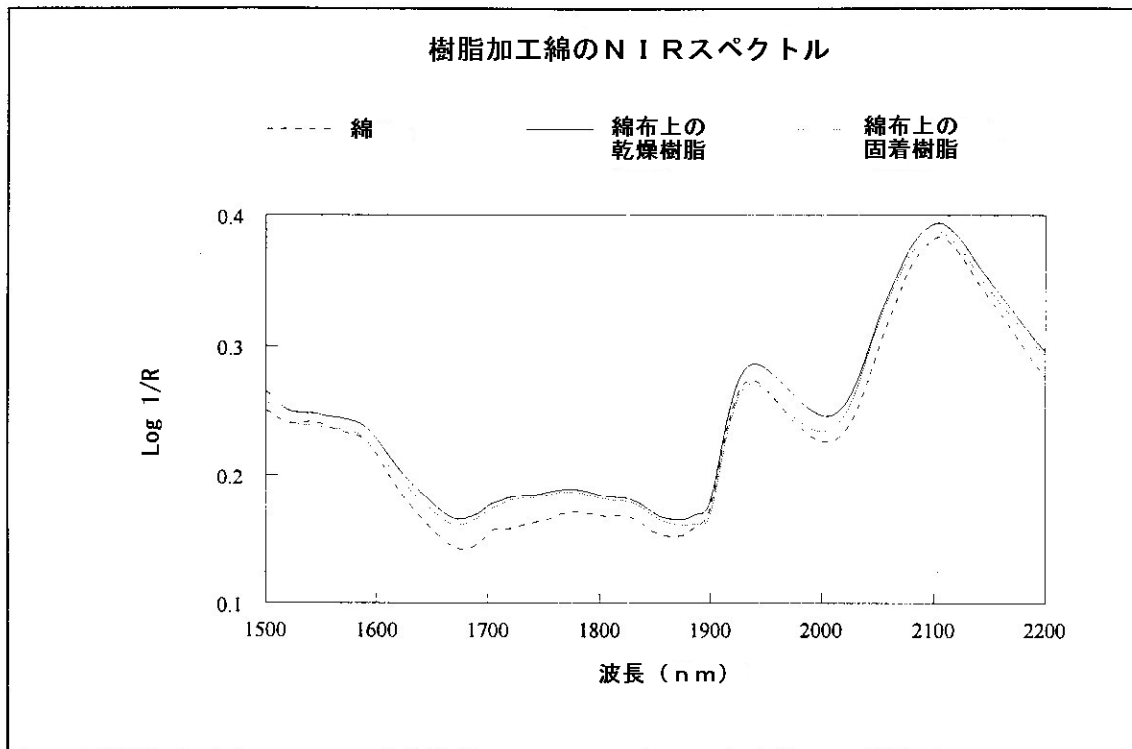


図 4

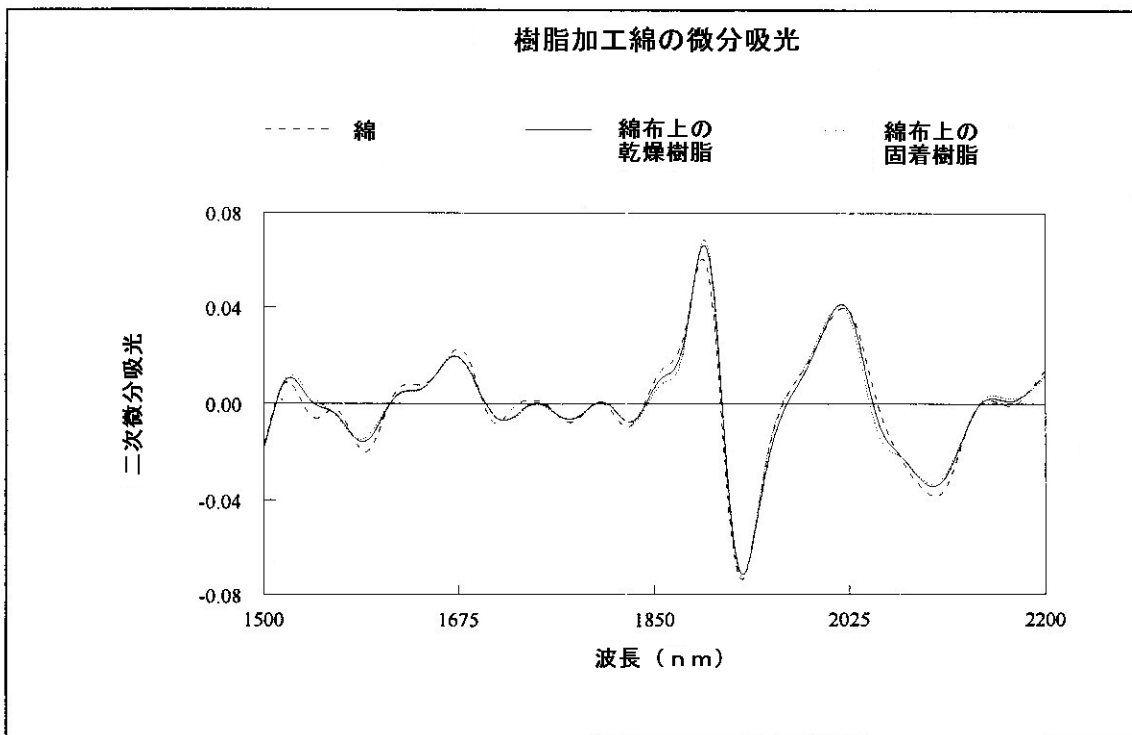


