

水銀圧入式ポロシメーターによる岩石の内部空隙の寸法分布測定

Measurement of Pore Size Distribution in Rocks by
Mercury Intrusion Porosimetry

高 橋 学 (たかはし まなぶ)

地質調査所環境地質部 主任研究官

西 田 薫 (にしだ かおる)

(株)ダイヤコンサルタント技術研究所 部長

林 為 人 (りん いじん)

(株)ダイヤコンサルタント技術研究所 主任研究員

蓑 由紀夫 (みの ゆきお)

(株)ダイヤコンサルタント仙台支店 課長

1. はじめに

様々な工学分野において、岩石の透水性を把握することが必要不可欠である。岩石の透水性は内部空隙の状態(量、寸法、形状、連結性、飽和パラメーター等)および外部要因の拘束圧、間隙圧、温度条件等によって決まる。岩石の内部空隙の寸法を評価する手法として、電子顕微鏡や偏光顕微鏡による直接観察方法があげられるが、比較的広い観察範囲における空隙寸法の定量評価は大きな労力を要する。それと対比すると、水銀圧入式ポロシメーターは岩石の内部空隙の寸法分布を直接測定できるほぼ唯一の実用的、実施簡便な方法である。ポロシメーターで測定できる空隙寸法の範囲は装置の水銀圧入圧力の負荷能力等によって決まるが、典型的なものは $2.5 \times 10^{-3} \mu\text{m} \sim 100 \mu\text{m}$ 程度である¹⁾。

水銀圧入式ポロシメーターを用いた既往研究としては、粘性土²⁾、砂質土^{3)~4)}、セメント等を添加した締固め安定処理土⁵⁾、砂岩と頁岩⁶⁾、第三紀泥岩⁷⁾、花崗岩⁸⁾などを対象とする例があげられる。地盤材料の透水性をポロシメーターの測定結果で評価した既往研究として、Garcia-Bengochea (ガルシア・ベンゴチャ) et al⁹⁾や Juang (ジュアン) et al³⁾などは、等価管路モデルに基づいて透水係数の推定を試みている。

本研究では、岩石の内部空隙と透水性との関連性を検討するためのデータを取得するとともに、岩種が異なると空隙の寸法分布がどのように変化するかを調べることを目的として、計9種類の砂岩、花崗岩、凝灰岩を用いてその内部空隙の寸法分布等を水銀圧入式ポロシメーターで測定した。

2. 実験方法

2.1 測定試料

岩石試料として、計9産地から採取した砂岩、花崗岩、凝灰岩を用い、それらの岩石名等を表-1に示す。測定は1岩種につき各1試料とした。

試料の形状は非整形のものとし、その大きさは装置の測定可能な最大空隙量(約400 mm³) および試料容器(ディラトメーター)の大きさを考慮して、決定した。空隙率が最も大きい明世累層凝灰質細粒砂岩の場合、試料質

表-1 研究用岩石試料一覧

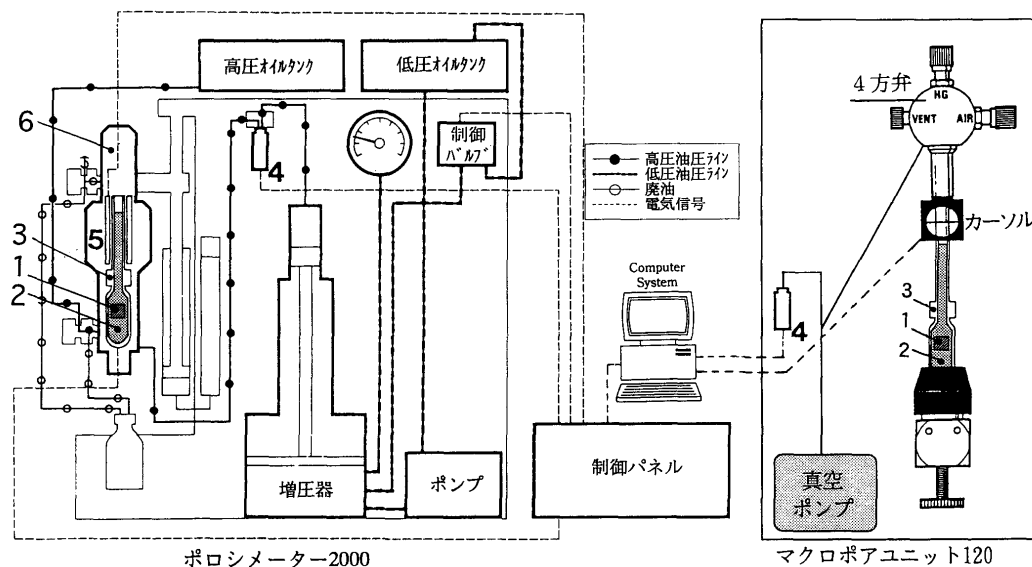
岩石名	記号	産地	年代
白浜砂岩	SS	和歌山県	新第三紀中新世, 15 Ma
ベレア砂岩	BS	米国 オハイオ州	古生代石炭紀, 350 Ma
来待砂岩	KS	島根県	新第三紀中新世, 14 Ma
多胡砂岩	TS	群馬県	新第三紀中新世前期, 17 Ma
明世累層凝灰 質細粒砂岩	AS	岐阜県	新第三紀中新世前期, 16 Ma
稲田花崗岩	IG	茨城県	60 Ma
白河溶結凝灰岩	SWT	福島県	第四紀更新世, 1 Ma
荻野凝灰岩	OT	福島県	新第三紀中新世, 15 Ma
田下凝灰岩	TT	栃木県	新第三紀中新世中期

