

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

佐藤 健*・曾場昭之**・桑山 忠***・
宇野尚雄****

水銀を圧入して砂質土の間隙径分布を測定すると、土粒子骨格構造が変化するために正確な間隙径分布の測定が難しい。直径1cm、高さ1cm程度の銅製円筒に砂を詰めて、円筒容器ごと測定する方法を採用した。円筒容器端面の目開きによる測定範囲の縮小等、改良すべき点が明らかになるとともに、水銀圧入量から求めた間隙比と土質試験結果から推定される間隙比の値がほぼ一致し、本方法による測定結果の妥当性も確認できた。

Keywords: fabric, mercury intrusion porosimeter, pore radius, pore size distribution, sand.

1. はじめに

水銀圧入式ポロシメーターは、岩石、セラミック、活性炭等の表面に存在する細孔分布を測定するために開発された装置で、その結果は、材料の力学的性質のみならず、吸着特性や、耐食性・耐火性などを評価する際に広く応用されている¹⁾。同様な方法で土の間隙径分布の測定も試みられつつあり^{2)~4)}、透水特性や締固め特性などの工学的性質が間隙の大きさや、間隙径の分布と大いに関係していることが明らかになってきた。わが国でも水銀圧入式ポロシメーターを用いて、風化土⁵⁾、粘土⁶⁾、安定処理土^{7),8)}、泥岩⁹⁾の間隙径分布が測定されている。しかしながら、水銀圧入法では、土塊としての砂の間隙測定はたいへん難しいとされている。水銀圧入法では、試料を真空状態にしてから水銀を圧入するので、真空にする過程で粒子間の接触部分の水分が消失し、粒状材料の骨格構造が保持できなくなるためである。

本報告は、市販の水銀圧入式ポロシメーター（イタリア、カルロ・エルバ社製）を用いて、粒状材料の間隙径を測定する方法について言及したものである。砂と接着剤を混ぜた締固め試料に対する測定例は、既に報告されている¹⁰⁾が、粒状材料だけの間隙径分布は、本報告が最初の測定例となる。したがって、測定用の試料の準備方法とともに、測定された結果の妥当性についても、若干の考察を加えたので以下に報告する。

2. 間隙径の測定

(1) 測定原理

水銀圧入法による細孔径の測定は、接触角が90度以上

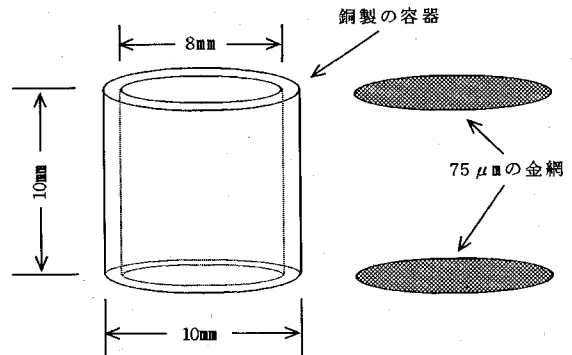


Fig.1 Container for Sand specimen to measure the pore size distribution by mercury intrusion method.

の水銀は、表面張力のために自分自身では細孔内へ入って行けないという性質を利用するものである。細孔へ水銀を侵入させるためには、水銀の表面張力以上で圧入する必要があり、このときの圧力は細孔の径に依存している。細孔を円柱と仮定したときの細孔半径と圧力の関係は、Washburn¹¹⁾が次式で示している。

$$pr = 2\sigma \cos\theta \dots \dots \dots (1)$$

p : 加えた圧力 r : 細孔半径
 σ : 水銀の表面張力 θ : 接触角

細孔を円柱と仮定しているので、半径 r の円柱内での水銀の表面張力は、 $2\pi r\sigma$ となる。水銀と細孔との接触角を考慮すれば、細孔から水銀を押し出そうとする力は、 $2\pi r\sigma \cos\theta$ となる。この力に反して水銀を圧入するには、 $\pi r^2 p$ の外力が必要になる。これらの力が等しくなると平衡が保たれ、式(1)が得られる。水銀の表面張力、接触角は、接触する物質によってその値はわずかに変化するが、ここでは平均的な値を採用し、表面張力 σ を 480 dyn/cm、接触角 θ を 141.3°とした。

