

遮水シートの透水係数および劣化深度の評価と可視近赤外分光法による推定手法に関する検討

九州大学大学院 学生会員 ○井上 幸一 正会員 中山 裕文
九州大学大学院 正会員 島岡 隆行 学生会員 小宮 哲平

1. はじめに

遮水工の信頼性を向上させるため、埋立地遮水シートの維持管理手法として、遮水シートの遮水性能および耐久性等を非破壊かつ簡便に評価できる試験法の開発が望まれる。本研究では、遮水シートの劣化を可視近赤外分光反射スペクトル(波長 350nm～2500nm)の分光特性を分析することで、遮水性能および耐久性等を推定可能な現場非破壊試験法の開発を試みた。その結果、反射スペクトルの特徴波長における反射率の二次微分値を用いて強酸浸せき処理後のポリ塩化ビニルシート(PVC)に生じた耐久性の変化を推定可能であることが明らかとなった¹⁾。本研究では、表面のみに濃硫酸による浸せき処理を施した PVC の透水係数を透湿度試験から求め、浸せき処理後の PVC の遮水能力を評価した。また、マイクロトームによって薄切試料を作成し、顕微 FT-IR-ATR によって浸せき処理後の PVC の深さ方向分析を行い、劣化深度を明らかにした。さらに、透水係数および劣化深度を可視近赤外分光反射スペクトルから推定可能であるか検討した。

2. 実験方法

まず、厚さ 1.5mm の PVC を 100mm 角に切り出し、裏面同士を接着剤で接着したものを濃硫酸へ 3 時間、6 時間、12 時間および 24 時間浸せきさせた。浸せき処理終了後に接着を剥がし、反射スペクトルを計測した後、約 7cm 径の透湿度試験用試験片および約 10mm × 3mm の深さ方向分析用試験片を切り出した。

(1) 透湿度試験

透湿度試験は、JIS L 1099「繊維製品の透湿度試験方法」の塩化カルシウム法(カップ法)に準拠した。内径 70mm のアルミカップに 10g の塩化カルシウムを入れ、透湿度試験用試験片を被せて蓋とし、端部を蜜蝋したものを供試体とした。この供試体を温度 40℃湿度 95% に調整した恒温恒湿槽内に 1 時間静置した後に取り出して重量を測定し、さらに恒温高湿槽内に 24 時間静置した後に測定した重量の増分を透過水蒸気量として透湿度を算出した。なお、透湿度を用いた透水係数の算出には以下の式(1)を用いた。ここで、 k は透水係数(cm/sec)、 t はシートの厚さ(cm)、 P_A は透湿度(gf/cm²/h)、 S は試験温度における飽和水蒸気量(gf/cm²)、 R_1 はカップ内の湿度(%)および R_2 はカップ外の湿度(%)である²⁾。

$$\text{透水係数 } k = t \cdot P_A / S (R_2 - R_1) \quad (1)$$

(2) 薄切試料を用いた劣化深度分析

深さ方向分析用試験片の表面から深さ方向に向かってマイクロトームを用いて厚さ 150 μm 毎に薄く試料を切り出し、各浸せき期間毎に約 10 片ずつの薄切試料を作成した。このように作成した薄切試料の表面の赤外反射スペクトル(波数 4000cm⁻¹～650cm⁻¹)を顕微 FT-IR-ATR によって測定した。濃硫酸浸せき処理後の PVC は表面から可塑剤が溶出することによって柔軟性が失われることから、可塑剤が大きく減少している深さを劣化深度とした。赤外反射スペクトルにおいては、可塑剤が有する官能基(-CH₃)の吸収ピークである 2955cm⁻¹付近および 1460cm⁻¹付近のピークに着目し、可塑剤の存在を示すこのピークの高さ(吸収の深さ)が顕著に増加する深さを劣化深度とした。

3. 実験結果および考察

(1) 透湿度から求めた透水係数

浸せき処理前後の PVC の透湿度から求めた透水係数を図-1 に示す。浸せき処理後の PVC の透水係数は若干増加している。しかし、遮水シートに要求される透水係数は 3×10^{-9} cm/secであることを考えると、浸せき処理後も初期の遮水性能が十分保持されているものと考えられる。

