

Quenching を施した飽水木材の力学挙動と エレクトロンフラクトグラフィー

藤原 隆行¹⁾, 中井 毅尚²⁾, 山本 浩之³⁾

¹⁾ 島根大学大学院総合理工学研究科 材料プロセス工学専攻

²⁾ 島根大学総合理工学部 材料プロセス工学科

³⁾ 名古屋大学大学院生命農学研究科 生物圏資源学専攻

Mechanical behavior and electron fractography of water-saturated wood by quenching

Takayuki FUJIHARA¹⁾, Takahisa NAKAI²⁾, Hiroyuki YAMAMOTO³⁾

¹⁾ *Master Course of Natural Resource Process Engineering, Graduate School of Science and Engineering, Shimane University*

²⁾ *Department of Natural Resource Process Engineering, Faculty of Science and Engineering, Shimane University*

³⁾ *Department of Biosphere Resources Science, Graduate School of Bioagricultural Sciences, Nagoya University*

Abstract

The quenching treatment was conducted for water-saturated wood heat-treated at the 100 degrees for 3 minutes. Tensile test perpendicular to the grain was carried out using the test specimen, and results obtained was summarized as follows:

1. The stress-strain curve showed the curve of sigmoid type.
2. Young's modulus and strength decreased about 40% and about 6% in comparison with the untreated test specimen.
3. From the electron fractography, two fracture types appeared. That is, the fracture by the peeling of boundary region between tracheid was about 60% (untreated test specimen: about 70%) and the fracture in which the tracheid inside appeared about 40%(untreated test specimen: about 30%).

Key words: water-saturation, heat treatment, quenching process, electron fractography

1 緒言

木材に熱を加えて外部から変形を与える技術は、木材を有効利用する観点から曲げ木や圧縮木材などに適用され、古くから現在に至るまでよく利用されている。それに伴って、熱処理した木材の力学挙動に及ぼす温度の影響について、これまで多くの研究がなされてきた。しかしセル構造レベル、あるいは木材成分との関りあいをも含めた議論は十分なされていない。そこで本研究では、熱処理を施した試験体に急冷(Quenching)¹⁾を施した後、横引張試験を行い、木材の力学挙動に及ぼす熱処理および Quenching 処理の影響を調べると共に、試験体の破断面の様子を電子顕微鏡によって観察した。

2 実験

2.1 実験方法

2.1.1 供試試験体

供試材には平均気乾比重が0.43のスギ(*Cryptomeria japonica* D. Don)を用いた。スギ丸太から板材に製材した後、恒温・恒湿室にて調湿し、その後、小試験体をそれより作製した。小試験体は、外形寸法が60mm(長さ(R))×10mm(幅(L))×5mm(厚さ(T))の柁目板とし、中央部にくびれを設けた(図.1)。作製した試験体のうち、10試験体を沸騰水に3分間浸漬し、その後すぐに約20℃の蒸留水中で1分間冷却した(Quenching 処理飽水小試験体、図.2 参照)。冷却した小試験体は飽水状態のままラッピングして試験に供した。また、7試験体をそのま

まの状態でラッピングして試験に供した(未処理飽水小試験体)。

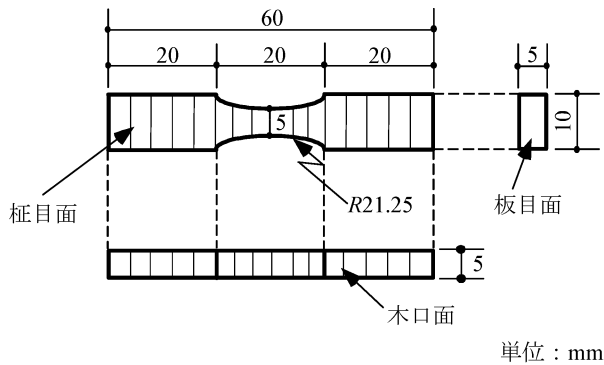


図.1. 供試試験体寸法。



沸騰水(約 100°C)の中に 3 分間浸漬



約 20°Cの蒸留水の中で 1 分間冷却

図.2. Quenching 処理方法。

2.1.2 横引張試験

飽水小試験体への負荷には、小型材料試験機 (SV-201NA、(株) 今田製作所、負荷速度 0.1mm/min) を用いた(図.3(a))。なお、飽水小試験体の治具への設置は図.3(b)に示す通りとした。



