

土の粒度分析結果に及ぼす試験条件の影響

亀井健史

島根大学総合理工学部 地球資源環境学科

Effects of Testing Conditions on the Grain Size Analyses of Soils

Takeshi KAMEI

Department of Geoscience,

Interdisciplinary Faculty of Science and Engineering, Shimane University

Abstract

Since the entire clay fraction of soils exists in the form of flocs, the type and quantity of dispersing agents used plays a decisive role in obtaining the percentage of clay-sized material in samples. To investigate the effects of testing conditions on the grain size analyses of soils, Japanese Industrial Standard (JIS) and X-ray methods were conducted on four different types of soils with different dispersing agents and quantities.

As a result, the most suitable dispersing agents and their optimum quantity have been identified. The clay size fraction determined a Kaolin by the JIS method is markedly affected by the formation of flocs. Consequently, analytical results obtained by the X-ray method are significantly more accurate than those which were obtained by JIS. It was reconfirmed that the main advantages of the X-ray method in engineering practice are its simplicity, reproducibility, and speed. It also has the added advantage of fully-automated operation for grain size analysis control and data management.

1. はじめに

土の物理試験は研究および実務の両面において、土質試験を行う際には必ずといっていいほど実施されている。このため、これまでに蓄積されたデータもたくさんあり、室内力学試験や原位置試験結果との相関性もよく検討されている。その結果、現在では簡単な物理試験結果に基づいた多くの土質定数の推定が可能となっている。しかしながら、それら相関式の利用に際しては、その適用範囲や信頼性等を正確に把握しておく必要がある。

一方、土の物理試験方法は力学試験の自動化等に見られるような試験装置の進展があまり認められていないのが現状である。また、実務における室内土質試験業務では、近年熟練技術者の減少、人件費の高騰による収益性の低下、生産性の向上、人手不足感や試験技術の優劣による人為的誤差等の問題に対処する必要性等が急務となっており、これらの問題点を解決するためには、各種試験の自動化に伴う省力化と生産性の向上は必要不可欠となる。このため、最近では的確な土の物理的性質の評価が可能であり、かつ時代のニーズに対応した簡便な試験方法の提案が切望されている。

さて土の粒度試験は土の物理試験の一つであり、土粒子の粒径と通過質量百分率との関係を示す粒径加積曲線を求める室内土質試験である。一般実務の土質試験では力学試験と同様に物理試験も極めて重要な位置を占めており、その物理試験全体に占める粒度試験の割合は30~40%程度を占めており、粒度試験は、その中でも最も重要な物理試験の一つとなっている¹⁾。

得られた結果は、土の判別・分類および土の工学的諸特性との関係、例えば、土の締固めの難易度と均等係数 U_c 、砂質土の透水性と有効径 D_{10} 、液状化強度の細粒分に関する補正と平均粒径 D_{50} 等、地盤の工学的な判断基準として種々利用

されている²⁾。しかしながら、細粒分含有量が上記工学的特性に及ぼす影響に着目すると、液状化強度の補正に関しては、細粒分の分析精度が悪く粗粒側の結果が得られた場合は、液状化強度を過小評価するため不経済な設計につながり、粒度分析結果を用いた q_u 値の補正に関しては、粘土分含有量を過小に見積もれば、それによって補正した q_u 値が過大となり工学的に危険側の評価を与えることになる³⁾。以上のことから、細粒分含有量を定量的に把握することは、工学的観点から特に重要であると考えられる。

粒度試験は”ふるい分析”のみで粒度分布が決定するような砂質土であれば試験も簡単で試験誤差も少ないものと考えられる。しかしながら、細粒土に対する”沈降分析”は技術も時間も必要となる。沈降分析では、比重浮ひょうにより Stokes (ストークス) の法則に従い粒度分布を求めている。しかしながら、土粒子が球でしかも 1 個で水中を沈降していると仮定していることはストークスの法則には矛盾している点、比重浮ひょうによる 4 時間測定に続く 2 日目の 24 時間測定など試験に長時間を要すること、比重浮ひょうが測定系(懸濁液)を攪乱すること、試験結果の信頼性が、メスシリンダー振とう時の液漏れ等の試験者の技術に依存すること、沈降開始時の懸濁液の密度が一定でないこと、試料に対する分散剤の適否等、種々の問題点が指摘されている^{2), 4)}。

他の粒度分析に関する計測システムとしては、光透過法、X線透過法およびレーザー回折法等が既に実用化されている。これらの手法は、かなり小さな粒子にまで適用されており、このことは地盤工学の分野では極めて重要な土の細粒分に関する定量的な評価を進展していく上において有意な手法となり得る可能性を示唆している。しかしながら、実際の土に対する上記計測システムの適用性に関して検討した例は極めて少ない。このような現状を考慮して椿⁵⁾ は、8 種類の異なる測定手法の原理や特徴を取りまとめ、その測定手法の問題点や得られるデータの信頼性を検討するために、異なる粒度を有する種々の試料に対して上記各測定装置から得られた分析結果を比較検討している。その結果、X線透過法が最も工学的に優れた手法であることを示唆している。また、最近では土の粒度試験の自動化を推進するため、種々の粒度組成を有する土試料を用いて X線透過法、レーザー回折法および J I S 法による粒度分析結果が報告されており、その結果によれば、X線透過法による分析結果は他の分析結果と比較して、迅速性・再現性に富み、全自動システム化さらには細粒分の定量的評価の信頼性が高い点等工学的に優れた分析手法の成り得る可能性があることが報告されている^{1), 6)}。

一方、土の粒度試験結果として得られる粒度分布曲線は、土粒子の分散状態によって大きく異なる。このため、固結した土粒子を適切に分散させ、それらが沈降中再び結合しないような処置を講ずる必要がある。加水作用による物理的な固結に対しては、攪拌・粉碎・煮沸・超音波等の機械的な操作を土粒子に与えることにより加水作用が速められ、分散させることができるが、化学的な要因による固結に対しては分散剤を混入することにより結合物質を除去する手法が適用される。

