

焼成した浄水場発生土の空隙構造の評価

金沢大学工学部 江口 朋代

金沢大学大学院 正会員 五十嵐 心一

1. 序論

近年、持続可能な社会形成を目標に、環境保全に対する認識の高まりから、資源の有効利用に関する研究が盛んに行われている。現在、産業廃棄物として大量に発生する浄水場発生土は、空隙量が多い多孔質な構造であることから、その高い保水性が多方面から注目されており、建設材料としても保水性路盤や緑化材などへの有効活用が鋭意検討されている。その性能を最大限発揮させるためには、浄水場ごとに異なる空隙構造の特徴を理解し、適切な焼成条件を確立することが必要であると考えられるが、現在では発生土の物性の変化を空隙の空間構造から検討した例はない。

本研究においては、これらの多孔質な材料の空隙構造を空間構造の観点から定量的に評価し、その特徴を明らかにすると同時に、温度が空隙構造と吸水特性の関係に及ぼす影響について検討することを目的とする。

2. 実験概要

(1)焼成材料 試料は東京都内の浄水場で平成 18 年 4 月に採取した発生土であり、未成形試料（脱水後の顆粒状態）と成形試料とを用意した。未成形試料に対して 1000, 1050, 1100, 1150°C の各温度を 20 分保ち、焼成を行った。成形試料は採取試料を粉砕し直径 2cm, 高さ 4cm の円柱状に成形後脱型し 110°C にて 48 時間の乾燥を行った。

(2)吸水率・密度の測定 吸水率は、未成形試料を 96 時間吸水させたときの質量とそれを 48 時間 110°C にて乾燥させたときの質量の差を乾燥質量で除すことにより求めた。また、密度測定には成形試料を用い、焼成前の乾燥状態と 1050°C 焼成後の質量と寸法を測定した。

(3)電子顕微鏡観察 未成形試料を使用し、低粘度エポキシ樹脂による包埋を行った。表面を研磨後、金-パラジウム蒸着を施して、反射電子像観察試料とした。走査型電子顕微鏡を使用し、研磨面の反射電子像をパーソナルコンピュータに取り込んだ。取り込んだ画像に対して 2 値化処理を行い、空隙を抽出した 2 値像を

得た。その画像から空隙の面積率を求め、Dolesse の法則 ($V_v=A_A$) を適用して体積率を算出した。

(4)2点相関関数 空隙の分布状況や、それらの相関関係を調べるために 2 点相関関数 $S_2^{(p)}(r)$ を用いた。2 点相関関数は、ある一定の長さの線分をランダムに落とした時に、その両端が同一相に載る確率関数である。2 点相関関数値は距離の増大にともなって低下し、ある距離離れると関数値は Φ_0^2 (Φ_0 : 体積率) に収束する性質を有しており、この値と最初に交わる距離を、その組織の 3 次元構造を特徴付ける構造距離とした。

(5)テクスチャ解析 取得した画像より得られる重要な特徴としてテクスチャが挙げられ、本研究ではこの解析手法に濃度共起行列由来のパラメータを用いた。濃度共起行列とは画像の濃度 i の点から一定の位置関係 $\delta=(r, \theta)$ (角 θ の方向に距離 r に位置する点) の濃度が j である確率 $P_\delta(i, j)$ より定義される行列である。この行列より数々の特徴量を計算し、画像を特徴づけることが可能である。本研究においては一般的によく用いられている特徴量のうち、次式にて定義されるコントラストを採用した [1]。

$$\text{コントラスト} = \sum_{k=0}^{n-1} k^2 P_{x-y}(k) \quad (1)$$

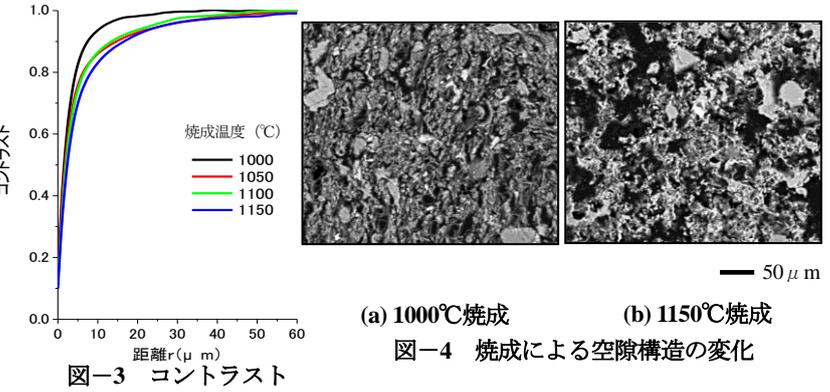
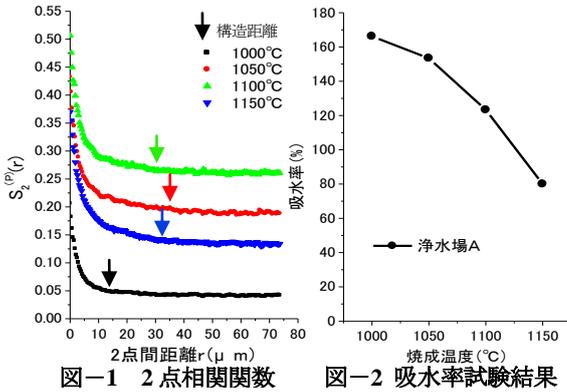
$$P_{x-y}(k) = \sum_{i=0}^{n-1} \sum_{j=0}^{n-1} P_\delta(i, j), \quad k=0, 1, \dots, n-1 \quad (2)$$

