

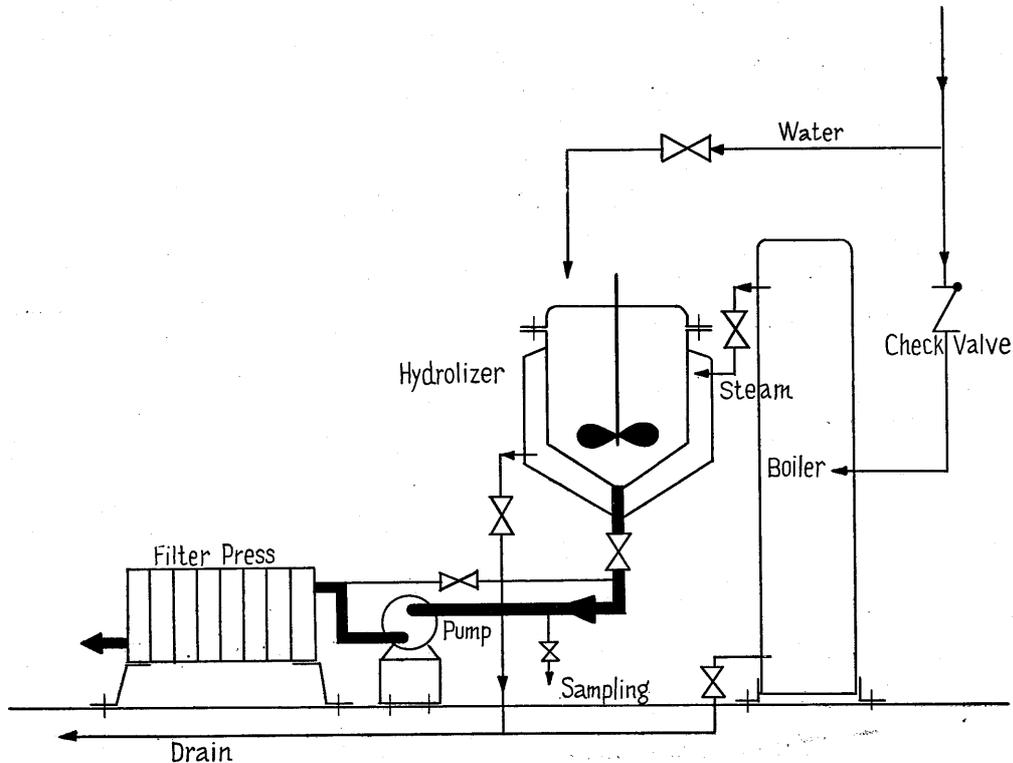
木材糖化工程の工業化に関する研究 (第1報) 加水分解装置に関する試験結果

東京工業大学

葛 岡 常 雄

本報告は、第1、2、3報を通じて、濃硫酸を用いて木材を糖化する工程の工業化を目的として、その工程の基幹部分たる加水分解装置と濾過装置の範囲について、小型パイロットプラントを用いて行った実験結果の報告である。今その試験装置を示すと、概略 Figure の如くである。本第1報ではこの内加水分解槽に関する研究に就いて報告する。

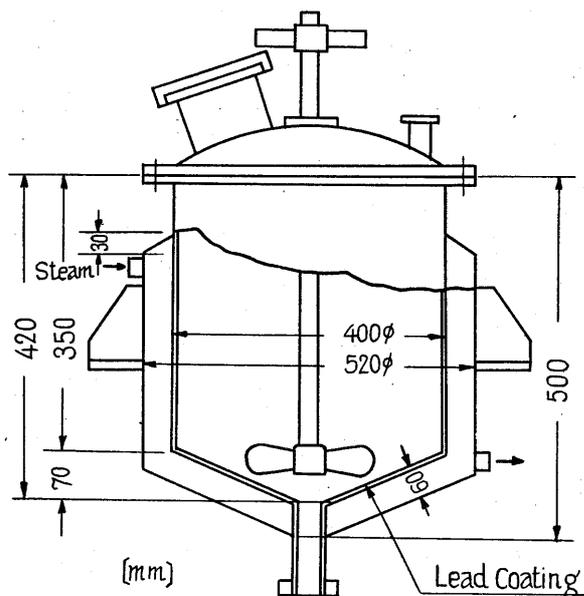
Figure Small Scale Pilot Plant .



1. 加水分解装置の設計

本実験に使用したプラントは、既に適当な容量として、計画されたパイロットプラント（1日 15ton 処理）の 1,000 分の 1 の能力で、1日（24 時間）に処理する原料鋸屑を 15kg と

Fig. 1 1 Hydrolizer



にて回転す。槽は径が 400 mm で、全容量約 47 l で、上記原料処理量に対しては、やや大型に設計した。

し、反応時間を 3 時間に見積ると、反応槽中には約 17kg が滞留する事となる。今排出物の比重を 1 に近いとすれば、容積は約 17 l となる。

そこで Fig. 1 1 の如き加水分解槽を設計して実験に供した。材料は鋼板製で、腐蝕性の溶液を使用する為、内面は全て鉛ホモゲンを施し、槽の外圍にスチーム加熱用ジャケットを有し、その外壁を保温材にて覆った。中央には 2 枚羽根の攪拌機を設け、2 分の 1 馬力モーター

2. 装置用金属材料の耐蝕試験

10% 硫酸液を温度 100 近辺で使用する当装置に於ては、耐蝕性材料の選定が最も重要な事柄である。使用の可能性があり、且つ一般的な材料として、次に挙げる金属を選び、試験に供した。