また、土粒子は沈降中、土粒子界面に生じる電荷の大きさや符号によって再び結合しようとする場合がある。これを防ぐため、土粒子間相互の反発力を大きくすることにより綿毛化を防ぐ必要がある。これまでその分散効果に関する試験条件は、土の粒度分布に大きな影響を及ぼすためこれまで種々の試験結果例が報告されある程度基準化が進んでいる。しかしながら、その土質試験基準案にも指摘されているように²⁾、分散剤の選定等に代表される試験条件がすべての土に対して適用できるか否かに関しては、極めて不明解な部分が多い。

本研究では、上記 X線透過による土の粒度試験方法の概要と得られた試験結果の精度に関して既往の研究例を基に解説し、今回新たに種々の粒度組成を有する 3 種類の土試料を用いて X線透過による自動粒度分析を行った結果を報告する。ここでは、X線透過による自動粒度分析結果の信頼性を検討するため、上記同試料に対して J I S 法を実施し、両試験結果を比較することにより X線透過による自動粒度分析装置の土試料への適用性を検討している。また、上記同試料に対して、4 種類の分散剤と 2 種類の分散剤濃度を適用し、分散剤・分散剤濃度が種々の粒度組成を有する土試料の粒度分布に及ぼす影響についても考察している。

2. 粒度分析法の概要

2.1 J I S 法⁷⁾

この試験方法は、いわゆる JIS 法と呼ばれ、粒径 $75 \mu\text{m}$ 以上の粗粒土に対してはふるい分析を、 $75 \mu\text{m}$ 未満の細粒土に対しては沈降分析を適用し、粒度分析を行う方法である。沈降分析では、比重浮ひょうを用い、Stokes の法則により土粒子の粒径を求めるが、先述したようにこの分析手法には種々の問題点が指摘されている。また、得られた粒径加積曲線は、 $75 \mu\text{m}$ で不連続となる場合があり、J I S 法そのものの結果に対する誤差が、比較的大きいことも問題点として挙げられる。なお、本研究で用いた JIS 法による分析結果は、経験 10 年以上の熟練した技術者によるものであることを付記しておく。

表-1 質量基準分布に基づいた粒度分析手法の概要

測定法	表示基準	原理	測定量	測定範囲(μm)	影響因子	特長	課題
比重浮ひょう法 (JIS法)	質量基準分布	Stokes 則	浮ひょう沈降量	1~75	粒子密度	現行 JIS 規格	自動化 人為的誤差の解消 分散剤の選定 懸濁液攪乱の影響 微粒子領域の測定
X線透過法 (Sedi Graph 5100)		Stokes 則 Lambert-Beer 則	透過X線量	0.1~300	—	全自動システム 迅速性(約5分)・再現性良好 試料少量(数g) 微粒子検出可能 吸光係数の補正不要 資格不要(要:設置届出のみ)	比較的高価
レーザー回折法 (SALD-2000)		光の回折散乱 Fraunhofer 回折 Mie 散乱	回折散乱パターン	0.03~280	粒子密度 粒子屈折率	迅速性・再現性・操作性良好 粒子密度の測定不要	粒子屈折率の取扱い機差の解消

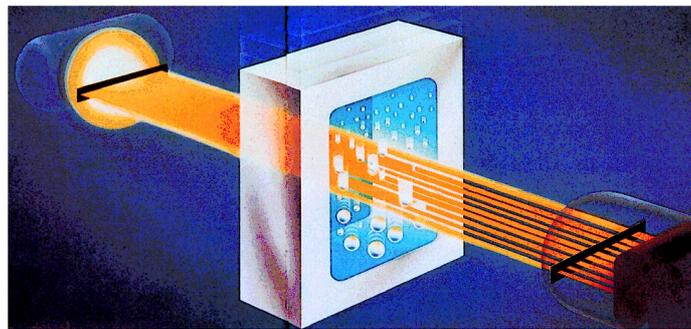


図-1 X線透過法による測定原理の概要

2.2 X線透過法^{1), 6), 8)}

本研究では土の粒度分析の自動化, 得られた分析結果の信頼性, さらにその表示基準が J I S 法と同一の質量基準で分析可能な, X線透過法による粒度分析装置 (マイクロメリティックス社製セディグラフ 5100 ; X線波長=1.25×10⁻¹⁰m)⁸⁾ を自動化された粒度分析装置の代表的な装置と考え, その結果と J I S 法による結果とを比較検討することとした. なお, 上記試験装置はX線を用いるため, 一般的な物理試験装置としては高価であるが, 使用に際しての特別な資格は不要であり, 労働基準監督署への設置届出義務のみが課せられている.

本手法は, 液相沈降法を適用した一種で, Stokes の法則に基づいて粒径を測定し, 沈降中の懸濁液にX線ビームを照射し, そのX線透過量から後述する Lambert-Beer (ランバート・ベール) の法則に従って粒度分布曲線が得られる.

主な特長としては, 全自動システム化, 試料が 5g 程度と少量であり, 測定範囲が 0.1 μm ~ 300 μm と広く, 試験時間が 5 分程度と短時間であることが挙げられる. また, 光の波長に比べX線の波長は十分小さいために, 光透過法の場合と異なり吸光係数による補正が不要である. さらに, 光は面で遮られるがX線の場合は体積に応じて減衰するため, 質量基準の分布が実測できるという光透過法にはない利点を有している. 表-1 には, 質量基準分布に基づいた粒度分析手法の概要を取りまとめている.

