レスソーブとしてミケソーブを用いた。

結果：工業的に実施した結果次の処理条件が適當である事が判つた。

市販ソーブレスソーブは黒皮の5~11%を使用し、水量は黒皮の7~15倍加え、

70°~120°Cで攪拌し乍ら約1時間處理する

上記の處理が終ると表皮は完全に柔軟韌皮部から離れているから、蒸煮液を抜いて再度使用すべく貯え、更に注水して、液面に浮いた表皮を溢流除去し、後適當な方法で攪拌洗滌を行えば、殘餘の表皮は完全に除かれて了う。

4. 新方法による白皮のパルプ化試験

上記工業的實驗によつて得た新方法に依る三極白皮に就いてそのパルプ化試験を行つた。パルプ歩留については、從來の局納ジケ皮と比較して次の様な結果を得た。即ち、

條件：三極白皮 20 g 水 500 cc ソーダ灰 0.5 g
をオートクレープに仕込み 3 kg/cm² 指示壓力で約3時間半加壓蒸煮する。

結果：黒皮から白皮を得る精選歩留と併記すると次表に示す如くなる。

在來の方法

黒皮に對するジケ皮の歩留	約 40 %
ジケ皮より三極パルプの歩留	約 50 %
黒皮より三極パルプの歩留	約 20 %

新方法

黒皮に對する新方法による白皮の歩留約50%
新方法による白皮より三極パルプ歩留約50%
黒皮より新方法による三極パルプ歩留約25%
即ち黒皮に對する三極パルプ歩留りは新方法に於て在來の方法に比して5%程度増加する。

又三極の場合は抄紙後の色、即ち黄味の度合が問題となるのであるが、此等の條件に就いてはジケ皮の場合と何等差が認められなかつた。

3. 總 括

1. 韌皮を用いる製紙用原料植物中、最も代表的である三極及楮の黒皮及び甘皮について化學分析を試み、アルコール・ベンゾール抽出分が甘皮部分に集中的に存在している事を知つた。

2. 上記事實に基いて、韌皮を用いる製紙用原料植物黒皮より效果的に表皮を剝離する方法を理論的に考察し、單分子中に親水基及び親油基を含む所謂界面活性剤を含む溶液による處理が、この目的に適合するとの推論に達した。

3. 典型的な界面活性剤の數種類について、一例として三極黒皮を處理した結果、實驗室的及び工業的に效果顯著である事を認めた。

4. 工業的に實施する場合の實施條件を明にした。

5. 本研究による處理方法による場合黒皮よりのパルプ歩留は三極の場合在來の方法による場合に比し約5%増加する事を認めた。

6. 本研究による黒皮よりの表皮の剝離效果は界面活性剤による物なる事を實驗室的に確め且ビルダーとしての無機鹽類を界面活性剤と同量程度含む場合にも表皮剝離效果が變らない事が判つた。

尙本件に關しては、目下特許出願中である。

(28. 2. 10 受付)

參 考 文 獻

- 1) 印刷廳研究所時報第2卷第1號 p. 28.
- 2) 中島今吉著 和紙手漉法
- 3) 印刷廳研究所時報第2卷第1號 p. 29.
- 4) 右田伸彦著パルプ及製紙工業實驗法 p. 112.
- 5) 右田伸彦著パルプ及製紙工業實驗法 p. 170.
- 6) 西田屹二著 木材化學工業 p. 190.

中性亞硫酸セミケミカル法に依る樟の パルプ化、及びパルプ化と同時に 樟腦の採取に就いて

* 田 山 正 雄 ・ 石 川 淑 郎

1. 緒 言

現在我が國に於ける樟腦事業は專賣法の保護

の下に行われて居る。其の爲に消費される原木は年間 70 萬乃至 80 萬石と言われている。し

* 本州製紙・中央研究所

かも樟腦は樟腦油と合せても収量僅か2~3%程度に過ぎず、樟腦抽出後のチップは單に燃料として利用されているのみである。

樟腦採取後の材の利用は樟材の合理的な利用と言う點より見ても又現在のパルプ原木事情より考えても極めて重要な事である。

樟腦採取は材をチップにして水蒸氣蒸溜を行うので樟腦採取後の材の利用としてはパルプの製造が考えられ既にソーダ法に依るパルプ化の研究が行われて來たが強度の點より實用に供し得るパルプが得られなかつた。