- a. 高珪素鑄鉄 (スーピロン)
- b. 銅
- c. 真 鋇
- d. 鉛
- e. 砲 金

又試験液としては、初めに糖化液に類似した溶液を調製して用いた。後に実際の糖化液にて、行った。

- a. 10% 硫酸溶液。
- b. 10% 硫酸溶液にグルコース濃度 8% になるように糖液を加えた溶液。
- c. 10% 硫酸溶液にグルコース濃度 8% になるように糖液を加え、更に 1% の醋酸を加えた混合溶液。
- d. 木材糖化槽排出液 (実際の糖化液)。

試験温度は、常温と沸騰の2種類とした。

処理時間は、常温は15~17時間程度とし、沸騰は3~6時間程度とした。それぞれの場合の詳細な処理時間は、Table 1 2 ~ 1 6 に示してある。

2.1 実験方法及び装置

試験片は適当な大きさに切り、上述の試験液を500 cc 丸底フラスコに200 ~ 250 cc 入れて、Fig. 1 2の如く試験片をガラス棒につるし、液が試験片の中央迄浸るようにして、所定の温度・時間腐蝕せしめた。処理後蒸留水にて、洗浄し秤量す。

腐蝕度は100日間或いは1年間に於ける毎 cm^2 の重量減〔 gr / cm^2 〕を金属体の密度〔 gr / cm^3 〕で除した値にて表し、単位は〔 $\text{mm} / 100 \text{ Day}$ or mm / year 〕で示す。評価としては、Table 1 1の基準を用いた。

2.2 実験結果

実験結果は、各金属別に Table 1 2 ~ 1

Fig. 1 2 Experimental Apparatus

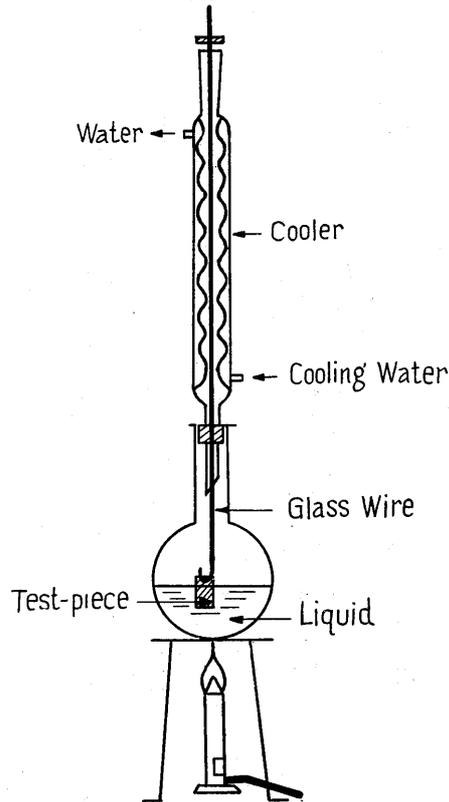


Table 1 1 評価基準表

順位	100 日間の侵蝕度	1 ヶ年間の侵蝕度	評 価	記 号
I	0.01 mm 以下	0.0365 mm 以下	完全なる耐蝕性	完
II	0.10 mm 以下	0.3650 mm 以下	充分なる耐蝕性	良
III	1.00 mm 以下	3.6500 mm 以下	耐蝕性小	小
IV	1.00 mm 以上	3.6500 mm 以上	耐蝕的でない	否

6に示し、総合して Table 1 7 に記述する。

a. 高珪素鑄鉄 (スーピロン)

スーピロンは、化学成分が、珪素 14.8%・炭素 0.8%・マンガン 0.4%・燐 0.08%以下・硫黄 0.03% 以下を含む高珪素鑄鉄で、比重が 7.0である。試験片としては、まずグラインダーで薄片に削り、 $35 \times 17 \times 1\text{mm}$ の形状のものを使用した。腐蝕面積は 1.152cm^2 であって、腐蝕試験中も光沢があり、殆んど変化なくただ取り出して水洗した際、やや黒味をおびた程度で、Table 1 2 の如くで耐蝕性は良好である。

Table 1 2 高珪素 鑄鉄

使用液	温度	腐蝕時間 hr	100日間の侵蝕度 mm	1ヶ年間の侵蝕度 mm	評価
10% H ₂ SO ₄	常温 沸騰	17	trace	trace	完 小
		5	0.1700	0.6205	
10% H ₂ SO ₄ + 糖液	常温 沸騰	17	trace	trace	完 小
		5	0.1250	0.4562	
10% H ₂ SO ₄ + 糖液	常温	17 (45)	trace (0.0194)	trace (0.0708)	完
		5	0.1900	0.6935	
1% CH ₃ COOH + 実際の糖化液	常温 沸騰	17	0.0208	0.0763	良 小
		5	0.1895	0.6916	

b. 銅

試験片としては、26×15×1mmの銅板を用いた。沸騰中は表面が明銅色を呈して気液境界面にはひどい凹みは生じなかったが、醋酸を加えた場合は全面に細かい斑点状のキズを生じた。糖液を含んだ液の時は、黒色の炭化物が附着した。

実際の糖化液の場合も、醋酸の影響を受けたようで表面にやはり斑点模様を生じた。

Table 1 3 銅

使用液	温度	腐蝕時間 hr	100日間の侵蝕度 mm	1ヶ年間の侵蝕度 mm	評価
10% H ₂ SO ₄	常温 沸騰	17	0.0386~0.0489	0.1408~0.1784	良 小
		5	0.2122~0.4472	0.7763~1.6315	
10% H ₂ SO ₄ + 糖液	常温 沸騰	17	0.0399~0.0449	0.1456~0.1638	良 小
		5	{ 0.0955~0.1514 0.7938~0.9466 }	{ 0.3631~0.5526 2.8973~3.4550 }	
10% H ₂ SO ₄ + 糖液	常温	{ 24 16 }	{ 0.1124 0.0931 }	{ 0.4102 0.3398 }	小
		5	0.468・0.557	1.7082・2.0330	
1% CH ₃ COOH + 実際の糖化液	常温 沸騰	17	0.0705		小 否
		5	2.0500・2.0850	7.4825・7.6102	

