は前處理と後處理を合して 12% に達して居る。これは明かに鹽素法を選びし爲に過剰の苛性曹達を要したと考へられる。單に曹達灰を用ひて一回の常壓蒸煮及漂白粉漂白で充分ペクチン質及びリグニン及び大部分のペントザンを除き得ると思はれる。

(2) 出來たパルプは非常に質のよい純度の高

い纖維素で和紙とするよりも纖維素誘導體の原料に適すると考へられる。

(3) 即ち原料の豊富な點と操作の簡単な點とから纖維素原料として有望である。機械力によつて簡単な白皮製造法が考案せられるならば我國に於けるパルプ原料は莫大なものであらう。

(七年九月十七日受理)

木 材 パ ル プ の 精 製 法 の 研 究

中 村 一 元

(樺太工業株式會社泊居工場研究室)

近時棉火藥、セルロイド、ラッカー塗料等の原料として木材パルプを用ふる研究は種々あるも實際に於ては未だ木材パルプを用ふるに非ずして木綿纖維を使用し居るものゝ如し、然して木材パルプの用ひられざるは纖維其のものゝ相違に非ずしてパルプの不純物多く且つ α 纖維素の含有量少なき爲なり是が含有量を大にすれば上記の原料として何等の差支なしこの木材パルプの α 纖維素含有量を大となす爲めには如何にすべきか即ち精製あるのみなり然らば如何に精製すれば α 纖維素含有量を大ならしめ得るやこの問題を本實驗に於て比較研究せり。

(1) 精製に使用せし原料パルプは次の組成のものなり。(當工場製品)

	人絹パルプ%	晒パルプ%
α -纖維素	88.86	85.91
β -纖維素	3.75	8.01

γ -纖維素	7.34	6.08
粘 度	115	50
銅 價	2.03	3.55
アルコール、ベンゼン抽出分	0.77	1.08
灰 分	0.15	0.36
吸 水 度	54	53
保 水 度	6.9	6.7

註 上記の分析はすべてシュワルベの方法を用ひてなせり、粘度は當工場の一定の毛細管粘度計の流下秒數なり。

(2) 精製方法

風乾試料を(水分 10%位)、絶對乾燥量に換算して 200 瓦をとり是に 1600 cc の蒸煮液を加へて 16 立容量の耐壓釜にて直火にて蒸煮せり。蒸煮壓力は 2.5 氣壓溫度は 125°C 蒸煮時間 4 時間とせり。蒸煮終了後是を 1 時間放置して後取出し各々分析をなし更にこのパルプに就きて色々の漂白方法を變じて漂白せり。

(3) 精製法の相違による結果の比較

A. 亜硫酸曹達及生石灰にて蒸煮する場合

この場合には普通の晒パルプよりも人絹パルプの方 α 含有量大なり。然してこの場合には蒸煮後の繊維は着色少なき爲め漂白容易なり、晒パルプにて 91% 以上人絹パルプにて 93% 以上は容易なり。

B. 木釜原液に苛性曹達を添加せし蒸煮液にて精製する場合

この場合は苛性曹達の添加量大なればなる程 α 含有量大となる 10L に對して 154g のものは中和點に至らざるものにして酸性液なり。10L に對して 200g 以上の 苛性曹達を加へたる液はアルカリ性のものなり。斯くアルカリ性に至るまで苛性曹達を加ふれば α 含有量増すも多量の曹達を要する事となるアルカリ性ならざれば繊維が侵さるゝ傾あり。(原液酸度 3.5% SO_2 化合物 1.2% のもの) 總酸とは全 SO_2 にして化合物とは亜硫酸カルシウムの SO_2 なり。

(4) 實驗結果

A. 生石灰 40g 無水亜硫酸曹達 20g 水 1600cc の蒸煮液を用ひて試料 200g を壓力 2.5 氣壓にて溫度 125°C にて蒸煮したるもの。

パルプ種類	α -纖維%	銅價	灰分%	歩留 (收得率)
a. 晒パルプ	91.48		0.87	75%
b. 晒パルプ	91.64	0.98	0.78	
c. 人絹パルプ	93.77	0.56	0.65	
d. 人絹パルプ	93.98	0.78	0.67	

