

アカマツ材のパルプに関する研究 (5)

アカマツ材に対する苛性ソーダ液の蒸解力について

幡 克 美

STUDIES ON THE PULP OF "AKAMATSU" (*PINUS DENSIFLORA* SIEB. ET ZUCC.) WOOD.

5. THE EFFECT OF CAUSTIC SODA LIQUOR ON THE PINE WOOD.

B Y

KATSUMI HATA.

1、緒 言

従来、我國木材パルプ工業は、その原木を主として北洋針葉樹材に依存してきたのであるが、その大半を失った今日、内地産マツ材及び潤葉樹材を、主原料としなければならないのは周知の通りである。マツ材は樹脂含有量が多く、その亜硫酸パルプのピッチトラブルは、各方面の問題となつており、いろいろ対策が講ぜられ、各種の研究がなされつゝあるも、まだ完全な成果は得られていない。したがつて、この材種のパルプ化においては、アルカリ法、とくに硫酸鹽法の今後の發展に、多くの期待がかけられている。

この研究は、アカマツ材に対する NaOH 液の蒸解力と、ソーダ法蒸解時における、この材の主要成分の變化、即ち蒸解進行徑路の概要とを検討したものである。

この種の仕事は已に三好、米澤、中塚、等諸氏により、或程度なされているが、一般に木材に対するアルカリ添加率が高いので、私は普通ないし、これより低い添加率で蒸解試験を行つた。蒸解最高温度は 165°C、最高温度蒸煮時間は 1~12 時間である。なお碎木パルプの蒸煮も並行して行い、チップを著しく細かくすることにより、蒸解反応がどの程度促進されるものであるかについても検討した。

この研究を遂行するにあたり、御懇切な御指導を賜つた、京都大學教授館博士の御厚情に對し謹んで感謝申上げ、實驗中よく助力した當研究室の佐々木富子氏に謝意を表する。

2. 材料と実験の方法

Table 1. 原料の化学的組成 (絶乾率)

Chemical composition of materials

(Results as percentage of oven-dry (105°C) Samples)

試	料	アカマツ材	アカマツ碎木パルプ
Sample		Red pine wood	Ground wood pulp of red pine wood
		%	%
水分	12.74	11.90
Moisture			
灰分	0.25	0.72
Ash			
抽出物	冷水	1.33	1.67
	熱水	1.98	2.80
	1% NaOH	9.85	15.98
	アルコール・ベンゼン	3.08	1.98
全繊維素	55.17	55.45
全繊維素中	α-セルロース	75.43	70.67
In crude cellulose	β+γ-セルロース	24.57	29.33
リグニン	27.66	26.95
Lignin			
ペントーザン	11.24	10.19
Pentosan			
マンナン	5.84	5.28
Mannan			

原料木材は、香川県大川郡多和村産、樹高約20m、60年生アカマツ樹幹の地上2mの部で、その化学的(4)成分は table 1の通りで、今まで諸家により分析せられたエゾマツ、トドマツに比べて、全繊維素は幾分少く、リグニン含有率は殆んど同じであるが、アルコール・ベンゼン抽出物はこれより高い値を示している。蒸解に用いたアカマツ碎木パルプは、高松市丸高製紙第1工場産で、その分析値は同じく Table 1に示されている。全繊維素、リグニン、ペントーザン、マンナン等はアカマツ材の組成分と殆んど同じであるが、樹脂の1部が製造工程中に除去せられたためか、アルコール・ベンゼン抽出物は、アカマツ材より少い。灰分はアカマツ材より可成り多いが、これは碎木石の磨滅による、微砂の混入に原因するものと思う。尙従来、碎木パルプ中のα-繊維素含有率は異常に高いといわれ、トドマツ碎木パルプに關する(5)中村氏らの分析値では、全繊維素中91~93%の含有率をしめしているが、私の分析ではかえつて、アカマツ碎木パルプのα-繊維素含有率がアカマツ材のそれより幾分低く、同氏らと著しく異つた結果を得た。

table 2. 蒸 解 條 件

Conditions of cooking processes.

蒸解番號 Number	チップ 絶乾量 Weight of oven-dry wood	アルカリ量 Weight of alkali		蒸解液量 Volume of cooking liquor	チップに 對する NaOH添 加量 Percent of NaOH on oven dry wood	蒸解液中 のNaOH NaOH in cooking liquor	最高温度 到達時間 Time in reaching maximum temp. from 30°C	最高温度 蒸煮時間 Time of cooking at maximum temp. (165±2°C)	100°C迄の 冷却時間 Time required for cooling to 100°C from maximum temp.	
		NaOH	Na ₂ CO ₃							
	g	g	g	cc	%	g/l	minutes	hours	minutes	
A	1	30	7.27	0.30	130	25	57.69	47	1	50
A	2	〃	〃	〃	〃	〃	〃	45	2	40
A	3	〃	〃	〃	〃	〃	〃	43	4	40
A	4	〃	〃	〃	〃	〃	〃	41	6	45
A	5	〃	〃	〃	〃	〃	〃	39	9	50
A	6	〃	〃	〃	〃	〃	〃	40	12	45
B	1	30	5.82	0.28	130	20	46.15	47	1	50
B	2	〃	〃	〃	〃	〃	〃	45	2	40
B	4	〃	〃	〃	〃	〃	〃	43	4	40
B	3	〃	〃	〃	〃	〃	〃	41	6	45
B	5	〃	〃	〃	〃	〃	〃	39	9	50
B	6	〃	〃	〃	〃	〃	〃	40	12	45
C	1	30	4.36	0.18	130	15	34.62	47	1	50
C	2	〃	〃	〃	〃	〃	〃	45	2	40
C	3	〃	〃	〃	〃	〃	〃	43	4	40
C	4	〃	〃	〃	〃	〃	〃	41	6	45
C	5	〃	〃	〃	〃	〃	〃	39	9	50
C	6	〃	〃	〃	〃	〃	〃	40	12	45
D	1	※ 30	4.36	0.18	130	15	34.62	47	1	50
D	2	〃	〃	〃	〃	〃	〃	45	2	40
D	3	〃	〃	〃	〃	〃	〃	43	4	40
D	4	〃	〃	〃	〃	〃	〃	41	6	45
D	5	〃	〃	〃	〃	〃	〃	39	9	50
D	6	〃	〃	〃	〃	〃	〃	40	12	45

※印は碎木パルプを蒸解

Instead of wood chips, ground wood pulp was cooked.

