

高収率パルプ製造に関する研究 (第3報)

アスブルンド法パルプの性質と アスブルンド・ディファイブレーターによる 繊維状蒸煮について

米 澤 保 正⁽¹⁾

宇 佐 見 国 典⁽²⁾

I 緒 言

著者らはいわゆるアスブルンド法によつて得られるパルプが高収率であり、切断繊維少なく物理的、化学的損傷も比較的軽微なる点に着目し、製紙用パルプとして本法によりえられるパルプを利用する目的をもつて種々実験を行ない報告してきた^{1) 2)}。すなわち第1報では、アスブルンド処理の前後に種々な処理を行なう方法によつてアスブルンド法の特徴である、パルプの高収率性を失わず紙力改善を企図した研究を、第2報においてはアスブルンド・パルプに繊維接着上有効な化学基を誘導する方法による品質改善に関する研究を行なつた。

しかしながら研究の初めに期待したような高強度高収率パルプは得られず、本研究を続行するまえにアスブルンド・パルプそのものについて特性をよく知り、その知見に基づいて今後の計画をたてねばならないと考えた。

そこでわれわれはアスブルンド・パルプの強度、重合度等を測定して繊維の物理的、化学的浸蝕の程度を推定し、また製紙上有害と考えられるリグニンのみを除去したいわゆるホロセルロースパルプを得て潜在紙力を測定し製紙用パルプとしての適否を考察した。それらの結果を報告する。

なお高収率パルプ製造法そのものとは若干性格を異にしているが、アスブルンド法による急速蒸煮法試験も行なつたのでともに報告することとした。

II アスブルンド・パルプの引張強度に関する実験

高温下において解繊を行なつた場合に機械的に激しい摺擦作用が行なわれるので、できたパルプの単繊維にき裂を生じ、このような繊維を出発物質として種々な化学処理によつて化学パルプの製造を試みても、生成パルプは強度的に高度のものは望みえないと主張するものもある³⁾ので、はたしてそのような致命的影響を与えるものかいなかを確かめる一手段としてパルプの単繊維引張強度を測定した。

II-1 実験法

試料は次のようにして製造した。

P-1: アカマツチップを用いて次の条件に従いアスブルンド・パルプを得た。

(1) 林産化学部パルプ繊維板科長・農学博士

(2) 林産化学部パルプ繊維板科パルプ研究室員

解繊条件は steaming は 10 kg/cm^2 蒸気にて2分, defibration は同圧にて2分行なつた。そのパルプ収率は 81.6% であつた。

P-3: P-1 と同一チップを Na_2SO_3 の 43.58 g/l 液に 89 時間浸漬し, チップと液を分離した後(チップ中に Na_2SO_3 を 10.8% 含んだ) steaming および defibration は P-1 同様に行なつた。パルプ収率は 86.6% であつた。

P-1 ホロセルロースパルプ: P-1 パルプより WISE 法⁴⁾によつてほとんど完全に脱リグニンした繊維状ホロセルロースである。

春材および秋材繊維: アカマツ材小片から春材部, 秋材部を分離し, おのおの SCHULZE 液にて単繊維化したもの。

碎木パルプ: 市販のアカマツ碎木パルプを用いた。

亜硫酸パルプ: アカマツを原料として当研究室で製造したもの。

単繊維の引張強度測定は次のようにして行なつた。

測定機はセニメーター(最大荷重 50 g , 0.5 g 目盛)を用い, 単繊維の機械への支持は黒色漆紙にあらかじめ繊維長以下の幅広い窓を切り抜いておいて, それに単繊維を塩化ビニールの酢酸アミル液を用いて

第1表 アカマツ春材仮導管の引張強度

Table 1. Tensile strengths of tracheids separated with SCHULZE's solution from springwood of Akamatsu (*Pinus densiflora* Sieb. et Zucc.)

試料 No.	仮導管 Tracheid		断面積 Sectional area ($A = \pi(r_1^2 - r_2^2)$)	引張強度 Tensile strength	
	外径 Outer dia. ($2r_1$) $\times 10^{-2} \text{ mm}^2$	内径 Inner dia. ($2r_2$) $\times 10^{-2} \text{ mm}^2$		強さ Observed (g) g	強度 Calculated (g/A) kg/mm^2
1	2.32	0.77	3.7617	22.0	58.48
2	3.10	1.16	6.4902	13.8	21.26
3	3.87	1.16	10.7060	7.8	7.29
4	3.48	1.55	7.6245	12.0	15.74
5	3.87	1.16	10.7058	12.0	11.21
6	2.32	0.77	3.7617	6.5	17.27
7	3.10	1.16	6.4909	6.0	9.24
8	3.10	1.55	5.6608	12.3	21.37
9	3.10	0.58	7.2835	9.0	12.36
10	2.71	1.16	4.7112	16.0	33.96
11	2.90	0.77	6.1396	19.0	30.94
12	2.71	0.58	5.5038	6.0	10.90
13	4.26	0.19	13.9696	3.0	2.15
14	3.87	0.77	11.2972	23.2	20.53
15	3.10	1.74	5.1698	12.0	23.21
16	3.48	1.16	8.4547	7.2	8.52
17	3.10	0.77	7.0819	1.0	1.41

平均引張強度(信頼度 95%)。

Mean value (at 95% of confidence limits) $17.99 \pm 7.51 \text{ kg/mm}^2$

ただし断面積計算は仮導管断面を円形と仮定して算出した(以下第11表まで同様)。

When sectional shape of tracheid is assumed as circle (same in Table 1~8).

窓の上下に両端を固着させ一夜放置後測定に供した。測定にあたり支持を終わりその荷重直前に窓の両側にハサミを入れ両側を切り上下のみに支持されるようにした。

なお強度試験用単繊維はあらかじめ顕微鏡によりほぼその中央部における外径、内径（細胞腔の直径）を測定しておき断面積計算の基礎とした。強度測定時の条件は 22.6°C、関係湿度 65% であつた。

II-2 測定結果と考察

第1表より第8表に示した。

第2表 アカマツ秋材仮導管の引張強度

Table 2. Tensile strengths of tracheides separated with SCHULZE's solution from summerwood of Akamatsu (*Pinus densiflora* SIEB. et ZUCC.)

試料 No.	仮導管 Tracheid		断面積 Sectional area (A) = $\pi(r_1^2 - r_2^2)$ $\times 10^{-4} mm^2$	引張強度 Tensile strength	
	外径 Outer dia. (2r ₁) $\times 10^{-2} mm$	内径 Inner dia. (2r ₂) $\times 10^{-2} mm$		強さ Observed (g) g	強度 Calculated (g/A) kg/mm ²
31	2.71	0.39	5.6485	9.8	17.35
32	2.32	0.58	3.9631	4.1	10.35
33	4.26	0.77	13.7540	7.2	5.23
34	2.71	0.58	5.5038	12.5	22.71
35	1.94	0.19	2.9276	1.0	3.42
36	2.32	0.77	3.7617	10.0	26.58
37	2.71	0.58	5.5038	4.8	8.72
38	3.10	1.16	6.4909	7.0	10.78
39	2.71	0.39	5.6486	12.8	22.70
40	2.71	0.58	5.5038	15.0	27.25
41	3.87	1.16	10.7060	16.5	15.41
42	4.26	1.55	12.3661	4.5	3.64
43	3.10	1.16	6.4908	6.1	9.40
44	2.32	0.77	3.7617	13.8	36.59

平均引張強度 Mean value 15.73 ± 5.86 kg/mm²

第3表 アカマツ碎木パルプ中の仮導管の引張強度

Table 3. Tensile strengths of tracheides in groundwood prepared from Akamatsu (*Pinus densiflora* SIEB. et ZUCC.)

