高収率パルプ化法に関する研究

減圧 2 段蒸煮法の離解性能

群馬大学工学部 荒井健一郎, 荻原允隆, 久保田 仁, 原沢秀雄

High Yield Pulping Process Defibration Characteristics of Vacuum-Impregnation Two Stage Pulping Process

*Kenichiro Arai, Yoshitaka Ogiwara, Hitoshi Kubota,
and Hideo Harasawa*

(College of Engineering, Gunma University)*

In view of high yield pulping, "vacuum impregnation two stage pulping process" which has a vacuum-impregnation stage proceeding a normal bisulfite cooking, was examined and compared with magnesite rapid vapor phase cooking process, modified magnesite process, polysulfide two stage cooking process and Stora two stage pulping processes.

The results were as follows: vacuum impregnation two stage pulping process yielded the pulp which had the highest maximum screened yield among pulps examined. Owing to better impregnation effect of this process, the pulps were defibrated with minimum removal of lignin, and in this process it was possible to cook with milder conditions as compared with that of other pulping processes.

The pulps yielded with this process had somewhat lower strength properties. However, this process may have a great meanings in respect of the efficiency of wood utilization and suggest some other merits such as reduction of steam cost and chemicals even as compared with Stora Process.

1. 緒 言

近年、木材の有効利用の一環として高収率パルプ化法が広く検討され、実用化されてきた。KP 法でもポリサルファイド法¹⁾などが検討されているが、SP 法では特にこの検討が積極的に進められ、バイサルファイトを用いるアルビソ法²⁾およびマグネファイト法³⁾、2 段蒸煮を行なうストラ法⁴⁾ シボラ法⁵⁾ およびウエアハウザー法⁶⁾ などが実用化されている。筆者の一人、荻原⁷⁾ も減圧一葉液注入したチップを蒸煮する“減圧 2 段法”を検討した。本報では高収率パルプ化を目的としてこの方法を再検討し、他の高収率パルプ化法と比較した結果を報告する。この場合、“高収率”の規程が問題になるが、本報では比格的小さな機械力で解繊できる木材成分量を以ってパルプ分とし、数種のパルプ化法の相対的な離解性能を検討した。

2. 実験方法

(1) 蒸煮方法

すべての蒸煮に赤松辺材チップ (20×20×1.5mm)

を用いた。

(1)-1. 減圧 2 段法; ビーカーに入れたチップを密閉

Fig. 1 Schematic drawing of vacuum-impregnation apparatus

容器中で減圧 (50~70mm Hg) し, 上部から亜硫酸ナトリウム水溶液を注入した後, 常圧に戻して薬液を吸収させた (Fig. 1 参照)。室温にて 60 分間放置した後, 過剰の薬液を除去し, 秤量して吸収薬液量を求め, ついで浸透薬液中の亜硫酸ナトリウム量を含めて所定組成になるように調製した第 2 段蒸煮薬液と共にチップを蒸煮釜へ入れた。前浸透薬液には総酸 5% の亜硫酸ナトリウム水溶液を用い, 第 2 段蒸煮には (亜硫酸ナトリウム+亜硫酸) 水溶液を用いて総酸, 最高温度および最高温度保持時間を変えて Table 1 の条件の蒸

煮を行なった。

(1)-2. その他の蒸煮法; 気相蒸煮法 (RVC 法) は Jayme ら⁸⁾ の報告に準じ, 変型マグネファイト法は RVC 法の液比のみを増した条件で総酸, 結合酸および最高温度保持時間を変えて検討した。ポリサルファイド法は宮尾らおよび関の実験¹⁾ に従って第 2 段蒸煮の最高温度および最高温度保持時間を変えて検討し, またストラ法は Lagergren⁴⁾ の報告に基づいて第 2 段蒸煮の最高温度および最高温度保持時間を変えて検討した。蒸煮条件の詳細を Table 1 に示す。

