

港湾空港技術研究所 資料

TECHNICAL NOTE
OF
THE PORT AND AIRPORT RESEARCH INSTITUTE

No.1032

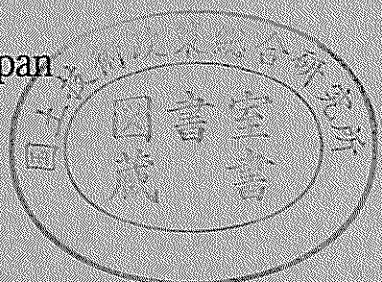
December 2002

SEMおよびポロシメーターを利用した土の微視的構造の視察とその評価

姜	敏 秀
渡 部	要 一
土 田	孝

独立行政法人 港湾空港技術研究所

Independent Administrative Institution,
Port and Airport Research Institute, Japan



目 次

要 旨	3
1. まえがき	4
2. 試験装置および試験の概要	4
2.1 走査型電子顕微鏡	4
2.2 水銀圧入型ポロシメーター	5
2.2.1 測定原理および概念	5
2.2.2 試験方法および装置	6
2.3 試料の乾燥方法	7
3. ポロシメーター試験パラメータの算定	7
3.1 水銀と粘土試料との接触角	7
3.2 各段階での水銀圧入平衡時間	8
4. 走査型電子顕微鏡による土構造の観察	8
4.1 対象試料と試料作成の条件	8
4.2 観察結果および考察	9
4.2.1 間隙径分布	9
4.2.2 各条件によるSEM画像の比較	10
4.2.3 観察面の決定方法	15
5. 乾燥方法による間隙径の分布	15
5.1 乾燥方法の影響に関する既往の研究	15
5.2 試験条件および試験方法	15
5.3 試験結果および分析	15
6. ポロシメーターによる大阪湾洪積粘土の圧密特性	18
6.1 圧密試験結果と間隙径分布	18
6.2 2次圧入法による土構造の分類	19
6.3 試験結果および考察	19
6.4 2次圧入法による乾燥収縮と圧密応力との関係	22
7. 結論	23
8. あとがき	24
参考文献	25

Observation and Evaluation of Microstructure of Clays using Scanning Electron Microscope (SEM) and Mercury Intrusion Porosimetry (MIP)

Min-Soo KANG*

Yoichi WATABE **

Takashi TSUCHIDA ***

Synopsis

The uses of Scanning Electron Microscope (SEM) for the micro-structural observation and the Mercury Intrusion Porosimetry (MIP) for the measurement of pore size distribution are now commonly adopted techniques in many researches on the microstructure of soils. Even though there are a number of results obtained by active researches and many of data have been accumulated so far, however, questions are still under discussion on the generalization of specimen preparation, testing procedures and test parameters used in those micro-structural studies.

For example, in both use of SEM and MIP for clays, the elimination of water in clays is required maintaining its inherent soil structure. Furthermore, the preparation method of the specimen for SEM observation, like the size of specimen and cutting the specimen to obtain the observation surface, is different according to the researchers. However, the effect of the difference by drying and preparation method on these test results is not well known and the specification on the selection of these methods considering the soil condition has not yet been established.

For these reasons, this study is to suggest the appropriate test procedures and conditions for SEM and MIP, for the comprehensive and proper use of information and data provided by different researchers and institutes. In the fundamental process to this purpose, this research is involved with the investigation on the effect of drying method and specimen preparation on micro-structural observation results and pore size distribution according to various soil conditions and different testing methods. Soils of different conditions are used for the test such as slurry state of clay with extremely high water content, reconstituted clay samples and undisturbed soils of Ariake and Osaka clays. And three type of drying methods such as air drying, oven drying and freeze drying are adopted. Based on these results, effect of drying process on the consolidation characteristics and the pore size distribution for the Osaka Pleistocene clay under the different loading pressures was clarified by the concept of two different pores such as intra-aggregate and inter-aggregate pores.

Key Words: SEM, Porosimeter, Pore size, clay, soil microstructure, consolidation

* Researcher, Soil Mechanics and Geo-Environment Division, Geotechnical and Structural Engineering Department

** Senior Researcher, Soil Mechanics and Geo-Environment Division, Geotechnical and Structural Engineering Department

*** Head of Researcher, Soil Mechanics and Geo-Environment Division, Geotechnical and Structural Engineering Department

3-1-1 Nagase, Yokosuka, 239-0826, Japan.

Independent Administrative Institution, Port and Airport Research Institute

Phone : +81-468-445053 Fax : +81-468-444577 e-mail : mskang@pari.go.jp

SEM およびポロシメーターを利用した土の微視的構造の観察 とその評価

姜 敏秀*
渡部 要一**
土田 孝***

要 旨

粘土の微視的構造に関する研究において、電子顕微鏡(SEM)による画像観察と水銀圧入型ポロシメーターによる間隙径の測定は、日常的に用いられる観察手法・試験の一つになりつつある。しかしながら、試料の準備、試験方法および実験条件、さらには、実験結果の分析方法などが標準化されていないため、一般化された試験方法として確立されるまでには至っていない。例えば、通常これらの試験では、粘土固有の骨格構造を維持しながら粘土内部の間隙水を完全に除去することが必要であるが、試料の乾燥方法の違いが試験結果に及ぼす影響はあまり知られておらず、また、対象としている粘土の条件に応じた乾燥方法の選定や、試料観察面の割り方・切り方などについては標準化されていないため、研究者によって試験方法が異なることは試験結果をもとに微視的構造を議論する上での支障ともなっている。

本研究では、これらの試験から得た情報を工学的に広く利用するために、各研究者および研究機関で実施されている測定方法や、解釈などに関して標準化することを目的とし、そのための基礎的な研究成果として適切な試料準備および試験方法を提案する。

異なる種類・状態にある粘土試料に対し、SEM およびポロシメーターによる微視的構造の評価を行い、試料作成時の乾燥収縮や観察面の切り方などによる微視的構造の変化、ならびに、試験条件が分析結果に及ぼす影響などに関して定量的に評価した。繰り返し粘土試料として、スラリー状の高含水比試料と再圧密した繰り返し再構成試料、また、高含水比軟弱粘土と有効土被り圧が大きな粘土の不攪乱試料として、有明粘土と大阪湾洪積粘土をそれぞれ使用した。これらの結果に基づき、SEM とポロシメーター試験を用いた大阪湾洪積粘土の圧密挙動と微視的構造の変化との関係についても詳細に調べた。

キーワード：SEM，ポロシメーター，粘土，微視的構造，間隙径，圧密

* 地盤・構造部土質研究室研究官
** 地盤・構造部土質研究室主任研究官
*** 地盤・構造部土質研究室室長

1. まえがき

一般に土質材料はマクロの間隙比が同じでも異なった力学特性を示すことが知られており、その原因は微視的構造の違いにあることがわかっている。すなわち、応力-ひずみ関係などのマクロな情報と、土の微視的構造などのミクロな情報の間には密接な関連性があると考えられる。しかし、土の微視的構造に関する情報はまだ実務に適用できる段階とはいえ、微視的構造の観察方法、計測手法、定量的評価方法などについてさらなる研究が必要である。近年、粘土の微視的構造に関する研究において、走査型電子顕微鏡(SEM)による画像観察と水銀圧入法ポロシメーター(Mercury Intrusion Porosimetry)による間隙径の測定は、日常的に用いられる観察手法・試験方法の一つになりつつある¹⁾。

電子顕微鏡の場合、巨視的な力学特性、特に応力-ひずみ関係を説明する目的で、1960年代後半以来、土構造に関する数多くの研究が幅広い分野でなされてきたにもかかわらず、微視的構造に関する研究レベルは現在に至ってもある段階で止まっているようである。これには、微視的構造と巨視的力学挙動との関連を付けるために必要な定量的表現手段が欠けていることや、電子顕微鏡を用いた微視的構造観察結果に対する客観的な評価方法が不在であることなどがその原因であり、今まで蓄積してきた多数のデータや研究結果が統一的にまとめられなく、有効に活用できないのが現状である。

一方、水銀圧入型ポロシメーターは、材料、機械や物理化学分野において多孔物質の細孔径分布を調べるために多く利用されている分析装置であり、土試料に対しても微細な間隙径分布を定量的に評価してマクロ的挙動の解釈などに反映し得る有効な方法である。しかし、均質性や連続性が高い金属または化学複合材料などに比べると、土、特に粘土試料の場合、その複雑さと非均質な微視的構造特性によってポロシメーターの適用性は必ずしも明確ではない。したがって、粘土試料を用いてポロシメーターによる細孔径分布の測定を行うには、その適用性を明らかにするとともに、正しい測定結果を得るために必要な試料の準備方法、試験の手順と条件、試験結果の分析方法など一連の試験方法を確立する必要があると考えられる。

例えば、通常、これら試験では、粘土固有の骨格構造を維持しながら粘土内部の間隙水を完全に除去することが必要である。しかし、試料の乾燥方法の違いが試験結果に及ぼす影響はあまり知られておらず、現在でも各研究者あるいは研究機関毎に採用する乾燥方法が異なっ

ている。また、電子顕微鏡による観察時、試料観察面の割り方・切り方などについても基準化されていないことは、その観察結果をもとに微視的構造を議論する上での支障ともなっている。また、ポロシメーター試験を行う際、粘土を対象にした場合の適切な試験条件や試験パラメータなどが確立されていないことも改善すべき問題点である。

そこで、これらの試験から得た情報を工学的に広く利用するために、また、各研究者および研究機関で実施されている測定方法や解釈などに関して統一性を持たせるためには、その基礎的な研究として適切な試料準備および試験方法を提示し、基準化することが望ましい。

このため本研究では、異なる種類・状態にある粘土試料に対し、SEMおよびポロシメーターによる微視的構造の評価を行い、試料作成時の乾燥収縮や観察面の切り方などによる微視的構造の変化、そして、分析結果に及ぼす試験条件の影響などに関して定量的に評価した。

本研究で使用した試料は、練り返し粘土試料として、スラリー状の高含水比試料と再圧密した練り返し再構成試料、また、高含水比軟弱粘土と有効土被り圧が大きな粘土の不攪乱試料として、有明粘土と大阪湾洪積粘土をそれぞれ用いた。また、その結果に基づいて、SEMとポロシメーター試験を用いた不攪乱洪積粘土および再構成粘土の圧密挙動と微視的構造の変化との関係について詳細に検討した。

2. 試験装置および試験の概要

2.1 走査型電子顕微鏡

走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope, SEM)は光を利用する光学顕微鏡とは違って、電子銃で発生した電子線を数段の電子レンズで細く絞り、試料表面をx, yの2方向に走査させることによって、反射した電子(2次電子)を検出し、デジタル画像に変換する仕組みを持った装置である。そのため、数十倍から数十万倍の幅広い倍率で観察できるばかりでなくより鮮明な画像を構成することができる。写真-1は港湾空港技術研究所で保有している電子顕微鏡(機種名:JSM-5900LV,仕様は表-1参照)である。

走査型電子顕微鏡に使用される試料は、真空状態で電子線の流れや反射により観察されるため、完全乾燥状態でなければならない。他の研究分野では、一般的に蒸着などの前処理を必要としない金属を対象にする研究が多い。しかし、自然状態の土、特に粘土の場合、土粒子間には間隙水を含んでおり、また材料の性質上非伝導体である場合がほとんどである。したがって、粘土を対象に

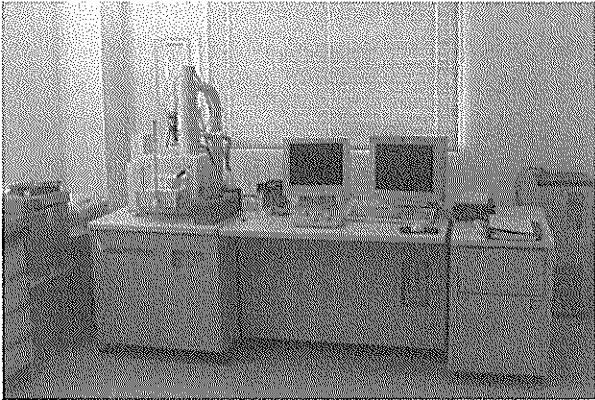


写真-1 走査型電子顕微鏡

表-1 走査型電子顕微鏡の仕様

型式	JSM-5900LV
設備仕様	<ul style="list-style-type: none"> ・高真空モード 分解能：2.5nm 像の種類：二次電子像，反射電子像 ・低真空モード 分解能：4.0nm 試料室内圧力：10～270Pa 像の種類：反射電子像(組成像,凹凸像,立体像) ・電子光学系 電子銃加速電圧：0.3～30kV フィラメント：タングステンおよび LaB6 ・試料ステージ 5軸制御ステージ (ユーセントリック式) 試料移動範囲：X方向 125mm, Y方向 100mm Z方向 43mm, 傾斜 -10～+90度 回転 360度エンドレス

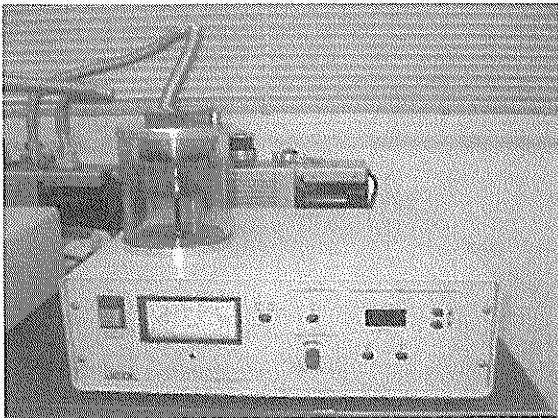


写真-2 イオンスパッタコーティング装置

した場合は、試料固有の構造に影響を及ぼさない方法で間隙水を除去するだけでなく、電子顕微鏡内の帯電防止と二次電子の放出効率向上を図る目的で、試料の表面に金属コーティングする必要がある。金属コーティングには金、白金、カーボン、パラジウム、タングステン、タン

タルなどとそれらの合金が用いられる。コーティングには抵抗加熱型真空蒸着装置、電子ビーム型真空蒸着装置、イオンスパッタコーティング装置、イオンビームスパッタコーティング装置を用いる。写真-2はイオンスパッタコーティング装置の例を示している。