c. 真鍮

試験片としては、24.5×14.5×1mmのもので、腐蝕面積は7.59 cm²の真鍮板を使用した。

沸騰中にも殆んど変化なく境界面のみ銅色を呈した。醋酸を加えた際は緑青の如きものが液面上に生じた。

Table 1 4 真 鉛

使用液	温度	腐蝕時間 hr	100日間の侵蝕度 mm	1ヶ年間の侵蝕度 mm	評価
10% H_2SO_4	常温 沸騰	17	0.0260	0.0949	良 良
		5	0.0863・0.1041	0.3449・0.3801	
10% H_2SO_4 + 糖液	常温 沸騰	17	0.0121	0.0442	良 良
		5	0.0664	0.2322	
10% H_2SO_4 + 糖液 + 10% CH_3COOH	常温 沸騰	17	0.0319	0.1164	良 良
		5	0.0745	0.2719	
実際の糖化液	常温 沸騰	17	0.0437	0.1595	良 小
		5	0.3124	1.1303	

d. 鉛

試験片として、鉛管を平に延し、30 × 21 × 1 mm の形状となして使用した。腐蝕面積は13.02 cm² であった。

硫酸溶液のみの場合は、液面上は全く変化がなく液面下は黒灰色を呈した。糖液を加えると茶黒色となり、更に醋酸を加える事によって白色粉末が多量に附着した。

Table 1 5 鉛

使用液	温度	腐蝕時間 hr	100日間の侵蝕度 mm	1ヶ年間の侵蝕度 mm	評価
10% H_2SO_4	常温	22.5	0.1081	0.3945	完 小
		43.5	0.0082	0.0300	
	沸騰	5	0.1916	0.6993	
		4	0.1820	0.6643	
10% H_2SO_4 + 糖液	常温 沸騰	14.5	0.0065	0.0237	完 小
		5	0.1585	0.5785	
10% H_2SO_4 + 糖液 + 1% CH_3COOH	常温 沸騰	26	0.1331	0.4858	小 小
		6	0.4144	1.5125	
実際の糖化液	常温 沸騰	17	0.1990	0.7263	良 小
		5	0.3085	1.1260	

e. 砲 金

試験片は、バルブの弁を取りはずしたものをを用いた。形は径が 20 mm の円形で、厚さが 2 mm 位のものである。

硫酸のみ又は、糖液を加えた液により表面は黒色を呈し、錯酸を加えた際は緑青を生じた。実際の液の時は、気液境界面は銅色を呈し、液中は黒色、液面上は緑青の色の表面となった。

境界面は、やや筋状に犯されていた。

Table 1 6 砲 金

使用液	温度	腐蝕時間 hr	100 日間の侵蝕度 mm	1 ケ年間の侵蝕度 mm	評価
10% H_2SO_4	常温	{ 20.5 15 5	0.2990	0.8388	小 小
	沸騰		0.2110 0.5504	0.7701 2.0089	
10% H_2SO_4 + 糖 液	常温	{ 16.5 16 5.5	0.0978	0.3562	良 小
	沸騰		0.1008 0.4052	0.3679 1.4789	
10% H_2SO_4 + 糖 液 + 1% CH_3COOH	常温	{ 17 46	0.1831	0.6638	小
	沸騰		0.2058	0.7511	
実際の糖化液	常温	17	0.1990	0.7263	小 否
	沸騰		5	2.6353	

次に各金属を比較評価する。但し使用液は、実際糖化液を用いて行った結果を示す。

Table 1 7

温 度	金 属 名	腐 蝕 時 間 hr	100 日間の侵蝕度 mm	1 ケ年間の侵蝕度 mm	評価
常 温	スーピロン	17	0.0209	0.0762	良
	銅		0.0705	0.2573	良
	真 鉛		0.0437	0.1595	良
	砲 金		0.0133	0.0485	良
沸 騰	スーピロン	5	0.1895	0.6919	小
	銅		2.0850	7.6102	否
	真 鉛		0.3124	1.1302	小
	鉛		0.3085	1.1206	小
	砲 金		2.6353	9.6188	否

次に簡単に棒グラフにて、使用液毎に示す (Fig. 1 3)。

2.3 結果の総括

以上の実験結果より、次の事が判明した。

a. 使用液による影響

- 1) 硫酸のみの溶液を用いた時より糖を入れた時の方が、腐蝕量が少い。
- 2) 1% 錯酸を入れると腐蝕量が、硫酸のみ及び糖を入れた時より著しく大となって、特に鉛は、錯酸鉛らしき白色の粉末を生じた。真鉛は醋酸の影響をあまり受けぬ様であった。
- 3) 実際の糖化液 (硫酸濃度 10%) では、先の調製液よりも更に大であり、砲金・銅などは、使用出来ないと云う結論を得た。

