

示性分析に依るセルローズの定量

塚 島 寛

The Determination of Cellulose in Coals. (Rational Analysis)

Hirosi TUKASIMA

At the rational analysis of cellulose in coals, most suitable addition amount of 72% H₂SO₄ for hydrolysis of the cellulose, was determined. The experimental results have shown that for 0.5gr. of sample, artificial coalification products of Uodu Submerged Forest Wood, 13~15 c.c. of H₂SO₄ is necessary.

緒 言

著者は魚津埋没林の埋没材を用いて石炭化過程に関する研究を行つているが¹⁾特に其の際セルローズの正確なる定量を行う必要があり本研究を行つた。

亜炭石炭等の示性分析に於いて従来一般に用いられているのは Fischer²⁾及び賀田氏³⁾の方法で何れも抽出成分を除去した試料に酸を加えてセルローズを加水分解除去し、其の減量を以てセルローズの量としているが其の際に、添加される硫酸の量は賀田氏に依れば⁴⁾試料 3g. に 72% H₂SO₄ 15c.c. と報じているが、此れでは⁵⁾余り少く試料全体が団子の様になり加水分解が円滑に進まない様に考えられる。又岡氏に依れば⁶⁾試料の10倍量と云つている。又木材中のリグニン定量の際のセルローズの除去に添加される硫酸の量は種々報ぜられ右田氏は⁷⁾1~2g に対し 72% H₂SO₄ 40c.c. 加えている。依つて著者はセルローズの定量に要する硫酸の最適量を求める為めに本研究を行つた。

勿論セルローズの加水分解の反応温度、時間は定量値に影響を与える様に考えられるが(木材分析の場合は種々報じられている)⁸⁾賀田氏の方法に準拠して本研究では室温(約 20°C)で反応(放置)時間は12時間として行つた。

実験結果及び考察

試料は魚津埋没林の埋没材を Bergins⁹⁾法で人造石炭化したものを用いた。其れは 200°C で 8hr. 炭化したものと、24hr. 炭化したもの 2種で原埋没材の組成は表-1に示し、炭化して得た2種の生成物 A(8hr.) B(24hr.) の元素分析、工業分析、示性分析は其々表-2, 表-3, 表-4, に示した。示性分析結果は、セルローズに対する硫酸の最適量を用いて行つた結果である。

表-1 埋没材の組成(%)

組 成			
水 分	16.3	全セルローズ	48.5
灰 分	0.78	αセルローズ	30.3
冷水抽出分	1.4	βセルローズ	9.4
温水抽出分	2.9	γセルローズ	8.8
アルカリ抽出分	13.9	リグニン	35.8
ベンゼン抽出分	2.8	粗 蛋 白	0.83
アルコール抽出分			

表-2 元素分析結果 (%)

	炭素分	水素分	酸素分	窒素分	灰分
A	59.70	6.16	33.86	0.11	0.17
B	65.15	5.85	28.71	0.12	0.17

表-3 工業分析結果 (%)

	水分	灰分	揮発分	固定炭素	燃料比
A	44.95	0.13	44.26	10.66	0.24
B	43.89	0.23	45.02	10.86	0.24

表-4 示性分析結果 (%)

	水分	灰分	ベンゼンアルコール抽出分	セルローズ	フミン酸	リグニン	フムス炭
A	49.16	0.17	9.09	44.01	4.58	42.32	—
B	50.69	0.17	17.14	23.79	4.19	54.88	--

此の試料 0.5g に対して 72% H_2SO_4 5.0c.c.~22.5c.c. を加えて時々攪拌しながら 12 時間室温 (約 20°C) に放置した後、水を加え約 500c.c. に稀釈し殆ど沸騰迄加熱して放冷後、ガラスフィルターにて濾過し残渣を定量して、溶解除去された量を求めた。其の結果は図-1 に示した。

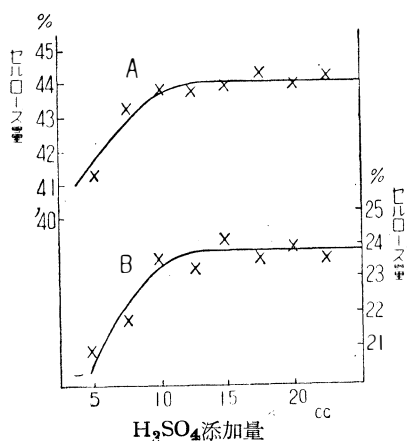


図-1

此れより試料 A, 試料 B でセルローズの量は異なるが硫酸の必要量は 13.0~15.0c.c. 前後であること及び其れ以上加えてもセルローズの分析値には殆ど影響がないことが明らかである。結果として 72% H_2SO_4 の最適量は試料 0.5g に対して 13.0~15.0c.c. である事を知った。

総 括

石炭類の示性分析に於いてセルローズ定量の際の硫酸の添加量を変えた場合、セルローズの分析値がどの様になるか、又最適量は幾 c.c. かを調べ、埋没材を石炭化して得た試料 0.5g に対しては 72% H_2SO_4 13.0~15.0 cc が最も適当で其れ以下では分析値は少く表れ又其れ以上加えても分析値には殆ど変化が無い事を知った。此等の結果は木材分析のリグニン定量の際のセルローズの硫酸に依る除去にも同様の事が考

えられる。又試料に硫酸添加後の加水分解温度、時間に就いても研究を行う考である。

文 献

- 1) 塚島寛他, 工化誌 57,69 (1954); 本誌 5,54 (1954) 7,39 (1956) 8,22 (1957); 日化第 7 年会 (1954), 第 9 年会 (1956), 第 10 年会 (1957) 発表
- 2) 賀田立二, 燃研報告 第 10 号
- 3) F. Fischer. Bren. -Chem., 3,65 (1922)

- 4) 岡新六著, 石炭 P.293 (1944)
- 5) 右田伸彦著, パルプ及び製紙工業実験法 P.127 (1950)
- 6) " " P.173 (1950)
- 7) F. Bergius, Z. Elektrochem., **18**,660 (1912) ; **19**,858 (1913)