* 正会員 工博 岐阜大学助教授 工学部土木工学科 (〒501-11 岐阜市柳戸1-1)
** 学生員 岐阜大学大学院 工学研究科修士課程
*** 正会員 工博 大同工業大学助教授 建設工学科
**** 正会員 工博 岐阜大学教授 工学部土木工学科

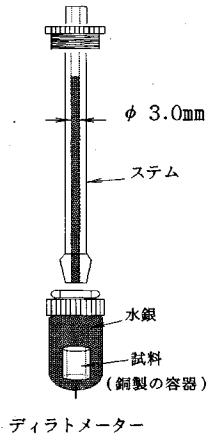


Fig.2 Schematic diagram of container being set in dilatometer.

(2) 試料の準備と測定法

砂の間隙径分布を測定するには、砂粒子どうしで構成された骨格構造を保持した状態で水銀を圧入する必要がある。今回は、Fig.1 に示すような銅製容器に砂を詰め、測定することを試みた。こうすることにより、任意の密度の砂試料の間隙径分布が測定可能となる。測定手順について、まとめると以下ようになる。

- ① 市販の銅管（外径 1 cm，内径 8 mm）を適当な高さ（1 cm 程度）に切断し，内容積を求める。
- ② 銅管底面に樹脂系の接着剤で金網（呼び寸法 75 μm ）を貼りつける。
- ③ 炉乾燥した砂試料を所定の密度になるように銅管に詰め，上端面に樹脂系の接着剤で金網（75 μm ）を貼り付ける。
- ④ ピンセットを使ってディラトメーター（Fig.2 参照）内に砂試料の入った銅管を注意深く静かに置く。
- ⑤ ディラトメーター内を真空（0.02 mmHg）にし，水銀をステムの所定の位置まで満たす。
- ⑥ 圧力を少しずつ加えながら，間隙内に侵入した水銀体積を，水銀面の降下量から読み取る。

⑤の操作によって，水銀を所定の位置（水銀面の変動を読み取るための基準位置）まで，満たすことにより，試料に 100~120 mmHg の圧力が測定開始時に既に作用しているので，この圧力に対応する間隙半径を式（1）から算定すると，50~60 μm となり，この装置の測定範囲の上限が得られる。これより大きな間隙半径の測定は，装置の機構上，難しいことがわかる。

銅管両端面の金網は，試料の脱落防止の目的である。使用した試料が砂であること，測定範囲の上限が 50~60 μm 以下であることを勘案して，今回は，75 μm 目開きの金網を用いた。32~53 μm の粉碎砂による緩詰め試料の場合，試料作成の段階で金網からの砂粒の脱落がわ

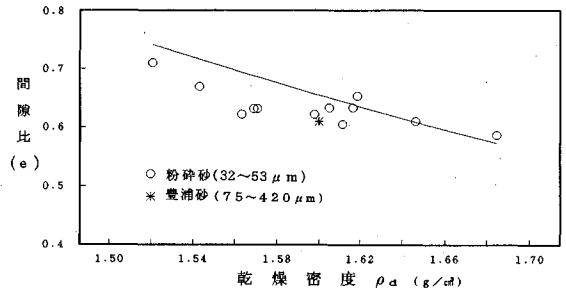


Fig.3 Comparisons of void ratio obtained from the mercury intrusion method with theoretical value.

ずかに認められた。測定試料の粒径と測定範囲から適当な金網の目開きの大きさを決めるとともに，金網付近の砂粒脱落による測定結果への影響を極力少なくするような試料高さを決定することも重要である。今回の測定では，0.7~0.8 g の試料重さに対し，脱落した試料はその 1000 分の 1 程度の重さになっており，そうした脱落試料による間隙径分布への影響は，ほとんど無視できると考えている。水銀圧入法では，水銀が測定試料表面から徐々に間隙内部に侵入していくので，最初に水銀が侵入する試料表面（金網）の測定結果が優先される。75 μm のふるい目開きの潤辺は 300 μm になり，測定原理にもとづいてそれと同じ周長の円筒半径を求めるとおよそ 48 μm となる。したがって，75 μm の金網を用いるということは，48 μm が最大間隙半径となり，それ以上の径の間隙が試料内部に存在しても，その場合には，半径 48 μm 以下の間隙が多数存在するような結果になる。