b. 温度による影響

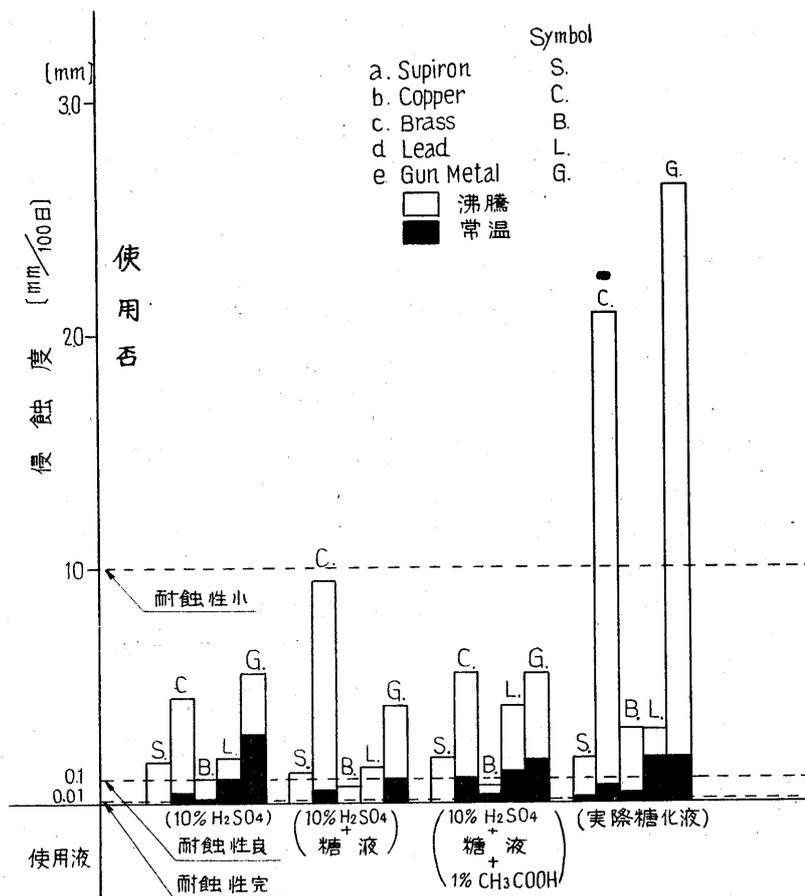
1) 常温の腐蝕に於いては、砲金を除いて、いずれも良の範囲 (0.10mm以下 / 100日) で、耐蝕性は、完全とは云えぬが、スーピロン・鉛・真鍮は使用可能である。銅については、多くの実験を行ったが、その都度著しいデータのふれを生じて安定性が少ないので使用せぬ方がよい。砲金は、局部腐蝕が生じ易いので使用は危険である。

常温実験では処理時間に17時間を用いたのは、特に意味はない。

2) 高温 (沸騰) の腐蝕は、勿論、常温よりも著しく侵蝕せられるが、スーピロン・鉛・真鍮は耐蝕性小 (1.00mm以下 / 100日間) であり、工夫すれば使用可能であろう。特にスーピロンは、色の变化も局部腐蝕も全くなく、最良の材料と見られる。ただ硬質の鋳物なので、工作が困難であろう。真鍮は、期待より良い結果を示し、鉛と同程度の耐蝕性を有する。ただ緑青を生じ、鉛の場合の醋酸鉛と同様に表面に附着した。ただ完全に、使用液中に浸漬しておけば、変化はない。

ここで金属の耐蝕性順位を示せば、総合的見地より次の如くなる。

Fig. 1 3 金属材料腐蝕量 (mm/100日)



1. スーピロン	} 使用可能	4. 銅	} 使用不能
2. 鉛		5. 砲金	
3. 真鍮			

c. 結論

実験結果より、各装置の材料を考えれば、加水分解槽は、スーピロンが最も良いが、しかし価格その他の点で鑄鉄に鉛ホモゲンを施した本実験の装置で充分使用出来る。パイプ・ポンプ等の配管は、真鍮或は鉛を用いると良いと思われる。本実験では、途中のパイプの接続にゴム管を用いたが熱で硬質のものは、脆くなり、切断せられ使用出来ない結果となった。フィルター・プレス及清澄装置の材料に就いては、後述する。

3. 加水分解槽の糖化試験

鋸屑を濃硫酸で処理し、これを所定のプロセスに従い連続的に運転操業し、その間の全装置に於ける障害、操作を工業的に検討するのが本来の目的であるが、連続的に運転すると問題が複雑になる為、今回は、このプロセスを更に加水分解槽及びそれ以後の泥漿輸送、濾過装置と切り離して各々の部分について、回分操作にて実験を行った。

本項では、前者の加水分解槽に就いて、槽中の状態・糖化率・酸濃度変化・操作法など調査した結果について報告する。

3.1 原料

a. 木材原料

北海道林業指導所より採取せる針葉樹・褐葉樹（なら）等を用い、これを天日乾燥又は、風乾せしめて水分を 15 % 以下に減じ、Tyler 篩にて、篩別し 40 mesh 通過のものを試料に供した。今一例として褐葉樹（なら）の篩別試験の結果を示す。

Table 1 8

粒 径 D mesh	重 量 gr	分布割合 %	
10>D> 20	5	3.3	} 60%
20>D> 30	26.5	17.7	
30>D> 40	58.5	39.0	
40>D> 60	29.5	19.7	} 40%
60>D> 80	11.0	7.3	
80>D	19.5	13.0	
total	150.5	100.0	

Table 1 8 の如くで、 $30 > D > 40$ mesh のものが全体の 40% 近くもあり、40 mesh 通過の全量は、40% で、40 mesh を通過せぬものの全量は、60% であった。

b. 硫酸

硫酸は、試薬用 1 級品で（日東化学工業株式会社製品）濃度、その他の詳細な事柄は Table 1 9 に示してある。

c. 稀釈水（加水分解槽中）

濃硫酸を 10% 近くまで稀釈せしめるに要する水は、普通の水道水をそのまま加水分解槽に入れ稀釈水として用いた。

3.2 実験方法

実験の操作全般にわたり概略的に示せば、次の如くなる。

a. 濃硫酸処理 (Primary Hydrolysis)