原料木材は 2mm×4mm×15mm 位のチップとなし、碎木パルプは 風乾後、蒸解に供した。蒸解條件は table 2 に示されている。4個の鐵製圓筒のうち3個にチップを、残りの1個に碎木パルプを、各々 30g (絶乾) 宛入れ、チップに對する NaOH の添加率が、25%(A)、20%(B)、15%(C)、碎木パルプにも15%(D)となるように、豫め調製した苛性ソーダ液 130c.c. 宛を加えた。これら4個の圓筒は、水を入れた内容2lのオートクレヴにおさめ、A B C Dの、各同時間蒸煮のものを同時に蒸煮して、蒸煮温度による誤差をさけた。圓筒の約7割位が水につかるように加減し、密閉の後炭火で、160°C迄速かに上昇させ、その後は電熱で最高温度を持続した。處定時間蒸煮の後、冷却を待つて生成物(パルプ)をとり出し、乳鉢中で叩いて解離し、温水でよく洗つて、乾燥後收率並びに化學的組成の分析に供した。解離できないものは、風乾後粉砕し、60~80Meshの部分分析した。分析方法の大略は次の通りである。

- (1) 灰分は、電氣爐で約700~800°Cにて3時間灰化。
- (2) アルコールベンゼン抽出物は、アルコールベンゼン(1:1)混液で6時間抽出。
- (3) 全纖維素は、2gをアルコールベンゼンで抽出後、本多氏の漂白粉法によつて處理し、3號ガラス

フィルターに集め、dil.HCl 50ccにて CaSO₄ を洗落し、後よく水洗した。

(4) α-繊維素は、(3) において得た全繊維素 1g を 17.5% NaOH 25cc で室温で処理し、その不溶解分を秤量した。

(5) リグニンは、2g をアルコールベンゼンで抽出後、氷室中で 72% H₂SO₄ 30cc にて処理し、不溶解分を秤量した。

(6) ペントーザンは、2g をアルコールベンゼンで抽出後、13.15% HCl で 162°C にて処理し、得たフルフラールを Tyden, Clugren 氏法で滴定した。

3. 実験の結果とその考察

Table 3. 生成物パルプの収率及び化学的組成

Yield and chemical composition of pulp

蒸解 番 号 Number	最高 温度 時 Time of cooking at maximum temp. (165±2°C)	溜 蒸 間 Pulp yield (oven-dry pulp on oven-dry wood)	パ ル プ の 組 成 (絶 乾 率) Composition of pulp (based on oven-dry pulp)							繊 維 の 解 離 Separation of fiber
			水 分 Moisture	灰 分 Ash	ア ル コ ー ル ベ ン ゼ ン 抽 出 物 Alcohol- benzene extract	全 繊 維 Crude cellulose	α- 繊 維 α- cellulose	リ グ ニ ン Lignin	ペ ン ト ー ザ ン Pentos- an	
	hours	%	※ %	%	%	%	%	%	%	
A 1	1	55.2	10.78	1.75	0.68	72.86	52.56	23.71	10.14	不可能 impossible
A 2	2	53.2	10.38	1.86	0.65	74.45	53.82	22.21	9.98	困難 difficult
A 3	4	47.4	10.65	2.01	0.52	78.85	56.62	17.46	8.49	
A 4	6	43.9	10.25	2.12	0.45	85.34	—	11.48	8.13	可能 possible
A 5	9	40.2	9.21	1.40	0.38	86.42	63.54	9.13	8.11	
A 6	12	38.0	8.31	1.30	0.32	87.83	65.24	5.32	7.81	
B 1	1	64.8	11.05	1.85	0.79	69.67	52.84	28.39	10.40	不可能 impossible
B 2	2	63.0	10.85	1.94	0.74	69.78	53.43	26.26	10.19	
B 3	4	54.3	10.80	2.04	0.60	77.02	—	19.06	9.25	困難 difficult
B 4	6	51.3	10.46	2.01	0.51	80.14	61.65	17.03	8.84	
B 5	9	47.3	10.20	1.72	0.42	82.32	—	13.61	8.62	可能 possible
B 6	12	46.0	9.88	1.56	0.40	83.17	64.87	11.57	8.44	
C 1	1	70.8	11.54	2.09	0.82	64.53	48.59	29.64	10.63	不可能 impossible
C 2	2	69.7	10.98	2.25	0.69	64.69	49.36	29.17	10.37	
C 3	4	68.4	11.25	1.86	0.60	65.99	50.42	26.99	10.08	
C 4	6	64.2	11.20	1.94	0.57	67.09	51.34	26.13	9.87	
C 5	9	61.7	11.10	1.84	0.54	67.02	50.98	26.37	9.56	
C 6	12	60.0	11.07	1.95	0.49	68.00	—	25.46	9.24	
D 1	1	66.7	10.80	2.14	0.57	65.31	49.68	27.35	10.11	
D 2	2	66.1	10.77	2.35	0.55	65.73	50.22	26.84	10.03	
D 3	4	65.0	10.65	2.68	0.50	65.10	—	25.84	9.84	
D 4	6	61.4	10.15	2.42	0.51	67.73	52.03	25.53	9.61	
D 5	9	59.4	9.89	2.54	0.48	69.27	53.76	23.85	9.37	
D 6	12	58.9	9.78	2.27	0.39	70.38	—	24.11	9.02	