(2) 顕微 FT-IR-ATR による薄切試料分析結果

例として、顕微 FT-IR-ATR によって測定した赤外反射スペクトルによる浸せき処理 24 時間後の PVC の深さ方向分析結果を図-2 に示す。表面 0 μm では小さ過ぎて確認できなかった -CH₃ 由来の 2956cm⁻¹ および 1460cm⁻¹ の吸収ピークが深さ方向へ行くに連れて微弱ながら検出されることが確認できる。これは、可塑剤は表面では大きく減少しているが、深部に至るとまだ溶出せずに残存していることを示している。その他の期間についても同様に深さ方向の分析を行った。各浸せき期間浸せき処理を行った PVC の深さ方向に測定した赤外反射スペクトルにおける 2956cm⁻¹ および

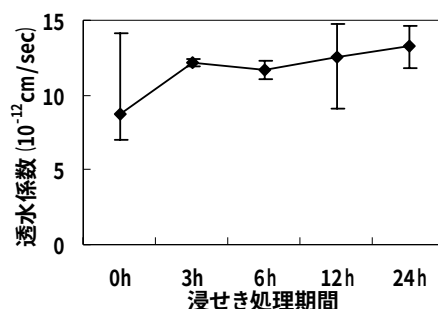


図-1 浸せき処理前後の PVC の透水係数

1460 cm^{-1} のピーク高さを算出した結果を図-3および図-4に示す。ピーク高さより、ピーク高さの変化がほぼ終了した図中円で囲んだ分析深さを劣化深度とした。3時間および6時間は150 μm 、12時間は375 μm 、24時間では600 μm であった。浸せき処理後のPVCは浸せき期間の増加に伴い、可塑剤がより深部から徐々に溶出し、劣化深度が増加することがわかった。

4. 透水係数および劣化深度の推定

可視近赤外分光反射スペクトルの特徴波長における反射率の二次微分値を用いて、透水係数および劣化深度を推定することが可能であるか検討した。反射スペクトルの特徴波長として、 $-\text{CH}_3$ 由来のピークがある1350nmと、変化が顕著であった $-\text{CH}_2$ 由来のピークがある1720nmおよび2310nmを採用した¹⁾。各浸せき期間浸せき処理後のPVCの特徴波長付近の二次微分スペクトルを図-5に示す。特徴波長における反射率の二次微分値を用いた重回帰分析によって透水係数および劣化深度の推定式を構築した結果を図-6および図-7に示す。ただし、 Y_k は透水係数(10^{-12}cm/sec)、 Y_d は劣化深度(μm)、 X_{1355} 、 X_{1720} および X_{2310} はそれぞれ反射スペクトルの1355nm、1720nmおよび2310nmにおける反射率の二次微分値である。分析の結果、良好な推定式が得られた。可視近赤外分光反射スペクトルから透水係数および劣化深度を推定可能であることが示唆された。

5. まとめ

本実験の結果、以下のような知見を得た。

- (1)濃硫酸浸せき処理前後のPVCの透水係数を実験により測定した透湿度から算出した。浸せき処理後、透水係数には若干の増加が認められたが、初期の遮水能力は十分保持されていた。
- (2)濃硫酸浸せき処理前後のPVCからマイクロトームを用いて薄切試料を作成し、顕微FT-IR-ATRによって深さ方向分析を行った。結果、浸せき期間の増加に伴い、劣化深度が増加することがわかった。
- (3)可視近赤外分光反射スペクトルの特徴波長における反射率の二次微分値から透水係数および劣化深度の推定式を構築したところ、良好な推定式が構築できた。可視近赤外分光法によって、遮水性能および劣化深度を評価できる可能性が示唆された。

<参考文献> 1)井上幸一, 中山裕文, 小宮哲平, 島岡隆行: 分光反射スペクトルの微分値を用いた遮水シート劣化推定手法に関する検討, ジオシンセティックス論文集第19巻, pp.87-92, 2004

