

土構造評価への水銀圧入型ポロシメーター装置の利用

Utilization of Mercury Intrusion Porosimetry Apparatus for Evaluation of Soil Structure

山口 晴 幸 (やまぐち はれゆき)
防衛大学校助教授 土木工学教室池 永 均 (いけなが ひとし)
防衛大学校理工学研究科

1. はじめに

分析技術の著しい進歩は、土の微視的な構造解釈への直接的アプローチを可能とし、土構造評価に関する研究に飛躍的な進展をもたらしている。しかし、巨視的な力学的挙動の土構造からの評価や土構造のモデル化等は、土構造に関する実験的事項が出発点ではなく、力学的挙動を鑑みた概念的立場から想定される場合が多く、微視的構造の正確な把握と巨視的挙動との対応を同時に満足させることは、現在の高度な分析技術を駆使してもまだ困難なようである。水銀圧入型ポロシメーター装置は多孔物質の細孔径分布を調べるために利用されてきた分析装置である。この装置は電子顕微鏡やX線回折方法に比較して、粒子の配列および粒子や個々の間隙形状の判定はできないが、物質を代表し得る試料量を用いることができ、かつ、径の幅広い範囲にわたる間隙を測定することができることから、微視的な間隙構造に関する情報の半マクロ的・統計的な把握が容易で、物質の構造を定量的に評価して巨視的挙動の解釈等に反映し得る有効な分析装置である。ここでは、ポロシメーター装置の有用性を示すために、まず、土を対象とした間隙径分布の測定原理・方法および測定結果に関する問題点・留意事項等について詳述する。さらに、飽和粘土と混合土(粘土-砂)の間隙径分布に関する実測例を提示し、圧密・膨張や砂分含有量に起因する間隙構造の変化について記述する。

2. 間隙径分布の測定原理と方法

水銀圧入型ポロシメーター装置による間隙径分布の測定原理は Washburn (ウォッシュバーン) の提案式¹⁾に基づいている。図-1(a)に示すよう

に、土の間隙は連続した円筒形と仮定し、接触角が 90° 以上の水銀は表面張力により外圧を作用しないと間隙に浸入できない性質を利用して、土の間隙に水銀を圧入する際の圧力と水銀の表面張力との釣合から誘導した関係式より間隙径を算定する。各間隙径に対応する間隙体積は、図-1(b)に示すように、試料を入れたガラスセルに水銀を充填した後、段階的に圧力を増し、各圧力段階で試料に注入された水銀量から求める。通常、間隙体積は注入された水銀の累積量を単位乾燥質量当たり換算した累積間隙体積で表示される。表-1には土を対象として実施された代表的研究者²⁾によるポロシメーター装置の性能・測定条件等をまとめている。図-1で示したように、間隙径(d_p)の算定式には水銀の表面張力(σ)と水銀の試料に対する接触角(θ)が含まれている。 σ の値は温度に依存するが、 25°C での 484 dyn/cm の値が多く用いられる。 θ の値は各研究者によって異なり、 $130^\circ \sim 154^\circ$ 範囲の値が用いられている。当然 θ は土の種類によって異なるが、モンモリロナイト、石英ではそれぞれ 139° と 130° という報告があ