図 5

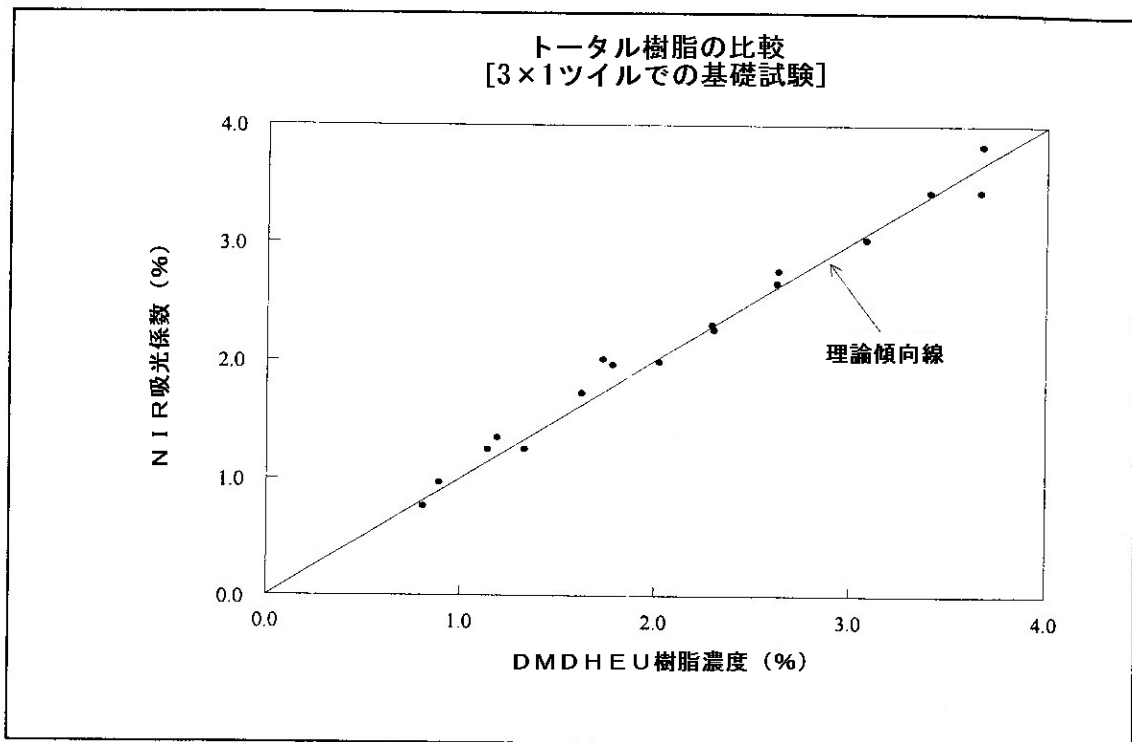


図 6

