

木材のメカノソープティブクリープに及ぼす脱リグニン処理の影響

張 文 博

信州大学農学部森林科学科 信州大学アソシエイト研究員

要 約

木材のメカノソープティブ (MS) クリープは応力と含有水分の相互作用によって生じる特徴的な変形挙動である。これまで数多くの研究がなされてきて、幅広い分野で優れた成果が収められたが、この複雑な現象に対して、統一した見解がまだ得られていない。MS クリープの機構について、水分脱着に際して生じる空孔が変形を促進するとの説がある一方で、細胞壁層間の滑りなど木材独特の細胞壁構造に起因するとする説があるなど、現在においても、その機構を十分に説明できない状態が続いている。現象面からみると、連続負荷のもとでの MS クリープは、負荷下の脱湿/吸湿過程における新たなクリープ変形と、無負荷下の吸湿/脱湿過程におけるセットの回復の重ね合わせに等しいことが示され、あたかも木材は、負荷を受けた含水率変化区間を記憶しているかのように振る舞うことが知られている。

本研究では、細胞壁実質を構成する疎水性成分であるリグニンに着目し、これまで検討されていない木材の MS クリープに及ぼす疎水性成分の影響を放射方向と繊維方向試験片で明らかにした。

第 1 章では、木材の MS クリープ挙動に関する背景や既往の研究を紹介した。

第 2 章では、放射方向の MS クリープに及ぼす脱リグニン処理の影響を検討して、温度一定条件下で、水分サイクル下における異なった 3 つの負荷条件：Ad 負荷（吸湿過程に負荷し、脱湿過程で無負荷）；Da 負荷（脱湿過程に負荷し、吸湿過程で無負荷）；AD（連続負荷）のもとで、3 段階の脱リグニン処理した試験片及びコントロールを用いて、木材の MS クリープに及ぼす脱リグニン処理の影響を比較し、検討し、以下のことが明らかとなった。

1. リグニンが減少すると、瞬間コンプライアンス及び平衡含水率が増加した。
2. 水分サイクル下の MS クリープは、脱リグニン処理によって顕著に増加し、最大でコントロールの 5.2 倍に達した。S 処理でとくに顕著で、第 1 サイクルだけでなく第 2 サイクル以降の吸湿過程でもクリープが増加した。
3. 脱リグニン処理によって、MS クリープ係数 ($\Delta J/\Delta u$, J はコンプライアンス, u は含水率) が増加し、また、生じた変形がセットされ易くなった。この傾向は Da より Ad で顕著であった。従って、Ad 過程を繰り返す時 Da よりもたわみの増加が顕著であった。

以上の結果から、放射方向の木材の MS クリープに及ぼす脱リグニン処理の影響は、量的には顕著であったが、定性的に MS クリープ機構を大きく変えるものではない。さらに、重ね合せの検討から、吸湿過程の MS クリープ挙動が大きく寄与していることがわかった。

第 3 章では、MS クリープ挙動を解明するために、第 2 章で得られた放射方向のセット材の回復経過を検討した。比較のために単一水分過程で調整したセット材 (A 及び D) を用いて、異なった水分履歴をうけたセットの回復に及ぼす脱リグニン処理の影響を明らかにした。

1. 除荷後の残留セット・コンプライアンス (J_s) は脱リグニン処理によって増加したが、コントロールに対する処理材の J_s の比で見ると、瞬間コンプライアンスの比と比例した。このことから、脱リグニン処理は MS メカニズムに顕著な定量的な変化をもたらすが、定性的なシステムは変化しないと思われる。
2. “Ad”あるいは“A”のセットの回復は、どの脱リグニン処理レベルにおいても“Da”または“D”より小さい。試験片調整における含水率範囲内では、“Ad”または“A”の回復は遅く、これを超えると速くなった。“Da”と“D”では逆で速い回復から遅い回復へと移行し、“AD”では一定になった。“AD”の回復曲線は“Ad”と“Da”の回復曲線の重ねあわせと一致した。
3. 脱リグニン処理によって含水率範囲は拡大し、この上限は回復曲線の変曲点とほぼ一致した。この変曲

受領日 2007年1月23日

採択日 2007年2月23日

点前後の回復速度の差は、 $Ad \cdot A$ および $Da \cdot D$ 試験片において、脱リグニン処理によって減少した。

第4章では、繊維方向のMSクリープに及ぼす脱リグニン処理の影響を検討して、放射方向の結果と比較した。

1. Ad あるいは Da では、負荷と除荷を繰り返す時、MSクリープ係数が増加するとともに、含水率変化量が増加し、加えて発生した変形がセットされ易くなることによって、脱湿時負荷の Da と吸湿時負荷の Ad の両過程において、ほぼ同程度に、サイクルに伴ってたわみが増加し、またセットが増加した。
2. 連続負荷(AD)のもとで含水率サイクルを繰り返すとき、脱リグニン処理によってトータルコンプライアンスが増加し、強度に脱リグニンした試験片では、無処理の約1.7倍となった。また、すべての脱湿過程でたわみが増加し、第1サイクルを除くすべての吸湿過程で顕著なたわみの減少を示した。
3. MSクリープに及ぼす脱リグニン処理の影響は、R方向ではきわめて顕著であったが、L方向では比較的小さかった。また、含水率サイクル下の吸湿過程において、R方向では変形が増加する傾向を示したのに対して、L方向では明らかな変形の減少を示した。このような構造方向による脱リグニン処理の影響の相違は、細胞壁二次壁のマイクロフィブリルとマトリックスの相互作用に大きく依存すると思われる。すなわち、脱リグニン処理によって吸湿膨潤性を増し、剛性が小さくなったマトリックスの影響が、R方向では直接的に現れるのに対して、L方向ではマイクロフィブリルとの相互作用として現れ、 J_T に及ぼす影響が比較的小さく、また、吸湿過程でたわみが減少したものと考えられる。

木材のMSクリープに及ぼす脱リグニン処理の影響を検討してきたが、リグニンはMSクリープ機構において抑制因子でこそあれ、主役でないこと、MSクリープによって発生したセットの記憶効果においても、リグニンは記憶の度合いに影響するが、その原因ではないことは明らかであろう。

キーワード：メカノソープティブクリープ、脱リグニン、異方性、記憶効果、セットの回復

第1章 緒 論

1.1 はじめに

吸脱湿の繰り返し条件下において、応力を受けた木材は含水率一定状態下に比較して、小さな応力レベルで顕著なクリープを生じて、ときに破壊に至ることが知られている。このような水分非平衡状態にある木材の特徴的な現象は、含水率の変化と応力の相互作用によるもので、Grossman¹⁷⁾(1976)によってMechano-sorptive (MS) Creepと名づけられた。以来、この現象は広く認識されるようになった。

木材のメカノソープティブクリープ(MSクリープ)の機構については、今まで、半世紀にわたりさまざまな分野で幅広い研究が続けられてきたが、木材の細胞実質に起因するのがあるいは木材独特な細胞壁構造に起因するのかわた、統一した見解は見出されていない。この現象は木材の物性として興味深く、木材の種々の加工過程と密接に関わるとともに、木造建築の梁の安全性、耐久性を評価するための重要な指標の一つとしても関心の高い問題でもある。

MSクリープの機構について、水分脱着に際して生じる空孔が変形を促進するとの説⁴⁷⁾がある一方で、細胞壁層間の滑りなど木材独特の細胞壁構造に起因

するとする説²⁰⁾³¹⁾があるなど、現在においても、その機構を十分に説明できない状態が続いているが、着実にデータは蓄積されてきた。

MSクリープ現象の特徴の一つは、変形は主に含水率変化量に依存し、時間依存性が明確に現れないことである⁵⁾¹⁰⁾。脱湿では、弾性率が増加するにも関わらず変形が増加するのに対して、吸湿過程では、1回目以外、外部負荷に抵抗して変形が部分的に戻る。また、木材のMSクリープは応力と細胞壁の収縮・膨潤の交叉現象としてとらえるべきだと言われてきた。しかし、現象面から見ると、MSクリープはセットの累積の現れであり、過去に発生したセットの履歴(セットの記憶効果)に深く関わる¹¹⁾⁶⁰⁾と考えられる。徳本⁵⁸⁾⁵⁹⁾⁶⁰⁾(2001a, 2001b, 2001c)は吸脱湿サイクル下のクリープにおいて、小さい荷重で大きな変形が累積していく理由としてセットの累積以外に考えられないとしている。そして、特徴的なクリープ挙動を示す原因は木材構造内に刻まれた記憶効果によるところが大きいとした。また徳本⁵⁵⁾⁵⁶⁾⁵⁷⁾(1991a, 1991b, 1998)は曲げセット材の負荷履歴の吸湿による復元及び吸湿過程のクリープに及ぼす水分履歴の影響を検討することにより、あたかも負荷を加えた負荷含水率区間を記憶しているように、当該含水率区間の内と外で明らかに

異なる回復挙動を示し、MSクリープは先行する応力下の吸湿あるいは脱湿過程で生じたセットの回復と吸湿で生じる新たな水分非平衡状態下のクリープの重ね合せとして説明できると示唆した。

ところで、細胞壁の主要3成分の一つであるリグニンは、細胞同士を接着し、その疎水性によって水分運搬管束からの水分消失や拡散を防止すると同時に、細胞壁の主体である二次壁中層において疎水性の3次元ネットワークを構築し、セルロースやヘミセルロースなどの間に介在し、他成分間の接着の役割を果たすとされ、とくに湿潤状態の剛性に果たす役割が大きいとされている¹⁸⁾⁴³⁾⁶¹⁾。

伏谷¹³⁾は木材の粘弾性に及ぼす脱リグニン処理の影響を検討し、特に湿潤状態でリグニン含量の低下とともに、応力緩和が顕著となることを明らかにした。また、脱リグニン処理によって膨潤性能が高まることから、リグニンは木材の膨潤を抑制すると考えられている¹⁶⁾⁴²⁾。このような疎水性の三次元ネットワークを構築するリグニンの存在が高含水率状態における木材の弾性率の低下を適度に抑制し、これがMSクリープに何らかの寄与をしている可能性がある。

また、リグニンが木材の収縮・膨潤を抑制していることから、応力と収縮・膨潤との交叉現象としても考えられているMSクリープ現象と深く関わる可能性がある。特に、吸脱湿サイクル過程のクリープにおいて、脱湿過程のみならず吸湿過程においてもセットが発生し、これが累積すること(セットの累積性)、さらに吸湿過程のクリープ挙動にセットの記憶が反映されること(セットの記憶現象)など⁵⁵⁾⁶⁰⁾、リグニンと密接にかかわるものと考えられる。すでに、ホルマール化やアセチル化などの化学修飾によって、木材のMSクリープが著しく抑制されることが明らかにされている³⁷⁾³⁸⁾。これに対して、脱リグニン処理は吸湿膨潤性を高めることによって、MSクリープを促進するのではないかとと思われる。

そこで、本論文では、木材のMSクリープに及ぼす脱リグニンの処理の影響について実験を行い、疎水性成分がMSクリープに果たす役割を明らかにすることを目的とした。

第1章の研究背景や既往の研究に続き、第2章では、3段階に脱リグニン処理した試験片と、コントロールとして無処理試験片を用いて、3種類の負荷条件: Adサイクル(はじめの吸湿過程で負荷、次の脱湿は無負荷、以後これを繰り返す)、Daサイク

ル(はじめの脱湿過程で負荷、次の吸湿過程は無負荷、以後これを繰り返す)、そして連続負荷のADサイクルのもとで、水分サイクル過程における曲げクリープに及ぼす脱リグニン処理の影響を検討した。

第3章では、水分サイクルで生じたセットの回復挙動を検討し、吸湿または脱湿の単一プロセスによって生じたセットの回復結果と比較した。脱リグニン処理レベルは、弱(W)、中(M)、強(S)の3種類とし、また無処理材をコントロール試験片(C)として用意した。水分サイクル試験片では、荷重条件は、“Ad”、“Da”、“AD”の3種類とし、単一プロセス試験片として“A”:吸湿時負荷、“D”:脱湿時負荷を用いた。

第4章では、ヒノキ繊維方向試験片を用いて、水分サイクル過程における曲げクリープに及ぼす脱リグニン処理の影響を検討した。また、木材のMSクリープに及ぼす脱リグニン処理の影響を放射方向と繊維方向で比較し、検討した。

1.2 既往の研究

1.2.1 水分非平衡状態下のクリープ

木材のクリープに及ぼす湿度変化の影響については、竹山⁵⁴⁾(1944)の報告が初めてみられる。含水率平衡状態にない木材梁の匍匐について、初めての機能説明は鈴木⁴⁶⁾(1952)が吸湿過渡状態の異常匍匐の原因として、木材の実質の非晶部分が水分移動の際に、一時的に常態より弛んだ構造をとり、内部摩擦の変化をもたらすものと推論した。大草、林³⁹⁾(1956)及び大草、林、小迫⁴⁰⁾(1956)は、木材を放湿及び吸水させることによって横方向の収縮・膨潤に及ぼす応力の影響を検討し、含水率が変化する過程では木材の可塑的な変形性能が異常に増大することを明らかにした。彼らの説明では、一定量の水分を含んでいる木材は、その木材-水系に全体として一つの平衡状態が存在する。その状態に各分子は相互の力関係によって最も安定した位置にあり、従って外力に対して最も有効に抵抗し得る。水分変動状態では、一つの状態から次の平衡状態に移らなければならない。その間に、ある有限な時間が必要で、しかも、その遷移状態において、各分子相互間の凝集力が完全に働かない状態にある。従って、応力による位置転移の可能性が高まり、変形性能が一時的に増大することになる。以後、オーストラリアの研究者によって精力的に研究が行われた。

研究の初期段階に、Armstrong and Kingston³⁾(1960)は生材乾燥過程のクリープ速度が試験体の寸法によってかなり異なることから、これは水分勾

配の影響によると指摘した。そこで、Armstrong and Christensen⁴⁾(1961) や藤田, 中戸¹²⁾(1965) は、木材の内部に水分傾斜ができにくい非常に薄い木材を用いて、クリープ試験でも含水率変化によるクリープが大きく発生することを確認した。さらに、Christensen¹⁰⁾(1962) はたわみが水分勾配によるものではなく、含水率変化量により決まるとした。Armstrong and Kingston⁵⁾(1962) も水分の変化速度より変化範囲が変形への寄与が大きいことを示した。Hearmon and Paton¹⁹⁾(1964) は断面 2 cm×2 cm の小試験体を用いて、水分サイクル下のクリープを検討し、異なる荷重レベル下のクリープ挙動により応力限界が存在することを示唆した。Schniewind⁴⁴⁾(1967) は周期的な水分変動条件下において、小試験片のクリープ破壊寿命が顕著に減少し、その減少の範囲は試験片全体に含まれた水分に優先的に関係すると説明した。

Erikson and Noren¹¹⁾(1965) はより小さい試験体の水分サイクル下の縦引張りクリープを検討し、変形増加の機構について、脱湿の水素結合の切断がセルロース分子鎖の滑りを誘起し、滑った位置で再結合する。一方、吸湿のクリープの回復は、先行する脱湿過程に生じたひずみが凍結されたような記憶効果によるものと説明した。さらに、徳本⁵⁵⁾⁵⁷⁾⁶⁰⁾(1991a, 1998, 2001c) はこのような MS クリープは吸湿、脱湿ごとに生じたセットの増加によるもので、セットの累積・記憶と深く関連していると示している。一方、Gibson¹⁵⁾(1965) も水素結合の切断と再結合に基づいて説明を試み、除荷後の吸湿によるクリープの回復は、吸湿による多数の結合の弛緩に由来するとともに、試験片内部の弾性的応力によるものとした。Bethe⁹⁾(1969) は、MS クリープ機構を解明するため、水分サイクル下の繊維方向の曲げ試験を行い、密度が高いほど、ヤング率が高いほど、たわみが小さいことを報告した。

その後、Grossman¹⁷⁾(1976) はその時点までの MS クリープに関する基礎的な研究結果を総括した。その特徴は主に次のとおりである。

- a) 時間に依存せず、応力と含水率変化量によって決まる⁵⁾¹⁰⁾。
- b) 吸湿過程と脱湿過程の違いに関わらずに進行する⁵⁾¹⁰⁾。
- c) 水分定常状態の拡散過程では発生せず、木材の収縮・膨潤と関係している⁶⁾。
- d) 湿度の周期的な繰り返し変動下におけるクリープでは、初めの吸湿過程とすべての脱湿過程でク

リープは進行し、2 サイクル目以降の吸湿過程ではクリープが回復する⁴⁾¹⁵⁾¹⁹⁾。

e) 線型と非線型の応力限界が存在する。

1.2.2 モデル化の試み

MS クリープの理論的あるいは数式的な検討が、竹村⁴⁷⁾⁴⁸⁾⁴⁹⁾⁵⁰⁾⁵¹⁾⁵²⁾⁵³⁾(1966, 1968a, 1968b, 1970a, 1970b, 1972a, 1972b), Leicester²⁹⁾(1971), Ranta-Maunus⁴¹⁾(1975), 中野³⁴⁾³⁵⁾³⁶⁾(1996a, 1996b, 1996c) によって行われた。竹村は、木材の脱湿過程における応力緩和に基づいたクリープが含水率一定条件に比べて顕著であるのは脱湿過程に水分子遷移により、一時的に空孔を形成し、不安定状態となるとした。さらに竹村は脱湿過程のクリープの理論式を導き、その理論式の妥当性をクリープ試験によって検証した。Leicester も脱湿過程のクリープに対する定量化を試み、木材の弾性率と水分定常状態下のクリープに対する含水率の影響を考慮して、MS クリープの数学的モデルを提案した。これに対して Ranta-Maunus は、吸脱湿の繰り返し変動下における MS クリープの定式化を行い、クリープ過程における含水率変化の種類に応じて MS クリープの特性値を決める係数が異なる数学的モデルを提案した。その係数を、脱湿過程と初めて経験する吸湿過程、及び吸湿過程の 3 種類に分けている。Ranta-Maunus が提案した MS クリープに関する理論式は、MS クリープに及ぼす応力作用下の水分履歴の影響を考慮した点がこれまでのモデル化と異なっていた。

Hunt²¹⁾(1984) は Ranta-Maunus が提案した MS クリープの数学的モデルの係数について実験的に検討を行った。その結果、その係数は定数ではなく、クリープひずみに依存することが明らかになった。さらに、MS クリープ量の増加にはある限度が存在し、その限度に到達した状態では吸湿及び脱湿過程に対してクリープが可逆的に変動することを示した。また、Hunt²²⁾(1986) は低い応力レベルにおいて、引張りと曲げは類似の結果が得られ、MS クリープはマイクロフィブリル傾角と密接に関わることを報告した。Hunt²³⁾(1987), Hunt, Shelton²⁴⁾(1988) は、より高い負荷と水分履歴を与える吸湿脱湿1サイクル水分履歴を経験させ、次の水分サイクル下において、MS クリープが増加しない、曲げクリープコンプライアンスの安定状態になることを明らかにした。また、Hunt²⁵⁾(1989) は水分サイクル下において圧縮、曲げ、引張りのクリープの線型性を検討した。そして、中野は、空孔理論から水分