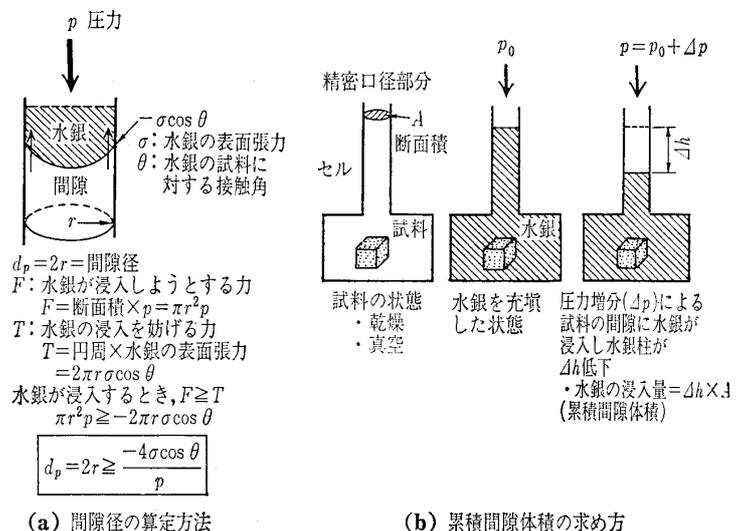


図-1 ポロシメーター装置の測定原理

表—1 代表的研究者による測定条件等

研究者名	試料	試料状態	試料の乾燥条件	試料質量等	σ (dyn/cm)	θ (°)	最大圧入圧力 p (kgf/cm)	測定可能範囲 実測範囲 d_p (μ m)
Shridharanほか (1971)	カオリン, イライト, 粘土	締固め状態	フリーズドライ (F.D.)	0.5~1 g	454	137	約 1 054	0.016~600 0.05~16
Ahmed ほか (1974)	イライト	締固め状態	F.D.; $T=-21\sim-40^\circ\text{C}$ $t=12\sim18$ h	—	—	147	約 1 054	0.016~600 0.05~100
西田ほか (1975)	風化土 (74 μ m以下)	締固め状態	F.D.	—	480	140	800	0.009~50 0.009~50
Bengocheaほか (1979)	シルト+カ オリン (混合土)	締固め状態	F.D.	—	—	—	約 1 054	0.016~600 0.02~300
Reed ほか (1979)	シルト+カ オリン (混合土)	締固め状態	F.D.	立方体 (1辺 約 8 mm)	484	147	約 1 054	0.016~600 0.02~300
Juang ほか (1986)	砂+カオリン (混合土)	締固め状態	炉乾: $T=105^\circ\text{C}$ $t=10$ min	長方体 (12 \times 8 \times 8 mm)	484	154 (砂) 147(混合土)	—	0.016~600 0.02~300
鳥居ほか (1988)	土+セメン ト 土+石灰	締固め状態 (安定処理 土)	常温真空	—	—	—	—	— 0.01~80
山口ほか (1988)	泥岩	スレーキ ングで碎屑化 した岩塊	20 $^\circ\text{C}$ 真空 $t=7\sim12$ h	1~2 g	484	130	約 3 515	0.0035~400 0.005~300
Criffiths ほか (1989)	粘土	一次元 圧密状態	F.D. $t=16$ h	スティック 状	484	139 147	約 4 079	0.002~160 0.002~100
山口ほか (1990)	泥炭	等方圧密状 態, せん断 状態	F.D.: $T=-109^\circ\text{C}$ $t=24$ h	立方体 (1辺 約 10 mm)	484	130	約 3 515	0.0035~400 0.005~400
山口ほか (1990)	砂+粘土, ほか (混合土)	締固め状態	F.D.: $T=-109^\circ\text{C}$ $t=48$ h	立方体 (1辺 約 10 mm)	484	147	約 3 515	0.0035~400 0.005~300
Yamaguchi ほか (1991)	粘土	等方圧密状 態	F.D.: $T=-109^\circ\text{C}$ $t=48$ h	立方体 (1辺 約 10 mm)	484	147	約 3 515	0.0035~400 0.005~400
池永ほか (1992)	粘土	圧密(一次 元, 等方), せん断状態	F.D.: $T=-109^\circ\text{C}$ $t=48$ h	立方体 (1辺 約 10 mm)	484	147	約 3 515	0.0035~400 0.005~100
佐藤ほか (1992)	粉碎砂 豊浦砂	充填 (乾燥状態)	炉乾真空	円柱形(径 8 mm, 高 さ 10mm), 0.7~0.8 g	480	141.3	約 136~163	50~60 (上限) 0~40

る²⁾。しかし、 σ と θ の値による影響は小さいことから、ASTM⁶⁾では、土に対する σ と θ の値は484 dyn/cmと147°を取るように推奨している。また測定可能な間隙径範囲や間隙体積には限界があり、試料内の真空度や付加できる圧力の大きさに依存するため、装置の性能によって異なる。なお、測定に際して最も重要な事項は試料の乾燥にある。乾燥収縮による影響を押さえるために、通常、フリーズドライ法(F.D.)が採用されている(表—1)。Zimmie (ツイミ)⁷⁾らのカオリンとモンモリロナイトでは7