3. 結果と考察

(1) 間隙比

測定試料として豊浦砂（粒径 75~420 μm ）を粉碎機によって，32~3 μm に細かくしたものをを用いた。通常の豊浦砂では，先述した本装置の測定範囲の上限（48 μm ）を粒子径自体が越えてしまうので，測定結果の妥当性の検討には，測定範囲の上限程度の粒径を用いた方がよいと判断した。

この方法から求まる間隙径の物理的意味を考えるまえに，総水銀圧入体積から推定される間隙体積が，試料の間隙比に対応していることを確認し，先述した測定方法の妥当性を検討した。Fig.3 は，間隙比と乾燥密度の関係を示したものである。

図中の○印は 32~53 μm ，*印は 75~420 μm の豊浦砂の結果で，いずれも

$$e = \frac{\text{総水銀圧入体積}}{\text{容器体積} - \text{総水銀圧入体積}}$$

から算出したものである。実線は間隙比 $e = \frac{G_s \cdot \rho_w}{\rho_d} - 1$ の理論曲線である。

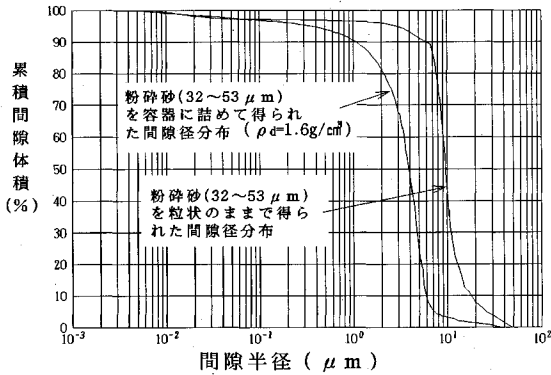


Fig.4(a) Pore size distribution curves of compacted sands into the container and sand powder.

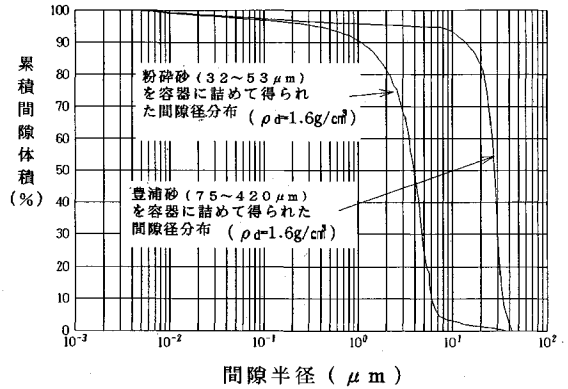


Fig.5(a) Pore size distribution curves of two different sands.

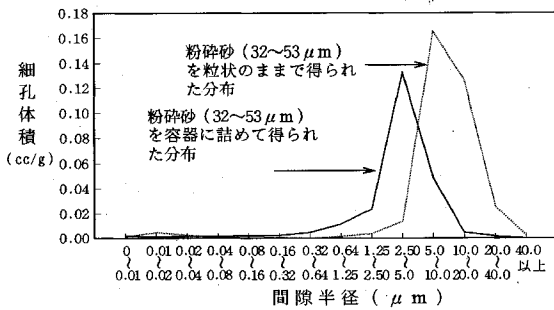


Fig.4(b) Pore volume of measured samples

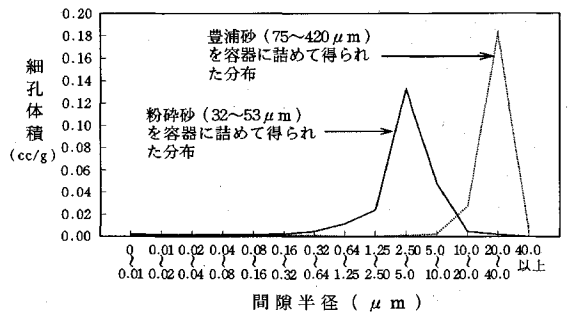


Fig.5(b) Pore volume of measured two different samples.

