

林 産 の 部

高収率パルプ製造に関する研究 (第1報)

アスプルンド法パルプを製紙用パルプ として使用する試験

米 澤 保 正⁽¹⁾

宮 崎 鑑 吾⁽²⁾

宇 佐 見 國 典⁽³⁾

緒 言

アスプルンド法パルプは 1932 年 A. J. A. ASPLUND 氏により発明され、チップを高圧蒸気処理したのち、高圧高温下に小間隙の歯の間で圧潰し、機械的に解繊して作られたパルプである。碎木パルプにくらべ、収量はほとんど変りないが、繊維の切断が少ない特長を有し、従来繊維板用パルプとして使用されてきた。

先年、当場に小型の試験用アスプルンド法解繊装置が購入された。これは Asplund Laboratory Defibrator と称され (モーター 10 馬力, 1425 回転/分), 断続的に操作されて、1 回のチップ処理能力は約 300 g (絶乾) である。

著者らはこのアスプルンド法パルプが繊維の損傷比較的少なく、かつ高収率の点に着目し、チップに適当な前処理を行うか、あるいは製造されたパルプに適当な後処理を行えば、チップ状のものを蒸解するよりは容易に、かつ高収率に製紙用パルプを製造し得るのではないかと予想し、この実験を行った。

現今、製紙用パルプはもつばら高収率、かつ高強度のものが望まれ、広葉樹ではセミケミカル法が実用の域に達しているが、針葉樹ではこれらの目的をみたす決定的な製紙用パルプ化法が確立されていない現状であるので、本実験では供試料にアカマツおよびヘムロックなどの針葉樹を用いた。

1. 製紙用パルプとしてのアスプルンド法パルプの価値

1.1. 原料アスプルンド法パルプ

この機械に使用するチップは $2 \times 2 \times 0.2$ cm ぐらいの大きさのよく揃ったもので、普通の蒸解に使用するものより薄いものでなければならない。また、水分は 30% 以上でなければ円滑な解繊は行われない。かようなブナチップを用いて予備試験を行った結果は第1表のとおりである。

表中 Preheating とは空の解繊室に蒸気だけを通して装置を暖めることをいい、Steaming とは暖まつた解繊室にチップを入れてさらに蒸気を通してチップを軟化させることをいう。また、Defibrating とは Steaming 終了直後、モーターを回転して解繊することをいい、解繊中も蒸気を通して常に圧を一定に保つようにした。第1表の No. 1, No. 2, No. 3 の条件によつてえられたパルプ繊維の形状を写真1に示す。

(1) 林産化学部パルプ及繊維板科長 (2), (3) 林産化学部パルプ及繊維板科パルプ研究室員

第1表 実験用 Asplund Defibrator によるブナのパルプ化条件

Table 1. Pulping condition of Beech by Asplund Laboratory Defibrator.

	No. 1	No. 2	No. 3
チップ(絶乾) Chip (bone dry) g	300	300	300
予熱 Preheating	10 mins., 8 kg/cm ²	10 mins., 8 kg/cm ²	10 mins., 8 kg/cm ²
スチーミング Steaming	2 mins., 10 kg/cm ²	2 mins., 8 kg/cm ²	2 mins., 8 kg/cm ²
解繊 Defibrating	2 mins., 10 kg/cm ²	2 mins., 8 kg/cm ²	1 mins., 8 kg/cm ²
アンペア Ampere	24	29	28
全収率 Total yield %	81.8	81.9	86.2
精選収率 対チップ (16 cut) % Screened yield against chip (16cut)	67.1	73.4	69.0

第2表 アカマツおよびそのアスプルンドパルプの化学成分

Table 2. Comparison of chemical component between Red Pine chip and its Asplund pulp.

	Chip %	No. 4 Asplund pulp		減少率 Rate of decrease %
		対パルプ %, against pulp	対チップ %, against chip	
収率 Yield	100	—	79.33	—
灰分 Ash	0.33	0.30	0.23	30.30
冷水抽出物 Cold water extractives	2.08	0.57	0.45	78.37
温水抽出物 Hot water extractives	6.18	1.60	1.27	79.45
アルコール・ベンゼン抽出物 Alcohol-benzol extractives	7.41	2.64	2.09	71.79
ペントーザン Pentosan	11.38	9.88	7.84	31.12
リグニン Lignin	23.10	26.34	20.89	9.57
ローエ価 Roe number	—	26.57	—	—
ホロセルローズ Holo cellulose	78.50	72.93	57.86	26.29
α-セルローズ α-Cellulose	51.95	55.59	44.10	15.11

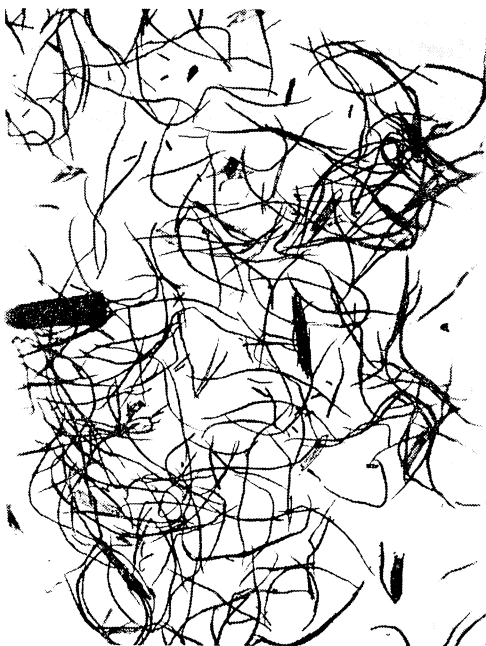
解繊状態、収量、フラット・スクリーン粕量等から考えると、No. 1 の条件、すなわち Steaming, Defibrating とともに 10 kg/cm²、2分あてがもつとも適当と思われる。

アカマツチップで試験した結果も同様に、10 kg/cm²、2分あての条件で良好と思われ、その収率は 79.33%、スクリーン粕は 6.33% であった。

以下本節での供試アスプルンド法パルプはすべてこの条件で製造したものである。

アスプルンド法によるパルプ化の際、相当の高熱(約 180°C)と、機械的処理のために、化学成分に変化があると思われるので、アカマツ材粉と、そのアスプルンド法パルプを標準分析法により分析比較した。その結果は第2表のとおりである。

温、冷水抽出物の減少は当然であるが、ペントーザン、アルコール・ベンゼン抽出物、α-セルローズも相当減少するのは注目すべき現象である。これは次節においても触れるが、おそらく蒸気加熱によつて生成した有機酸により加水分解をおこしたものである。



No. 1

スチーミング

Steaming 2 mins., 10 kg/cm²

解 繊

Defibrating 2 mins., 10 kg/cm²



No. 2

スチーミング

Steaming 2 mins., 8 kg/cm²

解 繊

Defibrating 2 mins., 8 kg/cm²



No. 3

スチーミング

Steaming 2 mins., 8 kg/cm²

解 繊

Defibrating 1 min., 8 kg/cm²

写真 1. 16 cut フラットスクリンで精選されたブナ・アスプルンドパルプ (第1表を参照)

Phot. 1 Beech Asplund pulp screened by 16 cut flat screen. (cf. Tabl 1.)

