

CNF を添加した薬液注入材の CNF の分散性向上について

早稲田大学 学生会員 ○齋藤 拓未

早稲田大学 学生会員 山本 馨

早稲田大学 国際会員 赤木 寛一

ケミカルグラウト(株)正会員 渡邊 陽介, 川村 淳

薬液注入材 CNF 分散

1. はじめに

セルロースナノファイバー(CNF)は木材などの植物細胞壁の基本骨格であるセルロースをナノサイズにまでほぐした繊維である。CNF は比表面積が大きい、軽量で高強度、線熱膨張率が極めて小さいといった特徴を有しており¹⁾、既往研究²⁻³⁾ではその特徴に着目して強度増加などを目的とした地盤改良材に活用する検討を行っている。それらの報告では CNF を添加した薬液による薬液固結砂の強度増加に CNF は寄与するが詳細な固結メカニズムまで把握しきれていないのが実状である。またプラスチック業界の研究⁴⁾では、CNF を分散させてプラスチックと混合したフィルムが、CNF の補強効果によって CNF 非混合のプラスチックフィルムよりも優れた強度や耐熱性を示した知見がある。以上より、本報告では CNF を添加した薬液の実用性向上と用途拡大を目的とし強度発現の重要な要素になると思われる CNF の分散性に関する検討を行った。

2. 試験内容

CNF の分散効果を確認するために、沈降試験および強熱減量試験により薬液中の CNF の分散に関する検討を行う。沈降試験では CNF 添加薬液の作液時の攪拌回転数と攪拌時間をそれぞれ変えた配合で沈降率を評価することにより、CNF 添加薬液中で CNF の性能が十分発揮できる作液方法を模索する。強熱減量試験では CNF 添加薬液のホモゲルを強熱により有機物(CNF)を焼失させることでゲル化後の薬液中の CNF の分布確認を試験的に行う。

2.1 試験条件

薬液はシリカ濃度 6%の特殊中性・酸性薬液に CNF を 0.25%添加した配合とし、攪拌機の回転数と攪拌時間を変えて調合する。実施した試験ケースを表 2-1 に示す。

本報告で使用した CNF は国立研究開発法人森林研究・整備機構 森林総合研究所から提供された酵素・湿式粉碎でスギから製造した水懸濁タイプである。ここでいう CNF 濃度とは薬液全体重量に対する CNF 乾燥重量の割合である。

2.2 実験手順

2.2.1 沈降試験

1) CNF を添加した薬液を調合する。

調合時の攪拌回転数は各ケースの回転数とした。薬液の調合直後を 0 秒とし、薬液調合後に表 2-1 に示す攪拌時間を別途設け攪拌した。調合後の攪拌が完了した時点で作液終了とする。図 2.1 に使用した攪拌機を示す。

2) 沈降率を測定する。

作液後の薬液を定量メスシリンダーに移し、所定時間経過後の薬液の透明部と白濁部の境界面を測定する。境界面を計測する所定時間は作液後を 0 秒とし、計測頻度は薬液がゲル化するまで 14 回計測した。沈降試験方法を図 2.2 に示す。図 2.2 のうち、(a)はメスシリンダー底面からの薬液面高さ、(b)はメスシリンダー底面から白濁部上面までの高さ

である。式(2.1)に示すとおり薬液高さに対する一定時間経過時の透明部と白濁部の境界面高さを測定することにより沈降率を算出した。

3) 1) 2)の手順を試験ケース毎に実施する。

2.2.2 強熱減量試験(JIS A 1226)

作液方法は沈降試験と同様の手順で行った。試験ケースは表 2-1 のうち 400r.p.m と 16,000r.p.m のケースで行った。プラモールド(φ50mm×100mm)に薬液を投入しホモゲル供試体を作製する。薬液固結後にホモゲルを脱型し供試体上部と下部から試料を採取した。採取した試料を強熱し質量を測定することで試料の有機物含有量を算出した。

