

0 - 7. 近赤外分光法による様々な含水率状態における木材試料の全乾密度の推定

(北林産試) 藤本 高明, (名大院生命農) 土川 寛

1. はじめに

全乾密度は、木材中に含まれる水分を取り除いた木材実質の量を表す情報に他ならない。木材実質量に関する情報は、材料の運搬・輸送に際してや森林におけるバイオマス量などを知るうえで重要である。全乾密度は、当然のことながら木材を全乾状態になるまで乾燥させ、その時の重量と体積から通常算出される。

伐採して間もない木材、すなわち生材は、一般に多量の水分を含んでいることが多い。しかし、通常的环境下で使用する段階の木材は、生材の状態から水分が取り除かれたいわゆる気乾状態にある。したがって、生材状態の段階の木材から、気乾ないしは全乾状態の性質を推定することが出来れば、製材や乾燥処理の際の事前情報として有用である。

近赤外分光法は、簡易な非破壊計測手法として幅広い分野で応用されている。また、同法によって木材の様々な性質を精度よく推定できることが多くの報告で確認されている¹。その中で、木材の密度についても、生材密度や気乾密度を精度よく推定可能なことが報告されている¹⁻³。しかし、生材の状態から得られたスペクトルを用いていけば間接的に気乾ないしは全乾状態の密度を推定する試みはほとんどない。

本研究では、全乾から飽水状態まで様々な含水率状態の木材から近赤外スペクトルを測定し、それらを多変量解析することによって気乾および全乾密度を推定できるか検討した。

2. 実験方法

供試材料として、カラマツ気乾材から寸法 20 (L) × 20 (R) × 20 (T) mm の試験体を 100 個準備した。各試験体に対し様々な含水率状態を付与するために、全試験体に水を減圧注入 (約 3 時間) し飽水状態にした後、順次含水率を低下させる方法を採用した (Table 1)。まず、注入前の気乾状態で、全ての試験体の密度と近赤外スペクトルを測定した (Step 1)。密度は、測長法により測定した。近赤外スペクトルの測定方法は後述する。ついで、注入処理後、再度、全試験体について密度とスペクトルを測定した (Step 2)。その後、室温放置、乾燥処理 (65 °C および 105 °C) をしながら、Table 1 の時間間隔で無作為に選んだ 10 サンプルについて密度とスペクトルを測定した (Step 3-21)。なお、含水率変化とスペクトル変化との対応を検討するために、10 サンプルのうちの 5 個は毎回測定を行った。最後に、105 °C、2 日間で全乾状態にした全試験体の密度とスペクトルを測定した (Step 22)。

近赤外スペクトル測定には、非接触拡散反射ヘッドを接続した Bruker Optics 社製の MATRIX-F を使用した。測定条件は、スペクトルレンジ 9000 – 4000 cm⁻¹、分解能 8 cm⁻¹、スキャン回数 32 回とした。スペクトルは、試験体

Table 1. Procedure of moisture contents conditioning.

Step	Conditioning of moisture content	Density and NIR measurements
1	Air-dry condition	All samples (100)
2	Water impregnated condition	All samples (100)
3	Leave at room for 1 hour	Ten samples *
4	Leave at room for 3 hours	Ten samples *
5	Leave at room for 5 hours	Ten samples *
6	Leave at room for 7 hours	Ten samples *
7	Leave at room for 9 hours	Ten samples *
8	Leave at room for 11 hours	Ten samples *
9	Leave at room for 23 hours	Ten samples *
10	Leave at room for 25 hours	Ten samples *
11	Leave at room for 27 hours	Ten samples *
12	Leave at room for 29 hours	Ten samples *
13	Leave at room for 31 hours	Ten samples *
14	65 °C for 15 minutes	Ten samples *
15	65 °C for 30 minutes	Ten samples *
16	65 °C for 45 minutes	Ten samples *
17	65 °C for 1 hour	Ten samples *
18	105 °C for 30 minutes	Ten samples *
19	105 °C for 1 hour	Ten samples *
20	105 °C for 2 hours	Ten samples *
21	105 °C for 3 hours	Ten samples *
22	Oven dry (105 °C for 2 days)	All samples (100)

* Five of them were randomly selected from all samples. The other five samples were measured spectra at all conditions.