試料 No.	仮導管 Tracheid		断面積 Sectional area (A) = $\pi(r_1^2 - r_2^2)$ $\times 10^{-4} mm^2$	引張強度 Tensile strength	
	外径 Outer dia. (2r ₁) $\times 10^{-2} mm$	内径 Inner dia. (2r ₂) $\times 10^{-2} mm$		強さ Observed (g) g	強度 Calculated (g/A) kg/mm ²
61	4.64	1.16	15.8525	18.0	11.35
62	2.71	1.16	4.7112	17.0	36.08
63	3.10	0.77	7.0820	12.2	17.23
64	2.30	0.58	3.8906	25.0	64.26
65	2.71	1.16	4.7112	34.0	72.17
66	1.94	0.58	2.6917	23.0	85.44
67	3.48	1.35	8.0802	11.8	14.60

試料 No.	仮導管 Tracheid		断面積 Sectional area (A) = $\pi(r_1^2 - r_2^2)$ $\times 10^{-4} mm^2$	引張強度 Tensile strength	
	外径 Outer dia. ($2r_1$) $\times 10^{-2} mm$	内径 Inner dia. ($2r_2$) $\times 10^{-2} mm$		強さ Observed (g) g	強度 Calculated (g/A) kg/mm^2
68	3.48	1.94	6.5556	22.0	33.56
69	1.94	0.77	2.4903	19.0	76.30
70	3.68	1.55	8.7493	31.0	35.43
71	3.10	1.55	5.6604	21.0	37.10
72	3.48	1.16	8.4547	23.0	27.20
73	3.87	1.55	9.8756	18.0	18.23
74	4.64	0.58	16.6451	4.5	2.70
75	2.90	0.77	6.1396	18.3	29.80
76	3.10	0.97	6.8087	39.0	57.27
77	2.13	0.77	3.0976	6.5	20.98
78	3.87	0.97	11.0239	8.2	7.44
79	3.48	1.55	9.8759	9.0	9.11
80	3.87	1.94	8.8069	18.0	20.44
81	3.48	1.94	6.5556	3.0	4.58

平均引張強度 Mean value $33.39 \pm 11.08 kg/mm^2$

第4表 アスプルンド・ファイバー (P-1) の引張強度
Table 4. Tensile strengths of Asplund fiber (P-1) prepared from
Akamatsu (*Pinus densiflora* Sieb. et Zucc.)

試料 No.	仮導管 Tracheid		断面積 Sectional area (A) = $\pi(r_1^2 - r_2^2)$ $\times 10^{-4} mm^2$	引張強度 Tensile strength	
	外径 Outer dia. ($2r_1$) $\times 10^{-2} mm$	内径 Inner dia. ($2r_2$) $\times 10^{-2} mm$		強さ Observed (g) g	強度 Calculated (g/A) kg/mm^2
91	4.26	1.94	11.2972	12.0	10.62
92	4.64	2.32	12.6820	7.0	5.52
93	1.94	0.39	2.8365	27.5	96.95
94	3.10	1.55	5.6608	19.0	33.56
95	5.03	1.94	16.9154	10.0	5.91
96	5.81	2.71	20.7440	9.0	4.34
97	3.48	2.71	3.7435	2.0	5.34
98	5.03	1.94	16.9153	13.0	7.68
99	5.03	1.55	17.9844	6.5	3.61
100	5.03	1.16	18.8137	9.3	4.94
101	3.87	0.77	11.2972	10.0	8.85
102	2.71	0.77	5.3024	24.0	45.26
103	4.64	1.94	14.0320	6.0	4.28
104	3.48	1.55	7.6246	13.0	17.05
105	3.10	0.77	7.0820	27.0	38.12
106	3.10	1.55	5.6608	22.2	39.21
107	3.10	1.16	6.4909	8.0	12.32
108	3.10	0.77	7.0820	9.0	12.71

試料 No.	仮導管 Tracheid		断面積 Sectional area (A) = $\pi(r_1^2 - r_2^2)$ $\times 10^{-4} mm^2$	引張強度 Tensile strength	
	外径 Outer dia. ($2r_1$) $\times 10^{-2} mm$	内径 Inner dia. ($2r_2$) $\times 10^{-2} mm$		強さ Observed (g) g	強度 Calculated (g/A) kg/mm ²
109	3.29	0.77	8.0356	21.0	26.13
110	4.64	1.16	15.8525	7.0	4.42
111	3.87	1.55	9.8759	21.0	21.26
112	3.10	0.77	7.0822	17.0	24.00
113	4.26	1.16	13.1963	3.0	2.27
114	3.87	2.32	7.5355	16.2	21.50
115	5.03	1.16	18.8145	12.2	6.48
116	3.48	1.16	8.4547	21.0	24.84
117	5.03	1.55	17.9844	5.0	2.78

平均引張強度 Mean value $18.15 \pm 7.97 \text{ kg/mm}^2$

Note: Asplund fiber (P-1) was obtained from Akamatsu chip by following process:
 Apparatus—Laboratory Asplund Defibrator.
 Steaming—2 min. at 10 kg/cm of steam.
 Defibration—2 min. at above same steam.

第5表 アスプルンド・ファイバー (P-3) の引張強度

Table 5. Tensile strengths of Asplund fiber (P-3) prepared from Akamatsu (*Pinus densiflora* Sieb. et Zucc.)

試料 No.	仮導管 Tracheid		断面積 Sectional area (A) = $\pi(r_1^2 - r_2^2)$ $\times 10^{-4} mm^2$	引張強度 Tensile strength	
	外径 Outer dia. ($2r_1$) $\times 10^{-2} mm$	内径 Inner dia. ($2r_2$) $\times 10^{-2} mm$		強さ Observed (g) g	強度 Calculated (g/A) kg/mm ²
121	3.87	1.55	9.8759	28.5	28.85
122	3.87	2.13	8.1996	17.0	20.73
123	2.32	0.77	3.7617	10.2	27.12
124	1.55	0.19	1.8586	23.4	125.90
125	3.10	0.97	6.8087	24.0	35.25
126	3.10	0.77	7.0820	17.3	24.43
127	3.48	1.55	7.6246	26.0	34.10
128	3.48	1.55	7.6246	37.0	48.53
129	3.48	1.16	8.4547	24.0	28.39
130	3.48	1.16	8.4547	6.7	7.92
131	3.48	2.52	4.5239	6.5	14.37
132	3.87	1.94	8.8069	30.0	34.07
133	3.29	1.35	7.0698	6.5	9.19
134	3.48	1.16	8.4547	32.0	37.85
135	3.10	1.55	5.6608	13.0	22.96
136	3.10	1.55	5.6608	17.2	30.38
137	2.71	0.39	5.6486	34.0	60.19
138	5.03	2.71	14.1033	32.0	22.69
139	3.10	1.16	6.4908	33.0	50.84
140	3.87	1.15	10.7242	15.2	14.17

試料 No.	仮導管 Tracheid		断面積 Sectional area (A) = $\pi(r_1^2 - r_2^2)$ $\times 10^{-4}mm^2$	引張強度 Tensile strength	
	外径 Outer dia. ($2r_1$) $\times 10^{-2}mm$	内径 Inner dia. ($2r_2$) $\times 10^{-2}mm$		強さ Observed (g) g	強度 Calculated (g/A) kg/mm^2
141	5.22	0.77	20.9348	6.0	2.87
142	3.48	2.71	3.7434	10.0	26.71
143	3.48	1.16	8.4547	36.0	42.58
144	2.71	0.39	5.6486	23.0	40.72
145	2.90	0.97	5.8662	25.2	42.96
146	2.71	0.97	5.0291	21.8	43.35
147	3.10	0.77	7.0820	49.0	69.19
148	2.13	0.77	3.0976	14.5	46.81

平均引張強度 Mean value $35.47 \pm 9.14 kg/mm^2$

Note: Asplund fiber (P-3) was obtained from Akamatsu chip pre-soaked into Na_2SO_3 solution by the same process in Table 4.

第 6 表 アカマツ亜硫酸パルプ中の仮導管の引張強度

Table 6. Tensile strengths of tracheid in sulphite pulp prepared from Akamatsu (*Pinus densiflora* Sieb. et Zucc.)

試料 No.	仮導管 Tracheid		断面積 Sectional area (A) = $\pi(r_1^2 - r_2^2)$ $\times 10^{-4}mm^2$	引張強度 Tensile strength	
	外径 Outer dia. ($2r_1$) $\times 10^{-2}mm$	内径 Inner dia. ($2r_2$) $\times 10^{-2}mm$		強さ Observed (g) g	強度 Calculated (g/A) kg/mm^2
151	3.48	0.77	9.0458	27.0	29.85
152	2.32	0.39	4.1079	18.2	44.30
153	2.90	0.39	6.4857	24.0	37.00
154	2.71	0.77	5.2811	13.0	24.62
155	2.32	0.39	4.1079	21.8	53.07
156	3.87	0.77	11.2972	8.5	7.52
157	4.26	0.77	13.7875	9.2	5.22
158	3.29	1.16	7.444	9.5	12.76
159	3.87	0.77	11.2972	7.0	6.22
160	2.90	1.16	5.5481	20.5	36.94
161	3.10	0.39	7.4282	5.0	6.73
162	3.29	0.77	8.0354	13.2	16.43
163	2.71	0.39	5.6274	31.0	55.08
164	1.55	0.19	1.8586	24.5	131.81
165	1.94	0.39	2.8357	11.0	38.79
166	3.48	1.16	8.4547	30.2	35.71
167	3.87	1.16	10.7052	4.0	3.74
168	3.10	0.77	7.2029	2.0	2.76
169	2.71	0.77	5.2811	10.0	18.93
170	5.81	1.16	25.4550	11.8	4.63
171	3.87	1.55	9.8760	4.5	4.56
172	3.48	1.16	8.4544	6.2	7.34
173	1.94	0.19	2.9276	1.0	3.41