2.2 水銀圧入型ポロシメーター

2.2.1 測定原理および概念

接触角 90° 以上を有する水銀は、非常に高い表面張力によって土粒子の表面を濡らさない材料(Non-wetting Material)であり、外圧が作用しないと土の間隙に侵入できないという性質を有している。水銀圧入法のポロシメーターはその性質を利用しており、試料の間隙空間がすべて連続した円筒状であると仮定して、次式に示す Washburn (1921)の提案式に基づいて間隙空間の間隙径 (d_p)を外圧力(p)との関係から求める¹⁹⁾。

$$d_p = -4\sigma \cos\theta / p \quad (1)$$

σ は水銀の表面張力(N/m)、 d_p は間隙空間の入り口の直径(m)、 p は外圧力(Pa)、 θ は水銀の試料に対する接触角($^\circ$)である。

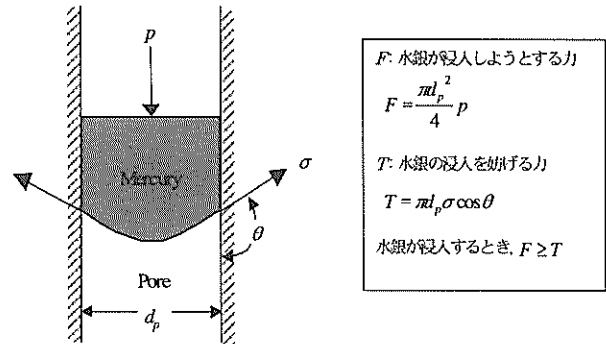


図-1 水銀圧入法の測定原理

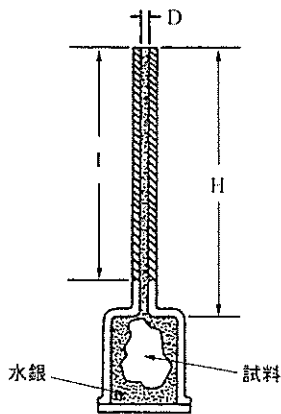
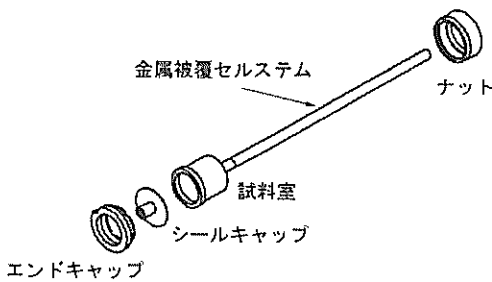
水銀圧入型ポロシメーターによる間隙径分布の求め方は、以下の仮定と制限に基づいている^{11,5)}。

- ① 土の間隙は連続した円筒状である。
- ② 測定時、試料の間隙中の流体(水・空気)は完全に除去された状態にある。
- ③ 高圧力下の水銀圧入による土構造の変化および攪乱はない¹⁴⁾。
- ④ 測定装置の最大圧入力、すなわち、装置の性能によって測定可能な最小間隙が異なる。
- ⑤ 大きい間隙から小さい間隙の順に測定されるため、小さい間隙の内側に大きな間隙が存在する場合は誤差を生じる。

2.2.2 試験方法および装置

ポロシメーターを用いて間隙径分布の測定を行うためには前処理として試料の体積や構造の変化を最小に抑えて間隙中の流体をすべて除去することが必要である。こうして準備した試料をカッター等で再度適切な大きさに成形する。試料の重量は、試料の種類や初期含水比、および、使用するガラスセルの最大測定容積などによるが、通常の粘性土の場合、0.5～1.0g 程度でよい。なお、最大測定容積の90%以上の細孔容積を有する試料の場合、重量をさらに軽減する必要がある。図-2に示しているガラスセルの金属被覆セルシステム部に該当する容積が最大測定容積に相当する。

成形した乾燥試料の重量(W_s)を感量 1/1000g 以上の能力を持つ天秤を用いて測定した後、ガラスセル内に設置し、ポロシメーター試験装置に装着する。試験開始では、ガラスセル内を真空脱気した後、水銀を段階的に圧入して間隙径分布を測定する。



$$\text{最大測定容積} = \frac{\pi D^2}{4} \times H \times [0.001 \text{cm}^3/\text{mm}^3]$$

全システム容積 (キャピラリ容積, V_c)

$$= \frac{\pi D^2}{4} \times H \times [0.001 \text{cm}^3/\text{mm}^3]$$

図-2 ガラスセルとステム容積の計算方法

港湾空港技術研究所が保有しているポロシメーター試験装置は Micromeritics 社の Autopore III 9400 であり(図-3)、水銀の圧入は、低圧領域は空圧で、高圧領域は油圧で行う構造となっている。表-2 に本装置の仕様を示す。間隙径の算出に用いる各圧力段階における水銀の圧入容積は、設定した圧力での平衡時間を 10 秒とし、平衡時間内の平均圧入容積を用いる。また、この試験装置は、最大圧力 228MPa まで水銀の圧入が可能であるため、間隙直径は 369～0.005 μm まで測定可能である。

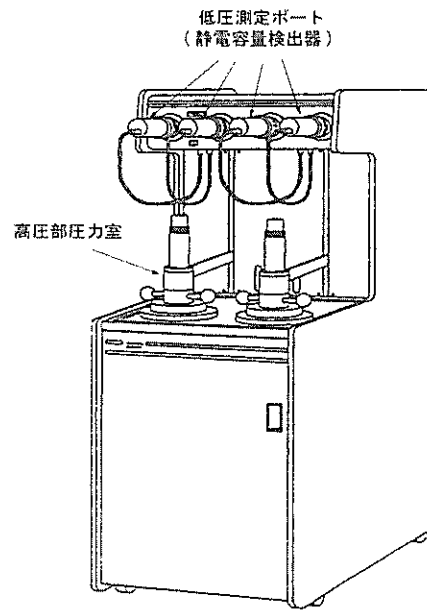


図-3 ポロシメーター試験機の外観

表-2 Autopore III 9400 の仕様

項目	仕様
低圧測定部	
測定範囲	0～345kPa
分解能	69Pa
間隙径	369～3.6 μm
高圧測定部	
測定範囲	大気圧～228MPa
分解能	21MPa～228MPa まで 1,400Pa 大気圧～21MPa まで 140Pa
間隙径	6～0.005 μm

試験終了後の測定結果は以下に示す計算方法に従って報告する。

- ・ 全圧入容積 : $I_{total} = V_{total} / M_s$ (ml/g)
- ・ 試料の全体積 : $V_s = V_p - V_m - V_{total}$ (ml)
- ・ 試料の密度 : $Y_s = M_s / V_s$ (g/ml)

・水銀の体積 : $V_m = \frac{M_{psm} - M_s - M_p}{Y_m}$ (ml)

・間隙率 : $n = V_m = \frac{100 \times V_{total}}{Y_p - V_m}$ (%)

・間隙比 : $e = I \times Y_s$

ここで, M_s : 試料質量(g)

M_p : セルの質量(g)

M_{psm} : セル+試料+水銀の質量(g)

V_p : セル内部の体積(ml)

Y_m : 水銀の密度(g/ml)

V_{total} : 全圧入体積(ml)

V_m : セル中の水銀体積(ml)

2.3 試料の乾燥方法

電子顕微鏡やポロシメーターを粘土試料に対して用いる場合、前述したように間隙水を完全に除去する必要がある。乾燥方法として一番簡単であり、多く用いられる方法は、炉乾燥と自然乾燥である。しかし、間隙内の土中水と土粒子との間にはメニスカス(Meniscus)による張力が働き、炉乾燥や空気乾燥では乾燥収縮が顕著であり、間隙径分布が変化する可能性がある。特に高含水比の沖積粘性土や比表面積が大きいモンモリロナイト(Montmorillonite)系粘性土の場合、乾燥収縮による影響が大きいとされている。乾燥収縮の影響が極めて小さい試料作成方法としては、「臨界領域乾燥法」と「凍結真空乾燥法」が提案されている。

臨界領域乾燥法(critical region drying)は、密閉された容器内に間隙水を含んだ試料を入れ、熱力学的限界状態に至るまで加熱と加圧を同時に行う方法である。このような限界状態では、水は加熱による蒸発時メニスカスが生成されず、冷却コンテナ(cooler container)での分子蒸留法によって脱水を誘導し、間隙水を除去するものである。

しかし、臨界領域乾燥法は手順が複雑であるため、一般的には凍結真空乾燥法(freeze drying)が多く用いられている。凍結真空乾燥法では、まず、湿潤試料を液体窒素(沸点約-196℃)に浸液して瞬間的に凍結させる。その際、試料中の間隙水は非結晶質(non-crystalline)の氷に変わって体積変化は発生しないことが前提である。その後、凍結試料を氷点下の凍結乾燥機内で真空脱気して間隙中の氷の昇華を促す。昇華によって、間隙水が完全に除去されるまで約16~20時間を必要とする。ただし、これは試料のサイズが小さい場合において有効な方法であり、試料が大きい場合は、液体窒素中での凍結時、試料内部の

凍結が外側より遅れるため、乾燥後に写真-3のようなクラックが試料内部に発生することがあるので注意が必要である。

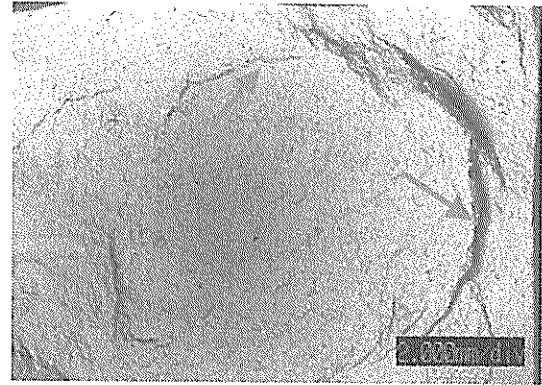


写真-3 不均等凍結により結乾燥後に発生した内部クラック

3. ポロシメーター試験パラメータの決定

3.1 水銀と粘土試料との接触角

水銀の表面張力は温度に依存するが、間隙径分布測定に及ぼす表面張力の影響は小さいと報告されており、一般には25℃における表面張力0.484N/mが用いられている。一方、水銀の接触角に関しては研究者により異なっており、1970年Diamond¹¹⁾がイライトおよびカオリナイトに対して測定した137~147°の接触角が多く用いられていたが、以後、DelageとLefebvre⁹⁾が141°、GriffithsとJoshi¹²⁾がDiamondの研究結果に基づいて、モンモリロナイトに対し139°、他の粘土に対し147°の接触角を使用した。日本ではこの結果と同様な接触角の値が多くの場合に適用されている⁵⁾。しかし、図-4に示すように接触角130°と160°による間隙径の差は最大約30%までも達することもあり、接触角の推定には適切な判断が必要

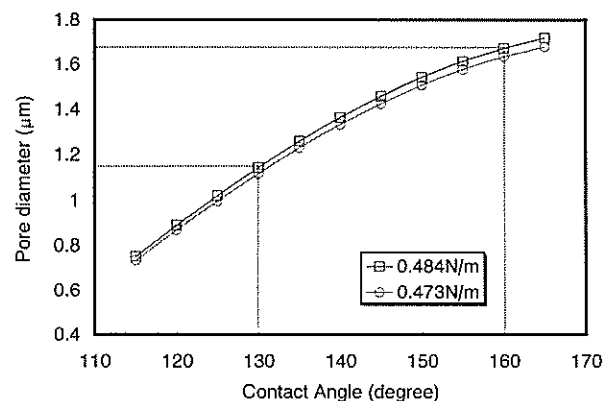


図-4 間隙径の算定に及ぼす接触角の影響

である¹⁶⁾。

一方、PenumaduとDean¹⁶⁾は、圧密されたカオリナイトの試料を用いて、平らな試料の上に落とされた水銀の滴が成す接触角を直接測定し、以前の値より大きい 160° の平均値を提示した。本研究ではPenumaduとDeanの方法に基づいて、図-5のように、不攪乱洪積粘土と水銀との接触角を超精密光学レンズによって測定した。この結果、乾燥方法によって接触角は異なり、炉乾燥試料の場合、その平均値 147° 、凍結乾燥試料の場合、 153° の接触角が得られた。本研究では、これらの接触角を使用し、ポロシメーター試験の結果を整理した。

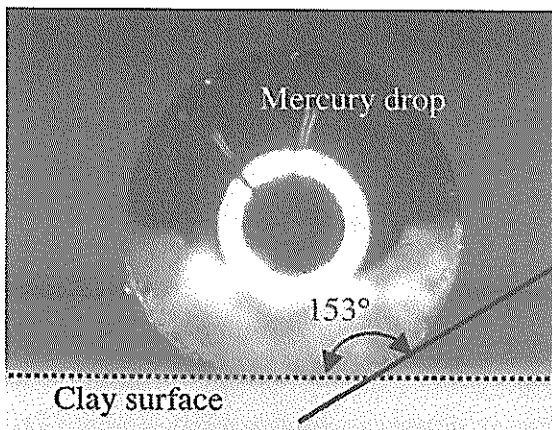


図-5 水銀との接触角(凍結乾燥試料)

3.2 各段階での水銀圧入平衡時間

ポロシメーター試験は注入圧力と間隙径の関係に基づいて、圧力を段階毎に上昇させながら、各圧入段階での水銀の浸入量を測定することによって間隙径の分布を求める試験である。各圧入段階での注入圧力をどのくらいの平衡時間で維持するのが適切であるかを調べるために、2つの異なる試料を用いて、圧力平衡時間を各々5、10、20秒にしてポロシメーター試験を行った。その結果、図-6で見られるように、平衡時間による試験結果の変化は認

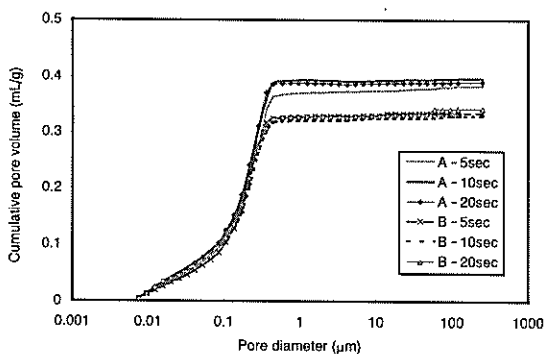


図-6 水銀圧入平衡時間による間隙径の分布

められないが、5秒以内の平衡時間は若干バラツキが生じる可能性があり、また、20秒以上になると、機械的に圧力を一定に保つことが難しくなるので、本研究では、圧力平衡時間を10秒とした。

4. 走査型電子顕微鏡による土構造の観察

本研究では、異なる種類・状態にある4つの粘土に対し、Shiら¹⁸⁾を参考にして想定される3つの方法により準備した試料について、SEMによる微視的構造の観察を行った。また、水銀圧入型ポロシメーターを使用して試料作成時の乾燥収縮による間隙分布の変化を定量的に評価した。これらの結果を総合的に判断することにより、試料準備方法がSEM画像にどのような影響を与えるかを詳細に検討した。

4.1 対象試料と試料作成の条件

練り返し粘土試料として、 $425\mu\text{m}$ のふるいを通した横浜港本牧粘土($w_L=118\%$, $I_p=76$)を含水比約190%に調整したスラリー状の高含水比試料と、これを196kPaで圧密した練り返し再構成試料を用いた。また、高含水比軟弱粘土と有効土被り圧が大きな粘土の不攪乱試料として、有明粘土(採取深度7m, $w_L=112\%$, $I_p=67$)と大阪湾洪積粘土(採取深度53m, $w_L=98\%$, $I_p=61$)をそれぞれ用いた。

練り返し本牧粘土試料において、スラリー状の粘土は乾燥収縮がもっとも著しく生じる究極の状態を、196kPaで圧密された再構成試料は、自然乾燥させても体積収縮がやや小さな状態を再現するためのものである。また、有明粘土は比較的含水比が高く、乾燥収縮の影響を受けやすい不攪乱試料、大阪湾洪積粘土は乾燥収縮の影響が比較的小さい不攪乱試料であると考えられる。

