

# 粘性土における aggregate の大きさ分布に 及ぼす乾燥処理の影響

— SEM用の試料作成に関する基礎研究(I)—

中村忠春\*, 宮内定基\*, 橋本静夫\*

Influence of Drying on Aggregate Size Distribution of Cohesive Soils

— The fundamental studies on preparation of cohesive  
soils for scanning electron microscopy (I) —

Tadaharu NKAMURA, Sadaki MIYAUCHI and Shizuo HASHIMOTO  
Faculty of Agriculture, Ehime University

## I はじめに

粘性土の理工学性に関する研究には、常に土壤構造の問題がつきまとう。この土壤構造を解明する手段には、外力に対する挙動や、状態変化に伴う理工学性の変化等から土壤構造を推察しモデル化する方法と、拡大鏡によって、土壤構造を直視し解明する方法がある。前者には、推論の域を脱し得ない欠点があり、後者では拡大鏡の性能と直視するための試料成形がネックとなる。

近年、拡大鏡の性能の点については、低倍率から高倍率の広範囲にわたって使用可能な上に、焦点深度が深くて立体的な像が見える走査電子顕微鏡 (SEM) の普及によって、相当以上に問題点が解決されてきた。そして、土壤構造の観察にもしばしば用いられるようになり<sup>1-4)</sup>、その成果をあげつつある。しかし、透過電子顕微鏡に比較して試料成形が容易であるとはいえ、試料成形上の問題は現時点でも解決されておらず、各研究者が工夫をこらしつつ供試しているのが実情である。特に、土壤水の処理に関しては、50倍程度以下の低倍率では、土壤水を凍結させて川の状態の代わりに氷河の状態を観察することも可能であるが<sup>5)</sup>、高倍率では試料の乾燥が必須条件となり、それに伴う土壤構造の変化が問題となる。試料の乾燥には一般的な方法として、自然乾燥法、凍結乾燥法、臨界点乾燥法の3種があり、Bardenら<sup>6)</sup>や宮内ら<sup>7)</sup>は自然乾燥法、松尾ら<sup>8)</sup>やMesriら<sup>9)</sup>は凍結乾燥法を適用して観察している。手順がはん雑なためか、臨界点乾燥法を土壤構造の観察に適用した例は、著者らの知る範囲では見当たらない。これら乾燥法の基本的留意点をはじめとして、SEMに関する基本的事項については、櫻井<sup>10)</sup>が要領よくまとめているので本報では割愛

したい。

そこで、本報ではまず第一段階として、自然乾燥法、凍結乾燥法、臨界点乾燥法、さらには土壤構造の変化に対しては最も劣悪な方法と常識的に考えられる炉乾燥法を採用し、それらの乾燥処理が aggregate の大きさ分布に及ぼす影響を実験的に明らかにした結果について報告する。なお、本報告においては乾燥処理が aggregate の大きさ分布に及ぼす影響を、大きさの平均値と分布の均一性の両面から考察したい。その過程で、凍結乾燥法の具体的な手順の決定に必須な諸事項に関する予備実験結果についても触れたい。また、従来のSEMを用いた研究は、巨視的な理工学性を理解するための定性的な裏付け資料として写真を用いるケースが大半を占めている。本報では、SEM写真を用いて、定量的かつ普遍的に土壤構造を把握するために必要なサンプル数についても報告する。

## II 供試土と実験方法

### 1. 供試土

供試土としては、三重県安濃町の野菜試験場内林地の非火山灰性黒ボク土 (30~50cm深さ)、朝倉ダムのコア用土に用いられた愛媛県朝倉村原野の粘質マサ土 (60~80cm深さ)、および本学附属農場から採土した水田表土 (10~30cm深さ) と水田心土 (50~80cm深さ) の計4種類を用いた。これらの供試土を生土の状態、土壤構造と水分の変化を最小限にするよう細心の注意を払いながら手で細かくほぐした、2~1mm粒径の aggregate を試料とした。供試土の基本的性質は表-1に示すとおりである。

\* 愛媛大学農学部

表-1 供試土の物理性

供 試 土	$G_s^{*1}$	LL	PL	Sand	Silt	Clay	$C_o^{*2}$
黒ボク土	2.55	62.0%	46.0%	3.1%	6.2%	90.7%	9.4%
水田表土	2.61	41.4	29.2	43.5	46.2	10.3	2.4
水田心土	2.65	40.0	23.7	36.8	45.7	17.5	1.0
粘質マサ土	2.70	58.1	42.1	55.1	15.7	29.2	—