Table 1 Cooking program

Process	Vac.-Imp. Process		RVC Process	Modified Magnesite Process	Polysulfide Process		Stora Process	
	First step vac.-imp.	Sec. step cooking	Vac.-impd. chip used	Vac.-impd. chip used	First step polysulfide	Sec. step kraft cooking	First step low temp. cooking	Sec. step high temp. cooking
Chemicals	Na_2SO_3	$\text{Na}_2\text{SO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_3$	$\text{Mg}(\text{HSO}_3)_2$	$\text{Mg}(\text{HSO}_3)_2$	Na_2S_x	$\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{S}$	$\text{Na}_2\text{SO}_3 (+\text{H}_2\text{SO}_3)$	$\text{Na}_2\text{SO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_3$
Total acid	5	3~5	4~16	2~5	5	20	5	5
Total alkali (%)	5	1	2~6	1~2.5	—	20	1~5	1
Combd. acid	9.3	2~2.8	4.5	4.5	13	13	6.5~9.3	2
Combd. alkali (%)	adsorbed ca. 1.7	ca. 6	1.65	5	5	5	5	6
pH	—	50	75	75	60	90	30	120
Liquor ratio (100ml/100g)	room temp.	110~140	180	180	130	150~170	100	120~140
Temp. elevating time (min.)	60	0~120	5~15	5~15	120	0~180	90	60~150
Max. temp. (°C)								
Time at max. temp. (min.)								

(2) 測 定

(2)-1. 全収率; 蒸煮の終了したチップをミキサーで 1 分間離解した後, 水洗, 搾水し, 秤量した。次に細かくはくして密閉容器中に一定時間放置して水分分布を均一にし, その一部をとって 105°C, 10 時間乾燥して水分を求め, これから全収率 (絶乾パルプ重量/絶乾チップ重量) を算出した。

(2)-2. 精選収率; 離解—水洗したパルプを 8 カット実験用ノッターで精選し, 残渣を 105°C, 10 時間乾燥して, その重量から精選収率 (絶乾精選パルプ重量/絶乾チップ重量) を算出した。

(2)-3. 叩解性; 実験用小型ピーターを用い, 一定負荷, 1% 濃度で 50°SR になるまでの時間を測定した。

(2)-4. 強度特性; TAPPI 標準法 T205m-58 に準じて試験用手抄き紙Ⅲを作製し, TAPPI 標準法 T 404 m-50 に準じて抗張力を, また T 414m-49 に準じて引裂度を測定した。

(2)-5. ペントザン, マンナンおよび酸不溶性リグニン含有量, およびローエ価; TAPPI 標準法 T 223m-58 に従ってペントザン含有量, ショルガー法⁹⁾ に従ってマンナン含有量, TAPPI 標準法 T 222m-54 に従って酸不溶性リグニンおよび TAPPI 標準法 T 202m-45 に従ってローエ価を測定した。

3. 結 果

(1) 各パルプ化法による最高精選収率の比較

Fig. 2 に減圧 2 段法の全収率と精選収率との関係を示す。最高温度保持時間によってそれぞれ異なる傾向の曲線が認められ, 温和な条件で保持時間を長くするほど高い精選収率が得られた。最高精選収率は総酸 3.0%, 最高温度 140°C, 保持時間 2 時間の条件で 70.2 % となり, また総酸 5.0%, 最高温度 110°C, 保持時間 2 時間では 69.8% が得られた。

Fig. 3 に RVC 法の全収率と精選収率との関係を示

Fig. 2 Relationship between screened yield and total yield of the pulps prepared with Vacuum-Impregnation two stage pulping process

○— cooking time at maximum temperature, 2hr
△— cooking time at maximum temperature, 1hr

Fig. 4 Relationships between screened yield and total yield of the pulps prepared with modified magnefite process

○— cooking time at maximum temperature 5min
△— cooking time at maximum temperature, 10min
●— cooking time at maximum temperature, 15min

Fig. 3 Relationship between screened yield and total yield of the pulps prepared with RVC process

●— cooking time at maximum temperature, 15min
△— cooking time at maximum temperature, 10min
○— cooking time at maximum temperature, 5min

す。この場合には総酸濃度を高くして最高温度保持時間を短くするほうが高い精選収率を与えた。最高精選収率は総酸 14%, 保持時間 5 分および総酸 16%, 保持時間 5 分の条件でともに 62.8% が得られた。

Fig. 4 に変型マグネファイト法の全収率と精選収率との関係を示す。この場合にも総配濃度を高くして最高温度保持時間を短くしたほうが高い精選収率を与

Fig. 5 Relationships between screened yield and total yield of the pulps prepared with polysulfide two stage cooking process