%以下、Reed(リード)ら³⁾の混合土(シルト+カオリン)では5%以下、山口ら⁴⁾の泥炭では10%以下に体積収縮が押さえられることが指摘されている。山口らは、粘土では-109 $^\circ\text{C}$ の真空(1 Torr以下)下での乾燥時間を約48時間としている(表—1)。

上述したように、間隙径分布の測定はWashburnの式に立脚しており、その仮定や前提条件に反した場合、間隙構造を正確に把握するのが困難となる。そこで、前提条件を要約し、測定結果に関する留意事項等について記述する。①土の間隙は連続した円

筒形と仮定した Washburn の式を基調とする (図—1)。②大きい間隙から小さい間隙にわたって間隙は順次測定される。③装置の性能で、測定可能な間隙には制限がある。④水銀圧入時には土構造に変化が生じない。⑤測定時には、あらかじめ間隙中の流体 (水, 空気) を完全に除去する。①項での σ と θ は適切な値を選定することに務め、特に、 θ については、実験等によって事前に正確に見積ることが望ましい。また、②項との関連において、土の間隙は個々の複雑な形状の間隙が大小不規則に連結して構成されているため、円筒形の仮定は必ずしも適切と言えない場合が多い。また、大きい間隙が小さい間隙に囲まれているような場合、大きい間隙が小さい間隙として測定されるため、いわゆるインクビン効果によって間隙径を過大に評価する場合がある。このような問題に厳密に対処するには、顕微鏡観察等の手法と併用して測定結果を判断する必要がある。③項での間隙径の測定範囲と⑤項での乾燥に起因する体積収縮によって、測定された間隙体積は試料の間隙体積と必ずしも一致しない。特に、測定できない間隙が全間隙量の何割を占めているかを把握することは、測定範囲を評価する際の重要な目安となることから、小間隙径領域での累積間隙体積曲線の勾配 (ϕ) (後述図—3) や全累積間隙体積 (V_v^*) から計算した間隙比 ($e^* = V_v^*/V_s$) と通常の方法により求めた間隙比 ($e = V_v/V_s$) との比較 (後述図—4) から、測定範囲を吟味する必要がある。④項に関しては、Prapaharan (プラパハラン) ら⁹⁾, Delage (デラゲ) ら⁹⁾, Lawrence (ロレンス) ら¹⁰⁾によって実験的に検証されている。Reed ら⁹⁾は水銀圧入時に高圧が作用するにもかかわらず、土構造に変化が生じない理由として、高圧時には既に間隙中に水銀 (非圧縮性) がほぼ充満しているため体積変化が生じにくいこと、土粒子や間隙は非常に小さいため高い圧力でも力に換算すると非常に小さくなることを挙げている。

以上のことから、ポロシメーター装置の長所・短所を要約すると、最大の利点は電子顕微鏡等と比較した場合に測定結果の定量的な取扱いが容易なことと、微視的な間隙構造に関する情報が半マクロ的 (試料寸法約 1 cm^3) に得られることである。そのことが逆に間隙構造の表示を幾分近似的なものにし、

かつ、土粒子や個々の間隙の情報を得ることができないという短所を誘発している。それゆえに、土構造をより正確にとらえるためには、ほかの手法と併用して測定結果を総合的に分析することが望ましい。