それぞれの試料について、凍結乾燥と自然乾燥の2通りの方法で試料を乾燥させた。SEM観察用試料と同時に、これら2通りの方法で乾燥させた試料について、乾燥方法の違いによる間隙の頻度分布の変化について調べるために、ポロシメーターにより圧力と水銀圧入量の関係を測定した。また、ポロシメーターから得られた間隙比 e_p を含水比から求めた間隙比 e_w と比較し、乾燥収縮の影響を定量的に評価した。SEMによる観察面は、せん断力を加えたり、刃物で削ったりして乱すことがないように、テンションクラックによって割った面を観察するのが良いとされている。

本研究では、上記の4種類の試料、すなわち本牧粘土のスラリー状の高含水比試料(S)と練り返し再構成試料(R)、有明粘土(A)および大阪湾洪積粘土(O)の不攪乱試料

に対して、液体窒素で凍結した状態で割ってから乾燥させた場合(Ff)、凍結乾燥後に割った場合(Fd)、自然乾燥後に割った場合(Nd)についてそれぞれSEM観察を行った。試料作成方法をまとめると表-3のようになるが、SFdは乾燥後の試料が脆すぎて、これをテンジョンクラックで割ることは不可能であった。

表-3 SEM観察の試料作成方法

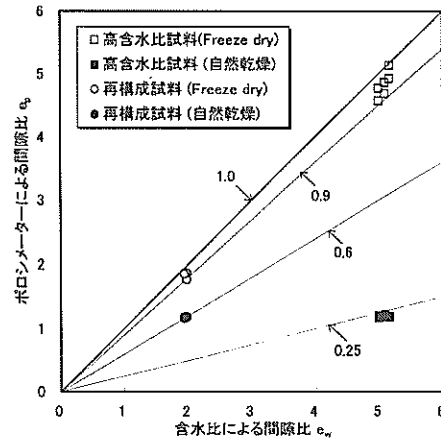
乾燥方法		Freeze dry (F)		自然乾燥 (N)
試料を割る時期		凍結時 (f)	乾燥後 (d)	
繰り返し試料	スラリー状の高含水比試料 (S)	SFf	(SFd)	SNd
	再構成試料 (R)	RFf	RFd	RNd
不攪乱試料	有明粘土 (A)	AFf	AFd	ANd
	大阪湾洪積粘土 (O)	OFf	OFd	ONd

4.2 観察結果および考察

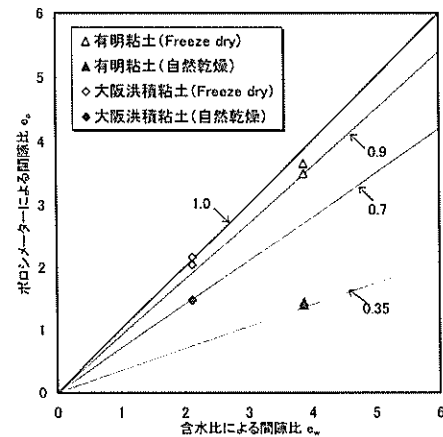
4.2.1 間隙径分布

含水比から求められた間隙比 e_w とポロシメーターから求めた間隙比 e_p の関係を図-7に示す。凍結乾燥法で乾燥した試料は e_w と e_p の差がいずれも約10%以内に入り、体積変化はごく微量であるといえる。しかし、自然乾燥した試料では、スラリー状の高含水比試料の場合約75%、再構成試料の場合約40%、有明粘土の場合約65%、大阪湾洪積粘土の場合約30%の体積収縮が確認された。

これらの乾燥収縮による体積変化を土粒子単位質量あたりの間隙頻度分布(土粒子単位質量あたりの水銀圧入量分布)として示したものを図-8に示す。図-7の結果を踏まえて考えると、凍結乾燥により作成した試料の間隙分布は、乾燥前におけるもともとの状態の間隙分布を表しているものと判断される。間隙頻度分布にも乾燥収縮の影響が現れており、本牧粘土の再構成試料の場合には0.7 μ m付近にあるピークはほとんど移動していないものの、高含水比試料の場合には5 μ m付近にもともとあったピークが自然乾燥により0.9 μ m付近に移動していることがわかる。また、有明粘土では、1.5 μ m付近にあったピークが0.7 μ mに移動している。これらはいずれも乾燥収縮により間隙径のピークが小さい方に移動し、かつ全間



(a) 本牧粘土の高含水比試料と再構成試料

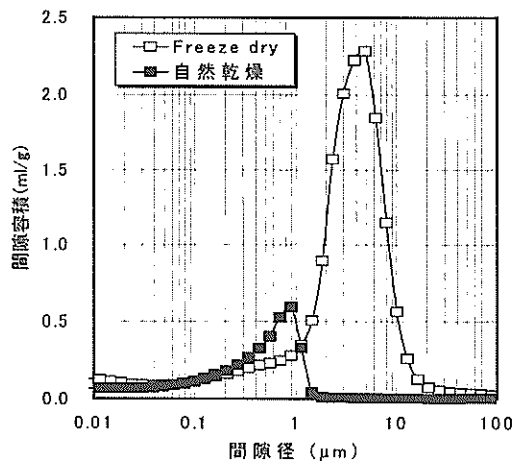


(b) 有明粘土と大阪湾洪積粘土の不攪乱試料

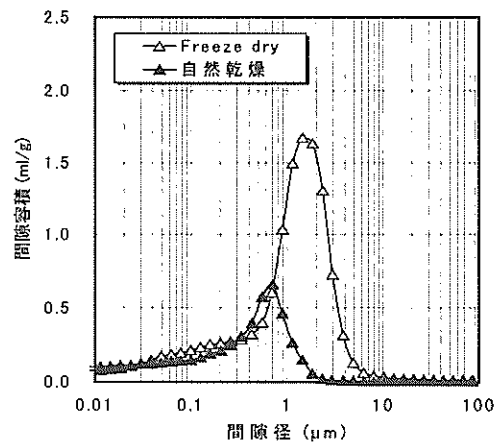
図-7 試料準備方法の違いによる間隙比の変化

隙量が減少した結果となっているのに対し、大阪湾洪積粘土の場合には、全間隙量は減少しているものの、もともと0.55 μ m付近にあったピークが1.1 μ m付近まで増加している。

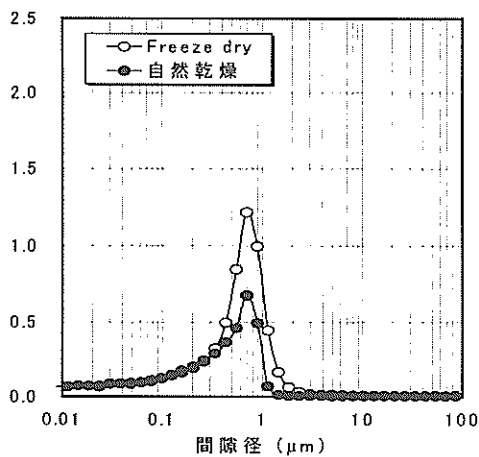
スラリー状の高含水比試料を自然乾燥させた場合、数ミリオーダーの大きなひび割れが生じ、割れた片のいくつかをポロシメーターのセルにセットするため、無圧力の状態で水銀が各片をそれぞれ取り開き、この時点初期状態とするため、このような大きな間隙は計測結果に反映されてこない。再構成試料や有明粘土では、乾燥収縮してもひび割れを生じずに試料全体がほぼ均等に収縮したものであると思われるが、大阪湾洪積粘土では、乾燥収縮時に微細なクラックが無数に生じ、このマイクロクラックに水銀が圧入されるために、ピークの間隙径が増加したものと考えられる。



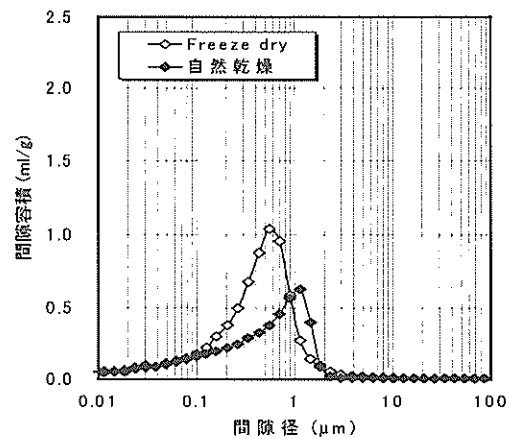
(a) 本牧粘土高含水比試料



(c) 有明粘土の不攪乱試料



(b) 本牧粘土再構成試料



(d) 大阪洪積粘土の不攪乱試料

図-8 凍結乾燥と自然乾燥による各粘土試料の間隙容積頻度分布

4.2.2 各条件によるSEM画像の比較

本牧粘土のスラリー状高含水比試料と再構成試料に対するSEM観察画像を図-9に示す。(a)~(e), (a')~(e')は、画像中心を変えずに倍率500倍、2000倍でそれぞれ観察した画像を同率で縮小して示してある。例えば、(a)の画像の中央付近をさらに4倍ズームアップした画像が(a')となっている。なお、図中には50 μ m、10 μ mのスケールをそれぞれ示してある。

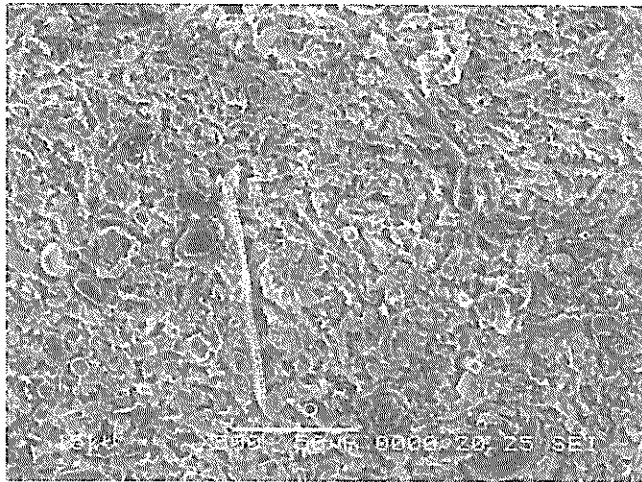
SFfでは、そこに含まれる珪藻などの微化石を含めて観察面がフラットであり、そこには多くの間隙を見ることができ、図-8に示した通り間隙径5 μ m前後のものが多く存在していることが確認できる。間隙比eが約5という高含水比試料であるにもかかわらず、乾燥収縮の影響がほとんどない(図-7)理想的な観察面が得られたといえる。一方、同じ高含水比試料を自然乾燥で作成したSNdでは観

察面に著しい凹凸があり、5 μ mというような大きな間隙はほとんど見られない。これは図-7、図-8からもわかるように、乾燥収縮の影響を受けているためであると判断される。また、乾燥後に割ったため、粘土粒子の結合の弱い部分から割れたことも、観察面の凹凸が大きくなった要因の1つと考えられる。再構成試料RFfの場合は、SFfと比較すると、200kPaで圧密されているために間隙径が小さくなっているが、SFfと同様にフラットな観察面が得られている。SFf、RFfともに、乾燥収縮による体積変化はほとんど見受けられない(図-7)ことから、スラリー状の粘土からこれを圧密した状態までの骨格構造の状況を観察できているといえる。RNdでは、乾燥収縮の影響が現れているばかりではなく、乾燥後に割って観察面を得ているため、乾燥時の微細なひび割れや粒子間の結合の弱いところから割れてしまい凹凸が著しくなったものと考えられる。RFdについては、凍結乾燥を行っているので

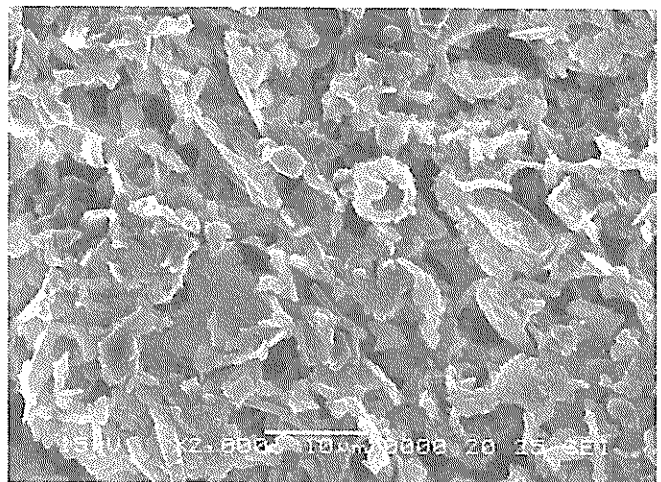
乾燥収縮の影響はほとんど受けていない(図-7)にもかかわらず、一見、SEM画像上は自然乾燥で作成された試料(RNd)と同様に著しい凹凸が見られる。これは乾燥後に試料を割ったことが、観察面に影響したためであり、Rfで見る事ができた間隙は、粘土粒子の集合体の凹凸の中に隠れてしまったものと考えられる。

次に有明粘土と大阪湾洪積粘土の不攪乱試料に対するSEMによる観察画像を図-10に示す。(a)~(f)と(a')~(f')の対応は図-9と同様である。凍結時に割った面を観察しているAFfとOFFでは、フラットな観察面が得られており、土の微視的構造を観察するには理想的な状況になっている。また、珪藻などの微化石が存在している場合にも、凍結時に割ることによって、ある一つの平面で割れるため、微化石をも含めてフラットな観察面となり、微化石

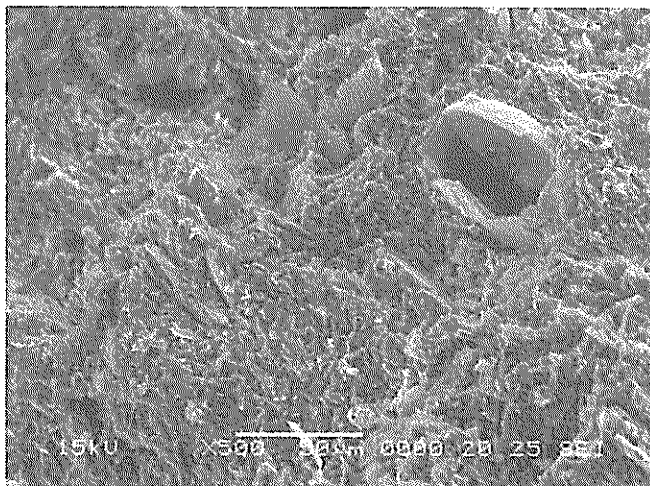
内部の観察にも適しているといえる。凍結乾燥後に割った面を観察しているAFdとOFdでは、土粒子の結合が弱い部分から割れるために、かなり凹凸のある観察面となっている。AFdはあまり微化石を含まない断面であるが、OFdでは、珪藻の微化石がもとの形状を保持したまま観察されている。このように、ある一つの断面における粘土の骨格構造や微化石の内部を観察する場合には、凍結中に試料を割る方法が適しているが、内部にある微化石の殻の外観を観察する場合で、骨格構造の観察に関しては凹凸の発生を妥協してもよい場合には、凍結乾燥後に試料を割る方法が適しているといえる。一方、自然乾燥後に割った断面を観察しているANdとONdでは、AFdやOFdと同様に粘土の骨格構造は凹凸によって見えなくなっているが、微化石の殻の観察はできている。