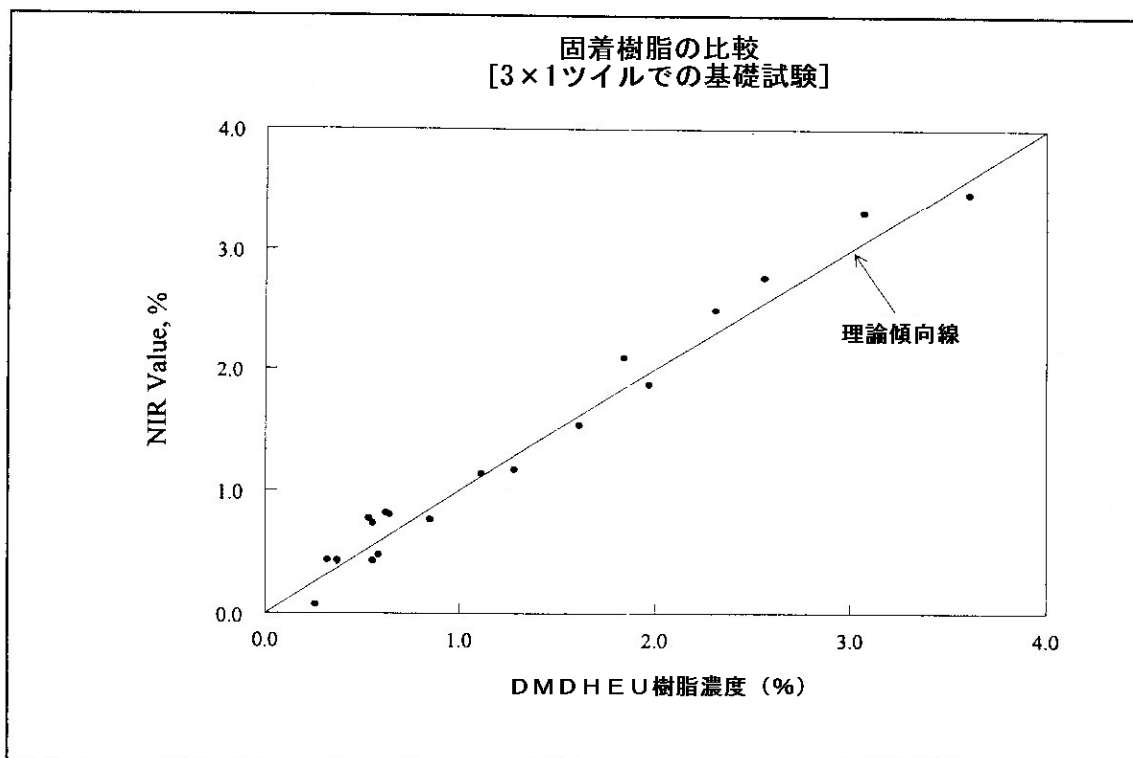


図 7

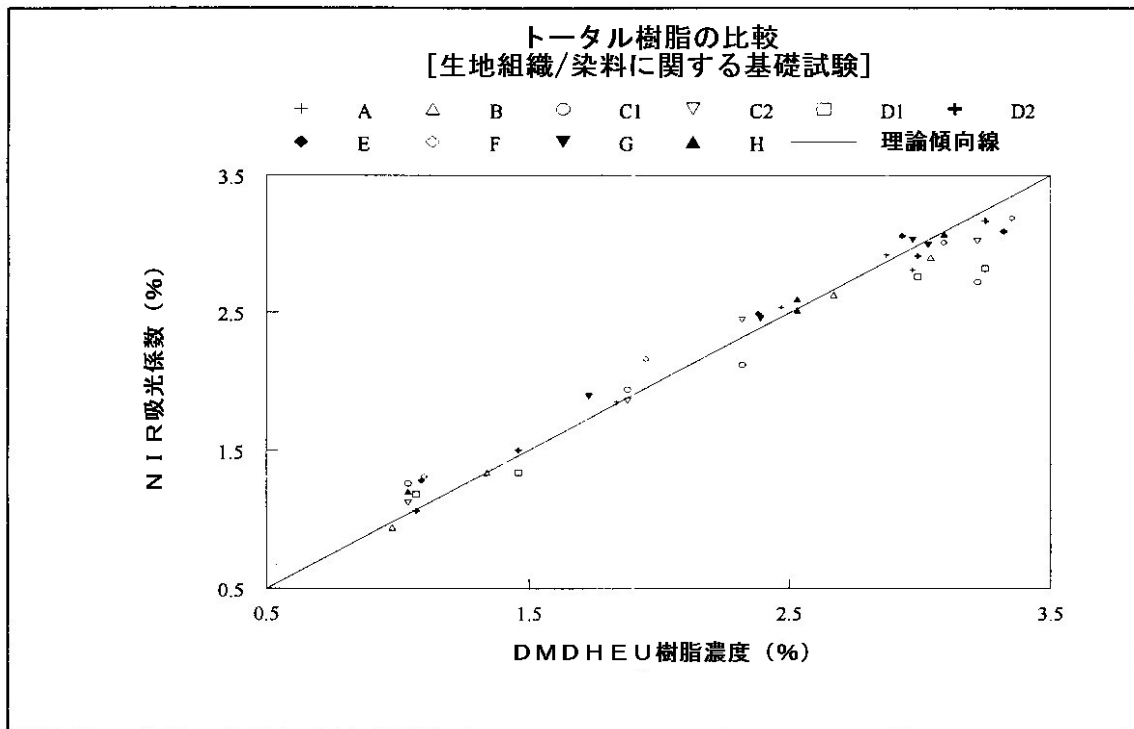


