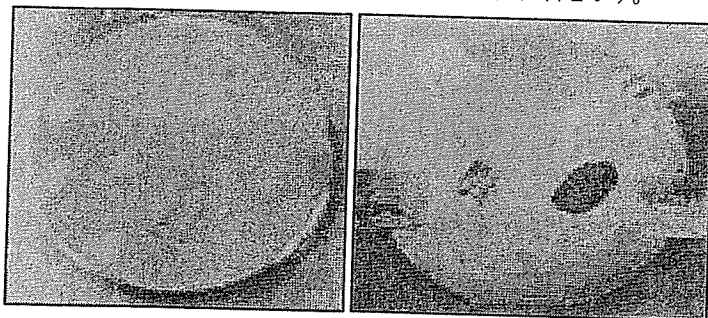


2. 試料および試料作製

試料には、Na-montmorillonite を主成分とするクニピア-F (クニミネ工業)、Ca-montmorillonite を主成分とするクニボンド (クニミネ工業)、Kaolinite を主成分とするカオリン-KH (カナヤ興産)、Pyrophyllite を主成分とする勝光山パイロフィライト (日本粘土学会参考試料) を用いた。図4～図7に4種類の粘土鉱物のX線回折パターンを示す。

AFM 測定用試料の作製にあたり摩擦係数測定では試料表面が均一で凹凸の少ない試料表面が好ましいため、摩擦係数測定用として粘土の水懸試料を作製した。粘土に蒸留水を加え攪拌した水溶液をシリコンウエハ基盤に滴下し、室温で乾燥させたものを試料とした。とくに液中コンタクトモードでは、蒸留水を滴下したときに粘土が基盤から離れないように試料を厚くした。粘弾性測定では、測定対象物(粘土鉱物)と比較となる基盤表面を同時に測定する必要があるため、基盤上に小さな粘土粒子が点在していることが好ましい。基盤には清浄なシリコンウエハを用意し、粘土に蒸留水を加えて攪拌したものを試料の厚さに注意してシリコンウエハにすりつけ室温で乾燥させたものを試料とした。写真2に摩擦係数測定用および粘弾性測定用試料を示す。



(a) 摩擦係数測定用

(b) 粘弾性測定用

写真2 AFM 測定試料

3. 測定方法

(1) AFM 測定中の温度および湿度の制御

試料の表面温度を制御するため、シリコンラバーヒーターおよび温度コントローラーを用いた。シリコンラバーヒーターは電気を流すことで発熱するヒーターである。シリコンウエハ基盤の背面にヒーターを接着し温度コントローラーとヒーターとを接続した。温度コントローラーに付属する温度センサーで基盤の表面温度を測定し、目的の表面温度になるように温度コントローラーにより制御した。

コンタクトモードによる摩擦係数測定とタッピングモードによる粘弾性測定において、試料表面の乾燥を防ぐとともに試料表面が一定の含水状態を保つために湿度を85～95%の範囲で制御した。湿度の制御は加湿のみで行った。図8に示したとおりAFMの測定部分をシートで覆い、隙間から湿度計のセンサーと加湿器のホースを差し込む。湿度計で測定室の湿度を測定し、加湿器の湿度調節つまみを回して湿度を制御した。写真3は温度および湿度制御中のAFM測定室の様子である。

(2) 粘土の摩擦係数測定

湿潤粘土を対象に、AFM測定室の湿度を90%に制御した状態、ならびに試料表面に蒸留水を滴下した状態(湿度100%以上)で粒子表面の摩擦係数を測定した。測定モードは、それぞれコンタクトモードおよび液中コンタクトモードである。さらに、湿度のみならず温度も設定し、試料ステージの表面温度をそれぞれ20℃、30℃、40℃とした。また、垂直力と摩擦係数との関係から摩擦係数 $\mu_{潤滑}$ を求め、乾燥粘土の