B. 木釜原液(總酸 3.5% 化合物 1.2%) 10L に對し苛性曹達を加へたる蒸煮液を用ふ試料 200g 1600cc の蒸煮液を用ふ。

パルプ種類	α -纖維%	銅價	灰分%	歩留%
a. 人絹パルプ	94.63	0.64	0.945	90
b. 人絹パルプ	91.63	0.69	0.843	92.5
c. 人絹パルプ	90.73		0.811	
d. 晒パルプ	89.25		0.925	

a は苛性 300g b は 200g c は 154g d は 154g を加へし蒸煮液を用ひたるものなり。

1. 漂 白

以上の精製せし原料は幾分赤味を帯びて着色せる故是を漂白せざる可からず。此の漂白は實に困難にして動もすれば過漂白になりて著しく α 含有量を減す故に出来るだけ低温にて少量の晒粉を用ひて短時間にて晒せり。色々の時間を變じ又溫度を變へて研究せり。數字中晒色の數値は一定の當工場の標準色に至るまで消費せし晒粉%なり。室溫とあるは 25°C 附近なり。

	晒粉 添加量	溫度	漂白 時間	晒色	α -纖維	銅價
4. A. c.	1%	35°C	1 ⁰⁰	12.0	93.41%	
	1"	35"	3 ⁰⁰	11.0	92.88"	0.59
4. A. d.	5"	室溫	2 ⁰⁰	12.0	93.05"	0.44
	5"	"	4 ⁰⁰	10.5	92.99"	0.56
	5"	35°C	2 ⁰⁰	10.0	92.15"	0.72
	5"	"	4 ⁰⁰	9. ⁰⁰	91.80"	0.87
4. B. a.	2"	室溫	1 ⁰⁰	11	94.77"	0.80
	2"	"	2 ⁰⁰	10.5	94.46"	1.01
	2"	"	3 ⁰⁰	10.5	93.83"	1.14
	2"	"	4 ⁰⁰	10.0	93.58"	1.32
4. B. b.	2"	35°C	1 ⁰⁰	10	09.05"	
	2"	"	2 ⁰⁰	9.5	90.89"	
	2"	"	3 ⁰⁰	9.5	90.91"	
4. B. c.	1"	"	6 ⁰⁰	13.5	90.03"	
	2"	"	6 ⁰⁰	13.0	88.43"	
	3"	"	6 ⁰⁰	12.5	82.78"	
4. B. d.	5"	"	1 ⁰⁰	12.0	88.89"	
	5"	"	10 ⁰⁰	10.0	86.63"	

以上の結果より見る時は漂白時間の多きものは

色白くなるも α 繊維量漸次減少す、又同量の晒粉を加へて漂白する時に温度低き時は幾分晒され難きも温度高く晒したるものに比し α 含有量高く又晒粉量を 1% 2% 3% と變じて同時間漂白する時は晒粉量少なるもの程 α 含有量大なり。この數字より一般に精製せしパルプは少量の晒粉を以つて低温度になるべく短時間に漂白するを最も理想的とす。

總 括

以上の實驗によりて得たる所は次の如し。

(1) 晒パルプの精製に於ては生石灰亞硫酸曹達を以つてする時は 91% 以上のパルプを得然れども原料パルプにより異なるも大體に於てこの精製に於て約 α 繊維素の 5% の増加するを知りたり。