1.2. 亜塩素酸ソーダによるアスプルンド法パルプの脱リグニンとその強度

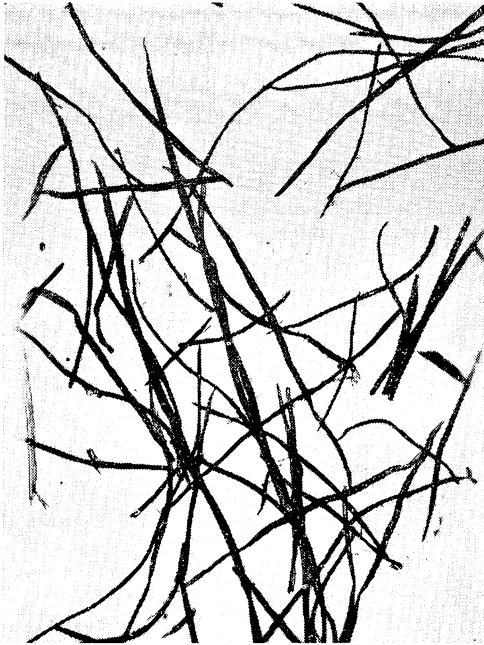
一般的に、パルプ中のリグニン含有量が或る限界までは少ないほど紙力は強く、その限界をこえてリグニンが減少すれば、ふたたび強度は低下するといわれている。しかし最近、木村、寺谷、館氏等¹⁾はリグニン含有量0のパルプが最高の強度をあたえると報告している。いずれにしても、No. 4のアカマツのアスプルンド法パルプは、リグニン含有量26.34%で、何等かの方法で脱リグニンしなければ、とうてい強い製紙用パルプはえられない。このパルプ中のリグニンは、加熱のために天然リグニンとくらべ、多少変質していると思われるが、亜塩素酸ソーダによる脱リグニンを試みた（この方法はホロセルローズへの侵害少なく、現在では最も理想的な脱リグニン法と認められている）。すなわち、L. E. WISE, Maxine

第3表 NaClO₂によるアスプルンドパルプ（アカマツ）の脱リグニンTable 3. Deligninification of Asplund pulp (Red Pine) by NaClO₂

	No. 5	No. 6	No. 7	No. 8
試料(絶乾) Sample (bone dry) <i>g</i>	5	5	5	5
処理回数 Treated stage	1	2	3	4
NaClO ₂ <i>g</i>	1.5	1.5×2=3.0	1.5×3=4.5	1.5×4=6.0
濃 醋 酸 conc. CH ₃ COOH <i>drop</i>	10	10×2=20	10×3=30	10×4=40
液 量 Liquor volum <i>cc</i>	160	160	160	160
温 度 Temperature <i>°C</i>	80~75	70~65	70~65	80~75
時 間 Time <i>min.</i>	60	35×2=70	35×3=105	60×4=240
収率(対試料) Yield %, against sample	94.30	92.00	90.00	74.10
収率(対チップ) Yield %, against chip	74.81	72.98	71.40	58.78
リグニン(処理後) Lignin %, after treatment	20.08	17.13	13.91	4.11
リグニンの残溜率 Rate of remaining in lignin %	71.89	59.83	47.53	11.56

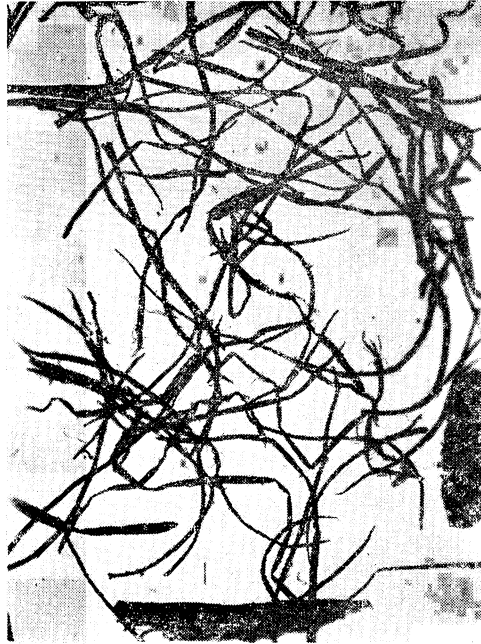
第4表 NaClO₂によるアスプルンドパルプ（ブナ）の脱リグニンTable 4. Delignification of Asplund pulp (Beech) by NaClO₂

	No. 9	No. 10	No. 11
試料(絶乾) Sample (bone dry) <i>g</i>	5.025	5.062	5.00
処理回数 Treated stage	3	4	3
NaClO ₂ <i>g</i>	0.5×3=1.5	0.5×4=2.0	1.5×3=4.5
濃 醋 酸 conc. CH ₃ COOH <i>drop</i>	10×3=30	10×4=40	10×3=30
液 量 Liquor volum <i>cc</i>	160	160	160
温 度 Temperature <i>°C</i>	75~80	75~80	75~80
時 間 Time <i>hr.</i>	1×3=3	1×4=4	1×3=3
収率(対試料) Yield %, against sample	88.36	84.29	84.96
収率(対チップ) Yield %, against chip	72.23	68.91	69.45
リグニン(処理後) Lignin %, after treatment	6.83	5.63	2.51
リグニンの残溜率 Rate of remaining in lignin %	30.14	23.70	10.65



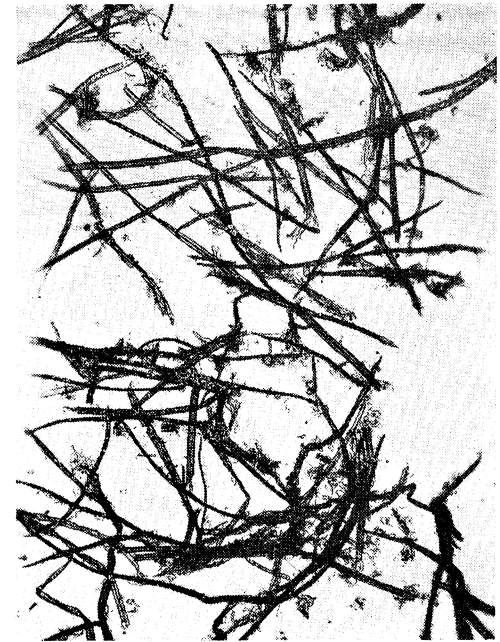
No. 4

無処理
Not after treated.



No. 8

NaClO₂ による4段階処理
Treated by NaClO₂ on 4 stages,
無叩解
unbeaten, 14.5° S. R.



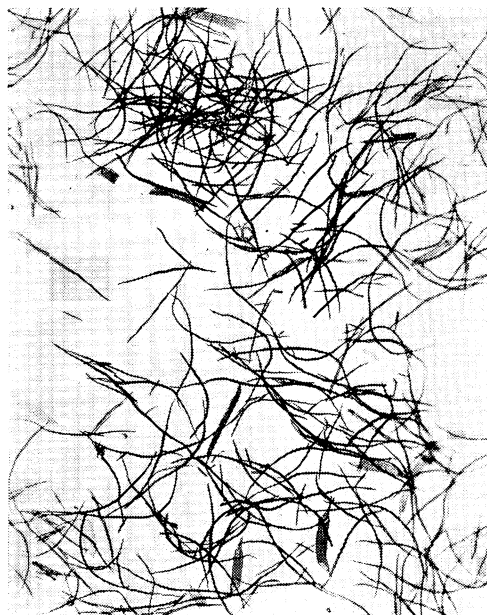
No. 8

NaClO₂ による4段階処理
Treated by NaClO₂ on 4 stages,
ボールミルで叩解
beaten by ball mill, 57° S. R.

写真 2. 無処理アカマツ・アスプルンドパルプと NaClO₂ 処理物との比較 (第 2, 3 および 5 表を参照)

Phot. 2 Comparison between after treated by NaClO₂ and no treated Red Pine Asplund pulp. (cf. Table 2, 3 and 5)

Steaming 2 mins., 10 kg/cm², defibrating 2 mins., 10 kg/cm², screened by 16 cut flat screen.



No. 11
Unbeaten.



No. 11
Beaten by ball mill, S. R. 51°.

写真 3 NaClO_2 で3段階処理したブナ・アスプルンドパルプ
(第 1, 4, 5 表および写真1を参照)

Phot. 3 Beech Asplund pulp delignified by NaClO_2 on 3 stages.
(cf. Table 1, 4, 5 and Phot. 1).

Steaming 2 mins., 10 kg/cm², defibrating 2 mins., 10 kg/cm²
screened by 16 cut flat screen.