非平衡状態下のクリープの理論式を導き、定常と非定常クリープにおけるエントロピーの差を検討し、脱湿過程における過度のエントロピーの減少が以後の吸湿過程でクリープの回復に寄与していることを示唆している。

1.2.3 構造モデルに関する提案

吸脱湿の繰り返し変動下におけるMSクリープの構造モデルに関する検討はBoyd⁹⁾(1982)、椋代、矢田³¹⁾³²⁾³³⁾(1986, 1987, 1988)が行っている。Boydは、マイクロフィブリルがマトリックスを両側から包み込んで上下端が接合されたレンズ状のモデルを提案し、Grossmanが総説で示したMSクリープモデルが整えるべき要件の一つ一つを検証している。椋代、矢田は、木材の含水率変化に伴って細胞壁のS1層とS2層の間にすべり面を想定し、その結果として細胞壁の各層に与えられた応力の状態が変化するモデルを提案し、基本モデルを圧縮側と引張り側それぞれ配置した曲げモデルを組み立て、水分サイクル下における曲げクリープの挙動を定性的によく説明することを示した。

1.2.4 MSクリープに関する他の研究

木材を建築構造材として使用する上での安全性・耐久性指標となるクリープ性能評価の目的で、MSクリープに関する実用上の検討が行われている。Schniewind and Lyon⁴³⁾(1973)は断面寸法(2×2 in)の比較的大きい試験体を用いて、水分サイクル下において破壊寿命が水分一定条件下、そして小試験体に比べて、かなり小さいことを示した。近年、自然環境下における実大材の水分変動下におけるクリープが検討されている。荒武、有馬¹⁾²⁾(1995, 1996)はスギ大断面材のMSクリープ試験を行って、一定荷重下におけるMSクリープ変形挙動が予測できることを報告した。Lu and Leicester³⁰⁾(1997)は梁の含水率変動を予測するFick則に基づいて、自然条件下の経日、経年の温、湿度変動をモデル化し、それに起因する梁のMSクリープを分析した。これに対して、川添、祖父江、平井²⁶⁾(2001)及び川添、祖父江²⁷⁾(2001)は自然環境下及び湿度周期変動下において試験体の断面寸法の影響を検討した。これに加えて、Bengtsson⁷⁾(2001)はMSクリープに及ぼす材料パラメータ(年輪幅、木理傾斜角、節、あて材、密度や弾性係数)の影響を検討し、いずれのパラメータでも、現象面でMSクリープの違いを説明できないと示した。

現象面から、徳本⁶⁰⁾(2001c)は水分サイクル下におけるMSクリープが吸湿あるいは脱湿によって

生じたセットの累積効果に深くかかわることを示した。水分サイクル下の曲げクリープは、連続負荷の半分をそれぞれ吸湿と脱湿に振り分けて得られたハーフサイクル負荷の二つ曲線に分解できることが示され、この重ね合せの検討から、含水率サイクル下のクリープは、脱湿のみならず吸湿過程で発生したセットの累積とその記憶効果に強く依存することが示されている。

第2章 放射方向のMSクリープに及ぼす脱リグニン処理の影響

2.1. 緒言

木材のメカノソープティブクリープ(MSクリープ)は、外力と水分吸着の相互作用によって発生する。この複雑な現象に対していくつかの仮説が提案され、この挙動に関する知識は蓄積されてきた。一つの典型的な現象として、連続負荷のもとでのMSクリープは、負荷下の脱湿/吸湿過程における新たなクリープ変形と、無負荷下の吸湿/脱湿過程におけるセットの回復の重ね合わせに等しいことが示され、あたかも木材は、負荷を受けた含水率変区間を記憶しているかのように振る舞うことが知られている。本章では、放射方向試験片のMSクリープに及ぼす脱リグニン処理の影響を検討することによって、この疎水性成分のMSクリープに対する役割を明らかにすることを試みた。

無処理(C)及び脱リグニンの軽度処理(W)、中度処理(M)、強度処理(S)を施したヒノキの横方向試験片を用いて、はじめに、含水率サイクル(RH40%~RH94%)においてハーフサイクルごとに負荷と除荷を繰り返すAd(吸湿時負荷, 脱湿時無負荷)及びDa(脱湿時負荷, 吸湿時無負荷)過程におけるたわみの変化を検討し、次にフルサイクル負荷(AD)におけるMSクリープを検討した。

2.2 実験方法

2.2.1 試験片

ヒノキ(*Chamaecyparis obtusa* Endl.)気乾材から、幅(L)×厚さ(T)×長さ(R):10mm×3mm×120mmの短冊型試験片を連続的に作製した(Fig. 2-1)。あらかじめ試験片の曲げヤング係数を求めて、一定範囲内のものを実験に供試した。

2.2.1 脱リグニン処理

亜塩素酸ソーダ法¹³⁾によって試験片の脱リグニン処理を行った。処理液はNaClO₂20g+CH₃COOH13ml+蒸留水967mlとした。所定処理時間内に均一な脱リグニン処理が行なわれるように、処理

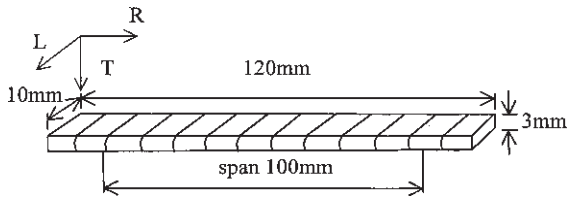


Fig. 2-1. Specimen for bending creep test (radial specimen).

Notes : L : longitudinal, R : radial, T : tangential.

液に試験片を浸漬し、5時間の減圧処理を行った後に、温度40°Cで10時間処理、30時間処理、30時間処理の2回繰り返しを行って、それぞれ軽度処理(W)、中度処理(M)、強度処理(S)とした。比較のために無処理材(C)を用いた。

脱リグニン処理後、試験片を流水中で5日間洗浄し、その後1週間以上にわたって風乾した。さらに、恒温恒湿器内で次第に温度、湿度を高めて、温度80°C、相対湿度(RH)98%条件で2時間のコンディショニング処理を行った。コンディショニング後、ゆるやかに冷却し、温度20°C、RH40%で48時間以上の調湿を行って実験に供試した。

なお、脱リグニン処理前後の全乾重量の差から重量減少率を求め、実験終了後の試験片を用いて、硫酸法²⁸⁾によってリグニン含量を求めた。

2.2.3 たわみの測定

20°C一定の恒温恒湿器に設置したスパン10cmの曲げ試験台を用いて、ガラス製の内扉の挿入孔をとおして負荷、除荷の操作を行った。曲げクリープ実験では、中央集中荷重を加え、スパン中央のたわみをガラス窓越しにデジタル式読み取り顕微鏡(精度1/100mm)で測定した。読み取り顕微鏡は移動可能な測定台上に設置し、測定時以外は外扉の開閉に支障のない場所に移動した。また、読み取り顕微鏡にCCDカメラを取り付けて、測定部を液晶画面に拡大し、固定基準点と試験片にマークした標点との差からたわみを求めた。同時に9試験体の曲げクリープ試験が行えるようにした。

なお、各曲げクリープ試験片のすぐ近くにそれぞれ含水率測定用の試験体をおいて、たわみ測定後に天秤を用いて重量変化を測定した。

2.2.4 含水率サイクルにおける負荷条件

含水率サイクルにおけるセットの累積を明らかにする目的で、負荷と除荷を繰り返すAd(吸湿過程に負荷し、脱湿過程は無負荷する)とDa(脱湿過程に負荷し、吸湿過程は無負荷とする)の2つの含水率サイクルにおいて、クリープとクリープ回復を

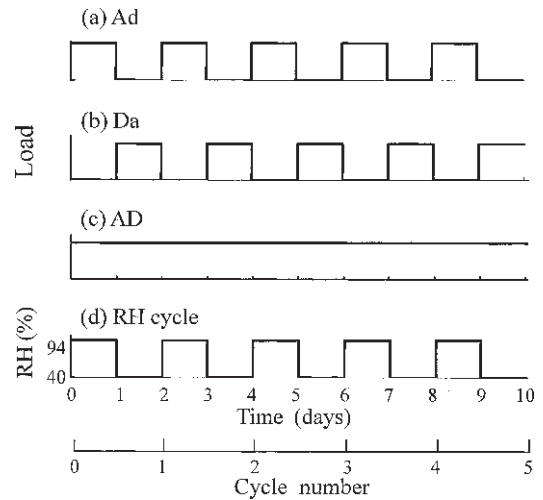


Fig. 2-2. Schematic diagram of loading conditions during humidity cycles.

Notes : (a) Ad: adsorption under load and desorption under zero-load,
(b) Da: desorption under load and adsorption under zero-load,
(c) AD: continuous load during adsorption and desorption,
(d) Relative humidity (RH) cycles.

Table 2-1. Applied loads for bending tests.

Specimens	Applied Load (N)		
	Ad	Da	AD
C	1.18	1.18	1.18
W	0.59	0.59	0.59
M	0.29	0.29	0.29
S	0.29	0.29	0.29

Notes : C: control,

W: delignifying treatment for 10 hours,

M: delignifying treatment for 30 hours,

S: delignifying treatment for 30 hours two times.

繰り返す過程のたわみ変化を測定した。さらに、3番目の条件である連続負荷(AD)における曲げクリープの測定を行った。前者(Ad及びDa)と後者(AD)の負荷条件をそれぞれハーフサイクル負荷とフルサイクル負荷と呼ぶ。なお、以後、吸湿過程と脱湿過程における負荷の有無を区別するために、それぞれの負荷過程をAとDで表し、無負荷の場合はaとdで表すものとした。

これら3つの負荷条件を模式的に表すとFig. 2-2のとおりである。吸湿に24時間、脱湿に24時間を設定し、1サイクルを48時間とし、Ad, Da, そしてADのそれぞれのサイクルについて、10日間に

及ぶ5サイクルの実験を行った。曲げ負荷は、Table 2-1に示すとおりで、無処理試験片(C)、脱リグニン処理試験片(W, M, S)のそれぞれのRH40%条件における比例限荷重の約1/3に設定した。これらの3条件の含水率サイクルにおける曲げクリープ実験終了後に、吸湿サイクルにおけるクリープ回復も併せて測定した。

試験条件は、脱リグニン処理の3条件(W, M, S)と無負荷(C)のコントロールを合わせて4条件、一方負荷条件は3種類で、各条件の試験片数は3体ずつ、全部で36体、含水率測定用試験片数も36であった。測定値にはすべて3試験片の平均値を用いた。

2.3. 結果と考察

2.3.1 リグニン含有量と瞬間コンプライアンス

重量減少率と硫酸法で求めたクラソンリグニン含有量の関係を Fig. 2-3 に示す。図のように、重量減少率が高くなるに従って、リグニン含有量はほぼ直線的に減少した。リグニン含有量はC(無処理):31.7%, W:24.9%, M:16.3%, S:12.4%であった。脱リグニン処理が強くなるほど、試験片はより白くなった。

温度20°C一定で、RH40%及びRH94%における各試験片の平衡含水率を Fig. 2-4 に示した。平衡含水率は低湿度側(RH40%)ではほぼ一定であるのに対して、高湿度側(RH94%)でリグニンの含有量の減少に伴って増加した。RH40%とRH94%の範囲で吸脱湿を繰り返す時の含水率変化幅(以後、含水率区間)はそれぞれC(無処理):11.5%, W:13%, M:16.6%, S:17.6%を示し、無処理(C)に比較しS処理で約6%広がった。

瞬間コンプライアンス(J_0)に及ぼす脱リグニン処理の影響を Fig. 2-5 に示す。低湿度側のRH40%においてはリグニン含有量の減少に従って J_0 は若干増加するのに留まるが、高湿度側のRH94%における J_0 の増加は顕著であり、その増加の様子をRH40%に対する比でみると、それぞれC(無処理):1.3, W:1.5, M:1.8, S:2.6となった。

2.3.2 Ad及びDaサイクル負荷におけるコンプライアンスの変化

Fig. 2-6に、Ad(吸湿時に負荷、脱湿時に無負荷の繰り返し)及びDa(脱湿時に負荷、吸湿時に無負荷の繰り返し)におけるコンプライアンスの経時変化を示した。図のとおり、無処理材では、クリープで生じたたわみが次の無負荷のハーフサイク

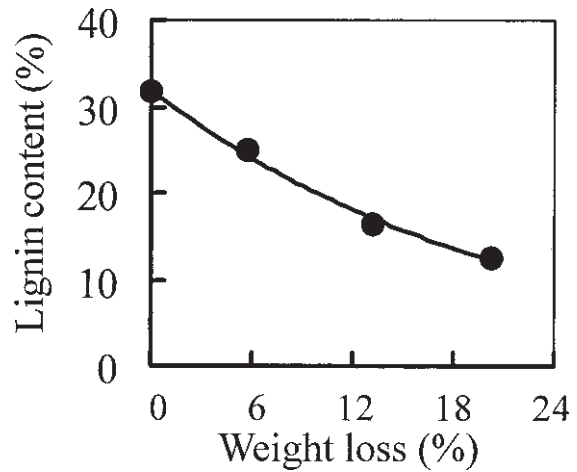


Fig. 2-3. Relationship between weight loss and lignin content.

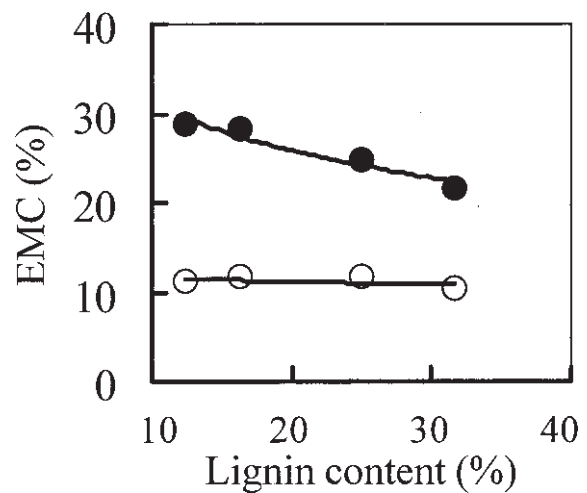


Fig. 2-4. Effect of delignification on EMC (Equilibrium Moisture Content).

Legends : ○ RH40%, ● RH94%.

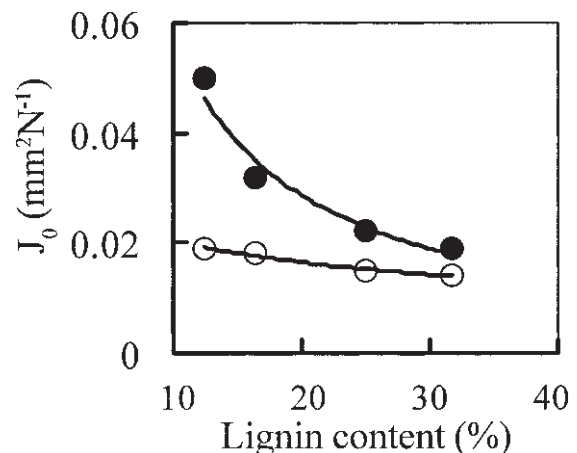


Fig. 2-5. Effect of delignification on instantaneous compliance (J_0).

Legends : ○ : RH40%, ● : RH94%.

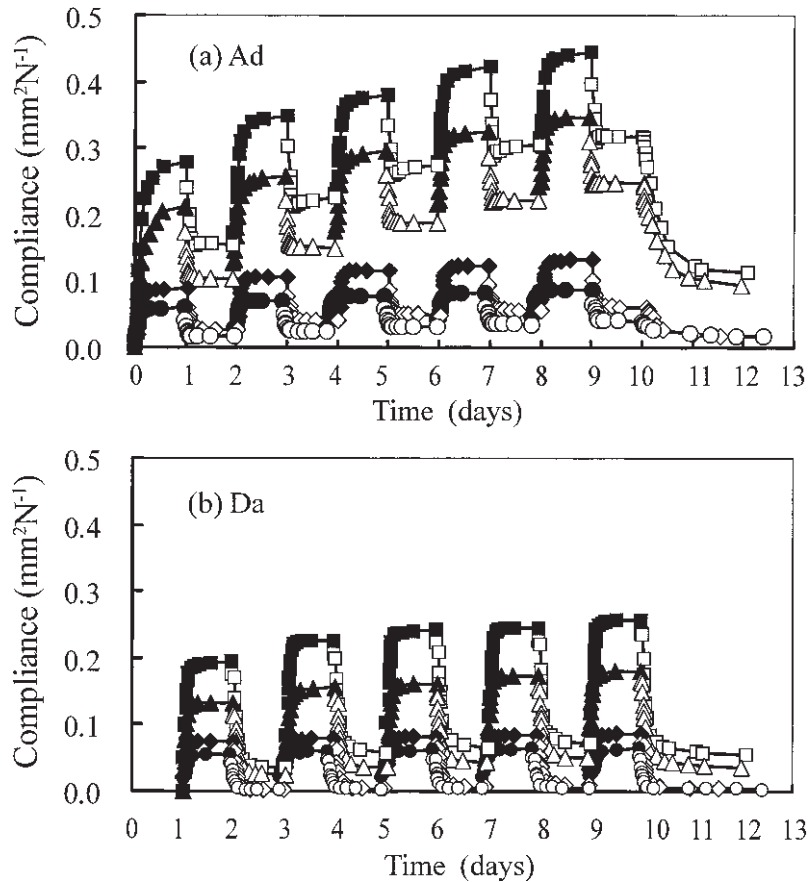


Fig. 2-6. Creep compliance during Ad and Da cycles.

Legends : ●, ○ : "C", ◆, ◇ : "W", ▲, △ : "M", ■, □ : "S".

Notes : Filled symbols : under load, open symbols : under zero-load.