3. 飽和粘土および混合土 (粘土-砂) の間隙径分布

3.1 試料と供試体条件

各試料の粒度分布を図—2 に示す。粘土 (C-100) は $420\ \mu\text{m}$ 以下の土粒子から成る。混合土は、粘土に 2 mm 以下の川砂 (S-100) を乾燥質量比で 25% (CS-75), 50% (CS-50), 75% (CS-25) 混合したものである。予圧密法により、スラリー状の各試料に 0.7 kgf/cm^2 の鉛直応力を作用させ一次元圧密して土ケーキを作製した。直径 50 mm , 高さ 125 mm の供試体をトリミングし、三軸セルにセットした後、等方圧密・膨張試験 (IC 試験) と圧密排水せん断試験 (CD 試験) を実施した。圧密・膨張過程では 1 kgf/cm^2 の背圧を作用した。試験後、供試体中心部より立方体試料 ($1\text{ 辺約 }1\text{ cm}$) をトリミングし、フリーズドライ法で乾燥して、間隙径分布の測定を実施した。乾燥および測定条件は表—1⁵⁾ と同様である。図—3, 4 は、本試料での測定範囲と精度を検証したものである。図—3 は、各種の圧密圧力 (p_o') で等方圧密した粘土の累積間隙体積曲線を示している。本装置で測定可能な最小間隙径 (d_p) は約 $0.005\ \mu\text{m}$ である。小間隙径領域での累積間隙体積が多少増加する曲線形状 ($\phi \neq 0$) が認められることから、 $0.005\ \mu\text{m}$ より小さな間隙の存在が推察できる。このような傾向は、 p_o' の大きな場合に多少顕著となる。しかし、図—4 に示すように、粘土に砂を加えた混合土でも、 $0.005\ \mu\text{m}$ までの累積間隙体積から算定した間隙比 (e^*) は通常の方法で求めた間隙比 (e) にかなり近似しており、 e^* は e の約 90% の値を示していることから、本ポロシメーター装置での測定結果は、間隙構造の評価に十分に利用し得る。

3.2 粘土の間隙径分布

予圧密完了時の供試体と、これを三軸セルで等方圧密・膨張した供試体の間隙径分布を、各間隙径 (d_p) に対応する間隙体積の割合を百分率表示した間隙体積頻度曲線で図—5~7 に示す。図—5 での 0.7 kgf/cm^2 の鉛直応力下で予圧密した供試体では、 d_p