第5表 NaClO_2 によつて脱リグニンされた
アスプルンドパルプの物理的性質
Table 5. Physical nature of Asplund pulp
delignified by NaClO_2

			No. 8	No. 11
チップ	Chip		アカマツ Red Pine	ブナ Beech
厚さ	Thickness	mm	0.08	0.09
秤量	Substance	g/m ²	61.72	59.74
緊度	Apparent density	g/cc	0.82	0.66
裂断長	Breaking length	km	7.3	4.2
比引裂度	Tear resistance/substance ×100		59.1	44.4
比破裂度	Bursting strength/substance ×100		8.2	2.5
耐折度	Folding endurance	maximum	4263	56
		minimum	2160	21
		average	3008	42
白色度	Brightness	Hunter %	45.2	69.9

MURPHY and Alfred D'ADDIECO²⁾
の方法に準じて、アカマツ・アスプル
ンド法パルプでは処理回数 1~4 回、
ブナパルプでは 3~4 回の亜塩素酸ソ
ーダ処理を行い、脱リグニンの状態を
検討した結果を第3表および第4表に
示す。
いずれも処理条件の激しさに応じ
て、リグニン含有量とともに収量は減
少した。
これらのホロセルローズパルプの
うち、アカマツでは亜塩素酸ソーダ処
理4回のもの、すなわち第3表の No.
8、ブナでは処理回数3回のもの、す

なわち第4表の No. 11 を，TAPPI Standards により抄紙し，JIS 規格で強度試験を行つた結果を第5表に示す。また，これらのパルプの叩解前後の顕微鏡写真を写真2，写真3に示す。

亜鉛素酸ソーダ処理により，繊維の結束部がよくほぐれ，叩解による繊維の枝条化も明瞭である。

強度の方は相当大で，透明度高く，緊つてバリバリした感じがあり，ヘミセルローズ含量の大きい紙の特性をよく表わしている。ブナの方が含有リグニン量が少ないのに，強度はアカマツに劣り，樹種による強度の差が明示されている。

1.3. アカマツアスブルンド法パルプの塩素，苛性ソーダ，晒粉による7段処理

1.2. により，アスブルンド法パルプもある程度脱リグニンすれば，相当強力パルプが得られることがわかつたので，実用的見地から7段処理による精製を試みた。詳細は第6表に示す。

第6表 塩素水，NaOH および晒粉によるアカマツ・アスブルンドパルプの7段漂白
(試料 No. 12)

Table 6. Seven stages refining treatment of Red Pine Asplund pulp by Cl-water, NaOH and bleaching powder (Sample No. 12)

供試アスブルンドパルプ No. 4 は 10 g (絶乾) でそのローエ価は 26.57 である。

Tested Asplund pulp No. 4 was 10 g (bone dry) and its Roe number was 26.57

段 Stage	条 件 Condition	パルプ 濃 度 Pulp concentration	添 加 剤 Added reagent	時 間 Time hr.	温 度 Temperature °C
第1段 1st stage; Cl		3.45	Cl, 1.33g	2.0	24
第2段 2nd stage; NaOH		3.00	NaOH, 0.7g	1.0	90
第3段 3rd stage; Cl		"	Cl, 0.8g	1.5	21
第4段 4th stage; NaOH		"	NaOH, 0.5g	1.0	90
第5段 5th stage; Cl		"	Cl, 0.8g	1.5	21
第6段 6th stage; NaOH		"	NaOH, 0.5g	1.0	90
第7段 晒粉 7th stage; Bleaching powder		"	晒 粉 Bleaching powder 0.53g	1.0	40~45

収率 対アスブルンドパルプ

Yield %, against Asplund pulp 69.0

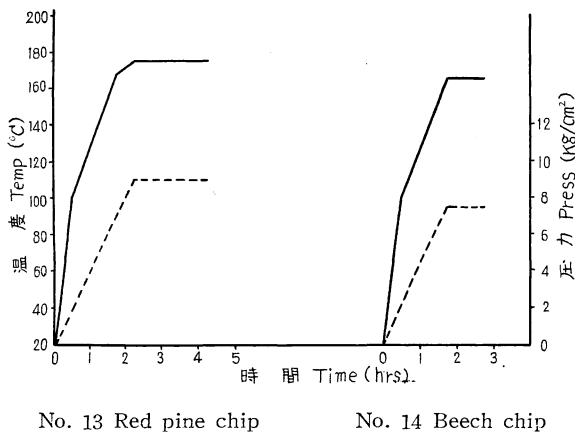
収率 対チップ

Yield %, against chip 54.7

第7表 クラフト法によるアカマツおよびブナの蒸煮条件

Table 7. Cooking condition of Red Pine and Beech by sulphate process.

		No. 13	No. 14
チップ (絶乾)	Chip (bone dry)	アカマツ Red Pine 100	ブナ Beech 100
全アルカリ (Na ₂ O として)	Total alkali (as Na ₂ O)	20	15
硫 化 率	Sulphidity	25	20



第1図 クラフト法蒸煮図

Fig. 1. Cooking diagram by Kraft process.

すなわち第1, 3, 5段で塩素をローエ価より計算した必要量の計110%を塩素水として添加し, 第2, 4, 6段で苛性ソーダを計17%使用し, 第7段でローエ価から計算した必要量の20%の有効塩素を含む晒粉で漂白したところ, 収率はチップに対し54.74%であった。一方同じアカマツチップを, 大体標準の条件, すなわち第7表および第1図の条件で, 硫酸塩蒸解および抄紙して, これら三者の物理試験を比較したのが第8表である。

アカマツ・アスプルンド法パルプの

7段精製したものは, アカマツの硫酸塩パルプの強度に及ばないが, ブナのそれに匹敵し, 収量は両者よりはるかに高かった。

第8表 アカマツ K.P., 7段漂白したアカマツ・アスプルンドパルプおよび
ブナ K.P. の物理的性質の比較

Table 8. Comparison of physical nature among Red Pine K.P., Red Pine Asplund pulp refined on seven stages and Beech K.P.

			No. 13	No. 14	No. 12
試料	Sample		アカマツ K.P. Red Pine K.P.	ブナ K.P. Beech K.P.	7段漂白したアカマツ・アスプルンドパルプ Red Pine Asplund pulp refined on seven stages
叩解度	Freeness	S. R.	52	50	53
叩解時間	Beating time	min.	120	120	50
厚さ	Thickness	mm	0.09	0.09	0.08
秤量	Substance	g/m²	67.21	69.00	73.00
緊度	Apparent density	g/cc	0.75	0.77	0.91
裂断長	Breaking length	km	10.3	7.8	7.3
比引裂度	Tear resistance/substance ×100		123.4	107.3	69.2
比破裂度	Bursting strength/substance ×100		9.1	5.9	6.2
耐折度	Folding endurance	maximum	2646	2325	2898
		minimum	1805	1277	1138
		average	2184	1822	1988
白色度	Brightness	Hunter %			64.2
透明度	Opacity	%			70.0
リグニン	Lignin	%	0.90	2.20	Trace
収率 対チップ	Yield % against chip		41.2	48.8	54.7

本節の実験により, アスプルンド法パルプは適当な精製処理により, 製紙用パルプとして使用可能であると考えられる。

2. チツブの前処理によるアスブルンド法パルプの品質改良

蒸溜水に木粉を加えて加熱すると、漸次酸性を呈してくるのは、有機酸の生成によるものとされている。アスブルンド法によるパルプ化にさいし、高温蒸気中での処理のため、当然酸の生成が考えられ、前節において触れたとおり、ペントーザン、 α -セルロースが減少してくるから、チツブにあらかじめ弱アルカリ性の薬品を添加して生成酸を中和し、パルプの収量、品質の向上を企図した。

すでにアスブルンド氏³⁾はチツブを蒸解作用のある薬品の稀薄溶液に大気圧下で浸した後、圧搾して過剰の液を除去し、蒸気加熱、解繊を行つて好成績をあげ、薬品としてはアルカリ性のものが良く、苛性ソーダ、亜硫酸ソーダ等を用いた実施例を報告している。その目的とするところは、セミケミカル法の蒸解工程を簡単化し、薬品、時間、燃料の節約をはかつたものである。

著者らはアスブルンド氏の方法と類似しているが、減圧下に弱アルカリ性薬品をチツブに滲入させ、Steaming, Defibrating 中の酸性化を防ぎ、パルプの収量、性質を向上させる目的で試験を行つた。

2.1. チツブの前処理方法

弱アルカリ性薬品としては炭酸カルシウムおよび亜硫酸ソーダを使用した。炭酸カルシウムは湿潤チツブに平均してよくまぶした。亜硫酸ソーダの方はチツブを減圧下に1時間放置した後、減圧のまま亜硫酸ソーダ水溶液を添加し、引きつづき15~18時間減圧を保つてから、チツブを篩上に取り出した。余剰液は沃素法で含有亜硫酸ソーダを定量し、添加量との差をチツブへの添入量とした。したがつてこの場合の滲入量は、見かけのチツブ滲入量である。

2.2. アスブルンド法パルプ化

パルプ化の激しさと酸性化の程度を見るために Steaming は 10 kg/cm^2 、2分としたが、Defibrating は 10 kg/cm^2 、2分と 10 kg/cm^2 、5分の2とおりを行つた。

生成パルプの酸性の程度は、Defibrating 直後のパルプ 5g を 20cc の蒸溜水中に懸濁させた液の pH で表わした。

これらの結果は第9表のとおりで、パルプ化条件の激しさとともに、酸の生成量が多くなり、それが収

第9表 アスブルンド法による前処理したヘムロックチツブ (250g 絶乾) のパルプ化
Table 9. Pulping of pretreated Hemlock chip (250g, bone dry) by Asplund process.