(a) 材料試験機概形。



(b) 飽水小試験体の治具への取り付け状況。

図.3. 横引張試験の様子。

2.1.3 エレクトロンフラクトグラフィー

フラクトグラフィーとは、破断面を観察することで、破壊の解析をする手段の一つである。特に、走査電子顕微鏡(SEM)を用いて、破断面を観察することをエレクトロンフラクトグラフィーと言う。

上記の横引張試験を行った飽水小試験体を調湿容器内にて徐々に乾燥させた後、その破断面を電子顕微鏡(JXA-733、(株) 日本電子データム)を用いて観察した。なお、観察の際には小試験体破断面をイオンスパッター(JFC-1100、(株)日本電子データム)を用いて金蒸着した。

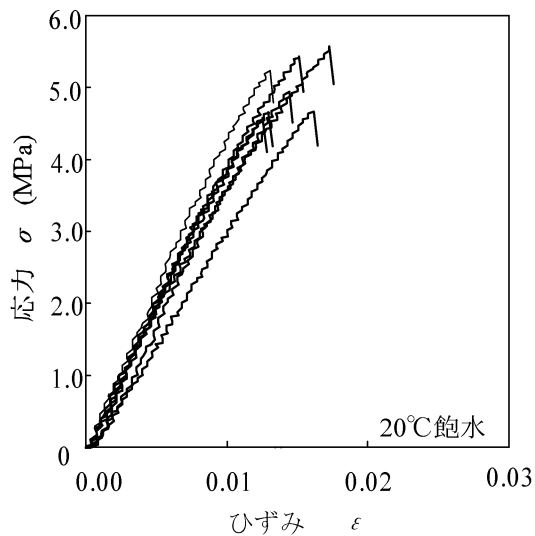
3 結果と考察

3.1 応力とひずみとの関係

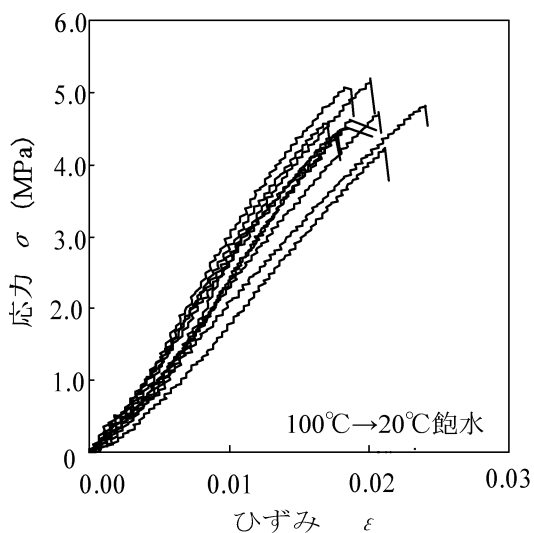
未処理飽水小試験体の応力-ひずみ曲線は、初期の直線部分に続いて、上に凸な曲線を示した。一方、Quenching 処理飽水小試験体の応力-ひずみ曲線は、シグモイド型の曲線を示した。すなわち、初期部分に下に凸なあそび部分が現れ、それに続いて直線部、上に凸な曲線部が現れた。ここで、表 1 に応力-ひずみ曲線から求めた材料特性値を示した。その結果、Quenching

処理飽水小試験体は、未処理飽水小試験体と比較すると、横引張ヤング率:約 40.4%(28.3%)、横引張強さ:約 5.7%減少した。また比ヤング率、比強度を求めた結果、比ヤング率は約 40.9%(29.3%)減少し、比強度は約 7.0%減少し、先と同様な傾向が認められた。

以上の結果より、飽水小試験体を熱処理後に急冷すると、(比)強度の低下よりむしろ(比)ヤング率の低下が著しいことが明らかとなった。



(a) 未処理飽水小試験体。



(b) Quenching 処理飽水小試験体。

図.4. 応力-ひずみ曲線。

表 1. 横引張試験から得られた材料特性値。

試験体番号	E	ϵ_{pt}	σ_{max}	ϵ_m	E/ρ	σ_{max}/ρ
1	0.483	0.007	4.662	0.015	1.163	11.230
2	0.413	0.010	4.923	0.015	1.027	12.234
3	0.391	0.009	5.423	0.016	0.927	12.854
4	0.427	0.007	5.117	0.017	0.976	11.690
5	0.375	0.007	4.551	0.014	0.889	10.902
6	0.386	0.006	5.451	0.022	0.950	13.408
7	0.314	0.011	4.630	0.018	0.741	10.922
平均値	0.399	0.008	4.965	0.017	0.955	11.891
最大値	0.483	0.011	5.451	0.022	1.163	13.408
最小値	0.314	0.006	4.551	0.014	0.741	10.902
標準偏差	0.052	0.002	0.376	0.003	0.128	0.978