※は風乾率 (percentage on air-dry pulp)

(1) 生成パルプの性質

生成パルプの収率、繊維解離の難易、化学的組成成分の分析値などは、Table3に一括して示されている。原

料木材に対する、NaOH の添加率が25%のときは、最高温度で2時間の蒸煮にて、已に木材組織は困難ながら、叩いて繊維を解離することができ、4時間の蒸煮では完全にパルプ化せられている。NaOH の添加率20%では、6時間蒸煮しても解離は困難で、9時間の蒸煮でようやくパルプ化できる。NaOH15%添加では12時間蒸煮でも、木材組織は可成り強く保たれている。生成パルプは未蒸解のものは褐色であり、十分パルプ化しているものは、淡褐色～淡黄白色で、蒸煮の時間が長くなるにしたがい、またその時間が同じであつても、NaOH の添加率が高いほど色が淡い。碎木パルプを15% NaOH 添加率で蒸煮したものは、解離できるが、濃褐色である。

Table 4. ソーダ法蒸解時における木材主要成分の變化

Changes on composition of wood during cook by soda process.

蒸解番 Number	最高温度 蒸解時間 Time of cooking at maximum temp (165 ± 2°C) hours	パルプ中の各成分が絶乾原木材に対する百分率 Component in pulp on basis of oven-dry wood					各成分の溶出量が原料中の同一成分量に対する百分率 Component removed on basis of original present				
		アルコールベンゼン抽出物 Alcohol-benzene extract	全繊維素 Crude cellulose	α-繊維素 α-cellulose	リグニン Lignin	ペンタン Pentosan	アルコールベンゼン抽出物 Alcohol-benzene extract	全繊維素 Crude cellulose	α-繊維素 α-cellulose	リグニン Lignin	ペンタン Pentosan
		%	%	%	%	%	%	%	%	%	%
A	0	3.08	55.17	41.60	27.66	11.24	0	0	0	0	0
A	1	0.38	40.22	29.01	13.09	5.60	87.66	27.10	30.27	52.67	50.18
A	2	0.35	39.61	28.63	11.82	5.31	88.64	28.20	31.18	57.26	52.76
A	3	0.25	37.37	26.84	8.28	3.85	91.88	32.26	35.48	70.06	65.75
A	4	0.20	37.46	—	5.04	3.57	93.51	32.10	—	81.78	68.24
A	5	0.15	34.74	25.54	3.67	3.26	95.13	37.03	38.61	86.73	71.00
A	6	0.12	33.38	24.79	2.02	2.97	96.11	39.50	40.41	92.70	73.58
B	0	3.08	55.17	41.60	27.66	11.24	0	0	0	0	0
B	1	0.51	45.14	34.24	18.40	6.74	83.44	18.18	17.69	33.48	40.04
B	2	0.47	43.96	33.66	16.54	6.42	84.74	20.32	19.09	40.20	42.88
B	3	0.33	41.82	—	10.35	5.02	89.29	24.30	—	62.58	55.34
B	4	0.26	41.11	31.63	8.74	4.53	91.56	25.48	23.97	68.40	59.70
B	5	0.20	38.94	—	6.44	4.08	93.51	29.42	—	76.72	63.70
B	6	0.18	38.25	29.84	5.32	3.88	94.16	30.67	28.27	80.77	65.50
C	0	3.08	55.17	41.60	27.66	11.24	0	0	0	0	0
C	1	0.58	45.69	34.40	20.99	7.53	81.17	17.18	17.31	24.12	33.01
C	2	0.48	45.09	34.40	20.33	7.23	84.42	18.27	17.31	26.50	35.68
C	3	0.41	45.13	34.49	18.46	6.89	86.69	18.20	17.09	33.26	38.70
C	4	0.37	43.07	32.96	16.78	6.34	87.99	21.93	20.77	39.34	43.59
C	5	0.33	41.35	31.45	16.27	5.90	89.29	25.05	24.40	41.18	47.51
C	6	0.29	40.80	—	15.28	5.54	90.58	26.05	—	44.76	50.71
D	0	1.98	55.45	39.19	26.95	10.19	0	0	0	0	0
D	1	0.38	43.56	33.14	18.24	6.74	80.81	21.44	15.44	32.31	33.86
D	2	0.36	43.45	33.20	17.74	6.63	81.82	21.64	15.28	34.17	34.94
D	3	0.33	42.32	—	16.80	6.39	83.33	23.68	—	37.66	37.29
D	4	0.31	41.58	31.94	15.68	5.90	84.34	25.01	18.50	41.82	42.10
D	5	0.99	41.15	31.93	14.17	5.57	85.35	25.79	18.51	47.42	45.34
D	6	0.23	41.45	—	14.20	5.31	88.38	24.25	—	47.31	47.89

アルカリ添加率が高くなるほど、また蒸煮時間が長くなるほど、当然生成パルプの化学的品質は向上している。NaOH の添加率が25%で9時間以上蒸煮したものなどは、リグニンが10%以下であつたが、

添加率が20%のときは、12時間蒸煮してもリグニンが11%餘残つている。NaOH 15%添加では、生成パルプ中に定量されたリグニン含有率は、原料のそれとほとんど同じくらいで、あまり低下していない。生成パルプ中の繊維素含有率は25%の NaOH 添加で、長時間蒸煮せば90%近くになり、20%の添加率でも長時間蒸煮により高くなつているが、15%添加率では、繊維素含有率の向上があまりめださない。全繊維素中の繊維素含有率は、蒸煮により幾分上昇するので、生成パルプ中の α -繊維素も蒸解の進行とともに高くなる。樹脂分は殆んど完全に除かれている。パルプ中のペントーゼンは、NaOH 添加率25%で12時間蒸解しても、なお7%以上残つている。生成パルプの灰分は原料木材よりきわめて多い。この灰分には Fe が多く検出され、これは蒸解に用いた鐵製圓筒より由來し、蒸解後の十分な水洗にもかかわらず、除去されなかつたものと思う。