の木口面から拡散反射により得た。得られたスペクトルを用いて、Partial least squares (PLS) 回帰分析によって、気乾密度 (DENar)、飽水状態 (生材) の密度 (DENwi) および全乾密度 (DENov) の予測モデルの構築を二通りの方法で行った。すなわち、各含水率状態の密度を、その状態において得られたスペクトルを用いて直接的に推定する (Direct) とともに、気乾および全乾密度を、様々な含水率状態で得られたスペクトルを用いて間接的に予測 (Indirect) できるか検討した。その際、解析には、 $9000-5500\text{ cm}^{-1}$ の領域の 2 次微分処理したデータを用いた。最適主成分数は Full cross validation 法によって算出した。ソフトウェアは、Unscrambler Ver. 9.6 (CAMO AS, Norway) を使用した。全試験体 100 個のうち、67 個を検量線作成用 (Calibration set) とし、残り 33 個 (Prediction set) を用いて得られた検量線の評価を行った。各含水率状態の密度と含水率の平均値と変位幅 (最小値-最大値) を Table 2 に示す。

Table 2. Wood density variation at each moisture content condition.

Density ^a (g/cm ³)	Calibration set (n = 67)				Prediction set (n = 33)			
	Mean	Range	SD	MC ^b	Mean	Range	SD	MC ^b
DENar	0.59	0.45–0.74	0.06	13.2–17.3	0.59	0.45–0.72	0.06	13.0–16.5
DENwi	0.92	0.70–1.15	0.14	59.5–147.3	0.93	0.74–1.15	0.14	59.1–160.8
DENov	0.54	0.41–0.68	0.06		0.54	0.41–0.68	0.06	

^a DENar: density at air dry condition; DENwi: density at water impregnated condition; DENov: density at oven dry condition.

^b MC: moisture content of each condition.

3. 結果

気乾状態、飽水状態および全乾状態における近赤外スペクトルを Figure 1 (a) に示す。気乾状態および全乾状態のスペクトルに顕著な差異は認められなかった。しかし、飽水状態のスペクトルは両者よりも高い吸光度を示し、特に 5200 cm^{-1} 付近の水の結合音領域では saturation していることが分かる。したがって、以下の検討には、 $9000-5500\text{ cm}^{-1}$ の領域のスペクトルのみを使用した。Figure 1 (b) に二次微分スペクトルを示した。図から明らかなように、各含水率状態のスペクトルは、特に $9000-8500\text{ cm}^{-1}$ および $7600-6800\text{ cm}^{-1}$ の領域で顕著な差異が認められた。