図 8

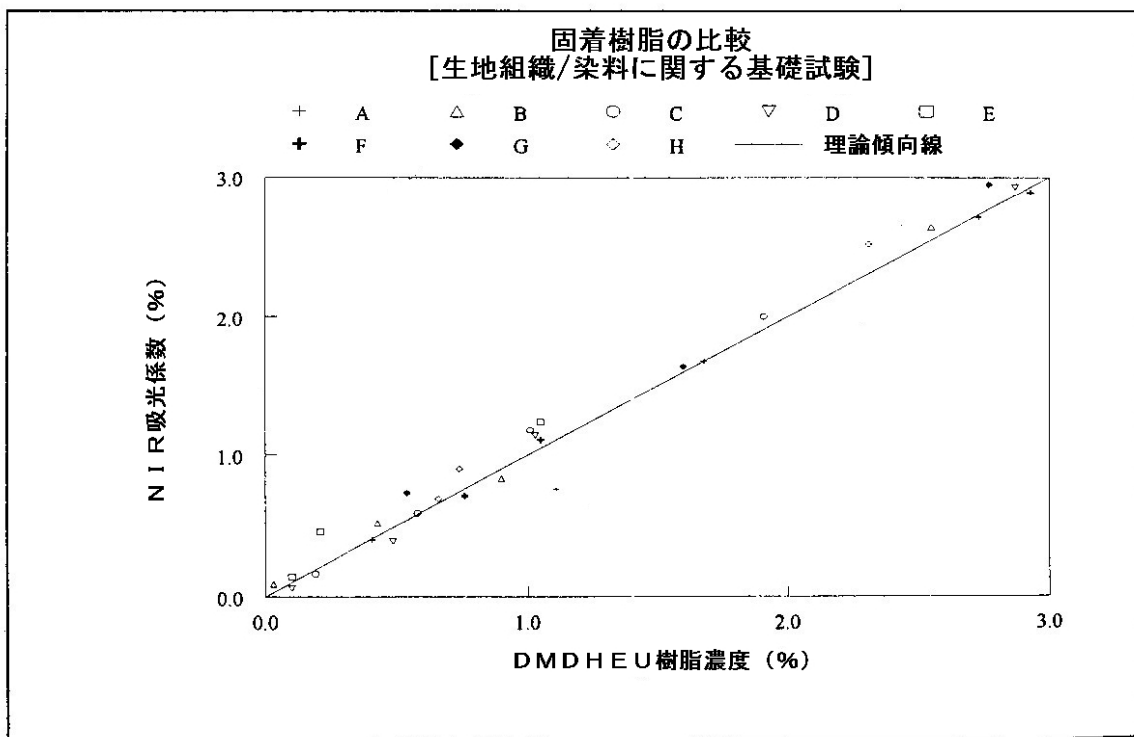


図 9

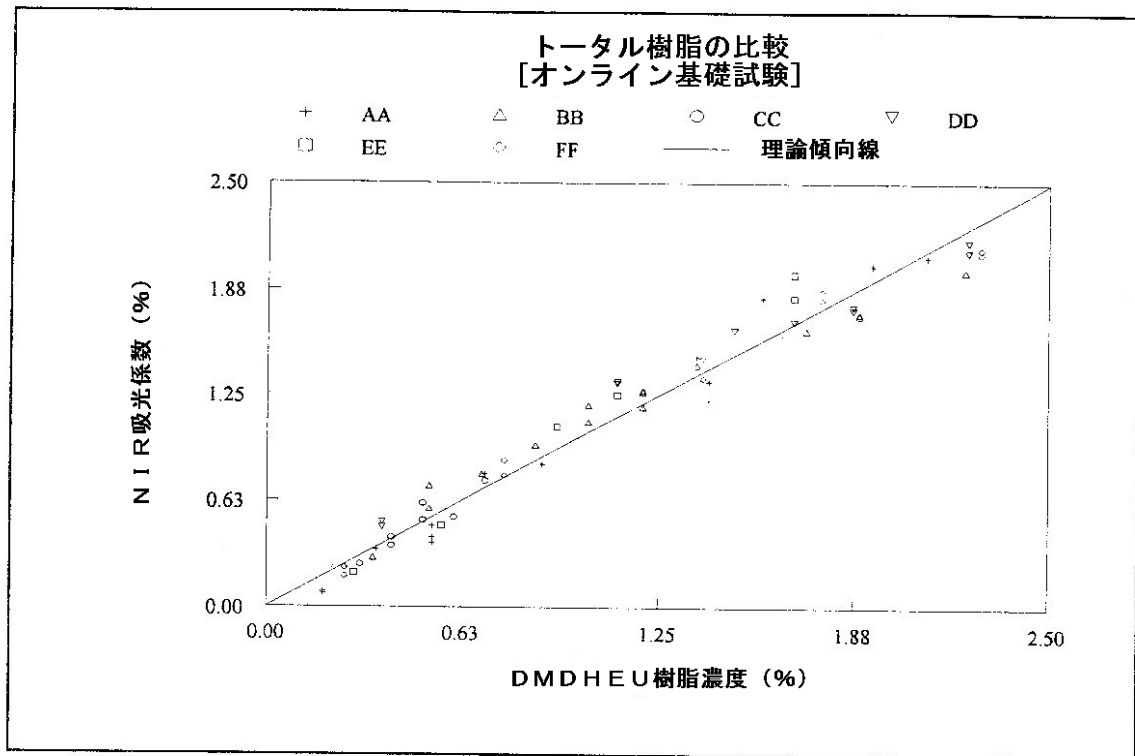


