

パ ル プ の 研 究 (第 14 報)

内地産落葉松亞硫酸法蒸解試験

喜 多 研 究 室

福 田 祐 作

各地産落葉松中、樺太産落葉松、朝鮮産落葉松等は既にパルプ用材として一部利用されてゐる様であるが、内地産落葉松は亞硫酸パルプ用材としては利用されてゐない様である。

内地産落葉松は國有林のみでその蓄積量 11,091,820 ¹⁾石及び民有林 16,797,904 ²⁾石（人工造林）を有し其他の松、杉、檜と共に建築、土木杭木等に可成の需要がある様であるが、現時パルプ飢饉の際にその亞硫酸パルプ用材としての價値を検討し置く事も必要であらうと考へる。

昨年十二月の本講演會に於て各地産落葉松中、内地落葉松は最も亞硫酸蒸解が困難である事を報告した。其の際特にその心材の部分の蒸解が困難である様に見えたので更に之を基礎的に確める爲に原木の心材と邊材の部分とを分離して分析を行つた。その結果第1表に示した如く心材はアルコールベンゾール抽出物及びガラクトンを邊材よりも多量に含有し全纖維素含有量は邊材よりも著しく低い値を示した。更に注目すべき事には蒸解の難易に大いに關係すべきリグニンの含有量には殆ど差を認めなかつた。然るに次に心材と邊材を別々に同一條件の下に蒸解した處第2表に示す様に心材パルプには邊材のパルプの約 10 倍のリグニンが残留し兩者の間に意外に大きい差のあることを見出した。即ち邊材パルプのリグニン含量 1.3% に對し心材パルプの夫は 13.6% に達する。第4報では此場合よりも更に微弱な蒸煮條件を選んでゐたから其際常に起つた蒸解の困難は一にその心材に歸する事を確め得た。併し心材の蒸解を困難ならしめる原因は、普通の分析にて得られる成分以外の物質、例へば木材色素 (Xylo-chrome) や赤木護謨 (Kerngummi) 等の存在によるものか、又は單に構造、密度の差によるかは目下の所不明である。又内地落葉松の心材の特徴として、蒸解の際に多量の緑色の色素を生じ、この色素は蒸解が終結する1時間前頃より徐々に黒褐色となり、1 部分心材のパルプ中に残留し水洗に依つて除き得ない。併し漂白は差程困難でない。

扱今内地産落葉松をそのまま蒸解する場合を考えると邊材と心材の割合は本實驗に供した試料では約1:1.37であり、心材パルプのリグニンは13.6%，邊材パルプのリグニンは1.30%であるから、心材と邊材を分離せずに蒸煮して得られるパルプのリグニンは兩者の算術平均にほぼ等しく約7%前後であらうと豫想される。之は未晒パルプとしては先づ許容し得る數値である。そこで心材と邊材を分ける事なく前と同じ蒸解條件によつて蒸解した結果、第2表に示す様に纖維素含有量、リグニン含有量等に関して大體豫期の通であつたが、むしろ夫よりは幾分良好なパルプを得る事が來出た。

次にこのパルプに就き異なる三つの條件で精製を試みた。即ち第3表に見る如く何れの場合にも同程度の分析値を有する可成良好なパルプを得た。そしてパルプの不均一性から考へられる操作上の不便は何等感ぜられなかつた。

尙心材パルプの收率及纖維素含有量は共に邊材のパルプよりも低い。また全體的に見て收率は他の針葉樹より低い。之はビーターの洗滌器の金鋼が荒過ぎた爲に、機械的損失が大きかつた事にもよると考へられる。

實 験 の 部

1) 分析試料調製

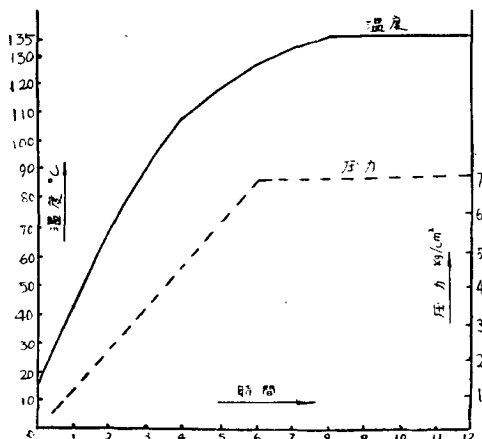
實驗に用ひられた内地落葉松は第4報に於て³⁾用ひたものと同一材を用ひ、静岡縣御殿場産の樹齡約42年のものである。心材と邊材を豫め分離しておき、別々にナイフにて小薄片とし、更に小型製粉機で粉碎した。

2) 蒸 解

チップの大きさは第4報と同じ $3 \times 3 \times 35 \text{ mm}$ とした。蒸解條件は第4報の比較實驗に用ひた條件では多量の未蒸解の部分を残したので更に SO_2 の含有量を高め、最高壓力を上げて種々試みた結果最高温度 135°C とし圖に示す曲線に従つて温度を上げ最高壓力 7 kg/cm^2 として12時間では未蒸解部分を残留しない程度に蒸解し得たのですべてその條件で蒸解した。蒸解液の組成は次の如きものを用ひた。

全 SO_2	6.0g/100cc	結合 SO_2	1.14g/100cc
遊離 SO_2	4.86g/100cc	CaO	1.0g/100cc

心材と邊材を分離して蒸解する場合には、同一蒸解罐中に各々のチップを上下に分けて入れ、



相互間は鉛の有孔板で仕切つて、心材と邊材の混するのを防いだ。蒸解終れば直に排氣してパ
 ルプを取出し、水洗し約 1 時間ビーターにて叩解し、更に水洗して風乾した。