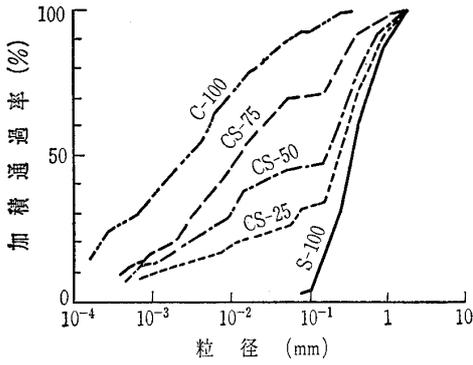


図-2 試料の粒度分布

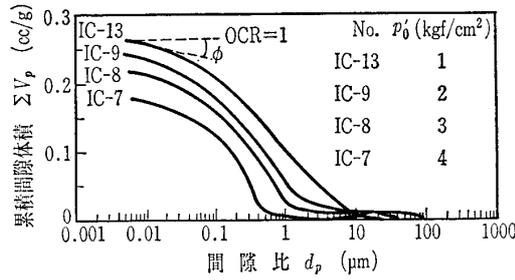


図-3 正規圧密粘土の累積間隙体積曲線

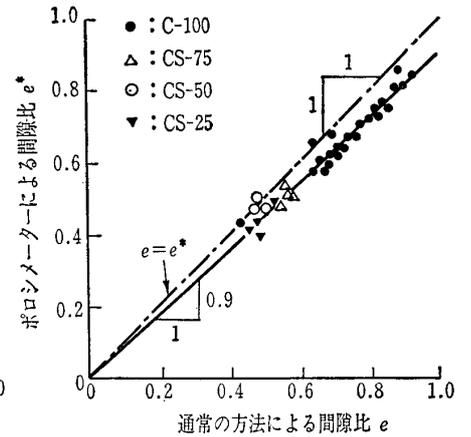


図-4 e* と e との比較

が約 0.01 μm ~ 50 μm 範囲の間隙が存在し、広範な間隙径範囲にわたる比較的一様な間隙径分布を示している。このような供試体を等方応力下で再圧密した場合の過剰間隙水圧 (Δu) の消散に伴う圧密過程での頻度曲線を示した図-6 によると、圧密度 (U_u , 供試体底面中央部) の増加 (図-6 (a)) に伴い、約 2 μm より大きな間隙が減少し、頻度曲線は一つのピークを有する 1 モード型の鋭い形状に漸次変化する。すなわち、圧密の進行に伴い約 0.1 μm ~ 1 μm 範囲の間隙を主体とした均一な間隙径分布に推移する。当然、間隙径分布は圧密・膨張時の応力履歴にも依存している。図-7 は、等方応力下で種々の応力履歴を受けた供試体の間隙径分布を示している。図-7 (a) での正規圧密線 (N.C.L.) 上の供試体では、圧密圧力 (p_0') の増加に伴い頻度曲線は小間隙径領域に推移し、約 1 μm 以下の間隙を主体として間隙径分布の均一化が促進される。正規圧密供試体の p_0' の増加に伴うこのような頻度曲線の推移傾向は、図-6 で示した Δu の消散に起因する圧密過程での供試体のそれに類似している。一方、3 kgf/cm² の先行圧密圧力 (p_0') から吸水膨張された膨張線 (S.L.) 上の供試体間では、過圧密比 (OCR) が約 36 までの範囲

ではあるが、頻度曲線は OCR の増加に伴わずかに右方向 (大きい間隙径) に推移しているが、過圧密の度合によって大きな影響は受けない。これは、粘土の弾塑性的性質により N.C.L. 上の供試体に比較して S.L. 上の供試体では、吸水膨張に起因する間隙比の変化が非常に小さいためである。そこで図-7 (c) に、応力履歴は異なるが間隙比 ($e=0.722$) の等しい正規圧密と過圧密供試体の頻度曲線を示す。両供試体間の頻度曲線はほとんど一致し、粘土の間隙径分布は応力履歴よりもむしろ間隙比に依存している。図-8 には、等方圧密完了 (破線) と CD 試験終了 (実線) 時点での頻度曲線を比較している。せん断過程において間隙比が減少する正規圧密供試体 (CD-2) の場合には、頻度曲線が小間隙径領域にさらに移行し、間隙径分布の均一化が促進される。これに対して、正のダイレイタンスに起因して間隙比が増加する過圧密供試体 (CD-5) の場合には、約 1 μm 以上の間隙が出現し、間隙径分布が一様化される傾向にある。

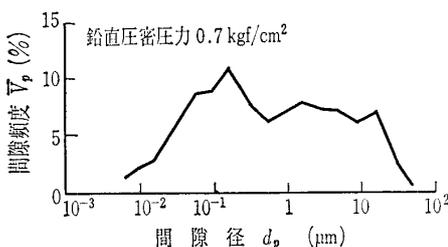
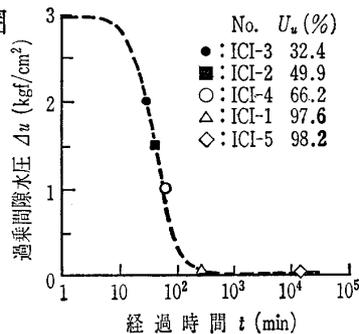
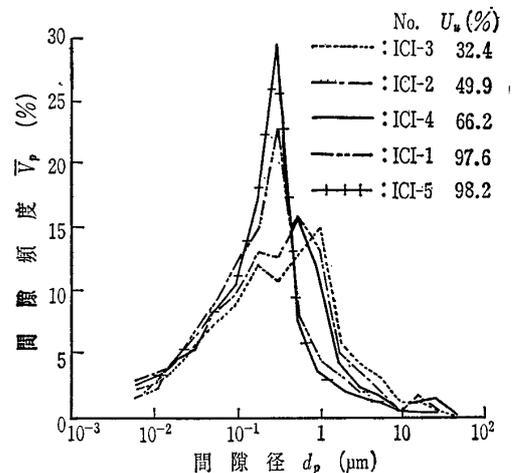