(8)
Schwartz & Bray 兩氏は NaOH の添加率を2倍とすれば、同純度のパルプをうるに要する時間が半減できるとのべているが、私のこの實驗の範圍では、NaOH 添加率の増加による、非繊維質除去時間の節約が、兩氏により述べられた程度より甚しく大きい。

(2) 蒸解時におけるアカマツ材主要成分の變化

生成物の分析値、即ち table 3 の數値をもとにして、生成パルプ中における各成分の絶乾原木材に對する百分率、及び原料中の各成分が蒸解により、その何%が除去されたかを計算すると、Table 4 の數値が導かれ、これらを圖解したものが Fig. 1—5 である。

收 率—蒸煮により、リグニン其他、非繊維素物質は除去せられてゆくが、パルプ成分も可成り溶解して失われるので、蒸煮の時間とともに收率は減少してゆく。收率の變化は各組成成分の變化の綜合であると考えうる。Fig. 1 の示す通り、始めの1時間で收率は急に低くなり、以後少しく緩かに進み、再び急に減り、その後は蒸煮時間とともに緩かに低下しているが、NaOH 添加率15%のときは、收率の曲線が、始めの1時間以後きわめて緩かで、緩慢なる減少が長く續いている。1時間の蒸煮では、NaOH 添加率20%のものの收率と25%のものの收率との差が、15%添加のものと20%添加のものとの差より大きいが、2時間以上の蒸煮では、前二者間の差より、後二者間の差の方が大きくなる。碎木パルプをその15%の NaOH で蒸煮したときは、同じ NaOH 添加率でチップを蒸煮したときより收率が低い長時間の蒸煮においては、その差は極めて少くなる。そこでチップを出来るだけ小さくすることにより、反應は蒸煮の初期において促進されるが、木材を碎木パルプの狀にまで細かくしたとしても、著しい効果は期待できず、しかも長時間の蒸煮においては、この効果は極めて僅かとなることが判る。

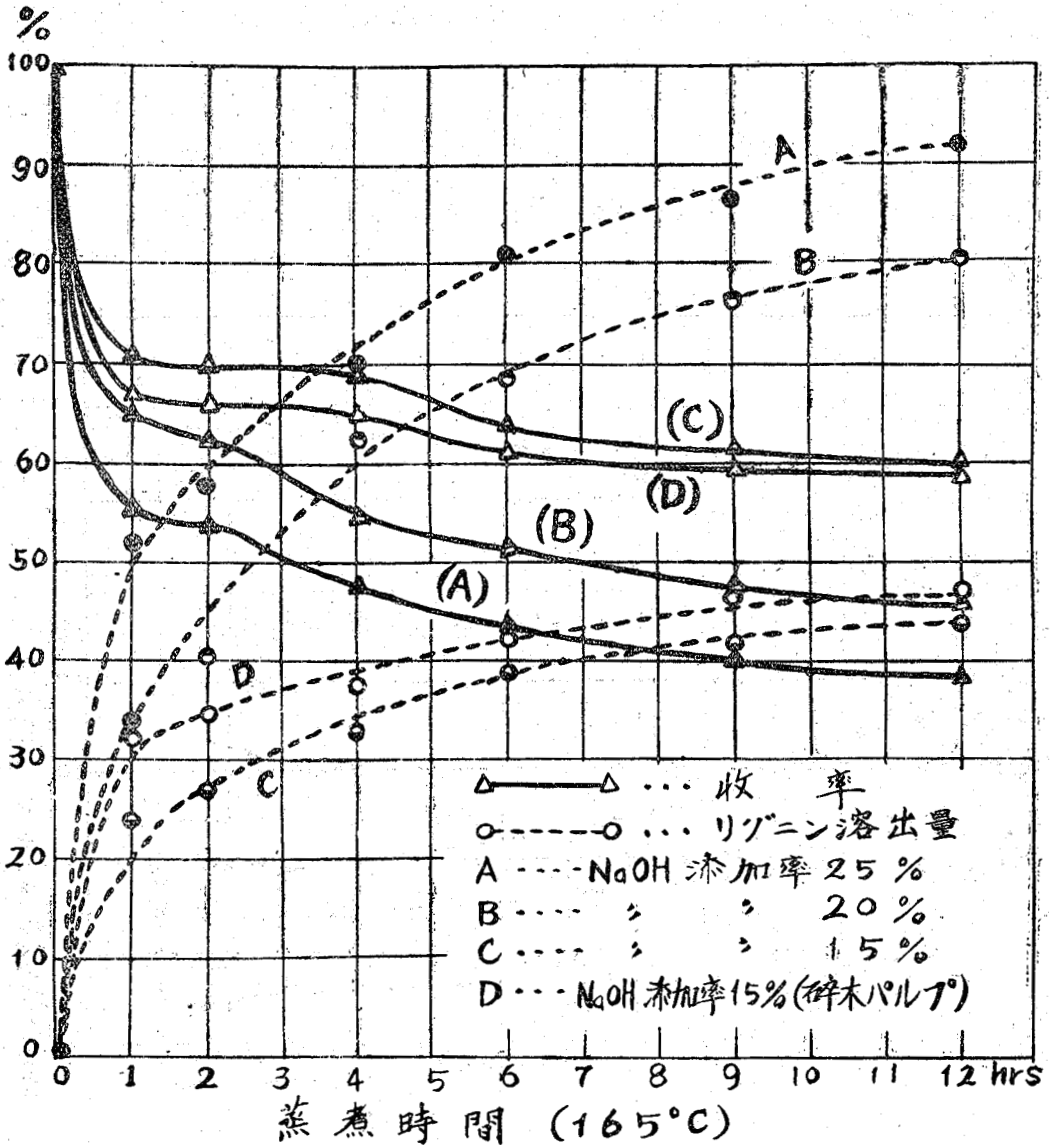
リグニン—木材中のリグニンの大半は、中間膜にあり、その殘餘が細胞膜中に分布していることは已に3報においてのべた通り、Bailey, Ritter 等により明かにされているが、蒸解の主目的は、中間膜中のリグニンを溶解し去り、繊維細胞の結合を緩めて、解離可能の狀態とし、さらに細胞膜中のリグニン及び其他の非繊維素物質をとり去つて、繊維の純化を行い、これを漂白し易くするにある。ソーダ法蒸解