原料鋸屑を計算量秤量し、これを200gr ずつ数等分し、一方硫酸も同様に分け、これを乳鉢に均一の厚みに入れて (乳鉢 径 10 インチ、深さ 5.5 インチ) Fig. 1 5の如きスプレヤーを用い、コンプレサーからの圧縮空気で噴霧した。30cc ずつ 3回噴霧する。この操作が終わった後、内面ロール滲透機を用いて混合滲透せしめるのであるが、容量の関係上乳鉢を用い、内面ロールを使用した時と全く同様な効果を示すよう考慮して滲透せしめた。3回に別けて噴霧したのは、1回毎に、混合、挽り返し、十分に滲透せしめる為で鋸屑が木材質の色より黄緑色の均一な粉炭 (こなずみ) 状になった所で、次の熟成操作に移る。

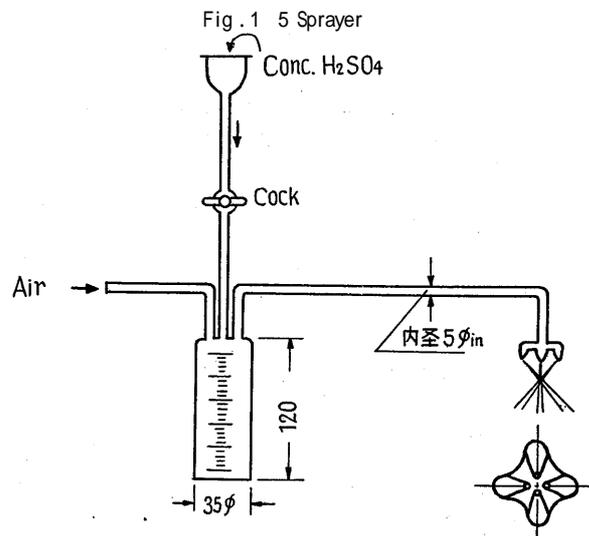
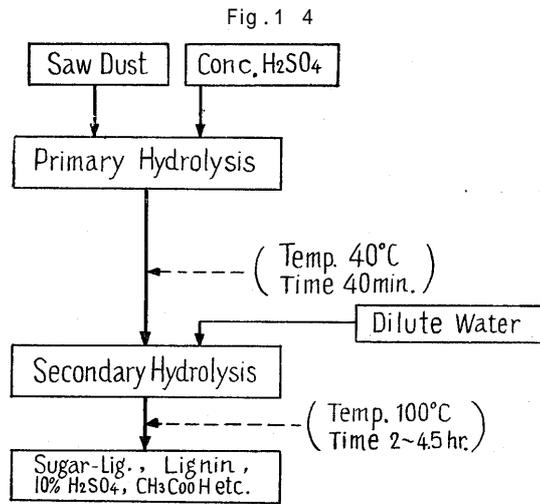
b. 熟成

濃硫酸処理後、陶器製容器 (29 × 37 × 12cm) に堆積して 40 ~ 50 に保つ。しかし本実

験では加熱しなくても、発熱反応なるが故に十分に所定の温度に保つことが出来た。30 ~ 40分 放置し、熟成せしめ、一方加水分解槽の稀釈水の温度を見守り熟成終了後、直ちに投入出来る様に沸騰せしめておく。

c. 加水分解 (Secondary Hydrolysis)

熟成した鋸屑・硫酸混合物は、加水分解槽中の沸騰した稀釈水中に投入され、十分に攪拌糖化し 4 ~ 4.5 時間で反応を終了せしめた。各時間毎に均一に 100 cc ずつ Sampling し酸の濃度変化、糖の生成量を測定した。



験では加熱しなくても、発熱反応なるが故に十分に所定の温度に保つことが出来た。30 ~ 40分 放置し、熟成せしめ、一方加水分解槽の稀釈水の温度を見守り熟成終了後、直ちに投入出来る様に沸騰せしめておく。

d. 排出作業

予定時間後、珓瑯引きバケツに底部より、排出して冷却後にそれぞれ重量を秤量し、蒸発量・槽中液量などの物質収支の面を検討した。

3.3 糖化率の測定法及び酸濃度測定に就いて

a. 最大理論的還元糖量

木材糖化度合の基準として、今最大理論的還元糖量 (Potential Reducing Sugar Yield 略 P. R. S. と記す。) の測定は次の方法によった。

試料の鋸屑は、40 mesh 通過の原料用試料と同一のものをを用い、まず乾燥して水分含量を測定し、次にこの試料の 0.5 gr 見当を秤量してビンに入れて、72% 硫酸 5 cc を投入し十分に攪拌する。

40 Water Bath 上に放置し 5 ~ 10 分間隔に混合攪拌し、45 分間放置した。次に 8% に稀釈し、200 cc 3 角フラスコにて 3 時間沸騰せしめる。糖化後、濾過し N - NaOH にて中和し、改良 Somogyi 法にて糖生成量を測定する。粒子の大きさは糖化に余り関係ない様で、Saeman 外 : Ind. Eng. Chem. Anal. Ed. 35 ~ 39 (1945) などによっても大体 30 mesh 通過のものならよいと述べている。

b. 糖生成量

加水分解槽中の糖生成量の測定は、各時間毎の試料 100 cc をまず濾過し、この内の 5 ~ 10 cc 適量を取り、500 ~ 1000 cc に稀釈し、改良 Somogyi 法にて糖の含有量を定量し、槽中溶液量を基として、換算して槽中糖生成量を求めた。これを示す時は、初めの原料鋸屑の乾燥物に対する生成糖の割合を (%) にて、表わしている (Yield of potential reducing sugar [%] on dry saw dust) 。

c. 糖化率

各実験の結果を示す基準として、糖化率を用いる。これは P. R. S. に対する生成糖の割合である。

$$\text{糖化率} = \frac{\text{生成糖量}}{\text{P. R. S.}} \times 100 (\%)$$

d. 酸濃度

槽中の酸濃度の変化は、液量の増減 (蒸発損失など) 更に糖の分解に大きな影響がある。各時刻に於ける酸濃度測定は、N - NaOH にて中和滴定し、酸濃度を (%) にて示した。