※1：真比重， ※2：有機物含有量

なお、凍結乾燥法に関する予備実験には、上述の粘質マサ土の外に、愛媛県玉川町の砂質マサ土 ( $G_s$ (真比重)=2.73, LL=31%, PL=25%), 佐賀県川副町の有明粘土 ( $G_s$ =2.56, LL=73%, PL=45%), 宮崎県東諸県郡塚原の赤赤ヤ ( $G_s$ =2.52, LL=245%, PL=167%) と黒ボク土 ( $G_s$ =2.42, LL=151%, PL=115%) の5種類を用いた。これらの供試土を生土の状態ですべて細かくほぐし、 $3/cm^2$ の圧力で静的に締め固めて供試した。また、不攪乱土も一部用いた。

2. 乾燥処理

各乾燥法の手順の決定に際しては、それらの本質を失することなく、かつ比較的容易に準備できる機材を使用する、基本的な方法を心がけた。具体的な方法は下記のとおりである。

1) 炉乾燥法

試料を容量50ccの秤量瓶に $1/3 \sim 1/2$ 程度入れ、 $105^\circ C$ に保った乾燥炉内で24時間乾燥した。

2) 自然乾燥法

試料をバット内に厚さ1cm程度に入れ、風通しの良い室内で、2時間に1回程度混ぜ合わせながら、含水比が減少しなくなるまで乾燥させた。所要日数は試料差があったが、2~3週間程度であった。

3) 凍結乾燥法

この方法は、試料をまず急速に凍結した後に、真空中で昇華速度を速めながら水分を取り除く方法である。したがって、実行に当っては冷却時間、真空度および凍結乾燥時間を知る必要があり、下記の予備実験を行った。

中心部に熱電対を埋め込んだ約1cm立方の試料を、液体窒素(沸点： $-195.8^\circ C$ )中に下半分だけ浸して冷却速度を調べた。その結果は図-1に示すとおりである。この図から以下のことがわかる。すなわち、低含水比の砂質マサ土を除けば、常温の約 $18^\circ C$ から $0 \sim -5^\circ C$ まで温度が低下する初期冷却に数秒から20数秒の時間を要するが、その後は急速に温度が低下する。また、試料別に見ると、粘質マサ土と有明粘土は高含水比の方が低含水比の試料に比して、より早く温度が低下する。これに対し、砂質マサ土では逆に高含水比の試料の方が遅く、低含水比状態では他の試料と比較しても著しく速い。粘質マサ土、

有明粘土とも、これらの水分状態では含水比の高低に拘わらず3相系の状態と考えられる。3相系で、かつこの程度の低水分状態での熱伝導の特性としては、どのような土壌においても水分の増加とともに熱伝導率は直線的に増加し、その増加傾向は粗粒土ほど大きいことが知られている<sup>8)</sup>。粘質マサ土と有明粘土の含水比の高低による冷却速度の差異はこの既往の研究成果と対応させることによって容易に理解できる。

次に、砂質マサ土については、含水比16%の場合には3相系であるのに対し、5%の場合には固・気相の2相系の状態と考えられ、両試料間の状態には本質的な違いが存在するため同レベルでは比較できない。2相系の熱伝導の特性は、間隙率の増加に伴って熱伝導率が指数関数的に減少することが知られている<sup>8)</sup>。これは、間隙率の増加に伴って熱の不導体である空気の量が増加することに主因があるものと考えられる。しかし、今回の実験では試料を液体窒素に直接浸しているため、土粒子間間