2.2.1 測定原理^{1), 6), 8)}

測定原理は, 先述したように Stokes の法則²⁾ および Lambert-Beer の法則に従い, 自然沈降中の懸濁液の濃度変化をX線透過量から推定することにより, 質量基準で粒度分析するものである. 図-1 は, X線透過法による測定原理の概要を示している. 以下に, Lambert-Beer の法則を式(1)に示す.

$$\frac{I}{I_0} = \exp(-kc) \dots\dots\dots(1)$$

ここで、 I : 透過X線強度(kilocounts/sec), I_0 : 入射X線強度(kilocounts/sec), k : 定数, c : 重量濃度を示す。
式(1)から、質量百分率は式(2)によって得られる。

$$\text{質量百分率(\%)} = \frac{\log I_m - \log I_b}{\log I_f - \log I_b} \times 100 \dots(2)$$

ここで、 I_m : 各測定点における透過X線強度(kilocounts/sec), I_b : 溶媒のみの透過X線強度(kilocounts/sec), I_f : 懸濁液を循環させた時の透過X線強度(kilocounts/sec)を示す。

2. 2. 2 測定方法^{1), 6)}

本手法ではまず、濃度を5~10% (JIS法と同程度)に調整した約50cm³の懸濁液を計測器内に循環させ、その試料濃度変化とX線透過量から粒度分布が自動計測により得られる。得られた分析結果は試験終了後、自動的にプリンターから出力される。この1回に要する全試験時間が5分程度であり、この試行を数回繰り返すことによって分析結果の信頼性を高めることができる。なお、循環中の懸濁液の温度は、初期設定することにより循環中は一定に維持される。図-2に、本手法のシステム構成を示す。

2. 2. 3 分析結果の再現性^{1), 6)}

図-3は、X線透過法から得られたシリカ、海成粘土に関する3回の分析結果を示している。図より両試料共

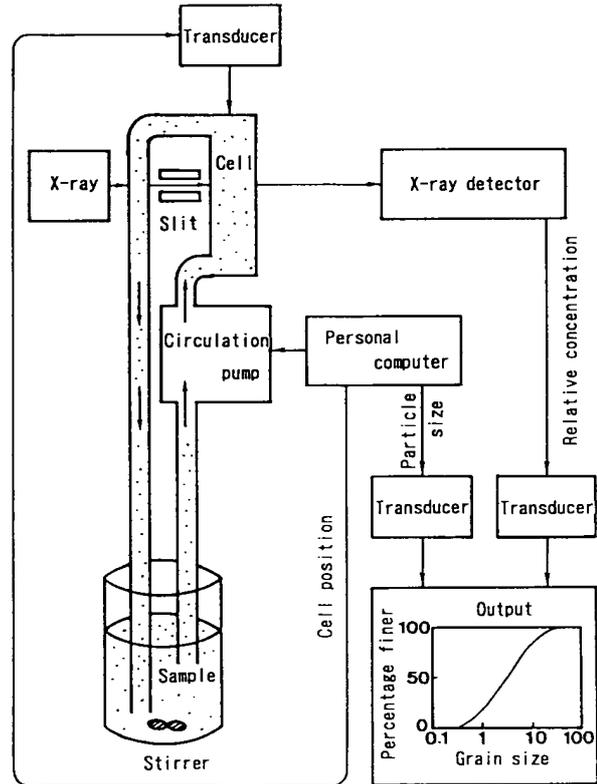


図-2 X線透過法のシステム構成

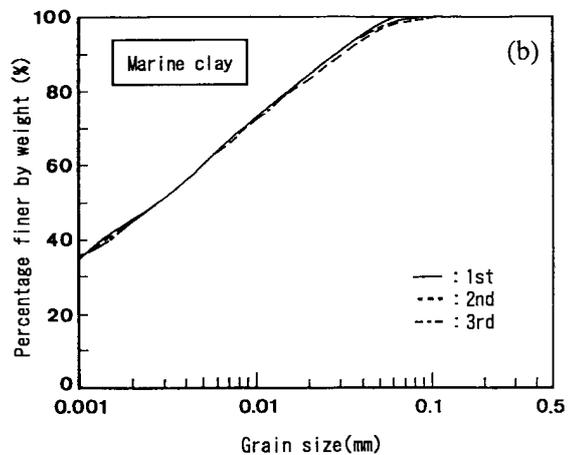
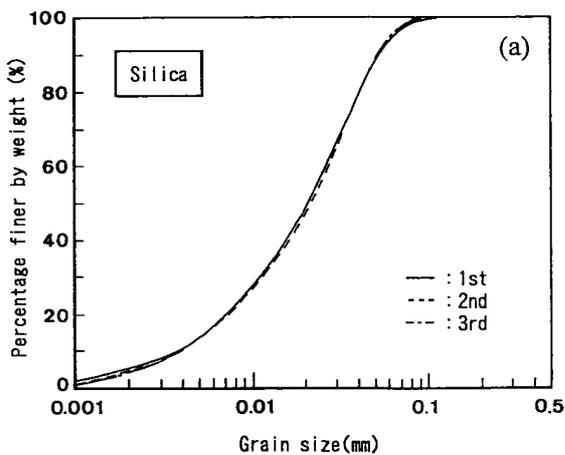