(11) (12)

におけるリグニンの溶出は、亜硫酸法に比べて単時間に急速に進行することは諸家の研究が一致するところであり、この研究でも、最初の1時間で、可成り多くの非繊維素物質が除かれている。(Fig 1—5 参照)

Fig 1 パルプの収率及びリグニン溶出量

(絶乾原木材に対する百分率)



原料に対する NaOH の添加率が低ければ、當然リグニンの除去が困難となるが、添加率が15%となると、リグニン溶解力が著しく低下する。NaOH 添加率15%で、碎木パルプを蒸煮したときの、リグニン除去の程度は、始めの1時間にては、NaOH 添加率20%で、チップを蒸煮したときに近いが、長時

間蒸煮する程、前者は後者より著しく劣るようになり、NaOH 15% 添加率でチップを蒸煮したときに近くなる。そこで木材を碎木パルプ状に細かくしても、添加率が15%では、160°Cでかなり長時間蒸煮しても、木材中のリグニンの大部分を溶解し去る事はできないと思う。然も上の場合、廢液中には、なお NaOH が多く残存しているのが認められた。今後、木材質中のリグニンと NaOH との間に運ばれる、反應機構について十分研究する必要がある。なお、この研究では原料中のリグニンの75%以上が除かれた場合において、はじめて生成パルプの繊維の解離は良好となつている。

Fig 2. NaOH 添加率25%蒸解におけるアカマツ材の主成分の変化

(絶乾原木材に対する百分率)

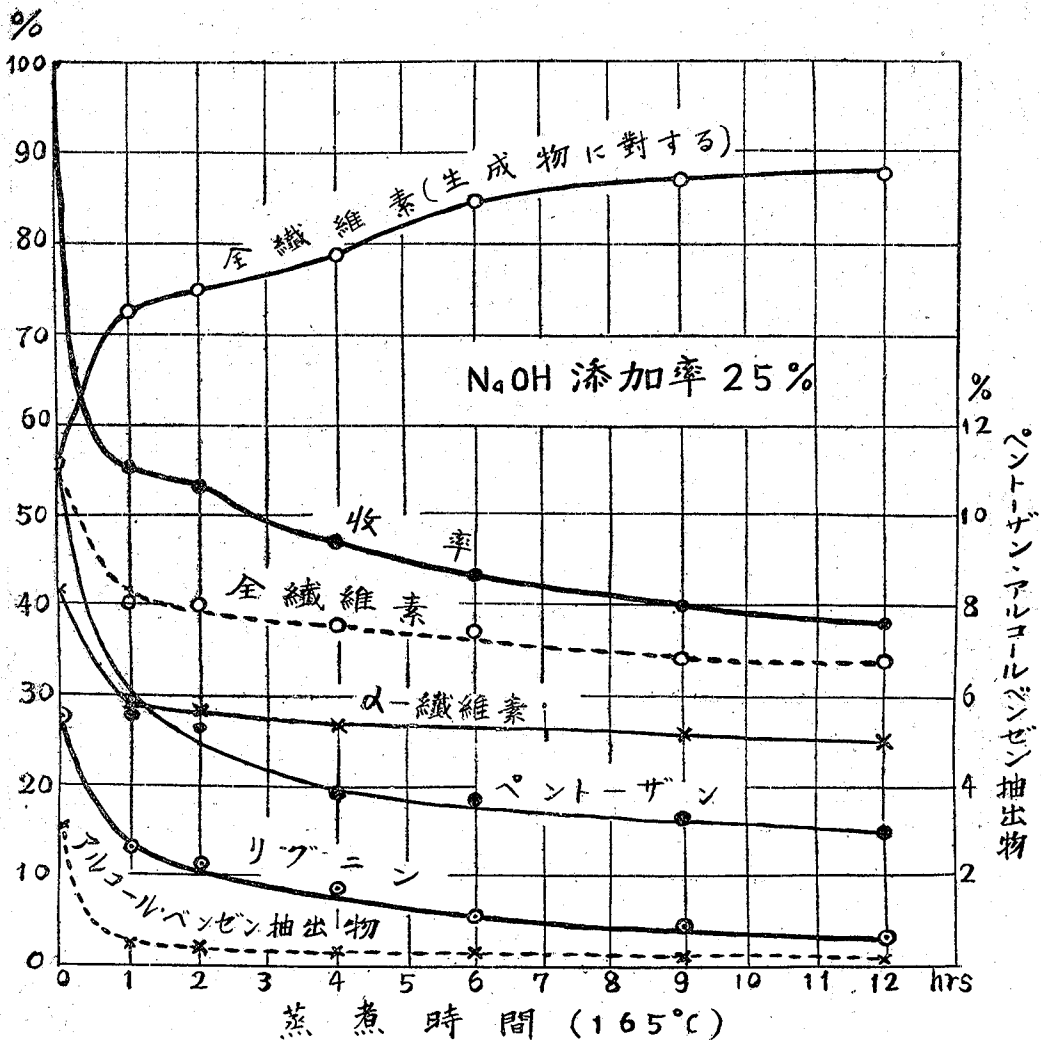
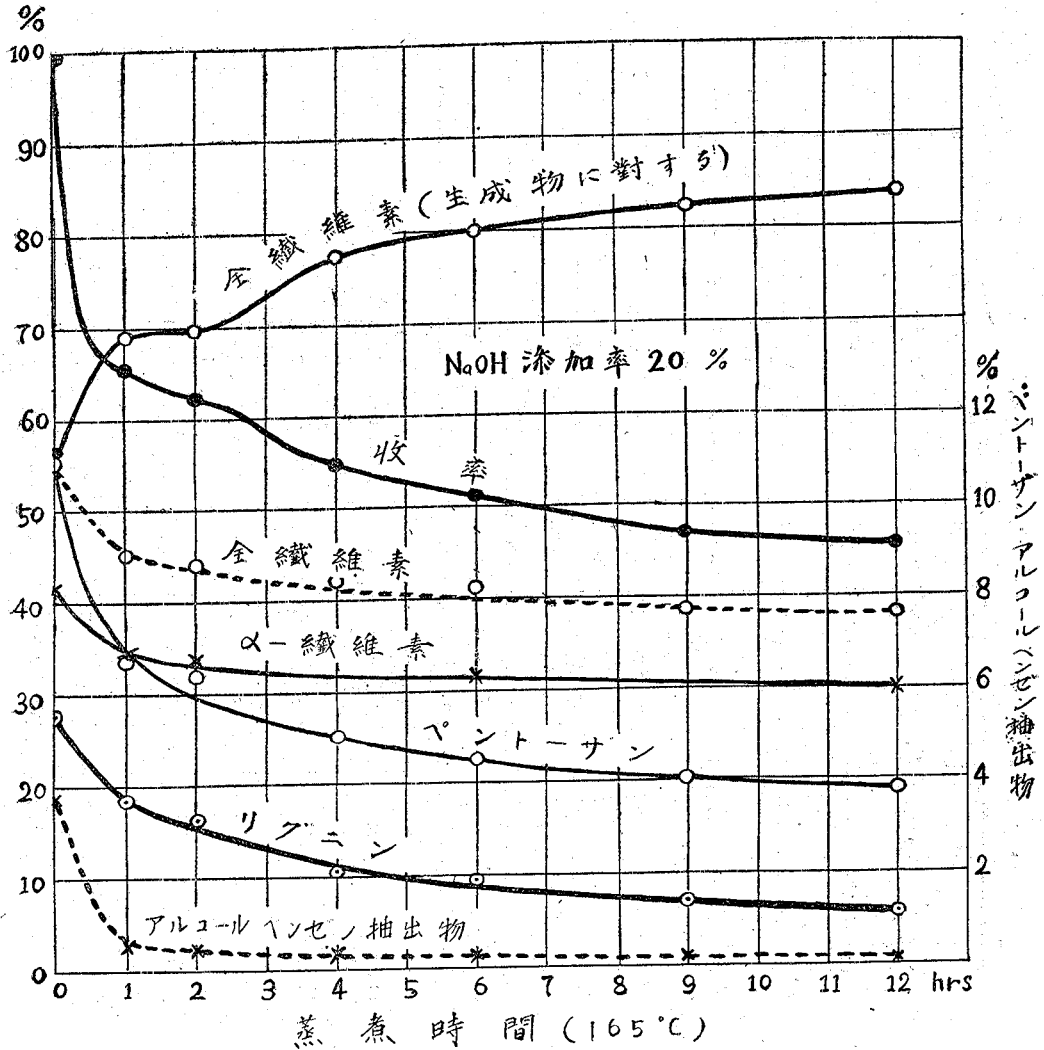