平均引張強度 Mean value $25.54 \pm 12.47 kg/mm^2$

第7表 アスプルンド・ファイバー (P-1) ホロセルロースパルプ中の仮導管の引張強度

Table 7. Tensile strengths of tracheid in holocellulose pulp prepared from Asplund fiber (P-1)

試料 No.	仮導管 Tracheid		断面積 Sectional area (A) = $\pi(r_1^2 - r_2^2)$ $\times 10^{-4} mm^2$	引張強度 Tensile strength	
	外径 Outer dia. ($2r_1$) $\times 10^{-2} mm$	内径 Inner dia. ($2r_2$) $\times 10^{-2} mm$		強さ Observed (g) g	強度 Calculated (g/A) kg/mm ²
181	2.13	0.58	3.2990	17.2	52.13
182	1.94	0.58	2.6917	24.0	89.16
183	3.48	1.16	8.4544	8.0	9.46
184	2.71	0.77	5.3024	9.5	17.91
185	3.48	1.16	8.4544	19.5	23.06
186	2.90	0.39	6.4858	33.3	51.34
187	2.71	0.19	5.7397	25.2	43.90
188	3.87	0.39	11.6434	8.8	7.56
189	3.48	0.77	9.0458	27.0	29.84
190	1.94	0.77	2.4902	3.5	14.05
191	2.71	1.16	4.7110	29.0	61.56
192	2.32	1.16	3.1703	12.2	38.48
193	2.90	0.77	6.1396	21.5	34.46
194	2.32	0.58	3.9631	22.0	55.51
195	2.32	0.77	3.7617	21.0	55.82
196	4.26	2.71	8.4851	14.0	16.50
197	2.32	0.39	4.1079	8.0	19.47
198	2.71	1.16	4.7110	12.7	26.96
199	2.32	0.58	3.9631	19.0	47.94
200	2.71	0.77	5.3024	21.5	40.55
201	2.32	0.39	4.1079	18.4	44.79
202	1.94	0.39	2.8365	8.5	29.96
203	2.32	0.77	3.7617	10.1	26.85
204	2.32	0.77	3.7617	23.0	61.14
205	1.55	0.39	1.7675	21.5	121.64
206	3.87	0.97	11.0240	6.2	5.62
207	3.48	1.94	6.5556	13.0	19.83
208	2.71	1.16	4.7110	25.2	53.49
209	2.71	1.16	4.7110	7.8	16.55
210	2.13	0.39	3.4438	10.6	30.77

平均引張強度 Mean value 38.21 ± 9.27 kg/mm²

第8表 アスプルンド・ファイバー (P-1) の叩解したものの中の仮導管の引張強度

Table 8. Tensile strengths of tracheid in the beaten pulp prepared with the holocellulose pulp of Asplund fiber (P-1)

試料 No.	仮導管 Tracheid		断面積 Sectional area (A) = $\pi(r_1^2 - r_2^2)$ $\times 10^{-4} mm^2$	引張強度 Tensile strength	
	外径 Outer dia. ($2r_1$) $\times 10^{-2} mm$	内径 Inner dia. ($2r_2$) $\times 10^{-2} mm$		強さ Observed (g) g	強度 Calculated (g/A) kg/mm ²
241	2.71	0.77	5.3024	17.2	32.44
242	1.94	0.39	2.8365	13.0	45.83
243	1.74	0.19	2.3495	8.2	30.64
244	1.94	0.19	2.1422	11.2	52.28
245	3.10	0.77	7.0820	22.0	31.06
246	2.32	0.39	4.1078	14.2	34.57
247	3.29	1.16	7.4444	7.0	9.40
248	2.52	0.58	4.7234	13.5	28.58
249	1.94	0.39	2.8365	14.2	50.06
250	3.84	0.77	9.0458	19.3	21.34
251	2.52	0.58	4.7234	20.2	42.76
252	2.32	0.39	4.1079	23.8	57.93
253	1.55	0.19	1.8586	5.5	29.59
254	2.71	0.39	5.6486	27.0	47.80
255	3.48	1.16	8.4547	17.5	20.70
256	2.52	0.77	4.5219	12.3	27.20
257	2.32	0.39	4.1079	22.5	54.77
258	3.87	0.77	11.2972	14.0	12.39
259	2.32	0.19	4.1990	27.0	64.30
260	2.71	0.39	5.6486	22.0	38.95
261	1.74	0.39	2.2584	15.0	66.42
262	2.71	1.16	4.7112	20.0	42.45
263	3.10	0.39	7.4282	21.8	29.35
264	1.94	0.39	2.8365	12.5	44.07
265	4.64	1.55	15.0224	19.0	12.65
266	3.10	0.77	7.0820	15.5	21.89
267	3.10	1.16	6.4909	10.8	16.64

平均引張強度 Mean value $35.78 \pm 6.27 \text{ kg/mm}^2$

ただし叩解は Lampen mill にて 360 cc (C. S.) まで行なつた。

Beating was made up to 360 cc of Canadian freeness in Lampen mill.

以上測定した試料中原木の状態に最も近似と考えられる碎木パルプの値を一応原木の値と仮定すれば、酸性加水分解が行なわれるシュルツ液処理物、P-1等は原木のその半分のないしそれ以下に低下しており、P-3の Na_2SO_3 添加を行なつてpHの低下を防いで解繊したものでは原木に近い値を示しておことは、仮導管の骨格をなすセルロースの結晶構造と関連して考えるとき興味ある問題である。またP-1のホロセルロースパルプが原木に近くまで上昇したことについてはこれだけの結果から原因を推定することは困難であるが、リグニンは単繊維強度に対し重要でないとは推定しても誤りではなからう。

単繊維強度は繊維のからみ合いおよび繊維間の接着強度とともに紙の強度を構成する3因子の1つと考えられる。

純粹のセルロース繊維が切断される場合にセルロースの主価結合が切断されるものとしてH. MARK⁹⁾は切断強度として 800 kg/mm^2 を要すると計算している。実際の強度は第9表に示したようにこの値よりかなり低いことが報告されている¹⁰⁾。

第9表 各種セルロース繊維の乾燥引張強度

Table 9. Dry tensile strengths of several kinds of cellulosic fibers

繊維 Fiber	引張強度 Tensile strength (kg/mm^2)	繊維 Fiber	引張強度 Tensile strength (kg/mm^2)
ラミ — Ramie	91~95	ビスコース Viscose fiber	20~40
綿 Cotton	20~80	ビスコース（高度配列したもの） Viscose (high grade)	62
亜麻 Flax	84		
木材繊維 Wood fiber	11.7		

著者の値をこれらのものと比較するとかなり高い。これは木材繊維のようなきわめて短繊維の場合には測定に種々の困難な問題がともない、また計算法が問題になるのでこれ以上の比較は避けるが、とにかく化学的処理特に酸性下で行なう場合に引張強度が低下することは間違いないようである。

以上の結果から処理法が適当であるなら、アスプルンド法によつて製紙用パルプとして単繊維強度の面からは、この処理法は差しつかえないといえる。

Ⅲ アスプルンド・パルプの重合度について

Ⅱの実験によりアスプルンド・パルプも処理を適当に行なえば単繊維の引張強度は、原木のそれに比較して低下が少ないことが判明した。そこで引張強度とセルロースの重合度とは密接な関連性があることは既知であるが実際にどうなっているかを知るためにアカマツおよびブナの原木、アスプルンド・パルプについて測定を行なつてみた。

Ⅲ-1 実験法

試料の調製：アカマツおよびブナ原木を繊維長方向に18mm程度のチップとし、これを Na_2SO_3 溶液（濃度44g/l）の6倍量中に89時間浸漬後、液と分離し（これによつてチップ重量の約10%相当の Na_2SO_3 を含有させた）、アスプルンド・ディファイブレーターを用い、steamingを 10 kg/cm^2 飽和水蒸気にて5分、defibrationを同一蒸気にて2分を行なつた。そのパルプ収率はアカマツ90.2%、ブナ84.9%であつた。