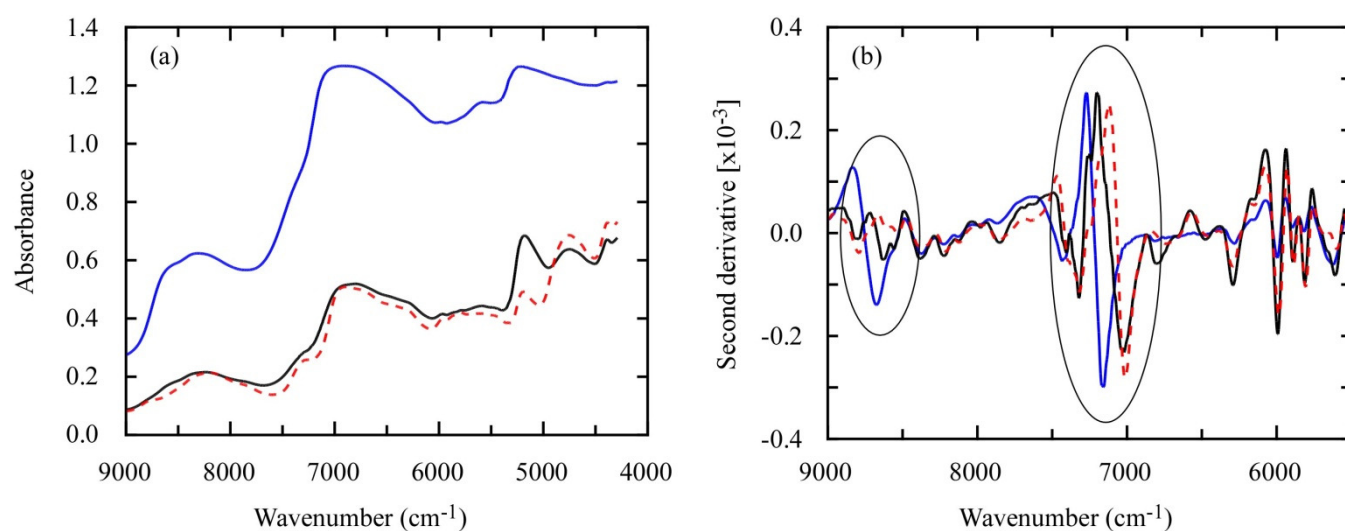


Figure 1. Original (a) and second derivative (b) spectra of air dry (black line), water impregnated (blue line) and oven dry (dashed red line) conditions.

含水率変化に伴う近赤外スペクトルの変化を、上述の $9000-8500\text{ cm}^{-1}$ および $7600-6800\text{ cm}^{-1}$ の領域で観察した。**Figure 2** に、全ての含水率状態でスペクトルを測定した 5 つのサンプル (**Table 1** 参照) のうちの 1 つのサンプルの結果を一例に示した。繊維飽和点以上の高含水率状態では、 8680 cm^{-1} (CH str. second overtone due to CH_3)⁴ 付近の領域で吸収が認められたが、含水率低下に伴いその吸収は消失する傾向にあった。 $7600-6800\text{ cm}^{-1}$ の領域においては、 7320 cm^{-1} (2CH str. + CH def. due to cellulose)⁵ および 7000 cm^{-1} (OH str. first overtone due to H_2O and amorphous region in cellulose)⁶ 付近で繊維飽和点以下の低含水率状態のもので吸収が認められた。一方、 7160 cm^{-1} (OH str. first overtone due to H_2O)⁷ 付近の領域では、高含水率のものにおいてのみ吸収が認められた。以上のように、木材の含水率状態に対応して近赤外吸収ピークが変化することが確認された。

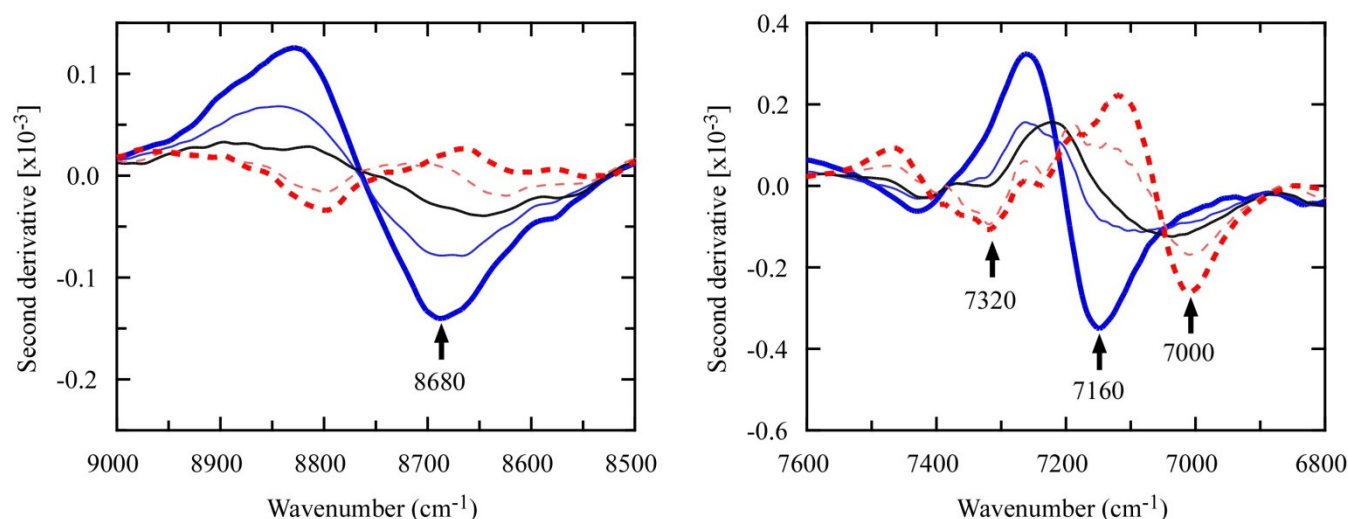


Figure 2. Spectral changes in accordance with moisture condition variation (thick blue line: 113.4%; thin blue line: 76.6%; solid black line: 38.6% (nearly fiber saturation point); thin dashed red line: 10.0%; thick dashed red line: 0.0%).

