

レーザー回折／散乱式粒度分析装置の 粒度試験方法への適用

古河幸雄¹・藤田龍之²・國廣忠之³・深澤 誠³

¹正会員 博士(工学) 日本大学助教授 工学部土木工学科(〒963-8642郡山市田村町徳定字中河原1)

²正会員 工学博士 日本大学教授 工学部土木工学科(同上)

³学生会員 日本大学大学院 工学研究科 土木工学専攻(同上)

土の粒度試験にレーザー回折／散乱式粒度分析装置を用いるため、まず、JIS法とレーザー法で繰返し試験による再現性、試料分取による試験結果のばらつきを比較した。試験結果の再現性では、レーザー法はJIS法より優れているが、結果のばらつきでは両者が同等であることが分かった。また、分析装置を粒度試験に用いるための設定条件の検討や多種類に及ぶ地盤採取土に対してJIS法と粒度分布の比較を行った。試験は0.04～0.08%程度の懸濁液濃度で行い、相対屈折率は1.08の値で解析するのが望ましいこと、JIS法で綿毛化する試料でもレーザー法では影響を受けずに分析が可能であること、最大粒径が0.250mm以下であればJIS法と比較的近似した粒度分布が得られること、レーザー法の粒度分布は、JIS法より細粒側に現れる場合が多いことなどが分かった。

Key Words : grain size analysis, laser scattering particle distribution analyzer, clay, silt,

1. まえがき

土の粒度試験は、JISにより粗粒土がふるい分析、細粒土が沈降分析により行うことが規定されている。この試験方法は、試験器具類が安価で、試験に関する技術情報およびその結果が蓄積され、測定する粒径範囲が広いなどの利点がある。その反面、試験に約1週間弱の長い期間を要すること(ふるい分析が約2日、沈降分析は I_p の試験期間を含めると約4～5日)、沈降分析では試験中に浮ひょうの出し入れにより懸濁液を乱すこと、測定技術が試験者に依存することなどの問題点が指摘されている¹⁾²⁾。これら問題点は、細粒土の粒度試験を自動化することにより解決される要素が多く含まれていることから、粉体工学分野では、様々な原理の自動粒度分析装置が取り入れられている。しかし、地盤工学分野ではそれら粒度分析装置による試験方法が認知されていないのが現状である。それは、粉体工学分野では、粉体としての工業原料や製品の品質評価を短時間で実施して出荷する必要があること、限られた物質の分析を対象とする機会が多いため、分析装置の条件設定が簡単になることなどが挙げられる。これに対し、地盤工学分野では、自動化装置を導入するための規格・基準が整備されていないこと、装置が高価であるため分析装置での研究成果が蓄積されていないこと、試

料中に多種多様な鉱物が存在するためそれらに対応する条件設定の検討が多岐にわたる場合があることなどがその理由と考えられる。

自動粒度分析装置には、分析目的や対象とする粒径範囲により様々な測定原理のものがある³⁾。これを、JISにおける土の粒度試験方法の粒径範囲の中で用いる場合、沈降分析に対応する粒径を対象とするものが大半である。これに適合すると思われる自動粒度分析装置の測定原理とその特徴を表-1に示す。これらの装置は、測定する粒子を集合体として懸濁液濃度や光の散乱を測定する方法と、検知領域を通過する粒子個々を測定する方法の2つに分けられる。装置の性能を知る上で参考になるのは、表中の測定範囲とダイナミックレンジである。前者は、その測定方法が対象とする粒径範囲であり、1回の測定で分析できる粒径範囲ではない。後者は、1回の測定で分析できる粒径範囲の最大値と最小値の比であり、測定範囲を比較する場合の目安になる。これらの装置の中で、細粒土の粒度試験に適用するならば、分析装置の測定原理やダイナミックレンジの広さを考慮すると、粒子を集合体として測定する方法、つまり、遠心沈降光透過法、X線透過法、レーザー回折／散乱法が適当と考えられる。これら測定方法に関する地盤工学分野での研究を調べると、遠心沈降光透過法については嘉門・青木⁴⁾、レーザー回折

表-1 自動化された粒度試験装置に関する測定原理の比較

測定対象	測定方法	原理	測定量	測定範囲 (μm)	ダイナミックレンジ	影響因子	特長	課題
粒子集	遠心沈降光透過法	ストークス則 ・沈降法の一つ ・懸濁液に光束を照射して、透過した光の強度から土粒子の粒度分布を測定する	透過光量	10 ⁻¹ ~10 ¹	<100	粒子密度 屈折率	0.1 μm以下も測定可	吸光係数の補正
	X線透過法	ストークス則 ・ Stokes の法則に基づく粒径計算法 ・ X線透過量から Lambert-Beer の法則で粒度分布を求める	透過X線量	10 ⁻¹ ~10 ²	<3000	粒子密度	吸収係数の補正不用	懸濁液濃度の調整
合体	レーザー回折/散乱法	光の回折散乱 ・ 粒子影像の輪郭が、粒径に応じたぼけを生じる現象により粒径を計算 ・ 粒子影像で、回折像は粒径の関数、散乱像は粒径と粒子屈折率との関数となる	回折散乱パターン	10 ⁻¹ ~10 ³	<10 ⁵	粒子の相対屈折率	迅速性,再現性,操作性良好	屈折率の取扱 機械差の解消
個々の粒子	遮光法	光の直進性 ・ 光の直進性を利用し、投影像の大きさをもって粒子の大きさとする方法	遮光量	10 ⁻¹ ~10 ³	<150	なし	粒子密度, 屈折率の影響なし	測定下限の拡大
	電気的検知帯法	オーム則 ・ 電解液が満たされた検知帯(細い孔管内)の電気抵抗が、中を通過する粒子の体積分変化することを利用し、粒子の一個一個が実測できる ・ 細孔通過時の粒子径が、細孔の2%以下は電気抵抗の変化が小さすぎて検出できない	電気抵抗	10 ⁻¹ ~10 ³	<30	なし	粒子体積の測定が可能	ダイナミックレンジの拡大

／散乱法は、宮本ら^{9),10)}、古河ら^{7),8)}などが行っているのみで、その成果や地盤土に対して有効であるとの報告は数少ない。したがって、地盤工学分野に導入するための有益なデータの蓄積や検討が十分に行われていないと判断される。一方、X線透過法については、亀井ら⁹⁾、古河ら¹⁰⁾の実地盤土を用いた詳細な研究により、地盤土への適用が可能であるとの結論が得られている。

著者らは、これまで粒度試験に時間がかかることを考慮して、その要因になっている試験操作および沈降分析の迅速化を目的とした研究²⁾、沈降分析の代替方法として、X線透過法¹⁰⁾やレーザー回折／散乱法による自動化装置を活用する研究を重ねてきた。本研究は、それらの研究の中で、地盤土への適用に対して有効である可能性があるものの、詳細な検討がされていなかったレーザー回折／散乱法について検討するものである。それには、装置を活用する上での試料の量や適用する試料の最大粒径、試験結果の再現性などを考慮した信頼性の問題、解析に用いる定数などを検討した。さらに、広範な土の性質や粒度分布に対する適用性を、レーザー法とJIS法で得られた粒度分布との比較から検証を行い、沈降分析の代替方法としての可能性を検討するものである。