Fig 3. NaOH 添加率20%蒸解におけるアカマツ材の主成分の変化

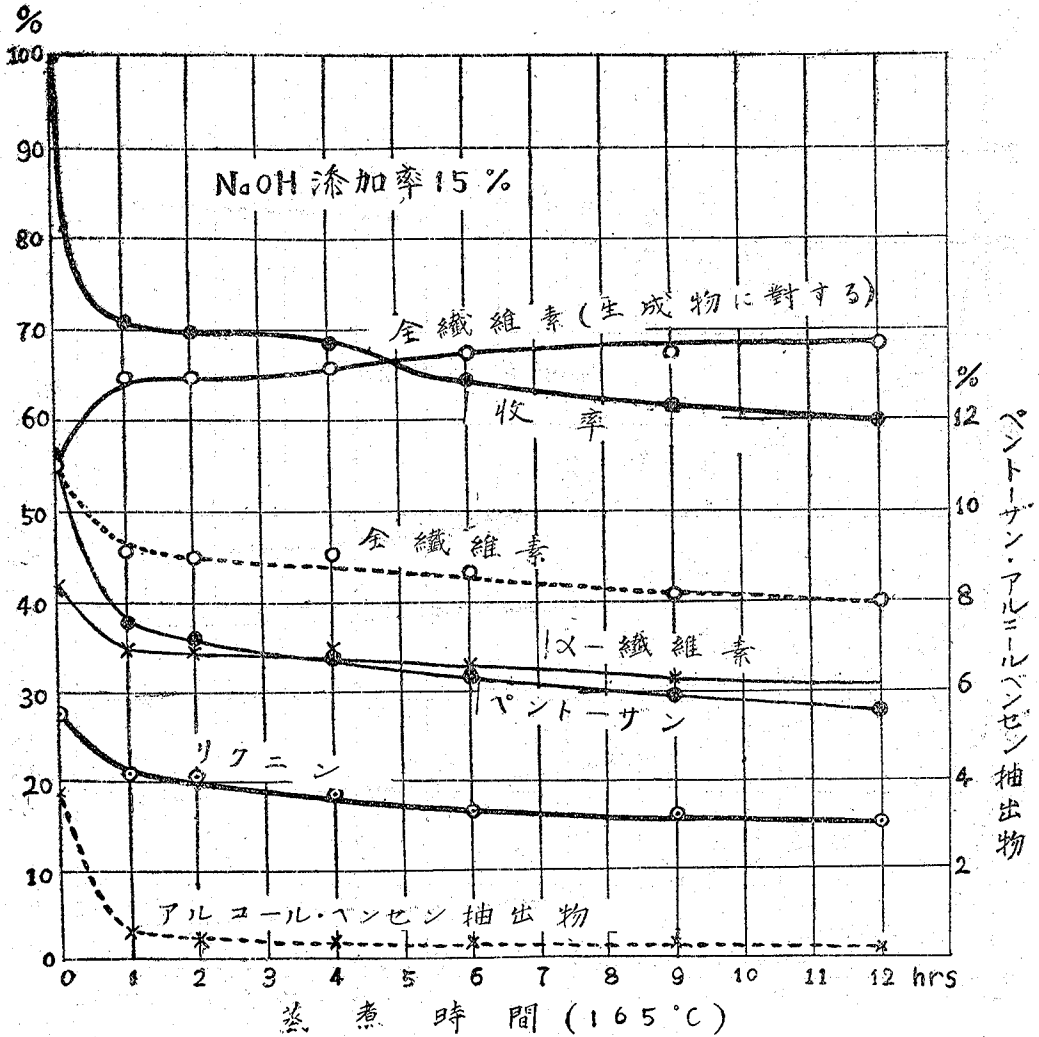
(絶乾原木材に対する百分率)