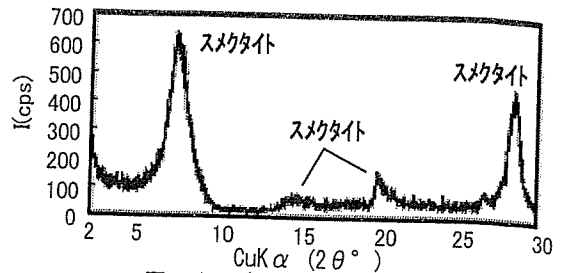


図4 クニピア-FのX線プロファイル

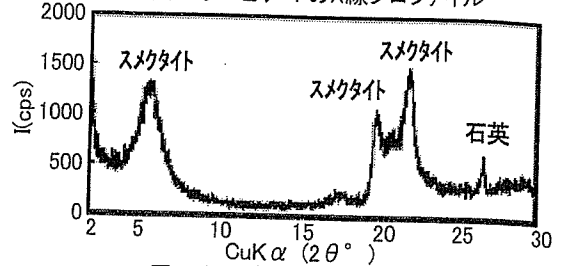


図5 クニボンドのX線プロファイル

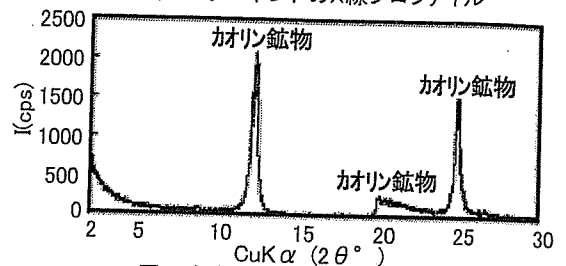


図6 カオリン-KHのX線プロファイル

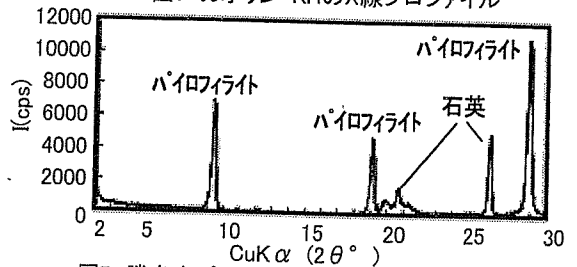


図7 勝光山パイロフィライトのX線プロファイル

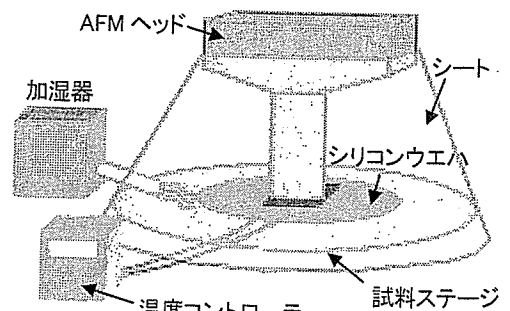


図8 温度および湿度制御の模式図

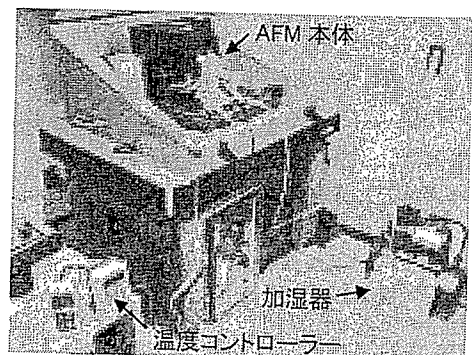


写真3 温度湿度制御したAFM測定室

$\mu_{\text{乾燥}}$ と比較した。試料はクニピア F, クニボンド, カオリン KH および勝光山パイロフィライトである。測定条件は、測定範囲 $5\mu\text{m}$ の 1 スキャンライン固定とし、スキャン速度は $8.3\mu\text{m}/\text{sec}$ である。凹凸情報を得るたわみと摩擦情報を得るねじれを分離するためにスキャン角度を 90° とした。また、垂直荷重を変えるために Deflection Setpoint を $0\sim 1.0\text{V}$ の範囲で変化させた。測定データは高さおよび摩擦力である。プローブは Cont (ナノワールド社) を使用した。測定は、試料ステージに取り付けた試料にプローブを近づけてスキャンを開始し、1 スキャンライン上で固定した状態でパラメータを調整した後、一定値となった摩擦力を測定した。測定後、フォースモードに移行してフォース・カーブを測定し、垂直荷重を次式により求めた。ここで F は垂直荷重(mN)、 K はプローブのバネ定数(N/m)、 ΔA はプローブの変位(nm)である。

$$F = K \cdot \Delta A$$

(3) 粘土の粘弾性測定

湿潤粘土を対象に、試料ステージの表面温度を 20°C , 30°C , 40°C に制御した状態で粘土粒子表面の粘弾性を測定した。粘弾性は AFM 探針をタッピング方式で動作させたときの探針の位相遅れにより測定される。図 3 は粘性の異なる物質を測定したときの位相差を模式的に表したものである。粘性が高い物質ほど位相が遅れる。

測定に用いた試料はクニピア F, クニボンド, カオリン KH および勝光山パイロフィライトである。測定範囲は $10 \times 10\mu\text{m}$, プローブは NCH (ナノワールド社) を使用した。測定手順は、試料ステージに取り付けた試料にプローブを近づけてスキャンを開始し、スキャン開始直後 1 スキャンラインで固定した状態で往復の凹凸波形およびエラー波形が一致するようにパラメータを調整した。調整後、 $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ の範囲をスキャンさせ凹凸像および位相像を得た。これら位相像から画像解析ソフトにより位相遅れのヒストグラムを作成し、ヒストグラムのピーク値から位相差を得た。

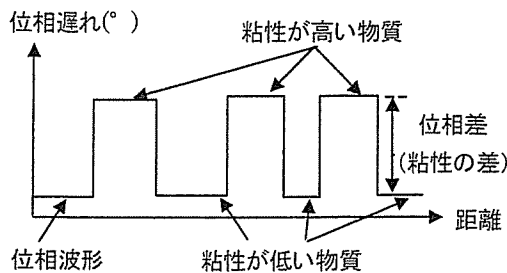


図 3 粘性の異なる物質における位相測定

4. 測定結果および考察

(1) コンタクトモードによる粘土の摩擦力測定

図 9~図 12 にクニピア F, クニボンド, カオリン KH および勝光山パイロフィライトの垂直荷重 - 摩擦力関係を示す。垂直荷重はフォース・カーブ測定により算出した。摩擦力については使用した AFM に力(nN)に換算する機能がないため、既存の研究³⁾において摩擦力が得られているシリコンウエハの表面を測定し、得られた電圧(mV)から換算係数(力/電圧)を求め、測定値(電圧)にこの換算係数を乗じることで摩擦力を算出した。