(2) 本釜原液に苛性曹達を加へしものはアルカリ添加量大なれば大なる程 α 繊維素も増加するを知りたり然れどもアルカリ増加と共に歩留は小となる。

(3) 精製パルプの漂白に於ては短時間にて晒粉量少なく低温にて晒すを最も有利とする事を知れり。

未晒パルプの精製

晒パルプと同様の方法にて當工場製品の未晒パルプを精製せり、使用せし未晒パルプの分析結果次の如し。

α 繊維	88.48%
粘 度	173
銅 價	2.18
灰 分	0.326%

(1) 試料 200g をとり生石灰 40g 亞硫酸曹

達 14g 水 1600 cc の蒸煮液を用ひて壓力 2.5 氣壓にて温度 125°C にて 4 時間耐壓釜にて精製せり。

α 繊維	灰 分	歩 留
95.76%	0.964%	80%

(2) 本釜原液 (總酸 3.5% 化合酸 1.2%) に苛性曹達を 10L に對し 200g 添加せし液を 1600 cc を用ひたる場合

α 繊維	灰 分	歩 留
88.53%	0.759%	94%

(3) 1% 苛性曹達液にて 200g の試料に 1600 cc を加へて同様に蒸煮したる場合

α 繊維	灰 分	歩 留
95.49%	0.94%	75%

(4) a. クロリネーションせし試料を蒸煮する場合即ち 3% 鹽素にてクロリネーションをなし後石灰 40g 亞酸曹達 14g 水 1600 cc の液にて蒸煮せり

α 繊維	灰 分	歩 留
95.56%	0.86%	75%

b. 1.5% クロリネーション後本釜原液に苛性曹達を添加せし蒸煮液 1600 cc を使用して蒸煮したる場合 (苛性添加量 60g)

α 繊維	灰 分	歩 留
95.25%	0.92%	90%

c. 5% クロリネーション後 b と同様の蒸煮液を用ひて精製せし場合

α 繊維	灰 分	歩 留
94.06%	0.42%	88%

d. 晒粉にて 6 分晒せしものを b と同様の蒸煮液にて蒸煮せしもの

α 繊維	灰分	歩留
93.63%	—	81%

(5) 漂白

(1) 精製パルプを漂白せし結果次の如し。

晒粉添加量	温度	時間	晒率	α 繊維
2%	室温	2	14	94.70%
2"	35°C	2	14	93.13 "
2"	"	12	11	90.03 "
5"	"	5	12	91.96 "

(3) の精製パルプ漂白結果次の如し。

晒粉量	温度	時間	晒率	α 繊維
4	35°C	1	14	91.43%
4% 一段 4% 二段	"	4	11.5	90.73 "
4% 一段 4% 二段	"	5	11	90.51 "

(4) を漂白したる結果次の如し。

a. 晒粉量	温度	時間	晒色	α 繊維
2	室温	3	11	95.42%
b. 10	"	8	10.5	94.64 "
10	35°C	5	8.0	85.20 "
2	"	5	11.0	94.83 "
5	"	5	9	93.56 "
10	室温	7	13	93.88 "
c. 2	35°C	4	10.5	95.22 "

d. 2 35°C 6 10 93.70%

以上の未晒パルプの精製の結果より見る時は精製に用ひし薬液は生石灰に亜硫酸曹達混合溶液が最もよく未晒の場合には原液に苛性曹達を添加せし薬液にて蒸煮せしものは殆んど精製されざるを知る、尙クロリネーション各原液に苛性添加せし蒸煮を用ふる時は α 含有量大となる。

漂白に於ては最も容易に短時間なるはクロリネーション後精製せしパルプなり苛性にて蒸煮せしものは α 含有量大なるも漂白困難にして強ひて漂白する時は α は著しく減少す、生石灰亜硫酸曹達混合溶液を用ひしものも漂白困難にして晒色悪し。

總括

以上の結果より得らるゝものは要するにクロリネーション後原液に苛性添加せし薬液にて蒸煮したるものは最も漂白も容易にして α 含有量も大なり。

(昭和七年七月二十八日受理)

Durch Chlorierung konnte von dieser Bastfaser Zellstoff mit höheren α -Cellulosegehalt gewonnen. Die Chlorination wurde in einer etwas modifizierte Strong oder Braysche Vorrichtung durchgeführt.