一般に水銀圧入法では、間隙に侵入する総水銀体積は、測定の限界に近い小さい間隙に水銀が侵入しにくい実際の間隙の体積を上回ることではなく、いくぶん小さく評価される。Fig.3 に示した結果からも、そうした傾向が読み取れる。つまり、容器に詰めた試料への総水銀圧入体積が実際の間隙体積よりもいくぶん小さく評価されたために、実線の理論値よりも水銀圧入法から算定した方が、全体的に小さい間隙比を示していることがわかる。 ρ_d が $1.6(\text{g}/\text{cm}^3)$ 以下の比較的緩く詰めた試料において、理論値との差が大きくなっているのは、土粒子骨格構造が初期水銀柱に対応する圧力によって圧縮変形した可能性もあり、試料の圧縮性による測定値の補正等の詳細な検討も必要であると思われた。総水銀圧入体積から推定された間隙比が理論値と概ねよい一致を示しており、緩詰め試料の間隙比の測定には、改良の余地を残すが、砂を2.(2)で述べたような方法で容器に詰めることによって、セラミックなどの成形体と同じようにして、間隙の測定が行えることがわかった。

(2) 間隙径分布

32~53 μm の粉碎砂を粉体状のままディラトメーターに入れたものと、所定の密度 ($1.6 \text{g}/\text{cm}^3$) になるように容器に詰めたものとの測定結果の違いを Fig.4 (a), (b) に示した。(a) の図が間隙径分布曲線 (PSD 曲線)

と呼ばれるもので、横軸に間隙の半径 (μm)、縦軸に総水銀圧入量を 100 として各圧力段階での累積水銀圧入量を百分率で示してある。間隙径分布曲線では、どの大きさの間隙が卓越するのかわかりにくいので、試料 1g 当たりの間隙体積と間隙半径の関係で表してみたのが (b) の図である。測定した砂試料の粒径は同じであるが、粉体状のものは、砂をスプーンですくってディラトメーター内に空中落下させたもので、密度がどれ程なのか不明であるが、容器に詰めた砂試料より緩い状態になっており、PSD 曲線も、間隙半径の大きい方に分布している。PSD 曲線の間隙半径に関する微係数が最も大きくなる位置が、その試料の頻度の高い間隙径を表し、Fig.4 (b) のピーク付近の間隙半径がそれに対応し、容器に詰めた試料で 2.5~5.0 μm 、粉体状のままの試料で 5~10 μm が推定される。測定値の上限は、用いた金網の目開きから 48 μm 程度になることが予想されたが、Fig.4 (a) からそのことは確認できる。粒状のまま測定した結果では、1.25 μm より 0.04 μm の範囲の間隙には水銀が侵入していないが、容器に詰めた場合には、1.25 μm より小さい間隙半径にも水銀が侵入していることがわかる。同じ粒径範囲の試料を用いているが、容器に詰めた砂は、水銀圧入中も骨格構造がしっかりと保持され、砂粒子接触部付近の小さい間隙への水銀侵入の影

響を反映して、このような結果が得られたものと考えられた。

Fig.5 (a), (b) は粒径 32~53 μm の粉碎砂を容器に詰めたものと、粒径 75~420 μm の豊浦砂を容器に詰めたものの比較である。どちらも乾燥密度は 1.6 g/cm^3 である。豊浦砂は、その粒径範囲から 75 μm より大きな間隙も試料内部に存在すると考えられるが、容器端面に貼り付けた金網の径の影響で、48 μm より大きい間隙は測定結果には現れず、測定範囲の上限付近の間隙が多く存在しているような結果になっている。したがって、Fig.5 (b) の 20 μm 以上の豊浦砂の間隙半径には、そうした測定誤差が含まれていることに注意する必要がある。比重試験の結果によれば、粉碎砂と豊浦砂の比重は、いずれも同じ値 (2.649) となった。マクロ的な土の「すきま」を表す指標となる間隙比はどちらも同じであるが、粒径が異なる場合には、間隙径分布もかなり異なることが Fig.5 (a) (b) の結果からわかる。今回の測定結果によれば、粒径の小さい試料の方が間隙径は小さくなる傾向にあることがわかった。