3.4 実験結果

今実際に行った実験の中、第 4 回糖化試験の結果のみを、特に詳細に示すと (例 1) の如くなる。

(例 1)

1) 原料 鋸屑 (褐葉樹 , なら) 水分 15% 含有 (鋸屑 Saw - dust は以下 S. D. と略記

す)

$$S.D. = 2,206gr \begin{cases} \text{dry S.D.} = 1,875gr \\ \text{moisture} = 331gr \end{cases}$$

$$H_2SO_4 \text{ 98.7\% (} = 1.839 \text{)} = 1,416gr$$

$$80\% (= 1.37) = 128gr$$

$$\text{Total} = 16,875gr$$

2) 稀釈水 = 13,125gr 加水分解槽 (酸濃度10%)

3) 実験結果

Table 1 9

順 序	糖 化 時 間 hr, min	H ₂ SO ₄ の濃度 %	全溶液に含まれる糖 gr	木材乾量に対する 生成糖量 gr	糖 化 率 %
1	20	10.15	455.868	24.3	44.2
2	50	9.77	521.646	27.8	50.6
3	1,20	9.85	554.521	29.6	53.8
4	1,50	10.10	574.839	30.7	55.8
5	2,20	9.51	563.972	30.0	54.7
6	3,20	10.11	583.420	31.1	56.6
7	4,20	10.16	591.999	31.6	57.5

4) 取出物

上部清澄液 10,710gr

泥 漿 4,480gr

試 料 用 900gr

計 16,098gr

注入物 - 取出物 = 777gr (減)

5) 考 察

a) 酸の濃度は、10%になる様にしたが槽中で最後まで殆んど変化なく 10% 前後に保たれた。

b) 木材・硫酸混合物は、投入と共に稀釈水と混じて、硫酸の濃度は直ちに 10%になる。

c) 糖化率は、4 時間 20 分の時が 57.5% で最高を示しているが、経済的な見地からすれば1.5~2時間反応せしめれば、充分である。

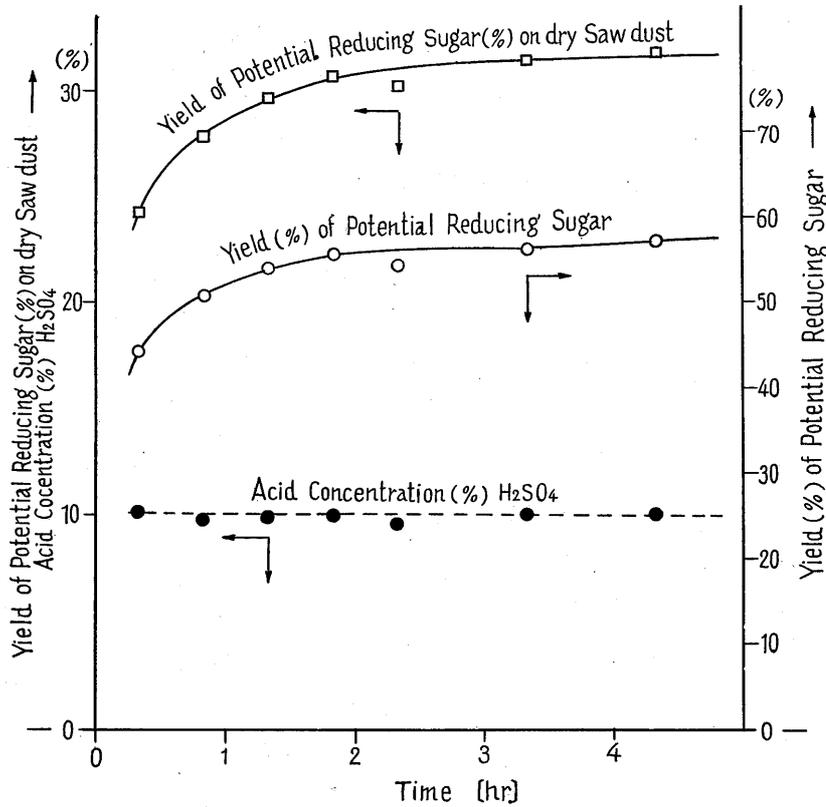
d) 木材対 100% H₂SO₄ の比が 1 : 0.8 で充分糖化が行われ得る。

e) 注入物と取出物との差は、蒸発その他物理的な原因で、実際糖生成量算出に際し考慮する必要はない。これは又酸濃度の時間的变化状態から考えても判る事である。

次に酸濃度の各時間毎に放ける変化と、糖生成量及び糖化率を図示すれば Fig. 1 6 の如

くになる。

Fig. 1 6



f) 2時間 20分の点は、比較的糖化率が減っている。又酸の濃度も低いので、これは、Sampling が均一に行われなかったものと考えられる。

g) 糖化液は、色が黄褐色であった。

(例1 終り)