ルでほぼ回復し、また振幅が小さい。一方、脱リグニン処理試片では、クリープとクリープ回復曲線がつくる鋸歯状の振幅が大きく、また、脱リグニン処理レベルが強くなるほどたわみの増加が顕著である。このサイクルに伴う増加の傾向は、DaよりAdにおいて顕著であった。5サイクル後のトータルコンプライアンス (J_T) のDaに対するAdの比をとると、無処理(C)の1.3に対して、S処理では1.7と大きい値を示した。

Fig. 2-7には、Ad及びDaの含水率サイクルにおけるクリープ(実線)とクリープの回復(点線)を、含水率用測定試片から求めた含水率軸に対して示している。Adでは、第1サイクルの吸湿過程でのクリープ曲線の傾きが一番大きく、2サイクル以後急激に減少した。これに対して、Daの脱湿過程でのクリープ曲線の傾きはサイクルによってほとんど変化しなかった。

Fig. 2-8に各サイクルのクリープ曲線の傾き

($\Delta J/\Delta u$)とサイクル数の関係を示す。図のとおり、Adでは脱リグニンのM処理、S処理試片の $\Delta J/\Delta u$ が吸脱湿を繰り返すことによって、急激に減少している。これに対して、DaのM処理、S処理ではわずかながら増加を示した。しかし、無処理(C)とW処理では、両サイクルともに $\Delta J/\Delta u$ はサイクルを通じてほとんど一定であった。S処理についてAdの1サイクルの傾き($\Delta J/\Delta u$)に対する5サイクルの傾き($\Delta J/\Delta u$)の比を求めると0.54であり、Daのそれは1.17であった。ここで特徴的なことは、吸湿過程のクリープの傾きが第1サイクルで一番大きく、2サイクル以降で急激に減少することである。

Ad及びDaの曲げクリープ曲線の傾きとリグニン含有量の関係について、第1サイクルと第5サイクルを比較してFig. 2-9に示した。Adの第1サイクルの吸湿過程のクリープ曲線の傾きは、リグニン含有率が減少するとともに顕著に大きくなることを示す。しかし、第5サイクルになるとリグニン含

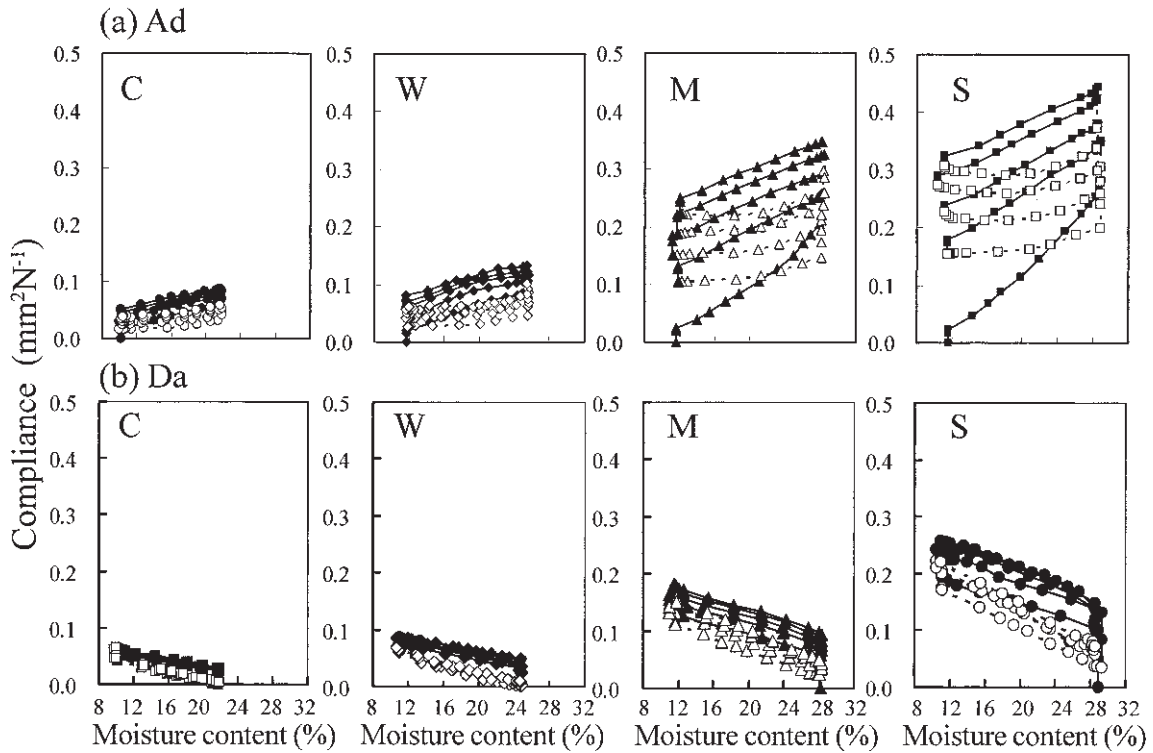


Fig. 2-7. Compliance as function of MC during Ad and Da cycles.

Legends : ● , ○ : “C”, ◆ , ◇ : “W”, ▲ , △ : “M”, ■ , □ : “S”.

Notes : Filled symbols : under load, open symbols : under zero-load.

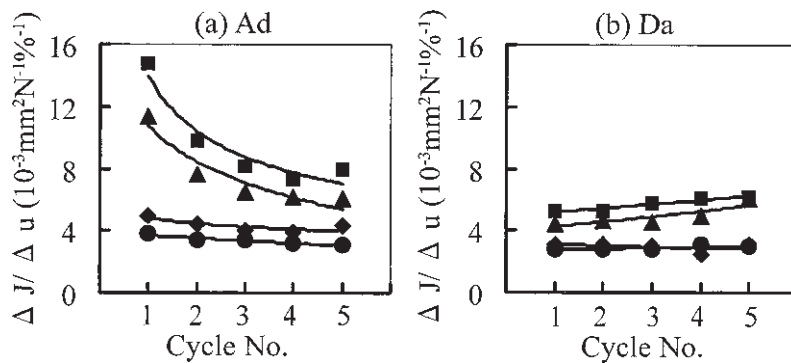


Fig. 2-8. Increment of creep compliance per unit moisture content change during Ad and Da cycles.

Legends : ● : “C”, ◆ : “W”, ▲ : “M”, ■ : “S”.

Notes : ΔJ : change of creep compliance, Δu : change of moisture content.

有率の減少に伴う傾きの増加割合が著しく小さくなった。これに対して、Daでは、傾きに及ぼす脱リグニン処理の影響は小さく、第1と第5のサイクルともほぼ同様の増加傾向を示した。Fig. 2-9の第1サイクルにおいて、脱湿過程に対する吸湿過程の $\Delta J/\Delta u$ の比を検討すると、無処理(C)の1.4から強度処理の2.8へと大きくなった。脱リグニン処理レベルが強くなるほど、脱湿と吸湿におけるMSクリープ係数の差がより大きくなった。

2.3.3 セットの累積効果

Fig. 2-10に、Ad及びDaの第1サイクルを模式図で表した。Adでは、低湿度側の瞬間コンプライアンスを J_0 、高湿度側のトータルコンプライアンスを J_T 、徐荷後に低湿度側に戻った時点での残留コンプライアンス(セットコンプライアンス)を J_s と表記した。一方、Daでは、高湿度側の瞬間コンプライアンスを J_0 、低湿度側のトータルコンプライアンスを J_T 、徐荷後の残留コンプライアンス(セットコンプライアンス)を J_s と表した。第2サイクル以降についても、第1サイクルに準じて

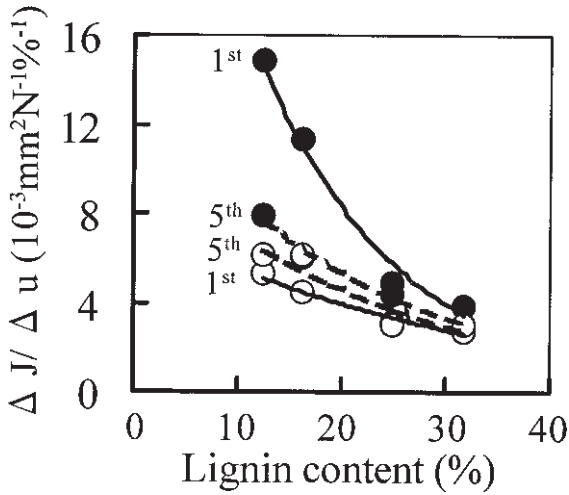


Fig. 2-9. Comparison of $\Delta J / \Delta u$ between first and fifth humidity cycles.

Legends : ● : Ad cycles, ○ : Da cycles.

J_T, J_s を定義した。

Fig. 2-11は、このように定義した J_T 及び J_s のサイクルに伴う変化を示す。Ad 及び Da の両サイクルともに、脱リグニン処理のレベルが高くなるとともに、 J_T, J_s がサイクルに伴って増加する傾向が明らかである。この傾向は、とくに Ad において顕著であった。

Fig. 2-12は各サイクルにおける J_T に対する J_s の比を示す。Ad では、 J_s/J_T は脱リグニンが進むほど高い値を示し、また、サイクルを経る毎に増加する傾向が認められる。一方、Da の J_s/J_T は Ad よりも明らかに高い値を示し、無処理 (C) の約80%から S 処理の90%まで増加する傾向を示すが、サイクルに伴う変化は認められなかった。

以上のとおり、Ad では、吸湿過程のクリープによって発生した J_T のかなりの成分が高湿度側で除荷された後に残留し、この成分が無負荷の脱湿サイクルで少し減少するが、一種のドラインセットとなって J_s となる。そして、サイクルとともに J_s/J_T が増加し、セットの累積そしてクリープの累積に大きく寄与する。一方、Da では、各サイクルで発生した J_T 、そしてその大部分がセットされて J_s となるが、続く無負荷の吸湿サイクルで大きく回復する。しかし、それでも一定成分がセットとして残り、Da におけるセット及びクリープの累積に寄与する。

2.3.4 AD サイクル負荷におけるクリープ

Fig. 2-13は、フルサイクル負荷 (AD) における曲げクリープの時間経過を示す。5 サイクル後の経過は、除荷後の吸湿に伴う回復を表している。併せて示したサイクルに伴う含水率変化曲線の振幅は脱

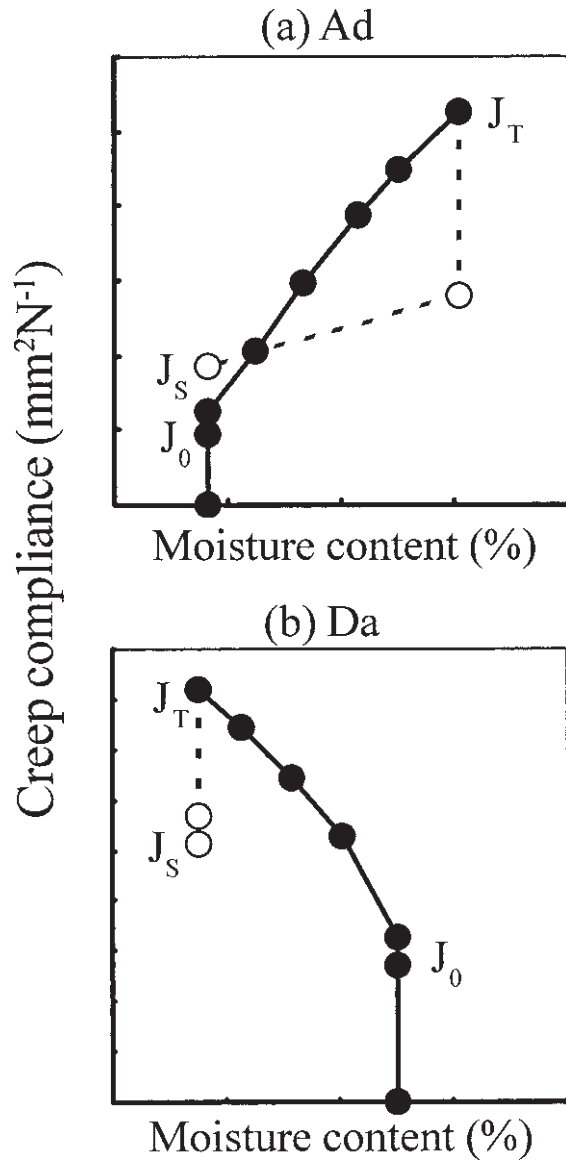


Fig. 2-10. Schematic representation of Ad and Da cycle.

Legends : Filled symbols : under load, open symbols : under zero-load.

Notes : J_0 : instantaneous compliance, J_T : total compliance, J_s : set compliance.

リグニン処理による含水率区間の拡大による。AD においても脱リグニン処理によってクリープが顕著に増加し、特に M 処理、さらに S 処理における増加が著しい。5 サイクル後の無処理材に対するトータルコンプライアンスの比はそれぞれ W : 1.3, M : 3.3, S : 5.2 となった。

Fig. 2-14は AD の曲げクリープ経過を含水率軸に対して示す。無処理 (C) 及び脱リグニンの W 処理では、第1サイクルの吸湿過程が大きく寄与することを示しているが、クリープ曲線がほとんど平行に重なるためその特徴は明らかではない。一方、

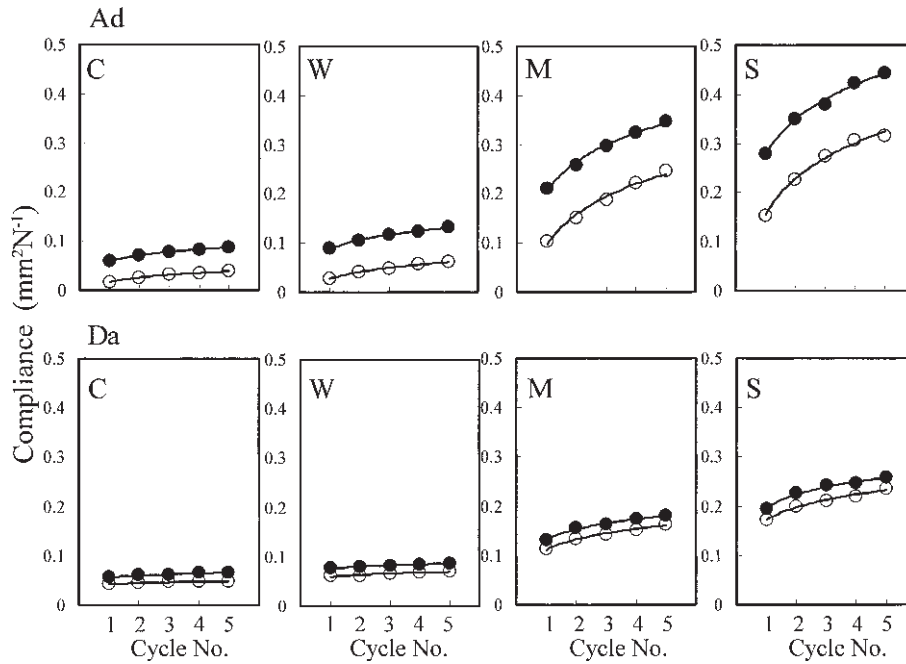


Fig. 2-11. Increase of J_s and J_T with cycle.

Legends : ○ : J_s ● : J_T .

Notes : J_s : set compliance, J_T : total compliance.

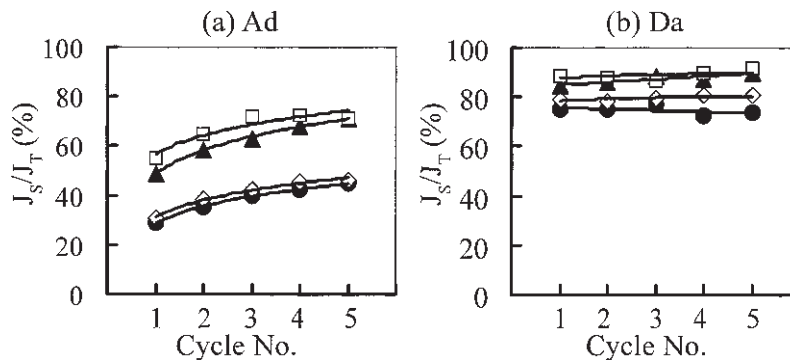


Fig. 2-12. Change ratio of J_s to J_T for with cycle during Ad and Da cycles.

Legends : ● : “C”, ◇ : “W”, ▲ : “M”, □ : “S”.

Notes : J_s : set compliance, J_T : total compliance.

クリープが顕著に増加した M 処理, さらには S 処理では, 第 1 サイクルのみならず, 2 サイクル以降においても吸湿過程のクリープが増加する傾向が明らかである。また, 脱湿過程においては, 処理レベルが強くなるほど高含水率側でクリープが停滞ないし若干の減少を示し, 含水率 20% 前後に最小値を示した後, 再び増加に転じている。このような上に凹を示す脱湿サイクルのクリープ曲線は, 繊維方向の曲げにおいても認められている²⁰⁾。

Fig. 2-15 に, AD の 5 サイクル後のトータルコンプライアンス (J_T) を示した。図から明らかなようにリグニン含有量の減少に伴って, J_T は急激に増

加する傾向が見られた。とくに, M 処理から S 処理に至る J_T の増加が顕著であった。

2.3.5 J_0 と J_T の関係

Fig. 2-16 に, Ad, Da そして AD の 3 つの含水率サイクルにおける瞬間コンプライアンス (J_0) と 5 サイクル後のトータルコンプライアンス (J_T) との関係を示した。図からみると, 負荷 3 条件のいずれに対しても, J_0 と J_T の間に直線関係が認められた。一方, 負荷条件による J_T の大きさは, AD > Ad > Da の順となった。MS クリープが弾性率 (コンプライアンスの逆数) に依存することは, すでに報告されているとおりである⁸⁾。

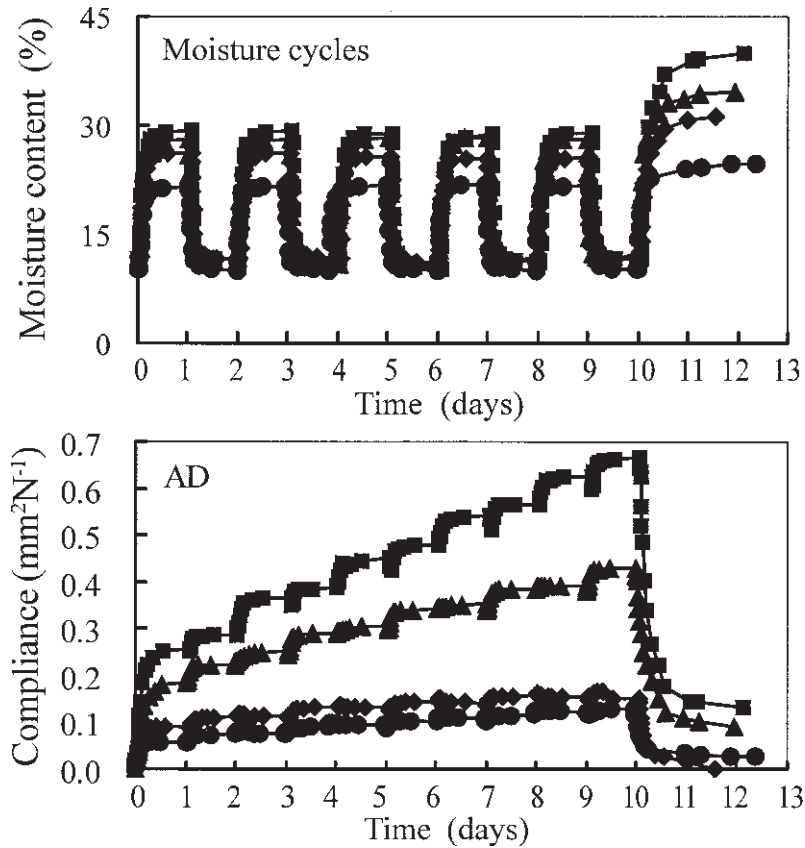


Fig. 2-13. Effect of delignification on bending creep during moisture cycling under continuous load: AD cycle.
Legends : ● : "C", ◆ : "W", ▲ : "M", ■ : "S".

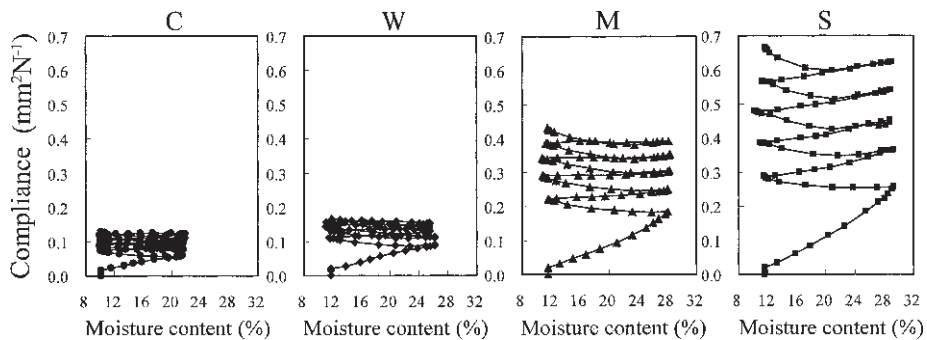


Fig. 2-14. Creep compliance as function of MC during moisture cycling (AD).
Legends : ● : "C", ◆ : "W", ▲ : "M", ■ : "S".