図 10

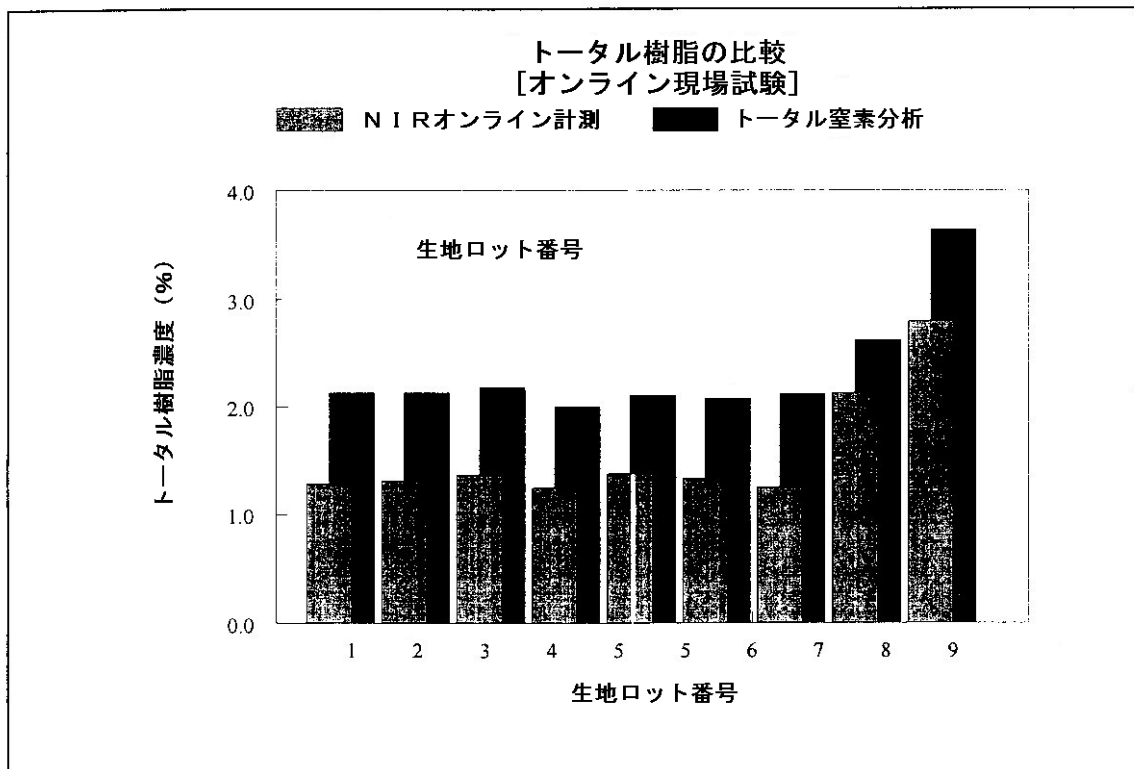


図 11