図-5 予圧密後の粘土供試体の間隙頻度曲線



(a) 圧密度の異なる供試体の状態



(b) 各圧密度での間隙頻度曲線

図-6 等方圧密途上の粘土供試体の間隙頻度曲線

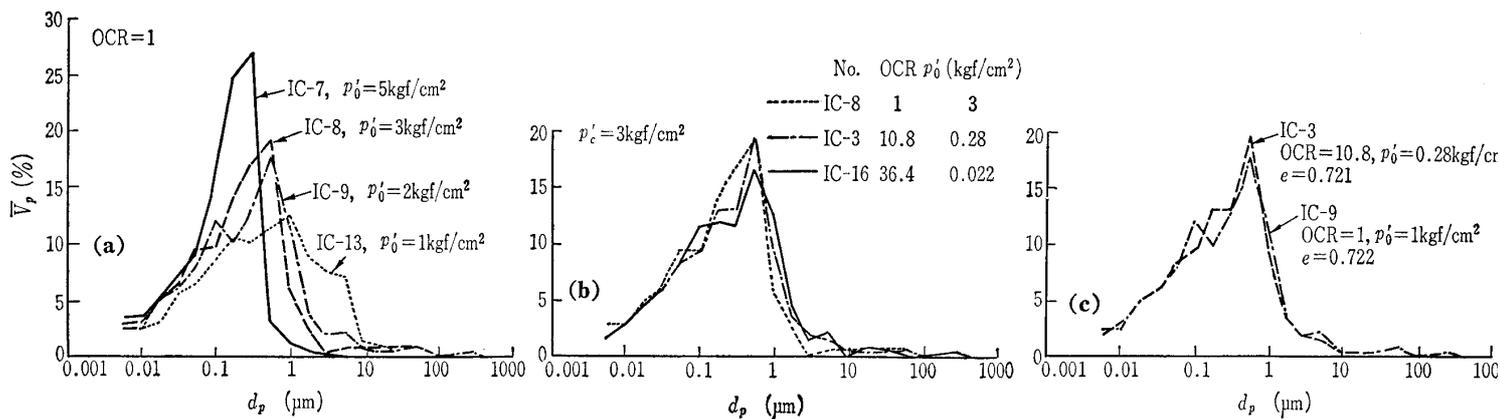


図-7 等方圧密・膨張に起因する間隙頻度曲線の推移

松尾ら¹¹⁾は、粘土の構造は粘土鉱物の板状粒子が単独で存在することはほとんどなく、程度の差はあ

表-2 ペッドとポアの関係¹¹⁾

ペッド (ped)	ポア (pore)
マクロペッド (>50 μm)	マクロポア (>10 μm)
メゾペッド (2~50 μm)	メゾポア (1~10 μm)
マイクロペッド (0.1~2 μm)	マイクロポア (0.01~1 μm)
サブマイクロペッド (<0.1 μm)	サブマイクロポア (<100 Å)

っても凝集した団粒が連結して構成されるとし、構造の基本単位として団粒についてはペッドを、その周りの間隙についてはポアを用いることを提案し、ペッドとポアとの関係を表-2のように表示している。そこで、上述した間隙径分布の測定結果では、各種の応力履歴においておおむね 1 μm 以上の間隙に変化が現れ、これが 1 μm 以下の間隙頻度に変化をもたらしていると考えられる。図-9 に図式化するように、圧密圧力の小さい予圧密後の供試体のような場合 (図-5) には、1 μm 以上の団粒間間隙