説明: E : 横引張ヤング率 (GPa)、
 ϵ_{pt} : 比例限度時のひずみ、
 σ_{max} : 横引張強さ (MPa)、
 ϵ_m : 最大応力時のひずみ、 E/ρ : 比ヤング率、
 σ_{max}/ρ : 比強度。

(a) 未処理飽水小試験体。

試験体番号	E_1	ϵ_{pt1}	E_2	ϵ_{pt2}	σ_{max}	ϵ_m	E_1/ρ	E_2/ρ	σ_{max}/ρ
1	0.270	0.006	0.320	0.009	4.501	0.019	0.622	0.737	10.369
2	0.178	0.006	0.281	0.009	4.722	0.020	0.404	0.639	10.725
3	0.193	0.005	0.225	0.010	4.828	0.024	0.471	0.547	11.780
4	0.247	0.006	0.267	0.010	4.585	0.020	0.600	0.648	11.137
5	0.231	0.005	0.264	0.009	4.502	0.020	0.537	0.614	10.457
6	0.178	0.007	0.227	0.011	4.253	0.021	0.429	0.549	10.279
7	0.330	0.004	0.336	0.007	5.089	0.019	0.796	0.811	12.274
8	0.283	0.004	0.311	0.008	4.475	0.020	0.669	0.736	10.577
9	0.226	0.005	0.283	0.008	5.246	0.023	0.504	0.632	11.714
10	0.248	0.005	0.344	0.008	4.607	0.018	0.606	0.839	11.237
平均値	0.238	0.005	0.286	0.009	4.682	0.020	0.564	0.675	11.055
最大値	0.330	0.007	0.344	0.011	5.246	0.024	0.796	0.839	12.274
最小値	0.178	0.004	0.225	0.007	4.253	0.018	0.404	0.547	10.279
標準偏差	0.049	0.001	0.042	0.001	0.301	0.002	0.119	0.102	0.687

説明: E_1 : 応力 0.5~1.0MPa 間のヤング率 (GPa)、
 ϵ_{pt1} : E_1 時の比例限度ひずみ、
 E_2 : 応力 1.5~2.0MPa 間のヤング率 (GPa)、
 ϵ_{pt2} : E_2 時の比例限度ひずみ、
 E_1/ρ 、 E_2/ρ : 比ヤング率。

(b) Quenching 処理飽水小試験体。

3.2 エレクトロンフラクトグラフィー

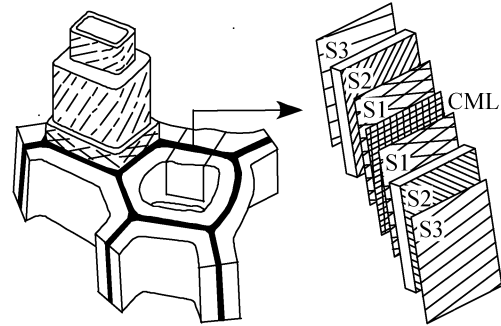
未処理飽水小試験体および Quenching 処理飽水小試験体のエレクトロンフラクトグラフィーの代表的なものを図.5 に例示した。この SEM 写真を基に、仮道管の破断面を調べた(未処理飽水小試験体: 657 本の仮道管、Quenching 処理飽水小試験体: 650 本の仮道管)。

その結果、表 2 に示したように、未処理飽水小試験体の破断面は、隣接する仮道管の境界領域の剥離は約 66.9%、ささくれ状で仮道管内こうが現れた破断面は約 33.0%に対し、Quenching 処理飽水小試験体では、隣接する仮道管の境界領域の剥離は約 59.4%、ささくれ状で仮道管内こうが現れた破断面は約 40.5%であった。

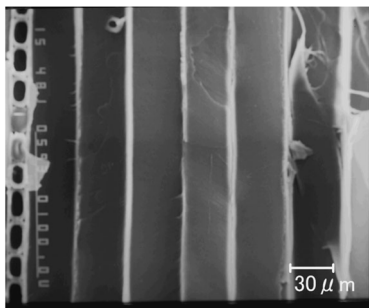
一方、破断面が隣接する仮道管の境界領域での剥離の場合について、さらに詳しく調べるため、仮道管細胞壁の microfibril の配向性から破壊が細胞壁のどの層で起きているかを調べた。その結果を木材細胞壁の多層構造モデルと併せて図.6 に示した。未処理飽水小試験体の破断面は細胞壁の S₁ 層、S₃ 層が出現する破壊が大部分であったが、中には S₂ 層が出現する破壊も生じた。また Quenching 処理飽水小試験体の破断面は、細胞壁の S₁ 層、S₃ 層が出現するが、両者の出現頻度を比較すると、S₁ 層が出現する破壊がより多く認められた。