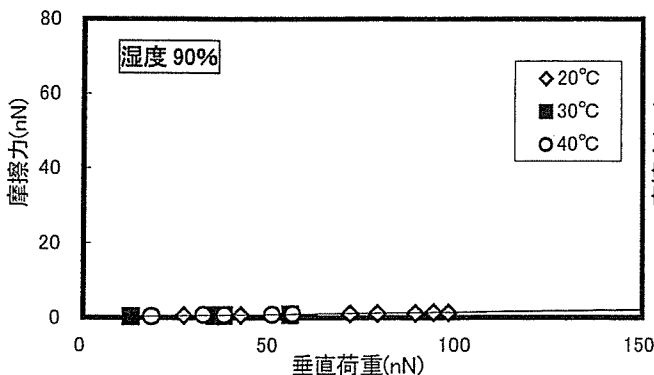


図 9 クニピア F の垂直荷重-摩擦力関係図

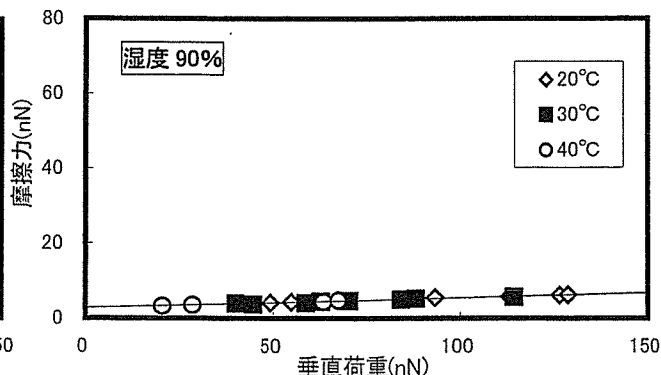


図 10 クニボンドの垂直荷重-摩擦力関係図

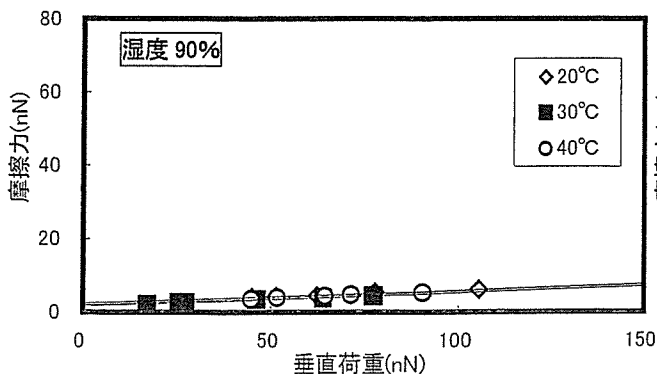


図 11 カオリン KH の垂直荷重-摩擦力関係図

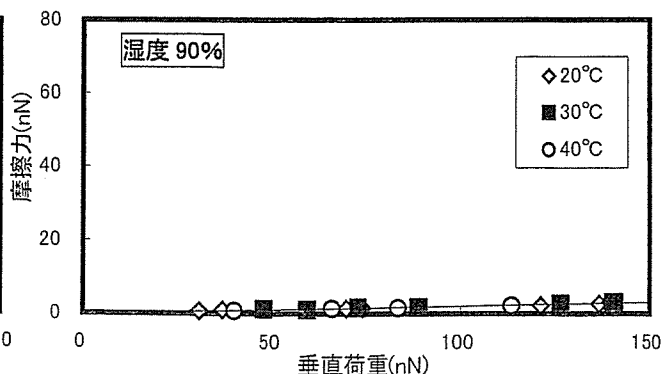


図 12 勝光山パイロフィライトの垂直荷重-摩擦力関係図

測定結果から全ての粘土において摩擦力和垂直荷重に比例関係が認められた。表 1 に摩擦係数 μ を示す。表に示されたように摩擦係数 μ は、全ての温度条件においてクニピア F、勝光山パイロフィライト、クニボンド、カオリン KH の順に大きい。次に試料ごとに温度と摩擦係数 μ との関係を見ると、いずれの粘土も温度が高くなるのに伴い摩擦係数 μ が大きくなる。乾燥粘土の摩擦係数 μ は、クニピア F が $\mu_{乾燥}=0.027$ 、クニボンドが $\mu_{乾燥}=0.053$ 、カオリン KH が $\mu_{乾燥}=0.065$ である⁴⁾。湿度 90% での粘土の摩擦係数 μ は乾燥状態より大幅に小さい。この結果は、マクロ領域での大変位一面せん断試験による湿潤粘土のせん断抵抗角 ϕ'_s が乾燥粘土よりも小さくなるという結果と一致する⁵⁾。

(2) 液中コンタクトモードによる粘土の摩擦力測定

図 13、図 14 に液中コンタクトモードによるクニピア F および勝光山パイロフィライトの垂直荷重 - 摩擦力関係を示す。なお、クニボンドおよびカオリン KH については、液中観察を行うために蒸留水を試料に滴下したところ粘土が溶け出したため AFM 測定を断念した。

測定結果からクニピア F、勝光山パイロフィライトともに摩擦力和垂直荷重に比例関係が認められた。表 2 に温度ごとの摩擦係数 μ を示す。表に示されたように湿度 90% での摩擦力よりも小さい値となった。

次に摩擦係数 μ と温度との関係については、クニピア F、勝光山パイロフィライトともに温度が高くなるのに伴い摩擦係数 μ は大きくなっている。

(3) 粘土の粘弾性測定

図 15 にクニピア F、クニボンド、カオリン KH および勝光山パイロフィライトの位相像を示す。なお、粘弾性の測定においては、AFM 測定室の湿度を約 90% に保ち、試料ステージを 20°C、30°C、40°C に制御した。液中測定については使用した AFM には機能がないため測定していない。なお、図中に温度とスキャン速度 (Scan Rate :SR) を示す。

図 15 において位相像の白色部分は粘土粒子表面で、黒色部分はシリコンウエハである。白色部分の粘土粒子は、試料によって明暗の異なるグラデーションがみられ、粘性が一定でないことがわかる。図 16 は位相遅れのヒストグラムである。表に示されたピーク値は、ヒストグラムの最高値である。シリコンウエハの位相遅れについては温度に関わらずほぼ 0° (シリコンウエハの粘性はゼロ) であるため、粘土の位相差がそのまま粘土の粘性を表している。表 3 は温度ごとの粘土粒子表面とシリコンウエハとの位相差である。表から全ての粘土において位相差が減少している。位相差の減少は粘性の低下を示す。したがって、粘土粒子表面の粘性は温度上昇に伴い低下したことになる。10°C の温度上昇に伴う位相差の減少はクニピア F で平均 3.7°、クニボンドで平均 5.7°、カオリン KH で平均 13.7°、勝光山パイロフィライトで平均 28.0° であった。

表 1 異なる温度での粘土の摩擦係数 μ (湿度 90%)

| 試料名 | 20°C | 30°C | 40°C |
|-------------|-------|-------|-------|
| クニピア F | 0.011 | 0.013 | 0.014 |
| クニボンド | 0.025 | 0.026 | 0.028 |
| カオリン KH | 0.034 | 0.036 | 0.038 |
| 勝光山パイロフィライト | 0.018 | 0.020 | 0.021 |

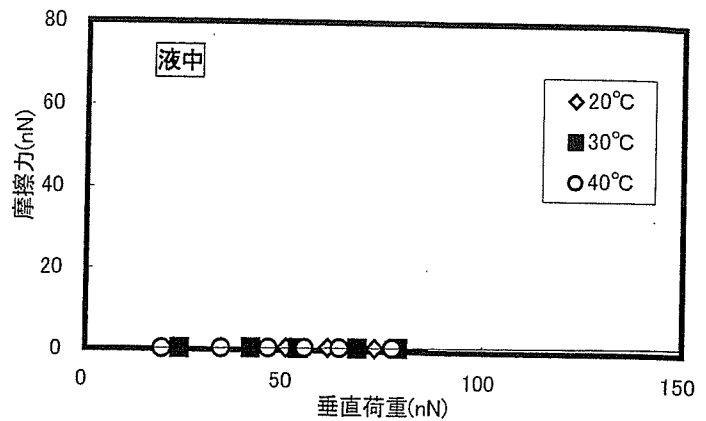


図 13 クニピア F の垂直荷重-摩擦力関係図

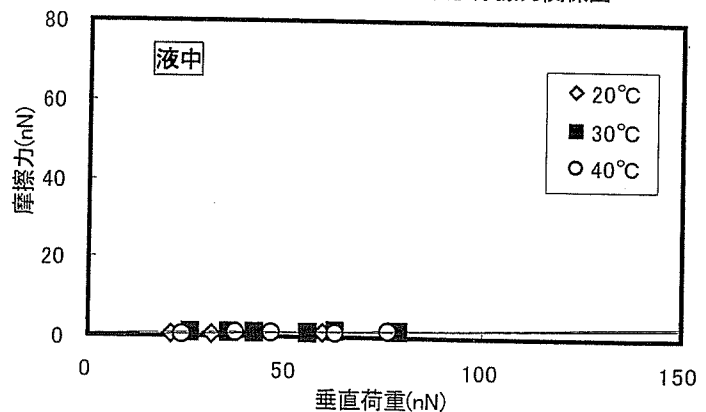


図 14 勝光山パイロフィライトの垂直荷重-摩擦力関係図

表 2 異なる温度での粘土の摩擦係数 μ (液中)