しかるに既に澤田氏に依つて報告されているが¹⁾樟腦採取後の樟材を中性亞硫酸ソーダセミケミカル法に依りパルプ化を行うと製紙原料として使用し得る強度をもつパルプが得られる事が分つた。更に生材を蒸煮する場合パルプ化と同時に樟腦の採取が可能であり現在行われている水蒸氣蒸溜法による場合採取に36時間乃至48時間を要するのに比較して極めて能率的である事が分つたので此等の結果に就いて報告する。

2. 蒸 煮

試料として40年生樟生材及び日本樟腦和田工場に於て樟腦採取を行つた後のチップ狀の樟材を使用した。

蒸煮には樟生材の場合は3.0cm×2.5cm×0.2cm程度のチップとし、又樟腦採取後の物は太

きさ、形狀はかなり不均一であつたが樟腦採取の爲に既にチップ狀になつていたので此をその儘使用した。猶蒸煮は4l容耐酸鋼製電氣加熱式試験蒸煮釜を使用した。蒸煮方法としては藥液浸透回收法を用いた²⁾。猶パルプは未晒パルプを目的としたので藥液は Na_2SO_3 と NaHC
 O_3 との比が7:1の液を使用した³⁾。

第1圖に蒸煮曲線を示したが大略次の通りに蒸煮を行つた。

即ち全蒸煮時間を6時間30分とし最初1時間30分で120°Cに達せしめ1時間同温度を保持し浸透を行わせた。次で藥液の回収を行つたが回収後直ちに熱水を添加し本蒸煮を行つた。猶最高温度170°C、最高壓力8.5 kg/cm²、最高温度保持時間2時間とした。又後に述べるが樟生材を蒸煮する場合は藥液回収及びブローの時に樟腦の採取を行つた。其の蒸煮結果を第1表に示した。第1表中No.2及びNo.4は藥液の浸透を完全に行わせる爲蒸煮開始前1時間7 mm/Hgに減壓した物である。

蒸煮チップは既に報告した他の内地産廣葉樹の場合と同様⁴⁾ラバス型試験ピーターに依り纖維を離解し更に12カット試験用フラットスクリーンを通してパルプとした。

3. パルプの品質に就いて

第2表にパルプ中の灰分、リグニン含有量を示した。リグニンは豫め温水抽出を行つたパルプに就き72% H_2SO_4 に依り定量した物である。樟は比較的蒸煮困難と考えられる、此の原因の一つとして藥液の浸透が悪いのではないかと考え前に述べた如く蒸煮に先立ち一部減壓處理を行い、又更に木粉を使用し蒸煮を行つて見た。

猶未晒セミケミカルパルプを使用する場合リグニンの含有量はあまり問題にはならないが蒸煮程度に對する一つの目安とした。即ち(原木中のリグニン)-(蒸煮歩留)×(パルプ中のリグニン含有率)を除去リグニン量又除去リグニンの原木中のリグニンに對する百分率をリグニン除去率として第2表に示した。

減壓處理に依る効果は生材の場合には樟腦採取後の材の場合程明瞭に現われなかつたが此れは含水率、チップの形狀と言つた單なる物理的性質の差から生ずると考えられる。

第1圖 蒸煮曲線

第 1 表 蒸 煮 結 果

		1	2	3	4
		樟 生 材	樟 生 材 (減圧前處理)	樟 腦 採 取 材	樟 腦 採 取 材 (減圧前處理)
チップ仕込量 (絶乾g)		384	392	408	409
チップ水分 (%)		52	51	35	25
蒸 煮 液	送 液 量 (c.c.)	2,940	3,290	3,240	2,860
	液 比	7.7	8.4	7.9	7.0
	添 加 Na_2SO_3 (g)	207.7	209.2	229.1	233.3
	添 加 NaHCO_3 (g)	30.0	30.2	32.6	33.3
添 加 薬 品 計 (g)		237.7	239.4	261.7	266.6
回 收 液	回 收 量 (c.c.)	2,380	2,560	2,620	2,280
	同 (%)	81.0	77.8	80.9	79.7
	回 收 Na_2SO_3 (g)	162.3	160.5	180.3	187.4
	同 (%)	78.1	76.7	78.7	80.3
	回 收 NaHCO_3 (g)	6.4	15.25	21.3	22.8
	同 (%)	21.3	50.5	65.3	68.4
	回 收 薬 品 總 量 (g)	168.7	175.75	201.6	210.2
	同 (%)	71.0	73.4	77.0	78.8
廢 液	殘 留 Na_2SO_3 (g)	10.3	9.4	9.6	7.1
	殘 留 NaHCO_3 (g)	—	3.1	—	—
消 費 薬 品 計 (g)		58.7	51.2	50.5	49.3
同 (對絶乾チップ %)		15.3	13.1	12.4	12.1
蒸 煮 歩 留 (%)		77.5	76.9	78.9	78.0