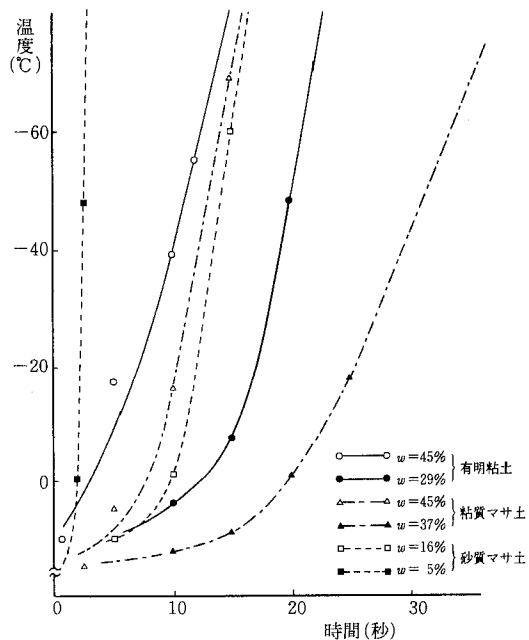


図-1 冷却温度と時間との関係

隙に液体窒素が浸入して、土粒子を直接冷却するために冷却速度が著しく速くなるものと考えられる。

土壌水は一般に塩分を溶解しているために、凍結温度は0℃以下となるが、本報では安全を見込んで-5℃と仮定した。そこで、-5℃まで冷却するに要する時間に着目すると、粘質マサ土の含水比37%の場合が最も遅くて22秒、最も速いのは砂質マサ土の含水比5%の2秒である。これは供試体の下半分だけを液体窒素に浸した場合の凍結時間である。しかし、実際のSEM用試料の作成時には、試料全体を液体窒素の中に完全に浸してしまうので、最も遅い粘質マサ土においても10秒程度で凍結し、20秒も冷却すれば-30~-60℃にまで低下するものと推察される。さらには、本実験で用いる試料は1~2mm粒径のaggregateと小容量のために、より一層、急速に冷却され、土壌水が凍結する際に非晶質のガラス状の氷となり、土壌構造にはほとんど悪影響を及ぼさないものとする。これらの結果から、本実験で採用する液体窒素中での冷却時間は20秒を採用することにした。

次にデシケータ内の真空度に関する実験結果を図-2に示す。実験は、排気量が50ℓ/minの真空ポンプ2台と、直径が22cmと12cmの大小2個のデシケータで4つの組み合わせをつくり、初期真空度を調べた。図から、平衡状態に達した後の真空度にはほとんど差が認められないが、減圧開始初期には差が認められ、当然のことながら直径12cmのデシケータで真空ポンプ2台の組み合わせが最も減圧効果の大きいことがわかる。この場合、運転開始後30秒で7mmHg、1分後に3mmHg、2分後には2mmHgまで減圧され、その後は真空ポンプの運転を1台に替えても2mmHgの状態を保った。

最後に、凍結乾燥時間に関する実験をpF1とpF2に水分調整した不攪乱状態の赤ホヤと黒ボク土（いずれも1cm立方程度の大きさ）で行なった結果を図-3に示す。図から、含水比と凍結乾燥時間とはベキ関係にあり、含水比の低下すなわち水分の昇華は、乾燥の初期に顕著で

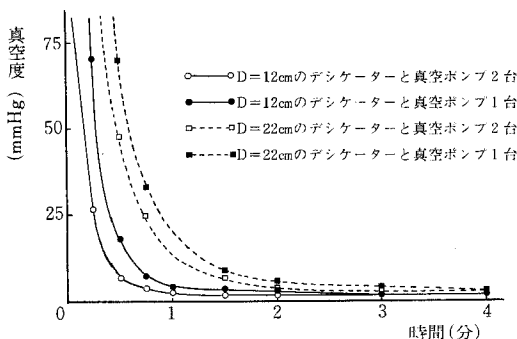


図-2 真空度と真空ポンプの吸引時間との関係

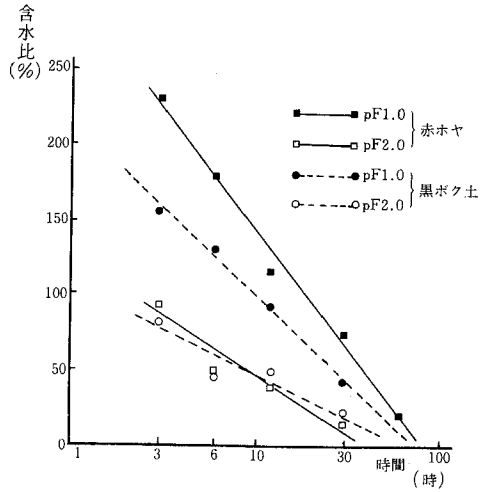


図-3 含水比と凍結乾燥時間との関係

(2mmHg, -10~-15℃)