ここで、ハーフサイクル負荷の A_d 及び D_a による J_T を重ね合わせると、フルサイクル負荷の AD による J_T とよく一致することがわかった。この結果は、フルサイクル負荷の AD におけるクリープはハーフサイクル負荷の A_d と D_a の重ね合わせとして説明できること、 D_a よりも A_d の寄与がより大きいことを表している。

2.4. 結論

無処理 (C) 及び脱リグニンの軽度処理 (W),

中度処理 (M), 強度処理 (S) を施したヒノキの横方向試片を用いて、はじめに、含水率サイクル (RH40%~RH94%) においてハーフサイクルごとに負荷と除荷を繰り返す A_d (吸湿時負荷, 脱湿時無負荷) 及び D_a (脱湿時負荷, 吸湿時無負荷) 過程におけるたわみの変化を検討し、次にフルサイクル負荷 (AD) における MS クリープを検討した。得られた結果は次のとおりである。

- 1) 脱リグニン処理によって、瞬間コンプライアンス

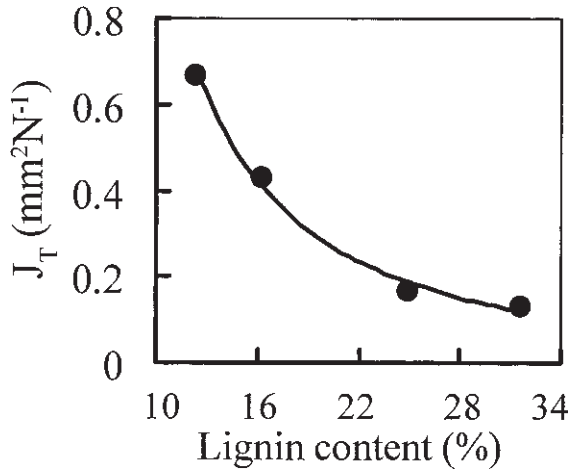


Fig. 2-15. Relationship between lignin content and total compliance (J_T) under continuous load.

ス J_0 と吸湿性が増加した。

- 2) ハーフサイクル負荷の Ad と Da の両過程における、吸湿/脱湿過程のクリープ係数 ($\Delta J/\Delta u$) は、脱リグニン処理によって増加し、生じた変形がセットされ易くなった。この傾向は Ad において顕著であった。
- 3) フルサイクル負荷の AD 過程の MS クリープは、脱リグニン処理によって顕著に増加し、強度に脱リグニン処理した試片では、吸湿過程の第 1 サイクルのみならず、第 2 サイクル以降においてもクリープが増加した。
- 4) 脱リグニン処理によって増加したトータルコンプライアンス J_T と瞬間コンプライアンス J_0 の間にはきわめて高い相関が認められた。
- 5) ハーフサイクル負荷の Ad と Da の両過程の J_T を重ね合わせると、フルサイクル負荷の J_T とよく一致した。

以上の結果から、脱リグニン処理の影響は、量的には顕著であるが、定性的に見ると、木材の MS クリープの基本的な性格を大きく変えるものではないと考えられる。

第 3 章 放射方向試験片のセットの回復

3.1 緒言

応力と水分吸着の交叉現象である MS クリープは、木材のみならず、吸湿性の他材料へとその現象が幅広く認められるようになった。しかし、木材の MS クリープ機構の解明は、まだ未解決であって、むしろ、応力と収縮・膨潤との間の交叉現象としてとらえるべきだともいわれてきた。しかし、一方で、MS クリープ現象に関係するデータは、着実に蓄積

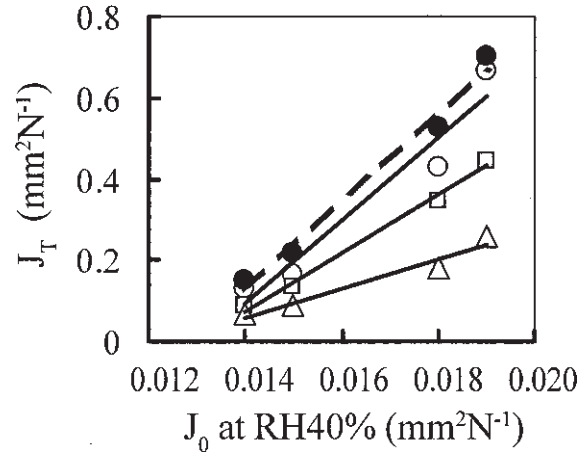


Fig. 2-16. Relationship between J_0 and J_T .
Legends: \square : Ad, \triangle : Da, \circ : AD, \bullet : Ad+Da (calculated).

Notes: J_0 : instantaneous compliance, J_T : total compliance.

されている。

現象面から見ると、MS クリープはセットの累積及びセットの記憶効果と密接に関係する¹¹⁾⁶⁰⁾。MS クリープによって発生したセットは、吸湿過程の負荷と脱湿過程の負荷では、そのセットの回復経過が全く異なる⁵⁵⁾⁵⁷⁾⁶⁰⁾。また、負荷下で吸脱湿を繰り返した含水率範囲を超えて、新たな含水率域まで吸湿させると、クリープ変化率は急変する²¹⁾。木材は、負荷下の含水率範囲をあたかも記憶しているかのように見える。

前章では、メカノソープティブ (MS) クリープのメカニズム解明のための一つの試みとして、木材の疎水性の主要構成成分であるリグニンと MS クリープにおけるセットの累積性や記憶効果との関係に注目し、異なるレベルで脱リグニン処理したヒノキ放射方向試験片を用いて、MS クリープに及ぼす脱リグニンの影響を検討した。その結果、トータルコンプライアンスは、脱リグニン処理によって顕著に増加したが、コントロールに対する処理材のコンプライアンスの比でみると、瞬間コンプライアンスの比と比例した。このことから、脱リグニン処理は MS メカニズムに顕著な定量的な変化をもたらすが、定性的なシステムは変化しないと考えた。

本章では、前章で 3 段階に脱リグニン処理し、3 種の負荷条件のもとで含水率サイクル過程のクリープをうけた曲げセット試片を供試し、吸湿過程のセットの回復と履歴の関係を考察することを目的とした。また、同様に段階的に脱リグニン処理した試片を用いて、単一の吸湿あるいは脱湿過程のクリー

プによるセット試片を調製し、含水率サイクルによるものと比較した。

3.2. 実験方法

3.2.1 試験片

第2章において含水率サイクルにおけるMSクリープ実験後に、RH40%において除荷した試験片 (Fig. 2-1 参照) を用いた。また、比較のために、あらたに同様の3段階の脱リグニン処理を行った試験片を用意し、単一の吸湿あるいは脱湿過程のクリープによるセット試片を調製した。

試験片は処理レベルによって、それぞれ軽度処理 (W)、中度処理 (M)、強度処理 (S) とし、比較のために無処理材 (C) を用いた。Table 3-1 に無処理 (C) 及び脱リグニン処理試験片 (W, M, S) のリグニン含有率と重量減少率を示した。リグニン含有率の減少とともに、RH94%における平衡含水率が増加し、RH40%~RH94%における繰り返し含水率区間は、無処理 (C) の10%から強度処理 (S) の17%へと広がった。

3.2.2 セット試験片の調製

3.2.2.1 吸脱湿サイクルセット試験片

セット試験片の調整の前段階として、前章で示したクリープ実験を行った。20°C一定の恒温恒湿器に設置したスパン10cmの曲げ試験台を用いて、中央集中荷重を加え、スパン中央のたわみをガラス窓越しにデジタル式読み取り顕微鏡 (精度1/100mm) で測定した。なお、各曲げクリープ試験片のすぐ近くにそれぞれ含水率測定用の試験体において、たわみ測定後に天秤を用いて重量変化を測定した。

含水率サイクルにおける負荷条件は、ハーフサイクル毎に負荷と除荷を繰り返す Ad (吸湿過程に負荷し、脱湿過程は無負荷する) と Da (脱湿過程に

負荷し、吸湿過程は無負荷とする) 過程、そして連続負荷 (AD) 過程の3種類とした。なお、吸湿過程と脱湿過程における負荷の有無を区別するために、それぞれの負荷過程を A と D で表し、無負荷の場合は a と d で表すものとした。

これら3つの負荷条件を模式的に表すと Fig. 3-1 のとおりである。吸湿に24時間、脱湿に24時間を設定し、1サイクルを48時間とし、Ad, Da, そしてADのそれぞれのサイクルについて、10日間に及ぶ5サイクルの実験を行った。曲げ負荷は、無処理試験片 (C)、脱リグニン処理試験片 (W, M, S) のそれぞれのRH40%条件における比例限荷重の約1/3に設定した。各条件毎に3試験片を供試した。

このように3種類の負荷条件のもとで行った、吸脱湿サイクル過程のクリープ実験終了後にRH40%で除荷し、引き続き吸湿過程の回復測定を行った。

3.2.2.2 単一過程のクリープによるセット試験片

含水率サイクルによるセット試験片と比較するために、含水率サイクルによるセット試験片の調整と同様の方法を用いて、RH40%~RH94%において、単一の吸湿過程あるいは脱湿過程のクリープ後に除荷したセット試験片を用いた。セット試験片の調製の前段階としてのクリープ経過を Fig. 3-2 に示す。

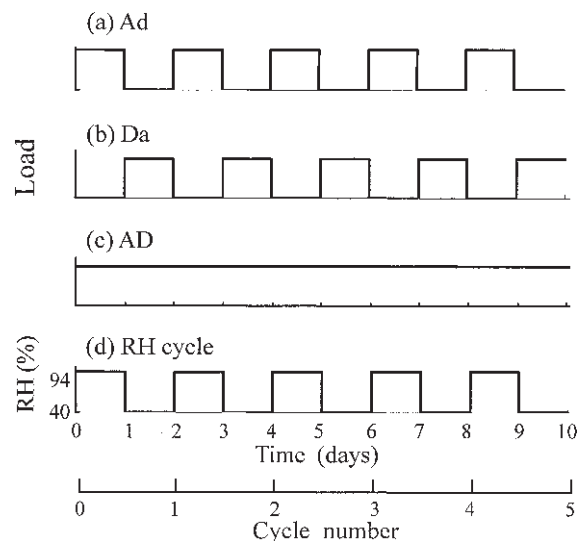


Fig. 3-1. Schematic diagram of loading conditions during humidity cycles.

- Notes: (a) Ad: adsorption under load and desorption under zero-load,
 (b) Da: desorption under load and adsorption under zero-load,
 (c) AD: continuous load during adsorption and desorption,
 (d) Relative humidity (RH) cycles.

Table 3-1. Lignin content and weight loss of delignified and control specimens.

Specimens	Lignin content (%)	Weight loss (%)
C	31.7	0.0
W	24.9	5.8
M	16.3	13.2
S	12.4	20.3

Notes: C: control,

W: delignifying treatment for 10 hours,

M: delignifying treatment for 30 hours,

S: delignifying treatment for 30 hours two times.

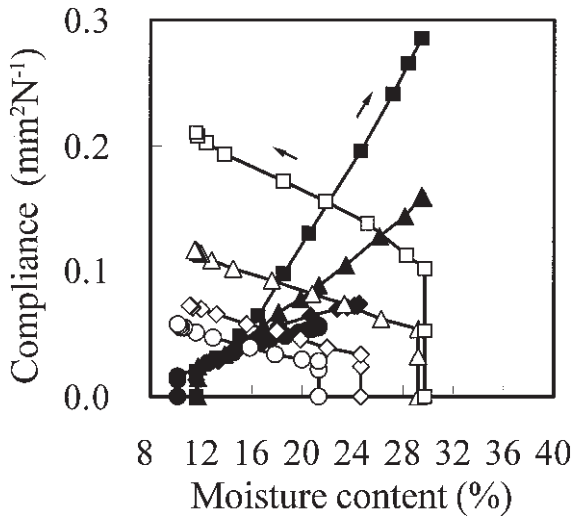


Fig. 3-2. Course of creep during single adsorption/desorption processes.

Legends : ●, ○: “C”, ◆, ◇: “W”, ▲, △: “M”, ■, □: “S”.

Notes: Filled symbols: adsorption, open symbols: desorption.

Table 3-2. Applied loads for bending creep during single processes.

Specimens	Applied Load (N)	
	Adsorption	Desorption
C	1.47	1.47
W	1.18	1.18
M	0.98	0.98
S	0.29	0.29

Notes: C, W, M, S: See Table 3-1.

吸湿過程のクリープによる場合は、高含水率側で除荷したのち、無負荷の脱湿によってRH40%に調整したものを用いた。脱湿によるものをD、吸湿によるものをAとした。ここで用いた曲げ負荷をTable 3-2に示す。一回の吸湿/脱湿過程で比較的大きいセットを生じさせるため、それぞれの試験片に対して、RH40%における瞬間変形が約2mmとなる荷重を用いた。

3.2.3 セットの回復の測定

セット試験片の調整の前段階で行ったクリープ試験と同様に、恒温恒湿器で可能な最大RHのもとで、繊維飽和点に達するまで、吸湿過程におけるたわみの回復を経時的に測定した。測定にはデジタル式読み取り顕微鏡(精度1/100mm)を用いた。また、含水率測定用試験片の重量変化から含水率変化を測

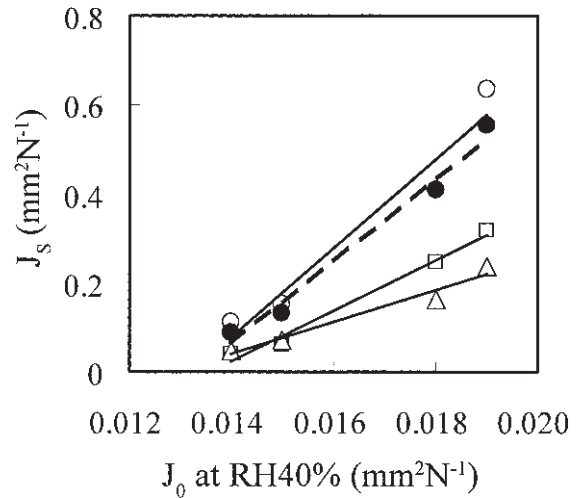


Fig. 3-3. Relationship between set compliance(J_s) and instantaneous compliance(J_o).

Legends: □: Ad, △: Da, ○: AD, ●: Ad+Da (calculated).

定した。

3.3 結果と考察

3.3.1 吸脱湿サイクルによって生じたセット

3.3.1.1 セットの発生

はじめに、前章において、異なる3つの負荷条件のもとで含水率サイクル(RH40%~RH94%に対応する)を5回繰り返した後に除荷した試験片の残留コンプライアンス(セットコンプライアンス) J_s を検討した。Fig. 3-3は、含水率サイクルにおいてハーフサイクル負荷のAd(吸湿時負荷, 脱湿時無負荷)及びDa(脱湿時負荷, 吸湿時無負荷), そしてフルサイクル負荷AD(連続負荷)のそれぞれに対して、 J_s とRH40%における瞬間コンプライアンス J_o の関係を示している。いずれの場合も J_s と J_o の間に明らかな直線関係が認められた。前章で検討したトータルコンプライアンスと同様に、脱リグニン処理レベルが進むほど J_s が顕著に増加すること、この J_s の増加は脱リグニン処理による瞬間コンプライアンスの増加に比例することを示している。負荷条件によって、 J_s の大きさは、AD>Ad>Daとなった。なお、それぞれの負荷条件に対して、無処理(C)に対する強度処理(S処理)の J_s の比を求めると、AD:5.7, Ad:8.1, Da:4.9となった。

また、前章にならって、AdとDaの J_s を重ね合わせるとADの J_s によく一致した。Fig. 3-1に示す荷重の模式図を参照すると、フルサイクル負荷による J_s は、負荷をAdとDaの2つに振り分けたハーフサイクル負荷のそれぞれの J_s の和にほぼ等

しいことを意味する。このように重ね合わせが成り立つことから、AD による J_s は、Ad と Da による 2 つのセット成分からなること、Ad の寄与が Da よりも大きいことが確認できる。

3.3.1.2 セットの回復

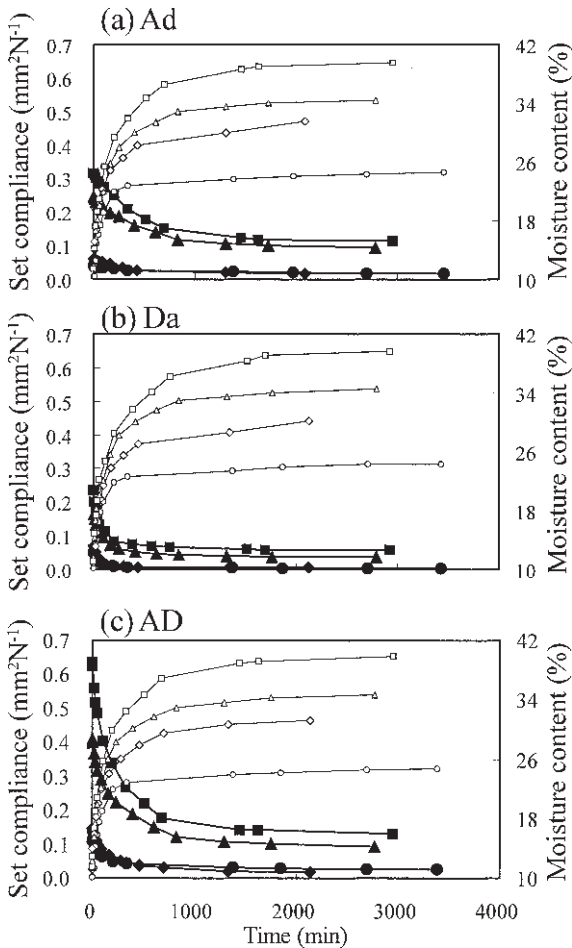


Fig. 3-4. Set recovery and MC versus time.
 Legends: ●, ○: “C”, ◆, ◇: “W”, ▲, △: “M”, ■, □: “S”.
 Notes: Filled symbols: Set compliance, open symbols: MC.