| 試料名 | 20°C | 30°C | 40°C |
|-------------|-------|-------|-------|
| クニピア F | 0.008 | 0.009 | 0.011 |
| 勝光山パイロフィライト | 0.015 | 0.016 | 0.017 |

表 3 粘土とシリコンウエハとの位相差 (湿度 90%)

| 試料名 | 20°C | 30°C | 40°C |
|-------------|--------|--------|-------|
| クニピア F | 102.5° | 99.3° | 95.2° |
| クニボンド | 95.2° | 89.1° | 83.8° |
| カオリン KH | 110.4° | 92.3° | 83.0° |
| 勝光山パイロフィライト | 129.8° | 105.3° | 73.9° |

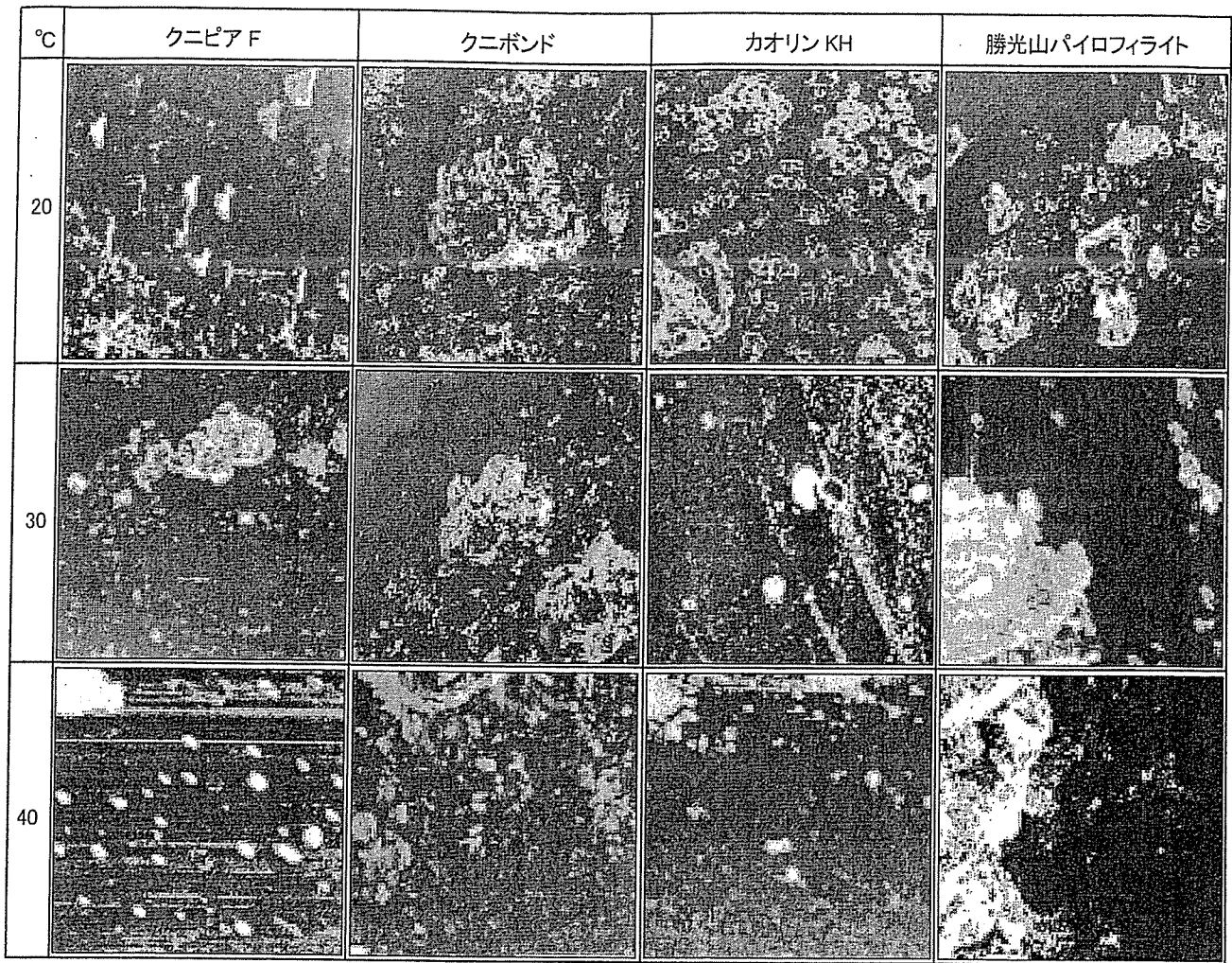


図 15 異なる温度条件下での粘土の位相像(湿度 90%)