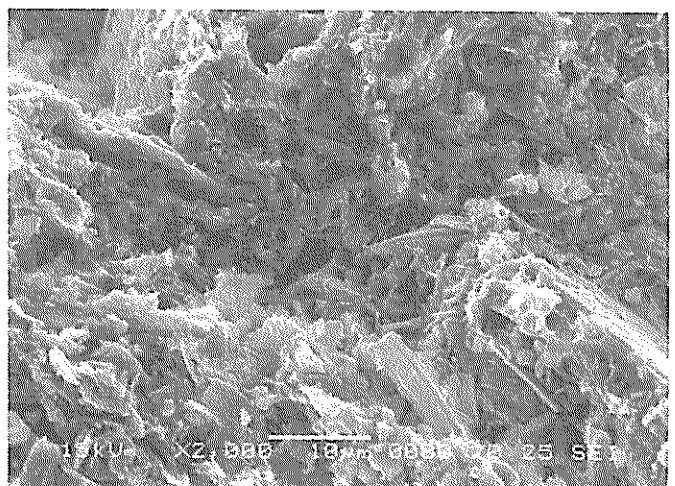
(a) SFf x500



(a') SFf x2000



(b) SNd x500

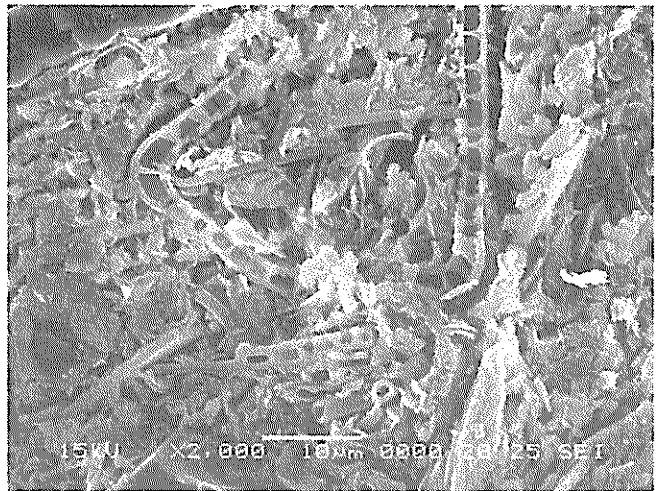


(b') SNd x2000

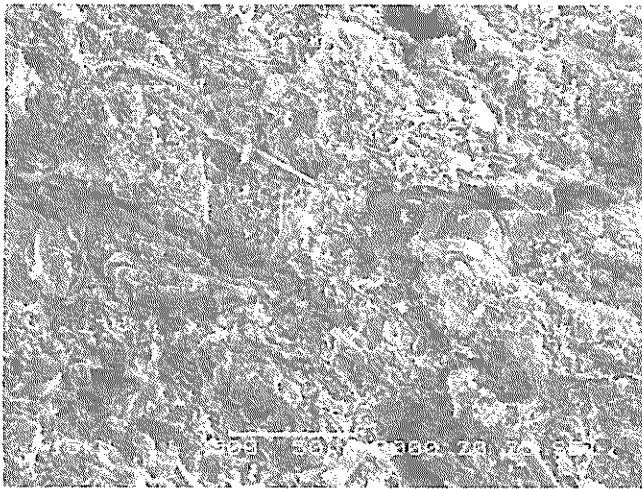
図-9a 繰り返し試料のSEM観察画像 (高含水比本牧粘土)



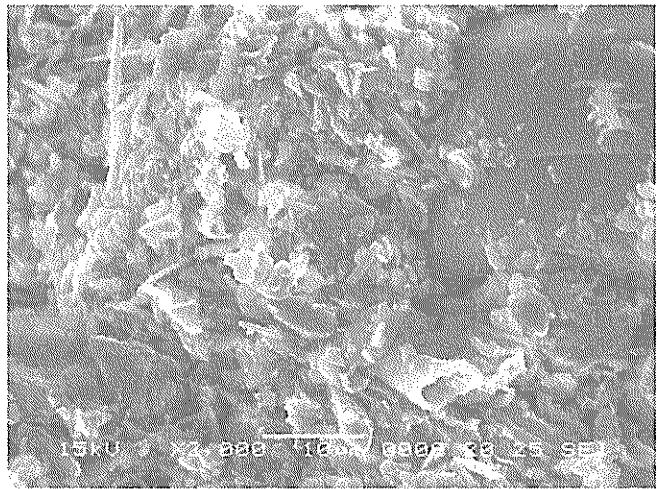
(c)RFf x500



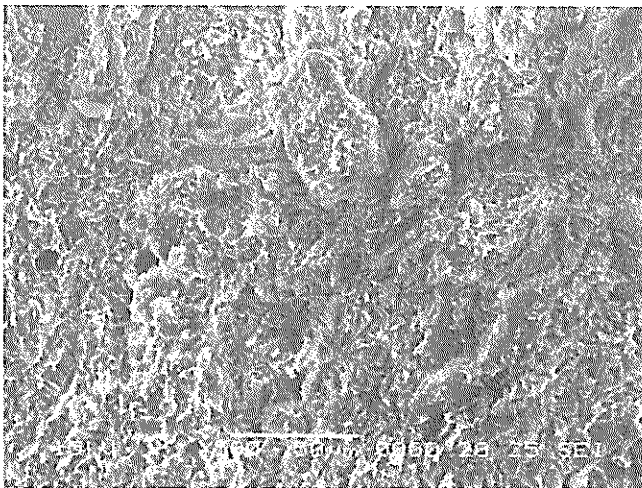
(c')RFf x2000



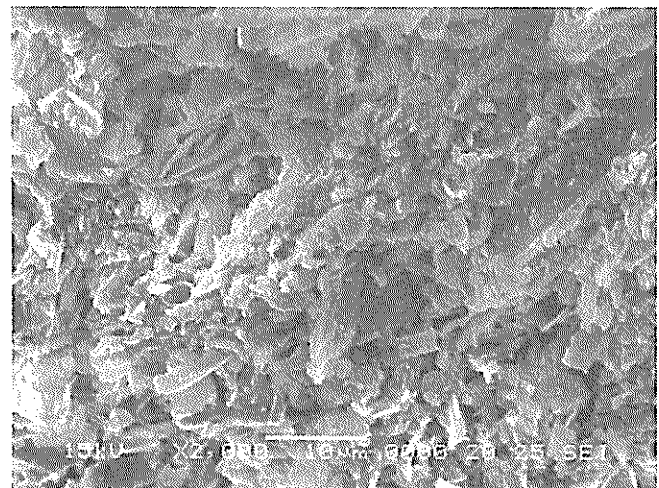
(d)RFd x500



(d')RFd x2000

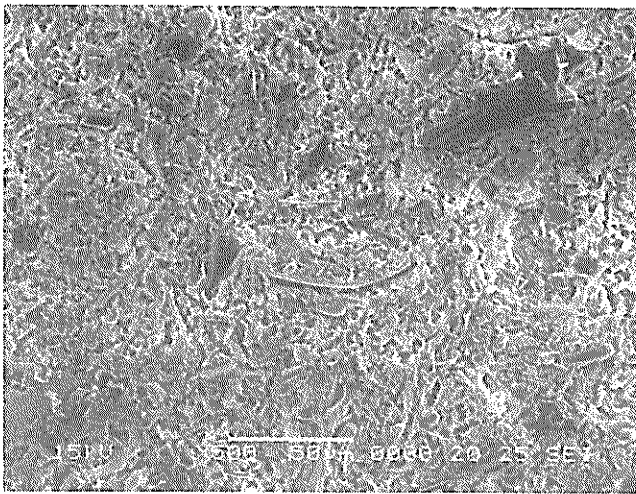


(e)RNd x500



(e')RNd x2000

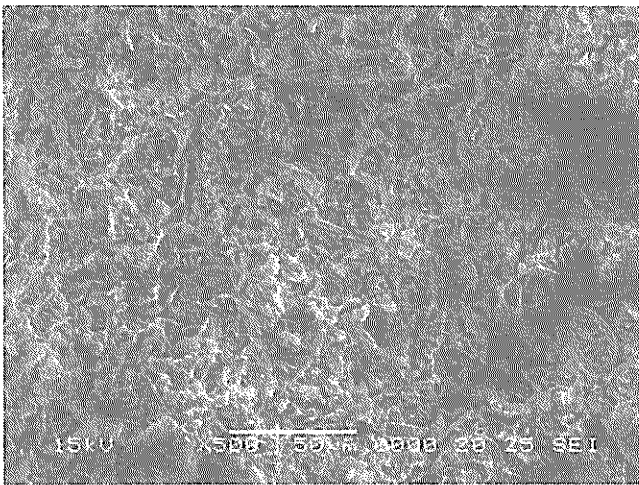
図-9b 繰り返し試料のSEM観察画像 (再構成本牧粘土)



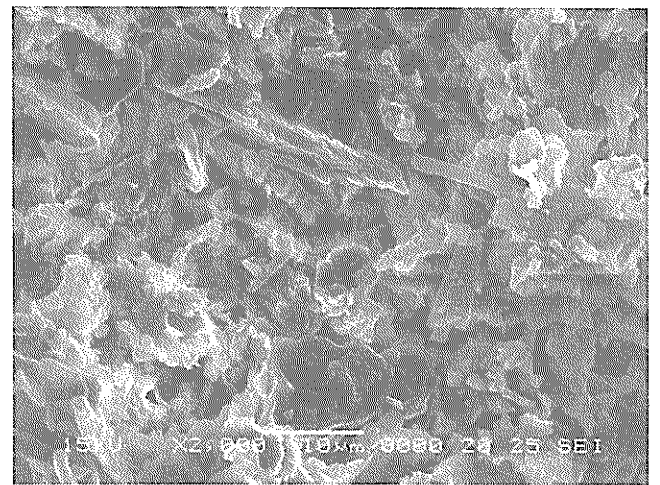
(a)AFf x500



(a')AFf x2000



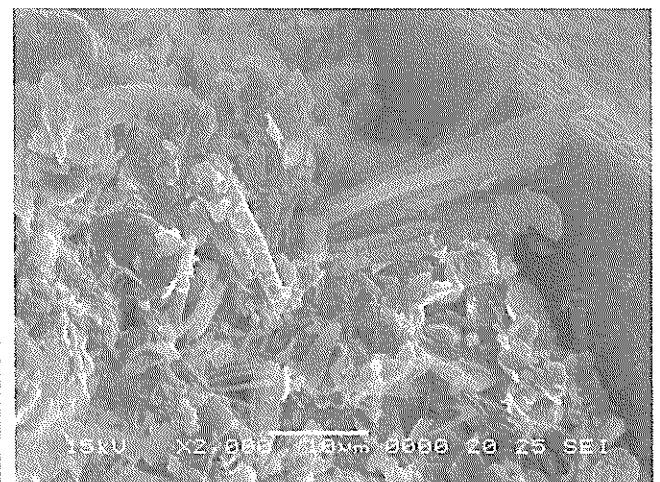
(b)AFd x500



(b')AFd x2000

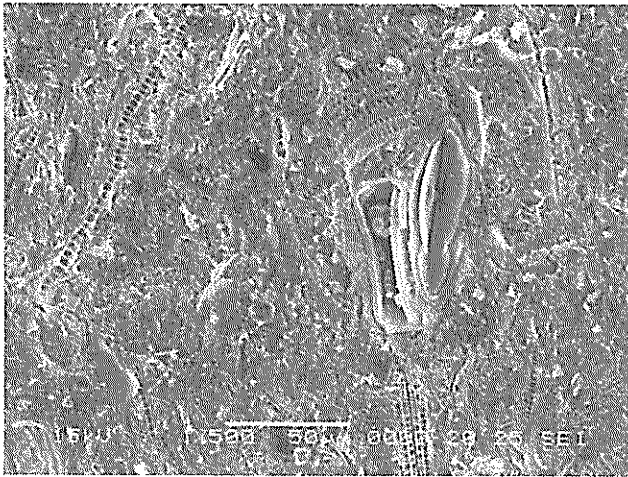


(c)ANd x500



(c')ANd x2000

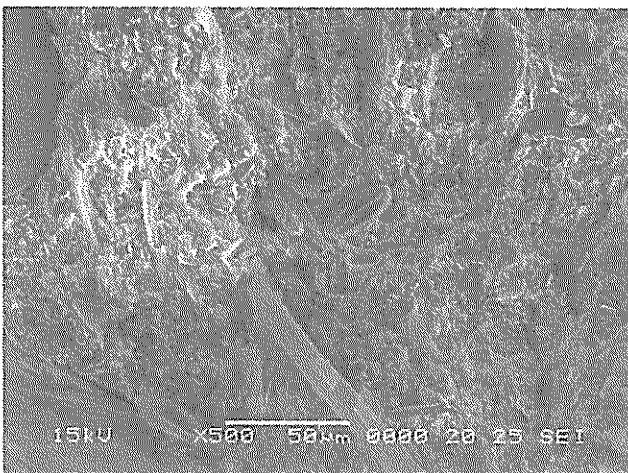
図-10a 不攪乱粘土試料のSEM観察画像 (有明粘土)



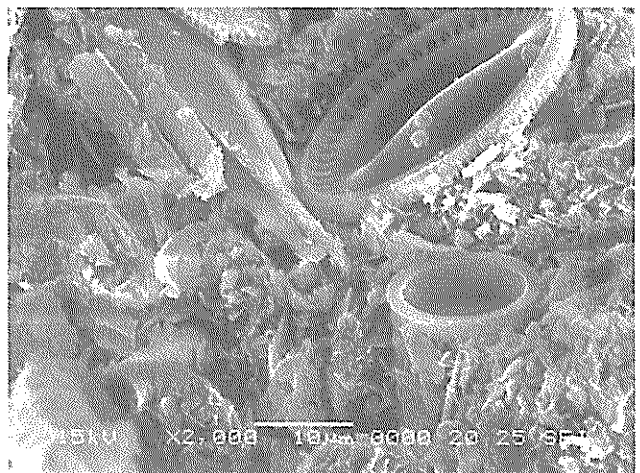
(d)OFf x500



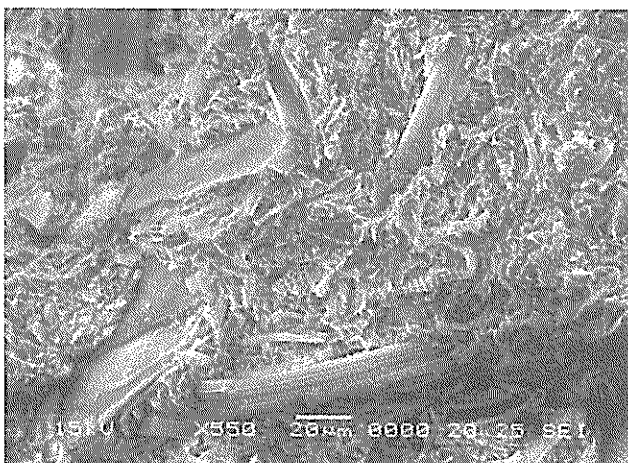
(d')OFf x2000



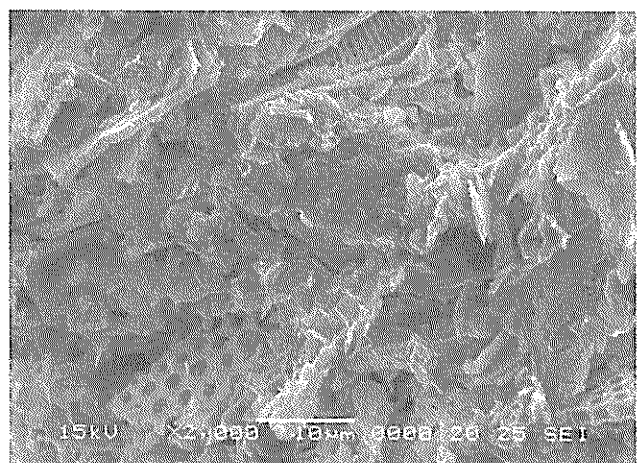
(e)OFd x500



(e')OFd x2000



(f)ONd x500



(f')ONd x2000

図-10b 不攪乱粘土試料のSEM観察画像 (大阪湾洪積粘土)