Fig. 3-4 は、含水率サイクルにおける異なるメカソプティブ (MS) 履歴を持つ 3 タイプのセット試験片、すなわち Ad, Da, そして AD 試験片の吸湿過程における回復の時間経過を示す。また、同図には含水率曲線を示したが、脱リグニン処理が進むほどより高い含水率まで吸湿していることを示す。

さて、Fig. 3-3 でみたように、脱リグニン処理が進むほど吸湿開始時のセットコンプライアンスは大きい値を示すので、この図から直ちに 3 タイプのセットの回復経過を比較するのは難しい。そこで、ほぼ等しい初期値を持つ、Da の S 処理試片 (■) と Ad の M 処理試片 (▲) の回復経過に注目すると、前者では吸湿初期の 4 時間以内にほぼ回復が終了しているのに対して、後者では 12 時間後でもまだ回復が進行しており、Da と Ad の回復経過が明らかに異なり、前者では回復が速やかであり、後者では緩やかであることがわかる。

Fig. 3-5 はセットの回復の経過を含水率測定用試片から求めた含水率に対して示している。図から明らかなように、MS 履歴の異なる 3 つのタイプのセット試験片は、また明らかに異なり、3 者 3 様の回復経過を示す。そのなかで最も単純な回復曲線を示すのは、フルサイクル負荷の履歴を持つ AD で、回復は含水率に比例して直線的に進行している。

これに対して、ハーフサイクル負荷の Ad と Da の回復曲線はともに 2 段階的に進行するが、その経過は対称的である。Ad の回復は、初期に緩やかに、ある含水率を超えると急に速やかとなり、上に凸の回復経過を示す。一方、Da の回復は初期に速やかで、ある含水率を超えると緩やかな回復に移行し、上に凹の回復経過を示している。

このように、回復経過は AD では直線的であり、

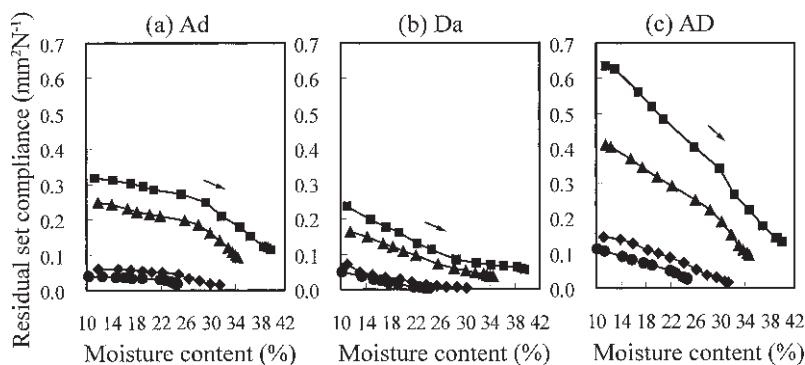


Fig. 3-5. Set recovery as a function of MC for moisture cycling.
 Legends: ●: “C”, ◆: “W”, ▲: “M”, ■: “S”.
 Notes: Ad, Da, AD: See Fig. 3-1.

AdとDaでは、一方は上に凸、もう一方は上に凹と対称的であるが、ともに2段階で回復が進むことがわかる。回復速度から見ると、AD：ほぼ一定、Ad：緩→急、Da：急→緩であることになる。

次に2段階の経過を示すAdとDaの回復曲線に注目すると、脱リグニン処理が進むほど大きくセットしているの、その回復曲線はより上に現れているが、同時に回復曲線の変曲点が右に、すなわちより高含水率側にシフトする傾向が認められる。この傾向はAdの場合により明らかである。

3.3.1.3 回復曲線の重ね合わせ

Fig. 3-2において J_s の重ね合わせが成り立つことを示したが、ここでは回復経過の重ね合わせを検討する。その結果をFig. 3-6に示した。図には、直線的な回復経過を示すADの回復曲線(○)とFig. 3-5で示したAdとDaの2つの回復曲線を重ね合わせた合成曲線“Ad+Da”(●)を比較して示している。図から明らかとなお、両曲線はよく

一致した。

すでに確認したように、フルサイクル負荷による J_s は、AdとDaのハーフサイクルによる J_s の和に等しいことを示した。ここでの結果から、回復経過もまた重ね合わせによって説明できることがわかったが、この重ね合わせは、脱リグニン処理のレベルによらず成り立つ。

3.3.2 単一過程のクリープによって生じたセット

Fig. 3-7は単一の吸湿過程あるいは脱湿過程のクリープによって発生したセットの回復経過を示す。単一の吸湿過程の負荷によるAの回復経過は、含水率サイクルによるAdと同様に上に凸の経過を示し、回復速度が緩から急へと2段階的に回復が進行した。一方、単一の脱湿過程の負荷によるDの回復は、含水率サイクルによるDaに類似し、回復速度が急から緩へと2段階的に進行している。また、含水率サイクルによる場合と同様に、脱リグニン処理が進むほど、回復曲線はより上に位置し、その変曲点はよ

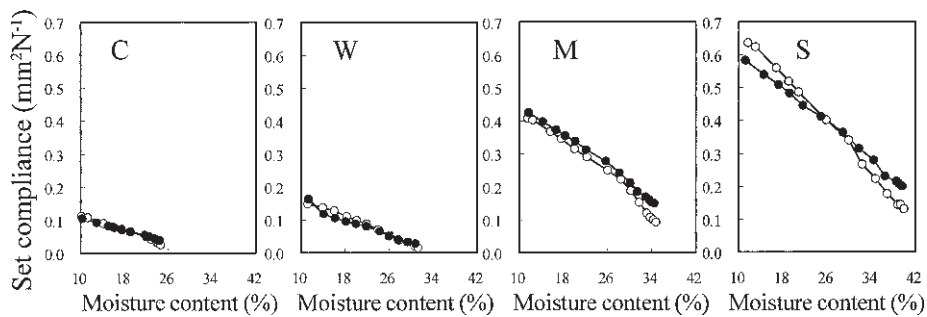


Fig. 3-6. Comparison of set recovery between measured (AD) and calculated (Ad+Da) curves.

Legends: ○ : AD(measured), ● : Ad+Da(calculated).

Notes: C, W, M, S: See Table 3-1.

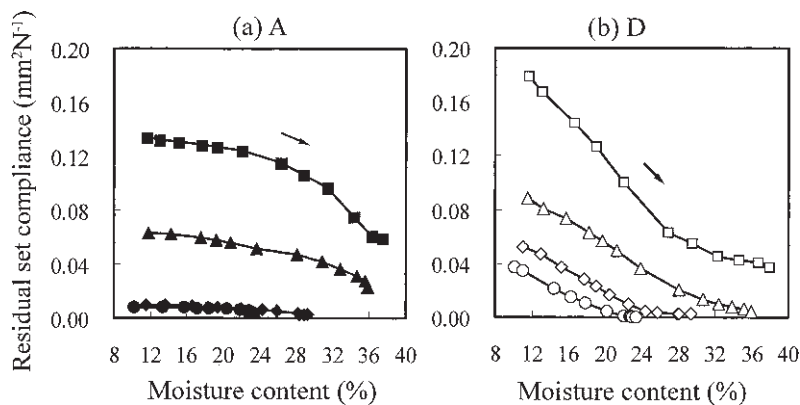


Fig. 3-7. Set recovery as a function of MC for single processes.

Legends: ●, ○ : “C”, ◆, ◇ : “W”, ▲, △ : “M”, ■, □ : “S”.

Notes: A : subjected to creep during adsorption, D : subjected to creep during desorption.

り高い含水率にシフトしている。

Fig. 3-8 は相対化した回復経過を単一の吸湿/脱湿過程と含水率サイクルで比較して示す。両者において、前述の特徴がよく対応している。脱リグニン処理が進むほど、2段階的に進行する回復曲線の変曲点がより高い含水率にシフトするが、次第に第1段と第2段の回復曲線の傾きの差が小さくなる傾向がある。

このようにして、AとAdが同じ回復経過を示し、また、DとDaが同じ回復経過を示すことが確認できる。いずれにおいても、前者では吸湿過程で負荷をうけたこと、後者では脱湿過程で負荷をうけたことが肝心であって、その回数が一回なのか繰り返しなのかは大きく影響しないことを意味する。

ただし、2段階の回復を示すAとAdの場合を、無処理(C)間で、さらに脱リグニンの同レベルで

比較すると、その変曲点の現れ方が単一の吸着過程によるものよりも含水率サイクルによる場合の方が鋭いといえるであろう。

Fig. 3-8の回復曲線の終点、すなわち吸湿処理後の最終的なセットの残存率とリグニン含有率の関係をFig. 3-9に示す。セットの最終残存率はD, Daより、A, Adの方が大きく、吸湿過程の負荷によって発生したセットの方が回復しにくい性質を持つことを示す。また、脱湿過程の負荷による場合、リグニン含有量が減少するとともにセットの残存率がやや大きくなる傾向があった。

3.3.3 回復曲線の変曲点

Fig. 3-8に示すように、脱湿過程の負荷によるD, Da及び吸湿過程の負荷によるA, Adの回復曲線は、いずれも2段階的に進む。ただし、回復速度の変化の様子が対称的で、前者では緩から急へ変

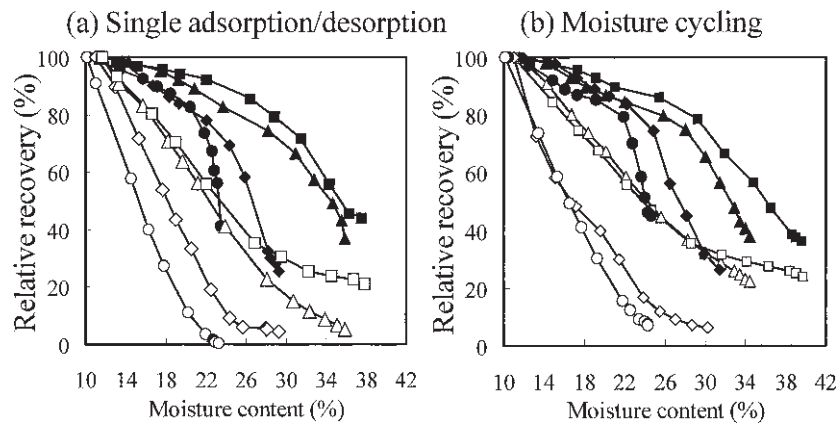


Fig. 3-8. Comparison of relative set recovery between single and moisture cycling specimens.

Legends : ●, ○ : "C", ◆, ◇ : "W", ▲, △ : "M", ■, □ : "S".

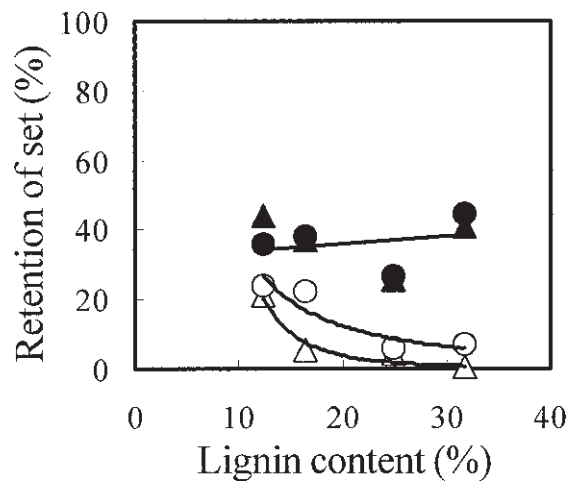


Fig. 3-9. Relationship between final retention of set and lignin content.

Legend : ▲ : A, ● : Ad, △ : D, ○ : Da.

Table 3-3. Moisture content at the turning point during set recovery.

Set	Specimens			
	C	W	M	S
A	22.1	24	25.5	24.6
Ad	18.9	24	31.5	28.9
D	22.3	23.6	28.5	27.4
Da	20.8	23.9	27.0	27.1
Average	21.0	23.9	28.1	27.0

化し、後者では急から緩へ変化することはすでに述べた通りである。このような2段階的な回復曲線における変曲点を考えたい。

そこで、第1段と第2段の回復曲線をそれぞれ直線近似し、これら回帰直線の交点としてそれぞれの回復曲線の変曲点を求めた。得られた結果を Table 3-3 に示す。この表から明らかなように、すべてに共通して、脱リグニン処理が進むほど変曲点が高含水率側へシフトすることがわかる。ただし、S 処理の変曲点はM処理と同程度であり、中度処理以上では変曲点の変化が認められない。

おおよその傾向を把握するために、4タイプのセット試験片について変曲点の平均値 (Table 3-3 参照) を求め、繰り返し含水率区間の上限含水率 (RH94%における平衡含水率) との関係を示すと Fig. 3-10のとおりである。図の示すとおり、回復曲線の変曲点は、試験片がうけた含水率サイクルの含水率区間の上限含水率に対応する。

以上のことから、脱リグニン処理の進行に伴う含水率区間の拡大に対応して、変曲点が高い含水率にシフトしていることが示された。この結果は、脱リグニン処理試験片においても、負荷をうけた含水率区間の記憶が保たれていることを示す。

ただし、Fig. 3-8 からみてとれるように、脱リグニン処理が進むほど、第1段と第2段の回復速度の差が小さくなっていることから、その記憶の強さはリグニンが減少するに伴って弱まっていることが示唆された。

3.4. 結論

メカノソープティブ (MS) クリープのメカニズム解明のための一つの試みとして、3段階に脱リグニン処理し、3種の負荷条件 (Ad: 負荷下の吸湿と無負荷の脱湿, Da: 負荷下の脱湿と無負荷の吸湿, AD: 連続負荷) のもとで含水率サイクル過程

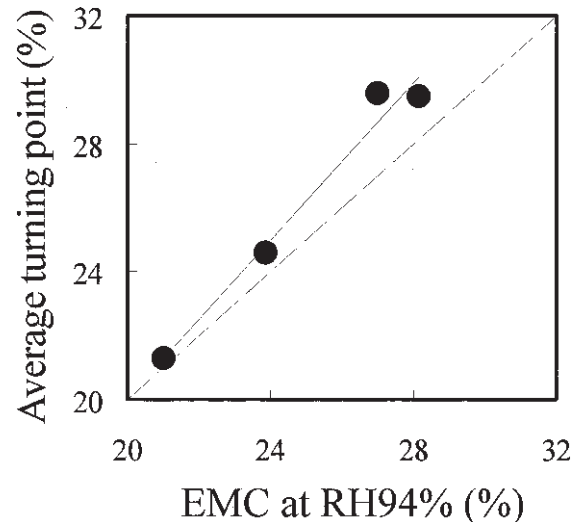


Fig. 3-10. Relationship between average MC at the turning point and EMC at RH94%.

のクリープをうけた曲げセット試験片を供試し、吸湿過程のセットの回復と履歴の関係を検討した。また、比較のために、単一の吸湿過程 (A) あるいは脱湿過程 (D) のクリープによるセット試験片を調製し、含水率サイクルによるものと比較した。

結果を要約すると、

- 1) 除荷後の残留セット・コンプライアンス (J_s) は脱リグニンによって増加したが、コントロールに対する処理材の J_s の比でみると、瞬間コンプライアンスの比と比例した。このことから、脱リグニン処理は MS メカニズムに顕著な定量的な変化をもたらすが、定性的なシステムは変化しないと思われる。
- 2) “Ad” あるいは “A” のセットの回復は、どの脱リグニン処理レベルにおいても “Da” または “D” より小さい。試験片調整における含水率範囲内では、“Ad” または “A” の回復は遅く、これを超えると速くなった。“Da” と “D” では逆で、“AD” では一定になった。“AD” の回復曲線は “Ad” と “Da” の回復曲線の重ねあわせと一致した。
- 3) 脱リグニン処理によって含水率範囲は拡大し、この上限は回復曲線の変曲点とほぼ一致した。この変曲点前後の回復速度の差は、Ad・A および Da・D 試験片において、脱リグニン処理によって減少した。

次章において、繊維方向試験片のメカノソープティブクリープに及ぼす脱リグニン処理の影響を、さらに検討する予定である。

第4章 繊維方向のMSクリープに及ぼす脱リグニン処理の影響

4.1 緒言

木材の細胞壁の主体である二次壁中層のマイクロフィブリルは、繊維方向にほぼ平行ともいえる小さい角度で配列し、膨潤・収縮の異方性、弾性異方性などに大きく寄与している¹⁴⁾。当然のことながら、応力と含水率変化の相互作用として現れるメカノソープティブ (MS) クリープも異方性を示す。

第2章、第3章において、放射 (R) 方向のMSクリープに及ぼす脱リグニン処理の影響を検討したところ、定量的には顕著な影響が認められたが、定性的には大きな変化をもたらさないことがわかった。おそらく、処理によって吸湿膨潤性を増し、また、剛性が小さくなったマトリックスがR方向のMSクリープに大きく寄与したものと考えられる。

このように横方向では、脱リグニン処理によってMSクリープが顕著に増加するが、繊維 (L) 方向では大分状況が異なる。L方向のMSクリープについては、Boydのモデル⁹⁾において、マイクロフィブリルとマトリックスの相互作用が重要な役割を果たし、L方向のMSクリープは常にマイクロフィブリルの変形を伴うことが示唆されている。

本章は、L方向試験片を用いて、MSクリープに及ぼす脱リグニン処理の影響を明らかにし、得られた結果をR方向と比較することを目的とした。含水率サイクルにおける負荷条件は、第2章、第3章と同様に、吸湿過程のみ負荷するAdと脱湿過程のみ負荷するDaの2条件 (ハーフサイクル負荷) と連続負荷のADを併せて3条件とした。得られた結果を放射方向と比較し、マトリックスからリグニンが段階的に除去される時、MSクリープの異方性がどのように現れるかを考察した。

4.2. 実験方法

4.2.1 試験片

ヒノキ (*Chamaecyparis obtusa* Endl.) 気乾材から、長さ (L) × 厚さ (T) × 幅 (R) : 120mm × 2.5mm × 10mmの短冊型試験片を連続的に作製した (Fig. 4-1 参照)。あらかじめ試験片の曲げヤング係数を求めて、一定範囲内のものを揃えて実験に供試した。

4.2.2 脱リグニン処理

第2章と同じく、亜塩素酸ソーダ法¹³⁾によって試験片の脱リグニン処理を行った。脱リグニン処理後、第2章の方法と同様に、試片を流水中で洗浄し、風乾した。その後、コンディショニング処理を行って

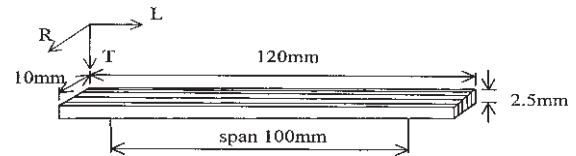


Fig. 4-1. Specimen for bending creep test (longitudinal specimen).

Notes: L: longitudinal, R: radial, T: tangential.

実験に供試した。

繊維方向試験片にも、脱リグニン処理前後の全乾重量の差から重量減少率を求め、実験終了後の試験片を用いて、硫酸法²⁸⁾によってリグニン含有率を求めた。

4.2.3 曲げクリープおよび回復の測定

恒温恒湿器内で、第2章と同様な方法で、試験片の曲げクリープと重量変化を測定した。

4.2.4 含水率サイクルにおける負荷条件

ハーフサイクル毎に負荷と除荷を繰り返すAd (吸湿過程に負荷し、脱湿過程は無負荷とする) とDa (脱湿過程に負荷し、吸湿過程は無負荷とする) の2つの含水率サイクルにおいて、クリープとクリープ回復を繰り返す過程のたわみ変化を測定した。さらに、3番目の条件として、連続負荷 (AD) 下の曲げクリープの測定を行った。なお、第2章、第3章と同じく、吸湿過程と脱湿過程における負荷の有無を区別するために、それぞれの負荷過程をAとDで表し、無負荷の場合はaとdで表すものとした。

これら3つの負荷条件を模式的に表すとFig. 4-2のとおりである。吸湿に24時間、脱湿に24時間を設定し、1サイクルを48時間とし、AdとADについては5サイクル、Daについては1/2サイクル遅れて開始したので、4.5サイクルの実験を行った。

Table 4-1. Applied loads for bending tests.