4. おわりに

水銀圧入式ポロシメーターを用いて、粒状材料の間隙径分布を測定する方法について、筆者らの知見をまとめた。本報告で示した主要な点を整理すると以下のようになる。

(1) 間隙径の測定後に、そのまま電子顕微鏡による間隙の大きさ、形状が観察できるように、銅製の筒に砂を詰め、筒ごと水銀圧入式ポロシメーターで測定する方法を提案した。

(2) 空間平均的な間隙比に着目した場合、水銀圧入式ポロシメーターで計測された総水銀圧入体積から推定される間隙比は、密度の低い試料でやや小さめの値を与えるものの、概ね理論値と良い対応を示すことがわかった。

(3) 使用する機器によって多少異なるが、水銀圧入

式ポロシメーターの間隙半径の測定範囲の上限は 50~60 μm であり、筆者らが本報告で提案した方法では、48 μm 程度に低下することが今回の測定結果から明らかになった。この測定範囲の上限値は、銅製筒の両端面に用いた金網の目開きの潤辺と等しい周長の円筒半径に、ほぼ対応していることもわかった。

参考文献

- 1) 竹内 和・鷲尾一裕：水銀ポロシメトリー，耐火物，Vol.41, No.6, pp.297~303, 1989.
- 2) Diamond, S.: Pore Size Distributions in Clays, Clay and Clay Minerals, Vol.18, pp.7~23, 1970.
- 3) Sridharan, A., Altschaeffl, A.G. and Diamond, S.: Pore Size Distribution Studies, ASCE, Vol.97, No.SM5, pp.771~787, 1971.
- 4) Garcia-Bengochea, I., Lovell, C.W. and Altschaeffl, A.G.: Pore Distribution and Permeability of Silty Clays, ASCE, Vol.105, No.GT.7, pp.839~856, 1979.
- 5) 西田一彦・青山千彰：締固め土の間隙構造と水分状態について，土木学会第30回年次学術講演会，Ⅲ部，pp.393~395, 1975.
- 6) 風間秀彦・黒崎秀・竹内信次：配向と間隙径分布を考慮した透水係数，土木学会第36回年次学術講演会，Ⅲ部，pp.636~637, 1981.
- 7) 高野幸男・酒巻克之：セメント系固化剤による安定処理土の凍結融解に対する耐久性，第20回土質工学研究発表会，pp.1725~1726, 1985.
- 8) 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，第400号，Ⅲ-10, pp.131~140, 1988.
- 9) 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.
- 10) Juang, C.H. and Holtz, R.D.: Fabric, Pore Size Distribution, and Permeability of Sandy Soils, ASCE, Vol.112, No.9, pp.855~868, 1986.
- 11) Washburn, E.W.: Note on a Method of Determining the Distribution of Pore Sizes in a Porous Material, Proceedings, National Academy of Sciences, Vol.7, pp.115~116, 1921.

(1991.6.3 受付)

MERCURY INTRUSION TECHNIQUE FOR MACROPOROUS MEASUREMENT OF PARTICULATE SOIL

Takeshi SATO, Teruyuki SOBA, Tadashi KUWAYAMA and Takao UNO

Mercury intrusion porosimeter is one of the most effective method to measure pore size distribution of porous materials, such as concrete, ceramic, rock, activated carbon, etc. The application to soils is limited to clay or sandy-clay, because desaturation destroys the soil fabric and makes the pore geometry and structure change. This technical note addresses to a new technique for the preparation of sand specimen for the mercury intrusion porosimetry. It uses no special substances like Kaolin or resin for bonding the sand grains together. Therefore, the measurement offers an exact value of the pores being formed by sand only. Void ratio, which is one of macroscopic features of soil pore, is checked in details for making sure of the efficiency of this method.