あることがわかる。これは、水分の昇華が試料の表層から始まり、次第に内部に向かって進むためと考えられる。

次に、真空ポンプ運転開始後12時間、72時間経過後の各試料の含水比と含水比低下率を表-2に示す。表から、12時間後にはどの試料でも5~6割、72時間後では9割以上の土壌水が昇華していることがわかる。真空度3mmHgのまま120時間継続しても、含水比は赤ホヤが9%、黒ボクが12%であった。これは真空度3mmHg、-10℃の条件下で、デシケータ内の水蒸気圧と土の水分保持力が平衡を保っているためと考えられる。ちなみに、3mmHg、-10℃、相対湿度100%で平衡していると仮定すると、pF値は5.6となる。一般にpF5.5といわれている風乾含水比は、赤ホヤが13%、黒ボクが16%であることからみても、凍結乾燥で得られた乾燥状態は、SEM試料として十分であると考えられる。

以上の予備実験の結果から、下記の順序で凍結乾燥を行なった。まず、内側にトレーシングペーパーをはり付けた金網製の試料カゴに試料を入れ、それを糸でつるしながら液体窒素中に20秒間全浸して急速凍結した。その

表-2 12・72時間経過後の含水比と含水比低下率

経過時間	含水状	赤ホヤ		黒ボク土	
		pF1.0	pF2.0	pF1.0	pF2.0
乾燥前の含水比		286%	118%	187%	92%
12時間	含水比	116	47	92	38
	含水比低下率	59	68	51	49
72時間	含水比	9	9	12	12
	含水比低下率	97	92	94	87

後、あらかじめ重量比 1 : 5 の割合で食塩を加えた水で囲んで、-10~-15℃に冷却した直径12cmのデシケータ内に試料を速やかに入れ、真空ポンプ2台で2分間減圧し、その後は1台ずつ交互に8時間ずつ合計72時間運転し乾燥させた。なお、氷は外部からの熱を遮断するために発泡スチロールで囲み、12時間ごとに新しいものと交換した。

4) 臨界点乾燥法

この方法は臨界現象、すなわち臨界点における温度と圧力以上では気体の液化が発生しない現象を利用しつつ、気・液界面に働く表面張力をなくして乾燥させる方法である。操作が複雑ではあるが、現在、理論的には最も良好な方法とされている。

具体的な脱水操作は、植物試料に適用されている方法<sup>9)</sup>を参考にしながら以下の手順で行なった。まず試料をトレーシングペーパーに包み、それを表-3に示す順序でアルコールに浸して土壤水を脱水し、さらにはそれをアセトンに置換する。置換終了後、0℃に冷却した臨界点乾燥器の試料室に手早くセットし、液化炭酸を徐々に導入してアセトンを置換する。そして、20℃で30分間放置し、引き続いて43℃で40分間放置して液化炭酸を気化する。その後、0.5 l/min 程度の速度で排気し乾燥させた。

以上で述べた4乾燥法で乾燥させた各試料の含水比を表-4に示す。この表から、いずれの試料も炉乾燥に次いで臨界点乾燥と凍結乾燥の含水比が高く、自然乾燥において最も高い含水比を示すことがわかる。

表-3 臨界点乾燥法における試料の処理方法

順序	処理液の濃度	処理時間
1	30%エチルアルコール	15分間
2	50% "	"
3	70% "	"
4	80% "	"
5	90% "	15分間を2回
6	90%エチルアルコールと90%アセトン等量混合液	"
7	95%アセトン	20分間を2回
8	特級 "	20分間を4回

表-4 乾燥方法別の最終含水比

乾燥方法	黒ボク土	水田表土	水田心土	粘質マサ土
炉乾燥	0.0 %	0.0 %	0.0 %	0.0 %
自然乾燥	4.6	7.8	8.5	8.0
凍結乾燥	3.6	1.2	6.8	1.6
臨界点乾燥	3.1	1.0	6.1	1.2

3. 検鏡と aggregate の大きさ測定

乾燥終了後、直ちに両面テープでSEM用試料台に、各試料・各乾燥法ごとに無作為に抽出した36粒づつの aggregate を固定し、イオンコートで試料表面に金を蒸着した。その後、SEM (日立-明石製・MSM-7C型) で、各 aggregate が視野に完全に入ってしまう50倍でそれぞれ撮影し、現像・焼付けを行なった。したがって、撮影した aggregate の数は576粒である。それらの写真上で、aggregate 部分をプラニメータで2回往復し平均することによって求めた面積を、各 aggregate の大きさとした。

III 実験結果と考察

1. 分布特性

乾燥前の aggregate の大きさ分布には、実験手順上、正規性が存在すると考えられる。そこで、まず乾燥処理に伴う分布特性の変化を乾燥方法別に調べてみる。図-4に代表例として水田表土の度数分布を示す。図から、乾燥方法によって度数分布の形状には差異があり、凍結乾燥の場合には正規性の存在がかなり高い精度で窺えるが、炉乾燥や自然乾燥の場合にはその存在の疑わしいことがわかる。他の試料においても乾燥方法によって度数分布の形状に差異があるので、正規性に関する $\chi^2$ 検定を