2)坪井正行, 清水禎一, 岩井勉, 近藤三樹郎: 遮水シートの水蒸気透過について, 第10回廃棄物学会研究発表会講演論文集, pp.974-976, 1999

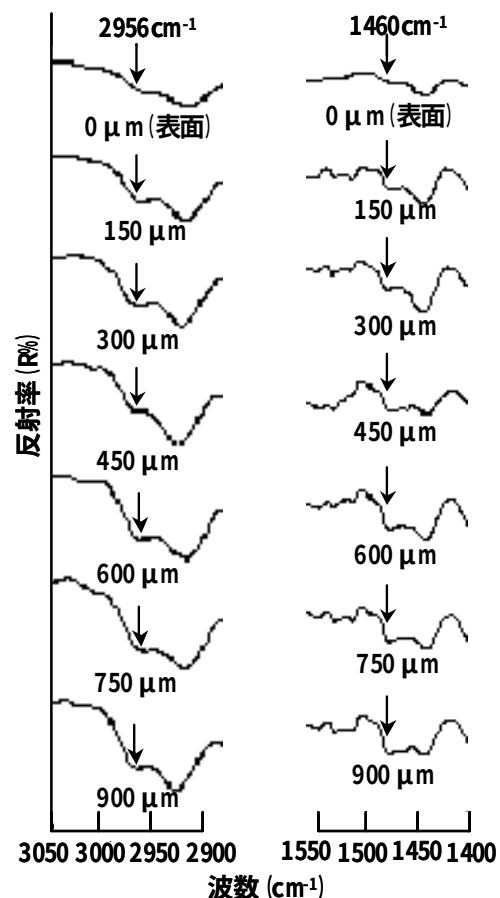


図-2 浸せき処理24時間後のPVCの顕微FT-IR-ATRによる深さ方向分析

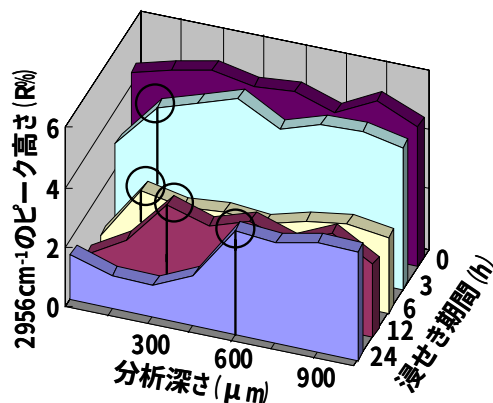


図-3 各浸せき期間における深さ方向の2956 cm^{-1} のピーク高さ分布

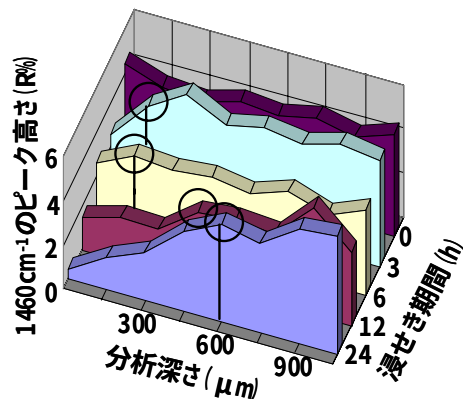


図-4 各浸せき期間における深さ方向の1460 cm^{-1} のピーク高さ分布

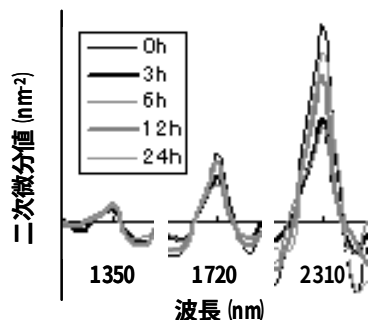


図-5 各特長波長付近の二次微分スペクトル

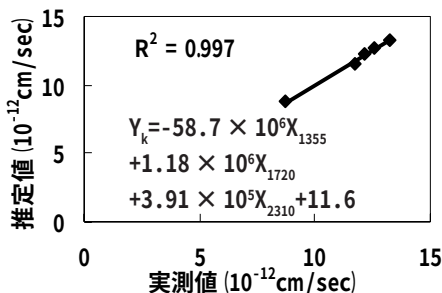


図-6 透水係数の推定式

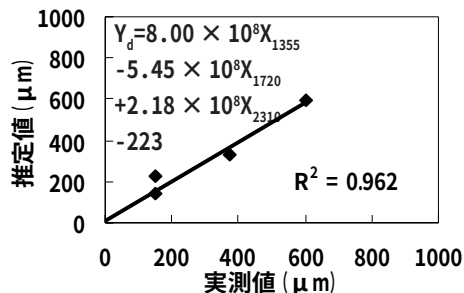


図-7 劣化深度の推定式