表 2-1 試験ケース

ケース番号	回転数(r.p.m)	攪拌時間(min)
(1)	400	10
(2)	400	20
(3)	1,400	5
(4)	1,400	10
(5)	1,400	15
(6)	8,000	5
(7)	8,000	10
(8)	8,000	15
(9)	16,000	5
(10)	16,000	10
(11)	16,000	15



400r.p.m 1,400~16,000r.p.m

図 2.1 攪拌機

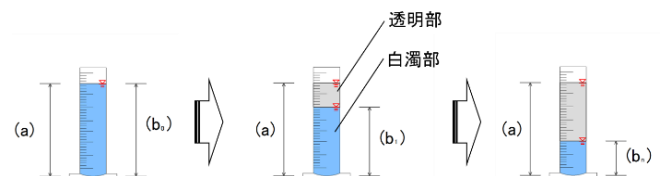


図 2.2 沈降試験方法

$$\text{沈降率}(\%) = \frac{(a)-(b)}{(a)} \times 100 \quad \dots \text{ (式 2.1)}$$

3. 試験結果

写真 3-1 に沈降試験状況を示す。図 3.1 に CNF 沈降率と経過時間の関係を示す。攪拌機の回転数が 16,000r.p.m のケースの最終計測沈降率は 25~35%程度で他の回転数と比較して一定時間経過後における沈降率は小さく、回転数増加が沈降率減少に寄与することを確認した。ただし、400r.p.m と 1,400r.p.m と 8,000r.p.m では差がなかった。

図 3.2 に CNF 沈降速度と攪拌時間の関係を示す。CNF 沈降速度とは、図 3.1 の各系列において初期部分に見られる攪拌時間と沈降量の関係から得られる線形式より算出した。攪拌機の回転数が大きくなると沈降速度は小さくなる傾向がみられ、16,000r.p.m の場合において最も小さくなった。攪拌時間については攪拌時間が 10 分もしくは 15 分の場合が最も小さい沈降速度となった。従って回転数 16,000r.p.m かつ攪拌時間 15 分のケース(10)が最も沈降率、沈降速度が小さくなった。写真 3-1 に回転数 400r.p.m のケース(1)と 16,000r.p.m のケース(10)の沈降試験結果を示す。両試料の沈降量が異なっていることは目視でき、透明部と白濁部はそれぞれゲル化していた。

図 3.3 に攪拌回転数 400r.p.m と 16,000r.p.m で作液した薬液ホモゲル供試体の上部と下部より採取した試料の強熱減量試験結果を示す。図 3.3 より、攪拌回転数 400r.p.m と 16,000r.p.m で作液した薬液ホモゲルのいずれも供試体下部の有機物含有量の値が高いことから CNF は下部の方が多い傾向にある。また、400r.p.m の場合、攪拌が不十分であることから、供試体上部と下部の有機物含有量の差は大きく異なっていたことが推測される。対して 16,000r.p.m の場合、攪拌時間 5 分は供試体上部と下部で有機物含有量は同程度の結果であったが、攪拌時間 10 分と 15 分では供試体の有機物含有量は上部が低く下部が高い結果になった。ただし、400r.p.m の 3~12%程度でばらつきがあるのに対し、16,000r.p.m では 1~4%程度のばらつきであった。

4. まとめ

攪拌機の回転数と攪拌時間を変えて薬液を調査し、沈降試験および強熱減量試験により薬液中の CNF の分散性について確認した。薬液中の CNF の性能について確認した結果、沈降試験、強熱減量試験の双方において攪拌機の回転数の上昇に伴い分散性が向上することが確認できた。今後は本報告の結果を踏まえ、分散性の向上が薬液固結砂の強度上昇に与える影響についての検討および薬液固結砂の高強度化や地盤への浸透性についての検討を継続したいと考える。