図-3 X線透過法から得られた分析結果の再現性

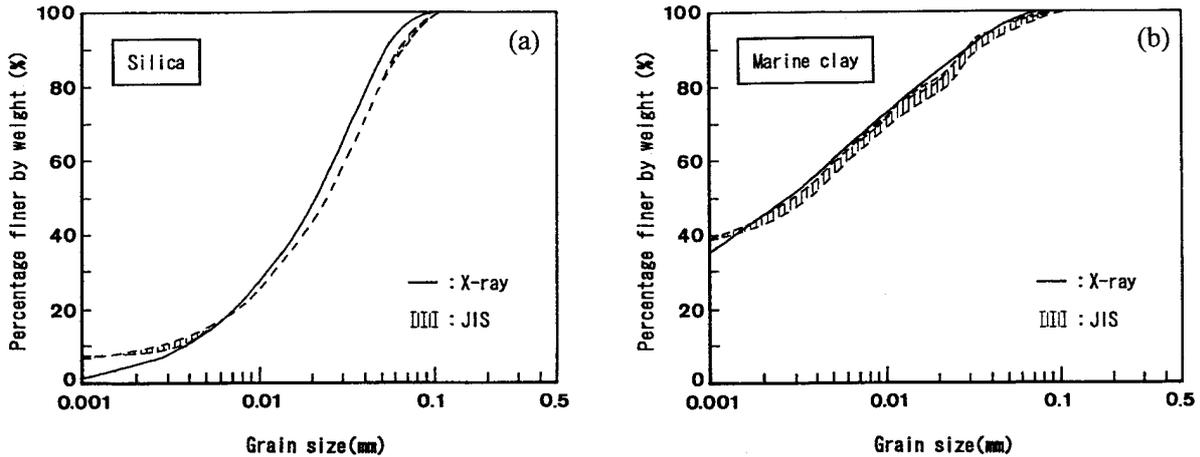


図-4 JIS法から得られた分析結果の再現性

に、粒径加積曲線は極めて良い一致を示している。このことより、X線透過法による分析結果の再現性は、かなり良好なことがわかる。

一方、両試料に対して、JIS法により得られた分析結果を図-4に点線で示す。なお、比較のため、上記X線透過法による結果を実線で表した。図より、JIS法による結果の再現性は、シリカに対してX線透過法同様良好であるが、海成粘土に関する結果にはばらつきが認められる。上記ばらつきは、3試験中2試験の粒度曲線が細粒側に分布し、残り1試験の曲線が粗粒側の結果を示すことになっている。また、細粒側の分布がX線透過法による結果とよく一致することより、粗粒側の分布に誤差が含まれていることが考えられる。この誤差はJIS法に起因した人為的誤差や分散効果の影響によるものと思われる。

分散効果の影響に関しては、JIS法において24時間の沈降分析を実施するため、当初完全に分散していた懸濁試料も、試験時間の経過とともに綿毛化を生じることが考えられる。そのため、他の分析結果と比べ、粒径加積曲線が粗粒側に移行したものと考えられる。

2. 2. 4 分析結果の信頼性⁶⁾

図-5は、三種類の粒度分析手法を、砂質土、シルト質土、粘土質土試料に適用した場合の代表的な粒径加積曲線を示したものである。なお、ここではJIS法による分析結果を基準として考えることにする。

図より、全試料ともX線透過法によって得られた分析結果は、JIS法による結果よりも細粒分の通過質量百分率が高いことが明瞭に分かる。このことより、JIS法では問題点の一つとして考えられている細粒分の評価に関し、X線透過法を用いることにより、その細粒分の定量的な評価を一步進めることができる可能性を示唆しているものと考えられる。

一方、レーザ回折法とJIS法とを比較すると、レーザ回折法では、その傾向がX線透過法による場合とは全く異

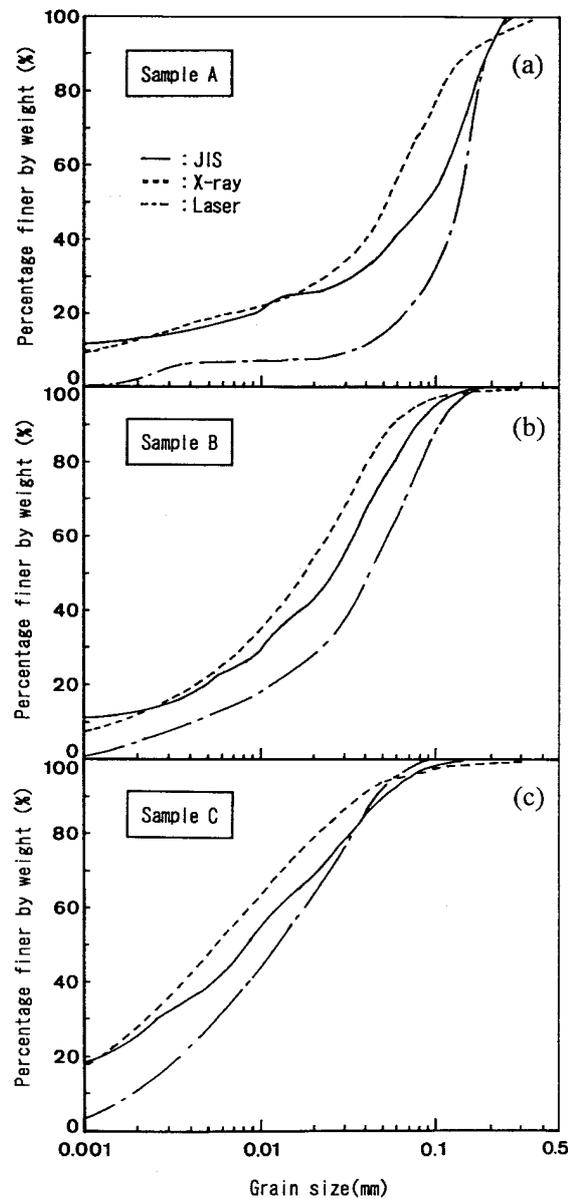


図-5 異なる粒度分析手法が粒度試験結果に及ぼす影響

なり、レーザ回折法による分析結果は、JIS法による場合よりも細粒分を十分に評価できていないものと考えられる。このことは、X線透過法による解析結果が、土の細粒分を定量的に評価している可能性が他の手法よりもある意味で高いことを示唆している。