2. レーザー回折／散乱式粒度分析の原理と試験装置

粒子に光が入射されると光の吸収、透過、反射、

散乱あるいは回折現象を引き起こす。レーザー回折／散乱法(以後、レーザー法という)は、それらの回折光強度や散乱光強度の角度依存性(以後、散乱パターンという)が粒子の大きさの関数であることを利用して、回折理論と散乱理論から粒子径分布を求める測定方法である。光の散乱現象は Maxwell の電磁方程式を解いた Mie の散乱理論で説明される。しかし、その取扱いが複雑なため、実際に光の強度を得る場合、入射波長 λ と粒子半径 r との関係により、次のような理論を適用している。

r ≫ λ の場合には Fraunhofer 回折理論が適用される。光が回折・散乱する方向は、ほとんど前方だけに集中し、それが粒子径の大きさに依存して光強度が大きく変わるため、粒子径による固有の光強度パターンを示す。したがって、光の散乱パターン(強度分布)がわかればその粒子径を特定することができる。そのため、粒度分布の解析には粒子の密度など物性値は必要とせず、粒子の密度が異なる混合試料でも粒子径が測定できる。

一方、r ≦ λ の場合は Mie の散乱理論が適用される。光の回折・散乱は前方あるいは側方散乱の割合が増加し、このとき得られる散乱パターンは粒径サイズ、分散媒の屈折率の関数となるため、それらの屈折率が粒度分布に大きく影響を及ぼす。また、r ≪ λ の場合になると、光の散乱パターンは Rayleigh 散乱となり、散乱強度は粒径に対して急激に変化するが、散乱パターンが粒子径に依存せず一定となるため、粒径を決めることができない。したがって、広い粒径範囲を測定するには一つの光源では限界があるため、より波長の短い光源

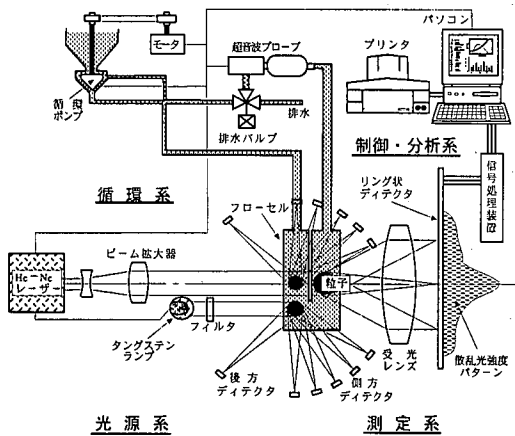


図-1 実験装置の概要

を併用すれば、より小さい粒径を測定できる。

図-1は用いた粒度分析装置の概念図である。測定は、試料を循環系により循環させておき、フローセルを通過する粒子に光線を照射してディテクタで受光した回折・散乱光から、制御・分析系のパソコンで解析処理を行う自動化されたシステムである。光源は、波長の長いレーザーと短いタングステンランプである。レーザー光線は、ビーム拡大器で平行度の高い光束として測定部の粒子群を照射する。フローセル中の粒子群により散乱した光は、受光レンズで屈折され、その焦点面に設置されたディテクタで強度に応じた電気信号に変換される。また、個々の粒子から同一方向に散乱した光は、後方あるいは側方ディテクタで同一円周上に集められるため、ディテクタは多数の環状の受光素子が同心円状に配列した構造である。この受光素子の出力から粒子の散乱パターンが得られ、粒径分布が分析される。散乱されなかった光(非散乱光)は受光レンズで集められ、その強度から光軸調整や粒子の懸濁液濃度の測定に使用される。

本研究には、堀場製作所社製LA-920を用いた。本装置の基本的仕様は、粒径の測定範囲は $0.02\mu\text{m}\sim 2\text{mm}$ 、1試料における1回の測定時間は数十秒程度で繰返し測定が可能で、試験に用いる試料質量は $10\text{mg}\sim 3\text{g}$ 程度と示されている。

3. 試料および試験方法

レーザー法による測定可能な粒径範囲、試験結果の再現性や結果のばらつき、地盤土への適用などを検討するため、それらに応じて試料調製を行っている。レーザー法による測定可能な粒径範囲の検討では、粒子形状の影響も考慮してガラスビーズと砂を最大粒径や粒

径範囲を変化させて行い、JIS法(ふるい分析)とレーザー法の結果を比較した。

試験結果の再現性やばらつきの検討では、試料採取時の粒度分布を考慮して $75\mu\text{m}$ 、 $250\mu\text{m}$ 、 2mm のふるいを用いて採取状態のものを裏ごして(以後、これらの試料を最大粒径 0.075mm 試料などという)、JIS法では、以下に示す方式の異なる3つの試験を行った。

- ① 個人による試験：異なった試験者が同じ試料を同じ条件で行う方法である。10人の試験者で行い、少なくとも過去に2～3回以上の試験経験があり、試験前に注意すべき重要なポイントを説明してから実施した。
- ② 試料分取試験：同じ人物が同じ試料を5供試体準備し、同じ条件で行う試験。
- ③ 繰返し試験：②で実施した試料の1つを用い、沈降分析による24時間測定が終了しても水洗いを行わないで、沈降分析を5回繰返して行う試験。水洗い後によるふるい分析は、その繰返し回数終了後に行う。

①では、試験操作の錯誤などを起こさないように熟練者が立会い、②、③は一人の試験者がすべてを行うので、①の試験に立会った熟練者が実施している。この試験では、実験器具による結果への影響を排除するため、共有化できる器具はすべて同じものを使用した。繰返し試験では、試験ごとに手やメスシリンダーの周囲についた試料を洗い流す水量は解析に反映させている。

レーザー法では、装置による信頼性の検討を行うため、結果の再現性を目的とし、前述したJIS法の②、③による手法で結果へ及ぼす影響の確認を検討した。また、①は、レーザー粒度装置を操作する試験者が異なっても結果へ影響を及ぼさないため、実施していない。実験は、調製した試料に蒸留水と 0.5ml の分散剤を加え、約 50ml にしたものを約5分間超音波処理をした後、開始した。この超音波処理は、JIS法の15時間程度以上放置の操作に匹敵する効果が確認されていること²⁾、懸濁液中に微細な泡が連行されている場合、その除去効果が認められていること²⁾などから実施し、JIS法の加水後放置の操作を超音波処理に置き換えた。また、JIS法では、 $I_{90}>20$ の試料は H_2O_2 処理を実施することになっているが、ここでは行わなかった。それは、試料の量が少量であることと、通常の土であれば省略しても結果に及ぼす影響がほとんどないとの報告²⁾によるものである。分散剤は、多種多様の土に有効であるといわれ¹⁾、かつ、JIS法にも規定されていることからヘキサメタリン酸ナトリウムを用いた。添加量は、相対量でJIS法の場合と同じである。

地盤土への適用の検討では、粒度組成の特徴や土の種類が異なる多種類のものを実地盤より収集した。

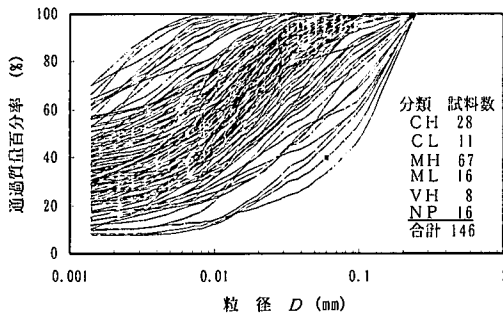


図-2 試料の粒度分布

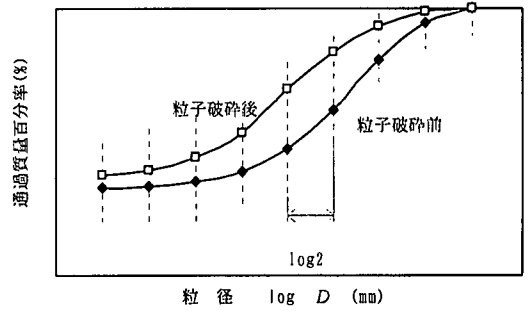
本研究は、細粒土を対象とするような粒度試験を意識していることと、最大粒径に対する適用限界の検討結果を考慮して、250 μ mふるいで湿潤状態のまま裏ごししたものを、試験時にはそれを十分に攪拌してから試料を分取した。それら試料の粒度分布は図-2であり、試料数は図中に示してあるように合計146試料である。