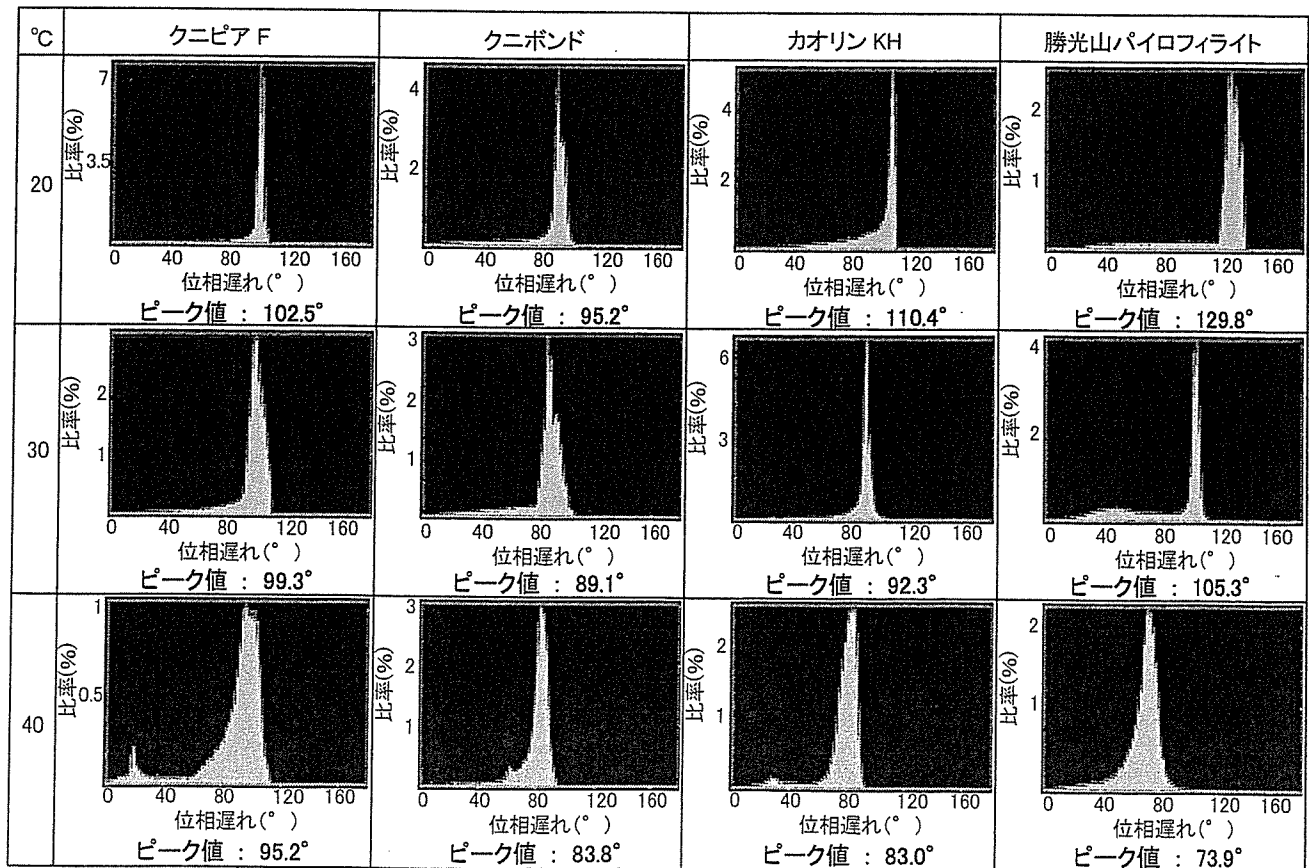


図 16 位相遅れのヒストグラムとピーク値

5. まとめ

原子間力顕微鏡による粘土の摩擦力・粘性測定結果を以下に示す。

- ① 湿度 90%ならびに液中での測定より得られた摩擦係数 μ は、膨潤性粘土鉱物（クニピア F, クニボンド）、非膨潤性粘土鉱物（カオリン KH, 勝光山パイロフィライト）に関わらず乾燥状態の摩擦係数 μ より小さい。
- ② ①の摩擦係数 μ は、温度上昇（20°C→30°C→40°C）に伴い大きくなる。
- ③ 湿度 90%状態での測定より得られた粘性は、温度上昇（20°C→30°C→40°C）に伴い小さくなる。

6. おわりに

まとめ②、③より、温度上昇に伴い摩擦係数は大きくなるが粘性は小さくなるといった逆の結果が得られた。粘性は、運動している流体のずれ摩擦の程度を表していることから、本来であれば粘性と摩擦係数とは同じ傾向を示すはずである。これは摩擦係数と粘性の測定が、異なる部分を測定している可能性があるなど、さらなる検討が必要である。

<参考文献>

- 1) 大河原正文・三田地利之・米田哲朗：第 46 回粘土科学討論講演要旨集,pp.150-151,2002.
- 2) 森田清三 編著：原子・分子のナノ力学,丸善,2003.
- 3) 山岡武博：フリクショナルカーブによる定量的摩擦特性評価 I,2001.
- 4) 久常雄大・大河原正文・三田地利之：地盤工学会北海道支部技術報告集,第 46 号,pp.99-106,2006.
- 5) 大河原正文・三田地利之・太田正裕：第 38 回地盤工学研究発表会講演集,pp.223-224,2003.

残留状態せん断面のその場観察/分析用「小型せん断ユニット」の開発

岩手大学 国際会員 大河原正文
岩手大学大学院 ○学生会員 九千房修司
北海道大学大学院 国際会員 三田地利之

1. はじめに

筆者らは、粘土の残留強度発現機構の解明を目的に、残留状態におけるせん断面(以後、残留状態せん断面)の微視的構造、粒子の運動特性、吸着水の物性などについて研究してきた^{1)~3)}。一連の研究では、観察/分析のための供試体として一面せん断試験により形成された残留状態せん断面を使用していた。しかし、試験終了後にせん断箱から供試体を取り出し分析に用いているため、供試体を取り出す際の試料乱れや分析中の乾燥などが懸念される。そもそも、せん断中(運動中)の現象を停止状態で分析していること自体、厳密には強度発現時の状態とは異なる。

そこで本研究では、せん断中のせん断面を直接、観察/分析可能な「小型せん断ユニット」を開発した。小型せん断ユニットは軽量かつコンパクトで、赤外分光分析装置、共焦点レーザー顕微鏡など各種分析機器への取り付けが可能である。

2. 試験装置

小型せん断ユニットは、分析対象から「断面」用と「表面」用からなる。

2.1 「断面」観察/分析用小型せん断ユニット

「断面」用ユニットを写真1(せん断部)に、ユニット構成を図1に示す。本ユニットは、せん断部、操作盤、データ計測部から構成され、操作盤にはコンプレッサーが接続されている。せん断部の寸法は横幅 191mm、奥行 29mm、高さは 106mm、重量は約 2kgfと軽量かつコンパクトで簡単に持ち運びができる。最大の特徴は、せん断部が各種分析機器に取り付けられることで、せん断中のせん断面を断面方向からその場観察/分析できることである。

せん断部(本体)

せん断部は、せん断箱、小型エアシリンダー、載荷板、小型荷重計、モーター駆動軸から構成される。せん断箱は、上箱固定、下箱可動でサイズは縦 1.5cm×横 2.5cm×高さ 2cmと通常の一面せん断試験機に比べると小さい。せん断箱の前面はアクリル製でせん断時のせん断面の状態を観察できる。せん断箱隙間は 0.2mmである。垂直荷重は、下せん断箱の下部に取り付けられた小型荷重計により測定される。垂直変位および水平変位は、せん断箱、載荷板の変位が測定できるようにそれぞれの支持器具に取り付けられている。