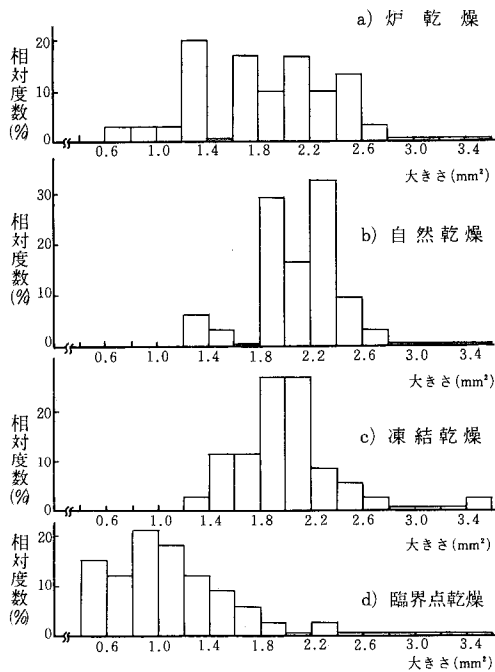


図-4 aggregate の大きさに関する度数分布 (水田表土)

表-5 正規性に関する $\chi^2$ 検定結果

乾燥方法	供 試 土	n	$\chi^2_0$	$\chi^2_{\alpha}$		正規性(○:有)	
				$\alpha=0.05$	$\alpha=0.02$	$\alpha=0.05$	$\alpha=0.02$
炉 乾 燥	黒ボク土	34 個	16.0	14.1	16.6	×	○
	水田表土	30	7.8	14.1	16.6	○	○
	水田心土	35	16.8	14.1	16.6	×	×
	粘質マサ土	35	16.2	16.9	19.7	○	○
自然乾燥	黒ボク土	36	24.0	9.5	11.7	×	×
	水田表土	31	11.0	9.5	11.7	×	○
	水田心土	35	8.1	12.6	15.0	○	○
	粘質マサ土	31	5.8	16.9	19.7	○	○
凍 結 乾 燥	黒ボク土	35	11.1	15.5	18.2	○	○
	水田表土	34	4.2	12.6	15.0	○	○
	水田心土	35	4.7	11.1	13.4	○	○
	粘質マサ土	35	11.0	12.6	15.0	○	○
臨 界 点 乾 燥	黒ボク土	27	22.8	12.6	15.0	×	×
	水田表土	33	10.8	12.6	15.0	○	○
	水田心土	35	8.1	11.1	13.4	○	○
	粘質マサ土	30	8.8	15.5	18.2	○	○

行ない、その結果を表-5にまとめて示す。サンプル数(n)が27~36の範囲に分布しているのは、一部で撮影に失敗したためである。

表-5から、危険率5%の場合には16例中11例に、また危険率2%の場合には16例中13例において正規性は棄却されることがわかる。いま、危険率5%の結果に着目すると、4試料すべてに正規性が認められるのは凍結乾燥のみであり、臨界点乾燥では3試料、自然乾燥と炉乾燥では2試料においてのみ正規性が認められる。続いて試料別に見ると、含有有機物に起因してaggregateの構造が最も発達していると推察される黒ボク土において、特徴的な結果を示していることがわかる。すなわち、正規性が認められるのは凍結乾燥の場合のみであり、他の方法においてはいずれも認められない。

$\chi^2$ 検定において、7~8割方の場合に正規性が棄却されることが判明したので、以下においてはaggregateの大きさ分布を正規分布と仮定して取扱うことにする。

## 2. 平均値・バラツキの大きさと必要サンプル数

表-6に各乾燥法ならびに試料別のサンプル数(n)、平均値( $\bar{x}$ )、標準偏差(S)、変動係数( $C_v=S/\bar{x}$ )、信頼度95%で平均値の区間推定を行なった結果をそれぞれ示す。また、危険率( $\alpha$ )と誤差率( $\epsilon$ )を変化させて計算した必要サンプル数(N)も併記している。但し( )内の数字は、度数分布に正規性が存在しないため、参考データとして示している。