	前 処 理 条 件 Pretreating method	スチー ミング Steaming	解 繊 Defibra- ting	電力消費 Consumed electric power K. W. H.	アン ペア Am- pere	pH	収率 Yield %
No. 15	CaCO ₃ (10% 対チツブ) を湿潤 チツブに散布 CaCO ₃ (10%, against chip) was spread to wet chip	10 kg/cm^2 , 2 mins.	10 kg/cm^2 , 2 mins.	0.4	36	6.70	94.9
No. 16	"	"	10 kg/cm^2 , 5 mins.	1.1	40	6.32	94.0
No. 17	無 処 理 No treating	"	10 kg/cm^2 , 2 mins.	0.3	32	4.05	86.7
No. 18	"	"	10 kg/cm^2 , 5 mins.	0.6	26	3.95	78.8
No. 19	Na ₂ SO ₃ (12.15% 対チツブ) を減 圧下に注入 Na ₂ SO ₃ (12.15%, against chip) was impregnated under vacuum	"	10 kg/cm^2 , 2 mins.	0.3	26	5.95	93.0
No. 20	"	"	10 kg/cm^2 , 5 mins.	0.6	25	5.93	92.4

量減少の一因となつてゐることを示している。無処理チップからのパルプは pH, 収率ともに低く、また、炭酸カルシウム添加チップからののは、Defibrating に円滑を欠き、消費電力量も大で、手触りなどからも、製紙用パルプに適するとは思われない。

第 10 表 16 カットフラットスクリーンによる前処理
チップから得たアスプルンドパルプのスクリーニング

Table 10. Screening of Asplund pulp prepared from pretreated chip by flat screen 16 cut.

	精選パルプ収率 対チップ Yield of screened pulp %, against chip	スクリーン粕収率 対チップ Yield of screenings %, against chip
No. 15	78.1	2.5
No. 16	60.3	18.1
No. 17	67.5	10.6
No. 18	68.3	3.2
No. 19	73.7	13.6
No. 20	79.9	3.5

2.3. 精選および漂白

上記パルプ 6 種をフラットスクリーン 16 カットで精選した結果を第 10 表に示す。

No. 16 の炭酸カルシウム添加、Defibrating 5 分のパルプは手触りが固く、スクリーン粕も多い。

No. 18 および No. 20 は過酸化水素漂白を行う。従来セミケミカルパルプおよび G.P. の漂白に最適といわれた過酸化水素 1~3%, 43°C, 3~4 時間, 苛性ソーダ 1%, pH

10~11 の条件にならない、パルプ濃度は 5% で行つた。また、No. 17 および No. 19 は、塩素—苛性ソーダの 4 段処理で、塩素はローエ価の 60%, 苛性ソーダはパルプの 2% を使用して軽度の脱リグニンをを行い、収量の減少を極力防いで、強度の増加をはかつたが、この条件では思わしくなく、詳細は第 11 表に示す。実験番号は未晒原パルプ番号末尾に B を付加して示す。

第 11 表 前処理チップから造つたアスプルンドパルプの漂白

Table 11. Bleaching of Asplund pulp prepared from pretreated chip.

	漂白前の ローエ価 Roe number before bleaching	漂 白 条 件 Bleaching condition	収率 対未 晒パルプ Yield %, against unbleached pulp	晒後のロ ーエ価 Roe number after bleaching
No. 17 B 1	17.63	第 1 段 Cl, ローエ価の 30%; 室温: 1.5 時間 1st stage: Cl, 30% of Roe number; room temperature; 1.5 hrs. 第 2 段 NaOH, 試料に対し 1%; 90°C; 1 時間 2nd stage: NaOH, 1% against sample; 90 °C; 1 hr. 第 3 段および 4 段 各々第 1 段, 第 2 段に同じ パルプ濃度は総て 3% 3rd and 4th: the same as 1st and 2nd re- spectively. Pulp consistency was always 3%.	84.5	20.20
No. 18 B 1	16.57	試料に対し H ₂ O ₂ 2%, NaOH 1%, パルプ濃 度 5%, 43°C, 3.5 時間 H ₂ O ₂ 2% and NaOH 1% against sample, pulp consistency 5%, 43°C, 3.5 hrs.	99.1	20.51
No. 19 B 1	14.90	No. 17 B 1 に同じ the same as No. 17 B 1	94.7	18.07
No. 20 B 1	16.83	No. 18 B 1 に同じ the same as No. 18 B 1	100.3	22.01

なお、炭酸カルシウムおよび亜硫酸ソーダ前処理により、また、漂白によりローエ価が増大するのは、このパルプ化法の複雑性を示していると思われる。

2.4. 叩解, 抄紙, 物理試験

未晒, 晒パルプをランペンミルで常法叩解し, 叩解度 210 cc を目標としたが, リグニン含有量の多いパルプの常として 250 cc ぐらいから急激に叩解が進み, なかなか一致できなかった。亜硫酸ソーダ前処理の No. 19, No. 20 系統のものは, 特に異様な叩解状態を示した。結果は第12表に示す。

TAPPI Standards により抄紙し, JIS 規格で紙葉の強度試験を行つた結果を第13表に示す。表中 No. 18B2 および No. 20B2

第12表 ランペンミルによる前処理チップから造つたアスプルンドパルプの叩解

Table 12. Beating of Asplund pulp prepared from pretreated chip by Lampen mill.

	叩解前の フリーネス Freeness before beating cc	叩解時間(分) Beating time min.	叩解後の フリーネス Freeness after beating cc
No. 15	760	185	215
No. 16	725	120	220
No. 17	723	142	240
No. 17B1	—	194	215
No. 18	710	120	230
No. 18B1	—	120	216
No. 19	740	189	200
No. 19B1	—	184	215
No. 20	735	223	180
No. 20B1	—	280	150

はそれぞれ No. 18B1 および No. 20B1 の 1% パルプ液に, 供試パルプの 1% の市販繊維強化剤 Ludox を添加振盪後抄紙したものである。

第13表 注入ヘムロックチップから造つたアスプルンドパルプの物理的性質

Table 13. Physical property of Asplund pulp prepared from impregnated Hemlock chip.

	白色度 ハンター Brightness Hunter	厚さ Thick- ness mm	坪量 Sub- stance g/m ²	緊度 Apparent density g/cc	裂断長 Brea- king length km	比引裂度 Tear resistance ×100 substance	比破裂度 Bursting resistance ×100 substance	耐折度 Folding endur- ance
No. 15	20.0	0.12	49.05	0.41	1.6	30.2	1.4	1
No. 16	14.4	0.12	52.63	0.44	1.5	38.0	1.2	2
No. 17	20.6	0.14	65.45	0.47	1.3	21.3	0.9	0
No. 17B1	15.0	0.17	78.70	0.46	1.7	25.4	1.0	0
No. 18	18.0	0.14	61.15	0.44	0.6	16.3	0.7	—
No. 18B1	22.0	0.15	64.75	0.43	0.8	24.7	0.7	—
No. 18B2	22.6	0.15	63.95	0.43	0.5	21.8	0.6	—
No. 19	33.5	0.12	69.72	0.58	2.7	30.4	1.6	1
No. 19B1	19.6	0.12	71.05	0.59	3.8	33.7	2.0	2
No. 20	30.4	0.12	72.80	0.61	3.5	35.7	2.0	2
No. 20B1	40.7	0.10	64.60	0.65	4.5	32.5	2.3	2
No. 20B2	41.6	0.11	66.20	0.60	4.1	33.2	2.3	1

2.5. チップの亜硫酸ソーダ前処理およびパルプ化条件の検討

2.1.~2.4. によりチップの前処理法として亜硫酸ソーダ水溶液浸漬法が比較的良好と思われるので, 滲透量, パルプ化の際の Steaming の時間を検討した。

亜硫酸ソーダ滲透量は絶乾チップに対し, 6.93% (No. 21), 3.89% (No. 22) とし, 試験法はすべて前の方法と同じである。結果は第14表および第15表に示すように, 強度, 特に耐折強度が依然弱い, No. 21 が比較的よかつた。なお, No. 21B および No. 22B は, それぞれのパルプを前と同条件で過酸

化水素漂白したものである。

第14表 Na_2SO_3 注入ヘムロックチップ (250 g 絶乾) のパルプ化
Table 14. Pulping the Na_2SO_3 -impregnated Hemlock chip (250 g bone dry)

	注入された Na_2SO_3 対 チップ Impregnated Na_2SO_3 %, against chip	予 熱 Pre- heating	スチー ミング Steaming	解 織 Defibra- ting	電力消費 Consumed electric power K. W. H.	アンペア Ampere	pH	収 率 Yield %
No. 19	12.15	10 kg/cm^2 , 10 mins.	10 kg/cm^2 , 2 mins.	10 kg/cm^2 , 2 mins.	0.3	26	5.95	93.0
No. 21	6.90	10 kg/cm^2 , 10 mins.	10 kg/cm^2 , 2 mins.	10 kg/cm^2 , 2 mins.	0.3	28	5.40	93.6
No. 22	3.89	10 kg/cm^2 , 10 mins.	10 kg/cm^2 , 2 mins.	10 kg/cm^2 , 2 mins.	0.3	28	5.25	89.7

第15表 Na_2SO_3 注入量と処理アスプルンドパルプの強度との関係
Table 15. Relation between weight of impregnated Na_2SO_3 and strength of
prepared Asplund pulp.