薬品量は全て Na_2CO_3 として計算した。

第 2 表 パ ル プ 品 質 (其の一)

蒸 煮 番 號		蒸 煮 歩 留 %	灰 分 %	リ グ ニ ン %	除去リグニン 量 (對絶乾チ ップ) %	リグニン除 去 率 %
原 木	樟 生 材		0.47	30.3		
原 木	樟 腦 採 取 材		0.57	30.0		
1	樟 生 材	77.5	0.81	17.6	16.8	55.4
2	同 上 (減圧處理)	76.9	1.22	17.2	17.0	56.1
3	樟 腦 採 取 材	78.9	0.78	16.8	16.7	55.9
4	同 上 (減圧處理)	78.0	1.13	15.9	17.6	58.7
5	樟 生 材 (木粉)	73.5	1.49	15.7	18.8	62.0
6	樟 腦 採 取 材 (木粉)	72.2	1.53	15.8	18.6	62.0

第 3 表 パ ル プ 品 質 (其の二)

蒸 煮 番 號		米 坪	厚 さ mm/100	緊 度 (kg)	比破裂度	裂 斷 長 (KM)	引 裂 度 (g)	耐 折 度 (回)
1	樟 生 材	59.24	6.3	0.94	4.63	6.74	30	332
2	樟 腦 採 取 材	61.14	6.3	0.95	4.70	6.60	32	319

又樟生材と樟腦採取後の材との間には蒸煮難易の差は殆ど見られなかつた。

通常の蒸煮に依り得た樟生材樟腦採取材のパルプに就き強度試験を行つた。強度試験はボールミルに依りフリーネス 210 cc (Canadian Standard)になる迄解し標準法に依り紙葉を作成し試験を行つた。

試験結果は第3表に示す如く殆ど兩者の間に差は認められなかつた。又此等の示す強度を他の内地産廣葉樹セミケミカルパルプと比較した場合⁴⁾ 引裂度は幾分劣るが他は全く遜色の無い物である。

4. 樟腦採取に就いて

前述の如く藥液の回収及びブローの時に第2圖の如き装置を使用して樟腦及び樟腦油の採取を行つた。

回収液及び廢液につき同様の操作を行つたのであるが先ず蒸煮釜から抜いた液はフラスコに導き更に此から生ずる蒸氣を冷却して捕集した。此の液は鹽折を行い更に樟腦と樟腦油とに分離した。

蒸煮釜よりフラスコに送る液は回収液の場合でも 120°C の高温を有している爲一部は蒸氣となつてフラスコに入る。此の爲に液中に存在する樟腦分はフラスコで水蒸氣蒸溜を受ける事になり樟腦分の採取が行われる。

此の方法で採取を行つた場合蒸溜されずに回収液及び廢液中に残る樟腦分があるが何れも 0.05 % 以下 (絶乾材に對し) であり回収液の場合は更に次の蒸煮に使用するので此の爲に生ずる樟腦分の損失は殆ど無視し得る。猶主として樟腦油であるがその中の若干量はチップ中に残留する。しかし此等は材から遊離されチップ中の水分に分散していると考えられ蒸煮チップの其の後の處理中に殆ど除かれパルプには全く樟腦臭は存在しない。

蒸煮液を使用せず水のみで蒸煮を行い同様にして樟腦の採取を試みたが採取量は少く、結局藥液で蒸煮を行う事に依り材の組織が弛緩し樟腦分の液への分散が容易になる爲パルプ化と同時に行えば樟腦分の採取が容易になると考えられる。

樟腦及び樟腦油の収量を第4表に示した。猶収量は何れも絶乾材に對する百分率で表わした。

第4表 樟腦及び樟腦油収量

		回収液	廢液	計
通常蒸煮	樟腦(%)	0.75	1.55	2.30
	樟腦油(%)	0.20	0.65	0.85
	計 (%)	0.95	2.20	3.15
藥液浸透時間を三時間に延長した場合	樟腦(%)	1.09	1.21	2.30
	樟腦油(%)	0.34	0.56	0.90
	計 (%)	1.43	1.77	3.20
蒸煮前 7mm/Hg で一時間減壓した場合	樟腦(%)	0.30	1.85	2.15
	樟腦油(%)	0.10	0.25	0.35
	計 (%)	0.40	2.10	2.50
水蒸氣蒸溜 (通常樟腦採取法)	樟腦(%)			2.35
	樟腦油(%)			1.12
	計 (%)			3.47