<参考文献>

- 1) 眞柄：セルロースナノファイバー製造技術実証事業，生物資源，10(3)，2016
- 2) 山本，赤木，CNF を添加した薬液固結砂の強度特性について，第 54 回地盤工学研究発表会，2019
- 3) 中野，赤木，CNF を添加した薬液固結砂の強度特性および針貫入試験による強度推定について，第 15 回地盤工学会関東支部発表会，2018
- 4) Shuji Fujisawa, Eiji Togawa, Katsushi Kuroda : Facile Route to Transparent, Strong, and Thermally Stable Nanocellulose/Polymer Nanocomposites from an Aqueous Pickering Emulsion, American Chemical Society, p266-271, 2017

【謝辞】

本研究は林野庁補助事業「木材のマテリアル利用技術開発事業」の一部を報告するものである。

研究の実施にあたり、国立研究開発法人森林研究・整備機構 森林総合研究所に多大なご協力を頂いた。

末筆ではあるが、ここに記して深甚な謝意を表す。

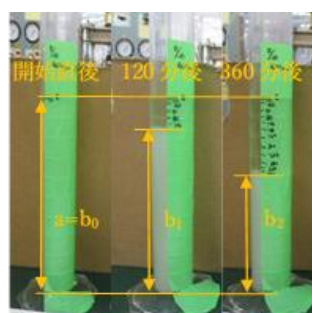


写真 3-1 沈降試験状況 (ゲル化前)

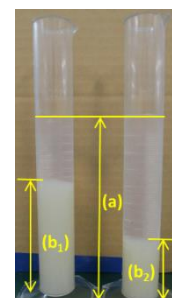


写真 3-2 沈降試験後 (ゲル化後)
左：ケース(10)
右：ケース(1)

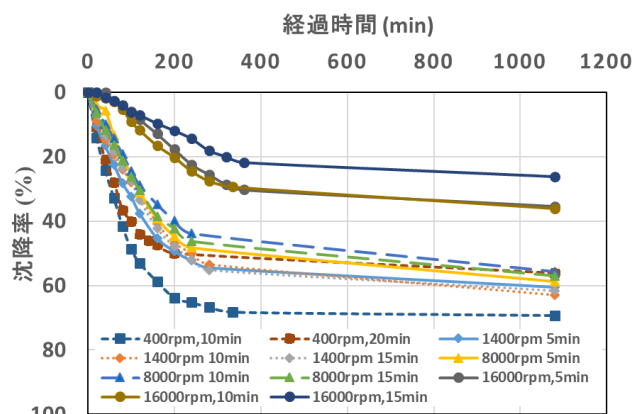


図 3.1 CNF 沈降率と経過時間の関係

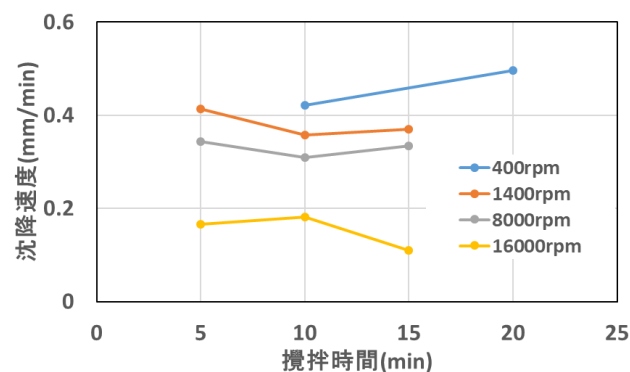


図 3.2 CNF 沈降速度と攪拌時間の関係

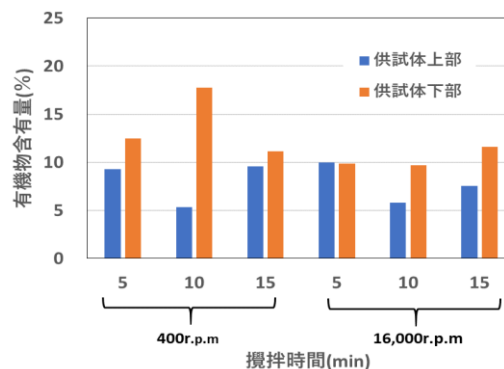


図 3.3 供試体上下での有機物含有量と攪拌時間の関係