	白色度 ハンター Brightness Hunter %	厚 さ Thick- ness mm	坪 量 Sub- stance g/m ²	緊 度 Apparent density g/cc	裂断長 Break- ing length cm	比 引 裂 度 Tear resistance substance $\times 100$	比 破 裂 度 Bursting strength substance $\times 100$	耐折度 Folding endu- rance
No. 19	33.5	0.12	69.72	0.58	2.7	30.4	1.6	1
No. 21	33.3	0.13	68.70	0.53	3.7	30.5	1.5	1
No. 21 B	46.6	0.11	65.00	0.59	2.2	26.1	1.5	0
No. 22	29.6	0.12	68.30	0.57	2.5	25.6	1.5	1
No. 22 B	40.5	0.14	66.15	0.47	2.0	24.1	1.5	0

第16表 Na_2SO_3 注入ヘムロックチップ (250 g 絶乾) のスチーミング時間
Table 16. Research for steaming time of Na_2SO_3 -impregnated Hemlock chip
(250 g bone dry).

	注入 Na_2SO_3 対チップ Impregnated Na_2SO_3 %, against chip	予 熱 Pre- heating	スチー ミング Steaming	解 織 Defibra- ting	消費電力 Con- sumed electric power K. W. H.	アン ペア Amp- ere	pH	全収率 対チップ率 Total yield %, against chip	精選パルプ収 率 対チップ Screened pulp yield (16 cut) %, against chip
No. 21	6.90	10 kg/cm^2 , 10 mins.	10 kg/cm^2 , 2 mins.	10 kg/cm^2 , 2 mins.	0.3	28	5.40	93.6	69.1
No. 38	5.34	10 kg/cm^2 , 10 mins.	10 kg/cm^2 , 5 mins.	10 kg/cm^2 , 2 mins.	0.45	23	5.50	91.4	81.6
No. 39	5.34	10 kg/cm^2 , 10 mins.	10 kg/cm^2 , 10 mins.	10 kg/cm^2 , 2 mins.	0.25	22	5.12	87.7	84.0
No. 40	5.34	10 kg/cm^2 , 10 mins.	10 kg/cm^2 , 30 mins.	10 kg/cm^2 , 2 mins.	0.20	24	4.83	88.9	89.4

また、No. 21 程度の前処理チップの Steaming 時間を検討したのが、第 16 表および第 17 表である。すなわち電力、pH、全収率はきわめて常識的な結果を示す。Steaming 時間の長い方が、精選収量は多く強度もやや高くなる。

2.6. 亜硫酸ソーダ+炭酸ソーダ水溶液によるチップの前処理およびそのパルプ

チップ中に滲透した亜硫酸ソーダが、単にパルプ化中に生成する有機酸の中和にのみ消費されるなら

第17表 Na_2SO_3 注入ヘムロックチップのスチーミング時間と処理アスプルンドパルプの強度との関係
Table 17. Relation between steaming time of Na_2SO_3 -impregnated Hemlock chip and strength of prepared Asplund pulp.

	厚さ Thickness mm	坪量 Substance g/m ²	緊度 Apparent density g/cc	裂断長 Breaking length km	比引裂度 Tear resistance substance × 100	比破裂度 Bursting strength substance × 100	耐折度 Folding endurance
No. 21	0.13	68.70	0.53	3.7	30.5	1.5	1
No. 38	0.12	63.00	0.53	2.3	28.5	1.4	0
No. 39	0.11	62.10	0.56	2.9	28.9	1.6	0
No. 40	0.10	58.50	0.59	3.3	34.7	1.8	2

第18表 Na_2SO_3 および Na_2CO_3 注入チップ (250g 絶乾) のアスプルンド法によるパルプ化
Table 18. Pulping the Na_2SO_3 - and Na_2CO_3 -impregnated chip (250 g bone dry) by Asplund process.

	チップ Chip	注入 Na_2SO_3 対チップ Impreg- nated Na_2SO_3 %, against chip	注入 Na_2CO_3 対チップ Impreg- nated Na_2CO_3 %, against chip	予熱 Pre- heating	スチー ミン グ Steaming	解 織 Defibra- ting	電力消費 Con- sumed electric power K. W. H.	アン ペア Am- pere	pH	収率 Yield %
No. 17	ヘムロック Hemlock	0	0	10 kg/cm ² , 10 mins.	10 kg/cm ² , 2 mins.	10 kg/cm ² , 2 mins.	0.3	32	4.05	86.7
No. 22	ヘムロック Hemlock	3.89	0	10 kg/cm ² , 10 mins.	10 kg/cm ² , 2 mins.	10 kg/cm ² , 2 mins.	0.3	28	5.25	89.7
No. 41	ヘムロック Hemlock	0.50	3.57	10 kg/cm ² , 10 mins.	10 kg/cm ² , 2 mins.	10 kg/cm ² , 2 mins.	0.3	21	7.30	86.2
No. 42	アカマツ Red Pine	0	0	10 kg/cm ² , 10 mins.	10 kg/cm ² , 2 mins.	10 kg/cm ² , 2 mins.	0.35	29	3.45	81.9
No. 43	アカマツ Red Pine	4.05	0	10 kg/cm ² , 10 mins.	10 kg/cm ² , 2 mins.	10 kg/cm ² , 2 mins.	0.30	29	5.25	90.3
No. 44	アカマツ Red Pine	0.02	3.20	10 kg/cm ² , 10 mins.	10 kg/cm ² , 2 mins.	10 kg/cm ² , 2 mins.	0.30	29	7.30	86.6

第19表 Na_2SO_3 および Na_2CO_3 の注入量と処理アスプルンドパルプの強度との関係
Table 19. Relation between weight of impregnated- Na_2SO_3 and - Na_2CO_3 and strength of prepared Asplund pulp.

	厚さ Thickness mm	坪量 Substance g/m ²	緊度 Apparent density g/cc	裂断長 Breaking length km	比引裂度 Tear resistance substance × 100	比破裂度 Bursting strength substance × 100	耐折度 Folding endurance
No. 17	0.14	65.45	0.47	1.3	21.3	0.9	0
No. 22	0.12	68.30	0.57	2.5	25.6	1.5	1
No. 41	0.15	81.58	0.54	2.1	29.4	0.9	0
No. 42	0.15	73.34	0.49	1.2	27.2	0.3	0
No. 43	0.17	85.38	0.50	2.1	29.0	0.8	0
No. 44	0.15	79.84	0.53	2.0	29.0	0.7	0

ば、その一部を炭酸ソーダと代替してもよからうと思われるので、両者を同一重量あて溶解した液でチップを前処理し、余剰液は初めに沃度法で亜硫酸ソーダを定量し、つぎに別の余剰液に必要な量の沃度液を加

えてから、塩酸で炭酸ソーダを定量した。他の実験法は前と全く同様にして、ヘムロツクおよびアカマツを供試料とした結果は、無処理のものおよび亜硫酸ソーダ単独処理のものと比較して第 18 表および第 19 表に示す。

炭酸ソーダの方がチップに滲透しやすいが、パルプの収率、強度ともに亜硫酸ソーダ処理の方が優つてゐる。しかし、無処理のよりはいくぶんかは向上している。

2.7. 亜硫酸ソーダ前処理パルプと G. P. との混抄

上記の実験により、チップの前処理方法としては、亜硫酸ソーダ滲透法が比較的良結果を得たが、強度はなお弱く、特に耐折強度は著しく弱いので、他の紙料と混抄すれば、製紙用パルプとして利用可能と思われる。ここでは新聞紙用の S. P. として利用しうるか否かを検討した。

供試料としては、亜硫酸ソーダ前処理チップから製造したアスプルンド法パルプの No. 19, No. 21, No. 22 を用い、市販 G. P. と 10~50% の割で混合し、離解機にかけたのみで叩解しないで抄紙した。結果は第 20 表のとおり、裂断長はいずれも 2 km に達せず、この種の利用法は不適當であつた。

第 20 表 G.P. と Na_2SO_3 注入アスプルンドパルプを混抄した紙強度
Table 20. Strength of Na_2SO_3 -pretreated Asplund pulp mixed with G.P.