Specimens	Applied Load (N)		
	Ad	Da	AD
C	4.9	4.9	4.9
W	2.65	2.65	2.65
M	2.65	2.65	2.65
S	1.67	1.67	1.67

Notes: C: control,

W: delignifying treatment for 10 hours,

M: delignifying treatment for 30 hours,

S: delignifying treatment for 30 hours two times.

曲げ負荷は、Table 4-1 に示すとおりで、無処理試験片 (C)、脱リグニン処理試験片 (W, M, S) のそれぞれの RH40% 条件における比例限荷重の約 1/3 に設定した。これらの 3 条件の含水率サイクルにおける曲げクリープ実験終了後に、吸湿過程におけるクリープ回復を測定した。結果は、すべて 3 試験片の平均値で表した。

4.3 結果と考察

4.3.1 平衡含水率と瞬間コンプライアンス

硫酸法²⁸⁾で求めたリグニン含有率は、Fig. 4-3 に示すように、重量減少にほぼ比例して減少し、無

処理 (C) : 30.1%, 軽度 (W) 処理 : 26.1%, 中度 (M) 処理 : 20.2%, 強度 (S) 処理 : 15.4% であった。前報²⁾の R 方向試験片と S 処理の場合を比較すると、L 方向では約 3% リグニン含有率が高くなった。

平衡含水率 (EMC) と瞬間コンプライアンス (J_0) に及ぼす脱リグニン処理の影響を Fig. 4-4 に示した。平衡含水率は、RH40% においてほとんど変化しなかったが、RH94% ではリグニンの減少とともに増加し、RH40%~94% の範囲で含水率サイクルを繰り返すときの含水率変化は、無処理 (C) の 11.6% から S 処理の 17.6% へと広がった。一方、瞬間コンプライアンスに及ぼす脱リグニン処理の影響はほとんど認められなかった。

4.3.2 ハーフサイクル負荷の Ad 及び Da 過程のコンプライアンス

含水率サイクルにおいて負荷と除荷をハーフサイ

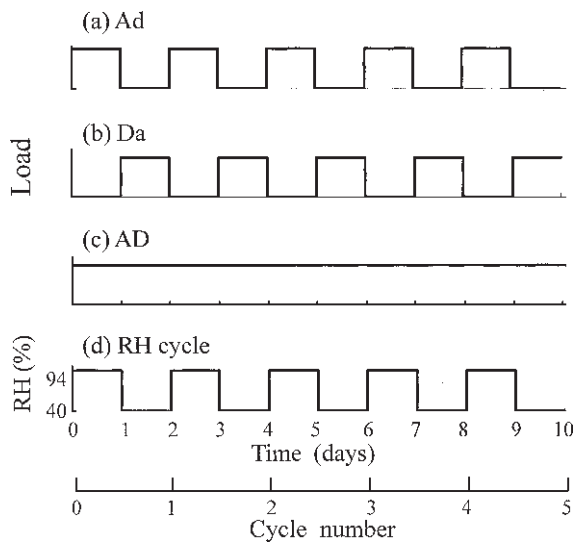


Fig. 4-2. Schematic diagram of loading conditions during humidity cycles.

- Notes: (a) Ad: adsorption under load and desorption under zero-load,
 (b) Da: desorption under load and adsorption under zero-load,
 (c) AD: continuous load during adsorption and desorption,
 (d) Relative humidity (RH) cycles.

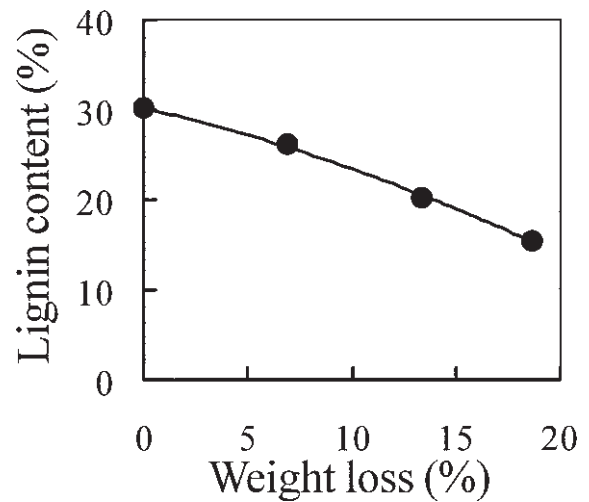


Fig. 4-3. Relationship between lignin content and weight loss.

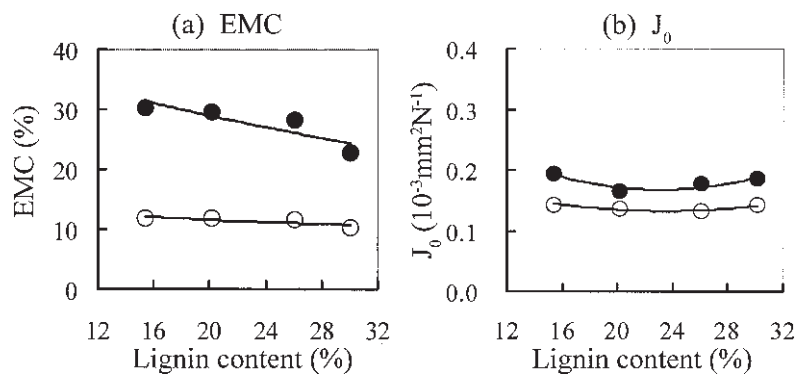


Fig. 4-4. Effects of delignification on EMC and J_0 .

Legends: ○ FRH40%, ● FRH94%.

Notes: EMC: Equilibrium moisture content, J_0 : instantaneous compliance.

クルごとに繰り返す過程, すなわち, 吸湿時負荷の Ad, 脱湿時負荷の Da の両過程におけるトータルコンプライアンス及びクリープ曲線の傾きの変化, サイクルに伴って残留変形が累積する様子を検討した。

Fig. 4-5 は Ad と Da の両過程におけるコンプライアンスの変化を含水率用試験片から求めた含水率に対して示している。図に示すように, 各サイクルにおいて負荷直後, 除荷直前, 除荷後に放置した後, そして1サイクル後の点を, それぞれ 1, 2, 3, 4 とする時, 1サイクルのコンプライアンス変化は, 平行四辺形 1 2 3 4 を形作り, サイクルを経る毎に

この平行四辺形が少しずつ上にシフトする傾向を示す。このシフトの程度は Da で小さく, Ad で比較的大きい。ただし, Ad の第 1 サイクルでは, 吸湿過程のクリープ曲線1-2の傾きが2サイクル以降と比べて大きいため, 1サイクルの軌跡は平行四辺形というよりも台形に近く, この傾向は脱リグニン処理が進むほど顕著であった。

サイクルに伴う吸湿及び脱湿過程のクリープ曲線の傾き, すなわち MS クリープ係数 (含水率 1% 当たりのコンプライアンス増加) の変化を処理レベル毎に Fig. 4-6 に示す。第 1 サイクルでは, 脱リグニン処理が進むとともに, クリープ係数が増加する

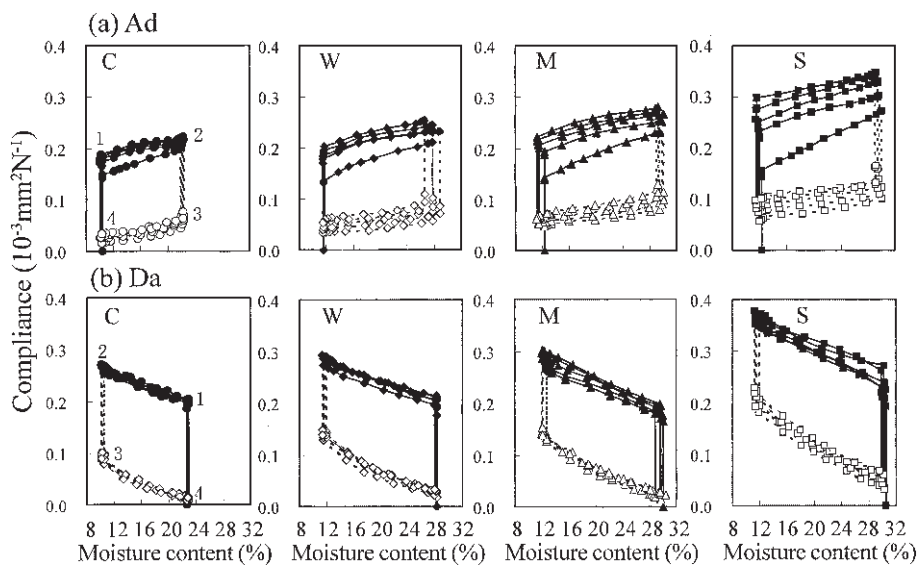


Fig. 4-5. Compliance as a function of MC during Ad and Da cycles.

Legends: ●, ○: “C”, ◆, ◇: “W”, ▲, △: “M”, ■, □: “S”.

Notes: Filled symbols: under load, open symbols: under zero-load. C, W, M, S:

See table. 4-1.

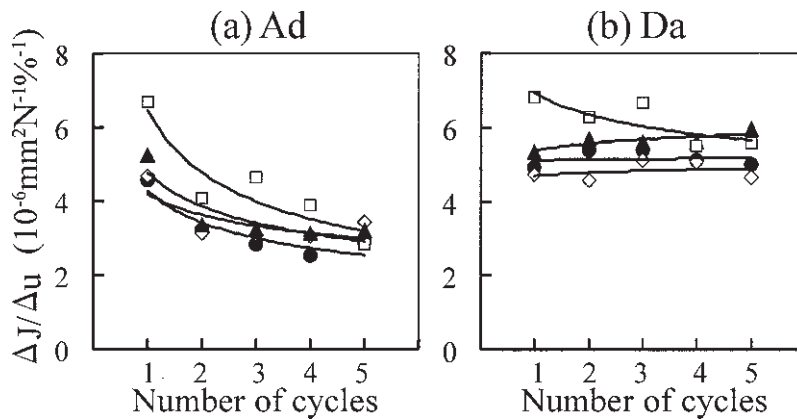


Fig. 4-6. Increment of creep compliance (ΔJ) per unit moisture content (Δu) change during Ad and Da cycles.

Legends: ●: “C”, ◇: “W”, ▲: “M”, □: “S”.

Notes: ΔJ : Change of creep compliance, Δu : change of moisture content.

傾向を示し、この傾向は吸湿と脱湿でほぼ等しい。しかし、第2サイクル以降のクリープ係数は、吸湿過程で減少するのに対して、脱湿過程での変化は小さかった。従って、第2サイクル以降では吸湿過程よりも脱湿過程のクリープ係数が大きい。ただし、脱湿過程でもS処理の場合は、2サイクル以降でやや減少する傾向があった。

ここで、Fig. 4-5において各1サイクルのコンプライアンス変化を示す平行四辺形1 2 3 4のコーナー2と4のコンプライアンスを、トータルコンプライアンス (J_T) およびセットコンプライアンス (J_S) と定義する。このように定義したコンプライアンス J_T , J_S とサイクル数の関係を Fig. 4-7 に示した。 J_T の推移を見ると、第1サイクルでは Ad より Da の値が大きいものの、サイクルに伴う Da の増加は小さく、一方 Ad の増加が比較的大きいため、5サイクル後には両者の J_T が接近した。また、サ

イクル毎にセット (J_S) が徐々に増加する傾向が認められ、脱リグニン処理レベルが進むほど、この傾向は顕著であった。

以上のとおり、ハーフサイクル負荷のもとで含水率サイクルを繰り返す時、コンプライアンスが脱リグニン処理によって増加した理由として、MSクリープ係数が増加するとともに、含水率変化量が増加し、加えて発生した変形がセットされ易くなったことが考えられる。

4.3.3 含水率サイクル下の曲げクリープ

連続負荷 (AD) の含水率サイクル下の曲げクリープと含水率の関係を示すと、Fig. 4-8 のとおりである。処理レベルに応じて含水率変化幅が大きくなっているが、脱リグニン処理によって、MSクリープはかなり促進され、S処理では無処理に対して約1.7倍のたわみを示した。なお、W処理とM処理のクリープ曲線は同程度となった。処理レベルに

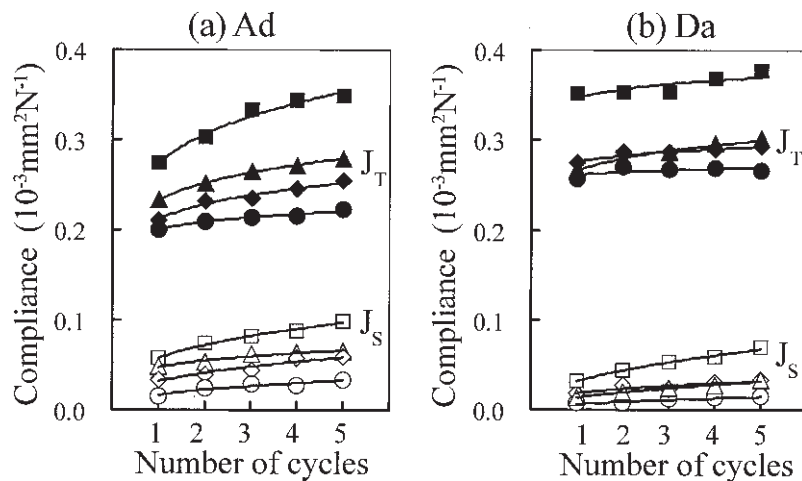


Fig. 4-7. Increase of J_T and J_S for each cycle.
Legends: ●, ○: "C", ◆, ◇: "W", ▲, △: "M", ■, □: "S".
Notes: J_T : Total compliance, J_S : set compliance.

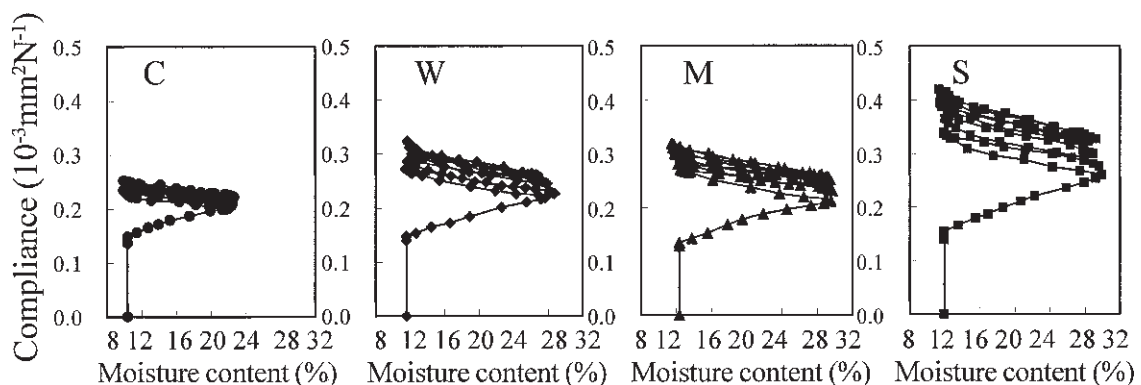


Fig. 4-8. Creep compliance for AD cycle as a function of MC.
Legends: ●: "C", ◆: "W", ▲: "M", ■: "S".

関わらず、第1サイクルの吸湿過程のクリープが顕著であり、5サイクル後のトータルコンプライアンスの約1/4を占める。

含水率サイクルに伴う経過を見ると、脱湿過程では常にクリープが増加し、第1回目を除く吸湿過程で明らかなたわみの減少を示し、すでに知られているMSクリープの典型的な特徴¹⁷⁾⁶⁰⁾が現れ、この傾向は脱リグニン処理が進むとともに顕著になった。ここで、各サイクルの脱湿過程におけるコンプライアンスの増加を負荷時の瞬間コンプライアンスに対する比(5サイクルの平均値、ただし、吸湿過程は第1サイクルを除く)で表すと、無処理(C)で0.21であるのに対してS処理では0.65に増加し、吸湿過程におけるコンプライアンスの減少は、無処理

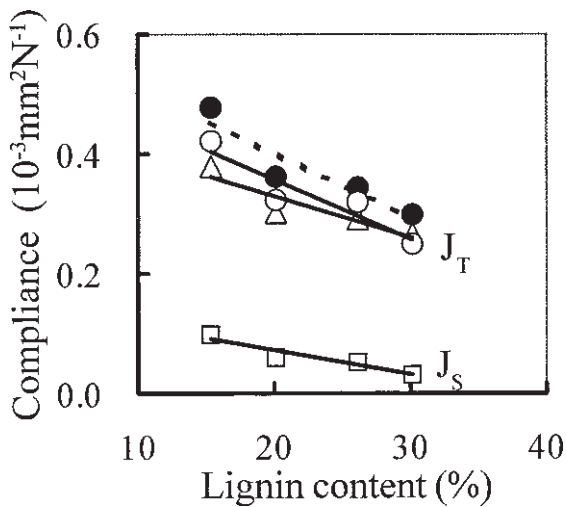


Fig. 4-9. Relationship between compliance and lignin content.
 Legends: □: Ad (J_S), △: Da (J_T), ○: AD (J_T) (measured), ●: Ad (J_S) + Da (J_T) (calculated).
 Notes: J_T : Total compliance after 4.5 cycles during AD and Da,
 J_S : set compliance after 5 cycles during Ad.

(C) では0.18であるのに対してS処理では0.52の値を示した。このように、S処理試験片では、含水率サイクル下における吸脱湿に伴って、瞬間変形の50~60%に相当するMS変形の増減が認められた。

Fig. 4-9は5サイクル後のコンプライアンスとリグニン含有率の関係(図中では○で示す)を示す。リグニン含有率の減少とともにトータルコンプライアンス(J_T)は増加し、無処理に対する比率で表すと、処理の順に1.3, 1.3, 1.7と増加した。同図には、Ad過程の5サイクル後のセットコンプライアンス(J_S)及びDa過程の4.5サイクル後のトータルコンプライアンス(J_T)の結果も併せ示しているが、両者ともにリグニン含有率の減少とともに増加している。

ここで、Fig. 4-9において、AdとDaのコンプライアンスを足し合わせて、ADのMSクリープと比較したところ良い一致を示した。脱リグニン処理した場合でも、吸湿過程と脱湿過程のコンプライアンスの重ね合わせが成り立つことが確認された。したがって、連続負荷下の曲げクリープ挙動は、負荷を半分ずつ吸湿過程と脱湿過程に振り分けて得られたコンプライアンスを重ね合わせたものと見なせる。

4.3.4 曲げセットの吸湿による回復

連続負荷のAD、ハーフサイクル負荷のAd過程とDa過程のそれぞれ異なる負荷条件のもとで含水率サイクルをうけた曲げセット試験片の吸湿過程における回復経過をFig. 4-10に示した。AD試験片の回復曲線は、含水率軸に対して直線的に単調に減少する経過を示した。これに対して、Ad試験片の回復曲線は含水率軸に対して上に凸の傾向を示し、Da試験片の回復曲線は上に凹の経過を示した。このように、ハーフサイクル負荷の場合、回復が2段階で進む傾向を示し、回復曲線に変曲点が現れて、処理に伴う繰り返し含水率範囲の拡大に伴って、こ

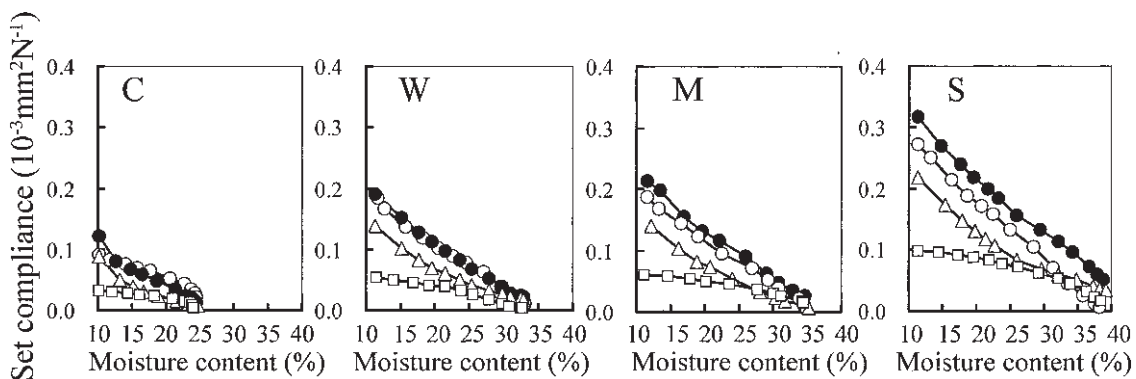


Fig. 4-10. Recovery of set compliance .
 Legends: See Fig. 4-9.