しかしながら、比較的高い含水比であった有明粘土の場合には、ANdはAFdに比べて土粒子が窮屈に詰まっているようにも見え、約65%の乾燥収縮(図-7)の影響が現れている。

4.2.3 観察面の決定方法

粘土の微視的構造のSEM観察を行う場合、本研究で行った試料作成方法の中では、液体窒素で瞬間凍結した試料をテンションクラックで割り、凍結乾燥で乾燥する方法が最も良いといえる。この方法では、ある一つの面で強制的に試料を割るため、フラットな観察面が得られる。微化石が含まれる場合にも、その面で割られるため、微化石内部の観察にも適している。この方法によれば、間隙比 $e=5$ 、含水比 $w=190\%$ というスラリー状の高含水比試料の観察も可能である。しかし、ごく微量であるが体積変化が見られたことから、試料の作成には細心の注意をする必要があるといえる。また、特に高含水比状態の試料においては乾燥後の状態は非常に脆く、すぐに破壊して粉々になってしまうので、少しの衝撃でも観察面が変化してしまう。一方、凍結乾燥後に試料を割る場合には、観察面に凹凸ができてしまうため骨格構造の観察という点では劣るが、微化石の殻の外観がそのまま観察されることを利用するのも、試料準備の一つのテクニックであるといえる。自然乾燥をする場合には、含水比が高い試料では乾燥収縮により間隙が著しく変化してしまうため、SEM観察には適さない。しかし、大阪湾洪積粘土のように非常に大きな土被り圧により圧密された試料の場合には、乾燥収縮の影響はSEM画像にあまり現れてこないため、簡易な観察には適用できる可能性があるといえる。

5. 乾燥方法による間隙径の分布

5.1 乾燥方法の影響に関する既往の研究

上述のように、粘土試料が乾燥過程を受けた場合、乾燥収縮などによる顕著な差異のある評価結果になる可能性が高いことがわかった。

Sridharan と Altschaeffl¹⁸⁾は再構成カオリン試料を対象にして空気乾燥と臨界領域乾燥法により試料を準備し、ポロシメーター試験を行い、全体間隙体積の約半分以下の間隙体積が空気乾燥中に消滅したと報告している。また、Ahmed ら(1974)⁷⁾は締固め粘土の凍結乾燥と炉乾燥試料を比較した結果、試料準備方法としては凍結乾燥が有効であり、炉乾燥試料は試料の飽和度によって異なる収縮量を示し、高い飽和度では、炉乾燥により約20%の収縮が生じるに対し、50%の飽和度では凍結乾燥試料の

同一な結果を示すとしている。それに対し、De Kimpe¹⁰⁾は空気乾燥や炉乾燥による土構造の変化と有機物含有量には重要な関係があることを示している。一方、Delage と Lefebvre⁹⁾は炉乾燥は粘土の微視的構造に深刻な変化をもたらすので、微視的研究を行うには使用しないことを強調している。

Murphy¹⁵⁾は炉乾燥および凍結乾燥とともに溶剤置換(solvent replacement)による乾燥法を比較し、炉乾燥、凍結乾燥の両方には収縮が生じ、特に凍結乾燥には試料のサイズによる凍結時間の遅延の影響で人工的なクラックが発生すると指摘している。

山田⁶⁾は炉乾燥や空気乾燥とともにD-dry法と呼ばれる方法で練返し粘土を乾燥させた後、各々の線収縮量を測定し、3つの乾燥方法は同じ程度の乾燥収縮を示すとしているが、凍結乾燥法との比較データがなく、粘土に対するD-dry法の有用性には議論の余地がある。

三浦ら⁴⁾は乾燥法の違いによる有明粘土の含水比の変化を乾燥時間の関係で調べた結果、凍結乾燥試料の含水比は乾燥時間がおよそ1~2日で変化が小さくなることが見られ、凍結乾燥を5日間継続する方法を採用している。また、有明粘土の場合、凍結乾燥に比べ、炉乾燥試料は体積収縮が大きく、1 μm 以上の間隙径は存在しないことを示している。

5.2 試験条件および試験方法

本研究では乾燥方法の差異が粘土内部の間隙径分布に及ぼす影響を詳しく調べるために、同一試料に対して炉乾燥法、自然乾燥法および凍結乾燥法を適用し、その結果を比較分析した。使用した試料は、異なる粘土分含有率による乾燥方法の違いを調べる目的で、カオリン(K)と豊浦砂(S)の混合比(K:S)を各々100:0, 75:25, 50:50, 30:70とした再構成試料を作製した。また、大阪湾の関西空港下部地盤の沖積層および洪積層においてCDL-20, -100, -200mの異なる深度から採取した不攪乱粘土とともに、圧密荷重による乾燥方法の違いや乾燥収縮の変化について検討するため、CDL-170m(Ma9層)で採取した大阪湾洪積粘土を各々1.25, 2.51, 5.21, 10.04MPaの圧密荷重で圧密した試料を使用した。

試料の乾燥方法は110℃のオープン内で24時間乾燥した炉乾燥法、24℃の恒温槽の中で5日間放置した後110℃の乾燥炉で24時間乾燥した自然乾燥法、ならびに凍結真空乾燥法を用いた。

5.3 試験結果および分析

図-11は異なる粘土分含有率に対し、各乾燥方法によ

る乾燥後の試料の間隙径分布を示したものである。図-11からわかるように、粘土の含有率が小さくなるにつれ、間隙容積が減少する傾向を示し、また、凍結乾燥に比べ炉乾燥と自然乾燥の収縮量は大きい。しかし、粘土分含有率の減少に従って炉乾燥や自然乾燥による収縮量の減少が予想されたが、凍結乾燥法との差異にはあまり変化が見られなかった。

図-12は松尾と嘉門³⁾、三浦ら⁴⁾の定義に従って間隙径を分類したものである。本研究では、4.2節のSEM画像からも確認されたように、対象の粘土試料の場合、0.01~1 μ m間の間隙が重要であることを考慮し、表-4に示すようにマイクロポアを三浦らの分類に従って、マイクロポアA(0.1~1 μ m)とマイクロポアB(0.01~0.1 μ m)の2段階に分けて表示する。

図-12は、収縮減少には0.1 μ m以下の間隙(マイクロポア)はほとんど影響を及ぼさず、1 μ m以上の大きな間隙(メソポア、マクロポア)と0.1 μ m以上の一部の間隙が乾燥収縮に主に影響を及ぼしていることを示唆している。

図-13は深度CDL-20, 100, 200mから採取した大阪湾

表-4 ベッドとポアの種類

Ped	Pore
Macro-ped (> 50 μ m)	Macro-pore (> 10 μ m)
Mezzo-ped (2-50 μ m)	Mezzo-pore (1-10 μ m)
Micro-ped (0.1-2 μ m)	Micro-pore (0.01-1 μ m)
Submicro-ped (< 0.1 μ m)	Submicro-pore (< 0.01 μ m)

	Micro-poreA (0.1-1 μ m)
	Micro-poreB (0.01-0.1 μ m)

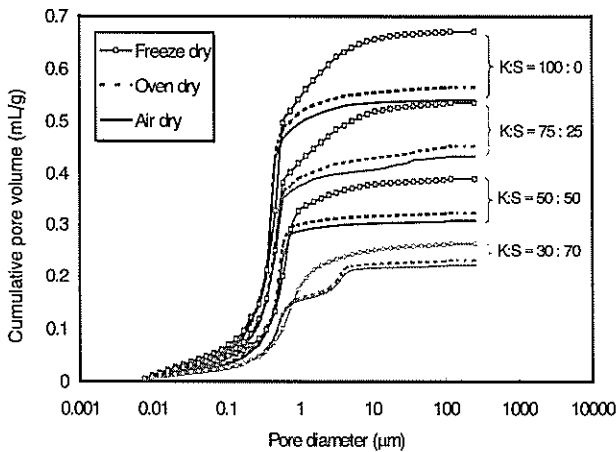


図-11 乾燥方法と粘土分含有率の違いによる間隙径の分布

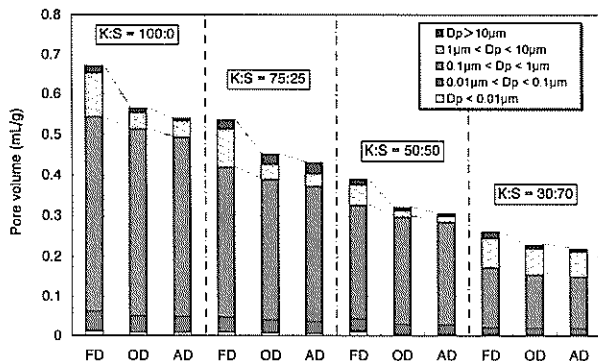
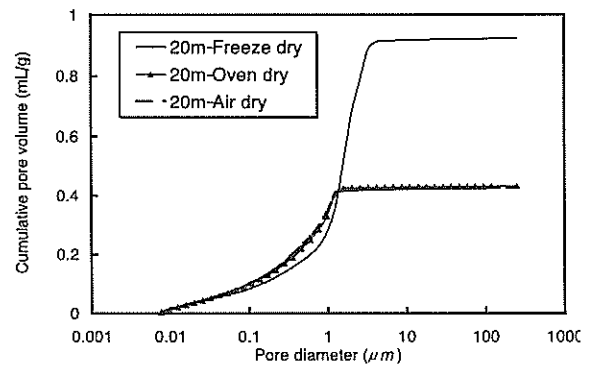
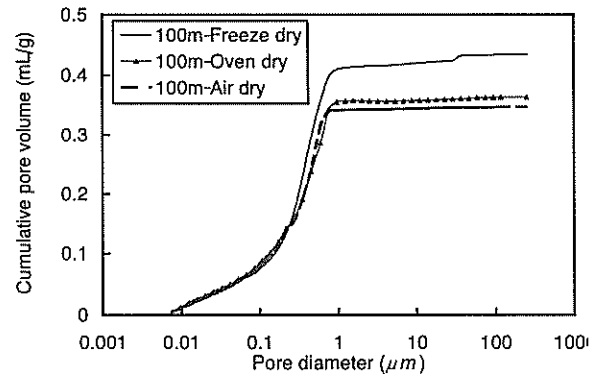


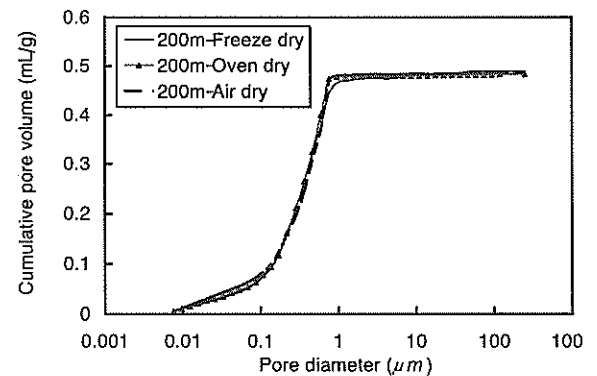
図-12 乾燥方法と粘土分含有率の違いによる間隙径の比較



(a) 深度 20m



(b) 深度 100m



(c) 深度 200m

図-13 試料の採取深度の違いによる間隙径分布の変化

粘土の間隙径分布を示したものである。沖積層である深度 20m の試料の全体間隙体積(最大水銀圧入量)について各乾燥方法で比較すると、炉乾燥と自然乾燥は乾燥による体積変化が少ない凍結乾燥法に比べ、全体間隙体積が 50% 以下にもなる著しい収縮が見られた。また、この収縮により約 1~4 μm の間隙径は乾燥中にほとんど消滅したことが分かる。炉乾燥および自然乾燥と凍結乾燥法による乾燥収縮量との差は深度が深くなるほど小さくなっており、200m の試料の場合には、乾燥方法によらずほぼ同一な間隙径分布を示した。深度毎の間隙径分布の変化を間隙径の分類でまとめたものが図-14 である。

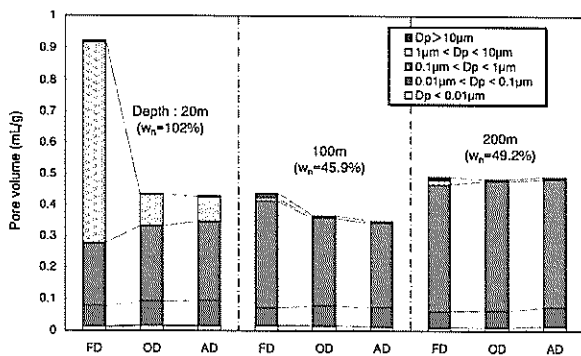


図-14 深さ別試料の間隙径分類の比較

この図より深度 20m の凍結乾燥試料の場合、間隙径の 70% 程度を 1 μm 以上の大きな間隙(メソポア、マクロポア)がしめていることが分かる。また、このメソポアが炉乾燥や自然乾燥によって著しく減少し、その一部がマイクロポアに移行している。したがって、メソポア以上の間隙が炉乾燥と自然乾燥中に発生する収縮に著しく影響していることを明らかに示唆している。100m の試料につ

いても同様の傾向が見られるが、マイクロポアの中でメソポア側に近い間隙の一部も収縮により減少していきことが分かる。一方、0.1 μm 以下のマイクロポアの場合、いずれの乾燥方法でも乾燥収縮の影響を受けていないと考えられる。

