



木材の力学性能発現機構の 解明における XRD 測定の可能性

山崎真理子, Lee Chang goo
名古屋大学大学院 生命農学研究科

1. 測定実施日

平成 28 年 11 月 11 日 10 時 - 17 時 30 分 (2 シフト) , BL8S1
平成 28 年 11 月 25 日 10 時 - 17 時 30 分 (2 シフト) , BL8S1
平成 28 年 12 月 06 日 10 時 - 17 時 30 分 (2 シフト) , BL8S1
平成 28 年 12 月 09 日 10 時 - 17 時 30 分 (2 シフト) , BL8S1

2. 概要

本研究では、標題の研究課題について検討するために、①年輪構造を有した試験体を対象とした軸力作用下での測定法の確立、②木材の異方性の影響、③細胞壁（4層構造）のそれぞれ層の力学挙動を測定する手法の確立について検討した。具体的には、まず、①について3～5年輪を含む厚さ5mmの試験体を用いて引張作用下でXRD測定を行い、セルロース格子ひずみを得た。次に、②について、木取方向の異なる3種類（LT, LR, RT）の試験体について、引張作用下でXRD測定を行い、結果に及ぼす異方性の影響を調べた。最後に、③について細胞壁S2層の測定を目的としてIn-plane法で、また、S1層およびS3層の測定を目的としてOut-of-plane法で測定を行い、それぞれ目的とした層のセルロースが観察できるかを検討した。確立した測定手法を用いて、使用履歴のない新材と250年の使用履歴を有する古材の挙動を調べたところ、老化による力学挙動の違いを新たに発見することができた。

3. 背景と研究目的

木材は、近年、その環境優位性が再評価され、建材利用が世界的に推進されている。これに伴い、新規材料開発・構法開発が飛躍的に進んでおり、木材の力学性能発現機構の解明と、これに及ぼす経年使用や周辺環境（特に温熱・湿気）の影響に関する研究が求められている。XRD測定は、木材の3主成分のうち、力学的機構の要とされるセルロースの力学挙動を解明する上で、非常に有効な手法であり、木材科学研究においてもX線を利用した研究は古くより行われてきた。しかし、研究内容は主に材質の評価手法の一つである「セルロース

マイクロフィブリル傾角の測定」など限定的であり、多くの場合、試験片は薄片である。そこで本研究では、木材の力性能発現機構に関する研究における XRD 測定の可能性を検討することを目的とした。具体的には、①年輪構造を有した試験体を対象とした軸力作用下での測定法の確立、②木材の異方性の影響、③細胞壁のそれぞれ層の力学挙動を測定する手法の確立について検討した。

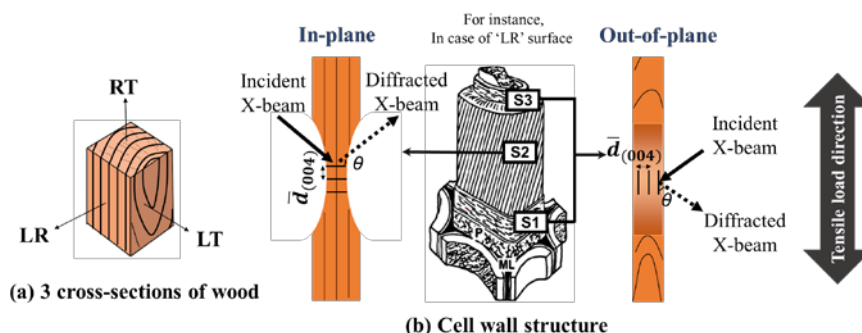


Fig. 1 木材階層による XRD 測定方法の模式図

4. 実験内容

供試材はアカマツ (*Pinus densiflora*) の新材と古材 (250 年使用) であり、それぞれ測定面が LT, LR, RT 方向となる 3 種類の試験片を作製した。試験片の寸法は長さ 60 mm, 幅 10 mm, 厚さ 5 mm とし、試験片中央部の断面が 5 mm x 5 mm となるようにテーパ加工を施した後、中央部にひずみゲージを貼付した。軸力負荷作用下で XRD 測定を行うため、ビームライン BL8S1 のゴニオメータに独自製作した治具を設置した。これに試験片を固定し、Fig. 2 に示すように材軸方向に引張荷重を、試験片が破壊されるまで段階的に与えながらその都度 XRD 測定を行った。XRD 測定は 2 種類の方法で行った。すなわち、主に 2 次壁 S2 層内のセルロースを測定できると思われる In-plane 法と、主に S1 層および S3 層内のセルロースを測定できると思われる Out-of-plane 法である。測定に用いたシンクロトロン光の波長は 9.16 KeV (1.35 Å) であり、測定した Bragg 角はセルロース (004) 面に対応する 26.5~35° である。

5. 結果および考察

まず、木材の異方性について、負荷方向と測定面が異なる 3 種類の試験を行った。LT 試験片と LR 試験片は引張負荷方向と (巨視的な) 繊維方向が平行である。これに対して、RT 試験片は両者が直角である。LT 試験片および LR 試験片では X 線回折強度曲線 (2 θ -回折強度関係) の推移から算出されるセルロース格子ひずみの挙動に大きな違いは見られなかった。ただし、2D 回折図形に

は若干の違いがあるように見られ、今後更なる検討が必要である。一方、RT試験片の場合には、引張負荷作用下でセルロース格子ひずみはほとんど変化しなかった。この結果は、木材の横引張（巨視的な繊維方向と直交方向に引張が作用）の力学挙動の解明に有益な測定法であることを示唆している。