4. 粒度試験結果の評価方法

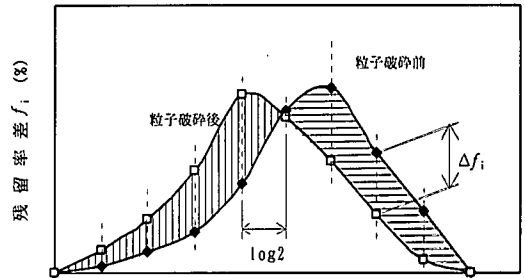
レーザー法で得られた粒度分布の信頼性を検討するためには、基準となる粒度分布からの差異により、定量化して評価を行わなければならない。その手法として、Marsal¹¹⁾は、粒子の破砕量を、破砕前と破砕後の粒度分布から定量化する目的でB値を提案したが、その物理的意味が曖昧であることが指摘されていた¹²⁾。そこで、石井¹²⁾は、その物理的意味を明らかにするとともに、B値を改良した修正破砕率 B_M^* を提案した。しかし、それらの方法により、粒径範囲が異なる試料でB値あるいは B_M^* を求めた場合、いずれの方法も、粒径加積曲線の差異が適正に評価されていない問題があった。それを解決するために、筆者らは単位 B_M^* として式(1)を提案した¹⁰⁾。

$$\text{単位 } B_M^* = \frac{B_M^*}{\log_2 \text{で刻んだ間隔数}} \quad (1)$$

B_M^* を求めるには、図-3(1)で示すように、粒子破砕前と後の粒径加積曲線の最も小さい粒径から、 \log_2 の等間隔目盛りで分割する。それぞれの粒径加積曲線で、 \log_2 で分割された目盛り間の残留率差を求めると(2)図になる。 B_M^* は比較する2つの残留率差の差 Δf_i から(2)式で求められ、値が大きいほど粒子破砕が進んでいることを意味する。粒子破砕前と後に挟まれた左側の縦線領域は、粒子破砕による増加分、右側の横線領域は減少分であり、その値は等しくなる。



(1) 粒径加積曲線



(2) 残留率差曲線

図-3 修正破砕率 B_M^* の説明図

$$B_M^* = \frac{\sum |\Delta f_i|}{2} \quad (2)$$

以上により B_M^* を求めることができるが、前述のように、様々な最大粒径に対する試料について B_M^* を求めた場合、それらの粒径加積曲線の差異を評価するには、 \log_2 で分割する分割数が異なるための問題がある。例えば、沈降分析を行った最大粒径0.250mmと2mm試料のそれぞれで B_M^* を求めると、 \log_2 の目盛りで刻む数は、前者は8分割、後者は11分割と最大粒径2mm試料の方が多くなる。このことは、 Δf_i を多く加算することになるため、粒径加積曲線の差異が同じ程度であっても最大粒径2mm試料の B_M^* は大きい値となる。その矛盾を解決するためには、式(1)で提案したように \log_2 で刻んだ間隔数で除した単位 B_M^* で比較する必要がある。

本研究では、粒子破砕率を求めることが目的ではないので、粒子破砕前を基準の粒度分布とし、粒子破砕後は基準の粒度分布と比較する粒度分布とした。

5. レーザー回折/散乱式粒度分析装置における検討事項

(1) 懸濁液濃度

レーザー法で試験する場合、適正な懸濁液濃度で

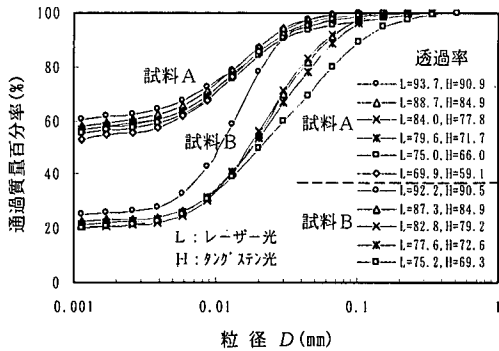


図-4 透過率が粒度分布に及ぼす影響

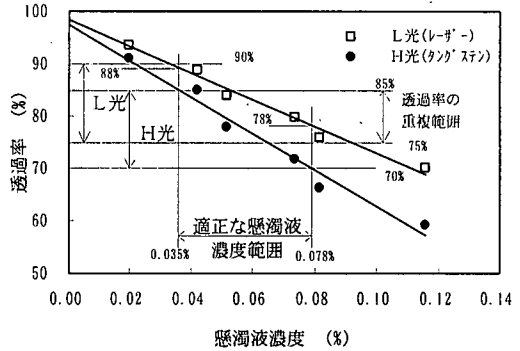


図-5 透過率と懸濁液濃度の関係

行う必要がある。それは、溶媒中の土粒子濃度が高くなると、土粒子が反射した散乱光がさらに他の土粒子に当たって再度散乱する多重散乱現象が生じる。逆に低くなると、溶媒中の土粒子量が少なくなるため、データのばらつきが大きくなるというような影響が生じるためである。試験時における溶媒の懸濁液濃度は、光が溶媒を透過するときの透過率で表され、この装置の適正な透過率の範囲は70~95%と指示されている。そこで、その範囲の透過率で行ったときの粒度分布の例を図-4に示す。透過率のLはレーザー光、Hはタングステン光であり、その値が大きいくほど懸濁液濃度が薄くなることを意味している。図より、透過率の違いにより粒度分布の位置が異なり、透過率が小さい(濃い)場合は粗粒側に、それが大きく(薄い)なるにつれて細粒側に移行してくる。これは、図示した試料以外でも同じ傾向を示している。これらの結果より、粒度分布が近似する透過率範囲は、概ねH光が70~85%、L光が75~90%程度である。したがって、これが本レーザー法における適正な透過率範囲と判断される。

一方、適正な透過率が分かっても、そのときの懸濁液濃度が不明なので準備する試料質量の目安が分からない。そこで、図-5に、透過率と懸濁液濃度の関係を示す。先に得られた透過率範囲で、L光とH光が同時に適正な透過率に入る範囲は75~85%である。これを懸濁液濃度から検討すると、H光の上限、下限である透過率85%、70%に対する懸濁液濃度は、それぞれ0.035%、0.078%である。それらに対するL光の透過率はそれぞれ88%、78%であり、L光の適正な透過率範囲に入ることが分かる。これらの検討を他の試料で行った結果、試料により多少に差はあるがほぼ同程度の範囲にあり、それらを平均した懸濁液濃度の範囲は概ね0.04~0.08%程度であった。このことから、これがレーザー法で行うべき懸濁液濃度の範囲と考えられ、以後の試験は、この範囲を目安に試料の量を決め試験に供した。