以上 2 種のパルプのほか、おのおのの原木（カンナ屑としたもの）もあわせて合計 4 試料につき Wise 法により脱リグニンを行ない、ついで 17.5% NaOH 液により脱ヘミセルロースして残留した部分（主として α -セルロース）を用いて銅アンモニア液粘度の測定を各 7 回行ない STAUDINGER 式⁵⁾により重合度を算出し、その平均値を求めた。

III-2 実験結果と考察

実験結果は第 10 表のとおりである。

第 10 表 原木およびアスプルンド・パルプからえた α -セルロースの重合度
Table 10. D. P. of α -celluloses prepared from woods and Asplund pulps

試 料 Sample	原 木 (Wood)		アスプルンド・パルプ (Asplund pulp)	
	ア カ マ ツ Akamatsu	ブ ナ Beech	ア カ マ ツ Akamatsu	ブ ナ Beech
重 合 度 D. P.	2,404	1,994	1,632	1,837

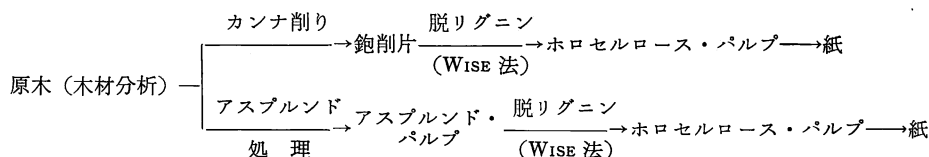
天然セルロースおよび木材パルプの重合度についてはすでに多くの報告があるが岡田⁶⁾によれば前者は一般に 2,000~3,000, 後者は 700~1,500 といわれている。それらの値と本実験値を比較して考えるとアカマツ・アスプルンド・パルプはブナのそれよりアスプルンド処理により重合度低下が大であるようである。しかしそれでもなお相当高い値であるので、その後の精製処理が適当であるなら十分一般の製紙用パルプに変成しうるものと考えられ、本研究のごときアスプルンド・パルプの化学的精製処理を行なつて高歩止りでかつ高紙力のパルプを獲得することも十分に可能性ありと信ずる。

IV アスプルンド・パルプの潜在紙力

アスプルンド処理によつて得られたいわゆるアスプルンド・パルプの単繊維引張強度および α -セルロースの重合度測定結果から、同処理法ないし得られるパルプは製紙用パルプ製造法として十分価値ある方法と考えたが、一応ホロセルロースの形で紙力試験を行なつて、さらに製紙用パルプないしその製造法としての価値を判断することとした（これについては一部第 1 報に報告）。なお比較の基準として原木そのもののホロセルロースを製造し、それとアスプルンド・ホロセルロースとの比較を行なつた。

IV-1 実験法

アカマツおよびブナの 2 種を供試した。その大要は次図のとおりである。



ホロセルロース・パルプの調製：鉋削片をうるには原木の柁目面を用い、鋭利なカンナを用いて厚さ 0.4~0.5 mm および 0.1~0.2 mm の 2 種のカンナ屑を作り、これを大型ソックスレー抽出器にいれアルコール・ベンゼン等容混液により樹脂分を抽出し、ついで Wise 法にしたがつて脱リグニンを行なつた。処理回数は厚さ 0.4~0.5 mm は 7 回、0.1~0.2 mm は 6 回であつた。えられたホロセルロース・パ

ルプ収率はアルコール・ベンゼン抽出済み試料に対し、アカマツの場合それぞれ 64.8%, 72% であり、またそのリグニン含有率はそれぞれ 1.98%, 2.73%, ブナの場合は収率それぞれ 70.9%, 78.0%, またリグニン含有率はそれぞれ 2.82%, 4.04% であつた。

また原木からのアスプルンド・パルプの製造は、IIIの重合度測定に使用したものと同一試料を用いたので省略する。脱リグニン処理回数はアカマツは5回、ブナは4回行なつた。ホロセルローズ・パルプ収率はアルコール・ベンゼン抽出済み試料に対しそれぞれ 64.8%, 84.0% であつた。

紙力試験は JIS-P 8102 により行なつた。ただしボールミルの代わりにランベンミルを使用した。

IV-2 実験結果と考察

実験結果を第 11 表に示した。

第 11 表 原木およびアスプルンド・パルプからえたホロセルローズ・パルプの紙力

Table 11. Handsheet properties of holocellulose pulps made from woods and Asplund pulp

樹 種 Species	ア カ マ ツ Akamatsu			ブ ナ Beech		
	カンナ屑 Shaving		アスプルンド パルプ Asplund pulp	カンナ屑 Shaving		アスプルンド パルプ Asplund pulp
	厚さ 0.4~0.5mm Thickness	厚さ 0.1~0.2mm Thickness		厚さ 0.4~0.5mm Thickness	厚さ 0.1~0.2mm Thickness	
Raw material for holocellulose						
叩 解 時 間 Beating time (hr)	1.0	$1\frac{1}{3}$	1.0	$2\frac{1}{12}$	$8\frac{1}{2}$	$2\frac{1}{2}$
叩 解 度 Degree of beating (C. S.)	—	190	170	215	190	220
坪 量 Substance (g/m^2)	62.10	63.85	63.76	64.20	52.28	55.32
厚 さ Thickness (mm)	0.07	0.08	0.08	0.11	0.09	0.09
緊 度 Density (g/cc)	0.89	0.80	0.78	0.58	0.58	0.61
裂 断 長 Breaking length (km)	12.70	12.51	9.42	5.80	4.70	4.41
比 破 裂 度 Bursting strength	7.90	9.20	7.00	3.30	2.30	2.11
比 引 裂 度 Tearing strength	58.0	59.5	75.3	53.7	47.8	45.2
耐 折 度 Folding (MIT)	2400	2400	2000	24	8	7

アカマツの場合は厚さを異にしたカンナ屑の差は僅少であつたが、ブナの場合はアカマツに比べ大であつた。これは残留リグニンの差異に基づくものと考える。ホロセルローズ・パルプ紙力としては厚さ 0.4~0.5 mm のものの方が妥当であろう。

原木ホロセルローズ・パルプの紙力とアスプルンド・パルプからのホロセルローズ・パルプ紙力とを比較すると、アカマツの場合は後者の方が比引裂度のみ高く、他の紙力はいずれも低下している。またブナの場合は一様にいくぶん低下している。

ここで問題にしていることはアスプルンド処理直後のパルプについての強度ではなく、種々な前処理または後処理によつてえられるパルプの紙力であるので、上記の結果のみによつてこのような処理法を行なう場合にアスプルンド処理そのものが製紙用パルプ製造法として不適当と即断するわけにはいかないのであつて、むしろこの程度の低下ならば、処理法適当なればアスプルンド・パルプの潜在紙力をかなりな程度に保持することは可能と考えられる。右田⁷⁾もパルプ中のヘミセルロースと紙の強度について研究した結果、紙力が最高値を示す最適ヘミセルロース含有率として、リグニンを含有しないいわゆるホロセルロース・パルプの場合に 30% 付近であるといつている（ただし引裂強度のみはより低ヘミセルロースの方に最大値がある）ことからみても、処理法のいかんによつては、さらに高強度のパルプを得られるはずである。

V 急速蒸煮法（繊維状蒸煮法）について

第 1 報 3 項後処理でのべた硫酸塩法薬液によるアスプルンド・パルプの蒸煮によつて得られるパルプの紙力は、一般のクラフトパルプに比べて劣るがパルプ製造時間は著しく短縮できる可能性を見いだしたので、この点をさらに追及することとした。蒸煮薬液としては硫酸法および中性亜硫酸塩法の 2 種を用いた。

V-1 硫酸塩法薬液を用いあらかじめ薬液を浸透し液と分離して気相蒸煮する場合

V-1-1 実 験 法

アスプルンド・ディファイブレーターの構造上チップは蒸気により直接加熱されるためその凝縮水によつてチップと薬液とのいわゆる液比がしだいに大となり、薬液濃度が希釈される。これを最小限度にとどめるため、最初ディファイブレーターに入れるチップは遊離薬液を皆無とし、チップ内部に浸潤した液中に必要な薬品量を含むようあらかじめ薬液浸透実験を行なつた。すなわちある濃厚薬液（参考のため NaOH 液のみのものも行なつた）に風乾チップを投入し、60°C に 2 時間加熱してチップ内への液の浸透を十分に行ない、後チップと液とを分離し、その廃液につき薬液濃度、液量を測定しチップ中への薬品浸潤量を算出した。

蒸煮は次のようにして行なつた。

共通処理条件： 絶乾量 250 g 相当の風乾チップ（含水率 12.45%）に NaOH (Na_2O として) 37.5 g/l, Na_2S (Na_2O として) 37.5 g/l の薬液に 60°C で 2 時間浸漬した後チップと液とを分離し、廃液中の NaOH および Na_2S 濃度と液量とを測定しチップ中への吸収薬品量を算出した。チップ中への吸収液量は一様に 300 cc であつた。