まず $\bar{x}$ については、乾燥方法別に4試料の値を平均して比較してみると以下のごとくなる。すなわち、自然乾

燥が1.94、炉乾燥が1.92、凍結乾燥が1.78、臨界点乾燥が1.07mm<sup>2</sup>の順に小さくなっており、臨界点乾燥の値が他に比較して極端に小さくなっている。これは、土壌水をアルコールやアセトンで脱水し置換する操作中に、試験管内の溶液が濁ってくる観測から判断して、aggregate表層の弱結合の土粒子がはく離するためと考えられる。次に、はく離されてaggregateが縮小化される割合を100(臨界点乾燥法の $\bar{x}$ )/(他の3乾燥法の $\bar{x}$ の平均値)で試料別に見ると、黒ボク土が55%、水田表土が54%、水田心土が55%、マサ土が63%となり、試料間の差異はほとんど認められないことがわかる。

また、凍結乾燥が臨界点乾燥ほどではないにしても、自然乾燥や炉乾燥に比較して小さな値を示している。これは、試料を液体窒素中で瞬間的に凍結する際に、aggregate表面の、ごく弱結合された土粒子がはく離している結果と考えられる。

これらの実験事実から、本報告で用いた1~2mm粒径程度のaggregateの大きさ分布( $\bar{x}$ )に関しては、乾燥収縮よりも表面に分布する土粒子のはく離の影響の方が大きいといえよう。

次に、各乾燥処理が個々のaggregateに及ぼす影響を均一性の面から検討してみる。

まずバラツキの程度を $C_v$ で見ると。試料調整の時点で4試料とも1~2mm粒径に統一し、各々は正規分布していると考えられる。乾燥処理前における4試料の $C_v$ は、必ずしも同一とは考えられない。したがって、ここでは各乾燥方法別における4試料の $C_v$ の平均値に着目すると、

表-6 aggregate の大きさのバラツキと必要サンプル数

乾燥方法	供試土	n (個)	$\bar{x}$ (mm <sup>2</sup> )	S (mm <sup>2</sup> )	C <sub>v</sub> (%)	平均値の 信頼区間	N (個)		
							$\alpha, \epsilon=0.05$	0.10	0.15
炉乾燥	黒ボク土	34	1.73	0.55	31.8	±0.185	154	27	9
	水田表土	30	1.83	0.52	28.4	±0.186	123	22	7
	(水田心土)	35	2.03	(0.47)	(23.2)	(±0.156)	(84)	(15)	(5)
	粘質マサ土	35	2.07	0.61	29.5	±0.202	135	24	8
自然乾燥	(黒ボク土)	36	1.54	(0.36)	(23.4)	(±0.118)	(85)	(15)	(5)
	水田表土	31	2.09	0.32	15.3	±0.113	37	7	2
	水田心土	35	1.67	0.44	26.3	±0.146	104	18	6
	粘質マサ土	31	2.44	0.59	24.2	±0.208	91	16	5
凍結乾燥	黒ボク土	35	1.90	0.54	28.0	±0.179	123	22	7
	水田表土	34	2.01	0.40	19.9	±0.134	62	11	4
	水田心土	35	1.38	0.30	21.7	±0.099	71	12	4
	粘質マサ土	35	1.79	0.38	21.2	±0.126	70	12	4
臨界点乾燥	(黒ボク土)	27	0.95	(0.35)	(36.8)	(±0.132)	(206)	(36)	(12)
	水田表土	33	1.07	0.43	40.2	±0.147	251	44	15
	水田心土	35	0.93	0.60	64.5	±0.199	627	110	38
	粘質マサ土	30	1.32	0.55	41.7	±0.197	266	47	16

自然乾燥が22%, 凍結乾燥が23%, 炉乾燥が28%, 臨界点乾燥が64%の順で大きくなる。続いて, これらの度数分布がどの程度に非対称的であるかを4試料の非対称度 ( $S_k$ )の平均値で見ると臨界点乾燥が0.78, 凍結乾燥が0.68, 炉乾燥が0.55, 自然乾燥が-0.11であった。このことから, 炉乾燥や自然乾燥は右傾化(分布の上限が小さくなり, 下限が広がる。)の傾向を示すことがわかる。これらの事実は, 相対的に  $C_v$  が小さくて  $S_k$  の大きい凍結乾燥が, aggregate の大きさ分布のバラツキに関しては, その影響の小さいことを示している。一方, 臨界点乾燥では  $C_v$ ,  $S_k$  とも大きい。これは, 先にも述べたごとく乾燥処理に伴って  $\bar{x}$  が小さくなる際に, すべての aggregate が均等に小さくならず, 2mm 径に近い大粒径のもの一部はそのまま残存するためと考えられる。