表 2. エレクトロンフラクトグラフィーによる破断面の分類とその割合。

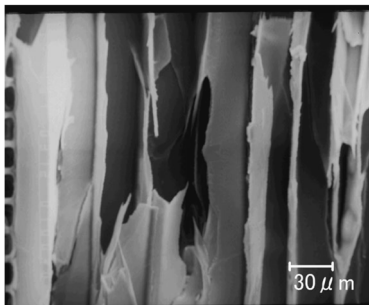
	隣接仮道管での境界領域剥離	ささくれ状で仮道管内こうが現れた破断面
未処理飽水小試験体	約 66.9%	約 33.0%
Quenching 処理飽水小試験体	約 59.4%	約 40.5%



(a) 木材細胞壁の多層構造モデル²⁾。

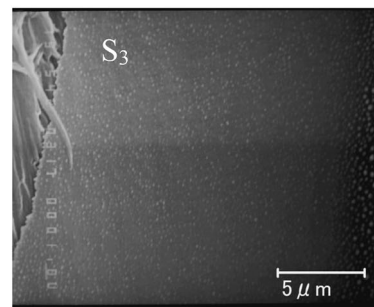
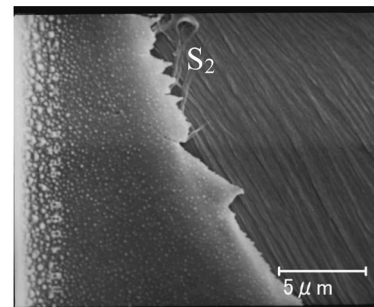
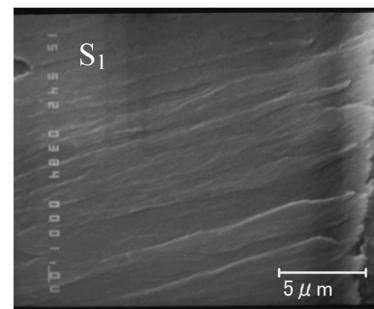


(a) 破断面が隣接仮道管の境界領域での剥離。

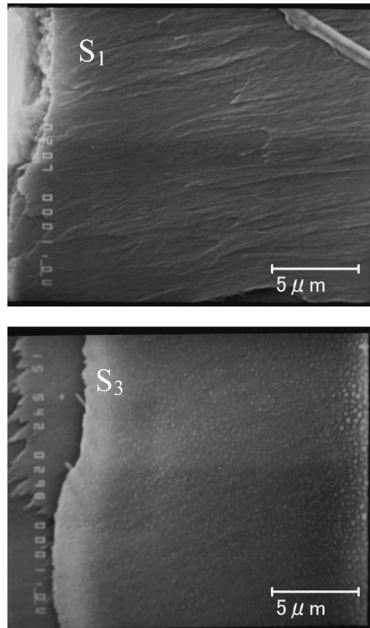


(b) ささくれ状で仮道管内こうが現れた破断面。

図.5. 破断面のエレクトロンフラクトグラフィー。
説明: (a)、(b): 倍率: ×480、スケールバー: 30μm。



(b) 未処理飽水小試験体。



(c) Quenching 処理飽水小試験体。

図.6. 仮道管細胞壁の破断面。

説明: (b), (c): 倍率: ×5400、スケールバー: 5μm。

3.3 熱処理と Quenching 処理の影響

現在、セルロース、あるいはセルロースマイクロフィブリル(CMF)と、リグニン・ヘミセルロースとの相互関係は、図.7 および図.8 のように考えられている。また、木材細胞壁の主要構成成分の中で、約 100°Cの温度で影響を受ける成分は、飽水状態ではリグニンおよびヘミセルロースであり、それらは熱軟化する³⁾。

図.7 および図.8 に示したように、二次壁において、仮にリグニン・ヘミセルロースが熱軟化した場合、CMF がかなり密に配置されているため、Nakano⁴⁾が提唱する自由体積の増加が特にリグニンで認められたとしても、CMF 集合体としての影響はあまり大きくないと予想される。一方、表 3 に示したように、複合細胞間層(CML)においては、二次壁と異なり、リグニン含量が5割近くを占めるため、自由体積の存在も含め、CML 全体として影響はかなりあると予想される。