尙この蒸解條件では、心材を蒸解する最短時間は 12 時間であつて、30 分短縮すれば既に心
 材に未蒸解部分を生ずる。

3) パルプの精製

パルプの精製は心材、邊材を分離せずに得られたパルプにのみ行つた。次の 3 つの方法で晒
 粉溶液と苛性ソーダ抽出による 3 段漂白を行ひ、尙Ⅲでは中間に苛性ソーダ抽出を行はなかつ
 た。

I) 第 1 段 パルプ濃度約 5%, 有効鹽素 11.54g/100g パルプ (パルプの Roe-鹽素價 5.77 の
 2 倍量) にて 3 時間漂白水洗

第 2 段 パルプ濃度約 4%, 25g NaOH/100g パルプ, 約 60°C にて 15 分間抽出, 水洗

第 3 段 第 1 段の漂白廢液で 1 時間漂白

Ⅱ) 第 1 段 パルプ濃度約 5%, 有効鹽素 5.77g/100g パルプにて 1 時間漂白, 水洗

第 2 段 パルプ濃度約 5%, 5g NaOH/100g パルプ, 60 ~ 70°C にて 20 分間抽出, 水洗

第 3 段 パルプ濃度約 5%, 有効鹽素 2.7g/100g パルプ (第 1 段の 1/2) で 30 分間漂白

Ⅲ) 第 1 段 パルプ濃度約 5%, 有効鹽素 5.77g/100g パルプにて 1.5 時間漂白, 水洗, 中間
 のアルカリ處理を略し

第 2 段 第 1 段と同様にて 30 分間漂白

第 1 表 内地産落葉松原木の分析

分析 樹材	年輪	直徑 mm	水分	灰分	アルコー ルベンゾ ール 1:1 抽出物	纖維素 乾燥試料に 對する %	リグニン 乾燥試料に 對する %	ペン ト ザン	フル フ ロール 生成量	マン ナン	ガラ ク タン
邊材	—	—	8.54	0.256	1.981	55.22	28.52	7.84	4.74	8.45	11.43
心材	—	—	9.43	0.176	5.578	47.89	28.93	12.42	7.54	6.70	4.808
全材	40	170	10.36	1.115	4.08	53.8	28.6	5.55	4.22	7.78	4.17

第 2 表 未晒パルプの分析

分析 パルプ 種類	收率	水分	灰分	アルコー ルベンゾ ール 1:1 抽出物	纖維素 乾燥試料に 對する %	リグニン 乾燥試料に 對する %	フル フ ロール 生成量	Roe- 鹽素價
邊材パルプ	33.8	8.59	1.06	0.341	95.66	1.30	0.834	1.83
心材パルプ	30.1	9.54	1.13	0.665	82.86	13.6	0.504	18.5
全材パルプ	36.3	8.61	0.65	0.387	94.98	5.32	0.895	5.78

第3表 漂白パルプの分析

分析 漂白パルプ	粗パルプ に対する 収率	木材に對 する収率	水分	灰分	α - 纖維素	β - 纖維素	γ - 纖維素	フルフ ロール 生成量	銅 價	粘 度	リグニン
I	85.0	30.85	7.3	0.494	82.08	13.01	6.56	1.122	2.44	1.84	0.346
II	92.5	33.58	7.44	0.361	82.55	9.43	7.26	1.308	2.31	2.01	0.187
III	95.0	34.50	6.74	0.394	82.83	9.21	8.63	1.64	2.34	1.86	0.345

4) パルプの分析及び試験

未晒パルプの分析は第1報記載の方法と同様の方法に依つた。但し全纖維素定量は鹽化リグニン¹⁾溶出に1%苛性ソーダ溶液を用ひるのはパルプの分析に不適當であると考へたので、2%亞硫酸ソーダを用ひ、且鹽素化時間を短縮して15分宛3回—4回とした。又ペントザンはSchwalbe及びSieber氏の著書記載⁵⁾の計算法はフロログルシドの生成量の少いものには不適當であると考へたので、フルフロールとして算出した。

精製パルプの分析及び試験は、 α 、 β 、 γ -纖維素の定量、銅價、粘度の測定は中島正氏⁶⁾の方法を採用した。

リグニンは未晒パルプの場合と同様に72%硫酸法で定量した。

總 括

第4報で蒸解困難を伴ふと報告した内地産落葉松に就て心材と邊材を分ちて分析した結果、蒸解難易に關係ありと考へられるリグニン含有量に關しては兩者間に何等差異を認めなかつたにも拘らず、之を同一條件で亞硫酸蒸解せる結果、意外にも心材パルプは邊材パルプに比べて約10倍のリグニンが残存して居た。即ち内地産落葉松の蒸解困難の原因は全くその心材部にある事を確めた。然し乍ら本報にて選んだ蒸解條件では得られた心材パルプのリグニンと邊材パルプのそれとの算術平均數値は未晒パルプとして許さるべき範圍にあると考へ、心材と邊材を分離せずに（本實驗に供した試料では兩者の比は邊材1：心材1.37）蒸解し、豫想の如く良質の未晒パルプを得、有用なパルプを得るためには心材が或程度によく蒸解されることが必要であることを示した。又精製試験を行つたが、パルプの不均一性による不便は感ぜられなかつた。

文 獻

- 1) 第八次山林要覽（昭12）
- 2) 民有林の面積及蓄積（昭13）
- 3) 福田、道堯、山口、織工（昭12）13, 447
- 4) 尖戸、木村、道堯、丁、福田、織工（昭10）11, 224
- 5) C. G. Schwalbe u. R. Sieber. Die Betriebskontrolle in der Zellstoff- und Papier-Industrie 2 Aufl. 1922. Berlin
- 6) 中島正、纖維素及び其誘導體の研究（昭9）p. 91