世界標準のソフトウェア

Mr. SOIL

Version-2.5

■豊富な機能

- ・弾性及び弾塑性解析が可能。
- ・掘削・盛土機能により、施工ステップにしたがった解析が可能。
- ・荷重の段階的載荷が可能
- ・側圧係数の指定が可能*
- ・充実したグラフィック機能
- 変位ベクトル図*、変位カウンター図*
- 応力ベクトル図、応力カウンター図
- 構・梁要素断面力図*
- 降伏要素プロット図*

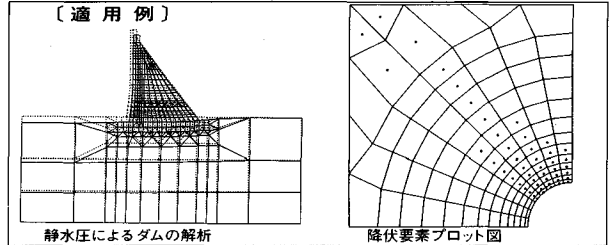
*はV.2.5による追加機能

■お求めやすい価格設定

パソコン版(PC-9801シリーズ).....64万円(税別)

EWS版(NEWS, SUN, HP, VAX など).....220万円(税別)

■実績が示す高信頼性(使用実績187本 平成2年度8月末現在)



(株)アースコンサルタント アイドールエンジニアリング(株) (株)葵エンジニアリング (株)荒谷建設コンサルタント 石川工業高等専門学校 (株)ウエスコ 上山試錐工業(株) 運輸省港湾技術研究所 (株)エイトコンサルタント (株)N T T 鈴鹿電気学園 (株)オリエンタルコンサルタンツ (株)応用地学研究所 大阪大学 大阪市交通局 大阪市立工業研究所 (財)大阪土質試験所 大阪府立工業高等専門学校 大阪府立大学 岡山大学 岡山大学 (株)奥村組 技術研究所 奥村組土木興業(株) 小田急建設(株) 小野田ケミコ(株) 小野田ケミコ(株) 鹿児島大学 梶谷エンジニア(株) 鹿島建設(株) 金沢大学 金沢大学 川崎地質(株) 関西電力(株) 岩水開発(株) 関西航測(株) (株)基礎建設コンサルタント 関西大学 九州共立大学 九州産業大学 九州産業大学 九州産業大学 九州大学 九州電機開発(株) 京都市立伏見工業高等学校 京都大学 京都大学 京都大学 協和電設(株) 近畿美濃(株)	近畿大学 近畿大学 近畿大学 岐阜工業高等専門学校 久保田建設(株) (株)熊谷組 (株)熊谷組 (株)建設企画コンサルタント (株)建設工学研究所 神戸大学 神戸大学 神戸大学 興亜開発(株) 佐賀大学 佐伯建設工業(株) 佐田建設(株) 佐藤工業(株) 佐藤工業(株) サンコーコンサルタント(株) 滋賀県立短期大学 (株)CIT構造技術研究所 島根大学 昭和地質情報リサーチ(株) (株)新日本技術コンサルタント 新日本製鉄(株) 新技術計画(株) 技術設計部 J R 西日本コンサルタンツ(株) (株)住化土建建設 住友建設(株) 住友建設(株) (株)西播設計 (株)ソイルプレーン 促進工事(株) (株)第一コンサルタンツ 大成建設(株) 大成基礎設計(株) 大豊建設(株) 大豊建設(株) (株)ダイヤコンサルタント (株)ダイヤコンサルタント (株)高千穂設計コンサルタント (株)タカラエンジニアリング (株)竹中工務店 玉野総合コンサルタント(株) (株)地崎工業 (株)地盤調査事務所 (株)中央設計技術研究所 中央復建コンサルタンツ(株)	中国電力(株) 中部工務(株) 中部電力(株) 通信土木コンサルタント(株) (株)テクノックス 東海大学 (株)東京建設コンサルタント 東京大学 東京地下工事(株) 東京都土木技術研究所 東建地質調査(株) 東鉄工業(株) 東電設計(株) 東電設計(株) (株)東日測量設計社 東邦エンジニアリング(株) (株)東和技術コンサルタント 動力炉・核燃料開発事業団 石田建設(株) (株)中堀ソイルコーナー 西谷技術コンサルタント(株) 西松建設(株) 技術研究部 日本大学 日本大学 日本鋼管(株) 日本鋼管(株) 日本シールドエンジニアリング(株) 日本工営(株) 日本工営(株) 日本交通技術(株) 日本通信建設(株) 日鉄鉄コンサルタント(株) 日本水工設計(株) 日本道路公団 試験所 (株)日本パブリックエンジニアリング (株)日建技術コンサルタント (株)ニュー設計 八戸工業大学 林建設工業(株) (株)阪神コンサルタンツ 東日本旅客鉄道(株) (株)日造造船技術研究所 ヒメノコンサルタント(株) ヒロセ(株) 福井大学 (株)藤井基礎設計事務所 フジタ工業(株) フジタ工業(株)	(株)復建エンジニアリング (株)復建エンジニアリング 藤原技術士事務所 復建調査設計(株) 不動建設(株) 不動建設(株) (株)芙蓉調査設計事務所 北光シオリサーチ(株) 前田建設工業(株) 前田建設工業(株) 前田設計(株) (株)松村組 三井建設(株) 三菱重工業(株) 明治コンサルタント(株) メトロ設計(株) (株)守谷商会 山口大学 山口大学 山口大学 (株)四電技術コンサルタント りんかい建設(株) 和歌山工業高等専門学校 和歌山工業高等専門学校
---	--	--	--