	混抄割合対シート Mixed ratio %, against sheet					フリー ネス Free- ness	白 色 度 ハンダー Bright- ness Hunter	厚 さ Thick- ness	坪 量 Sub- stance	緊 度 Appa- rent den- sity	裂断長 Brea- king length	比引裂度 Tear resistance substance	比破裂度 Bursting strength substance	耐折 度 Fol- ding endu- rance
	No. 19	No. 21	No. 22	G.P.	S.P.									
						cc	%	mm	g/m ²	g/cc	km	×100	×100	
No. 23	0	0	0	100	0	170	50.3	0.14	40.71	0.29	0.5	29.4	1.5	0
No. 24	0	0	0	0	100	690	54.0	0.09	45.50	0.51	2.8	73.8	2.6	7
No. 25	0	0	0	80	20	230	51.3	0.14	48.78	0.35	1.1	45.1	1.2	0
No. 26	10	0	0	90	0	170	49.3	0.15	44.98	0.30	0.8	42.2	1.3	0
No. 27	20	0	0	80	0	270	48.2	0.18	45.00	0.25	0.7	35.5	1.3	0
No. 28	0	10	0	90	0	200	48.2	0.16	45.67	0.25	0.9	43.7	1.3	0
No. 29	0	20	0	80	0	290	47.3	0.17	47.30	0.28	0.9	26.4	1.3	0
No. 30	0	30	0	70	0	390	45.0	0.21	46.53	0.22	0.6	38.6	1.3	0
No. 31	0	40	0	60	0	480	43.3	0.21	46.75	0.22	0.6	34.2	1.3	0
No. 32	0	50	0	50	0	610	39.7	0.21	44.04	0.21	0.5	36.3	1.4	0
No. 33	0	0	10	90	0	190	49.1	0.19	45.40	0.24	0.6	35.2	1.3	0
No. 34	0	0	20	80	0	280	46.3	0.18	45.80	0.25	0.9	39.3	1.3	0
No. 35	0	0	30	70	0	390	43.2	0.19	47.60	0.25	0.2	52.5	1.3	0
No. 36	0	0	40	60	0	490	40.7	0.24	46.47	0.19	0.2	34.4	1.3	0
No. 37	0	0	50	50	0	600	37.4	0.24	46.47	0.19	0.5	34.4	1.3	0

本節の実験により、チップの前処理には炭酸ソーダ塗布よりも、亜硫酸ソーダ水浸漬の方がパルプの収量、強度ともに高く、塩素一苛性ソーダ 4 段処理で軽度脱リグニンしても、強度の上昇は収量の減少を償わず、白色度はかえつて低下する。また、過酸化水素漂白は、収量の減少、強度の増減はほとんど無く白色度は大分向上することが認められ、亜硫酸ソーダ前処理の際、その一部を炭酸ソーダで代替することはこの結果からは不良であつた。要するに、亜硫酸ソーダ前処理、過酸化水素漂白により製造されたアスプルンド法パルプは、収量、強度、白色度の向上することは確実であるが、単独では製紙用パルプとしてなお弱く、他の紙料と混抄して利用しうることが期待されるが、新聞紙用 S. P. として用いることは不適

当であつた。

3. アスプルンド法パルプの後処理について

アスプルンド法パルプはチップにくらべて、薬品の滲透速く、したがつて化学反応もより均質的に進行し、時間、使用薬品量、熱量の節減が予想されるので、後処理脱リグニンによつて、製紙用パルプとしての品質向上を企図した。実験にさいしては、繊維状に解繊されているので薬品の繊維素への侵害も考えられるから、なるべく緩和な処理方法を選んだ。供試料はすべて 1. および 2. で製造したパルプを使用した。

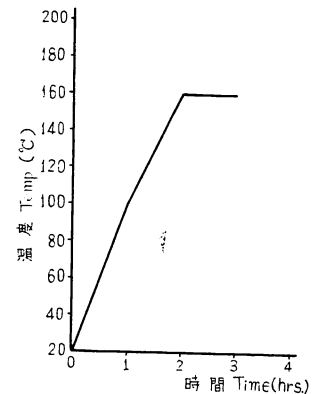
3.1. クラフト法による後処理

はじめに No. 17 のアスプルンド法パルプを用いて、クラフト法蒸煮液による脱リグニンの程度を検討した。処理条件は第 21 表、蒸煮曲線は第 2 図に示す。

第 21 表 クラフト蒸煮液によるアスプルンドパルプ後処理条件

Table 21. Condition of after-treating Asplund pulp by kraft process liquid (No. 45~No. 49).

試 料 Sample	Asplund pulp No. 17, 25 g (bone dry)
液 比 Liquor ratio	1 : 30
全アルカリ Total alkali	10~23% against sample
硫化率 Sulphidity	25%
処理時間 Treated time	3 hrs.
最高温 Maximum temperature	160°C, 1 hr.



第 2 図 クラフト法による蒸煮図
(No. 45~No. 49)
Fig. 2 Cooking diagram by Kraft process.
(No. 45~No. 49)

液比は 30 倍容で行つたが、これが最小限であつて、これ以下で処理すると、普通の実験室用のオートクレーフでは均一蒸煮は困難であつた。添加アルカリはチップに対し 10~23% で行い、その結果は第 22 表に示す。

第 22 表 クラフト法蒸煮によるアスプルンドパルプの脱リグニン

Table 22. The delignification of Asplund pulp (No. 17) by kraft process cooking.

	添加アルカリ 対試料 Added alkali %, against sample	収 率 対 試 料 Yield %, against sample	リグニン Lignin %	リグニン残留率 Rate of remaining in lignin %
No. 45	10	84.0	27.34	79.55
No. 46	13	80.0	26.94	74.65
No. 47	16	79.2	25.57	70.15
No. 48	19	76.8	24.90	66.24
No. 49	23	76.0	25.04	65.92

液比の過大なためかと思われるが、脱リグニン程度は意外に悪く、薬液の浸透、蒸解反応速度が期待したほど大きくはないようである。

つぎに No. 41 のアスプルンド法パルプを大体 No. 45 程度の条件でクラフト法蒸解したものと、同じヘムロックチップの大体標準と思われる条件でクラフト法蒸解したものについて比較検討した。蒸解条件の詳細は第 23 表および第 3 図に、また、それぞれの紙力試験結果を第 24 表に示す。

第 23 表 クラフト法によるヘムロックチップおよびアスプルンドパルプ (No. 41) の蒸解条件

Table 23. Cooking condition of Hemlock chip and Asplund pulp (No. 41) by kraft process.

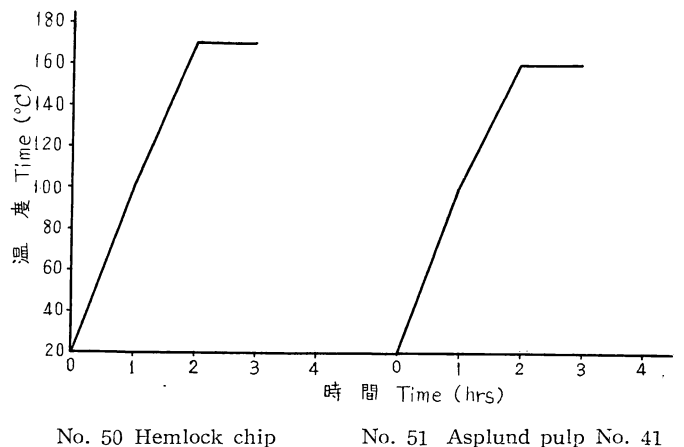
	試 料 Sample	Na ₂ O としての全 アルカリ 対試料 Total alkali as Na ₂ O %, against sample	硫 化 率 Sulphidity %	液 比 Liquor ratio	収 率 対チップ Yield %, againts original chip
No. 50	Hemlock chip	23	25	5	42.0
No. 51	Hemlock Asplund pulp No. 41	10.6	25	30	81.7

第 24 表 ヘムロックで造つた K. P., アスプルンドパルプおよびクラフト法蒸煮
アスプルンドパルプの強度比較

Table 24. Comparison of strength among K. P., Asplund pulp and Asplund pulp cooked by kraft process, prepared all together from the same Hemlock.