液と分離したチップはできるだけあたたかいうちにアスプルンド・ディファイブレーターに入れ、9 kg/cm² 飽和水蒸気により steaming を 2 分、defibration を 2 分行なつた。その後同圧蒸気下に種々時間放置し、いわゆる繊維状で蒸煮を行なつた。蒸煮終了後蒸気を抜いて常圧に戻し、ディファイブレーターを開放し、廃液の一部をとり pH を測定すると同時に、蒸煮物を取り出し水洗し、パルプ収率測定を行なつた。なお洗浄のさいは細かい目の布袋を用いてパルプのもれを防いだ。かくして得られたパルプについて化学分析（ローエ価、リグニン、 α -セルロース、ヘミセルロース）、紙力測定を行なつた。

一般蒸煮法との比較： 急速蒸煮法と一般蒸煮法（チップ状で終始蒸煮する）との比較を行なうため、同一チップを用いて次の条件によりオートクレーブ蒸煮を行なつた。

蒸煮条件は絶乾チップ 200 g 相当の風乾チップを用い、全アルカリ (Na_2O として) をチップの 14%, 硫化率 31%, 液比 4.5, 最高温度到達時間 90 分, 最高温度を種々に変え蒸煮した。

蒸煮物の化学分析, 紙力測定は急速蒸煮法と同一である。

V-1-2 実験結果と考察

チップ中への硫酸塩法および NaOH 液の浸透に関する実験結果は第 12 表, 蒸煮物の収率, 化学分析および紙力については第 13 表に示した。

第 12 表 プナチップ中へのカセイソーダおよび硫化ソーダ液の浸透

Table 12. Impregnation of sodium hydroxide and sodium sulphide into beech chips

番 号	No.	1	2	3	4	5	6	7
チップ量(無水) Chip taken (o. d.) (g)		100						
含水率 Moisture content (%)		12.45						
液 比 Liquor ratio		1 : 4						
全アルカリ (Na_2O として) 対チップ Total alkali (as Na_2O) to chip (%)		30	40	20	19.65	29.54	39.90	49.30
硫化率 Sulfidity (%)		50	50	50	0	0	0	0
廃液量 Waste liquor (cc)		280	230	275	270	275	260	275
濃 度 Concentration (g/l)	NaOH	19.38	35.81	5.64	30.56	52.75	73.13	95.68
	Na_2S	38.06	52.10	31.65	0	0	0	0
pH		11.2	10.8	11.2	11.7	11.3	11.0	10.8
浸透量 Quantities impregnated	全アルカリ対チップ Total alkali to chip (%)	13.9	19.8	9.8	11.4	15.0	20.9	23.0
	硫化率 Sulfidity (%)	31.2	40.5	13.3	0	0	0	0

第 13 表 繊維状蒸煮

Table 13. Cooking in fiber state (Fiber cooking)

番 号	No.	12	13	11	8	9	10
チップ中に浸透した薬品量 (%) Chemicals impregnated into chips	全アルカリ (Na_2O として) Total alkali (as Na_2O)	14.3	14.2	14.2	14.2	14.0	14.2
	硫化率 Sulfidity	39.5	42.0	34.8	31.7	32.4	31.8
アスブルンド・ ディファイブレ ーター中の条件 Conditions in Asplund Defibrator	Steaming	2 min at 9 kg/cm ² steam					
	Defibration	2 min at 9 kg/cm ² steam					
	繊維状蒸煮 Cooking in fiber state	0 min at 9 kg/cm ²	5 at 9 kg/cm ²	15 at 9 kg/cm ²	30 at 9 kg/cm ²	60 at 9 kg/cm ²	120 at 9 kg/cm ²
廃液の pH,	pH of waste liquor	11.8	11.8	12.3	12.3	12.3	11.4
パルプ収率	Pulp yield (%)	59.0	54.6	54.0	51.4	50.0	48.6
ローエ価	Roe No.	14.94	9.95	7.75	3.14	2.34	1.72

番 号	No.	12	13	11	8	9	10
パルプ分析 Analysis of pulp (%)	Lignin	13.14	—	—	2.78	—	1.36
	α -cellulose	78.59	—	83.06	89.17	87.56	89.08
	Hemicellulose	10.97	—	9.31	7.64	10.42	9.05
叩 解 Beating	叩解時間 Time (min)	95	90	80	80	75	70
	叩 解 度 Degree of beating (C. S.)	220	228	220	204	220	220
坪 量	Substance (g/m^2)	52.72	54.65	54.27	57.20	54.36	53.54
厚 さ	Thickness (mm)	0.065	0.070	0.070	0.075	0.070	0.070
緊 度	Density (g/cc)	0.81	0.78	0.78	0.76	0.78	0.76
紙 力 Paper strength	比破裂度 Bursting strength	4.01	4.50	5.10	5.23	5.10	4.81
	裂断長 Breaking length (km)	6.02	6.93	7.27	7.81	7.30	7.00
	比引裂度 Tearing strength	74.66	81.98	81.96	84.62	84.77	78.30
	耐 折 度 Folding (MIT)	33	70	129	172	100	65

また一般クラフト蒸煮結果については第 14 表にとりまとめた。

第 14 表 ブナの一般クラフト蒸煮
Table 14. Ordinary sulphate cooking using beech chip

番 号	No.	19	20	16	17	14	15	18
最高温度 170°C での保持時間 (min) Holding time at 170°C, max. cooking temperature		0	15	30	60	120	150	240
パルプ収率	Pulp yield (%)	65.9	57.8	56.0	54.3	53.2	52.8	51.7
ロ ー エ 価	Roe No.	15.66	6.44	4.72	1.76	1.26	1.20	0.91
パルプ分析 Analysis of pulp	Lignin	12.44	5.94	—	1.80	—	—	1.27
	α -cellulose	—	79.68	81.85	83.76	85.08	85.83	87.63
	Hemicellulose	—	13.50	13.10	13.77	12.91	12.70	10.04
叩 解 Beating	叩解時間 Time (min)	65	95	92	95	85	92	92
	叩解度 Degree of beating (C. S.)	228	220	204	220	228	220	196
坪 量	Substance (g/m^2)	61.76	62.90	62.01	64.17	65.68	63.05	63.31
厚 さ	Thickness (mm)	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08
緊 度	Density (g/cc)	0.77	0.79	0.78	0.80	0.82	0.79	0.79
紙 力 Paper strength	比破裂度 Bursting strength	6.02	7.44	7.73	7.71	6.98	7.15	6.60
	裂断長 Breaking length (km)	8.39	9.91	10.71	10.68	10.29	10.30	9.31
	比引裂度 Tearing strength	121.1	126.6	125.1	125.3	122.4	115.8	113.7
	耐 折 度 Folding (MIT)	297	1067	1096	1112	1115	1037	645

以上の2表から蒸煮時間—収率、収率—成分および収率—紙力の関係図にとりまとめたものが第1図から第6図までである。

以上の結果から一般蒸煮と急速蒸煮(繊維状蒸煮)とを比較検討すれば次のようになる。

1. 反応速度は繊維状蒸煮の方が約4倍速い(反応温度が両蒸煮で異なっているため、その温度差 8°C により反応速度が倍加すると仮定して考慮した)。

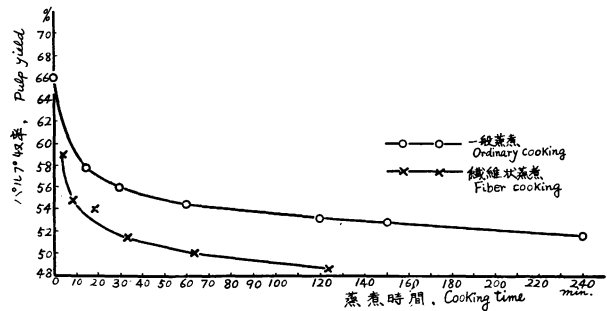
2. 同一収率での化学的組成を比較した場合に繊維状蒸煮はリグニン多く、ヘミセルロース少ない。