2.3 試料、分散剤および分散剤濃度

本実験には、1種類の自然試料と2種類の市販されている粉末の合計3試料を用いた。自然試料の物理特性は、海成粘土 ($\rho_s=2.678\text{g/cm}^3$, LL=72.3%, PL=34.5%, PI=37.8) であり、粉末はDLクレー ($\rho_s=2.656\text{g/cm}^3$, N.P.) およびカオリン ($\rho_s=2.689\text{g/cm}^3$, LL=73.5%, PL=37.6%, PI=35.9) である。粒度試験は、上記試験条件下で準備した試料に対して、JIS法とX線透過法⁶⁾の両手法により実施した。なお、本研究で用いたJIS法に関するデータは、先述したように熟練した技術者によるものであることを付記しておく。

今回選定した分散剤は、ヘキサメタリン酸ナトリウム (JIS A1204-1980⁷⁾, JSF T131-1990²⁾, ASTM D422-63(72)⁹⁾, BS 1377-75¹⁰⁾, テトラポリリン酸ナトリウム (JIS A1204-1980⁷⁾, ピロリン酸ナトリウム (JIS A1204-1980⁷⁾, JSF T131-1990²⁾, DIN 18123-1983(E)¹¹⁾, トリポリリン酸ナトリウム (JSF T131-1990²⁾) の計4種類である。また、分散剤濃度は、懸濁液全容量に対して0.2%と0.5%を対象とした²⁾。

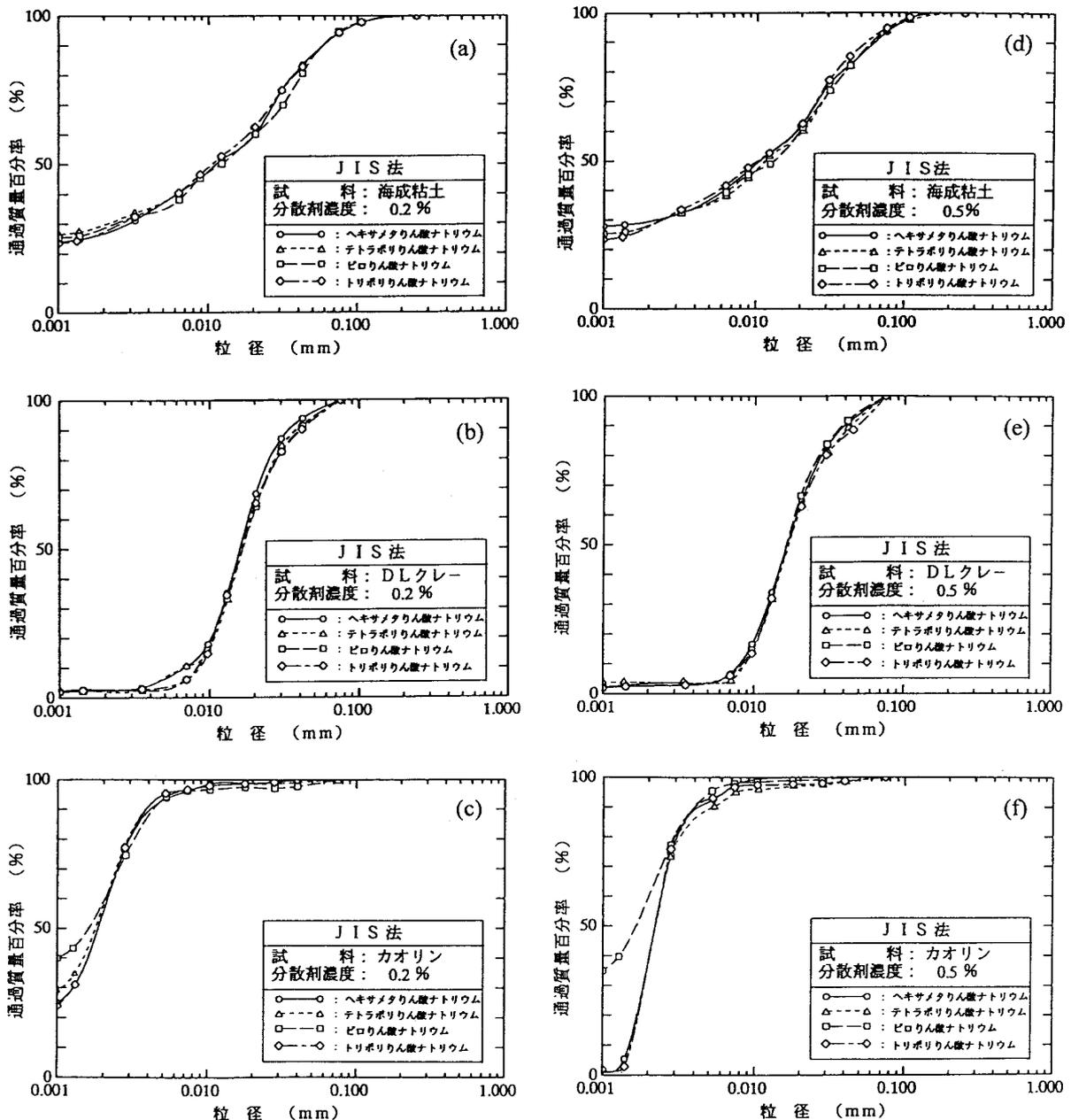


図-6 異なる分散剤・分散剤濃度がJIS法から得られた粒径加積曲線に及ぼす影響

3. 実験結果および考察

図-6 (a)~(f)は、上記4種類の分散剤を懸濁液全容量に対して分散剤濃度0.2%と0.5%としてJIS法を適用した場合の粒度試験結果を示している。図より、分散剤の種類や分散剤濃度の違いによる影響はカオリン以外の試料では認められず、異なる分散剤・分散剤濃度が今回実施したカオリン以外の試料にはほとんど影響を及ぼさないことがわかる。また、カオリンに関しては、異なる分散剤・分散剤濃度によらず0.003mm程度以下の細粒分領域において土粒子の団粒化が生じているものと考えられるが、この影響はピロリン酸ナトリウム以外の分散剤および0.5%の分散剤濃度の場合において著しく表れている。よって、カオリン試料に対してJIS法を実施する場合には、分散剤としてはピロリン酸ナトリウムが望ましいものと評価できよう。このような団粒化現象の原因としては、分散剤や分散剤濃度のほかに試験時間が長時間であることが考えられる。