	厚 さ Thick- ness mm	坪 量 Sub- stance g/m ²	緊 度 Apparent density	裂断長 Breaking length km	比 引 裂 度 Tear resistance substance × 100	比 破 裂 度 Bursting strength substance × 100	耐折度 Folding endur- ance	ローエ価 Roe number
No. 50	0.06	43.54	0.73	10.2	139.6	9.7	2460	2.62
No. 41	0.15	81.58	0.54	2.1	29.4	0.9	0	
No. 51	0.11	67.54	0.61	3.1	45.0	1.3	7	22.21

これらの結果を検討するに、液比の過大が最大の難点と思われ、普通クラフト法の薬品添加率では、薬品濃度が薄すぎて脱リグニン反応が期待したほど進まず、反面薬品添加率を大にすることは、回収しうるとはいえけつして有利とは思われない。要するに、通常の薬品添加量では、脱リグニンがきわめて不十分で、収量は多いが、強度は到底、普通 K. P. に匹敵しない。



第 3 図 クラフト法による蒸煮図
Fig. 3 Cooking diagram by Kraft process.

3.2. 硝酸法による後処理

硝酸法蒸解を試みた主な根拠は、チップの場合特に薄いものが好結果であること⁵⁾、およびある程度反応が進むと、リグニンよりはペントーザンの残留率が高くなる傾向があり、高収率を目標とする点では有利と思われるためである。一方、すでに繊維状となつたパルプの精製に硝酸を使用することがきわめて好成績という報告⁶⁾と、反対に成績劣悪という報告⁷⁾とがあるが、アスプルンド法パルプの場合の様子を検討するためにもこの処理法を試みた。

最初にアスプルンド法パルプ No. 41 を用い、既往の文献による蒸解条件を参考にして、第 25 表の条件で蒸解を試み、パルプの強度の向上程度を第 26 表に示した。

第 25 表 ヘムロックアスプルンドパルプ No. 41 の HNO₃ 法蒸煮—予備実験
Table 25. HNO₃ process cooking of Hemlock Asplund pulp No. 41—
preliminary experiment.

	HNO ₃ 蒸解 条件 HNO ₃ cooking condition	NaOH 処理 条件 NaOH treating condition	収率 対 No. 41 Yield %, against No. 41
No. 52	液 比 Liquor ratio 12, HNO ₃ 5%, 70°C, 2 hrs.		98.5
No. 53	No. 52 に同じ The same No. 52.	液 比 Liquor ratio 60, NaOH 0.2%, 20°C, 1 hr.	100.6
No. 54	No. 52 に同じ The same No. 52.	液 比 Liquor ratio 33, NaOH 2%, 100°C, 1 hr.	84.4

第 26 表 HNO₃ 法蒸煮によるアスプルンドパルプの強度増加
Table 26. Improvement on strength of Asplund pulp cooked by HNO₃ process—
preliminary experiment.

	厚 さ Thickness	坪 量 Substance	緊 度 Apparent density	裂断長 Breaking length	比 引 裂 度 Tear resistance substance × 100	比 破 裂 度 Bursting strength substance × 100	耐 折 度 Folding endurance
	mm	g/m ²	g/cc	km			
No. 41	0.15	81.58	0.54	2.1	29.4	0.9	0
No. 52	0.09	60.23	0.67	2.3	21.9	0.5	1
No. 53	0.09	49.01	0.54	2.3	28.5	0.4	1
No. 54	0.08	52.55	0.66	3.4	30.4	1.0	3

加熱は重湯煎中に行つたが、12 倍容の液量ではやや不足気味であつた。また、No. 53 の 0.2% 苛性ソーダ処理は、ホロセルローズ中の紙強度に悪影響をおよぼすヘミセルローズは、この処理条件で抽出除去できる⁸⁾ので試みたのであるが、この場合では、収量、強度の結果から見れば、硝酸リグニンの除去が全く行われてないことがわかる。

以上の実験で硝酸処理が全く無効果でもなさそうなので、アスプルンド法パルプ No. 3 を用いて、稀硝酸処理によるリグニン、ペントーザンの除去状態を調べた。液比 30 倍量、温度 75～85°C、時間 1～2 時間、硝酸濃度 1～3% の条件で試験した結果を第 27 表に示す。No. 62 の処理条件により、ペントーザンの残留率が、リグニンのそれより大となつている。高収率を目的とする場合には、この点を巧みに利用すべきであると考えられる。

第27表 ヘムロック・アスプルンドパルプの稀 HNO_3 処理によるリグニンおよび
ペントーザンの除去

Table 27. Removing lignin and pentosan from Hemlock Asplund No. 17
by dil. HNO_3 .

蒸着条件 Cooking condition	No. 17	No. 55	No. 56	No. 57	No. 58	No. 59	No. 60	No. 61	No. 62								
	温度 Temperature °C	75	75	75	75	85	85	85	85								
	時間 Time hr.	1	2	1	2	1	2	1	2								
	HNO ₃ 濃度 HNO ₃ concentration %	1	1	3	3	1	1	3	3								
	液比 Liquor ratio	30	30	30	30	30	30	30	30								
	収率 対 No. 17 Yield %, against No. 17	100	92.60	92.20	86.18	82.33	90.24	86.89	81.64	77.26							
	分析値 Analyzed %	分析値 Analyzed %	残留率 Rate of remaining %	分析値 Analyzed %	残留率 Rate of remaining %	分析値 Analyzed %	残留率 Rate of remaining %	分析値 Analyzed %	残留率 Rate of remaining %	分析値 Analyzed %	残留率 Rate of remaining %	分析値 Analyzed %	残留率 Rate of remaining %	分析値 Analyzed %	残留率 Rate of remaining %	分析値 Analyzed %	残留率 Rate of remaining %
リグニン Lignin	28.87	27.31	87.60	25.66	82.29	22.88	68.30	21.72	61.94	25.26	78.96	24.39	73.41	20.37	57.60	18.41	49.27
ペントーザン Pentosan	6.06	4.84	73.96	4.75	72.28	4.18	59.44	4.22	57.33	5.42	80.71	4.69	67.25	4.18	56.31	4.02	51.25

第28表 HNO_3 処理後 NaOH 溶液によりヘムロック・アスプルンドパルプから
リグニンおよびペントーザンの除去

Table 28. Removing lignin and pentosan from Hemlock Asplund pulp No. 17
by NaOH aq after HNO_3 treatment.

		No. 17	No. 63		No. 64		No. 65		No. 66		
HNO ₃ 蒸着条件 HNO ₃ cooking condition			No. 57 に同じ The same as No. 57		No. 57 に同じ The same as No. 57		No. 61 に同じ The same as No. 61		No. 61 に同じ The same as No. 61		
NaOH 処理条件 NaOH treating condition	温度 Temperature	°C	100		100		100		100		
	時間 Time	hr.	1		1		1		1		
	NaOH 濃度 NaOH concentration	%	1		2		1		2		
	液比 Liquor ratio	30		30		30		30			
	収率 対 No. 17 Yield %, against No. 17	100	62.88		57.11		52.36		50.32		
		分析値 Analyzed	%	分析値 Analyzed	%	分析値 Analyzed	%	分析値 Analyzed	%	分析値 Analyzed	%
		残留率 Rate of remaining	%	残留率 Rate of remaining	%	残留率 Rate of remaining	%	残留率 Rate of remaining	%	残留率 Rate of remaining	%
リグニン	Lignin	28.87	15.60	34.12	13.88	27.57	12.12	22.07	12.78	22.40	
ペントーザン	Pentosan	6.06	3.68	38.18	3.33	31.38	2.71	23.42	2.71	22.50	

つぎに、硝酸リグニンの苛性ソーダ抽出およびそれに伴うペントーザンの流出状態を検討した。100°C、1時間、苛性ソーダ濃度1~2%、液比30倍容の条件で処理した結果を第28表に示す。この表からも、硝酸処理はNo. 61が適当で、また、苛性ソーダ処理はNo. 65が良いと思われる。

つぎに、硝酸処理後のアスプルンド法パルプを1.でも使用した亜塩素酸ソーダでWise法により処理して、ペントーザンを可及的に保留して、リグニンを除去しようと試みた。その条件およびパルプの成分の動行は第29表のとおりで、硝酸処理を行わなかつたものもその結果を併記した。

第29表 HNO₃ 処理後 NaClO₂ 処理によりヘムロック・アスプルンドパルプから
リグニンおよびペントーザンの除去

Table 29. Removing lignin and pentosan from Hemlock Asplund pulp No. 17
by NaClO₂ after HNO₃ treatment.