α -セルロースには著しい差異は認められないが、収率 53% 付近より高収率側では繊維状蒸煮の方が少なく、低収率側では多くなっている。

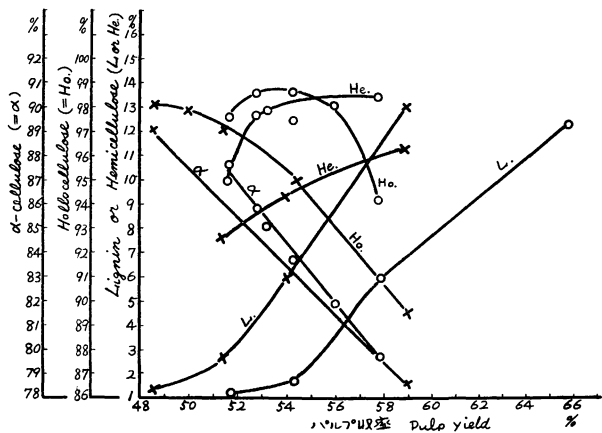
3. 同一収率での紙力は、繊維状蒸煮の方がつねに弱い。実験の範囲内では一般蒸煮の min. より繊維状蒸煮の max. の方が低い。いずれの場合にも中高の曲線となるが、繊維状蒸煮の max. 点は一般蒸煮のそれより低収率側にある。収率が極端に低下した場合は両蒸煮の紙力は一致するようになる。

以上の結果から次のことが考察される。

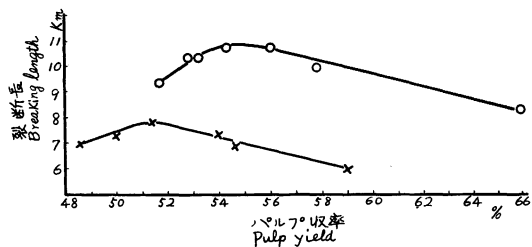
繊維状蒸煮パルプが同一収率においてつねに一般蒸煮より紙力の低い理由として、紙力に有効に作用すると思われるヘミセルロースが少ないこと、特に蒸煮初期においてすでに決定的になつていること、これは一般蒸煮より脱ヘミセルロースが迅速に行なわれる



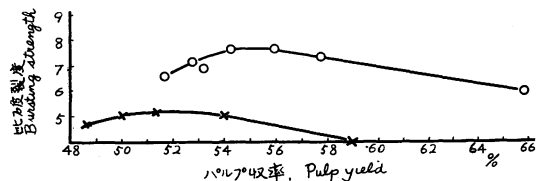
第1図 蒸煮時間とパルプ収率との関係
Fig. 1 Relation between the cooking time and pulp yield



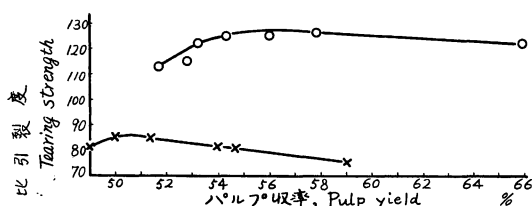
第2図 パルプ収率とパルプ組成との関係
Fig. 2 Relation between pulp yield and composition of pulp



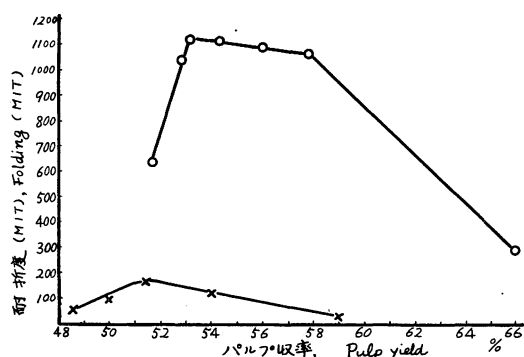
第3図 パルプ収率と裂断長との関係
Fig. 3 Relation between pulp yield and breaking length



第4図 パルプ収率と比破裂度との関係
Fig. 4 Relation between pulp yield and bursting strength



第 5 図 パルプ収率と比引裂度との関係
Fig. 5 Relation between pulp yield and tearing strength



第 6 図 パルプ収率と耐折度との関係
Fig. 6 Relation between pulp yield and folding number

に反し脱リグニンが遅れることに原因すると考えられる。その原因はなんであろうか。

その原因としては蒸解初期のアルカリ濃度が繊維状蒸煮の方がより濃厚（平均して約 3.75 倍になる）であるので、このためにヘミセルロースとアルカリとの反応が急速に進み（リグニンとアルカリとの反応より急速といわれている⁸⁾）、これが決定的因子となつたものか、またはアルカリ浸透が不十分でチップ内では酸性蒸煮が行なわれ、ヘミセルロースの加水分解とリグニンの難溶性化が進行することによるか（この可能性は少ない）、繊維状蒸煮の steaming に際し直接蒸気の凝縮水によるアルカリの洗浄のためチップの部分的酸性化による同様現象、その他機械的処理または不明の原因によるものと推測される。

V-2 硫酸塩法薬液を用いての繊維状蒸煮の特異性を検討するための実験 (1)

V-1 の考察にのべた繊維状蒸煮のさいの蒸煮液の高濃度による影響をまず確かめてみた。

V-2-1 実験法

全アルカリ (Na_2O として) は絶乾チップに対し 14%, 硫化率 (Na_2O として) を 31% の V-1 と同一条件となるように液濃度をきめ、液比は 4.5 倍にした。チップと薬液とは 90~95°C に 30 分間加熱し、その全体をディファイブレーターに詰めた（実際にはいつたんチップと液と分離し、ディファイブレーターにはさきにチップを詰め、前蓋をしめ、上方のパルプを通じて液を流しこみディファイブレーター内でふたたびチップと液とが混合するようにした）。steaming, defibration の蒸気圧は全実験を通じ同一とし、繊維状蒸煮の時間を 0, 30, 60 分の 3 とおりに変化したもの、steaming を 2 時間行なつた後 defibration を 1 分行ない直ちに取り出したもの等を行なつた。蒸煮後の諸測定は V-1 と同様である。

V-2-2 実験結果と考察

実験結果は第 15 表に示した。

この結果と前の高濃度との結果を対比して考察すると次のことが明らかとなる。

同一収率でのローエ価および紙力は繊維状蒸煮の場合に steaming, defibration および繊維状蒸煮中の薬液濃度が変わつても紙力はほとんど変わらない。すなわち薬液濃度はこの実験の範囲内ではあまり影響は認められなかつた。

なお SFC-30 は steaming 1 時間（一般蒸煮の蒸煮時間に相当する）であるにもかかわらず、steaming

第 15 表 繊維状蒸煮におよぼす薬液濃度の影響

Table 15. Influence of a concentration of chemicals to the fiber cooking
without pre-impregnation

番 号	No.	FCL-0	FCL-30	FCL-60	SFC-30	CC-120
アスプルンド・ディファイブレーター中の条件 Conditions in Asplund Defibrator	Steaming	2 min at 9kg/cm ²	2 min at 9kg/cm ²	2 min at 9kg/cm ²	2 min at 9kg/cm ²	10 分間 3 kg/cm ² の割で 30 分後に 9 kg/cm ² とし同圧に 30 分保持した。 Chip was heated gradually up to 9 kg/cm ² in 30 min at the rate, 3 kg/cm ² per 10 min, and retained 30 min in same temp.
	Defibration	2 min at 9kg/cm ²	2 min at 9kg/cm ²	2 min at 9kg/cm ²	1 min at 9kg/cm ²	2 min at 9 kg/cm ²
	繊維状蒸煮 Cooking in fiber state	0 min	30	60	0	0
繊維状蒸煮終了後 Defibrator よりパルプを取り出すまでの放置時間 Standing time after fiber cooking in the defibrator (hr)		18	43	0	0	0
パルプ収率 Pulp yield (%)		60.93	55.47	57.24	56.66	59.32
ローエ価 Roe No.		17.13	7.79	11.71	12.18	17.05
叩 解 Beating	叩 解 時 間 Time (min)	90	65	70	75	—
	叩 解 度 Degree of beating (C. S.)	190	190	220	220	220
坪 量	Substance (g/m ²)	66.82	68.18	67.41	69.10	64.10
厚 さ	Thickness (mm)	0.09	0.095	0.10	0.095	0.09
緊 度	Density (g/cc)	0.74	0.72	0.67	0.73	0.71
紙 力 Paper strength	比 破 裂 度 Bursting strength	3.83	4.87	4.36	4.59	3.25
	裂 断 長 Breaking length (km)	5.46	7.04	6.29	6.09	5.30
	比 引 裂 度 Tearing strength	76.32	74.80	86.78	89.73	73.43
	耐 折 度 Folding (MIT)	50	150	79	86	27

および defibration 各 2 分，繊維状蒸煮 0 分（実際操作上繊維化後薬液との接触時間を 0 にすることはできないので厳密には繊維状での蒸煮時間は存在する）としたものと収率，紙力，ローエ価等がほとんど近似であることからみていわゆる繊維状蒸煮の反応速度がきわめて迅速なることを改めて認識した。