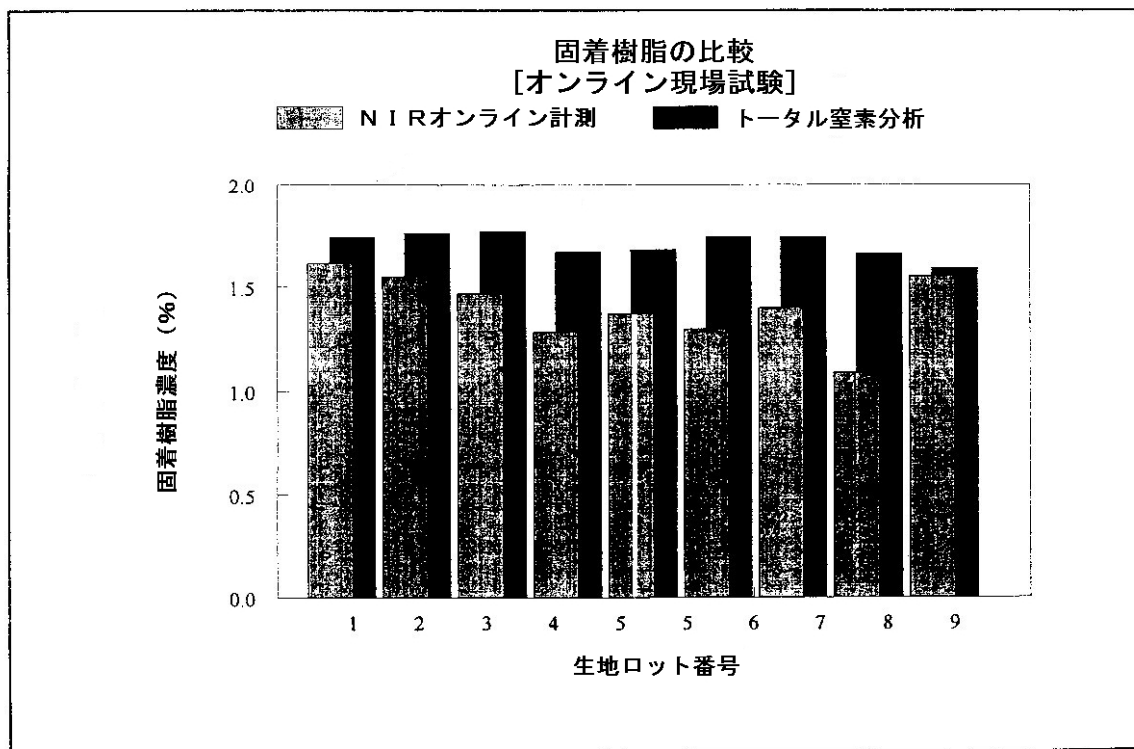


図 12

### NIR 分類作業フローチャート