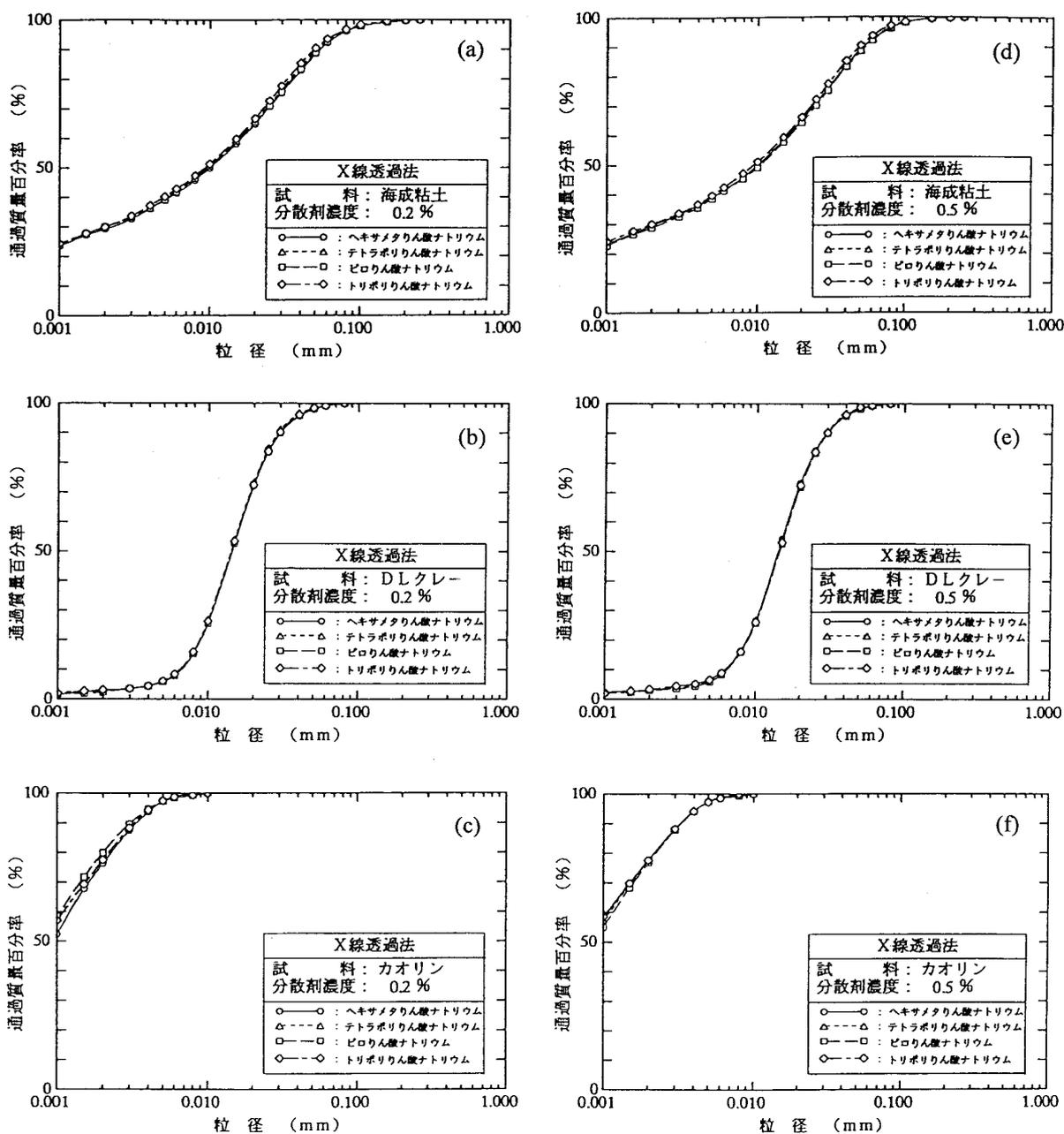


図-7 異なる分散剤・分散剤濃度がX線透過法から得られた粒径加積曲線に及ぼす影響

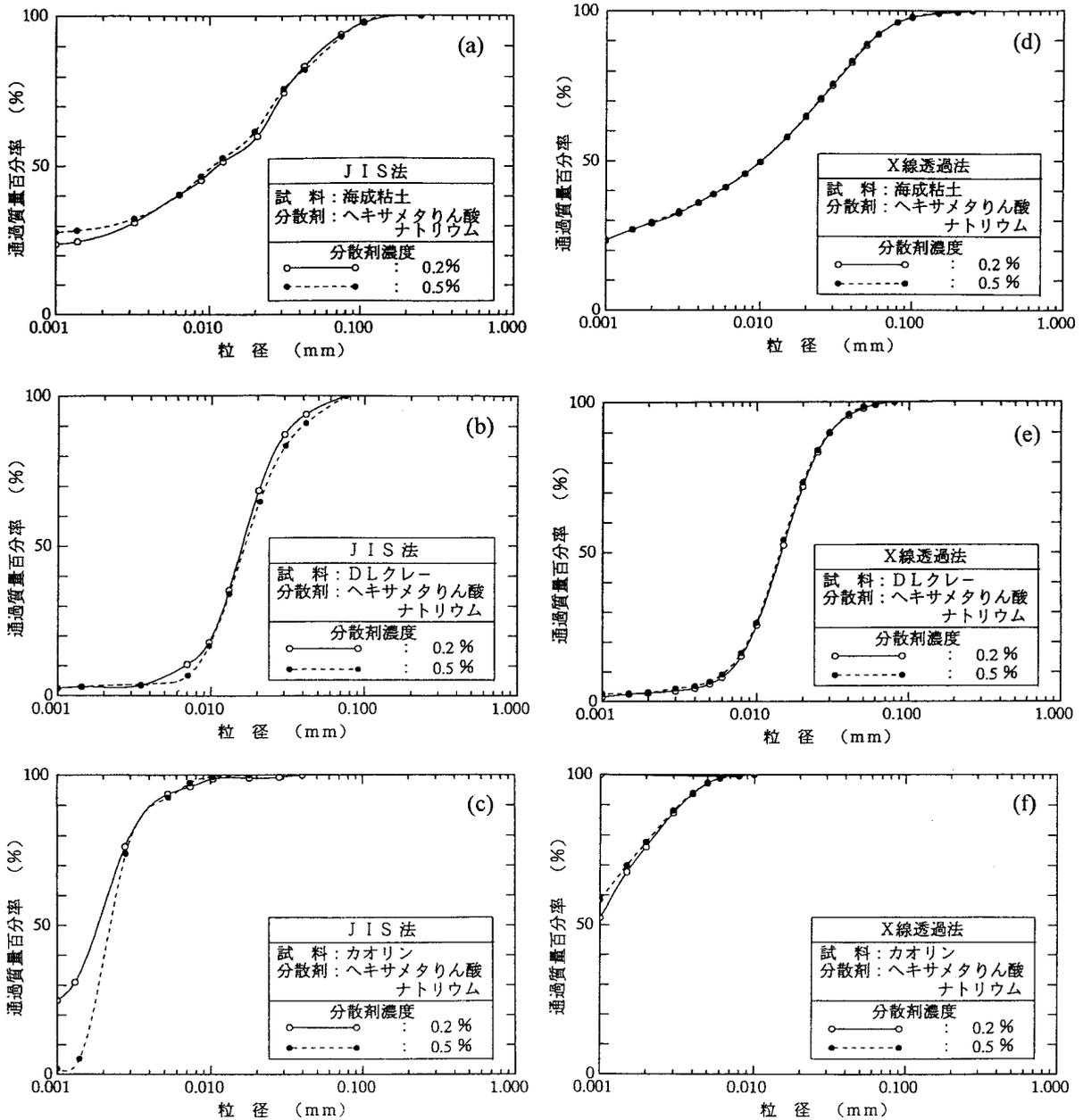


図-8 分散剤濃度と試験手法の違いが粒度試験結果に及ぼす影響

4種類の分散剤を懸濁液全容量に対して分散剤濃度 0.2%と 0.5%とした場合のX線透過法から得られた粒径加積曲線を図-7 (a)~(f)に示す。図より、異なる分散剤・分散剤濃度が今回実施した試料にはほとんど影響を及ぼさないことがわかる。また、X線透過法により得られた結果は、JIS法の結果に比べ、比較的ばらつきが小さく再現性に優れていることがわかる。さらに、カオリンに関するJIS法の分析結果では団粒化が認められたが、X線透過法から得られた結果にはそのような団粒化現象は認められなかった。これは、試験時間が数分と極めて短いことがその主要因であると考えられる。

図-8 (a)~(f)は、上記3種類の試料に対して分散剤として一般によく用いられているヘキサメタリン酸ナトリウムを選定し、分散剤濃度と試験手法の違いが粒度試験結果に及ぼす影響を示している。図より分析結果の再現性は極めてよく、分散剤濃度や試験手法の違いによる影響はカオリン以外の試料では認められず、異なる分散剤濃度や試験手法の違いが今回実施したカオリン以外の試料にはほとんど影響を及ぼさないことがわかる。また、カオリンに関しては、分散剤濃度によらず0.003mm程度以下の細粒分領域において土粒子の団粒化が生じているものと推定できるが、分散剤濃度の濃い試料