V-3 硫酸塩法薬液を用いての繊維状蒸煮の特異性を検討するための実験 (2)

ここでは繊維状蒸煮の特異性のうち，酸性蒸煮と機械的処理について検討する。

V-3-1 実験法

予備浸透したチップがディファイブレーター中で直接蒸気にさらされ凝縮水によつて洗い除かれ，このためにアルカリが減少しチップの一部が酸性化すると仮定した場合の反証実験として，オートクレーブに

て一般蒸煮したチップをディファイブレーターにて冷時および高温下で steaming および defibration した (第 16 表実験番号 1001~1003)。

第 16 表 蒸煮法と機械的処理が紙力に及ぼす影響について

Table 16. Influence of cooking procedures and followed mechanical treatment to paper strengths

番 号	No.	1001	1002	1003	1004	1005
樹 種	Species	ブ ナ Beech				
全アルカリ (Na ₂ O として) Total alkali (as Na ₂ O) (%)		14				
硫化率 / 液 比 Sulfidity (%) / Liquor ratio		31 / 1 : 4				
蒸 煮 法 Cooking procedure		チップをオートクレーブにて蒸煮, 加熱は20℃より170℃まで60分, 同温度に15分間保持。 Chips were cooked in autoclave owing to ordinary way, namely heated for 60 minutes from 20℃ to 170℃ and held for 15 minutes at same temperature.		アスブルンド・ディファイブレーター中にて 9 kg/cm ² 蒸気にて 60 分蒸煮。 Chips were cooked for 60 minutes with 9 kg/cm ² steam.		
解 織 Defibration		アスブルンド・ディファイブレーターにより室温, 2分分解, その際廃液も入れた。 Cooked chips were defibrated for 2 minutes at room temperature in Asplund Defibrator with waste liquor.	アスブルンド・ディファイブレーター中に廃液とともに 9kg/cm ² 蒸気にて 2分間 steaming し, 2分間 defibration した。 Cooked chips having waste liquor were steamed for 2 minutes with 9kg/cm ² steam and followed defibration.	steaming まで 1002 と同一処理後, ディファイブレーターより取り出し, 室温にて Sprout Waldron Refiner にて解織した。 Steaming the cooked chips in same way in No. 1002, discharged from it, and refined by Sprout Waldron Refiner at room temperature.	引き続き 2分間 defibration した。 Then defibrated for 2 minutes at same steam.	ディファイブレーターより取り出し Sprout Waldron Refiner にて室温下に解織した。 Cooked chips were discharged from it, and refined by Sprout Waldron Refiner at room temperature.
パルプ収率	Yield (%)	59.28	56.02	58.86	60.44	56.31
ローエ価	Roe No.	13.71	11.98	13.60	18.63	13.45
叩 解 Beating	叩 解 時 間 Time (min)	60	60	65	65	65
	叩 解 度 Degree of beating (C. S.)	230	230	230	240	240
坪量	Substance (g/m ²)	63.89	64.20	61.92	62.60	63.90
厚さ	Thickness (mm)	0.09	0.085	0.08	0.08	0.08
緊度	Density (g/cc)	0.71	0.76	0.77	0.78	0.80
紙 力 Paper strength	比 破 裂 度 Bursting strength	5.5	5.0	4.8	3.9	4.6
	裂 断 長 Breaking length (km)	8.6	7.7	7.6	6.2	7.2
	比 引 裂 度 Tearing strength	81.4	81.0	84.0	70.3	80.6
	耐 折 度 Folding (MIT)	359	141	206	44	132

defibration の際の機械的影響を比較検討するために一般蒸煮したチップおよび V-1 と同様にして蒸煮したチップの2種につき高温 defibration と室温下で defibration を行なう（実際には Sprout Waldron Refiner, 円盤直径 12 in を用いた）方法によつた（第 16 表実験番号 1002 と 1003, 1004 と 1005 がそれぞれ対比する）。

V-3-2 実験結果と考察

実験結果は第 16 表に示した。

実験回数が少ないので明確な考察ができないが、一般蒸煮の方がほとんど同一収率においてローエ価低く（すなわち残留リグニン少ない）、紙力良好である。これは No. 1001 と No. 1004 の比較により明らかである。

同一蒸煮条件で機械的処理条件を異にした場合について検討するには No. 1002 と No. 1003, No. 1004 と No. 1005 とを比較すれば明らかになるはずであるが、後者の組合せでは収率の差に基づく紙力差とも考えられ不明りようである。前者の組合せでは No. 1003 は収率が高いにもかかわらず、若干紙力が良好であるので同一収率なれば一層 No. 1003 の方が紙力良好となると考えられ、高温下での defibration（それに必然的に伴う短時間の繊維状蒸煮があることを考慮に入れ）は常温 defibration より紙力の点で有害と考えても誤りではなからう。

均一蒸煮と常温解繊によつた No. 1001 が収率のわりに紙力が最もすぐれていることは当然であろう。

なお V-1 に行なつた一般蒸煮の結果と No. 1001 から No. 1003 までは蒸煮条件が全く同じであるにかかわらず紙力がかなり相違する。この結果からみると機械的処理を強アルカリ性下に行なうことは紙力に対し著しく悪影響を与えるものと推定できる。

V-4 中性亜硫酸塩溶液による場合

V-3 においては硫酸塩法薬液を使用して繊維状蒸煮による急速蒸煮を行なつて一般蒸煮法との比較を行なつたが、それよりアルカリ性の弱い中性亜硫酸塩法薬液による場合について試みた。

V-4-1 実験法

アカマツおよびブナの2種を選び薬液の予備浸透は室温で 15 時間と、120°C で 1 時間の2条件で行なつた。V-3 と同様に浸透後いつたん薬液と分離し、チップのみディファイブレーターに入れて蒸煮解繊を行なつた。

またこれと比較のためオートクレーブによる一般蒸煮も行なつた。

V-4-2 実験結果と考察

実験結果は第 17 表および第 18 表に示した。

上記2表においてはほぼ同一収率パルプの紙力を比較すると、この場合においても硫酸塩法の場合と同様な現象が明らかにみられる。すなわち繊維状で蒸煮されると紙力に対して悪影響を与える。その原因の追究は行なわなかつたが、おそらく硫酸塩法同様アルカリ性下での機械的処理とその結果のヘミセルロースの多量抽出に基づくものと推定される。

Ⅶ 摘 要

著者らは高収率パルプ製造手段としてアスブルンド・ディファイブレーターを使用して、高温下での解繊処理方法を採用してきたが今までのところ高収率で高紙力のものは得られず、同一収率のパルプで比較

第 17 表 中性亜硫酸ソーダ液による繊維状蒸煮

Table 17. Fiber cookings with neutral sodium sulphite solution

番 号 No.		101	102	107	103	104	108
樹 種 Species		アカマツ Akamatsu			ブ ナ Beech		
試 量 (絶 乾) (o. d.) Sample taken (g)		250					
実 験 法 Procedure		予備浸透(100°Cで30分)後 Asplund 処理。 Asplund treatment after pre-impregnation, 30 minutes at 100°C.	予備浸透(100°Cで60分)後 Asplund 処理。 Asplund treatment after pre-impregnation, 60 minutes at 100°C.	予備浸透(120°Cで60分)後 Asplund 処理。 Asplund treatment after pre-impregnation, 60 minutes at 120°C.	No. 101 に同じ。 Same as No. 101.	No. 102 に同じ。 Same as No. 102.	No. 107 に同じ。 Same as No. 107.
浸透前の薬液濃度 Concentration of chemicals in liquor before impregnation	Na ₂ SO ₃ (g/l)	74.0					
	Na ₂ CO ₃ (g/l)	18.5					
浸漬液比 Liquor ratio at impregnation		1 : 5.4					
廃 液 Waste liquor	pH	—	—	9.43	—	—	8.78
	液量 Volume (cc)	867	867	870	1040	1040	1020
	Na ₂ SO ₃ (g/l)	71	71	63	76	76	67
	Na ₂ CO ₃ (g/l)	11	11	15	11	11	7
浸透 Na ₂ SO ₃ 量(対チップ) Na ₂ SO ₃ impregnated (to chip) (%)		13.69	13.69	17.5	8.37	8.37	12.2
アスプルンド・ディファイブレーター中の条件 Conditions in Asplund Defibrator	Steaming	2 min at 9.5 kg/cm ²					
	Defibration	2 min at 9.5 kg/cm ²					
	繊維状蒸煮 Cooking in fiber state	30 min at 9.5 kg/cm ²	60 min at 9.5 kg/cm ²	30 min at 9.5 kg/cm ²	30 min at 9.5 kg/cm ²	60 min at 9.5 kg/cm ²	30 min at 9.5 kg/cm ²
パルプ収率 Yield (%)		80.81	75.85	80.00	73.40	70.00	70.40
ローエ価 Roe No.		29.42	27.96	26.30	22.60	22.30	14.80
白 色 度 Brightness		21	18.5	22	29.5	15.3	28.5
叩 解 Beating	叩 解 時 間 Time (min)	180	180	170	62	63	60
	叩 解 度 Degree of beating (C. S.)	220	220	220	195	195	195
坪量 Substance (g/m ²)		68.24	75.85	66.34	66.92	65.97	62.86
厚さ Thickness (mm)		0.10	0.10	0.10	0.10	0.09	0.09
緊度 Density (g/cc)		0.68	0.75	0.66	0.67	0.73	0.70
紙 力 Paper strength	比 破 裂 度 Bursting strength	2.05	1.85	1.90	3.74	3.90	3.50
	裂 断 長 (km) Breaking length	3.77	3.67	3.30	5.07	5.72	4.70
	比 引 裂 度 Tearing strength	49.09	42.19	52.0	79.95	79.58	85.1
	耐折度 Folding (Schopper)	13	22	12	172	192	415