(マクロポアとメゾポア) と 1 μm 以下の団粒内間隙

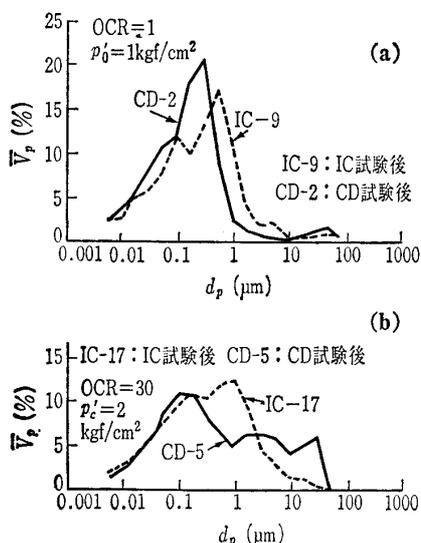


図-8 排水せん断に起因する間隙頻度曲線の推移

(マイクロポアとサブマイクロポア) に富んだ間隙径分布を示している。しかし、応力履歴に伴う間隙比の減少によって団粒間隙が圧縮されて、その分布が小間隙径領域に移行し、間隙径分布の均一化が促進されるものと考えられる。すなわち間隙比の増減に伴う間隙径分布の変化は、団粒内間隙よりもむしろ間隙の大きなマクロポアやメゾポアの団粒間隙の変化に依存していることが推察できる。

3.3 混合土の間隙径分布

粘土に砂を各種の質量比で混合した飽和供試体の等方圧密・膨張に起因する間隙比と間隙径分布の変化を示したのが図-10と11である。図-11での結果は図-10中の黒塗り印 (▲, ■, ●) の供試体について示している。砂の質量比が増加するに従い応力履歴に起因する間隙比の変化が小さくなるため、OCR が大きく異なっても間隙径分布はほとんど左右されない。しかし、砂の質量比が50と75%の供試体 (CS-50と25) では、粘土 (C-100) の間隙径分布とかなり異なり、約 1 μm 以上の間隙径領域に新たな第2のピークが出現する2モード型の頻度曲線を示す。第2ピークが出現する間隙径 (dp) はCS-50供試体で 1~10 μm 範囲、CS-25 供試体で 10~100 μm 範囲と、砂分の増加によって1オーダー程度大きな dp 方向に推移している。しかし、粘土 (C-100) のピーク頻度に対応する第1ピークの頻度は、砂分の増加によって粘土分が少なくなるために徐々に減少するが、第1ピークを示す dp の位置は砂分によってほとんど左右されない。図-12に光学顕微鏡写真から砂粒子等の配列状況をトレースしている。砂分が

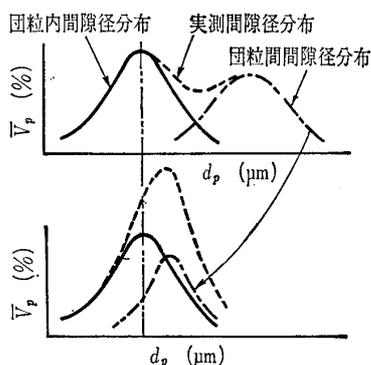


図-9 間隙径分布の変化のメカニズム

報文-2247

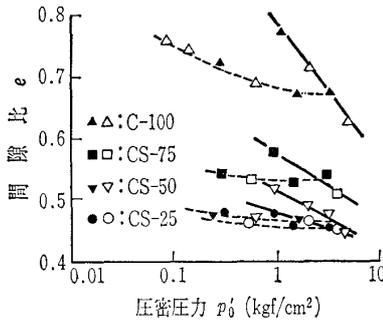


図-10 混合土の等方圧密・膨張曲線

25%(CS-75)では、粘土部分に単独で点状に存在している砂粒子が多く、供試体の間隙径分布は粘土部分によって支配されている(図-11(b))。しかし、砂分が50%(CS-50), 75%(CS-25)と増すと、砂粒子間の接触が見られ、砂粒子の周りや砂粒子間に比較的大きな間隙が出現する。このような間隙の出現が間隙頻度の第2ピークの出現をもたらしていると考えられる(図-11(a), (b))。特に、砂分75%(CS-25)の場合には、砂粒子間に存在する間隙の出現が顕著となる。このようなことから、粘土と砂の混合土の場合には、粘土部分の団粒内間隙と団粒間隙(図-9)に加え、砂粒子間に出現する比較的大きな間隙から間隙構造が形成されている。

4. おわりに

ポロシメーター装置の原理・方法および実測例等について若干の考察を試みた。測定結果は土の間隙構造に関する情報を半マクロ的に数値化して得られることから、他の分析手法と併用することによって土構造をより厳密にしかも定量的に評価することが可能であり、土構造のモデル化や巨視的力学挙動の解釈等に有効と考えられ、今後の利用が大いに期待できる。