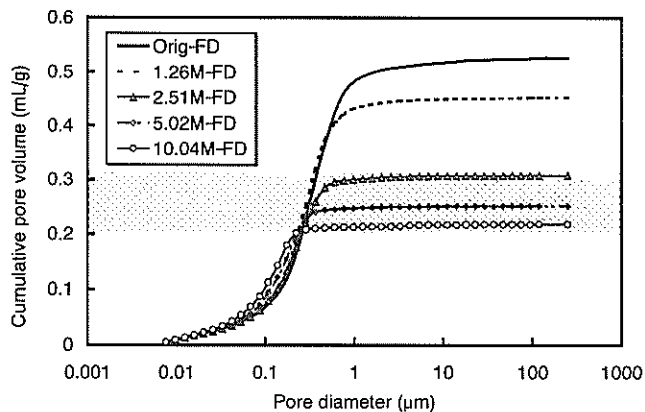
200m の試料の場合、長期間の圧密によってメソポア以上の大きな間隙は既に消滅していると考えられ、いずれの乾燥方法でも乾燥収縮を起さず、ほぼ同じ間隙径分布を示している。このことからメソポアの有無のみならず、粘土が有している大きな降伏応力にも依存していると推測できる。

そこで、大阪湾洪積粘土の各圧密荷重段階における間隙径分布を表したものを図-15 に示す。CRS 試験から求めた試料の圧密降伏応力は 1.2MPa であり、図-13(c)に示すように自然乾燥と炉乾燥の結果がほぼ等しいことから、凍結乾燥と炉乾燥試料のみを対象にした。図-15 に示すように、降伏応力に近い圧密荷重までは凍結乾燥試料に比べて炉乾燥試料の全体間隙容積は約 15% 程度小さい。これに対して、降伏応力を越えた 2.51MPa 以上の荷重で圧密した試料では、間隙径分布にほとんど差異がない。

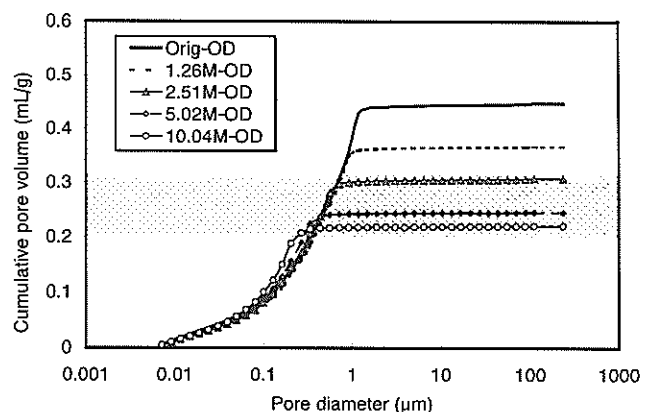
粘土粒子間の間隙水が乾燥により蒸発するにつれてメニスカスの曲率が増加し、粒子間に働く張力が増加するために骨格構造の収縮が発生する。したがって、収縮応力に抵抗する試料内部の応力レベルによって収縮量は変化すると考えられる。乾燥後の収縮量(S)を試料の全間隙容積($I_v = V_v/M_s$)とポロシメーターによる全圧入容積(I_s)との比(I_v/I_s)を用いて次のように定義する。

$$S = (1 - I_v / I_s) \times 100 \quad (1)$$

ここに、試料の全間隙容積はポロシメーター試験時に測定される試料の密度(γ_s)と含水比から求められる(ただ



(a) 凍結乾燥試料



(b) 炉乾燥試料

図-15 圧密荷重による間隙径の分布

し、 M_s は試料の質量).

本研究で行った試験結果を各乾燥方法に対して比較したのが図-16 である. 含水比から求めた間隙容積は凍結乾燥法による間隙容積とよく一致していることが再び

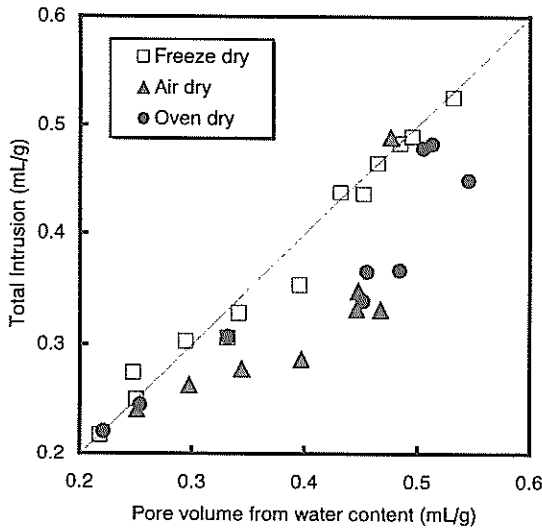


図-16 各乾燥方法による間隙容積の比較

確認できる.

図-17 は圧密圧力と乾燥後の収縮量との関係を示したものである. この図に示すように凍結乾燥の場合, 乾燥収縮量は炉乾燥よりも小さく概ね 5% 以下であった.

これに対し炉乾燥の場合, 乾燥収縮量は圧密応力が増加するにつれて非線形的に減少する傾向を示した. また本試験の結果に限るが, 約 2.5~3MPa 以上の圧密応力では炉乾燥による収縮量は 5% 以内に留まり, 凍結乾燥と同程度の収縮量を示す.

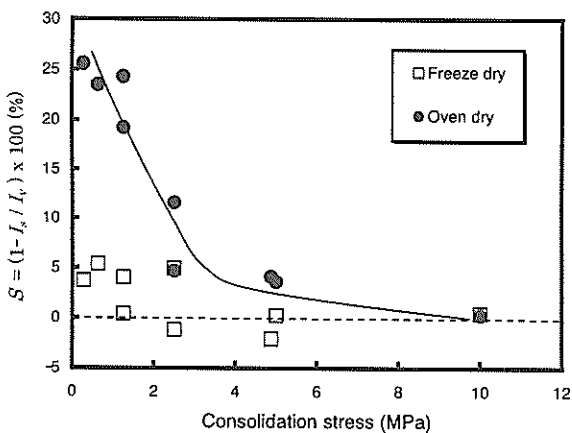
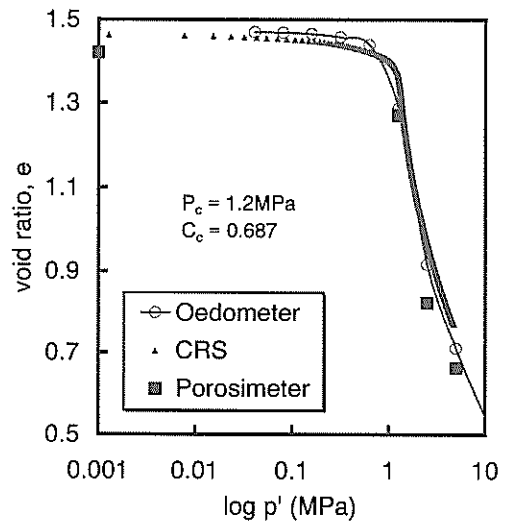
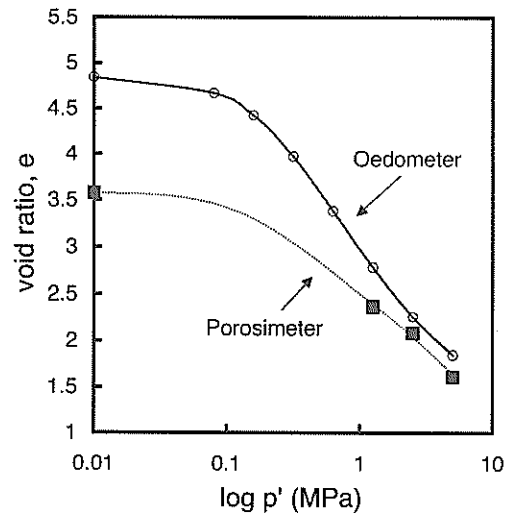


図-17 圧密応力と収縮量との関係



(a) 大阪湾洪積粘土



(b) 再構成珪藻土

図-18 e - log p' 曲線の比較

6. ポロシメーターによる大阪湾洪積粘土の圧密特性

6.1 圧密試験結果と間隙径分布

大阪湾洪積粘土の圧密挙動を定量的に評価するため, 2次圧入法を用いたポロシメーターによる間隙径分布を検討した. 本試験で使用した試料は大阪湾関西国際空港の下部地盤から採取した洪積粘土であり, 試料の採取深度は CDL-170m(Ma9 層)である. 同一試料から取り出した複数の供試体試料に対して, 最大圧密圧力を 1.26MPa, 2.51MPa, 5.02MPa, 10.04MPa と変えた段階載荷圧密試験を行い, それぞれの最大圧密圧力で圧密された試料に

対して、ポロシメーター試験を行った。また、大阪湾洪積粘土に多く含まれる珪藻遺骸の影響を調べるため、珪藻土とカオリンの構成比を75:25とした再構成圧密珪藻土を予備圧密圧力 0.2MPa で作製し、不攪乱試料と同様の試験を実施した(再構成珪藻土の場合は 10.04MPa を除く)。全間隙容積から算出した間隙比と圧密圧力の関係を、段階載荷圧密試験および定み速度圧密試験結果と併せて図-18 に示す。水銀圧入により求めた間隙比は圧密試験結果より 5%程度小さくなっているが、ポロシメーターによる間隙比の変化挙動は圧密試験結果と比較的良好一致する傾向を示し、ほぼ全間隙中に水銀が圧入されたことが確認できる。

図-18(b)の再構成珪藻土の場合、過圧密領域では、圧密試験結果とポロシメーターによる間隙比は大きく異なるが、圧密圧力が大きくなるにつれ、その差が小さくなる。これは珪藻遺骸の形状の変化によるものと考えられ、その理由については 6.3 節で詳しく述べる。

6.2 2次圧入法による土構造の分類

ポロシメーターを用いて求められる間隙径は、水銀が外部圧力により浸入する間隙の入り口の直径を意味しており、実際にその入り口の裏により大きな間隙が存在する場合、実際の間隙径を定量的に求めることができない。それに対し、2次圧入法を利用すると、2回の連続的な水銀圧入過程を行うことによって、二つの異なる間隙を区分できる。まず、図-19(a)に示すように、1次圧入時には全体の間隙を満たすことによって全間隙率の分布が分か

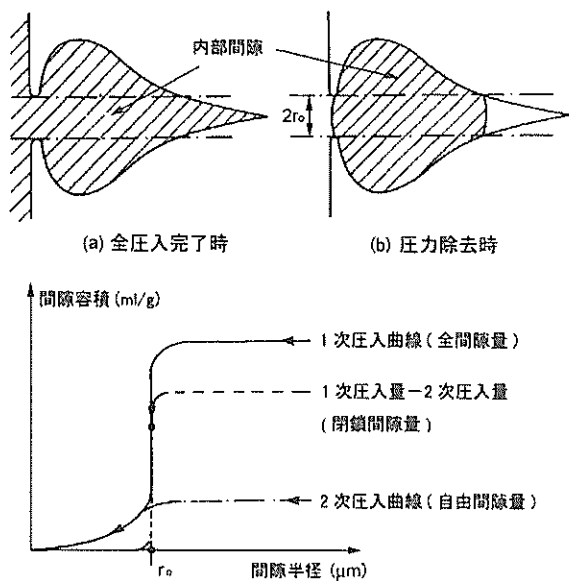


図-19 2次圧入法 の概念図

る。

1回目の圧入が終わった後、圧力を完全に除去すると、浸入されていた水銀が試料の外側に排出されるが、図-2(b)のように、周辺の粒子群に閉まれていた一部の水銀は試料の中に残る。引き続き、同じ試料に対して2回目の水銀圧入を行うと、1次圧入後に水銀が排出されて空いている間隙を再び満たすことになる。2次圧入法は、この圧力の除去により試料の外部に排出される水銀の量と、試料の中に残る水銀の量は各々異なる種類の間隙を示すという仮定に基づいている。

ここで、2回目の水銀圧入量が自由間隙(free porosity)の容積に、また1回目と2回目の圧入量の差を、閉鎖間隙(entrapped porosity)の容積に相当すると仮定する。Delage と Lefebvre⁹⁾によると、図-20に示すように、自由間隙径は粘土粒子の不規則な集合体、すなわち、団粒内部間隙に該当し、また、閉鎖間隙径は、団粒やリンク(アグリゲーション間の連結)によって閉められた間隙空間として説明している。

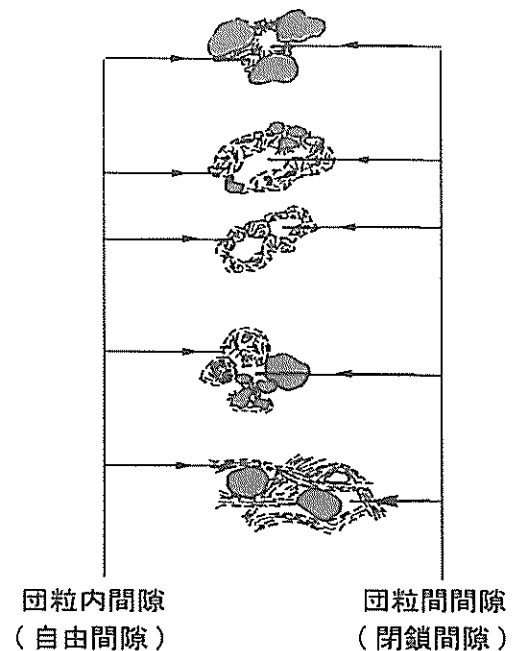


図-20 自由間隙と閉鎖間隙⁹⁾

6.3 試験結果および考察

2次圧入法によるポロシメーター試験では、1回目の圧入が終わった後、試料を測定用セルから取り出して密閉された容器の中で放置する。その後、再びセルに入れ試験機に設置し2回目の圧入を行った。1回目の圧入が終わった後の放置時間による影響を調べるために、同じ試料に対し、各々24、32、48時間の放置時間後に2回目の

圧入を行うことによって求めた間隙径の分布を図-21 に比較して示す。24 時間以上の放置時間による 2 次圧入量の変化はなく、ほとんど影響しないことから、本試験では、1 次圧入終了後の放置時間を 24 時間とした。

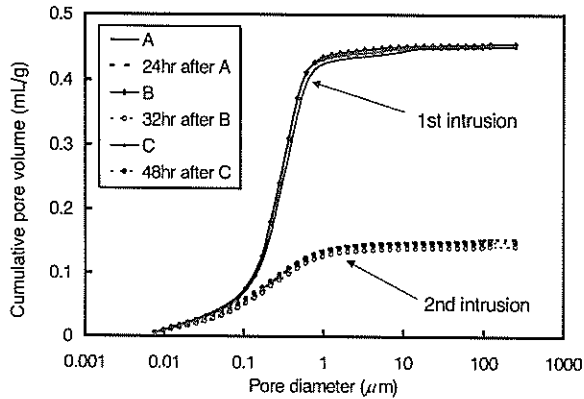


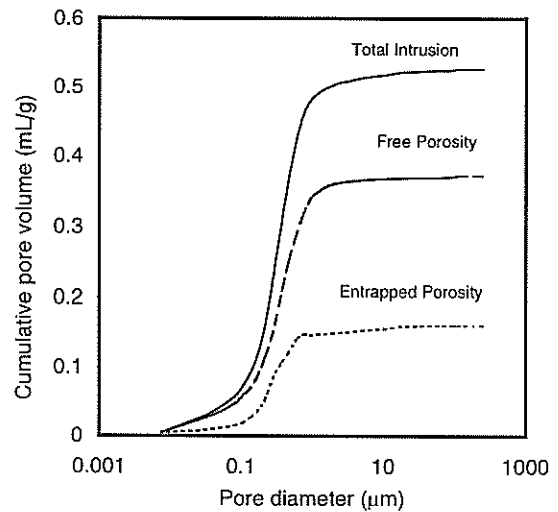
図-21 1 次圧入からの放置時間による間隙径の比較

図-22 は 2 次圧入法により求めた、圧密前の大阪湾洪積粘土と再構成珪藻土の全間隙容積、自由間隙容積、そして閉鎖間隙容積の分布を間隙径に対して表したものである。