れら変曲点が高含水率側にシフトする傾向が認められた。

また、Fig. 4-10には、Ad 試験片と Da 試験片の回復曲線を重ね合わせた結果（図中では●）を示している。重ね合わせによる回復曲線は AD 試験片の回復曲線（図中では○）とほぼ等しい直線的な回復経過を示した。従って、脱リグニン処理試験片の回復経過も重ね合わせによってほぼ説明できると考えられる。

4.3.5 L方向とR方向における結果の比較

MS クリープに及ぼす脱リグニン処理の影響は、R方向ではきわめて顕著であったが、L方向では比較的小さかった。ここでは、脱リグニン処理の影響の異方性を検討する。

連続負荷（AD）の曲げクリープ曲線と Ad 過程と Da 過程のコンプライアンス曲線を重ね合わせて求めた合成曲線（Ad+Da）の比較を Fig. 4-11に示す。この図から、L方向とR方向の脱リグニン処理の影響の相違を見ることができ。また、重ね合わせがやや定性的ながら成り立つことがわかる。従って、MS クリープに及ぼす脱リグニン処理の影響の異方性を Ad 過程と Da 過程に分解して考えることができる。

第一に、MS クリープに及ぼす脱リグニン処理の影響は、L方向で比較的小さく、R方向でより顕著

である。無処理に対する強度処理（S）の比をとると、5サイクル後のMSクリープはL方向1.7に対してR方向5.4であった（Fig. 4-11参照）。次に、MSクリープをAdとDaの2つの過程に分解し、両過程におけるMSクリープ係数に及ぼす脱リグニン処理の影響を比較するとFig. 4-12のとおりである。ここで、無処理に対するS処理のクリープ係数の比をみると、L方向では吸湿と脱湿ともに1.4と比較的小さいのに対して、R方向では脱湿過程の1.9に比較し、吸湿過程の増加はきわめて顕著で3.9を示した。

さらに、AdとDa過程におけるセットの累積の様子を、Fig. 4-13に比較した。R方向では、脱リグニン処理によって、Ad過程で発生したセットの寄与が明らかに大きくなるのに対して、L方向では脱リグニン処理レベルにかかわらず、AdとDa両過程の寄与がほぼ等しい。

以上のとおり、脱リグニン処理の影響はL方向では比較的小さく、また、吸湿過程と脱湿過程が同程度にトータルのMSクリープに寄与するのに対して、R方向では脱湿過程に比較し吸湿過程のMSクリープの増加が顕著で、これが大きくトータルのMSクリープに寄与していることがわかる。

第二に、吸湿過程における両過程の挙動の相違が、脱リグニン処理によって、より明瞭になることであ

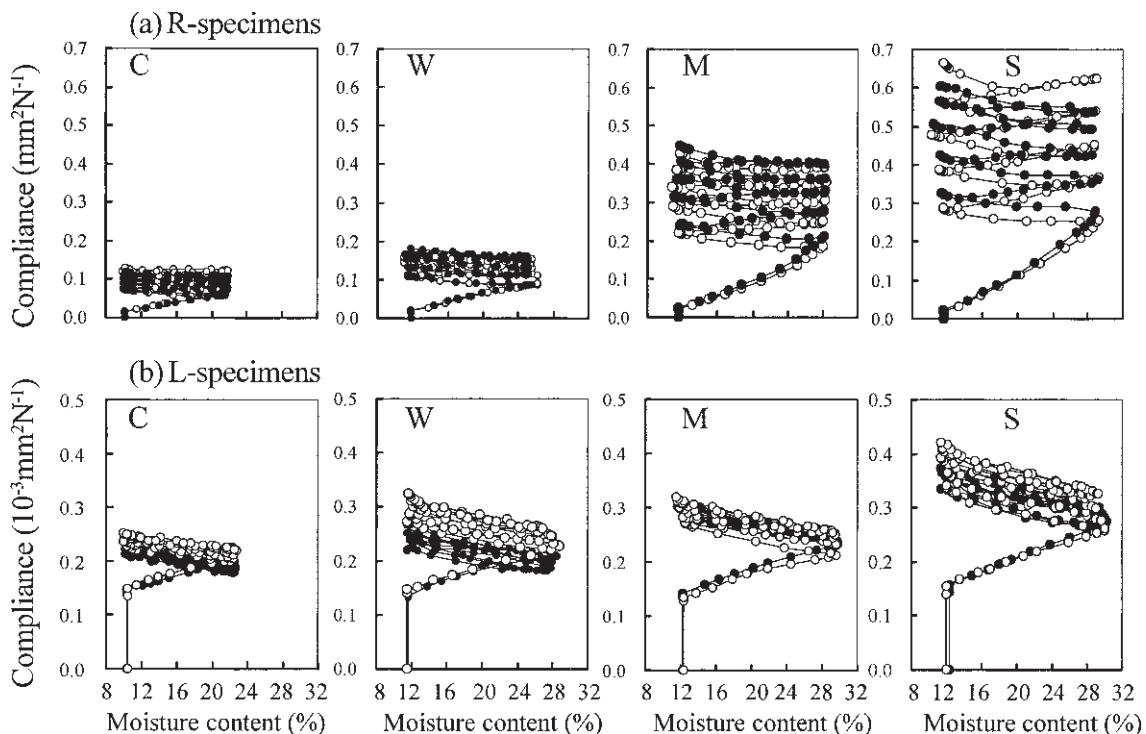


Fig. 4-11. Comparison of AD and Ad+Da curves between R and L-specimens.

Legends: ○: AD (measured), ●: Ad+Da (calculated).

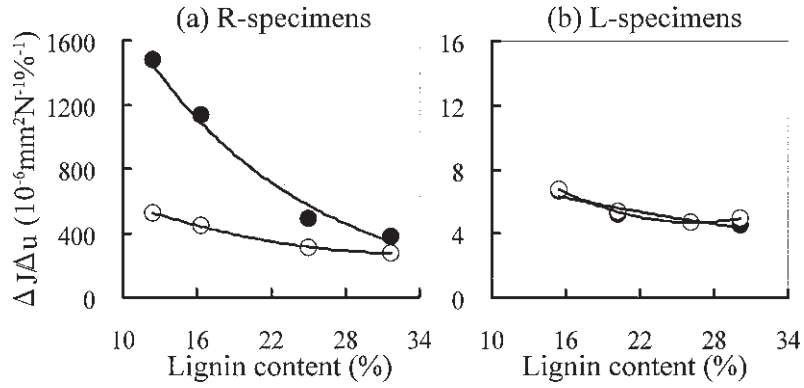


Fig. 4-12. Comparison of $\Delta J/\Delta u$ of 1st cycle between R and L-specimens.
 Legends: ● : Ad cycle, ○ : Da cycle .
 Notes : See Fig. 4-6.

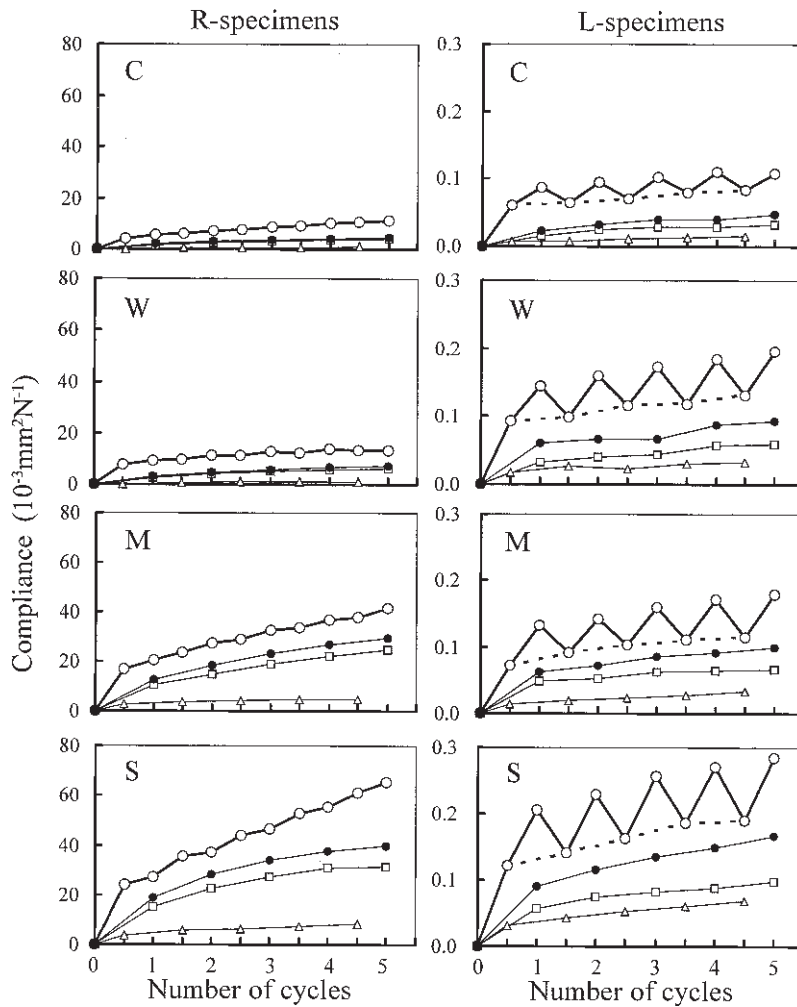


Fig. 4-13. Changes of total compliance (J_T) and set compliance (J_s) with each moisture cycle.
 Legends: □ : Ad (J_s), △ : Da (J_s), ○ : AD (J_T) (measured), ● FAd (J_s)+Da (J_s) (calculated).

る。Fig. 4-11からわかるように、無処理材でも吸湿過程においてL方向では明らかな回復を示すのに対して、R方向の回復傾向が弱い。この相違は、脱リグニン処理によっていっそう対照的に現れ、L方向では回復がより顕著になるのに対して、R方向では横ばいから明らかなたわみの増加を示すようになった。

特にS処理にみられる対照的な吸湿過程の挙動を比較するために、Fig. 4-11に示す重ね合わせ曲線を求めたプロセスを示すと Fig. 4-14のとおりである。すでに、吸脱湿サイクル下のMSクリープは、新たなMSクリープとすでに発生しているセットの回復の重ね合わせとして説明できることが示されている⁵⁷⁾⁶⁰⁾。図示の上向きの曲線が新たなMSクリープを、下向きの曲線はすでに発生したセットの回復曲線を示し、これらを重ね合わせた結果が一点鎖線で示されている。この図から、吸湿過程のMSクリープ曲線がR方向で横ばい、ないし、やや増加傾向を示すのは、クリープ成分と回復成分が拮抗しないし、やや前者の傾向が強く現れたためと説明できる。一方、L方向で明らかな減少を示すのは正のクリープ成分より負の回復成分が強く現れたためであり、このような傾向が脱リグニン処理によっていっそう強くなったと説明できる。

このような構造方向による脱リグニン処理の影響の相違は、細胞壁二次壁のマイクロフィブリルとマトリックスの相互作用に大きく依存する。すなわち、脱リグニン処理によって吸湿膨潤性を増し、剛性が小さくなったマトリックスの影響が、R方向では直接現れるのに対して、L方向ではマイクロフィブリルとの相互作用として現れたものと考えられる。R方向では、マトリックスのMSクリープがとくに吸湿過程で顕著に発生し、また、これに起因して吸湿過程の重ね合せのバランスからMSクリープが停滞ないし増加するため、トータルのMSクリープは処理とともに、Fig. 4-13が示すように、単調増加の傾向を強くしながら顕著な増加を示す。一方、L方向ではマイクロフィブリルの存在によって、マトリックスの影響が抑制されて、MSクリープの増加が比較的小さく、また吸湿過程で顕著な回復が生じるため、トータルのMSクリープは、Fig. 13が示すように、処理とともに鋸歯状波形の振幅を増しながら増加するものと考えられる。

4.4 結論

ヒノキの繊維（L）方向試験片を用いて、MSクリープに及ぼす脱リグニン処理の影響を検討し、放射（R）方向の結果と比較した。得られた主な結果は以下のとおりである。

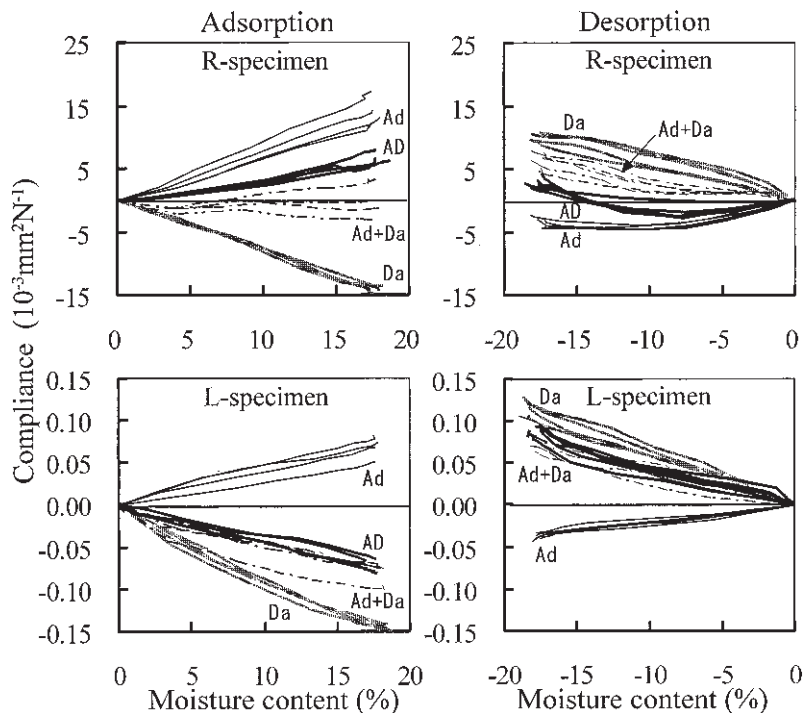


Fig. 4-14. Comparison of AD and superposed curves of Ad and Da during each adsorption and desorption process for strong-delignified specimens.

Legends : — : Ad, - - : Da, - - - : AD, - · - : Ad+Da

- 1) ハーフサイクル毎に負荷と除荷を繰り返す時、脱湿時負荷の D_a と吸湿時負荷の A_d の両過程において、脱リグニン処理に伴ってほぼ同程度に、たわみが増加し、またセットが増加した。
- 2) 連続負荷 (AD) のもとで含水率サイクルを繰り返すとき、脱リグニン処理によってトータルコンプライアンスが増加し、強度に脱リグニンした試験片では、無処理の約1.7倍となった。また、すべての脱湿過程でたわみが増加し、第一サイクルを除くすべての吸湿過程で顕著なたわみの減少を示した。
- 3) D_a と A_d の過程で得られたコンプライアンスの和は、連続負荷の AD のコンプライアンスとほぼ等しくなった。
- 4) 吸湿過程におけるセットの回復を検討した結果、 A_d と D_a の回復曲線を重ねて得られた合成回復曲線は、AD の回復曲線とよく一致した。
- 5) MS クリープに及ぼす脱リグニン処理の影響を L 方向と R 方向で比較すると、次のような相違が認められた。(a) MS クリープの増加は、L 方向では比較的小さく、R 方向ではきわめて顕著であった。(b) MS クリープに及ぼす A_d と D_a の寄与をみると、L 向では、処理にかかわらず、両過程がほぼ等しく寄与したのに対し、R 方向では、 D_a に比較し A_d の寄与がより顕著になった。(c) L 方向では吸湿過程のクリープの回復がより顕著になるのに対し、R 方向では増加する傾向が現れて、サイクルに伴う MS クリープ曲線は、鋸歯状波形を描く L 方向に対し、R 方向では単調増加の傾向をより強く示した。

以上のような相違は、脱リグニンされたマトリックスの影響が、L 方向ではマイクロフィブリルとの相互作用として現れ、一方 R 方向では直接に現れたものと考えられる。

第 5 章 総 括

木材の MS クリープは応力と含水率変化の相互作用によって生じた特徴的な変形挙動である。これまで数多くの研究がなされてきて、幅広い分野で優れた成果が収められたが、この現象に対して、統一した見解がまだ得られない。

現象的にみると、連続負荷のもとでの MS クリープは、負荷下の脱湿/吸湿過程における新たなクリープ変形と、無負荷下の吸湿/脱湿過程におけるセットの回復の重ね合わせに等しいことが示され、あたかも木材は、負荷を受けた含水率変化区間を記

憶しているかのように振る舞うことが知られている。

そこで、細胞壁実質を構成する疎水性成分であるリグニンに着目し、これまで検討されていない木材の MS クリープに及ぼす脱リグニン処理の影響を放射方向と繊維方向試験片で明らかにした。

本研究では、温度一定条件で、水分サイクル下における異なった 3 つの負荷条件： A_d 負荷 (吸湿過程に負荷し、脱湿過程に無負荷)； D_a 負荷 (脱湿過程に負荷し、吸湿過程に無負荷)；AD (連続負荷) のもとで、3 段階の脱リグニン処理した試験片及びコントロールを用いて、木材の MS クリープに及ぼす脱リグニン処理の影響を比較検討した。

第 2 章では、放射 (R) 方向の MS クリープに及ぼす脱リグニン処理の影響を検討して、以下のことが明らかになった。

- 1) 脱リグニン処理によって、瞬間コンプライアンス (J_0) と吸湿性が増加した。
- 2) ハーフサイクル負荷の A_d と D_a の両過程における、吸湿/脱湿過程のクリープ係数 ($\Delta J/\Delta u$) は、脱リグニン処理によって増加し、生じた変形がセットされ易くなった。この傾向は A_d において顕著であった。
- 3) フルサイクル負荷の AD 過程の MS クリープは、脱リグニン処理によって顕著に増加し、強度に脱リグニン処理した試片では、吸湿過程の第 1 サイクルのみならず、第 2 サイクル以降においてもクリープが増加した。
- 4) 脱リグニン処理によって増加したトータルコンプライアンス J_T と瞬間コンプライアンス J_0 の間にはきわめて高い相関が認められた。
- 5) ハーフサイクル負荷の A_d と D_a の両過程の J_T を重ね合わせると、フルサイクル負荷の J_T とよく一致した。