全繊維素と α-繊維素—生成パルプ中の全繊維素含有率は、最初の1時間で急増し、蒸煮時間とともに高くなるが、蒸煮時における全繊維素の減損も、可成り多く、NaOH 25%添加で、12時間の蒸煮では、もとの38%が失われている。この研究では叩解可能な程度までの蒸煮においてすら、全繊維素の消失が、もとの30%以上になっており、蒸解工程における繊維素溶失の抑制に関する研究は、此点非常に重要である。(Table 4 参照)

Fig 4. NaOH 添加率15%蒸解におけるアカマツ材の主成分の変化

(絶乾原木材に対する百分率)



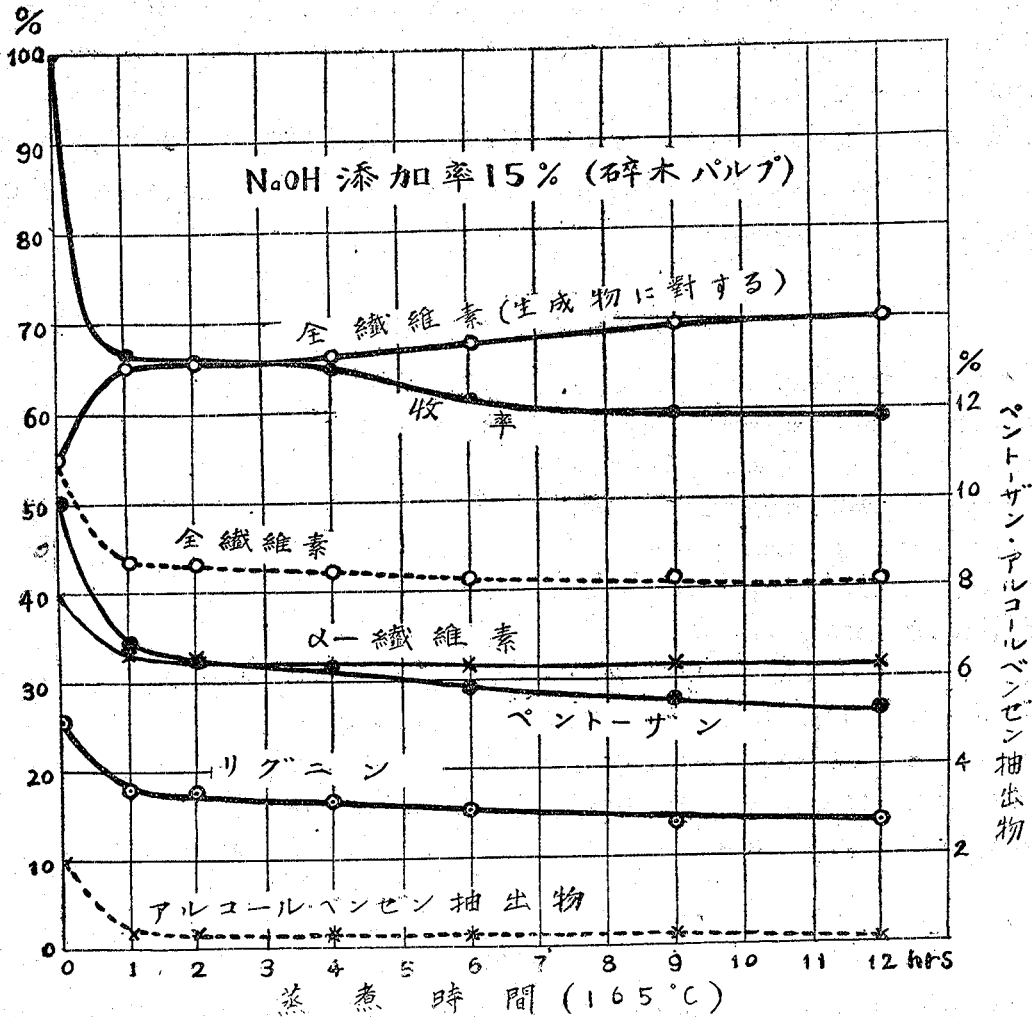
生成物中の α-繊維素含有率は、蒸解により増加し、また、これが全繊維素に対する割合も高くなる傾向があるが、Table 4 の通り、蒸煮時間とともに、これの消失も多くなることを免れない。

ペントースアン—蒸解が進むにしたがって、ペントースアンの溶出も多くなり、叩解可能な程度の蒸解では60%以上が除かれているが、リグニンの大部分が除かれた、純度の高いパルプになつても、パルプ中のペントースアンは、かなり多く残存している。(Table 3, 4 参照)