なお、本ユニットにはせん断力を測定するための荷重計がないため、残留強度を測定することはできない。

操作盤

操作盤は、せん断箱(せん断力)と載荷板(垂直力)を操作するためのもので、モーター回転方向切り替えスイッチ、モーター速度調整ダイヤル、モーター速度表示器、繰返し回数カウンタ、圧力計、エアシリンダーの加圧・減圧選択レバー、精密減圧弁、エアフィルター、コンプレッサー接続部から構成される。

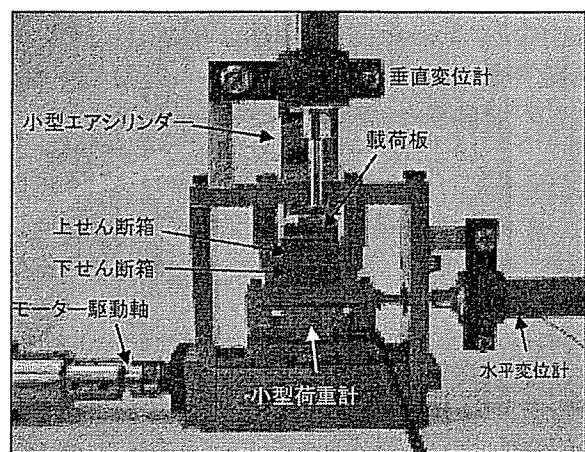


写真1 「断面」観察/分析用小型せん断ユニット

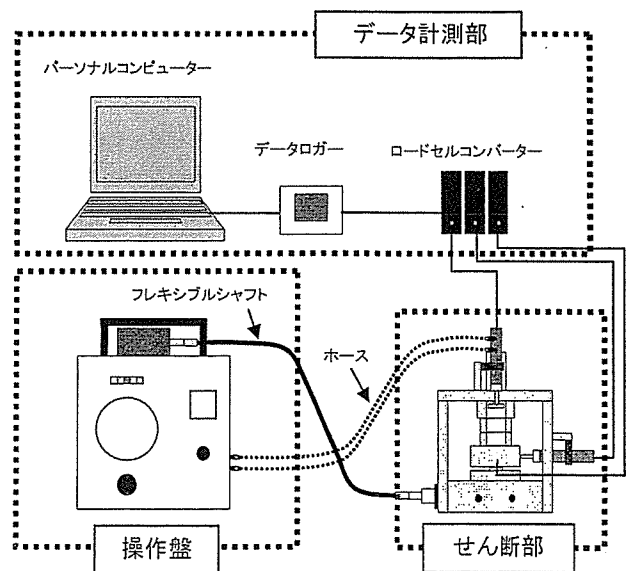


図1 「断面」観察/分析用小型せん断ユニット構成図

Development of an in-situ observation/analysis compact shear unit of shear surface at residual state

Masafumi OKAWARA (Iwate University), Syuji KUSENBOH (Graduate Student, Iwate University), Toshiyuki MITACHI (Graduate School of Engineering, Hokkaido University)

なお、操作盤はフレキシブルシャフトによりせん断部と連結され、モーターの回転力がこのシャフトを介してせん断箱に伝達される。

データ計測部

計測部は、ロードセルコンバーター、データロガー、パーソナルコンピューターから構成される。現システムでは、ロードセルコンバーターによって増幅されたアナログ信号をデータロガーによってデジタル信号に変換するとともに、垂直応力、垂直変位、水平変位に換算してパーソナルコンピューターで表示している。

2.2 「表面」観察/分析用小型せん断ユニット

表面用ユニットを写真2(せん断部)に、ユニット構成を図2に示す。本ユニットは、せん断部、操作盤、データ計測部から構成され、操作盤とデータ計測部は「断面」用せん断ユニットと共通である。せん断部の寸法は横幅 190.8mm、奥行 170mm、高さは 98.3mm、本体重量は約 3kgf と軽量かつコンパクトである。最大の特徴は、せん断箱が強化ガラス上を移動するために、せん断中のせん断面の”表面”を下からその場観察/分析できることである(写真3)。ここでの表面とは供試体下面と強化ガラスとの接触面(=せん断面)ということである。

せん断部(本体)

せん断部は、せん断箱、小型エアシリンダー、載荷板、小型荷重計、小型スクリージャッキ、モーター駆動軸から構成される。せん断箱は、上せん断箱のみで、サイズは縦 1.5cm ×横 2.5cm ×高さ 1cm である。また、せん断面を下から観察できるように基盤に直径 1.5cm の穴が開いている(写真3)。垂直荷重は、載荷板直上の小型荷重計により測定される。せん断力は、水平ロードに取り付けられた小型荷重計により測定される。垂直変位および水平変位は、それぞれ変位計により測定される。

3. 供試体および試験方法

3.1 供試体作製方法

供試体の作製は、通常の練り返し試料の作製方法と同じである。すなわち、(1)粉末試料に蒸留水を加えミキサーで攪拌する、(2)練り返した試料を圧密セルに移し変えて真空ポンプで脱気する、(3)所定の圧密圧力で一定期間圧密する、である。予圧密が終了したら図3のような供試体成形盤を用いてワイヤーソーでカットする。粘土のような軟らかい試料を扱う場合は、供試体挿入にあたり端面損傷に十分に注意が必要である。なお、小型せん断ユニットは、粘土のみならず砂質土などあらゆる土質に対応するため練り返し試料のみならず不攪乱試料の試験も実施できる。