藥液の浸透時間を 3 時間に延長した場合藥液回収時に於ける収量は増加したが全體としての収量には大差がなく浸透時間を延長する事は樟腦分の収量を考えた場合あまり効果がなかつた。此の事は言い換えれば樟腦の採取には前記の蒸煮法で充分であるとも言ひ得る。蒸煮前に減壓處理を行うと樟腦分の収量、特に藥液回収時の収量が減少したが、これは減壓に眞空ポンプを使用して吸引を行つたので樟腦分の一部が氣化して失われた爲であろう。

結局普通の蒸煮を行つた場合樟腦油の一部に未採取の物が出来るが大體満足す可き収量で樟腦及び樟腦油が採取出来た。

5. 樟腦及び樟腦油の品質に就いて

採取した樟腦及び樟腦油の品質に就き專賣公社中央研究所に依頼して試験を行つた。

試験結果を次に示す。

樟腦

水分及び夾雜物 1.75 %

含腦量 91.64 %

樟腦油

屈折率 n_D^{25} : 1.4800

旋光度	α_D : +36.66
比重	d_{25} : 0.9468
含脳量	50.56 %

含脳量は 2.4 Dinitrophenylhydrazin 法で測定した値である。

以上の品質試験の結果採取した樟脳及び樟脳油は實際上品質的には何等變化を受けていないと言う事が分つた。

6. 總 括

樟生材及び樟脳採取後の材を中性亜硫酸ソーダセミケミカル法に依りパルプ化を行つた。又生材を蒸煮する時はパルプ化と同時に樟脳及び樟脳油の採取を行つた。

以上の結果を要約すると

1. 樟生材と樟脳採取後の材に就いては蒸煮難易の差は殆ど認められず蒸煮歩留は 77~79 %程度であつた。
2. 蒸煮に先立ち、薬液の浸透を容易ならしめる爲減壓處理を行い若干の効果を認めたが生材の場合は樟脳採取後の材の場合程明瞭な効果を認めなかつた。
3. 通常の蒸煮に依り得たパルプの強度は生材の場合も樟脳採取後の材の場合も大差なく、何れも他の内地産廣葉樹セミケミカルパルプ

に比し遜色無く製紙用として使用し得る強度を有している。

4. 樟生材を蒸煮中樟脳油は若干残る傾向があるが樟脳の採取は殆ど完全に行われ、採取した樟脳及び樟脳油は品質的には全く變質を受けて居らず樟生材のパルプ化と同時に樟脳を採取する事は充分可能である。

終りに此の實驗に種々の點に就て御指示を賜り樟脳の分析試験を行つて下さつた專賣公社中央研究所各位並びに本報告の發表を御承諾下さつた專賣公社北島部長殿に深い感謝の意を表する。(28. 2. 16 受付)

参 考 文 献

- 1) 澤田博
パルプ紙工業雜誌 4巻 6號 昭和25年12月20日
p. 22—27
- 2) Henry J. Perry
Paper Trade Journal Vol. 131. No. 22 p. 152—157 1950
- 3) The Solvey Process Company Technical Service Report No. 28
- 4) 田山正雄, 稻永調藏, 石川淑郎
パルプ紙工業雜誌 6巻 5號 昭和27年9月20日
p. 359—368

赤松材のシーズニングに就て

* 榛 澤 亨

赤松パルプにおける樹脂障害には種々の軽減方法があるが、今日最も有効にして一般的に行われてをる方法の一つとして材のシーズニングがある。本報告は赤松のシーズニングに關して主として所謂樹脂に重點をおいて、原木の最適伐採時期並に各伐採期材の要乾枯期間を認知する目的にて昭和25年11月より同27年10月に至る2カ年間試験を実施した。

もとより本試験においては原木の生育環境、

乾枯期間の氣象、土場積の方法、供試材の選定方法、試料の採取法等全てその及ぼす影響は大きく完全なるデータを求めることは容易でないが、是等諸因子の内原木については比較的近似條件にて生育した秋田縣産材を使用し、其他可避因子は然可く均一なる方法をとる様考慮した、試験は毎月伐採した原木を供試料とし、1カ月毎に原木の所謂樹脂量を測定し、各試料について之を1カ年繼續測定した、又原木のシーズニングが S. P 未晒パルプ及び精製パルプの樹脂量に及ぼす影響に關しても併せて實驗した。