以上のように、上述の影響、言い換えると熱処理による細胞壁中の微細構造の変化が、Quenching 処理によりパッキングされた結果、ヤング率が大きく低下するものの、強さはそれに比べ大きくは低下しなかった。すなわち、熱処理と Quenching 処理により、細胞壁中の微細構造に、ある程度フレキシブルなあそびが生じ、その影響でヤング率は低下するが、構成成分間の相互作用、例えば架橋自体には大きな変化が生じないため、大きな強度低下は現れなかったと予想される。

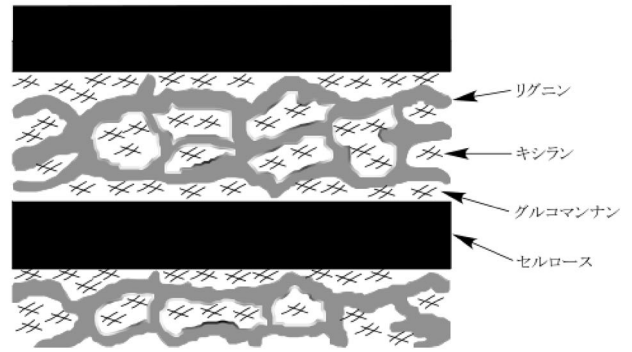


図.7. Salmenらによる木材細胞壁の二次壁中におけるセルロースとリグニン・ヘミセルロースとの構成簡略図³⁾。

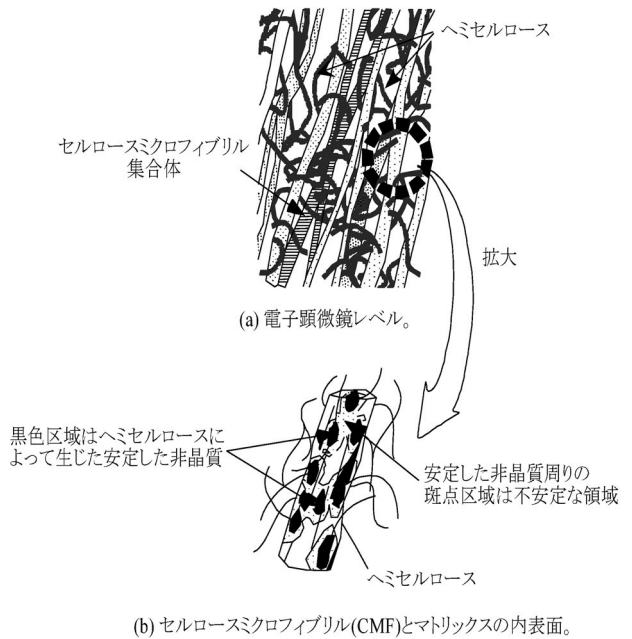


図.8. 木材細胞壁の微細構造イメージ⁵⁾。

表 3. 木材の各壁層における化学成分の重量割合⁶⁾。

	セルロース	ヘミセルロース	リグニン
CML	0.27	0.24	0.49
S ₁	0.44	0.31	0.25
S ₂	0.53	0.27	0.20
S ₃	0.31	0.41	0.28

説明: CML: 複合細胞間層(細胞間層+一次壁(P 層))、S₁、S₂、S₃: 二次壁。

謝辞

本研究の遂行にあたり、多大なる御助言を賜った京都大学の中野隆人教授にはここに深く感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 工藤充康、飯田生穂、石丸優、古田裕三: 飽水木材の力学的性質に及ぼす急冷処理の影響, 木材学会誌、49(4)、253-259(2003).
- 2) 中井毅尚、山本浩之: 木材細胞壁の微細構造を考慮した圧電気出力特性, *Journal of the Society of Materials Science*、55(4)、378-383(2006).
- 3) Salmen, L, Olssen, A-M : Interaction Between Hemicelluloses, Lignin and Cellulose : Structure-Property Relationships, *Journal of Pulp and Paper Science*, 24(3), 99-103(1998).
- 4) Nakano, T.: Effects of quenching on relaxation properties of wet wood, *Journal of wood Science*, 51, 112-117(2005).
- 5) 山本浩之: 力学物性の研究から木材セルロースをイメージする, *Cellulose Communications*、7(1)、9-15(2000).
- 6) 則元京、高部圭司: 木材の非晶構造について, 木材研究・資料, 21、96-101(1985).