アルコールベンゼン抽出物—これは、NaOH の添加率が低いときでも、蒸煮の初期において、殆んど大部分が除かれ、長時間の蒸解では完全に近くまで除去されている。アルカリ法においては、樹脂分の

キ部分が、NaOH により容易に鹼化し、水に溶解するので、これの除去が亜硫酸法に比し 至つて簡単に行われるのである。

Fig 5. アカツツ碎木パルプを NaOH 添加率15%で蒸煮した場合における主成分の変化
(絶乾原料に対する百分率)



4. 摘 要

(1) 60年生のアカツツ材及びアカツツ碎木パルプの化学的組成を明かとし、これらを原料として、NaOH の添加率と最高温度 (165°C) 蒸煮時間とを種々かえて、ソーダ法で蒸解し、生成パルプの収率及びその化学的組成を検討し、蒸煮時における、木材主成分の變化のありさま、及び NaOH の蒸解力等

について研究した。

- (2) アカマツ碎木パルプは、アカマツ材に比べて、1% NaOH 抽出物灰分等の含有率が、かなり高くアルコールベンゼン抽出物含有率は低い。その他の成分は兩者で殆んど違いがない。
- (3) ソーダ法における蒸解反応は、始めの1~4時間において迅速にすみ、以後の進行は緩かである。
- (4) NaOH の添加率が低ければ、同一時間の蒸煮でも、生成パルプ中のリグニン・ペントースの含有率が高く、繊維素含量は低い、添加率が20%以下になると、木材に対する蒸解力が急に減少する。
- (5) 碎木パルプはチップより非繊維素物質が除去されやすいが、蒸煮時間が長くなるにしたがい、チップの場合と餘り變らなくなる。
- (6) 繊維の解離が容易なパルプを得るには、NaOHの添加率が20%、160°Cで、9時間以上蒸煮するを要し、リグニン含有率の少い、比較的漂白され易いパルプを得るには、NaOHの添加率が25%、160°Cで、9時間以上蒸煮することを要する。

引用文献

- (1) 三好東一, 牧野幸次郎. 1935. 林業試験報告. 3, 1, 1.
- (2) 西田屹二. 1946. 木材化学工業, 下. 804.
- (3) 中塚友一郎. 1940. 日本林学会誌. 22, 8, 38.
- (4) 西田屹二. 1946. 木材化学工業, 上. 62.
- (5) 中村恒, 笹岡保雄. 1927. Sexagint.
- (6) 本田眞一. 1939. 日本農薬化学会誌, 15, 10, 966.
- (7) Dorée, C. 1933. The methods of Cellulose chemistry, 364.
- (8) Schwartz, S. L. & Bray, M. W. 1938. Paper Trade J., 107, 140.
- (9) Bailey, A. J. 1936. J., Ind. Eng. Chem., Analyt. Ed., 8, 52.
- (10) Ritter, G. J. & Fleck, L. C.. 1923. J. Ind. Eng. Chem., 15, 1055.
- (11) Bray, M.W. & Andrews, T.M.. 1923. Paper Trade J., 76, 19, 49.
- (12) Wells, S. P. Grabow, R.H. Staidl, J.A. & Bray, M.W.. 1928. Ibid., 87, 23, 64.

Résumé

The effect of caustic soda solution on "Akamatsu" wood, at the temperature of 165°C, for various digesting times was studied. The chemical composition of the materials for this investigation are shown in the table 1, and the experimental conditions of the digesting works are recorded in the table 2. Each 30g of these materials are placed in a steel tube and 130c.c. of caustic soda liquor is added. Four tubes, viz., wood chips in three and ground wood pulp in one. are placed within an auto-clave which is partly filled

with water, and closed with a lead packing. The auto-clave is heated rapidly by flame on small charcoal hearth up to maximum cooking temperature ($165 \pm 2^\circ\text{C}$), and then the temperature is maintained by the electric heater. After the desired cooking period has passed, the auto-clave is cooled to the room temperature, and then the steel tubes are took out and the pulp produced are well washed by hot water. If impossible to separate fibre by beating, the pulp, after being dried, is ground and sieved to 60—80 mesh. Methods in the analysis of the pulp are as follows:

1. Ash. — 2g. are incinerated in an electric muffle furnace at the temperature of $750-800^\circ\text{C}$.
2. Alcohol-benzene extract. — extracted with alcohol benzene mixture(1:1) for 6 hours in soxhlet apparatus.
3. Crude cellulose. — 2g. of the material, extracted with alcohol-benzene mixture, are treated alternately with bleaching powder solution and sodium sulphite solution by S. Honda's method.
4. α -cellulose. — 1g. of crude cellulose is treated with 2.5c.c. of 17.5% of sodium hydroxide solution, and the residue is weighed.
5. Lignin. — 2g. extracted with alcohol-benzene mixture are treated with 30c.c. of 72% of sulphuric acid at the temperature of $0-7^\circ\text{C}$ for 48 hours.
6. Pentosan. — determined by the method for the estimation of furfural after C. Kullgren, and H. Tyden.

The chemical composition and the yield of the pulp produced under every experimental conditions are shown in the table 3. The changes of the chemical components of the wood during the digesting processes are summerized in table 4. From the experimental data, following conclusions are obtained.

1. The pulping reaction by caustic soda solution proceed rapidly for 1—4 hours, and after this time has passed, it goes on slowly.
2. If the percentage of sodium hydroxide on the dry weight of the wood decreases, the content of lignin and pentosan in the resulting pulp increase and the content of cellulose decreases.
3. If the cooking time is lengthened, the percentages of lignin and pentosan in the pulp become low, and that of cellulose becomes high.

4. The pulping reaction in the cooking of ground wood pulp is rapid than that of the wood chip, but in the sufficient cooking the difference becomes slender.
5. It requires more than 20 percent of sodium hydroxide on the wood, to produce pulp for paper making, and more than 25% of sodium hydroxide for the relatively bleachable pulp.