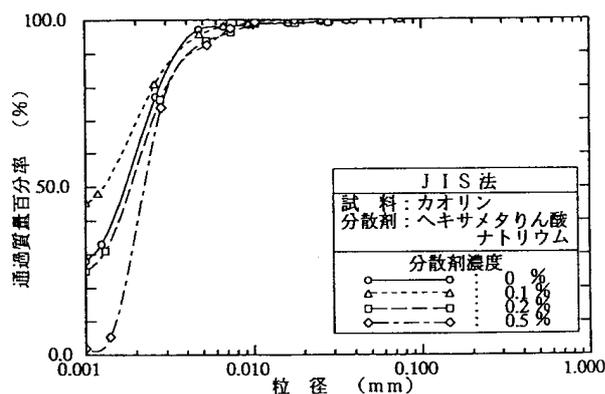


図-9 異なる分散剤濃度がJ I S法から得られた
粒径加積曲線に及ぼす影響

において団粒化現象がより明瞭に表れている。この傾向を明らかにするため、カオリンに対して新たに分散剤を加えない場合と0.1%の場合に対して追加実験を行い、その影響を検討した。その結果を図-9に示す。図よりカオリン試料では、薄い分散剤濃度において団粒化現象の影響が少なく表れており、必ずしも分散剤濃度と相関性があることを意味していない。このことは、カオリンのような試料に対して、J I S法を適用する場合には、粒径加積曲線における0.003mm程度以下の細粒分領域において土粒子の団粒化現象が発生していないかを注意深く検討し、その可能性があるときには分散剤濃度に対して注意をする必要があることを示唆している。

図-10(a)~(c)は、上記3種類の試料に対して分散剤として一般に良く用いられているヘキサメタリン酸ナトリウムを選定し、分散剤濃度としては0.5%を適用した場合の、J I S法とX線透過法から得られた粒径加積曲線を比較している。図より、両粒径加積曲線から判断すると、海成粘土・DLクレーの両試料に関しては、両者の対応性は良く、X線透過法から得られた結果はJ I S法から得られた結果より細粒分を大きめに評価している。このことより、X線透過法を用いることにより土試料の細粒分の定量的評価を一步進めることができるものと判断できよう。