参考文献

- 1) Washburn, E.W.: Note on a method of determining the distribution of pore sizes in porous material, Proc., National Academy of Sciences, Vol. 7, pp.115~116, 1921.
- 2) Shridharan, A. et al.: Pore size distribution studies, ASCE, Vol.97, No. SM5, pp.774~787, 1971.
- 3) Reed, M.A. et al.: Frost-heaving rate predicted from pore size distribution, Canadian Geotechnical Journal, Vol.16, pp.463~471, 1979.
- 4) 山口晴幸ほか：泥炭の間隙構造に及ぼす練返しと乾

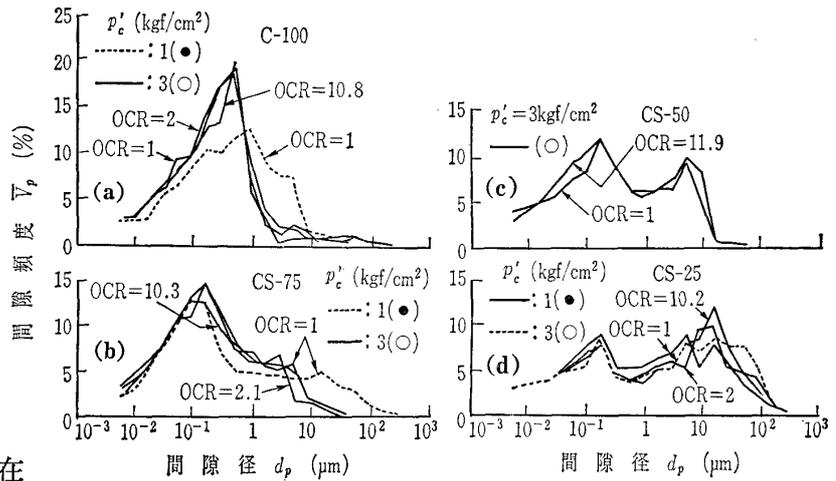


図-11 混合土の間隙頻度曲線

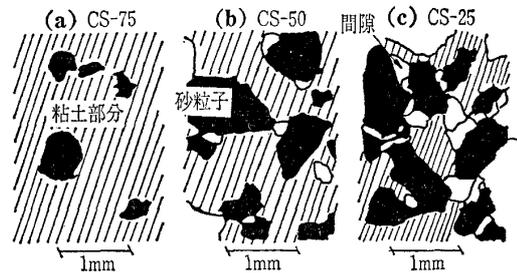


図-12 混合土の光学顕微鏡写真トレース

燥収縮の影響, 第25回土質工学研究発表会講演集, pp.411~414, 1990.

- 5) 山口晴幸ほか：締め固め土の間隙径分布の測定, 新しい調査・計測技術に関するシンポジウム発表論文集, pp.177~184, 1990.
- 6) American Society for Testing and Materials: Standard test method for determination of pore volume and pore size distribution of soil and rock by mercury intrusion porosimetry, Designation on D4404-84, Annual Book of ASTM standards, Vol.04.08, pp.860~867, 1985.
- 7) Zimmie, T.F. et al.: Shrinkage of soil specimens during preparation for porosimetry tests, STP 599, ASTM, pp.202~215.
- 8) Prapaharan, S. et al.: Moisture curve of compacted clay, ASCE, Vol.111, No. GT9, pp.1139~1143, 1985.
- 9) Delage, P. et al.: Study of the structure of a sensitive champlain clay and its evolution during consolidation, Can., Geotech., Vol.21, pp.21~35, 1984.
- 10) Lawrence, G.P. et al.: Stability of soil pores during mercury intrusion porosimetry, J. Soil Sci., Vol. 29, pp.299~304, 1978.
- 11) 松尾新一郎ほか：粘土の構造に関する用語について, 土と基礎, Vol.24, No.1, pp.54~64, 1976.
- 12) 池永 均：各種応力下での土の間隙径分布特性と土構造の定量的評価法に関する研究, 防衛大学校理工学研究科修士論文, 1992.

(原稿受理 1992.5.12)