続いて, 各試料ごとの  $C_v$  の最大値と最小値の差に着目すると, 黒ボク土が13%, 粘質マサ土が21%, 水田表土が25%, 水田心土が43%となり, 黒ボク土では乾燥方法の違いによるバラツキの変化幅が狭いのに対し, 水田心土ではその3倍以上も大きいことがわかる。

統計的に必要なサンプル数については以下のことがわかる。すなわち, 危険率と誤差率を5%におさめるには, 炉乾燥では123~154個, 自然乾燥では37~104個, 凍結乾燥では62~123個, 臨界点乾燥では251~627個にも達する。そこで, 危険率と誤差率を10%にまであげると, それぞれ22~27個, 7~18個, 11~22個, 44~110個となり, 現実的なサンプル数となる。

### 3. aggregate の大きさの平均値に関する有意差

aggregate の大きさの平均値に関して, 各乾燥方法ならびに各試料ごとに有意水準5%で行なったF・t検定の結果を表-7に示す。但し, ( )内は一方もしくは両方に正規性が存在しないため, 参考データに過ぎない。この表から, 各乾燥方法間における有意差の存在する割合を各試料について見ると炉乾燥~自然乾燥では2例中2例で100%, 炉乾燥~凍結乾燥では3例中1例で33%, 炉乾燥~臨界点乾燥では2例中2例で100%, 自然乾燥~凍結乾燥では3例中2例で67%, 自然乾燥~臨界点乾燥と凍結乾燥~臨界点乾燥では, 3例中3例で100%となり, 臨界点乾燥が関連する組み合わせでは, いずれの試料においても有意差の存在することがわかる。

次に, 各試料ごとに方法間の有意差の存在する割合を見ると, 黒ボク土では1例中0例で0%, 水田表土では6例中4例で67%, 水田心土では3例中3例で100%, 粘質マサ土では6例中6例で100%となる。これらの結果から, 水田心土や粘質マサ土のように地表面下50~60cm程度の所に存在し, 乾燥履歴を受けていない試料においては乾燥方法の違いを敏感に反映することがわかる。

## VI まとめ

以上で述べた一連の実験結果から明らかにし得たことをまとめると, 以下のごとくなる。

(1) 本報で用いた aggregate の大きさ分布に関しては, 危険率5%の場合には約7割に, また危険率2%の場合には約8割に正規性が認められる。その内訳を乾燥方法別に

表-7 aggregate の大きさの平均値に関する有意差検定結果 (○: 有意差が存在)

(1) 黒ボク土

乾燥方法	炉乾燥	(自然乾燥)	凍結乾燥	(臨界点乾燥)
炉乾燥		(×)	×	(○)
(自然乾燥)			(○)	(○)
凍結乾燥				(○)
(臨界点乾燥)				

(2) 水田表土

乾燥方法	炉乾燥	自然乾燥	凍結乾燥	臨界点乾燥
炉乾燥		○	×	○
自然乾燥			×	○
凍結乾燥				○
臨界点乾燥				

(3) 水田心土

乾燥方法	炉乾燥	自然乾燥	凍結乾燥	臨界点乾燥
(炉乾燥)		(○)	(○)	(○)
自然乾燥			○	○
凍結乾燥				○
臨界点乾燥				

(4) 粘質マサ土

乾燥方法	炉乾燥	自然乾燥	凍結乾燥	臨界点乾燥
炉乾燥		○	○	○
自然乾燥			○	○
凍結乾燥				○
臨界点乾燥				

見ると、4 試料すべてに正規性が存在するのは凍結乾燥法のみである。また、試料別に見ると、aggregate の構造が最も発達していると考えられる黒ボク土では、凍結乾燥の場合にのみ正規性が存在し、他の乾燥法の場合にはいずれも存在しない。

(2) aggregate の大きさの平均値は、試料の違いに拘わらず臨界点乾燥が他の方法に比較して小さくなり、その差はF-t検定の結果によると有意と判定される。また、試料別の各乾燥方法間の有意差に着目すると、水田心土や粘質マサ土のような、乾燥履歴を受けていないと考えられる試料においてのみ100%有意であった。