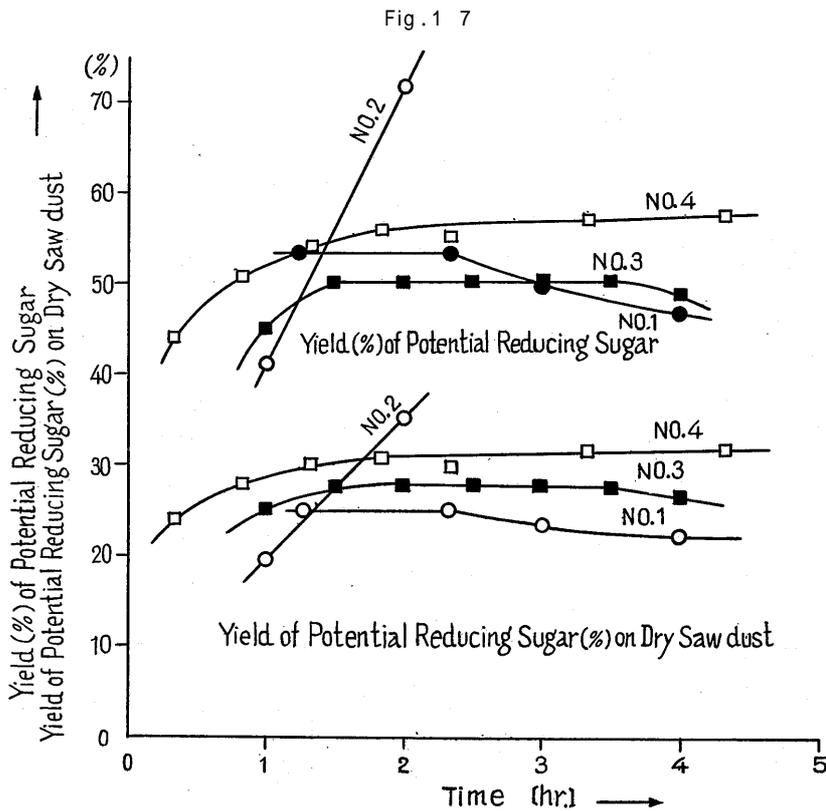
4 回にわたって行った今期実験結果を一覧表にして示すと、Table 1 10 の如くなる。

Table 1 10

回数	No. 1	No. 2	No. 3	No. 4
原料				
材 質	針葉樹(杉も含む)	針 葉 樹	褐葉樹(なら)	褐葉樹(なら)
粒子の大きさ	40mesh 通過	40mesh 通過	40mesh 通過	40mesh 通過
水 分	11.81%	15.15%	13.48%	14.95%
使用量 (Dry S. D.)	930.0gr (818.4gr)	1,650.0gr (1,400.0gr)	2,167.6gr (1,875.0gr)	2,206.0gr (1,875.0gr)
硫酸量 (* 推定値)	92.62% H_2SO_4 * 706.8gr	95% H_2SO_4 * 1,333gr	94.92% H_2SO_4 1,948.4gr	97.15% H_2SO_4 1,554gr
稀 釈 水	5,728.8gr	11,081.0gr	13,125.0gr	13,125.0gr

Table 1 10 (続)

	回数	No. 1	No. 2	No. 3	No. 4
反応	S.D. 対 100% H ₂ SO ₄ の比	1 : 0.8	1 : 1.13	1 : 0.98	1 : 0.80
	反応温度	100°C	測定不能	100°C	101~105°C
	反応時間	4 hr	2 hr	4 hr	4 ¹ / ₃ hr
	熟成温度	45~47°C	32.5°C	40~50°C	47°C
	熟成時間	40 min	40 min	40 min	40 min
条件	計算による槽中酸濃度	10.0%	10.0%	12.04%	10.0%
	実際測定による酸濃度	時間 hr / 硫酸濃度 %	時間 hr / 硫酸濃度 %	時間 hr / 硫酸濃度 %	時間 hr / 硫酸濃度 %
		— / —	— / —	— / —	1 ¹ / ₃ / 10.15 2 ² / ₃ / 9.97
	1	11.30	1	13.87	1 / 1.5 12.63 / 12.72 1 ¹ / ₃ / 9.85 1 ² / ₃ / 10.10
	2	13.90	2	11.51	2 / 2.5 12.32 / 12.13 2 ¹ / ₃ / 9.51
	3	15.17		中止	3 / 3.5 12.33 / 12.21 3 ¹ / ₃ / 10.11
	4	15.75			4 / 4 ¹ / ₃ 11.99 / 10.16
	槽中酸濃度変化の傾向	↑ 上昇	やや下降	殆んど一定	一定
糖	操作中の状態より考え特に糖化率計算に関する事項	硫酸濃度の変化より判る様に相当の濃縮が行われたと思われるので、蒸発量を考慮して生成糖量を算出した。	密閉して行つた為 2 hr 後に圧力がかかり突沸現象を起したので操作を中止した。蒸発量を考慮せず。	硫酸濃度変化より見て蒸発量は考慮せず。Plant 通り操業す。	硫酸濃度一定で蒸発は全く行われぬ様で蒸発量は考慮せず。
	P. R. S.	47.60%	48.71%	54.95%	54.95%
生成状	各時間に於ける生成糖量 (* 最高値)	時間 hr / 木材乾量に対する生成糖割合 %	時間 hr / 木材乾量に対する生成糖割合 %	時間 hr / 木材乾量に対する生成糖割合 %	時間 hr / 木材乾量に対する生成糖割合 %
		— / —	— / —	— / —	1 ¹ / ₃ / 24.31 2 ² / ₃ / 27.82
	1	25.36	1	19.63	1 / 1.5 24.59 / 27.43 1 ¹ / ₃ / 29.57 1 ² / ₃ / 30.66
	2	25.39*	2	35.17*	2 / 2.5 27.74* / 27.74 2 ¹ / ₃ / 30.08
	3	23.36		中止	3 / 3.5 27.49 / 27.52 3 ¹ / ₃ / 31.12
	4	22.12			4 / 4 ¹ / ₃ 26.75 / 31.57*
態	最適糖生成時間	2 hr	2 hr	2 hr	2 hr
	最高糖生成量と (その時間)	208.02gr (2 hr 20 min)	491.86gr (2 hr)	520.14gr (2 hr)	591.99gr (4 hr 20 min)
	最高糖化率 %	53.34	72.21	50.49	57.46
	生成糖液の色	淡黄色	無色	濃黄色	褐色
備考及び感想	原料の材質が針葉樹であるが同一材質でなく建築用材料等の混合物で、規定の容量よりも試料が少く十分に攪拌が行われなかった。	反応開始 2hr にて圧力が加わつた為、他の場合との比較にはならない。2hr にて相当に糖化は進んだ。	操業経過はきわめて順調であつた。	2 hr 20 min に於ける糖生成の減少は Sampling が均一に行われなかつたものと思われる。操業は順調であつた。	