一方、カオリン試料の分析結果に着目すると、先述したように0.003mm程度以下の細粒分領域において、J I S法による分析結果では、土粒子の団粒化現象が認められるが、X線透過法から得られた分析結果には認められなかった。

以上より、X線透過法は、細粒分の定量的評価がある程度可能であり、かつ団粒化現象の発生が防止可能な手法であるものと評価できる。

4. ま と め

多量の粘土分を含有している土試料に対して粒度試験を行う場合、その粘土分を精度良く評価できるためには、分散剤の種類や濃度を適切に決定しなければならない。本研究では土の粒度試験結果に及ぼす試験条件の影響を検討するため、異なる分散剤・分散剤濃度を適用した土試料に対して日本工業規格(JIS)と自動化されたX線透過法による粒度分析を行った。本研究より得られた主要な結論を、以下に列記する。

1)異なる分散剤および分散剤濃度が粒度試験結果に及ぼす影響を、種々の粒度分布を有する土試料に対して得られた試

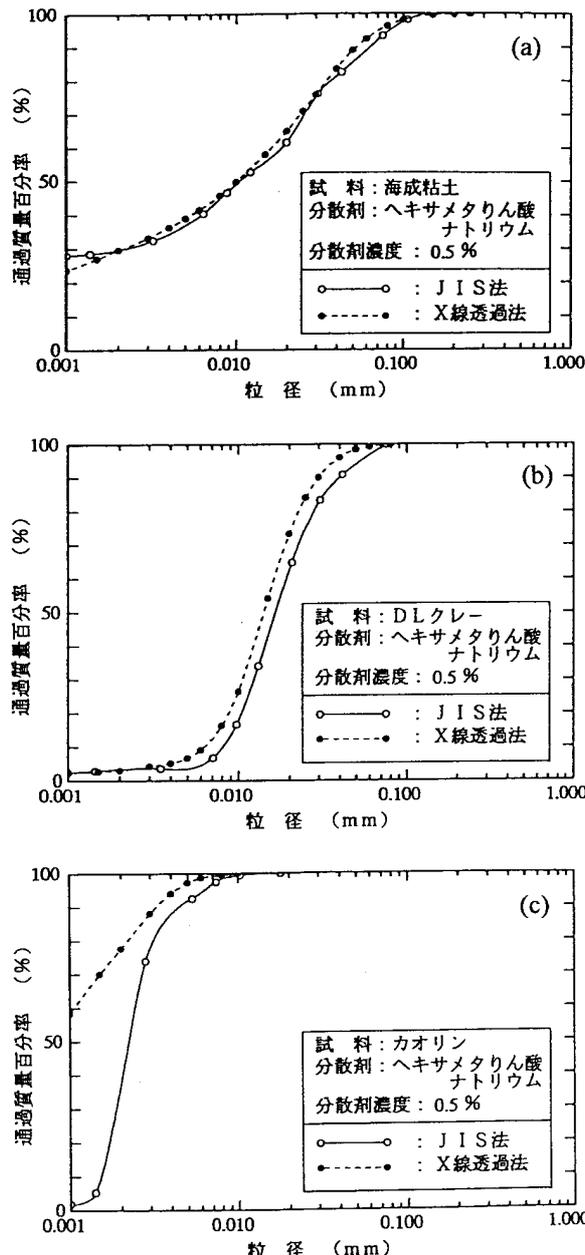


図-10 J I S法とX線透過法から得られた粒径加積
曲線の比較

験結果から明らかにすることができた。

2) JIS 法によるカオリン粘土の分析結果では、試料の団粒化が認められた。しかしながら、X線透過法による分析結果にはそのような団粒化は認められなかった。

3) 粒度試験装置の違いがその分析結果に及ぼす影響に着目すると、粉体工学等の分野ではすでに実用化されているX線透過法によって得られた分析結果は、JIS法による分析結果と比較して、迅速性・再現性等に優れた手法であることが再確認された。

4) X線透過法は、試料が少量であり、測定範囲が広く、迅速性に富み、全自動システム化されており、細粒分の定量的評価をかなり進展できる可能性も有していることから、工学的に優れた分析手法であると考えられる。

参 考 文 献

- 1) 亀井健史(1994): X線透過による土の自動粒度分析とその工学的有用性, 土と基礎, Vol. 42, No. 8, 23-28.
- 2) 土質工学会(1990): 土質試験の方法と解説, pp. 54-67.
- 3) 中瀬明男・勝野 克・小林正樹(1972): 砂分の多い粘性土の一軸圧縮強さ, 運輸省港湾技術研究所報告, Vol. 11, No. 4, pp. 83-102.
- 4) 藤田龍之・古川幸雄, 1988, 細粒土の粒度試験の能率化に関する研究, 土質工学会論文報告集, 28(1), 171-179.
- 5) 椿 淳一郎(1990): 粒度測定技術の現状と今後の方向, 粉体工学会誌, Vol. 27, No. 6, pp. 423-428.
- 6) 亀井健史・山本芳裕・日下部治(1994): 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, Journal of Geotechnical Engineering, III-26, 247-254.
- 7) 日本工業規格協会(1980): JIS A1204-1980: 土の粒度試験方法.
- 8) Micromeritics Instrument Corporation(1987): Sedi- Graph 5100, Pamphlet.
- 9) American Society for Testing and Materials(1988): ASTM D422-1963, Standard Method for Particle-Size Analysis of Soils.
- 10) British Standards Institution(1975): BS 1377-1975, Method of Test for Soil for Civil and Engineering Purposes, Test 7. Determination of the Particle-Size Distribution.
- 11) Deutsches Institut für Normung(1983): DIN 18123, Untersuchung von Bodenproben Bestimmung der Korngrößenverteilung.