3.2 試験手順

圧密からせん断までの試験手順は、「断面」用、「表面」用ともにほぼ同じである。以下に手順を示す(写真4)。

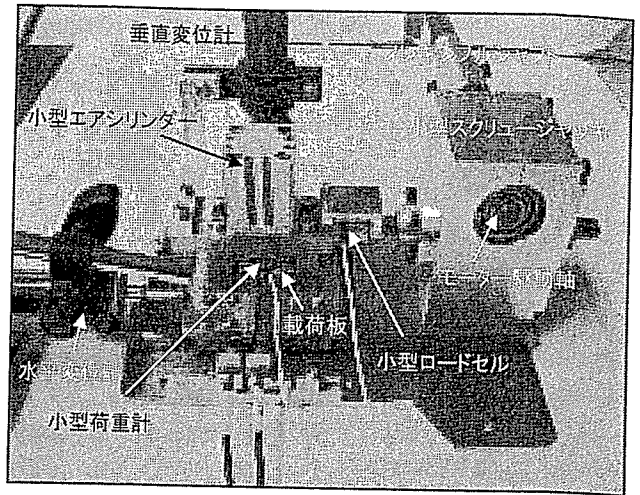


写真2 「表面」観察/分析用小型せん断ユニット

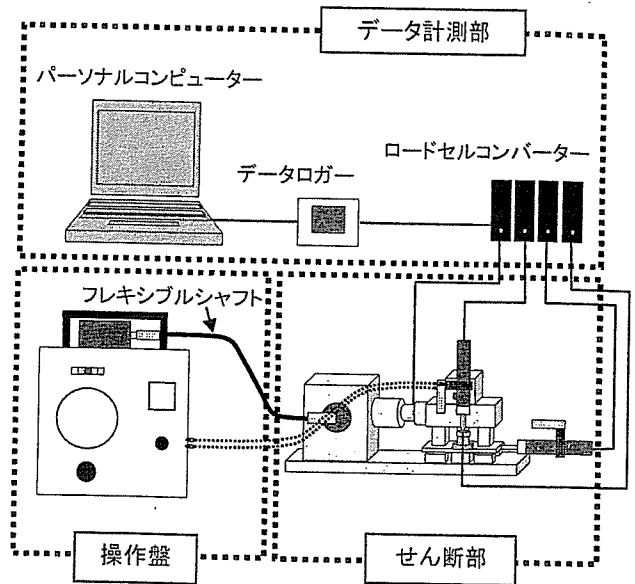


図2 「表面」観察/分析用小型せん断ユニット構成図

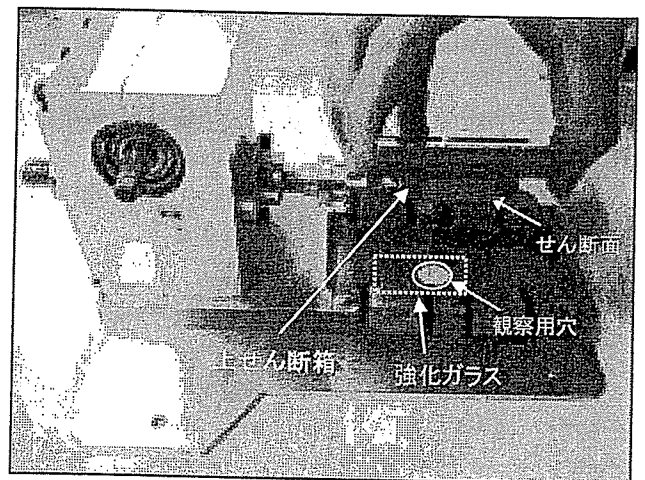
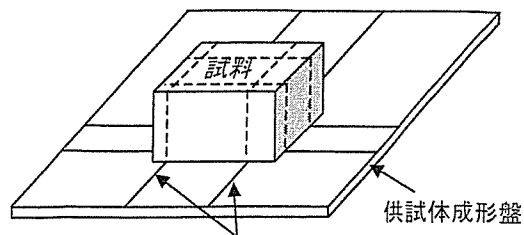


写真3 表面観察/分析部分の構成

- ① 供試体をせん断箱に挿入する。
- ② せん断箱の前面にアクリル板を取り付ける。ステージに強化ガラスを置く(「表面」観察/分析用)。
- ③ 上部のはみ出した試料をワイヤーソーでカットする。
- ④ せん断駆動部にせん断箱を取り付ける。
- ⑤ 垂直力測定用, せん断力測定用(「表面」用)の小型荷重計を取り付ける。
- ⑥ 垂直変位計, 水平変位計を取り付ける。
- ⑦ 圧密開始。
- ⑧ 3t法により圧密を打ち切る。
- ⑨ せん断を開始する(試験条件:表1)。
- ⑩ 残留状態に至った時点で, 観察, 分析を行う。
- ⑪ 試験終了

なお, 各種分析機器への取り付けのタイミングは, 対象機器により異なる。

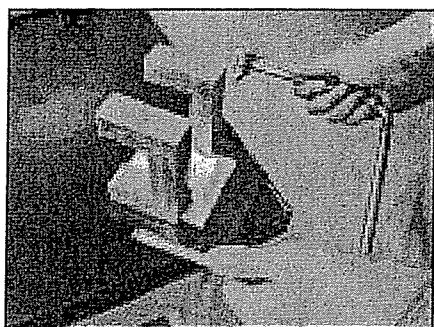


この線にあわせてカットする

図3 供試体の成形方法

表1 せん断試験の試験条件

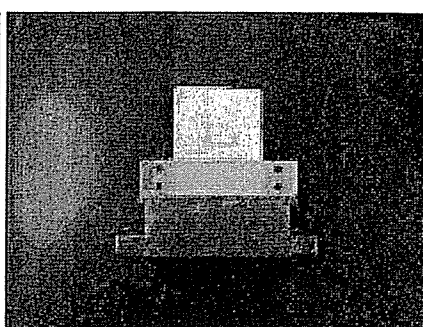
| 試験条件 | 圧密定圧条件 |
|--------|------------|
| せん断速度 | 0.1 mm/min |
| せん断変位置 | 6 mm |