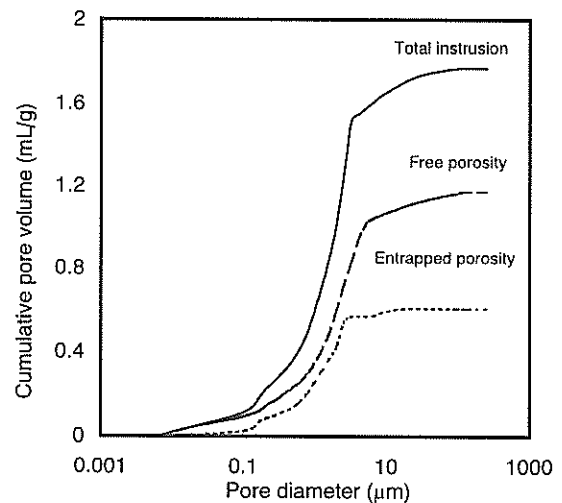
両試料ともに閉鎖間隙容積より自由間隙容積の方が多く、大阪湾洪積粘土の場合、自由間隙容積が全間隙量の 70%、再構成珪藻土の場合、66%以上を占めていることがわかった。また、閉鎖間隙は 0.1 μm より小さい間隙径にはほとんど存在しないことから閉鎖間隙が団粒内間隙より比較的大きい団粒間隙に対応するものと間接的に確認できる。しかし、再構成珪藻土において見られる約 3~100 μm の間の大きな間隙が自由間隙として現れるのは、珪藻遺骸の特殊な形によるものであり、また、再構成試料作製時の混合中に一部の珪藻遺骸が変形してできた間隙であると推測できる。

図-23 と図-24 は、ポロシメーターによって測定した各圧密段階における不攪乱洪積粘土および再構成圧密珪藻土の累積間隙曲線を示したものである。それぞれ、(a)は全間隙容積、(b)は自由間隙容積(団粒内間隙)、(c)は閉鎖間隙容積(団粒間隙)を表す。

図-23 を見ると、不攪乱洪積粘土ではマクロポアはほとんど存在せず、メソポアも非常に少ないことがわかる。間隙径の分布は、0.1~1 μm のマイクロポアの部分で最大勾配を有している。また、圧密圧力が大きくなるに従って、間隙の減少により全圧入容積が減少していくことが分かる。図-23(b)および図-23(c)を比較すると、不攪乱洪積粘土には閉鎖間隙より自由間隙の方が容積にして 2 倍以上含まれているが、圧密圧力の増加によって、自由間隙



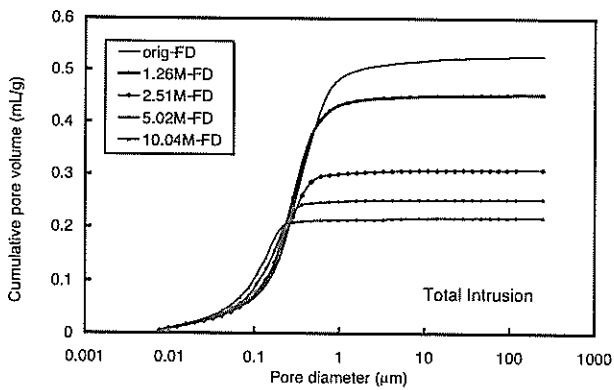
(a) 大阪湾洪積粘土



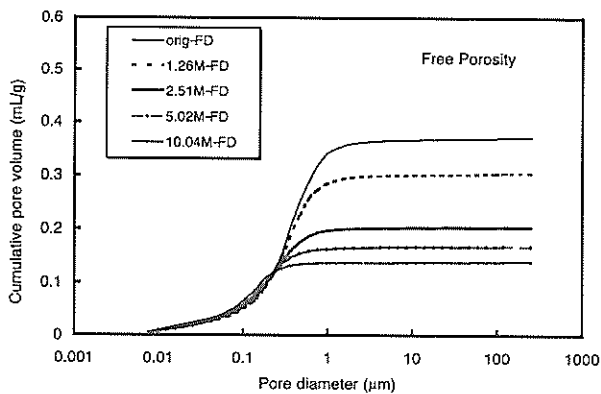
(b) 再構成珪藻土

図-22 2 次圧入による間隙径の分布

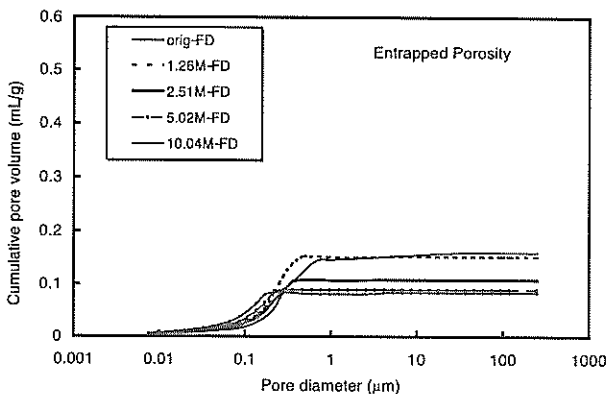
と閉鎖間隙は両方とも、その容積比があまり変わらぬまま圧縮していくことが分かる。これは、沖積粘土に対し、全間隙容積の減少は閉鎖間隙によって生じたものであると述べた Griffiths と Joshi^{(12), (13)}の結果と異なる結果となっている。また、圧密が進行するに従って、アグリゲーションが形成され、自由間隙、すなわち、粘土粒子による団粒の増加が予想されたが、その現象は見られなかった。図-24(a)を見ると、予備圧密圧力 0.2MPa の再構成圧密珪藻土を 1.26MPa の圧力で圧密した場合、載荷前と比べて全間隙容積は著しく圧縮され、それ以後も、圧密圧力の増加と共に全間隙容積は減少している。しかし、図-23(b)の洪積粘土とは異なって、1.26MPa の載荷で著しく圧縮された自由間隙には、それ以上の圧密圧力の増加に対し



(a) 全間隙容積



(b) 自由間隙容積

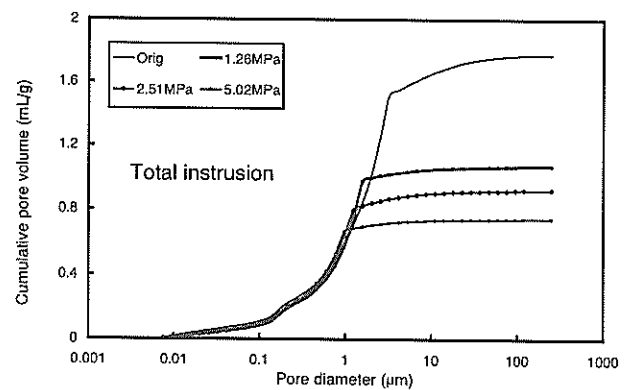


(c) 閉鎖間隙容積

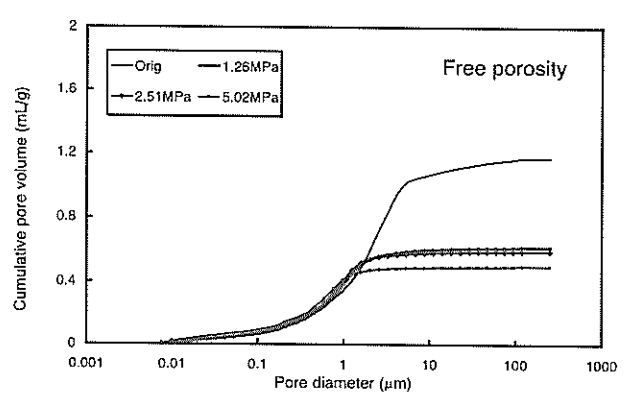
図-23 不攪乱洪積粘土の累積間隙曲線

て、圧縮による変化はほとんど見られないが、閉鎖間隙はわずかながら連続的な減少傾向を示している。図-23と図-24の結果から見ると、不攪乱洪積粘土の場合、0.1~1 μm 間の間隙径が、また、再構成珪藻土の場合、0.3~3 μm 間の間隙径が圧密による間隙の減少に主に関わっており、両試料ともに0.1 μm 以下のマイクロポアはほとんど影響を及ぼさないことが分かる。

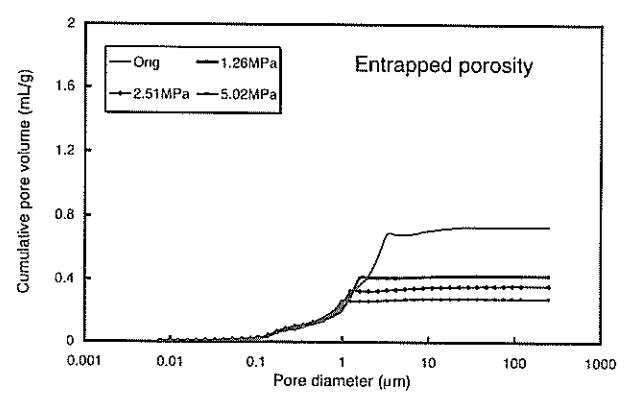
図-25は各圧密荷重における全間隙容積の変化を自由および閉鎖間隙量の比率変化を示したものであり、洪積



(a) 全間隙容積



(b) 自由間隙容積

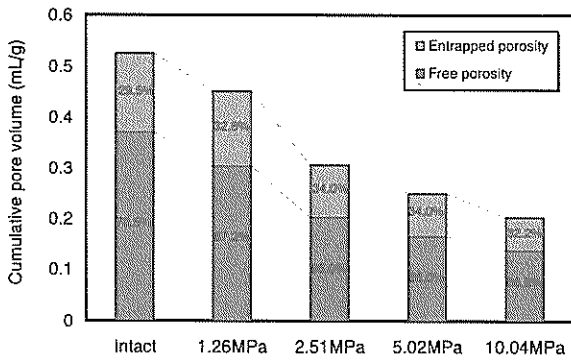


(c) 閉鎖間隙容積

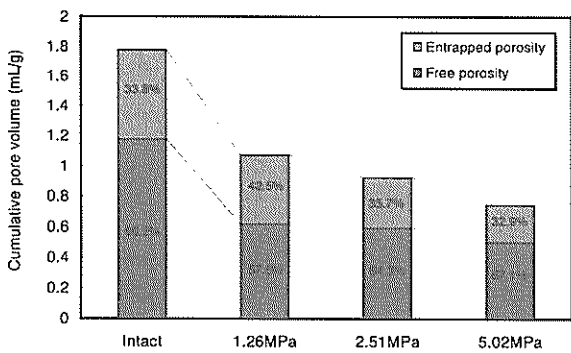
図-24 再構成珪藻土の累積間隙曲線

粘土の場合、自由および閉鎖間隙はほぼ同一な比率で減少することに対し、再構成珪藻土の場合、ある圧密荷重以上の荷重では、自由間隙量には有意な変化は見られなくなり、その後の間隙の減少は閉鎖間隙の減少によるものと考えられる。

図-26は再構成珪藻土の圧密前と2.51MPaの荷重載荷後に撮られたSEM写真であり、写真を見ると、圧密前の珪藻遺骸は原型を維持しており、この時の間隙は主に珪藻遺骸と珪藻遺骸の間に形成された間隙、あるいは珪



(a) 洪積粘土



(b) 再構成珪藻土

図-25 圧密荷重による間隙の減少

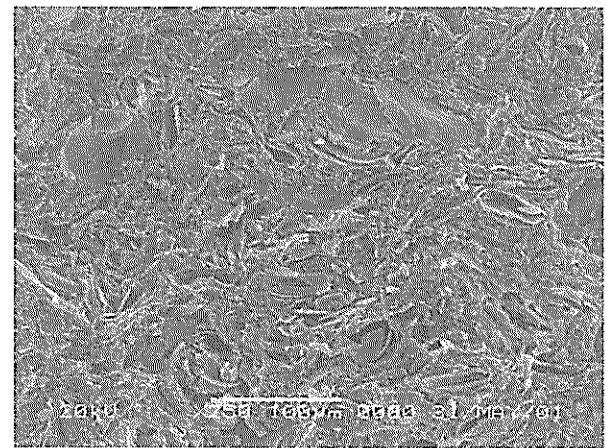
藻遺骸と周辺の粘土粒子による団粒との間隙であると見られる。この原型を維持している珪藻遺骸の内部には50~100 μm の大きな間隙を有しているが、その特徴的な形態によってポロシメーター試験では求められない部分が存在するため、図-18(b)のように過圧密領域での圧密試験結果との大きい差となって現れたものと考えられる。また、圧密による圧縮変形を受けた珪藻遺骸は図-26(b)のように、全体的に破裂され、遺骸の破片と破片の間に新たな閉鎖間隙を形成していることがわかる²⁾。これは図-25(b)のように、閉鎖間隙の比率増加を示した結果と同じ傾向であると言える。

6.4 2次圧入法による乾燥収縮と圧密応力との関係

図-15 に示した大阪湾洪積粘土の各圧密荷重段階における間隙径分布では、ある程度の圧密荷重以上になると乾燥方法による差がほとんどなくなるように見える。また、図-27 に示す間隙容積と間隙径の関係を見ると、凍結乾燥試料、炉乾燥試料ともに、圧密の進行により間隙容積が減少し、間隙容積の頻度がピークを示す間隙径とそのピーク値は圧密荷重の増加とともに小さい方に移動