No. 17		No. 67		No. 68		No. 69	
HNO ₃ 蒸解条件 HNO ₃ cooking condition		No. 57 に同じ The same as No. 57		No. 61 に同じ The same as No. 61			
NaClO ₂ 処理条件 NaClO ₂ treating condition	温度 Temperature C	80		80		80	
	時間 Time hr.	1×3		1×3		1×3	
	NaClO ₂ g	$(\text{Sample} \times \frac{30}{100}) \times 3$		$(\text{Sample} \times \frac{30}{100}) \times 3$		$(\text{Sample} \times \frac{30}{100}) \times 3$	
	CH ₃ COOH drop	$(\text{Sample} \times \frac{10}{5}) \times 3$		$(\text{Sample} \times \frac{10}{5}) \times 3$		$(\text{Sample} \times \frac{10}{5}) \times 3$	
収率 対 No. 17 Yield %, against No. 17		100		55.23		63.73	
						73.07	
		分析値 分 Analyzed %	分析値 分 Analyzed %	残留率 残 of remaining %	分析値 分 Analyzed %	残留率 残 of remaining %	分析値 分 Analyzed %
リグニン Lignin		28.87	5.25	10.09	1.27	2.82	1.52
ペントーザン Pentosan		6.06	3.88	35.36	3.43	36.07	3.47
							41.84

苛性ソーダ処理よりは、おおむね収量、ペントーザン残留率は上昇し、リグニン含有量は減少しているが、No. 68, No. 69 を比較すれば、収量、リグニン含有量から考えれば、No. 69 の硝酸処理を行わずに、直接亜塩素酸ソーダ処理をした方が好ましい結果を示している。硝酸処理条件が No. 68 よりはやかな No. 67 の方がこの傾向はさらにはなほだしい。この間の様子を確かめるために、亜塩素酸ソーダ処理を1回にして、両者の強度試験の結果 (No. 70, No. 71) および上述の硝酸処理関係の主要なものの強度試験をまとめて第30表に示す。

硝酸—苛性ソーダ法によるアスプルンド法パルプの精製効果は、せいぜい No. 65 程度と思われ、収量、強度を考えれば有利とは思えない。また、硝酸処理は、後の亜塩素酸ソーダによる精製を阻害し、試

第30表 HNO_3 -NaOH, HNO_3 - NaClO_2 および NaClO_2 によつて後処理した

ヘムロックアスプルンドパルプの強度比較

Table 30. Comparison of strength among Hemlock Asplund pulp No. 17 aftertreated by HNO_3 -NaOH, HNO_3 - NaClO_2 and NaClO_2

	後処理条件 Condition of aftertreating by			収率 対 No. 17 Yield %, against No. 17	白 色 度 ハンター Bright- ness Hunter %	厚さ Thick- ness mm	坪量 Sub- stance g/m ²	緊度 Appa- rent den- sity g/cc	裂断長 Brea- king length km	比引裂度 Tear resistance substance ×100	比破裂度 Bursting strength substance ×100	耐折度 Fold- ing endu- rance
	HNO_3	NaOH	NaClO_2									
No. 17				100	20.6	0.14	65.45	0.47	1.3	21.3	0.9	0
No. 65	85°C, 1 hr, 3%	100°C, 1 hr, 1%		52.36	6.5	0.08	57.15	0.71	4.7	23.5	1.3	1
No. 68	85°C, 1 hr, 3%		Wise method, 3 times	63.73	40.5	0.08	55.57	0.69	4.0	28.2	1.1	1
No. 69			Wise method, 3 times	73.07	30.0	0.08	51.30	0.64	10.9	70.2	6.1	686
No. 70	85°C, 1 hr, 3%		Wise method, 1 time	73.14	16.5	0.09	56.27	0.63	2.2	21.3	0.4	0
No. 71			Wise method, 1 time	92.02	26.5	0.10	58.75	0.59	3.4	38.9	1.1	5

験的にも全く不成績であつた。

結 語

アスプルンド法パルプは、後処理により充分製紙用パルプとして利用しうる見込みがあり、チップの前処理法としては、炭酸カルシウム、炭酸ソーダよりは亜硫酸ソーダ処理が良いが、後処理法としてのクラフト法、硝酸法はともに良好とはいえず、その難点の1つは液比の過大な点にあると思われる。

亜塩素酸ソーダが安価に入手できるようになれば別であるが、実用的な後処理法としては、塩素—苛性ソーダ系統の処理法（第6表）が最も優れているように思われる。

なお、本実験施行中 A. J. A. ASPLUND 博士が、昭和29年10月に来朝された際、「塩素—苛性ソーダによるアスプルンド法パルプの精製試験を実施中であるが、その難点は塩素の価格にある」といつておられた。その後同博士の報文に接していない。

文 献

- 1) 木村良次・寺谷文三・館 勇：パルプ及び製紙に関する研究第4報，パルプ中のリグニン含有量と紙力との関係，木材研究，13，(1954)，p. 157
- 2) WISE, L. E., MURPHY, Maxine and A. D'ADETECO, Alfred: Chlorite Holocellulose, Its Fractionation and Bearing on Sammative Wood Analysis and on Studies on the Hemicelluloses., Paper Trade Journal 122, 2, 35, TAPPI Section 11, (1946)
- 3) アスプルンド, A. J. A.: Lignocellulose を含有する物質から繊維質パルプを製造する方法，特

許公告, No. 2751, 昭和 26 年 5 月 29 日

- 4) ASPLUND Arne J. A.: Preparing pulp., Chemical Abstracts, 27, 5976, (1933)
- 5) 新良安一郎・新良よし: 硝酸法パルプ製造に関する研究第4報, 各種原料の稀硝酸蒸解に於ける硝酸消費量の比較第5報, 木材蒸解の顕微鏡的研究, 工化, 46, (昭 18), p. 295, p. 936
- 6) 奥野信次: 硝酸によるパルプの漂白精製法, 紙及びパルプ, 3, 7, (1952), p. 392
- 7) 下田 功・大門 徹: 硝酸蒸解法によるパルプ製造に関する研究 (6) SP 及び GP に対する dil. HNO_3 の作用, 繊維素工業, 14, (昭 13), p. 244
- 8) 高松孝一・星野和夫・本間輝雄: 亜塩素酸曹達処理パルプに関する研究, 第1報 亜塩素酸曹達による晒パルプの製造, パルプ紙工誌, 4, 5, (昭 25), p. 9

Studies on High Yield Pulp. (Part 1)

Attempt to prepare paper-making pulp from Asplund pulp.

Yasumasa YONEZAWA, Kango MIYAZAKI and

Kuninori USAMI

(Résumé)

Determining the pulping condition by the Asplund Laboratory Defibrator, we compared chemical components of wood with those of prepared pulp.

If Asplund pulp is deligninified by NaClO_2 to some extent, its strength considerably increases. So, we tried to refine Asplund pulp of Red Pine in 7 stages (Cl-NaOH, 6 stages; bleaching powder, 1 stage), and although its strength was not better than K. P. of Red Pine, it was equal to K. P. of Beech.

We tried to improve Asplund pulp by pretreating with Na_2SO_3 , CaCO_3 and Na_2SO_3 . Pretreating with Na_2SO_3 and bleaching by H_2O_2 was better, but the strength was still weak. Though we expected to make paper by mixing this pulp with other stock, we were not able to use the pulp as a substitute for S. P. of newsprint.

We tried to refine Asplund pulp by the kraft process, but the liquor ratio became very high (in ordinary autoclave), and the result was not good. The result of refining by HNO_3 was the same as in the kraft process; particularly, NaClO_2 treatment after HNO_3 refining was completely ineffectual.

In short, after-treating Asplund pulp by Cl-NaOH was the most hopeful in using Asplund pulp for paper making.