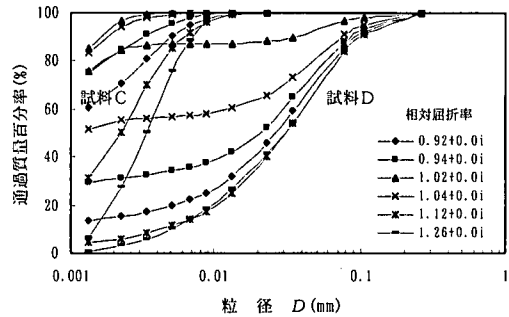


図-6 相対屈折率の変化と粒度分布の関係

(2) 相対屈折率

レーザー法は、土粒子に光を照射したときに生じる散乱光強度を検出し、これを基に粒度分布を算出する。この解析に用いた Mie 散乱理論では、土粒子径が同じ場合でも、土粒子と分散媒の屈折率の比、つまり相対屈折率によって散乱強度が変化する。この相対屈折率によって散乱強度が異なるので、その違いが粒度分布に影響を及ぼすことが考えられる。図-6は、種類の異なる2つの試料を例に示したものであり、相対屈折率が粒度分布に大きく影響することが分かる。したがって、分析に用いる相対屈折率は、その試料の粒度分布を決定づける大きな要因となってくる。相対屈折率は、図の凡例で示すように虚数項を含む場合がある。それらは金属単体や一部の金属酸化物、カーボンブラックなど特殊な場合に限られるため、土に対しては虚数項を含まない相対屈折率を用いることが一般的である。また、粒度分布は、相対屈折率の違いにより、細粒化あるいは粗粒化の方向へ一方的に変化していないことが分かる。相対屈折率は、前述したように(物質の屈折率/分散媒の屈折率)で表され、日常遭遇する物質の場合、相対屈折率は1.0以上である。相対屈折率 ≥ 1.0 のとき、粒度分布は、図に示すように、最も細粒側から相対屈

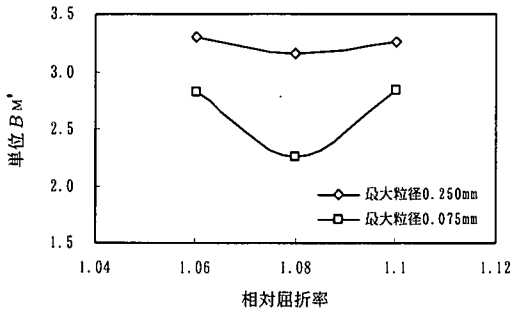


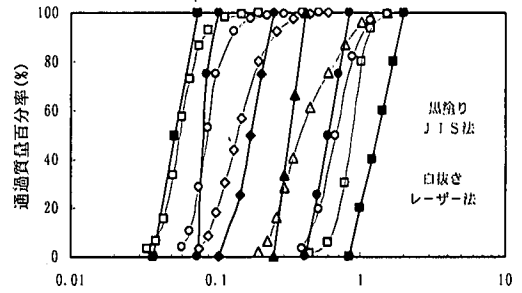
図-7 JIS法とレーザー法における単位 B_M' と相対屈折率の関係

折率が大きくなるにつれて粗粒側へ変化していく。一方、相対屈折率 <1.0 の場合は、特殊な物質の場合で、粗粒側から細粒側へ変化し、相対屈折率 $=1.0$ を境にして粗粒化、あるいは細粒化の方向が逆になる。

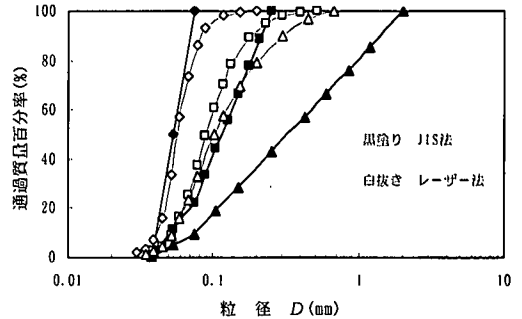
土粒子は様々な鉱物で構成されているため、適切な相対屈折率は試料により異なることが推測される。しかし、鉱物の種類が特定されない限り、試料ごとに相対屈折率を変化させて粒度分布を求めることは不可能である。これを解決するためには、多少問題はあがるが、土の種類に関わらず特定の相対屈折率を全ての土における代表値とする方法がある。そのためには、より多くの種類の土試料について、最も適合する相対屈折率を求める必要がある。この検討のため、後述する地盤土への適用で用いた試料により様々な相対屈折率で粒度分布を求め、それらをJIS法の粒度分布と比較した。JIS法の粒度分布と近似する相対屈折率を調べると、大半の試料では $1.06\sim 1.10$ 程度であり、しかも虚数項を含まない場合であることが分かり、その結果を図-7に示す。図は、JIS法と、レーザー法におけるそれらの相対屈折率で得られた粒度分布との差異から求めた単位 B_M' (全平均値)の関係である。単位 B_M' は、いずれの最大粒径でも相対屈折率 1.08 のとき最も小さくなるような凹形となる特徴を示し、かつ、最大粒径の小さい方がよりJIS法と適合することが分かる。このような結果から、地盤土に対する相対屈折率は、平均的には 1.08 が最も適当と判断され、この値をこれ以降の代表値とすることにした。

(3) 粒径の測定範囲

本装置の仕様では、 $0.02\mu\text{m}\sim 2\text{mm}$ の粒径に対して測定が可能としている。この測定範囲の最大と最小の粒径比を計算すると 10^5 倍もあることから、それが実際の場合に適用できるのかを検討する必要がある。それは、粒径比を体積比で考えると 10^5 倍の3乗で影響するため、供試体中に $0.02\mu\text{m}$ から 2mm までの土粒子が混在していると、小さい方の土粒子が結果に反映するには、懸濁液



(1) 均一粒径の場合

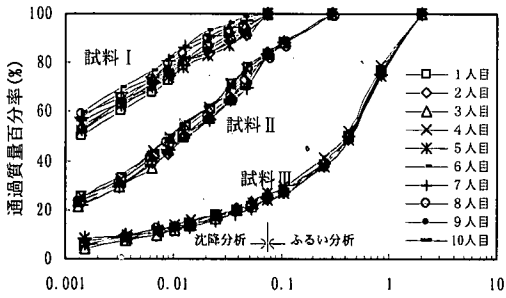


(2) 粒径幅が広い場合

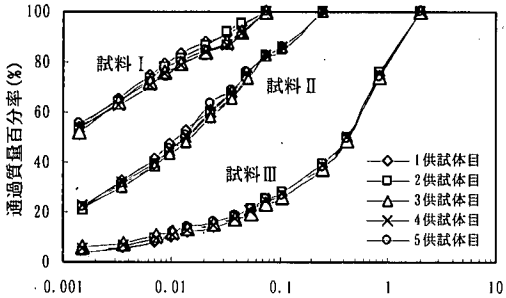
図-8 JIS法とレーザー法の粒度分布の比較(ガラスビーズの場合)

中に多量の土粒子が含有しなければならない。実験に用いる供試体の質量は、最大粒径が大きいほど多く取るが、試料の分取量は $10\text{mg}\sim 3\text{g}$ 程度と微量であるため、試験を行うときに適正な懸濁液濃度が得られるの不明である。このような観点より、レーザー法で測定するための適切な粒度分布範囲があるものと考えられる。

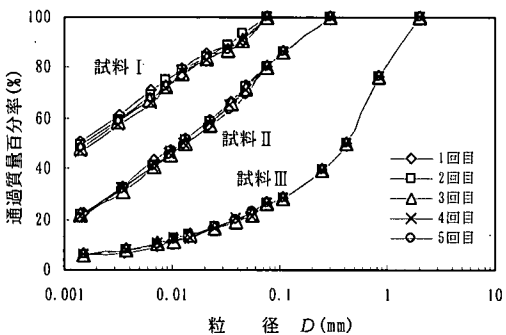
レーザー法における試験範囲を、JIS法の沈降分析と同様に 2mm 以下を対象とすることができれば、 $0.075\sim 2\text{mm}$ のふるい分析は必要がなくなる。そこで、レーザー法により測定できる最大粒径の限界について検討するため、ガラスビーズ(GB)と砂を用いて、粒径の大きさや粒度分布を種々変化させてJIS法とレーザー法で行い、図-8にGBの結果を示す。(1)図は均一粒径の場合である。粒径が大きくなるにつれてJIS法とレーザー法の差が大きくなる傾向が認められ、最大粒径が 0.425mm 以上になるとそれが著しくなるようである。(2)図は 0.038mm を最小粒径として、粒径幅を広くした場合である。この場合も同様に、最大粒径が 0.250mm まではJIS法とレーザー法が比較的近似しているが、 0.425mm 以上になると両者の差は著しくなることが分かる。この傾向は砂の場合でも認められた。これらより、レーザー法で目標とした 2mm 以下の試料を対象とするのは困難であり、試験に用いる試料の最大粒径は、 0.250mm が適当であることが分かった。以後、このふるいを通過させた試料