第 18 表 中性亜硫酸ソーダ液による一般蒸煮法
Table 18. Ordinary neutral sodium sulphite cooking

番 号	No.	110	111	112
樹 種	Species	ア カ マ ツ Akamatsu	ブ ナ	Beech
実 験 法	Procedure	オートクレーブ 間 接 加 熱 Indirect heating in autoclave	回 転 缶 直 接 蒸 気 加 熱 Direct steaming in rotary digester	オートクレーブ 間 接 加 熱 Indirect heating in autoclave
薬 液 Liquor	液 比 Liquor ratio	1 : 5	Start 1 : 1.5 End 1 : 5	1 : 4.5
	Na ₂ SO ₃ (対チップ) (%) to chip	15	15	15
	Na ₂ CO ₃ (対チップ) (%) to chip	0	4	4
蒸 煮 条 件 Cooking conditions		室温より 165°C ま で 1.5 hr, 165°C で 5 hr。 1.5 hr from room temp. to 165°C, and stand 5 hr at same temp.	室温より 170°C ま で 0.5 hr, 170°C で 3.5 hr。 0.5 hr from room temp. to 170°C, and stand 3.5 hr at same temp.	室温より 165°C ま で 0.5 hr, 165°C で 2 hr。 0.5 hr from room temp. to 165°C, and stand 2 hr at same temp.
パルプ収率 Pulp yield (%)		80.27	68.71	79.77
ロ ー エ 価 Roe No.		29.83	18.0	19.32
叩 解 Beating	叩解時間 Time (min)	70	50	45
	叩解度 Degree of beating (C.S.)	220	220	230
紙 力 Paper strength	比破裂度 Bursting strength	3.34	5.5	4.2
	裂断長 Breaking length (km)	7.93	7.5	7.0
	比引裂度 Tearing strength	70.2	95	65
	耐折度 Folding (Schopper)	465	500	—

した際本法は一般法に比べて紙力が著しく劣ることを知つたので、その原因を追究した。その結果の概要は次のとおりである。

1. 単繊維引張強度の比較を行なつた結果、酸性下でのアスプルンド処理はその強度を著しく減少させるが、Na₂SO₃ のごときものを添加して処理すればアスプルンド・パルプの引張強度はほとんど天然の状態に近い値となる。すなわち処理時の pH によつて著しく変わることを知つた。

2. アスプルンド・パルプの重合度は天然のものに比べて、Na₂SO₃ を添加した場合においても若干低下する。

3. アスプルンド・パルプ (Na₂SO₃ を添加した) から得たホロセルロースパルプの紙力は、原木から直接えたホロセルロースパルプのそれに比べ若干低下する。

4. アスプルンド・ディファイブレーター内にて解繊後蒸煮を続けた場合のパルプ収率、化学的組成および紙力について測定し、一般のチップ状蒸煮する方法と比較した。その結果は同一収率で両者を比較し

た場合に硫酸塩法および中性亜硫酸ソーダ法薬液のいずれを使用した場合においても一般蒸煮法の方が紙力がすぐれていた。

化学成分の面からみると繊維状蒸煮の場合は、リグニンの溶出よりヘミセルロースの溶出の方が著しく早いことが明らかとなった。

この結果、繊維状状態でアルカリ薬液と接触させる場合紙力が収率に反比例して上昇する一般の傾向が著しく悪くなると考えられる。

したがって繊維状でアルカリと接触させることは極力避けねばならない。ことに高温の場合にはなほだしい。

5. 繊維状状態で蒸煮する場合には蒸煮時間は著しく短縮される。たとえばクラフト蒸煮の場合に一般のチップ状で行なう場合に比べて 1/4 程度ですむ。したがって急速蒸煮を目的にする場合は興味ある方法である。

文 献

- 1) 米沢保正・宮崎鑑吾・宇佐見国典：高収率パルプ製造に関する研究（第 1 報），林試研報，90，（1956）p. 1
- 2) 米沢保正・宇佐見国典：高収率パルプ製造に関する研究（第 2 報），林試研報，90，（1956）p. 23
- 3) HÄGGLUND, E.: Neuere Untersuchungen über die Sulfit-Zellstoffkochung, Das Papierfabrikant, 34, (1936) p. 313
- 4) WISE, L. E., MURPHY, M. and D'ADDIECO, A. A.: Chlorite Hollocellulose, its Fractionation and Bearing on Summerville Wood Analysis and On Studies on Hemicellulose, Paper Trade J., 122, (2), (1946) p. 35
- 5) STAUDINGER, H.: Über die Zusammenhänge zwischen der Konstitution der Cellulose und ihren physikalischen Eigenschaften, Das Papierfabrikant, 36, 373, 381, 473, 481 (1938)
- 6) 岡田 元：基礎繊維素化学，（至文堂）（1943）p. 176
- 7) 右田伸彦・神田 孝・佐藤修一・小島幸雄：パルプのヘミセルロースと紙の強度との関係，繊維誌 12, (1), (1956) p. 15
- 8) NOLAN, W. J. and McCREADY, D. W.: The Rate of Digestion of Wood in Sodium Hydroxide Solutions, Paper Trade J., 102, (4), (1936) p. 48
- 9) MARK, H.: Die Struktur der Zellulose und ihre technische Auswirkung, Milliland Textilber, 10, (1929) p. 695
- 10) SCHMIDHÄUSER, O.: Die Festigkeitseigenschaften der künstlichen und natürlichen Faserstoffe, Milliland Textilber, 17, (1936) p. 905

Studies on High Yield Pulp (III)**Properties of Asplund pulp and on cooking in the fiber state using Asplund Defibrator—"the fiber cooking"**

Yasumasa YONEZAWA and Kuninori USAMI

(Résumé)

For the purpose of obtaining high yield paper pulp from wood, the authors used the Asplund Defibrator in which the raw materials were cooked and defibrated successively under a high temperature. They obtained pulps having a high yield, but those pulps were much inferior properties to the corresponding ordinary chemical pulp.

The reason why those pulps had become so weak was studied, and the results obtained are as follows:

1. From the measurement of single fiber tensile strength, the fibers were largely weakened by Asplund Defibrator treatment under acidic condition, but preserved the original strength under mild basic cooking condition, for example using sodium sulphite.

2. Degree of polymerization of the Asplund pulp dropped slightly even in the case of pulp prepared under the latter condition.

3. Holocellulose pulp derived from Asplund pulp, which was prepared under mild basic condition, had a slightly inferior paper strength as compared with the pulp which was prepared directly from the raw material wood.

4. The pulp yields, chemical compositions and paper strengths of the pulps which were cooked successively in the defibrator after defibration, the so-called "fiber cooking" because the raw material was cooked in the fiber state, were compared with those of the ordinary cooked chemical pulp.

In the case of same pulp yields, the ordinary pulps were superior to the fiber pulps: cooked in the sulphate or neutral sodium sulphite cooking process.

As to the chemical composition of these pulps, in the case of the fiber cooking, lignin was solved out much quicker than hemicellulose, consequently the fiber cooked pulp was weakened in paper strength.

These phenomena must be more remarkable in a high temperature than in a low one.

5. But in the fiber cooking, the cooking time was considerably reduced, for example one-fourth that of the ordinary cooking.

Therefore, the fiber cooking is a very interesting procedure from the viewpoint of quick cooking.