次に、セルロース格子ひずみの変化を測定できる LT および LR 試験片を用いて、細胞壁のそれぞれ層の力学挙動を測定することを検討した。Fig. 2 は In-plane 法、Out-of-plane 法のそれぞれの測定法により得られたセルロース (004) 面の 2D 回折図形を示したものである。In-plane 法の場合、 2θ 軸の幅が狭く、 β 軸中央部の強度が強いのに対し、Out-of-plane 法は、 2θ の幅が比較的広く、特に β 軸の両側に大きく膨らんだパターンを示した。また、S2 層のセルロースマイクロフィブリル傾角の算出式 (1) を用いて、測定されたセルロースの主な配向方向（材軸方向となす角度。以降、CCA とよぶ）を算出した。

$$CCA = 1.575 \times 10^{-3} \times T^3 - 1.431 \times 10^{-1} \times T^2 + 4.693 \times T - 36.19 \quad (1)$$

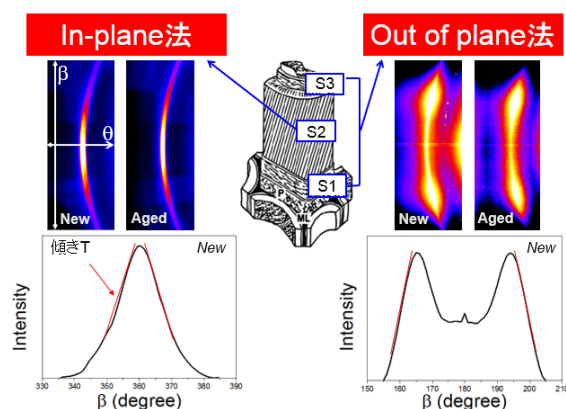


Fig. 2 2D 回折図形と β プロファイル

この結果、In-plane 法で測定された CCA は材軸方向に対して平均 7° であり、これは S2 層に分布するセルロースの配向と同程度である。また Out-of-plane 法では同 74° であり、これは主に S1 層や S3 層に分布するセルロースの配向と同程度であると考えられる。以上のことから、2 種類の測定法に

より、測定目的とした層のセルロースを測定できていることが確認された。

引張荷重下における X 線回折強度曲線 (2θ —回折強度関係) は、それぞれの試験片の CCA に応じた位置で解析した。X 線回折強度曲線は、引張負荷の増加により回折強度曲線のピーク点は変化した (図示せず)。この強度曲線より、Bragg の式を用いて Fig. 1 に示したセルロース (004) 面の格子間隔を求め、セルロース格子ひずみを解析した。Fig. 3 に引張負荷下における荷重—ひずみ関係を示す。ひずみは、マクロひずみ (黒線) とセルロース格子ひずみ (■) を併せて示した。また、測定したセルロースは負荷方向に対して傾斜していることから、先に解析した CCA を用いてセルロースの配向方向の引張荷重の分力を計算した (▲)。In-plane 法では S2 層のセルロース配列方向が荷重方向と

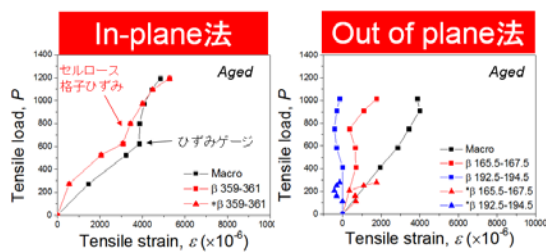


Fig.3 荷重-ひずみ曲線

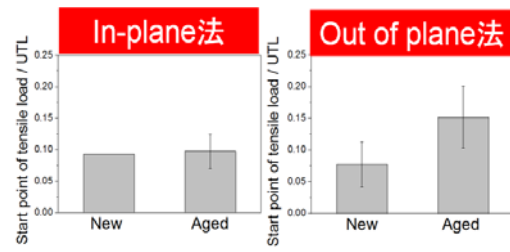


Fig.4 変形開始点 (最大荷重比)

ほぼ一致するため、荷重を補正した曲線は、補正前の曲線とほぼ重なっている。セルロース格子ひずみはマクロひずみ（黒線）と類似した変形挙動を示した。一方、Out-of-plane の場合には、セルロースの配向方向の分力は非常に小さい。この影響もあってセルロースの変形量は小さく、また恐らくポアソン効果の影響も受けて圧縮変形を示す場合もあった。

Fig. 4 はセルロース格子ひずみが観察され始めた荷重点を調べた図である。In-plane 法 (S2 層) の結果を見ると、新材と古材ともに、S2 層は引張強度の 7.5% 程度の荷重点よりセルロースの変形が始まっている。これに対して、Out-of-plane 法 (S1 層および S3 層) の結果は新材と古材で挙動が異なった。新材では、S2 層の場合と同じく引張強度の 7.5% 程度の荷重点より変形が始まっているが、古材では S1 および S3 層の変形開始点が引張強度の 15% 程度まで高くなった。新材では一体化していた細胞壁の層構造が、古材化 (老化) により乖離し始めていることが示唆された。

6. 成果

木材の年輪構造を有する比較的厚い試験片を用いて、細胞壁の層別にセルロース格子ひずみを測定する手法を確立した。また、この測定法の開発により、これまで力学性能発現機構が不明瞭であった古材 (老化の影響) について、機構解明につながる知見を得ることができた。

7. 参考文献

- 山本浩之, 奥山剛, 吉田正人 (1993) 改良 CAVE 法によるミクロフィブリル傾角の広範囲測定法, 木材学会誌 39(4): 375-381
- 中井毅尚, 山本浩之 (2006) 木材細胞壁の微細構造を考慮した圧電気出力特性, 材料学会誌 55:378-383