(1) 個人による試験



(2) 試料分取試験



(3) 繰返し試験

図-9 JIS法による試験方式が異なる場合の
粒度分布の変化

を用いることとした。図-8において、同一試料について、JIS法とレーザー法の結果を観察すると、レーザー法は試料調製を行ったふるい目径よりも大きい、あるいは小さい粒径も測定されている。これは、土粒子による光の回折・散乱が幅を持つためであり、その幅の端の光を認知するためである。したがって、このような極端に分級された試料では、注意する必要がある。

6. 実験結果の信頼性に関する検討

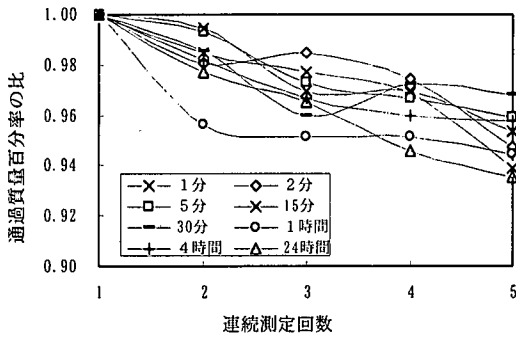
土質試験において、結果を得るための試験個数は、

データのばらつきなどを考慮して1試料につき数個の試験を行い、それらを平均したもとの試験方法が多い。しかし、粒度試験では、1個の供試体で行うようになっている。そのため、試料の偏った分取や試験者の技術レベルの違いによる影響が結果に反映されている可能性があるにしても、データが1つであるため結果の信頼性について確認することができない。したがって、結果に信頼性を得るためには、このような影響を明らかにする必要がある。ここで検討するJIS法の場合は、これまで報告されたデータに¹⁰⁾、今回得られた新たな知見とデータを追加して再整理したものである。用いた試料は、JIS法は、個人による測定が15種類、試料分取試験と繰返し試験がそれぞれ23種類である。レーザー法では、試料分取試験と繰返し試験がそれぞれ28種類である。

(1) JIS法による場合

図-9は、JIS法による試験方式が異なる場合の粒度分布の変化である。図中の試料は、各試験方式において同じ試料のものである。試料Iは、最大粒径0.075mmで沈降分析のみの試料、試料II、IIIは最大粒径0.250、2mm試料で、ふるい分析を行う粗粒分の影響を考慮した試料である。

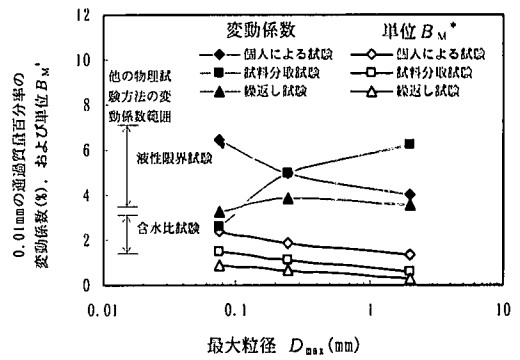
(1)図は個人による試験の結果で、10人の試験者で実施している。図より、試験者の違いによる粒度分布全体の分布幅は、最大粒径が大きいほど小さくなっている。また、各粒径における通過質量百分率の幅は、ふるい分析ではふるい目径が大きくなるにつれて小さく、沈降分析では、粒径の大きい(浮ひょうの測定経過時間が短い)ところで大きく、粒径が小さくなる(測定時間が経過する)につれてわずかであるが小さくなる傾向を示している。試料II、IIIのように、ふるい分析と沈降分析がある場合、最大粒径が小さいほど、粒度分布の差異は前者より後者的の方が小さくなっている。これら最大粒径の違いによる粒度分布の差異は、細粒分含有量がふるい分析よりも沈降分析に影響を及ぼすようである。例えば、試料II、IIIのような粒度分布の異なる試料を、同じ条件により2供試体ずつ用いて試験を行った場合、それぞれの試料における2供試体で、ある測定時間の浮ひょうの読みに差があるとする。その差が同じならば、浮ひょう読値の大きい方が通過質量百分率の差は大きくなる。したがって、細粒分含有量が多いと、浮ひょうの読値の差に現れる通過質量百分率の影響、試料の分散や試験時の懸濁液の乱れなどの些細な影響を受け易くなる。このことが試料IIの粒度分布幅が大きくなったものと考えられる。さらに、試料は、試験者がそれぞれに分取するため、試料を均一になるように十分攪拌していても、分取による影響が試験者の人数分生じていることが考えられる。



図一10 連続回数における各浮ひよう測定経過時間の通過質量百分率の変化

(2)図は、同一試験者による試料分取の影響を検討したものであり、1試料につき5供試体分を別々に分取して、1人の試験者がすべて実施している。各試料の粒度分布の差異の傾向は、(1)図の場合と同様である。しかし、この試験は1人が行ったものであるから、多人数の試験者で行った(1)図に比べ、粒度分布の差異は当然小さくなっている。これら試料の沈降分析における0.075mm以下の結果と比較すると、(1)図と同様に、粒径が大きい(浮ひよりの短い測定経過時間)ところで差異が大きく、それが小さく(測定経過時間が長く)なるにつれて小さくなっている。このときの粒度分布の差異は、細粒分を多く含む試料ほど大きいようである。この試験は、一人の試験者が同じ試料を同じ器具を用いて行っているにも関わらず図のような差異が生じることから、同一条件下における試験結果のばらつき程度が推測できる。

(3)図は、1回の試験が終了しても水洗いを行わず、連続して5回試験を行った結果である。沈降分析は5回行うが、その後のふるいわけ試験は1回のみであるため、0.075mm以上の粒度分布は1本の線になる。それ以下の粒径は、測定回数分の曲線が得られる。これらの粒度分布の単位 B_M^* は、0.075mm以上の粒度分布が共通であるため、0.075mm以下で求めている。図から明らかのように、得られた粒度分布は、メスシリンダー内の試料を繰返して使用しているにも関わらず、粒度分布が測定回数の増加に伴い下方に現れてくるような差異が生じている。これは、いずれの試料も試験回数の経過とともに粗粒化していくことを意味している。これを明確にするため、試料Ⅱを例に、各連続測定回数で得られる通過質量百分率 $P(d)$ について、浮ひよりの測定経過時間ごとに示すと図一10になる。 $P(d)$ の勾配は、測定経過時間1分が最も大きく、測定時間が経過するにつれて小さくなっている、しかし、4時間あるいは24時間測定では、多少値は増減するが連続測定回数に影響を受けず一定となるような傾向を示している。この傾向は、最大粒径0.075、2mm試料や他の試料でも認められ、



図一11 最大粒径と変動係数,および単位 B_M^* の関係

そのときの勾配は、細粒土が少ない砂質土は緩やかで、粘土分の多い試料などは急になるようである。このことは、細粒土が少ない砂質土は粗粒化の程度は小さく、粘土分の多い試料などは大きくなるような特徴を示している。これは、測定が24時間サイクルで繰返されるため時間の経過とともに分散剤の効果が低下し、土粒子が団粒化したものと推測される。

これらの結果は、いずれの試験方式でも細かい土粒子を多く含むと、それが少ない試料に比べて粒度分布の差異が大きくなる。これは、試料の分散の程度、高い懸濁液濃度による沈降する土粒子体積に応じた液の上昇流の発生、試験中における浮ひよりの懸濁液の搅拌の程度などが影響してくるためと考えられる。