(a) 圧密前



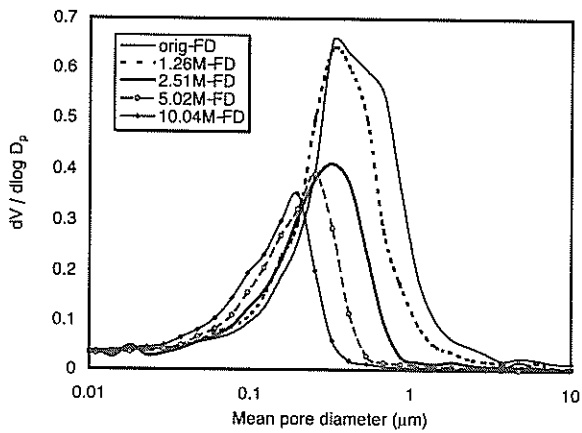
(b) 圧密後：2.51 Mpa

図-26 圧密圧力による珪藻遺骸の破裂様子

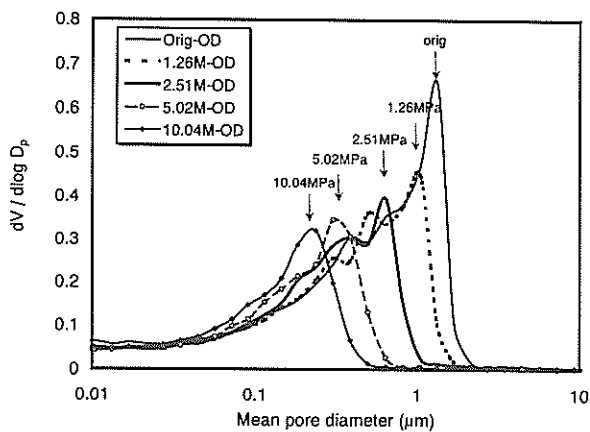
していく傾向が見られる。しかし、全体間隙容積が同じでも、その分布の形態は乾燥方法によって著しく異なっている。特に、同じ圧密荷重における試料を比較すると、炉乾燥試料のピークを示す間隙径は、凍結乾燥試料に比べ、大きい間隙径となっている。すなわち、乾燥収縮によって大きい間隙径を持つ間隙が発生したことになる。

その理由を探るために、同じ試料に対し2次圧入法によるポロシメーター試験を行い、凍結乾燥と炉乾燥試料を比較した結果を図-28 に示す。

実線は1回目の圧入、点線は2回目の圧入による間隙径の分布である。図-28(a)と図-28(b)を比較すると、圧密降伏応力に近い圧密荷重までは凍結乾燥試料に比べて炉乾燥試料の全体間隙容積は約15%程度小さいが、2.51MPa以上の圧密荷重では、間隙径分布にほとんど差がなくなり、全体としては乾燥方法による影響は小さい



(a) 凍結乾燥試料



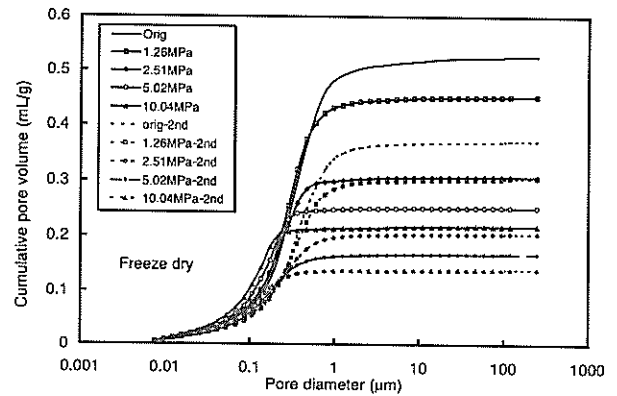
(b) 炉乾燥試料

図-27 $dV/d\log D_p$ - 中間間隙径の関係

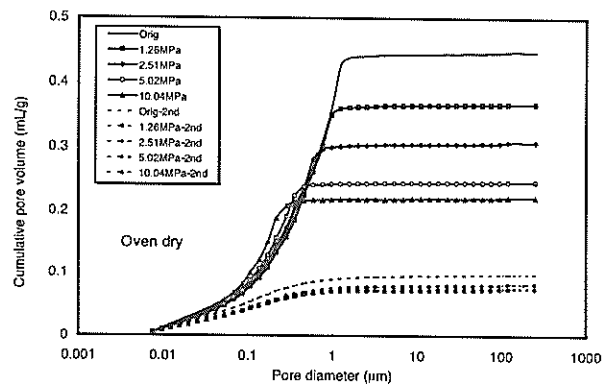
ように見られる。しかしながら、2 回目の圧入による間隙径の分布には、大きな違いが見られ、凍結乾燥試料には、圧密荷重の増加に従って自由間隙の連続的な減少が見られるのに対し、炉乾燥試料の場合、自由間隙は荷重の影響をほとんど受けず、ほぼ一定の圧入量を示す。これは、炉乾燥によって、自由間隙すなわち団粒内間隙が大きく影響を受けていることを意味している。したがって、炉乾燥により団粒内間隙が減少する際、試料が有する応力レベルとの釣合いの関係で団粒間隙が大きくなったことが推測できる。

7. 結論

一般に土質材料はマクロの間隙比が同じでも異なった力学特性を示すことが知られており、その原因は微視的構造の違いにあると考えられている。しかし、土の微視的構造に関する情報を実務に適用できる段階に至っておらず、微視的構造の観察方法、試験の条件、定量的評



(a) 凍結乾燥試料



(b) 炉乾燥試料

図-28 圧密荷重による間隙径の分布

価などについてさらなる研究が必要である。

本研究では微視的構造の評価手法として、一般的に用いられている走査型電子顕微鏡と水銀圧入型ポロシメーターを対象とし、一連の試験・観察結果に対する合理的な評価を目的として基礎的な検討を試みた。検討内容と試験結果の考察は以下のようにまとめられる。

- 1) 粘土の微視的構造の SEM 観察を行う場合、本研究で行った試料作成方法の中では、液体窒素で瞬間凍結した試料をテンションクラックで割り、その後、凍結乾燥する方法が推奨できる。この方法では、ある一つの面で強制的に試料を割るため、フラットな観察面が得られる。微化石が含まれる場合にも、微化石がその面で割られるため微化石内部の観察にも適している。この方法によれば、間隙比 $e=5$ 、含水比 $w=190\%$ というスラリー状の高含水比試料の観察も可能である。ただし、特に高含水比状態の試料は乾燥後の状態は非常に脆くすぐに破壊して粉々になってしまうため、わずかな衝撃でも観察面が変化することに注意が必要である。

- 2) 凍結乾燥後に試料を割る場合には、観察面に凹凸ができてしまうため骨格構造の観察という点では劣るが、微化石の殻の外観がそのまま観察できるというメリットもあるので、観察目的によっては適しているといえる。
- 3) 自然乾燥をする場合には、含水比が高い試料では乾燥収縮により間隙が著しく変化してしまうため、SEM 観察には適さない。しかし、大阪湾洪積粘土のように非常に大きな土被り圧により圧密された試料の場合には、乾燥収縮の影響は SEM 画像にあまり現れてこない。以上のことから、SEM 観察に対する自然乾燥法の適用は収縮量の小さい硬い粘土の場合に限られるといえる。
- 4) 炉乾燥および自然乾燥は、凍結乾燥法に比べて乾燥収縮量が大きく、さらに試料の組成および間隙径の分布の違いによって収縮の発生の様相は変化する。乾燥収縮量と圧密応力との関係から、収縮量は圧密応力の増加とともに非線形的に減少し、収縮応力に抵抗する試料内部の応力レベルとの釣り合い関係によって、約 2.5～3MPa 以上の圧密応力では、炉乾燥による収縮量は 5% 以内に留まり、凍結乾燥と同程度の収縮量を示すことがわかった。
- 5) 異なる深度から採取した大阪湾粘土の間隙径分布を各乾燥方法で調べた結果、沖積層である深度 20m の試料の場合、炉乾燥と自然乾燥は凍結乾燥法に比べ、全体間隙容積が 50% 以下にもなる著しい収縮が見られた。その収縮は深度が深くなるほど小さくなっており、200m の試料の場合には、乾燥方法によらずほぼ同様な間隙径分布が得られた。深度 20m の凍結乾燥試料の場合、間隙径の 70% 程度を占めていた 1 μ m 以上のメソポアやマクロポアが極端に減少し、メソポア以上の間隙が炉乾燥と自然乾燥中に発生する収縮に著しく影響していることがわかった。一方、0.1 μ m 以下のミクロポアの場合、いずれの乾燥方法でも乾燥収縮の影響をほとんど受けていない。
- 6) 同程度の収縮量を現すにも関わらず、乾燥方法の違いによって、収縮する間隙の種類が異なる。炉乾燥を行うと、自由間隙すなわち団粒内間隙の収縮が著しく発生する。応力レベルが高い硬質粘土の場合などでは、凍結乾燥と炉乾燥による収縮量は全体としてあまり違わないが、団粒内間隙の収縮により微視的構造には大

きな影響が与えられている可能性がある。この点からも自然乾燥と炉乾燥による供試体の準備方法は問題があると考えられる。

- 7) 不攪乱洪積粘土と再構成珪藻土の圧密挙動における微視的構造の変化を検討した。ポロシメーター試験において 2 次圧入法を採用し、圧密の進行に対する団粒内間隙および団粒間間隙の圧縮性を分けて定量的な分析を行った結果、以下のことがわかった。
- 不攪乱洪積粘土の場合、0.1～1 μ m 間の間隙径が、再構成珪藻土の場合は 0.3～3 μ m 間の間隙径が圧密による間隙の減少に主に関わっている。両試料ともに 0.1 μ m 以下のミクロポアはほとんど影響していない。
 - 不攪乱洪積粘土は、閉鎖間隙より自由間隙の方が容積にして 2 倍以上含まれており、自由間隙容積が全間隙容積の 70% 以上を占めている。圧密圧力の増加によって、自由間隙と閉鎖間隙はともにその比率をあまり変化させることなく圧縮していく。
 - 各圧密荷重における全間隙容積の変化を自由および閉鎖間隙容積の比率変化から見ると、洪積粘土の場合、自由および閉鎖間隙はほぼ同様な比率で減少するが、再構成珪藻土の場合は、圧密荷重の載荷によって閉鎖間隙容積の比率が増加し、自由間隙容積には有意な変化は見られない。その理由は、圧密荷重によって破壊された珪藻遺骸の破片から新たに形成された閉鎖間隙のためであると考えられる。

8. あとがき

土質力学の歴史をふりかえると、土の微視的な構造に関する研究はかなり古くから行われている。しかしながら、土の場合はその構造の複雑さのため、微視的な構造と工学的な力学挙動とを結びつけて説明することにはいまだ成功していないのが現状である。一方、近年の計測・分析技術のめざましい進歩により、土の微視的構造の観察やその解析において新たな展開が期待できる状況になっている。本論文は基礎的な問題を取り扱っているが、今後のこの分野の研究に役立てば幸いである。

本論文をとりまとめるにあたって、社団法人地盤工学会の「自然堆積土の微視的構造と力学特性に関する研究委員会」における討議の内容を参考にさせていただいた。本委員会は、自然堆積土の微視的構造と力学特性の関連性を研究する目的で 1999 年度から 2001 年度の 3 年間活動し、この間、本論文の著者である土田が委員長として、姜が委員として参加した。本委員会の成果は 2002 年 5 月

に東京で開催されたシンポジウム「粘土地盤における最新の研究と実際：－微視的構造の観察から軟弱地盤対策技術まで－」に委員会報告としてまとめられているが、この中には著者らの成果の一部も含まれている。貴重なご意見、ご討議をいただいた委員の方々に深く感謝の意を表します。

(2002年9月2日受付)

参考文献

- 1) 地盤工学会(2002)：「自然堆積土の微視的構造と力学特性に関する研究委員会」報告，粘土地盤における最新の研究と実際－微視的構造の観察から超軟弱埋立て地盤対策技術まで－に関するシンポジウム，pp.365-369.
- 2) 立石義孝，鬼塚克忠，廣澤茂，根上武仁(1998)：珪藻土の微視的構造と力学特性，土木学会論文集，No.610/III-45，pp.19-29.
- 3) 松尾新一郎，嘉門雅史(1976)：粘土の構造に関する用語について，土と基礎，Vol.24，No.1，pp.59-64.
- 4) 三浦哲彦，山寺彰，日野剛徳(1999)：間隙径分布の測定に基づく海性粘土の圧縮特性に関する考察，土木学会論文集，No.624/III-47，pp.203-215.
- 5) 山口晴幸，池永均(1993)：土構造評価への水銀圧入型ポロシメーター装置の利用，土と基礎，Vol.41，No.4，pp.15-20.
- 6) 山田洋右(1984)：粘土の工学的性質に及ぼす初期構造の影響，土質工学会論文報告集，Vol.24，No.1，183-191.
- 7) Ahmed, S., Lovell, C. W. and Diamond, S., (1974) : Pore sizes and strength of compacted clay, J. of the Geotechnical Engineering Division, Proc. of the American Society of Civil Engineers, Vol.100, GT4, pp.407-425.
- 8) Collins, K. and McGown, A., (1974) : The form and function of microfabric features in a variety of natural soils, Géotechnique 24, No.2, pp.223-254.
- 9) Delage, P. and Lefebvre, G. (1984) : Study of the structure of a sensitive Champlain clay and of its evolution during consolidation, Can. Geotech. J. 21, pp.21-35.
- 10) De Kimpe, C. R. (1984) : Effect of air-drying and critical point drying on the porosity of clay soils, Can. Geotech. J. 21, pp.181-185.
- 11) Diamond, S. (1970) : Pore size distribution in clays, Clays and Clay Minerals, Vol.18, pp.7-23.
- 12) Griffiths, F. J. and Joshi, R. C. (1989) : Change in pore size distribution due to consolidation of clays, Géotechnique 39, Technical note, No.1, pp.159-167.
- 13) Griffiths, F. J. and Joshi, R. C., (1991) : Change in pore size distribution owing to secondary consolidation of clays, Can. Geotech. J. 28, pp.20-24.
- 14) Lawrence, G. P. (1978) : Stability of soil pores during mercury intrusion porosimetry, J. Soil Sci. 29, 299-304.
- 15) Murphy, C. P.(1982) : A comparative study of three methods of water removal prior to resin impregnation of two soils, J. Soil Sci. 33, 719-735
- 16) Penumadu, D. and Dean, J. (2000) : Compressibility effect in evaluating the pore-size distribution of kaolin clay using mercury intrusion porosimetry, Can. Geotech. J. 37, pp.393-405.
- 17) Shi, B., Wu, Z., Inyang, H., Chen, J. and Wang, B. (1999) : Preparation of soil specimens for SEM analysis using freeze-cut-drying, Bull. Eng. Geol. Env., 58, pp.1-7.
- 18) Sridharan, A., Altschaeffl, A. G., (1971) : Pore size distribution studies, J. of the Soil Mechanics and Foundations Division, Proc. of the American Society of Civil Engineers, Vol.95, SM5, pp.771-787.
- 19) Washburn, E. W. (1921) : A note on a method of determining the distribution of pore sizes in a porous material, Proc. National Academy of Science, Vol.7, pp.115.

港湾空港技術研究所資料 No.1032

2002.12

編集兼発行人 独立行政法人港湾空港技術研究所

発行所 独立行政法人港湾空港技術研究所
横須賀市長瀬3丁目1番1号
TEL.0468(44)5040 URL.<http://www.pari.go.jp/>

印刷所 株式会社東京プリント

Copyright © (2002) by PARI

All rights reserved. No part of this book must be reproduced by any means without the written permission of the President of PARI.

この技術資料は、港湾空港技術研究所理事長の承認を得て刊行したものである。したがって、本報告書の全部または一部の転載、複写は港湾空港技術研究所理事長の文書による承認を得ずしてこれを行ってはならない。