3.5 実験結果の総括

Table 1 9 及び Fig. 1 7 を参照すると、判る様に実験回数も少く、且つその都度条件、原料、操業が異っている関係上、明確な結論は得られないが、次に述べる事柄が推論された。

a. 原料及び材質に就いて

1) 針葉樹と褐葉樹に於ける糖生成量の比較は、此の実験結果からは判明しないが、褐葉樹も針葉樹と共に利用され得る。

2) 鋸屑の粒子の大きさと糖化率との関係は、この実験ではいずれも 40 mesh 通過のものを用いたが、それより大きい粒子でも、濃酸処理を充分に行う事により同じ結果が得られよう。既述の如く褐葉樹鋸屑は $30 < D < 40$ mesh のものが、全体の 40% をしめているので、これを使用する事が出来れば非常に有利と考えられ、且つ使用可能と思われ得る。

3) 抽出せられた糖液は、針葉樹は淡黄色又は無色に対し、褐葉樹は色素の関係上褐色又は濃黄色を示す。

b. 反応条件に就いて

1) 木材鋸屑対 100% H_2SO_4 比

前にこの問題は既に本誌前号に論じており、鋸屑対 100% H_2SO_4 比が 1 : 0.8 で行うのがよい。これに就いては、

a) Sprayが均一に行われる事

b) 攪拌は、十分に圧力をかけて挽る事

c) 木材鋸屑中の水分は、15% 以下に少い事に考慮すれば、1 : 0.8 で充分である。又糖生成量より見ても、それほど差はない。第 3回、第 4回を比較しては、1 : 1, 1 : 0.8で後者の方が、かえってよい結果となっている。即ち、糖の生成量の多少は、木材対 100 % H_2SO_4 比の影響よりも、混合浸透操作にその要点があると思われる。1 : 1 以上であると、空気中の水分を吸湿して、べたべたとなり、かえって操作を困難ならしめる。内面ロール浸透機を使用すれば此らの操作は、自然に行われ得る。

2) 加水分解槽中の酸濃度

鋸屑と 100 % H_2SO_4 の混合物は、加水分解槽投入と同時に所定の濃度になる。反応中、軽く蓋をしておく、それ程蒸発は無く、殆んど変らない。ただ実測値にふれがあるのは、Sampling の誤差と考えられる。

3) 熟成温度

熟成中の温度は、気温にも左右されるが、鋸屑中の水分と、濃硫酸の発熱反応によって充分に所定の温度(40)に保持し得る。

4) 反応時間

3 時間が、所定の反応時間となっているが、Fig. 1 7 によれば、経済的見地からして、1.5~2時間で充分であり、3~4時間と行くと、かえって、得られた糖が逆分解する恐がある。

5) 反応温度

反応温度は、常圧で沸騰せしめたが、実測によると 101 ~ 105 の範囲で、反応は進行した。第 2回実験の際、加圧した為、突沸したが、糖化率は著しく上昇した。この事からして、少し圧力をかける事により糖化は、相当に促進され得ると考える。

6) 糖生成量に就いて

第1回実験に於いては、試料液が所定の量より少くて、攪拌羽根が液の上面にあって全く攪拌は、行われず糖化も充分行われなかった。

且つ蒸発が起り、酸濃度が 10%から 16% 迄濃縮した為に糖生成量算出に当り、蒸発による液量の減少を考慮した。その為に 3, 4時間後の糖化率は、著しく減少を示す様な結果となった。(補正を行わなければ、当然第 3回、第 4回実験結果と同様な傾向となる。)

第1回から第4回を通じて、糖生成状態を見ると、木材乾量に対して30%前後、P . R . S . に対しては、50% 内外の糖化率が期待されるわけである。この結果は、種々の報告による結果より、やや糖化率は低いが、その理由として考えられる事は、鋸屑の水分を天日乾燥のみにて、乾燥機を用いず簡略に行った為、比較的水分含量は多く 10~15 %であった。従って、第 1 次濃酸処理に使用する硫酸濃度は、最適濃度と考えられる 80% より濃く 93~97% の高濃

度硫酸を用いた事。

次に滲透機の代わりに、乳鉢にて混合滲透せしめた事。（原料鋸屑自身の P . R . S . も余り高くない事）等によるものと思われる。

c . 操業中の注意並びに加水分解装置に就いて

1) 初期に、泡立ちがやや生ずる。（分析の際、ビーカーで行っても、相当に泡立ちする為ワックスを投入して、表面張力の作用で泡立を防止している。）槽中では、余りひどくない模様である。

2) 開放のまま運転すると、刺戟性の蒸気が常に放出される。

3) 攪拌機の羽根は、なるべく底部まで充分に攪拌出来る様に据付けるべきで、回形物が沈降して底部に堆積し糖化も進まず又排出も困難となる。

4) Sampling は上方と下方より、均一に採取すべきで、底部には、攪拌が不充分であると、糖化未了の木材が堆積して上部は、酸濃度、糖濃度共に小となるので、攪拌を充分に、且つ Sampling は均等に採取すべきである。

5) 液取出後は、錯酸により鉛ホモゲンの表面に、白色の附着物がつくので、反応終了後は、洗浄水にて充分水洗しておく必要がある。

6) 本実験に供した既述の加水分解槽は、保温が完全に行われていた為、回分操作の際に就いては、一旦温度が 100 近辺まで上昇すれば、後は Sampling の為に蓋を開かぬ限りスチームを通さなくても相当時間温度は降下する事はなかった。