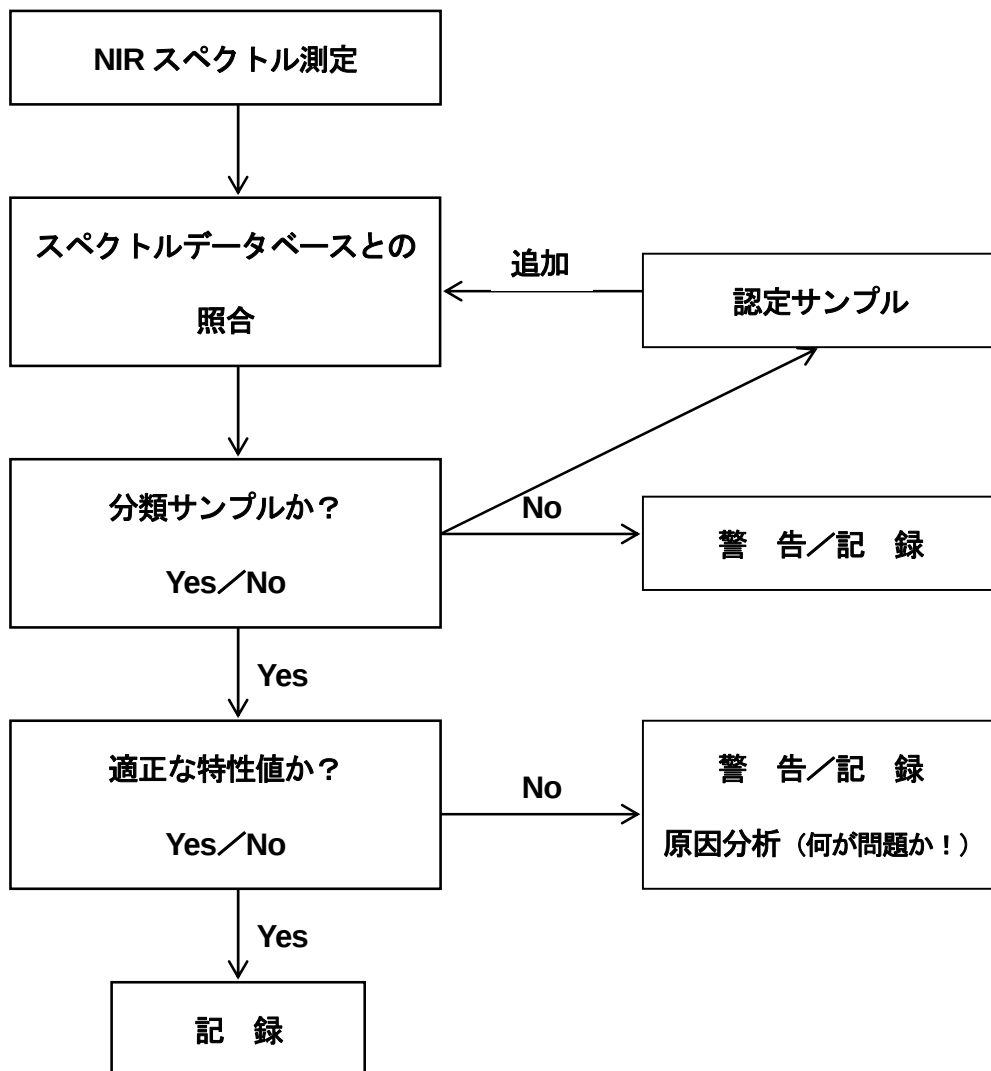
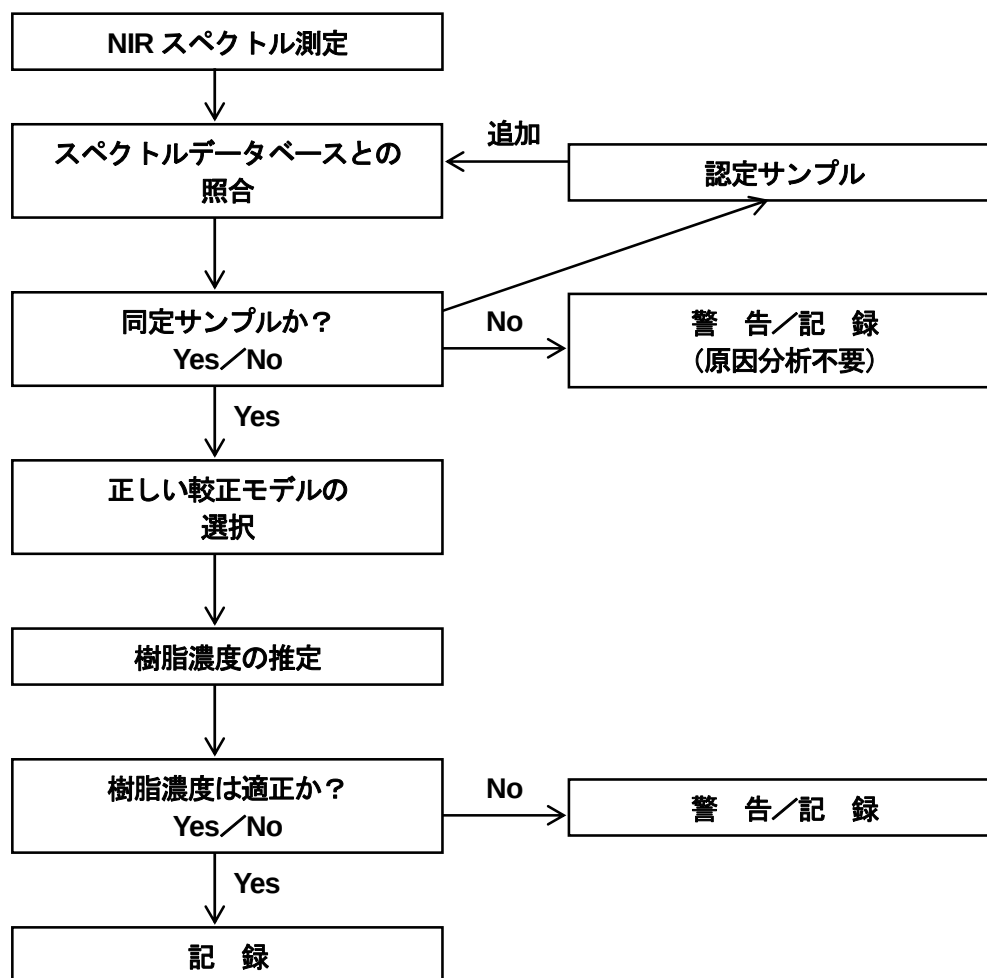