以上の結果から、脱リグニン処理の影響は、量的には顕著であるが、定性的に見ると、木材の MS クリープの基本的な性格を大きく変えるものではないと考えられる。

第 3 章では、放射方向のセットの回復を検討して、異なった水分履歴をうけたセットの回復に及ぼす脱リグニン処理の影響を明らかにした。

- 1) 除荷後の残留セット・コンプライアンス (J_s) は脱リグニンによって増加したが、コントロールに対する処理材の J_s の比で見ると、瞬間コンプライアンスの比と比例した。このことから、脱リグニン処理は MS メカニズムに顕著な定量的な変化をもたらすが、定性的なシステムは変化しな

いと思われる。

- 2) “Ad”あるいは“A”のセットの回復は、どの脱リグニン処理レベルにおいても“Da”または“D”より小さい。試験片調整における含水率範囲内では、“Ad”または“A”の回復は遅く、これを超えると速くなった。“Da”と“D”ではそれに比較して逆で、“AD”では一定になった。“AD”の回復曲線は“Ad”と“Da”の回復曲線の重ねあわせと一致した。

- 3) 脱リグニン処理によって含水率範囲は拡大し、この上限は回復曲線の変曲点とほぼ一致した。この変曲点前後の回復速度の差は、Ad・AおよびDa・D試験片において、脱リグニン処理によって減少した。

以上の結果から、脱リグニン処理によって生じたセットの大部分は水分回復性であることが確かめられたが、吸湿回復処理後のセットの残存率はDa試験片よりAd試験片で高かった。また、Daに注目すると、リグニン含有率の減少とともにセット残存率が高い傾向があった。なお、クリープの過程と同様に回復過程の重ね合せが成立した。

第4章では、繊維(L)方向のMSクリープに及ぼす脱リグニン処理の影響を検討して、放射方向の結果と比較した。

- 1) ハーフサイクル毎に負荷と除荷を繰り返す時、脱湿時負荷のDaと吸湿時負荷のAdの両過程において、脱リグニン処理に伴ってほぼ同程度に、たわみが増加し、またセットが増加した。
- 2) 連続負荷(AD)のもとで含水率サイクルを繰り返すとき、脱リグニン処理によってトータルコンプライアンスが増加し、強度に脱リグニンした試験片では、無処理の約1.7倍となった。また、すべての脱湿過程でたわみが増加し、第1サイクルを除くすべての吸湿過程で顕著なたわみの減少を示した。
- 3) DaとAdの過程で得られたコンプライアンスの和は、連続負荷のADのコンプライアンスとほぼ等しくなった。
- 4) 吸湿過程におけるセットの回復を検討した結果、AdとDaの回復曲線を重ねて得られた合成回復曲線は、ADの回復曲線とよく一致した。
- 5) MSクリープに及ぼす脱リグニン処理の影響をL方向とR方向で比較すると、次のような相違が認められた。(a)MSクリープの増加は、L方向では比較的小さく、R方向ではきわめて顕著であった。(b)MSクリープに及ぼすAdとDaの寄

与をみると、L向では、処理にかかわらず、両過程がほぼ等しく寄与したのに対し、R方向では、Daに比較しAdの寄与がより顕著になった。(c)L方向では吸湿過程のクリープの回復がより顕著になるのに対し、R方向では増加する傾向が現れて、サイクルに伴うMSクリープ曲線は、鋸歯状波形を描くL方向に対し、R方向では単調増加の傾向をより強く示した。

以上のような相違は、脱リグニンされたマトリックスの影響が、L方向ではマイクロフィブリルとの相互作用として現れ、一方R方向では直接に現れたものと考えられる。

木材のMSクリープに及ぼす脱リグニン処理の影響を検討してきたが、リグニンは木材MSクリープ機構において抑制因子でこそあれ、主役でないこと、MSクリープによって発生したセットの記憶効果においても、リグニンは記憶の度合いに影響するが、その原因ではないことは明らかであろう。

謝 辞

本研究を遂行するにあたって、長い間、終始ご指導、ご鞭撻を賜りました信州大学農学部教授、徳本守彦先生、信州大学農学部助教授、武田孝志先生に心から深く感謝申し上げます。また、本研究にかかわる実験を行うにあたり、ご助言、ご協力を頂きました信州大学農学部助教授、安江恒先生に深く感謝の意を表します。

引用文献

- 1) 荒武志郎, 有馬孝禮 (1995). 湿度変動過程におけるスギ大断面材のクリープ. 木材学会誌41, 359~366.
- 2) 荒武志郎, 有馬孝禮 (1996). スギ大断面材のクリープ (第2報) 荷重増減下及び徐荷後の挙動と変形モデルによる予測. 木材学会誌42, 755~761
- 3) Armstrong, L. D. and Kingston, R. S. T. (1960). Effect of moisture changes on creep in wood. Nature 185, 862~863
- 4) Armstrong, L. D. and Christensen, G. N. (1961). Influence of moisture changes on deformation of wood under stress. Nature 191, 869~870.
- 5) Armstrong, L. D. and Kingston, R. S. T. (1962). The effect of moisture content changes on the deformation of wood under stress. Aust. J. Appl. Sci. 13, 257~276.
- 6) Armstrong, L. D. (1972). Deformation of wood in compress during moisture movement. Wood Sci.

- 5, 81~86.
- 7) Bengtsson, C. (2001). Mechano-sorptive bending creep of timber- influence of material parameters. Holz als Roh- und Werkstoff 59, 229~236.
- 8) Bethe, E. (1969). Strength properties of construction wood stored under changing climates and mechanical load. Holz als Roh- und Werkstoff 27, 291~303
- 9) Boyd, J. D. (1982). An anatomical explanation for visco-elastic and mechano-sorptive creep in wood, and effects of loading rate on strength. New perspectives in wood anatomy. Bass, P. [Ed.] pp.171~222.
- 10) Christensen, G. N. (1962). The use of small specimens for studying the effect of moisture content changes on the deformation of wood under load. Aust. J. Appl. Sci. 13, 242~256.
- 11) Eriksson, L. and Noren, B. (1965). The effect of moisture changes on the deformation of wood with tension in fibre direction. Holz als Roh- und Werkstoff 23, 201~209.
- 12) 藤田晋輔, 中戸莞二 (1965). 乾燥割れに関する研究 (第 1 報) 引張荷重下における収縮挙動. 木材学会誌11, 36~40.
- 13) 伏谷賢美 (1968). 木材の静的粘弾性に及ぼす脱リグニン処理の影響 (第 1 報) 応力緩和, 木材学会誌 14, 11~17.
- 14) 伏谷賢美 (1985). 収縮・膨潤, 伏谷賢美, 木方洋二, 岡野 健, 佐道 健, 竹村富男, 則元 京, 有馬孝禮, 堤 壽一, 平井信之共著, 木材の物理, 初版, pp. 67-68, 文永堂出版, 東京.
- 15) Gibson, E. J. (1965). Creep of wood: Role of water and effect of a changing moisture content. Nature 206, 213~215.
- 16) Gindl, W. (2001). The effect of lignin on the moisture-dependent behavior of spruce wood in axial compression. J. Materials Sci. Letters 20, 2161~2162.
- 17) Grossman, P. U. A. (1976). Requirements of a model that exhibits mechano-sorptive behavior. Wood Sci. and Technol. 10, 163~168.
- 18) 原田浩 (1985). 細胞壁, 島地謙, 佐伯浩, 原田浩, 塩倉高義, 石田茂雄, 重松頼生, 須藤彰司 共著 木材の構造, 初版, pp.125~126, pp.148~150. 文永堂出版, 東京.
- 19) Hearmon, R. F. S. and Paton, J. M. (1964). Moisture content changes and creep of wood. Forest Prod. J. 14, 357~359.
- 20) Hoffmeyer, P. and Davidson, R. W. (1989). Mechano-sorptive creep mechanism of wood in compression and bending. Wood Sci. and Technol. 23, 215-227.
- 21) Hunt, D. G. (1984). Creep trajectories for beech during moisture changes under load. J. materials Sci. 19, 1456~1467.
- 22) Hunt, D. G. (1986). The mechano-sorptive creep susceptibility of two softwoods and its relation to some other materials properties. J. Materials Sci. 21, 2088~2096.
- 23) Hunt, D. G. (1987). Progress in the analysis of creep in wood during concurrent moisture changes. J. materials Sci. 22, 313~320.
- 24) Hunt, D. G. and Shelton, C. F. (1988). Longitudinal moisture-shrinkage coefficients of softwood at the mechano-sorptive creep limit. Wood Sci. and Technol. 22, 199~210.
- 25) Hunt, D. G. (1989). Linearity and non-linearity in mechano-sorptive creep of softwood in compression and bending. Wood Sci. and Technol. 23, 323~333.
- 26) 川添正伸, 祖父江信夫, 平井信之 (2002). フーリエ変換による自然環境下における木材の曲げクリープの解析. 木材学会誌47, 73~80.
- 27) 川添正伸, 祖父江信夫 (2002). 周期的な湿度変動下における木材の曲げクリープに及ぼす湿度変動周期と試験体断面寸法の影響. 木材学会誌47, 81~91.
- 28) 黒田健一 (2000). 木材分析, 日本木材学会編, 木質科学実験マニュアル, 初版, pp.93~97. 文永堂出版, 東京.
- 29) Leicester, R. H. (1971). A rheological model for mechano-sorptive deflection of beams. Wood Sci. and Technol. 5, 211~220.
- 30) Lu, J. P. and Leicester, R. H. (1997). Mechano-sorptive effects on timber creep. Wood Sci. and Technol. 31, 331~337.
- 31) Mukudai, J. and Yata, S. (1986). Modeling and simulation of viscoelastic behavior (tensile strain) of wood under moisture content. Wood Sci. and Technol. 20, 335~348.
- 32) Mukudai, J. and Yata, S. (1987). Further Modeling and simulation of viscoelastic behavior (bending deflection) of wood under moisture change. Wood Sci. and Technol. 21, 49~63.
- 33) Mukudai, J. and Yata, S. (1988). Verification of Mukudai's mechano-sorptive model. Wood Sci. and Technol. 22, 43~58.
- 34) 中野隆人 (1996a). 木材の放湿過程のクリープ挙動の定式化. 材料45, 381~384.
- 35) Nakano, T. (1996b). Viscosity and entropy change

- in creep during water desorption for wood. Wood Sci. and Technol. 30, 117~125.
- 36) Nakano, T. (1996c). A theoretical description of creep behavior during water desorption. Holzforschung 50, 49~54.
- 37) 則元 京, ジョセフ・グリル, 湊 和也, 岡村圭三, 椋代純輔, ロジャー・ロウエル (1987). 化学修飾による湿度変動下における木材のクリープの抑制. 木材工業42, 504~508.
- 38) Norimoto, M., Gril, J. and Rowell, R. M. (1992). Rheological properties of chemically modified wood: relationship between dimensional and creep stability. Wood and Fiber Sci. 24, 25~35.
- 39) 大草克己, 林昭三 (1956). 応力を受けている木材の収縮・膨潤 (第1報) 圧縮応力, 木材誌2, 5~7.
- 40) 大草克己, 林昭三, 小迫恵彦 (1956). 応力を受けている木材の収縮・膨潤 (第2報) 引張応力, 島根農科大学研究報告4, 93~96.
- 41) Ranta-Maunus, A. (1975) The viscoelasticity of wood at varying moisture content. Wood Sci. and Technol. 9, 189~205.
- 42) 佐道健 (1959). 木材の物理的性質とその化学成分との関連性に関する研究 脱リグニン木材の吸湿性について, 京都府立大学学術報告, No.11, 114-119.
- 43) 坂井克己 (1985). リグニン, 原口隆英, 寺島典二, 白田誠人, 越島哲夫, 坂井克己, 諸星紀幸, 寺島文之, 甲斐勇二, 志水一允, 榎原彰共著, 木材の化学, 初版, pp.115-116, 文永堂出版, 東京.
- 44) Schniewind, A. P. (1967). Creep-Rupture life of Douglas-fir under cyclic environmental conditions. Wood Sci. and Technol. 1, 278~288.
- 43) Schniewind, A. P. and Lyon, E. (1973). Further experiments on Creep-Rupture life under cyclic environmental conditions. Wood and Fiber 4, 334~341.
- 45) 鈴木寧 (1952), 含水率平衡状態にない木材梁の匍匐について, 日林講演集61, 210.
- 47) Takemura, T. (1966). Plastic properties of wood in relation to the non-equilibrium states of moisture content. Memories of the college of Agriculture of Kyoto Univ. 88, 31~48.
- 48) 竹村富男, 金川靖, 中戸莞二 (1968a). 木材の可塑化に対する緩和理論の応用. 木材学会誌14, 395~400.
- 49) 竹村富男 (1968b). 放湿過程のクリープについて. 木材学会誌14, 406~410.
- 50) 竹村富男 (1970a). 放湿過程の木材の記憶効果 (第1報) 記憶効果の非線型性. 木材学会誌16, 108~114.
- 51) 竹村富男 (1970b). 放湿過程の木材の記憶効果 (第2報) 非定常理論の実験的検討. 木材学会誌16, 115~120.
- 52) 竹村富男 (1972a). 放湿過程の木材の記憶効果 (第3報) 乾燥応力の予測原理. 木材学会誌18, 1~7.
- 53) 竹村富男 (1972b). 放湿過程の木材の記憶効果 (第4報) 乾燥応力の予測. 木材学会誌18, 105~113.
- 54) 竹山謙三郎 (1944). 木材並に接手の匍匐に関する予備的実験 (第1報) マツ材の長期曲試験, 建築学会論文集第33号, 6~7.
- 55) 徳本守彦 (1991a). 曲げセット材の負荷履歴と吸湿時の復元. 木材学会誌37, 505~510.
- 56) 徳本守彦 (1991b). 平成3年度レオロジー研究会講演会要旨集. 29~40.
- 57) 徳本守彦, 長江英樹, 武田孝志, 中野達夫 (1998). 曲げセットをうけた木材の吸湿過程の曲げクリープ. 材料47, 374~379.
- 58) 徳本守彦 (2001a). 木材のメカノソープティブクリープとセット. 木材工業56, 48~52.
- 59) 徳本守彦 (2001b). 木材のメカノソープティブクリープとセット. 木材工業56, 100~104.
- 60) 徳本守彦 (2001c). 木材の吸脱湿サイクル下の曲げクリープとセット. 木材学会誌47, 189~197.
- 61) 横田信三 (2003). リグニン, 福島和彦, 船田良, 杉山淳司, 高部圭司, 梅沢俊明, 山本浩之編集, 木質の形成, 初版, pp.189, 海青社, 大津.

Effects of Delignifying Treatments on Mechano-sorptive Creep of Wood

Wenbo ZHANG

Department of Forest Science, Faculty of Agriculture, Shinshu University

Summary

Mechano-sorptive (MS) creep of wood occurs by the interaction of mechanical stress and moisture sorption. While there are different hypotheses on mechanism of this complicated phenomenon, knowledge on the behavior of wood has been accumulated. As one typical feature, it had been found that MS creep deformation under continuous load was equal to the superposition of additional creep under a single load and recovery under zero-load, and it seems as if wood acts by memorizing the range of moisture change under load. In this study, the effect of delignification on MS creep was investigated in order to clarify the function of the hydrophobic constituent.

In the chapter 1, background and general problems about MS creep behavior were introduced.

In the chapter 2, effects of delignifying treatments on MS creep behavior were investigated with radial specimens. Specimens (*Hinoki*, *Chamaecyparis obtusa* Endl.) for bending creep tests were prepared by three different levels of delignification, and untreated specimens were also prepared as controls. Three loading conditions were used: "Ad" cycles (the first adsorption under load, subsequent desorption under zero-load, the next adsorption under load...), "Da" cycles (desorption under load, adsorption under zero-load...), and "AD" cycles under continuous load. Moisture cycles were repeated five times for all processes. The test temperature was constant at 20 °C, and the relative humidity ranged from 40 % to 94 %. Results obtained were summarized as follows:

1. When the delignification level was high, both instantaneous (J_0) and total (J_T) creep compliance were large as compared with the control specimens.
2. J_T of the high delignification level during the Ad, Da, and AD cycles were 5.1, 4.0, 5.2 times the value of the control specimens, respectively. J_T increased sharply as lignin content decreased, but the relationships between J_T and J_0 were proportional.
3. The estimated J_T , which was calculated by superposition of Ad and Da cycles, agreed with experimental data of AD cycles.

It was concluded that the effect of delignification on MS creep was quantitatively remarkable, but was qualitatively slight.

In the chapter 3, as an additional step to explain the mechanism of MS creep behavior, recovery of set was investigated using radial specimens described in the chapter 2, and the results were also compared with recovery of set when subjected to a single adsorption or desorption process. Results obtained were summarized as follows:

1. While the residual set compliance (J_s) after unloading increased by delignification. The ratio of J_s of treated specimens to controls was proportional to the ratio of instantaneous compliance. It should be noted that delignification brought to MS mechanism remarkable quantitative change, but the qualitative system was constant.
2. The recovery of set after adsorption for "Ad" or "A" was small compared to "Da" or "D" for all delignification levels. Recovery of "Ad" or "A" was slow within the moisture change range for preparation, and became fast beyond the range. For "Da" or "D" the opposite was the case, and "AD" was constant. Recovery of "AD" was consistent with superposition of "Ad" and "Da".

3. The range of moisture content expanded by delignification, and the upper limit of the range was almost equal to the turning point of recovery curve. The differences of recovery rate before and after the turning point decreased by delignification for "Ad"/"A" set or "Da"/"D" set.

In the chapter 4, effects of delignifying treatments on MS creep behavior were investigated with longitudinal specimens, and the obtained results were compared with the case of radial specimens. The levels of delignifying treatments and experimental conditions were same as that used in the chapter 2. Results obtained were summarized as follows :

1. During repeating Ad or Da process, total compliance (J_T) and set increased, and delignifying increased the amounts of J_T and set, while the differences of J_T and set between Ad and Da process were small.
2. Delignifying increased J_T for AD process: J_T of strong-delignified specimen was 1.7 times as J_T of control after five moisture cycles. While the deflections increased during all desorption, the deflections remarkably decreased during all adsorption except the first adsorption.
3. The effects of delignifying were more distinguished for radial specimen, in which J_T of strong-delignified specimen was 5.2 times as J_T of control (1.7 times for longitudinal specimen). During all adsorption, deflections increased for radial specimen (decrease for longitudinal specimen). The differences between longitudinal and radial specimens might be caused by the differences of directions of internal force. The internal force should act directly on the matrix of cell wall for radial specimen, while the differences of response between microfibril and matrix might affect MS creep for longitudinal specimen.

Based on the above results, the effects of delignifying treatments on MS creep of wood, it was clarified that lignin works as a restraint factor to occurrence of MS creep. Thus lignin should not directly affect the memorizing function in MS creep.

Key words : MS creep, delignification, anisotropy, memorizing effect, recovery of set.