量が約1gの大きさで、空隙率の最も小さい稲田花崗岩の場合は約17gである。試料内の空隙に含有水分が存在する場合、それが水銀の完全圧入を妨げる原因となるため、含水を除去する必要がある。花崗岩以外の試料は、110℃の乾燥炉内において約48時間程度乾燥させたが、花崗岩は加熱によりマイクロクラックが発生するので、シリカゲル入りのデシケーターに1箇月以上放置して乾燥させた。

2.2 装置および測定手順

本研究に用いた測定システムの概要を図-1に示す。本システムは、マクロポアユニット120とポロシメーター2000から構成されているが、通常、全システムはポロシメーターと呼ばれている。マクロポアユニットを用いて、試料の真空脱気ディラトメーターへ水銀注入とマクロポアの測定を行う。マクロポアユニットでの測定が真空～大気圧の圧力範囲において行われ、測定できる空隙は細孔半径が約7.5 μm 以上のものである。ポロシメーター2000では、圧力範囲が大気圧～200 MPaであり、細孔半径の測定範囲が約 $3.7 \times 10^{-3} \mu\text{m} \sim 7.5 \mu\text{m}$ である。測定手順は次のとおりである。

- 1) 乾燥状態の試料をディラトメーターに入れ、マクロポアユニットで15分以上真空脱気する。
- 2) ディラトメーターに水銀を満たす。
- 3) 真空状態から大気圧へ空気弁を徐々に解放しながら、水銀の圧入量と圧力を測定する。



1: 岩石試料, 2: 水銀, 3: デイラトメーター, 4: 圧力計, 5: 高圧オートクレーブ, 6: 高圧オイル

図—1 測定システムの模式図

- 4) デイラトメーターをマクロポアユニットからポロシメーター2000のオートクレーブに移設する。圧力を大気圧から最高200 MPa まで一定のポンプ注入速度で上昇させながら、水銀の圧入量と圧入圧力を測定する。

2.3 測定原理

接触角が約140°の水銀は、表面張力が大きいので、加圧されなければ試料内の空隙に浸入することはできない。圧入圧力が水銀の表面張力による抵抗を超えることは、水銀が空隙に浸入する必須条件である。空隙の形状を円筒形とすれば、細孔半径と圧入圧力との関係は次式となる⁴⁾。

$$R = 2\sigma \cos \theta / P \quad \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 R は細孔半径、 σ は水銀の表面張力、 θ は水銀の接触角、 P は圧入圧力を示している。一方、空隙を亀裂とし、その断面形状を長方形と仮定し、亀裂の幅がその長さに対してはるかに小さい場合、亀裂幅 W と圧入圧力との関係は次式で近似できる⁸⁾。

$$W = 2\sigma \cos \theta / P \quad \dots\dots\dots (2)$$

水銀圧入式ポロシメーターはこの原理を利用して、圧入圧力と水銀の圧入量を測定することにより、試料内部の空隙率およびそれらの寸法分布を得ることができる。

堆積岩の場合、内部空隙はそのほとんどが球形に近似できるので、(1)式を用いることが妥当と考えられる。一方、花崗岩の場合は、内部空隙がほとんど亀裂であるため、ポロシメーターで測定される細孔の寸法が亀裂の開口幅を意味する。本研究では堆積岩と花崗岩の両方を用いているが、(1)式と(2)式の右边が等しいので、 R と W の両者とも細孔半径と称する。また、水銀の表面張力を $\sigma = 480 \text{ dyn/cm}$ 、接触角を $\theta = 141.3^\circ$ とした。