図 13

# サンプル同定とその後の定量分析作業

## フローチャート



ここに記載された見解や推奨事項および提案事項は、試験およびその時点で関連のあった製品もしくは製造プロセスに関する内容に限定した上で、これらから得られた信頼できる情報をベースとしたものである。個々のケースでの厳密さについては保証の限りではない。また、この精度もしくは再現性についての保証はできないものの、直接的もしくは間接的にこの情報を活用することは自由である。ただし、広告や製品の保証もしくは証明を目的にこの情報を使うことは認められない。さらに、この情報、製品やプロセスを使用することで、既存の特許に抵触する恐れのある場合には、これを承認または推奨するものではない。ここに記載された商品名の使用は、いかなる製品の保証宣伝においても認められない。さらに、コットン インコーポレイテッド (Cotton Incorporated) の名前や記載された製品に関連するトレードマークの使用も認めるものではない。

## 研究調査と技術サービスについて

コットン インコーポレイテッドは、米国綿花生産者のために研究調査とマーケティングを行う会社である。研究調査と技術サービスを通じて、コットンの利用価値を高める最新の技術開発・評価を進めている。

- 農事研究調査においては、栽培技術や害虫駆除そして最新のテキスタイル製造や消費者嗜好において求められる特性を持った繊維品種の改良に指導的役割を果たしている。ジンニング技術開発では、繊維特性を損なわない効率的かつ効果的な機械を提案してきた。綿実バイオテクノロジーの研究により、その栄養素的品質が向上することで価値を高め、広く動物飼料市場に浸透してきた。
- 繊維特性の調査研究においては、綿花生産者とその顧客である紡績工場の両者にとって、より価値をもたらすような繊維特性測定法の改善や定期的な繊維特性の分析に指導的役割を果たしている。
- 綿密なファイバープロセッシング（紡績技術）の調査研究の成果として、コンピュータを使っの繊維特性管理技術が実現化された。
- テキスタイル調査研究においては、新しい仕上加工技術や省エネ・節水型染色および仕上加工技術の実用化に指導的な役割を果たすなど、各種のプログラムを進めている。時流に添った品質と品位を備えた新しいコットンファブリック -- 織物、緯編ニット、経編ニットや不織布 -- の設計・開発を進めている。
- 技術サービスにおいては、コットンに携わる企業やその顧客（テキスタイル企業や製品製造企業など）を対象に、広範囲でしかもそれぞれのニーズに沿った業種別の技術的支援がなされている。
- 試験紡績センターにおいては、さまざまな製品に適応するために、特定の綿花が持つ特性に対応する新たな紡績技術の探求が総合的になされている。
- 弊社は自前の染色加工と試験ラボの研究センターを有しており、試験ラボにはマイクロネア、繊維長、繊維強度、均繊度、色度と夾雑物量の綿花特性を測定するための High Volume Instrument (HVI) 測定装置を備えている。

さらに詳しい情報が必要な方は以下に連絡を：

COTTON INCORPORATED  
RESEARCH CENTER  
6399 WESTON PARKWAY  
CARY, NORTH CAROLINA 27513  
PHONE: 919-678-2220  
FAX: 919-678-2230

COTTON INCORPORATED  
U.S. MARKETING HEADQUARTERS  
488 MADISON AVENUE  
NEW YORK, NY 10022-5702  
PHONE: 212-413-8300  
FAX: 212-413-8377

または次の最寄の事務所まで

・ Basel ・ Los Angeles ・ Mexico City ・ Osaka ・ Shanghai ・ Singapore

弊社のホームページ (<http://www.cottoninc.com>) にもお立ち寄り下さい。



COTTON INCORPORATED