図一11は、前述の3つの試験方式による粒度分布に及ぼす影響を調べるため、最大粒径と粒径0.01mmに対応する通過質量百分率の変動係数、および各試料の細粒側と粗粒側の粒度分布から単位 B_M^* を求め、それらの平均値を図示したものである。変動係数は、個人による試験では最大粒径が大きくなるにつれて減少傾向が著しく、試料分取試験では逆に増加傾向が著しい。それに比べ、繰返し試験は、最大粒径の影響を受けるような顕著な増減傾向は認められない。変動係数は、(標準偏差/平均値)で得られるため、変動係数が同じでも測定値の平均値が大きい方が、標準偏差からみた結果のばらつきは大きくなる。例えば、この検討に用いた試料の0.01mmにおける通過質量百分率の平均値は、最大粒径が0.075mm、0.250mm、2mmのとき、それぞれ61%、40%、14%である。これらの変動係数が同じとすれば、標準偏差は通過質量百分率の平均値の最も大きい最大粒径0.075mmが最大となる。試料分取試験の変動係数は、最大粒径の増加とともに小さくなっているが、このときの標準偏差を求めると、それとは逆に最大粒径の増加に伴い小さくなる。このことは繰返し試験でも同様であり、個人による試験は減少傾向がさらに著しくなる。このようにして求めた変動係数は、

0.01mmという特定の粒径で粒度分布を評価しているため、粒度分布全体におけるばらつきを適正に評価しているとは言い難いが、ばらつきの程度を他の結果と比較する場合には有力な方法である。粒度試験では、国内において一斉試験を実施した報告が見当たらないため、図で示した変動係数が妥当であるか検討できない。そこで、参考として試験方法は異なるが、含水比試験¹³⁾と液性限界試験¹⁴⁾の一斉試験における変動係数を図-11内に示す。個人による試験は液性限界試験の範囲にあり、試料分取試験は含水比試験の上限から液性限界試験の上限の広範囲に及び、繰返し試験は液性限界試験の下限程度にあることが分かる。液性限界試験のように、試料の練混ぜや落下回数の判断など試験工程に多くの操作がある場合、結果のばらつきはそれらの影響を受けて特に大きくなったものと考えられ、これを少なくするには試験を自動化することが有効な方法と判断される。このようなことから、本研究における個人による試験が一斉試験の結果と仮定すれば、粒度試験は液性限界試験のばらつきと同程度であると推測される。

一方、単位 B_m^* は、最も細粒側と粗粒側の2つの粒度分布を基に検討したものであるため、それら2つの粒度分布の中間にある試料の試験結果を反映していない問題がある。しかし、粒度分布の全範囲にわたる差異を評価できる特徴がある。図より、単位 B_m^* は最大粒径が大きくなるに従い小さくなる傾向を示し、その勾配と値は試験方式により若干異なり、個人による試験が最も大きく、試料分取試験、繰返し試験の順で小さくなっている。単位 B_m^* の値は、2つの粒度分布の差異が大きいほど大きくなるので、結果のばらつきを前述の変動係数と総合すると、個人による試験が他の2方式に比べ著しく大きいことが理解できる。単位 B_m^* の最大粒径の増加に伴う低下傾向は、図-9で粒度分布の差異が最大粒径が大きくなるに従い小さくなる傾向と一致していることから、図-9の特徴を単位 B_m^* で評価できることが分かる。

(2) レーザー法の場合

図-12は、レーザー法による試料分取試験と繰返し試験について、最大粒径や粒度組成が異なる例を示したもので、両図は同じ試料である。(1)図は試料分取試験の場合であり、粒度分布のばらつきの差異は、JIS法(図-9(2))で認められた沈降分析がふるい分析より著しくばらつくような特徴は現れず、粒径範囲の全般にわたり均一な分布幅となるような傾向を示している。ばらつきに影響を及ぼす要因として、試料分取量が考えられる。試料の分取量は、JIS法が65~115g、レーザー法が10mg~3g程度と大きく異なり、分取量の少ない方が全質量と土粒子1個に対する質量比が大きくなる。したがっ

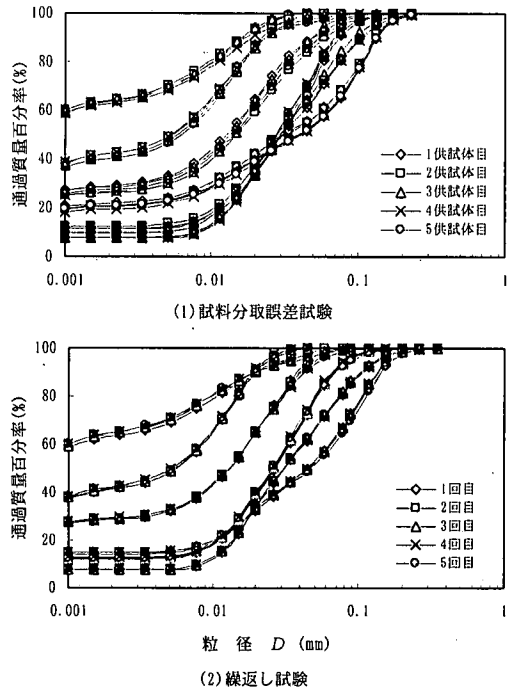


図-12 レーザー法による試験方式が異なる場合の粒度分布の変化

て、試料分取の操作による影響はレーザー法の方が大きく受け、結果のばらつきも大きくなると考えられるが、粒径加積曲線から見た限り、JIS法とレーザー法のばらつきの差は少ないようである。これは、JIS法の場合、前述したように分散の程度や浮ひようによる懸濁液の攪拌、懸濁液の上昇流の発生などの独自の影響がある。さらに、試料を繰返して試験するとばらつきの幅はレーザー法より大きくなることなどが相乗して発生し、それが試料の分取操作よりも大きく影響するため、結果としてJIS法のばらつきの幅が大きくなったものと考えられる。

(2)図は繰返し試験の場合であり、繰返し回数の増加に伴って粗粒化する傾向にあったJIS法に対し、レーザー法ではそのような特徴は現れず、しかもばらつきの幅は、JIS法(図-9(3))と同程度あるいはそれより小さい傾向を示している。これは、繰返しの時間差が試験開始から終了まで数分程度と短く、分散剤の効果が低下する前に実験が終了するためと判断される。また、JIS法における浮ひようの短い測定経過時間で生じた大きなばらつきは、レーザー法では認められないことから、JIS法に比べ測定する粒径範囲の全域にわたって安定した測定結果が得られると判断される。

これらの粒度分布の差異を検討するため、図-13に0.01mmに対応する通過質量百分率の変動係数と D_{60} の関係、および参考としてJIS法における平均値の線を示

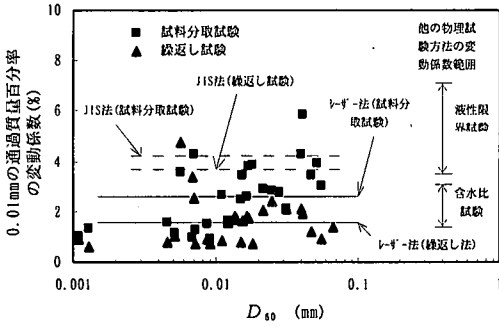


図-13 レーザー法における D_{60} と0.01mmの通過質量百分率の変動係数の関係

す。ここで、粒度分布の指標として D_{60} を用いたのは、図-2から分かるように、この指標がすべての試料に対して得られるためである。試料分取試験において、変動係数は D_{60} が0.01mmまで一部大きな値があるものの、一定となるような値を示すが、それ以上になると増加する傾向を示す。この傾向は繰返し試験でも認められるが、0.01mm以上の増加傾向は、試料分取試験より小さい。これらの試験方式をJIS法の結果と比較すると、図から分かるように、変動係数は両試験方式とも、JIS法よりレーザー法が小さく、その値は含水比試験の範囲内にあることが分かる。含水比試験は試験操作が単純であるため、一斉試験結果に現れる誤差は小さく信頼性が高いと考えられることから、変動係数がこの範囲にあるレーザー法は、結果の再現性が良好であると判断される。