$|i-j|=k$

一般的には、一対の要素同士において、その濃度差が大きいほどコントラストが大きく測定される。本研究においては 2 値画像を用いるため、コントラストは一対の要素においてある相から異なる相に移行する確率を意味し、収束値は体積率に依存する。よって、正規化した値を用いて評価を行うこととした。これにより、空隙が凝集していればコントラストは急速に収束し、逆に分散していればゆるやかに収束する。

表-1 1050°C 焼成前後における密度の変化

乾燥後密度(g/cm ³)	1.28
焼成後密度(g/cm ³)	1.00



3. 結果および考察

表-1 は密度試験の結果の一例を示したものであるが、通常のセラミックスの焼成とは大きく異なり、1050°Cの焼成では密度が減少していることがわかる。また図-1 は各温度で焼成した後の発生土の空隙の2点相関関数を示したものである。この関数の初期値は空隙の体積率を表すが、1150°Cを除けば、焼成温度の上昇ともなつて関数の初期値が増大しており、空隙率が増加していることがわかる。すなわち、1100°Cまでの焼成温度の上昇はより空隙を生成させる効果があることがわかる。一方、図-2 は吸水率試験の結果を示したものであるが、焼成温度の上昇とともに試料の吸水率は低下している。セラミックス材料においては一般に焼成温度が上昇すると粉体粒子間の結合が増大し、緻密な固体構造を形成する焼結を生じる。この焼結現象により材料の密度が増大し、それが吸水率の低下をもたらす。しかし、図-1 に示したように本試料は焼成を行うことにより1100°Cまで空隙は増加し、緻密な組織の形成には至らない。この空隙量の増加は、発生土に含まれる有機物分などの焼失が原因と考えられる。また、1150°C焼成では空隙量が減少することから、これ以後に発生土は焼結し、吸水率は低下することが予測される。しかし、空隙量そのものと吸水率を直接結び付けることは困難であり、焼成した浄水場発生土の吸水特性は空隙量（ポロシティ）だけで決定されるのではなく、その空隙の空間構造にも影響を受けていると考えられる。

図-1 において構造距離に着目すると、1000°C焼成については、空隙の構造距離が15 μm程度であり、1050°C以上では35 μm程度の距離を示している。構造距離が空隙の寸法に影響を受けることを考慮すると、焼成温度の上昇により空隙がより粗大化していることがわかる。しかし、焼成温度1050°C以上においては構

造距離には温度の相違による大きな差は認められない。

図-3 は各焼成温度の画像から算出した、正規化したコントラストの距離にもなう変化を示したものである。焼成温度の上昇ともなつて、収束するまでの距離が増大することがわかる。コントラストが画像の要素対の異相同士の集中性の程度を表すことを考えれば、1000°C焼成では短距離で収束していることから、相対的にコントラストに差の見られる30 μm以下の範囲において、小さな空隙が凝集する傾向を有していたと考えられる。一方、温度が高いほど収束が遅れており、粗大な空隙が存在する、もしくは空隙がより分散した状態で点在する空間構造に移行することがわかる。したがって、焼成温度の上昇ともなつて、その空間構造は、粗大な空隙が形成される一方で微細な空隙はより分散した構造に変化することがわかる。このような空隙の構造変化により粗大な空隙の周囲にはこれと連結するような微細な空隙が存在し、これが水分の移動経路となって保水性が低下し、結果として吸水率が低下したものと考えられる。図-4 に1000°Cと1150°C焼成における試料の反射電子像を示す。高温による粗径化が視覚的にも認識できる。

4. 結論

本研究で使用した浄水場発生土は焼成温度を上昇させることにより、空隙率は上昇する傾向を示すが、吸水率は低下する。この変化は空隙の空間構造の特徴と密接に関連していると考えられる。

謝辞

本研究を実施するにあたり、東京都水道局・エンテック(株)より浄水場発生土試料の提供を受けた。ここに記して感謝の意を表す。

参考文献

[1] Haralick, R. M. et al: IEEE Trans Syst Man Cybern Vol.3, No.6, pp.610-621, 1973.