3. 実験結果および考察

各岩種における内部空隙の細孔半径の頻度分布を図—2に示す。横軸は上記(1)および(2)式による細孔半径

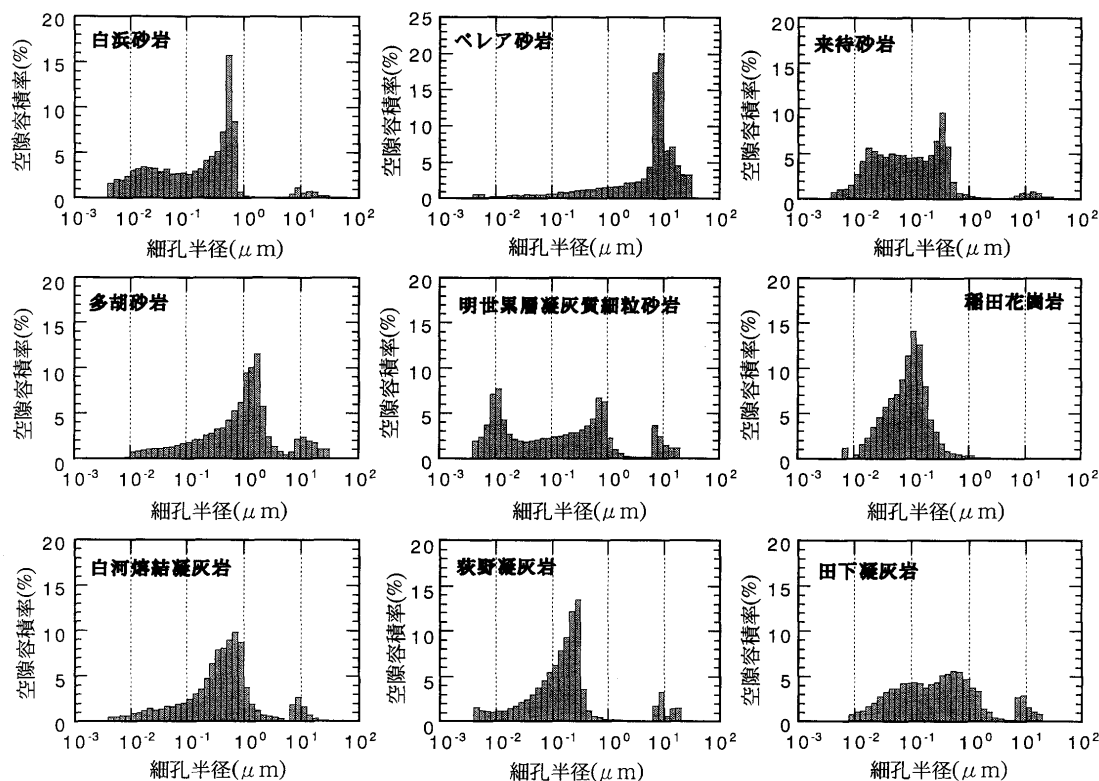
を対数で、縦軸はそれぞれの細孔半径の細分區間に分布する空隙量と全体の空隙量との比(%)を表している。それぞれの岩種は互いに異なる分布形状を示し、砂岩あるいは凝灰岩に分類される同種の岩石であっても、産地が異なっていれば、空隙の分布特徴も異なることが分かる。

各岩種の空隙率と平均細孔半径(図—2に示す細孔半径分布のヒストグラム積分面積の中心)を図—3にプロットして示す。同図から岩石の空隙率と平均細孔半径との両者は相関関係がほとんどないことが分かる。例えば、空隙率が45%程度で、9岩種の中で最も大きい明世累層凝灰質細粒砂岩は、平均細孔半径が比較的小さい。一方、空隙率が18%程度のベレア砂岩は平均細孔半径が非常に大きい値を示している。岩石の透水性について考えると、水の流れが層流であるとした場合、断面積が大きな1本の透水経路は、累積断面積がそれに等しい多数の細い透水経路より流量が大きい。したがって、岩石の透水性は一義に空隙率に依存することではなく、その寸法分布特性にも左右されるものである。