図-14は、粒度分布の最も粗粒側と細粒側で求めた単位 B_M^* と D_{60} の関係であり、JIS法の平均値も示した。レーザー法の試料分取試験、繰返し試験とも、単位 B_M^* は D_{60} の値にあまり影響を受けずに平均的にばらつく傾向を示している。図示したそれらの平均値は、いずれの試験方式もレーザー法はJIS法より著しく小さい。同じ試験方式におけるレーザー法とJIS法の差は、試料分取試験の場合には大きく、繰返し試験の方は小さいことが分かる。また、レーザー法とJIS法における試料分取試験と繰返し試験の単位 B_M^* の差は、レーザー法は小さく、JIS法はその3倍程度大きくなっている。これらの差の違いは、図-12のところで述べている。いずれの試験方式も、JIS法における測定値が、再現性に対して許容できる基準値とすれば、レーザー法は、それらの値以下であることから、再現性に対する信頼性が良く、自動化装置として問題ないものと判断される。

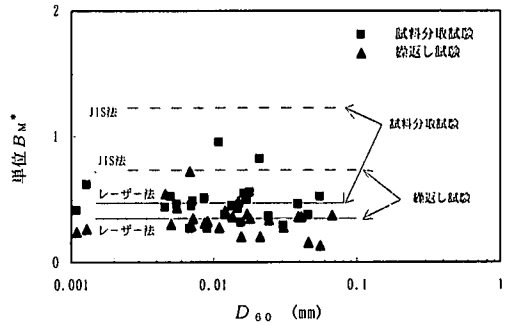


図-14 レーザー法における単位 B_M^* と D_{60} の関係

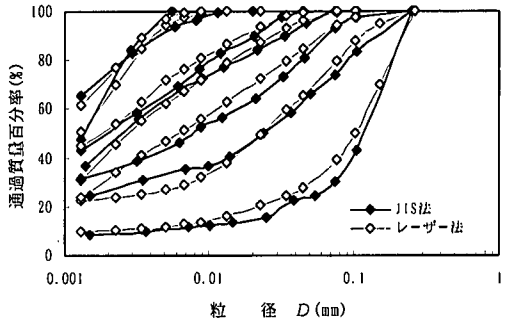


図-15 JIS法とレーザー法による粒度分布の比較

7. レーザー回折/散乱式粒度分析装置の実用化の検討

(1) JIS法とレーザー法による粒度分布の比較

レーザー法により粒度試験を行った場合、その結果が地盤工学の立場から妥当かどうかは、現在のところ、JIS法の粒度分布を基準としてその差異の大小から判断するしか方法がない。したがって、基準値としたJIS法との差異は、ここではレーザー法による誤差と判断すると、分析装置で試験の自動化を導入する場合、それが許容できる範囲にあるのか検討する必要がある。このような見地から、図-15に同じ条件で試料調製した試料を、JIS法とレーザー法で粒度試験を行い、粒度組成の異なる試料の例を示す。図より、JIS法とレーザー法の差異は、粒度組成にそれほど影響を受けず比較的近似し、両者の粒径加積曲線の位置は、全般的にレーザー法がJIS法より細粒側に現れる傾向にある。

図-16は、図-15で得られたJIS法とレーザー法の粒度分布の差異を評価した単位 B_M^* と D_{60} の関係である。図には、参考のため、前述したJIS法における個人による試験の結果、および筆者らが行ったX線透過式粒度分析装置による結果¹⁰⁾も併せて示した。これらの相関関係では、レーザー法とJIS法の単位 B_M^* は、 D_{60} の値に

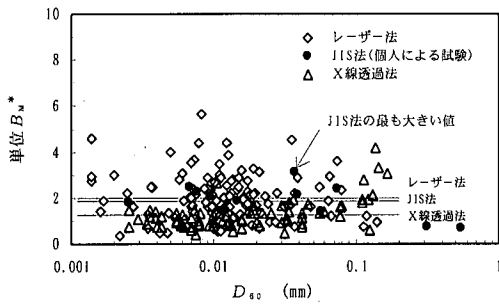


図-16 JIS法とレーザー法による粒度分布の単位 B_m^*

関係なく均等にばらつく傾向を示しているが、その程度はレーザー法の場合が大きい。X線透過法は、レーザー法に比べてばらつきの程度は小さく、その平均的傾向は D_{60} が大きくなるにつれて若干増加し、それが $D_{60} > 0.1\text{mm}$ になると急激な増加に転じ、レーザー法やJIS法の場合と異なる特徴を示している。これらの比較で、単位 B_m^* がどの程度ならば許容できるのか、その判断基準となるのは、JIS法で実施した結果のばらつきの範囲が一つの目安になるものと考えられる。JIS法の検討の中で、繰返し試験や試料分取試験は、複数回測定による結果のばらつきや、試料の分取による影響を検討するものであることから、10人で実施した個人による試験が妥当であると判断される。図に示した両者の結果から、レーザー法の方が個々のばらつきは大きく、その平均値も若干大きい。試験の再現に関しては図-13、14で示したようにレーザー法が良い信頼性を示している。また、レーザー法の単位 B_m^* が、JIS法の最も大きい値より大きくなる試料の数は全体の約10%程度であり、それほど多くない。これらのことを勘案すると、0.250mm以下の地盤土を対象として、レーザー回折/散乱式粒度分析装置を用いることに問題はないと判断される。

(2) 綿毛化する試料の検討

沈降分析では、JISで規定している分散剤を用いても、関東ロームに代表されるような綿毛化する土があり、適正な粒度分布を得るためにはかなり工夫しなければならない場合がある。そこで関東ロームの綿毛化する試料について、図-17にJIS法とレーザー法で行った結果を示す。図より、通常JIS法で行うとE曲線のように明らかに綿毛化を示したものが、同じ分散剤を用いてレーザー法で行うとF曲線のような綿毛化現象を生じない通常の粒度分布が得られた。レーザー法の粒度分布が適正かどうか検討するため、JIS法で綿毛化しないように分散剤を工夫して行くと、G曲線の粒度分布が得られ、レーザー法と近似した傾向となっている。このようなことから、JIS法で綿毛化する試料でも、レーザー法ではその

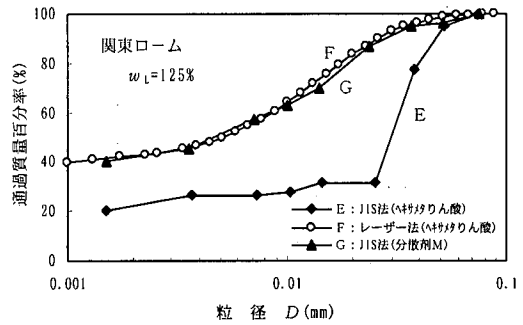


図-17 綿毛化試料における粒度試験結果

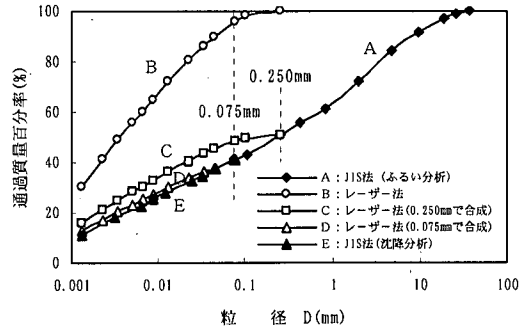


図-18 ふるい分析法とレーザー試験法の粒度分布の合成方法

影響を受けずに測定されることが分かる。綿毛化する場合、試験開始直後の懸濁液は分散しており、時間の経過とともに綿毛化が進行していくように観察される。したがって、測定が数十秒で終了するレーザー法はその影響を受けず、時間がかかるJIS法は測定時間の経過とともに綿毛化現象が進行するものと判断される。このことから、レーザー法では、試験開始直後に分散していれば綿毛化現象が測定結果に反映されにくい方法と考えられる。