○— maximum temperature, 150°C
△— maximum temperature, 170°C

え、総酸 5%, 最高温度保持時間 5 分の条件で 61.9% の最高精選収率を得た。

Fig. 5 にポリサルファイド 2 段法の全収率と精選収率との関係を示す。第 2 段の蒸煮温度 150°C, 最高温

度保持時間1時間の条件で62.7%の最高精選収率を得た。

Fig. 6 にはストラ法による全収率と精選収率との関係を示す。この場合、第1段蒸煮薬液のpHの影響の大きいことが認められ、pH=9.3すなわち遊離の亜硫酸

Fig. 6 Relationship between screened yield and total yield of the pulps prepared with Stora two stage pulping process

—○— pH 9.3
—△— pH 6.5

酸を含まない蒸煮液で処理した場合、第2段蒸煮条件が総酸5.0%, 最高温度130°C, 保持時間1時間で67.9%の最高精選収率を得た。

(2) 各蒸煮法パルプの諸特性の比較

Table 2 に各蒸煮法によって得られた代表的な高収率パルプの諸特性を示す。叩解性は減圧2段法およびストラ法によるパルプが最も良く、ポリサルファイド法によるものが最も多くの叩解エネルギーを必要とする。紙抗張力では変型マグネファイト法およびポリサルファイド法パルプが最も良く、減圧2段法およびストラ法はかなり劣る。引裂強度はポリサルファイド法によるパルプが非常に良好であり、ストラ法パルプがかなり劣り、その他のパルプは両者の中間にある。ペントザン含有量はポリサルファイド法パルプが最も高く、他のパルプでは大きな差は認められない。マンナン含有量はポリサルファイド法パルプが最も高く、ストラ法パルプがこれにつぎ、他のパルプはほぼ等しい値を示す。酸不溶性リグニンおよびローエ価はいずれの蒸煮法でも収率の増加とともにほぼ同様の傾向で増加するが、同じ収率で比較すると減圧2段法パルプがやや多くのリグニンを含み、ポリサルファイドパルプが最低の値を示す。

4. 考 察

ストラ法については従来多くの検討がなされており、

Table 2 Some characteristics of typical pulps prepared with different pulping processes

Characteristics	Total yield (%)	Screened yield (%)	Beating time up to 50°SR min. sec.	Breaking length (Km)	Tear factor	Pentosan content (%)	Mannan content (%)	Lignin content (%)	Roe number
Vac.-Imp. Process	73.2	*70.2	5.00	5.1	59.0	6.0	6.7	24.1	28.0
	68.2	66.2	5.34	7.2	57.9	5.9	5.5	19.9	26.8
	57.6	57.6	4.45	8.7	71.5	5.7	4.5	15.5	18.0
RVC Process	67.2	61.2	7.00	7.2	56.8	5.1	6.3	17.7	24.1
	65.6	*62.8	6.35	9.8	64.8	5.6	6.1	14.4	21.1
	57.6	57.2	6.30	8.7	56.6	5.4	5.0	11.1	15.7
Modified Magnefite Process	63.4	59.5	8.00	9.5	60.6	5.4	5.0	15.7	21.1
	62.8	*61.9	7.00	9.4	65.2	5.3	5.3	13.9	18.1
	56.9	56.9	7.00	9.5	60.1	5.3	4.9	10.1	13.9
Polysulfide Process	67.5	58.2	19.30	8.4	86.7	8.1	9.0	13.7	18.9
	62.8	*62.7	17.20	8.7	84.3	7.1	9.6	12.6	14.5
	61.0	61.0	13.00	9.0	83.5	7.2	8.8	11.0	13.5
Stora Process	76.8	59.2	6.40	6.1	37.0	6.3	9.2	24.9	30.3
	68.3	*67.2	5.00	7.4	40.2	5.5	8.5	21.5	22.4
	66.6	66.6	3.05	7.5	42.7	5.5	7.3	15.6	18.7

* Maximum screened yield

リグニン含有量, およびローエ価を測定してた。

その結果, 減圧2段法は試験した蒸煮法の中で最も高い最高精選収率を与えたが, この原因は薬液の浸透が良好なために最少のリグニン溶出量で離解および印解性の良いパルプが得られ, また温和な条件での蒸煮が可能であることからホロセルロースの分解が最少になるためと考えられる。しかし減圧2段法パルプの強度特性は他の蒸煮法パルプに比べてやや劣り, これはリグニンを多量に含むことによると考えられる。