海外

- オランダ デルフト大学
- 米国 ミネソタ大学
- 米国 イタスカ社
- 西オーストラリア大学
- 韓国 大林エンジニアリング
- 韓国 大林産業
- 韓国 三星建設
- 韓国 現代エンジニアリング
- 韓国 大韓コンサルタンツ
- 韓国 正友エンジニアリング
- 韓国 先進エンジニアリング
- 韓国 大宇
- 韓国 大宇
- 韓国 又大エンジニアリング
- 韓国 原子力研究所
- 韓国 三安エンジニアリング
- 韓国 都和エンジニアリング
- 韓国 宇星エンジニアリング
- 韓国 ソウル大学
- 韓国 ソウル大学
- 韓国 光州大学

(五十音順 敬称略)

より現実的な解析を！

未来設計企業
CRC

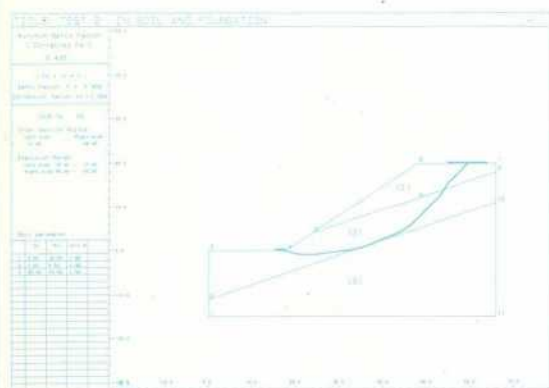
任意形状臨界すべり面自動決定プログラム

Mr. 一番すべり

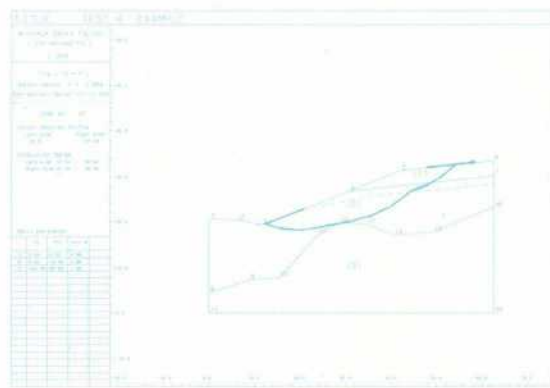
概要

Mr. 一番すべりは、簡易 Janbu 法に基づき任意形状臨界すべり面位置を自動的に探索し、安全率を計算する斜面安定解析プログラムです。また、操作性が良く、グラフィックやプロッタ出力も充実しています。

- 適応機種 NEC PC9801シリーズ
- 価格 50万円（税別）
- 適用例



傾斜地盤上の盛土



凸形基盤上の切土斜面

☆デモプログラム貸出し中

あなた自身の手で是非ご確認下さい。

株式会社 **CRC総合研究所** 西日本支社

大阪市中央区久太郎町4丁目1-3
(06) 241-4121 営業担当：岩崎

昭和二十七年五月二十八日 第三種郵便物認可
平成四年三月十五日印刷 平成四年三月二十日発行
土木学会論文集(毎月一回) 二十日発行 臨時増刊

土木学会論文集

定価1,000円(本体価格九七二円)