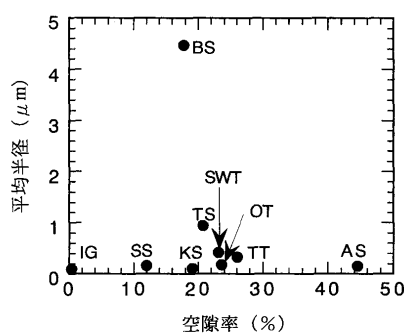
ポロシメーターによる空隙寸法の測定結果については、林ほか⁸⁾によれば、ポロシメーターで測定した稲田花崗岩のマイクロクラックの開口幅が顕微鏡で観察したそれとおおむね一致するとされており、ポロシメーターの測定結果は信頼できると考えられる。

デイラトメーター内の水銀に圧力を負荷すると同時に、水銀が圧力媒体となって、岩石試料に圧力を加えることとなる。より小さな空隙寸法では、水銀が完全に入ることができないので、岩石試料に有効応力(一般的に、試料の外部に加わる圧力と空隙内の流体の圧力との差で定義されている)が加わる。これに起因して岩石が変形するので、比較的寸法の小さい空隙が過小評価される可能性があり、かつ、寸法が小さい程その影響が大きいとも考えられる。とりわけ、扁平な亀裂はそうでない形状の空隙よりさらに圧力の影響を受けやすいので、花崗岩内

事例報告



図—2 各岩種の内部空隙の細孔半径の頻度分布



図—3 各岩種の空隙率と平均細孔半径

のマイクロクラックは一部閉鎖することが予想される。この影響による誤差がどの程度あるのかは現段階で不明ではあるが、空隙率の測定を別の手法（例えば、水の飽和と乾燥状態の質量差法）で行うなどの検証は今後の課題としたい。

今回用いた測定装置では、細孔半径が約7.5 μm を境界とする上下の二つの領域で、互いに独立したマクロポアユニットとポロシメーター2000を用いて測定を行っている。そのためか、図—2の細孔半径分布は約7.5 μm の付近でやや不連続であると思われる例（例えば、明世累層凝灰質細粒砂岩）が認められたので、境界付近での測定について、なんらかの装置の改善余地があると考えられる。

4. おわりに

水銀圧入式ポロシメーターを用いて9種類の砂岩、花崗岩および凝灰岩の内部空隙の寸法分布等を測定することができ、ポロシメーターの有効性を確認した。岩種

によって空隙の分布特性が大きく異なるので、岩石の透水性と内部空隙との関連性を検討する際、空隙率のみを扱うだけでは不十分であると考えられる。

参 考 文 献

- 1) American Society for Testing and Materials: Standard test method for determination of pore volume and pore volume distribution of soil and rock by mercury intrusion porosimetry, Designation D 4404-84, Annual Book of ASTM Standards, Vol. 04.08, pp. 860~867, 1985.
- 2) Griffiths, F. J. and Joshi, R. C.: Change in pore size distribution due to consolidation of clays, *Geotechnique*, Vol. 39, pp. 159~167, 1989.
- 3) Juang, C. H. and Holtz, R. D.: Fabric, pore size distribution, and permeability of sandy soils, *J Geotechnical Eng.*, Vol. 112, pp. 855~868, 1986.
- 4) 佐藤 健・曾場昭之・桑山 忠・宇野尚雄: 水銀圧入式ポロシメーターによる粒状材料の間隙径分布の測定, *土木学会論文集*, No. 445/Ⅲ-18, pp. 139~142, 1992.
- 5) 鳥居和之・川村満紀: 締め固めた安定処理土における強度と間隙径分布に関する研究, *土木学会論文集*, No. 400/Ⅲ-10, pp. 131~140, 1988.
- 6) 内野健一・一ノ瀬政友: 夾炭層岩石の空隙構造に関する研究, *応用地質*, Vol. 25, pp. 195~205, 1984.
- 7) 山口晴幸・黒島一郎・福田 誠: 第三紀泥岩の空隙分布, *土と基礎*, Vol. 36, No. 12, pp. 55~60, 1988.
- 8) 林 為人・高橋 学・杉田信隆: 稲田花崗岩の温度上昇に伴ったマイクロクラックの開口幅について, *応用地質*, Vol. 36, pp. 300~304, 1995.
- 9) Garcia-Bengochea, I., Lovell, C. W. and Altschaeffl, A. G.: Pore distribution and permeability of silty clays, *J Geotechnical Eng. Division, ASCE*, Vol. 105, pp. 839~856, 1979.

(原稿受理 1998.8.17)