(3) バラツキに関しては、凍結乾燥法が他の乾燥方法と比較して相対的に $C_v$ が小さく、 $S_k$ が大きな値を示し、乾燥処理の影響が小さい。試料別に $C_v$ の最大値と最小値の差に着目すると、黒ボク土が最小で13%であるのに対し、水田心土では43%にも達する。

(4) 統計的に必要なサンプル数は、乾燥方法や試料によって差はあるが、平均的に見ると危険率と誤差率を5%にすると、160個前後となる。危険率と誤差率を10%にすると30個前後となり、現実的な数となる。

(5) 以上で述べた aggregate の大きさ分布を総合的に見ると、凍結乾燥法においては、aggregate 表面の土粒子のはく離がわずかに認められるものの、処理に伴う変

化の均一性の面では他の乾燥法よりもその影響が最も小さく、優れた乾燥法と結論づけられる。また、試料別に乾燥処理の影響を見ると、乾燥履歴を強く受けている水田表土ではその影響が小さい。

以上、本研究で明らかにし得た点についてまとめたが、臨界点乾燥法の土試料への適用の可否の問題を含め、SEM 用試料としては aggregate の大きさと同様に重要と考えられる aggregate の内部構造に及ぼす乾燥処理の影響に関しては次報で触れたい。

おわりに、本研究を進めるに当たり、熱電対の使用でご助力を頂いた本学の長谷場徹也教授、ならびに SEM の使用等に関し、貴重なご助言とご協力を頂いた、本学の宮武睦夫助教授と白石雅也助教授、および実験補助とデータ整理にご尽力下さった本学の学部専攻生であった大浦三徳君(現、エコー建設コンサルタント)、加藤修二君(現、香川県庁)、井内孝俊君(現、小野測器)、さらには長谷川千里嬢に深謝の意を表します。

なお、本研究の一部は昭和57年度(課題番号57560234)文部省科学研究費の補助を得て行なわれたものであることを附記する。

参 考 文 献

1) Barden, L. and Sides, G.: Sample Disturbance in the Investigation of Clay Structure, *Geotechnique*.

- 21, 3, 211~222(1971)
- 2) Yong, R.N. and Mckyes, E.: Yield and Failure of a Clay under Triaxial Stresses, *Proc. A. S. C. E.*, SM1, 159~176(1971)
- 3) 松尾新一郎, 嘉門雅史: 物理化学的見地からのいわゆるヘドロの工学的性質について, *土木論集*, **209**, 103~113(1973)
- 4) Mesri, G., Rokhsar, A. and Bohor, B.F.: Composition and Compressibility of Typical Samples of Mexico City Clay, *Geotechnique*, **25**, 3, 527~554(1975)
- 5) 中村忠春, 宮内定基: 土の構造と水分保有形態—シラス地帯における土の特性と水の動態(VI)—*農土論集*, **93**, 37~43(1981)
- 6) 宮内定基, 中村忠春, 酒井俊典: 粘性土における繰返し載荷に伴う pF 値の変化と土壤構造との関係, *農土論集*, **106**, 51~60(1983)
- 7) 櫻井雄二: 走査電子顕微鏡, *土壤の物理性*, **42**, 41~47(1980)
- 8) 八幡敏雄: 土壤の物理, 東京大学出版会, pp127~129(1975)
- 9) 白石雅也: SEM 用への植物器官の試料作製法, *細胞*, **11**, 4, 41~50(1979)
- (1985. 4. 19受理)

### Summary

To check the change occurring in soil structure during preparation of specimens for scanning electron microscopy (SEM), four samples of field-moist cohesive soils (2-1 mm esd) were dried by four different methods. The effect of the drying was assessed in terms of particle size distribution found in the dried soils by measuring the size of particles under SEM. The soil samples consisted of one each of the following: so-called non-ash-derived kuroboku soil, weathered granite of clayey texture, and surface and subsurface soils from a paddy. The drying method consisted of air-drying at room temperature, oven-drying at 105°C, freeze-drying, and critical-point-drying.

Particle size distribution of dried samples varied both with type of soil and drying method. Statistical analyses of the results, however, showed the following:

- a) The freeze-drying method was the only one that gave normal particle size distribution for all soil types tested.
- b) With all soil samples, critical-point drying gave the smallest mean values of particle size significantly smaller than those obtained by the other drying methods.
- c) Freeze-drying gave the most consistent results and the largest asymmetry of particle size distribution.

The above results indicate that, among the four methods employed, freeze-drying has the least effect on the soil structure; therefore it is the most suitable means for drying soil samples for studies of microscopic soil structure.