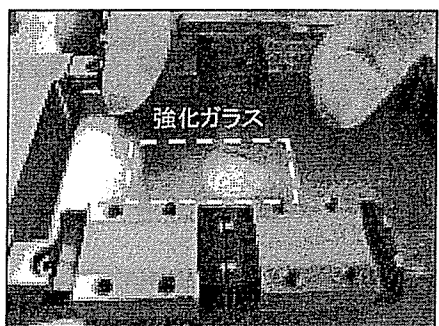
① 試料をトリミングする



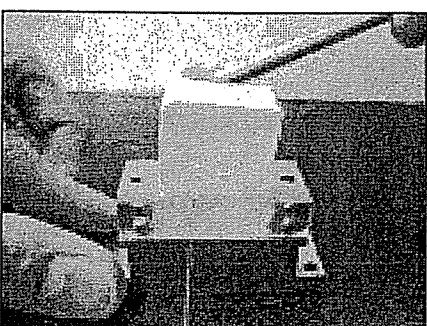
② 供試体をせん断箱に挿入する



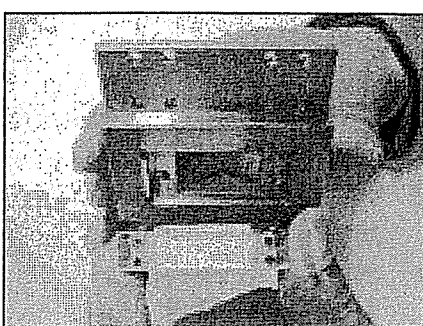
③せん断箱前面にアクリル板を取り付ける



④ ステージに強化ガラスを置く



⑤ はみ出した試料をカットする



⑥ せん断箱を駆動部に取り付ける

写真4 試験手順

4. 繰り返し一面せん断試験

「表面」用小型せん断ユニットを用いて試行的に繰り返し一面せん断試験を行った。供試体には繰り返し NSF 粘土を用いた。試験は圧密定圧条件とし, せん断速度:0.1mm/min, せん断変位置(一方向):6mm, 繰り返し回数:6回, 累積変位置:36mm(6mm×6回)である。図4に圧密結果を示す。図より一次圧密から二次圧密に至る過程が確認できる。3t 到達時間は480000秒(133時間20分)で, 我々が普段実施している一面せん断試験に比べると長い。試験終了後, せん断箱から供試体を取り出したところ供試体が乾燥していた。乾燥対策が今後の課題である。なお, 圧密曲線の経過時間1000秒付近にみられる0.06mm程度の沈下は, 供試体とせん断箱との間に生じた隙間を供試体が埋めたことによるとみられる。

図5にせん断応力-水平変位関係を示す。せん断開始直後

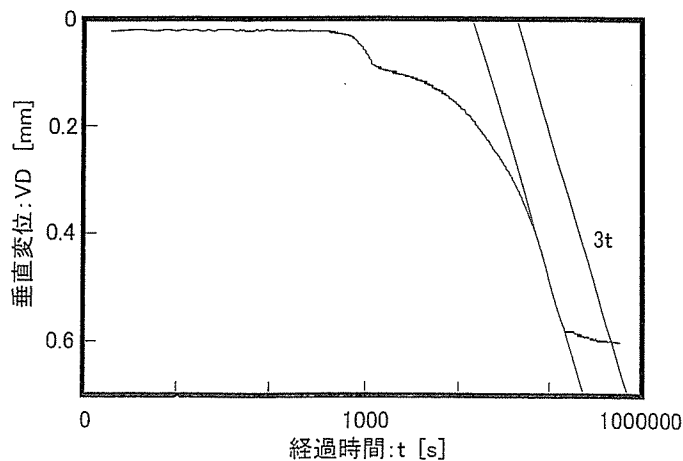


図4 圧密曲線

には 20kPa ほどあったせん断応力が繰り返しせん断により 12kPa～14kPa に収束していることがわかる。「表面」用せん断ユニットにより残留状態にできることが確認された。

5. 今後の予定(分析機器への取り付け)

写真5, 写真6に小型せん断ユニットを顕微 FTIR(フーリエ変換型顕微赤外分光分析装置), CLSM(共焦点レーザー顕微鏡)に取り付けた様子を示す。今後の予定として, 「断面」用ユニットを用いてせん断面に吸着している水の分光学的特性を, 「表面」用ユニットを用いてせん断面とガラスとの接触状態を明らかにする予定である。

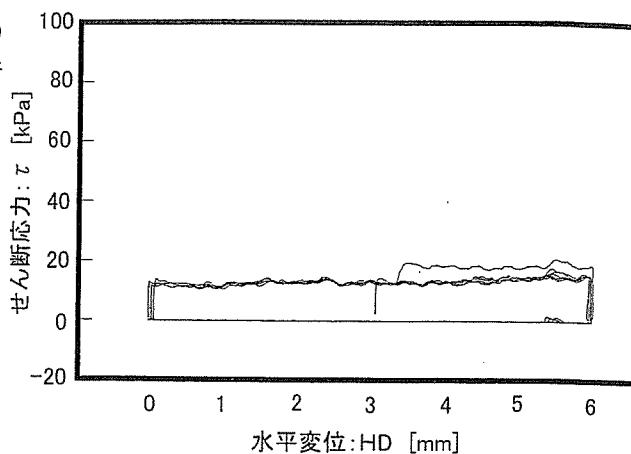


図5 せん断応力[τ]-水平変位[HD]の関係

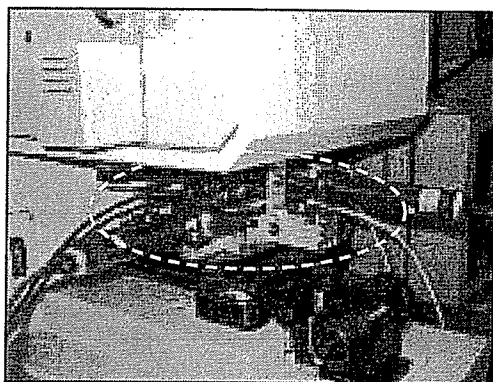


写真5 FTIR に取り付け「表面」観察/分析用小型せん断ユニット

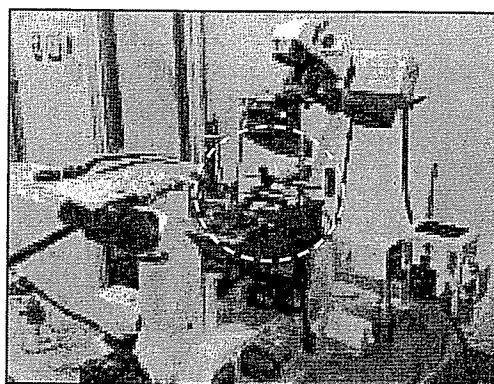


写真6 共焦点レーザー顕微鏡に取り付けた「表面」観察/分析用小型せん断ユニット

参考文献

- 1) 大河原正文・三田地利之:粘土の残留状態におけるせん断抵抗係数 $\tan \phi' r$ と真実接触面積との関係, 地盤工学会北海道支部技術報告集, 第46号, pp.107-114, 2006
- 2) 大久保幸倫・大河原正文・三田地利之:粘土鉱物中の水分析 -FTIR および NMR 測定-, 地盤工学会北海道支部技術報告集, 第46号, pp.115-118, 2006
- 3) 久常雄大・大河原正文・三田地利之:原子間力顕微鏡による粘土のマイクロ摩擦力測定, 第50回粘土科学討論会講演要旨集, pp.198-199, 2006