製紙用パルプでもリグニンの存在は好ましくない場合が多いが, しかし木材の有効利用の立場からは, より高い収率でパルプを得たことが十分に意義のあることと考えられる。さらに温和な蒸煮条件でパルプを得ることから薬品経費および蒸気経費の節減の可能性も考えられる。

(本報告は紙パ技術協会第22回研究発表会で講演した)

文 献

- 1) 多賀, 宮尾, 西; 紙パ技協誌, 17 22 (1963)
関; 群馬大学工学部昭和39年度卒業論文
- 2) Roger M. D., Ray A. L. and McKinney J. W.;
Pulp and Paper, 33 66 (1959)
- 3) Tomlinson G. H., Tomlinson G. H. II, Bryce
J. R. G. and Tuck N. G. M.; PPMC, 59 247
(1958)
- 4) Lagergren S.; Svensk Papperstidning, 67
238 (1964)
- 5) Sivola G. Tainionkosky; Canadian Patent,
480. 404 (1952) Pasco J. A. et al; Tappi, 42
265 (1959) Jacopian et al; Zellstoff und Papier,
8 332, 375 (1959)
- 6) Bailey E. L.; Tappi, 45 689 (1962)
- 7) 荻原; 工化誌, 64 701 (1961)
- 8) Jayme G. et al; Das Papier, 18 308 (1964)
- 9) Schorger A. W.; "Chemistry of Cellulose and
Wood" p. 174 New York, McGraw-Hill Book
Co., (1926)
- 10) Göran E. A. and Rydholm S. A.; Svensk
Papperstidning, 62 737 (1959)
- 11) Göran E. A. and Rydholm S. A.; Svensk
Papperstidning, 63 591 (1960)
- 12) 荻原; 工化誌, 62 246 (1959)

(原稿受付 昭43.11.11)

新 製 品 紹 介

コルゲーティング・ニードルベルト

段ボールの生産には従来, 多重織の綿ベルトが多く使われていた。

今回発売された日本フェルト㈱の「コルゲーティング・ニードルベルト」は綿ベルトとは素材構造が全く異なり画期的な製品である。

まず素材では綿に代ってポリエステル系の合成繊維を100%使用している。綿に比較して吸湿性は小さいが耐熱, 耐摩耗性では格段優れている。

次に構造はニードルベルトであること。ニードルフエルトは, 約15年前から, 製紙用, スレート用フェルトとして使用されはじめ, 現在ではご承知の通りかなり普及している。すなわち基布の両面にのせたラップ(繊維層)をとげ針で突きさして作るフェルトである。このように綿ベルトの構造とは根本的に異なるので通気性は極めてよい。

製品はCB801(8mm厚)とCB101(10mm厚)の2種がある。複両面をやらない場合はCB801でよい。

以下製品としてのニードルベルトの特長を幾つか述べてみる。

(1) 通気性がよい。—これはニードルベルトの構造からくるもので, 最後まで通気性がよいためコルゲー

ターのスピードアップ, 蒸気使用量の節減ができる。特に薄もの(B, Eフルート)においてシートのカールがなくなる。

- (2) 耐熱性が高い。—基布はもちろん, ラップも100%ポリエステル繊維を使用しているため170~180°Cの高温でも損傷しない。
- (3) 耐摩耗性がある。—綿に比べてはるかに耐摩耗性があり, 耳部の傷みを予防できる。
- (4) 寸法の安定性がよい。—使用中の長さの伸びは極めて少なく幅も安定している。
- (5) 糊付きが少ない。—ベルトの表面にはスリップ防止を兼ねた特殊処理がしてあるので, 紙切れした場合でも糊の付着が少なく, いつも美しい状態で使える。また, 汚れた場合でも, 温湯とブラシで簡単に落とせるし, 一たん外して洗滌することもできる。
- (6) エンドレス—エンドレスベルトのため, 継き目部分のロスが全く出ない。エンドレスでコルゲーターに掛け入れられない場合は, 独特の強固なクリッパ—シームで継ぐので, シーム跡は良好で, ロールの振動は極めて少ない。
- (7) 全幅1枚ベルト—1枚ベルトのため全幅均一に圧着ができ, 枚掛けのときに起る中央部の紙だるみがない。なお, ニードル設備は最大幅7mまで製作できる