Tabelle 2 zeigt die Resultate der alkalische Vorbehandlung.

Tabelle 2.

Konz. der NaOH in %	Menge der NaOH % für Probe	Menge der gebrauchte NaOH in %	Veränderung der Probe.
0.10	2	100	unverändert
0.10	4	100	„
0.10	8	90.8	„
0.20	8	97.1	etwas gelockert
0.40	8	97.1	gelockert
0.40	6.2	99.0	„
0.59	16.8	68.8	star gelockert
0.80	16.0		„
1.00	20.0	90.2	„

Tabelle 3 zeigt die Resultate der Chlorierung.

Tabelle 3.

Für—alkalische Vor—und Nachbehandlung wurde 0.4% ige NaOH angewandt.

Nr. der Versuche	1	2	3	4	5	6	7
Menge der Probe g	10.13	10.13	10.04	10.15	10.05	10.33	10.30
Verbrauchte NaOH % (Vorbehandlung)	5.94	6.31	6.06	5.99	6.06	5.89	6.13
Verbrauchte Cl %	1.02	1.53	1.53	1.65	1.68	2.85	3.09
Chlorierungsdauer (in Minute)	15	20	26	25	23	25	25
Verbrauchte NaOH % (Nachbehandlung)	7.21	7.22	7.25	6.98	8.66	7.02	8.70
Cl als HCl/gesamt Cl-Verbr.	71.2	68.9	71.0	69.3	69.2	72.3	69.8
Ausbeute der Zellstoffe	48.3	51.13	50.68	51.09	49.70	47.91	47.36
α -Cellulose	91.14	91.95	93.13	89.51	91.04	89.45	90.0
β -Cellulose	—	—	—	—	2.44	1.46	1.27
Asche	0.66	0.85	0.61	0.76	0.67	0.48	0.37
Kupf. Z. g Cu/100 g Cell.	0.26	0.36	0.37	0.32	0.26	0.38	0.32

Das NaOH Verbrauch betrug bei der Vorbehandlung 6% der Bastfaser, und bei der Nachbehandlung 7%, insgesamt 13%. Aber Chlor-verbrauch war nur 1.5%.

Es geht hieraus hervor, dass die Alkalireinigung viel vorteilhafter als Chlorreinigung ist. Der Hauptanteil der Verunreinigung d.h. Pektinstoff geht so gar durch Sodakochung sehr leicht in Lösung.

ON THE REFINING OF WOOD PULP

by Kazumoto NAKAMURA

I. When bleached pulp is refined with the solution of CaO and Na₂SO₃, its α -cellulose content

increases about 5%. The addition of NaOH in the cooking liquor, which consists of H_2SO_3 and $\text{Ca}(\text{HSO}_3)_2$, results the increase in α -cellulose content, but the addition of too much amount of NaOH decreases the yield.

In bleaching of the refined pulp, it is most advantageous to carry it out at low temperature for short time with small quantity of bleaching powder.

2. The refining of unbleached pulp with the solution of CaO and Na_2SO_3 , shows the best results.

The refined chlorinated pulp is of the largest α -cellulose content and its the bleaching is most easy.

The pulp, refined with NaOH solution, contains large amount of α -cellulose, but bleaching is most difficult, and if it is bleached to normal white, the cellulose is over bleached and its content decreases considerably. The same results are obtained in the case of the solution of CaO and Na_2SO_3 .

CORRECTION

RESEARCHES ON FORMYL CELLULOSE. III.

ON THE CONDITIONS OF THE FORMATION OF THE FORMYL CELLULOSE

By Yoshisuke UYEDA

(Vol. 8 No. 9)

Page 33, Subject	For CONDITIONT	read CONDITIONS
Page 33, Line 17 from under	For fiask	read flask
Page 33, Table 1.		
Line 4 from under	For 2213	read 22.13
Page 34, Line 3 from under	For tbe prese t	read the present
Page 34, Line 2 from under	For Th ory	read Theory