* 東北パルプ・秋田工場研究課

200 ccm aufgefüllt. Man gab in 10 ccm davon 15 ccm n/100-M. G. Ch.-Lösung zu, und das restliche Amin wurde mit n/400-P. V. S.-K.-Lösung gegen Toluidinblau zurücktitriert. Annahme man, dass die 72 % ige Schwefelsäure-Methode den echten Ligningehalt liefert, so erhält man als Äquivalentgewicht von Lignin der verschiedenen Holzarten die Ziffern in Tabelle 1 Spalte 8. Da das Äquivalentgewicht von Nadelholz-, Laubholz- und Bambuslignin sind 147, 182 und 188, so kann man gleich aus Polyaminverbrauch von Probelösung den Ligningehalt von Probe rechnen.

STUDIES ON THE PEELING OF THE OUTER BARK OF THE PHLOEM

H. Imai and M. Morimoto

In consequence of some chemical analysis of "Kurokawa" and "Amakawa (structure under cuticle layer)" of Mitsumata and Kozo, we confirmed the fact that the alcohol-benzene extract was much in "Amakawa" of the phloem of them.

According to the above result and the consideration about the phloem, we suggested theoretically that the surface active agents were to be effective on the loosening and peeling of the outer bark of it, therefore we carried out laboratory and industrial experiments and found the new effective loosening and peeling method of applying surface active agents instead of the former manual primitive method.

On the laboratory test, we used the following surface active agents and obtained good results. Mikesoap as a commercial soapless soap, alkyl benzene sulphonate as an anionic agent, alkyl polyester alcohol as a nonionic agent, cetyl trimethyl ammonium chloride as a cationic agent.

On the industrial trial, in case of Mitsumata, we used the commercial soapless soap and the most suitable industrial treating condition given by authors is as follows.

Treating temperature	70 120 °C
Amount of soapless soap	5 11 % to "Kurokawa"
Amount of water	7 15 parts to "Kurokawa"
Treating time	about 60 minutes

Then the yield of available fibres from "Kurokawa" increased about 5 % in comparison with the former method.

PULP FROM CAMPHOR TREE AND THE EXTRACTION OF CAMPHOR

Masao Tayama, Shukuro Ishikawa.

In Japan, about 35,000 to 40,000 cords of camphor tree (*Cinnamomum camphor* Sieb.) are consumed for extracting camphor in a year. And the wood after extracting camphor is utilized for the fuel only.

When this was cooked by the neutral sulphite semichemical pulping method, we found this pulp can be used for paper.

And when camphor tree was cooked, we can extract the camphor and the camphor oil at the time of recovering liquor and blow.

The results of experiment are outlined as follows:

- 1). The chips were cooked by the impregnation method, and the ratio of Na_2SO_3 to NaHCO_3 in the impregnation liquor was 7:1.

- 2). When the wood after camphor extraction was cooked, the chemicals consumed in the cooking were about 12 % based on the oven dry chip, and the yield was 78 to 79 %. And when the original wood was cooked, the chemicals were consumed 13 % to 15 % and the yield was about 77 %.
- 3). There was not a difference of properties between these two pulps, and both have an available paper strength.
- 4). Fig. shows the apparatus for the camphor extraction. At the time of recovering liquor and blow, the same operation was done. The recovered liquor (the waste liquor) was led to the flask at first. At this time, a part of liquor contains the camphor and the camphor oil goes into the flask as a form of vapour, for even the temperature of recovered liquor as high as 120°C. By this reason, the camphor and the camphor oil are steam-distilled from the liquor spontaneously. In this way, we can extract the camphor and camphor oil perfectly, especially the former, simulataneously with pulping. The properties of camphor and camphor oil extacted by this way remain the same as that extracted by the normal steam-distillation.

Fig. 1 Apparatus For Camphor Extraction

ON THE SEASONING OF THE RED PINE

Toru Hanzawa

The experiment on Red Pine in Akita-ken to investigate the best season for cutting and necessary time for seasoning from the points of resin contents of raw woods and unbleached or refined pulp was made.

The following conclusion was resulted—the cutting is the most effective in the warm season and the necessary time for seasoning is 4-8 months for woods cut in the warm season and over 8 months at least in the cold season.