気乾密度 (DENar)、飽水状態の密度 (DENwi) および全乾密度 (DENov) を、それぞれの含水率で測定したスペクトルを用いて直接的 (Direct) に推定した結果を **Table 3** に示した。各密度とも比較的精度のよい検量モデルが得られ ($R^2 = 0.84-0.93$, $\text{SECV} = 0.021-0.038\text{ g/cm}^3$), これらに未知試料をあてはめても同様の精度が得られた ($R^2 = 0.79-0.90$, $\text{SEP} = 0.025-0.041\text{ g/cm}^3$)。なお、DENwi の予測モデルは、DENar および DENov のそれよりも少ない Factor で説明できることが分かった。

ついで、DENar および DENov を、様々な含水率状態で得られたスペクトルを用いて間接的に予測 (Indirect) できるか検討した結果、両密度とも比較的精度のよい検量モデルが得られた ($R^2 = 0.75-0.77$, $\text{SECV} = 0.030\text{ g/cm}^3$)。なお、両密度の間接推定には、9 つの Factor を必要とする結果となった。

以上のように、各含水率状態の密度を、その状態において得られたスペクトルを用いて直接的に推定できると同時に、乾燥時の密度 (気乾および全乾密度) を、水を多く含んだ生材の状態で作られたスペクトルを用いて間接的に予測することも可能であることが示唆された。

本研究において各密度に対する良好な検量モデルが得られたが、どのようなスペクトル情報に基づいてそれを実現しているかを考察する必要がある。密度予測モデル構築の際に得られる Loadings 値などを検討し、水分や木材構成成分の寄与について考察した結果を当日報告する予定である。

Table 3. Results of PLS modeling of density at each moisture content condition. ^a

Density (g/cm ³)	Calibration set (n = 67)			Prediction set (n = 33)		
	Factor	R ²	SECV	R ²	SEP	RPD
<u>Direct</u> ^b						
DENar	7	0.87	0.021	0.79	0.026	2.22
DENwi	2	0.93	0.038	0.90	0.041	3.41
DENov	6	0.84	0.025	0.82	0.025	2.39
<u>Indirect</u>						
DENar	9	0.75	0.030	0.86	0.020	2.98
DENov	9	0.77	0.030	0.87	0.020	3.00

^a Factor: optimum number of PLS factors; R²: coefficient of determination; SECV: standard error of cross-validation; SEP: standard error of prediction; RPD: ratio of performance to standard deviation.

^b Direct prediction was made using spectra from corresponding moisture conditions. Indirect prediction was made using spectra from various moisture conditions.

参考文献

1. Tsuchikawa S (2007) A review of recent near infrared research for wood and paper. *Appl Spectrosc Rev* 42:43–71
2. Mora CR, Schimleck LR (2009) Determination of specific gravity of green *Pinus taeda* samples by near infrared spectroscopy: comparison of pre-processing methods using multivariate figures of merit. *Wood Sci Technol* 43: 441–456.
3. Fujimoto T, Kurata Y, Matsumoto K, Tsuchikawa S (2010) Feasibility of near infrared spectroscopy for on-line multi-traits assessment of sawn lumber. *J Wood Sci.* online first DOI: 10.1007/s10086-010-1122-5.
4. Osborne BG, Fearn T (1988) *Near infrared spectroscopy in food analysis.* Longman Scientific and Technical, Harlow, Essex, UK.
5. Ali M, Emsley AM, Herman H, Heywood RJ (2001) Spectroscopic studies of the ageing of cellulosic paper. *Polymer* 42, 2893–2900.
6. Tsuchikawa S, Siesler HW (2003) Near-infrared spectroscopic monitoring of the diffusion process of deuterium-labeled molecules in wood, Part.1: softwood. *Appl Spectrosc* 57:667–674
7. Curran PJ (1989) Remote sensing of foliar chemistry. *Remote Sens. Environ.* 30, 271–278.

謝辞

本研究の一部は、「平成22年度新たな農林水産政策を推進する実用技術開発事業」(農林水産省, 2010~2012年度, 研究代表者: 土川覚) により行われた。