(3) ふるい分析とレーザー法の合成

レーザー法では0.250mm以下、JIS法のふるい分析では0.075mm以上の土が対象になる。両試験結果を合成するとき、0.075~0.250mmが重複するのでどちらの試験結果を優先するのか検討しなければならない。例えば、細粒分を含む試料を用い、JIS法による0.075mm以上のふるい分析を行うと、図-18のH曲線で示す結果が得られる。レーザー法では、0.250mm以下を対象としたので、I曲線が得られる。この土の粒度分布を0.250mmのところまで合成するとH-J曲線が得られ、その境界付近で不連続になる曲線となる。これは、レーザー法(I曲線)における通過質量百分率が、粒径0.250mmから0.075mmにおいて100%からわずかず減少することに

起因している。粒径加積曲線で不連続になる現象はJIS法でも生じ、それは、通過質量百分率がふるい分析より沈降分析の結果の方が大きくなったり、図のH-J曲線のような特徴を示すことなどがあり、それらは補正することができない問題として残っている。レーザー法では、ふるい分析で用いるふるい目径250, 106, 75 μ mで通過質量百分率を求められるので、0.250mm以外の粒径で合成することも可能である。合成する粒径を0.106mmとした場合、I曲線から分かるように0.106と0.075mmの間になだらかな部分が一部残ること、0.075mmや2mmのように粒径区分に対応する粒径ではないことなどを勘案すると、合成する粒径として適当ではないと判断される。そこで、レーザー法で得られたI曲線の0.075mmの値が、ふるい分析で得られたH曲線の値と同じになるように合成すると、なめらかなH-K曲線が得られる。この曲線形状は、JIS法で得られたH-L曲線と近似していることから、この方法による合成が適当であるものと判断される。

8. まとめ

本研究では、レーザー回折/散乱式粒度分析装置を用い、その実用化の可能性についての検討を目的に、JIS法とレーザー法による試験結果のばらつきの比較、およびJIS法を基準粒度とした粒度分布の評価を行った。得られた結果をまとめると、次のとおりである。

(1) JIS法による粒度試験のばらつきを検討するため、個人による試験、試料分取試験、繰返し試験を実施した結果、粒径加積曲線に現れるばらつきの程度は、個人による試験>試料分取試験>繰返し試験の関係にある。これを個人による試験を除いてレーザー法で行うと、試料分取試験>繰返し試験となるが、ばらつきの程度は、JIS法に比べて小さい。

(2) レーザー法で粒度試験を行う場合、最大粒径0.250mmの土に適用し、実験時の懸濁液濃度は0.04~0.08%、解析に用いる相対屈折率は1.08、ふるい分析との合成は0.075mmとするのが望ましい。また、JIS法で綿毛化する試料でも、レーザー法ではJIS法ほど影響を受けずに分析が可能と判断される。

(3) レーザー法による粒度分布は、JIS法に比べ細粒側に現れることが多い。また、JIS法を基準粒度として、レーザー法を単位 B_m^* で評価すると、 D_{60} などの粒度組成の影響を受けない。

(4) レーザー法による結果の評価は、JIS法の個人による試験結果と同等のばらつきであり、また、レーザー法

はJIS法に比べ、試験の繰返しや再現に関わる信頼性が高いことから、レーザー回折/散乱式粒度分析装置による土の粒度試験へ適用は可能であると判断される。

謝辞: 本研究の遂行を卒業研究の一環として行った日本大学工学部土質工学研究室の学生諸氏に感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 地盤工学会: 土質試験の方法と解説, pp.54-67, 1990.
- 2) 藤田龍之, 古河幸雄: 細粒土の粒度試験の効率化に関する研究, 土質工学会論文報告集, Vol.28, No.1, pp.171-179, 1988.
- 3) 椿潤一郎: 粒度測定技術, 粉体工学会誌, Vol.27, No.6, pp.55-60, 1990.
- 4) 嘉門雅史, 青木一男: 粒度試験における光透過法の有用性, 土質工学会, 新しい土の物理試験方法に関するシンポジウム, pp.129-132, 1992.
- 5) 宮本武, 渡辺浩平: 沈降分析法とレーザー回折法による粒度測定結果の相違, 第26回土質工学会研究発表会, pp.251-252, 1991.
- 6) 宮本武: 沈降法とレーザー回折法による粒度測定結果の相違とその原因, 土質工学会, 新しい土の物理試験方法に関するシンポジウム, pp.133-140, 1992.
- 7) 古河幸雄, 藤田龍之: レーザー回折/散乱式粒度分析装置による粒度試験の自動化に関する検討, 第33回地盤工学会研究発表会, pp.363-364, 1998.
- 8) 國廣忠之, 古河幸雄, 藤田龍之: レーザー回折/散乱式粒度分析装置による粒度試験の自動化に関する研究, 第33回地盤工学会研究発表会, pp.363-364, 1998.
- 9) 亀井健史, 山本芳裕, 日下部治: X線による自動粒度分析装置の土試料への適用性, 土木学会論文集, No.487/III-26, pp.247-254, 1994.
- 10) 古河幸雄, 藤田龍之, 國廣忠之, 土谷尚, 齊藤幸雄: X線透過法による細粒土の粒度試験の自動化に関する検討, 地盤工学会論文報告集, No.40, pp.127-133, 2000.
- 11) Marsal, R. J.: Soil properties-shear strength and consolidation, *Proc.*, 6th, ICSMFE, pp.310-316, 1965.
- 12) 石井武美: 粒子破碎の表示尺度のもつ物理的意義, 土質工学会論文報告集, Vol.29, No.4, pp.155-164, 1989.
- 13) 土の物理的性質に関する新しい試験方法研究委員会報告: 委員会報告II 電子レンジ法, 土質工学会, 新しい土の物理試験方法に関するシンポジウム, p.58, 1992.
- 14) 土のコンシステンシーに関する研究委員会報告: 現行法の一斉試験, 土質工学会, 土のコンシステンシーに関するシンポジウム, p.48, 1995.

(2000. 10. 25 受付)

INVESTIGATION OF PARTICLE SIZE DISTRIBUTION OF SOIL USING A PARTICLE SIZE ANALYSIS EQUIPMENT AUTOMATED BY LASER AND ITS APPLICABILITY TO SOIL SAMPLES

Yukio FURUKAWA, Tatsushi FUJITA, Tadayuki KUNIHIRO
and Makoto FUKAZAWA

The validity of laser scattering particle distribution analyzer for soil samples was examined by a relative index of refraction used in the analysis, soil suspension density for specimen in the experiment and the measurement range of particle size. The result was compared in the particle size distribution which was obtained by the laser method and JIS method and the reliability was examined. The results were as follows : It was confirmed that the laser method was easier to operate, quicker, more repeatable, and more reliable in comparison with the JIS method. The measurement of particle size distribution curve of the laser method showed smaller values for most soils than that of the JIS method. It was found that the laser method showed significantly more accurate results than those obtained by the JIS method. These results demonstrated that the laser scattering particle distribution analyzer was an appropriate method of determining particle size of fine-grained soil.