



## 水分吸脱着測定装置 “AquaLab VSA”を用いた 低水分領域の土の水分保持曲線の測定

渡辺晋生<sup>1</sup>・長田友里恵<sup>1</sup>・坂井 勝<sup>1</sup>・取出伸夫<sup>1</sup>

Successive measurement of water retention curves for relativity dry soils using “AquaLab VSA”

Kunio WATANABE<sup>1</sup>, Yurie OSADA<sup>1</sup>, Masaru SAKAI<sup>1</sup> and Nobuo TORIDE<sup>1</sup>

**Abstract:** The AquaLab Vapor Sorption Analyzer (VSA) is an automatic isotherm generator to measure water potential for a sample with a chilled-mirror dew-point sensor while gravimetrically tracking the sample weight during wetting and drying processes. In this study, we applied the VSA to measure water retention curves for relatively dry soils ranging from  $-7.2 \times 10^4$  cm to  $-3.2 \times 10^6$  cm, and investigated the accuracy of measurement and properties of the VSA setting parameters. We confirmed that soil water potential was equilibrated with air humidity for the DVS method with 0.01 %  $h^{-1}$  of the weight trigger. The equilibrated water content by weight was almost identical regardless of the soil bulk density since the surface retention was dominant in the dry range. The newly developed DDI (Dynamic Dewpoint Isotherm) method was validated with the DVS method. The DDI method could accurately measure successive retention curves for 50 h measuring time with the flow rate of 100 mL  $min^{-1}$ . Hysteretic retention curves as well as scanning curves in a dry range could be also observed in a repeatable manner for Fujinomori silty loam soil, Tokachi Andisol, and Tottori dune sand using the DDI method.

**Key Words :** water retention curve, soil water potential, chilled-mirror dew-point potentiometer, DDI method, hysteresis

### 1. はじめに

近年、Decagon社のWP4に代表される鏡面冷却露点式水ポテンシャル計 (Chilled-mirror dew-point potentiometer) が普及し、水頭単位で $-5000$  cm程度以下の低水分領域の土の水ポテンシャル測定に活用されている。この水ポテンシャル計で測定される土中の水ポテンシャルは、通常の溶質濃度の範囲ではマトリックポテンシャルに等しい (Jury and Horton, 2004)。そこで、測定の迅速さや簡便さから、鏡面冷却露点式水ポテンシャル計は、低

水分領域の水分保持曲線の測定法として、加圧板法や蒸気圧法と置き換わりつつある (Kirkham, 2005; Watanabe et al., 2012)。

土の水分保持曲線は、試料の湿潤や乾燥の履歴に依存する。そのため、脱水の主曲線では飽和試料から脱水、吸水の主曲線では乾燥試料から吸水により試料を作成する必要がある。しかし、低水分領域の試料では、作成時の試料管理や微少な水分変化の調整、水分平衡の判定など、履歴を明確にした試料調整が難しい。また、低水分領域の水分保持曲線のヒステリシスの測定例がほとんどないため、試料の履歴の水分保持曲線に及ぼす影響の詳細は不明である。

ところで、食品の品質管理や粉粒体の水蒸気透過率の測定等には、試料周囲の相対湿度を自動的に調整し、同時に試料の水ポテンシャルを鏡面冷却露点式水ポテンシャル計で測定する自動水分吸脱着測定装置が用いられている (たとえば Barbosa-Cánovas et al., 2007; Oliver and Meinders, 2011; Barba et al., 2013)。水ポテンシャルの測定方式には、一定湿度の空気を与えて水蒸気が吸着する過程の試料の重量を連続測定するDVS (Dynamic Vapor Sorption) 方式とわずかな湿度変化を与えながら平衡とみなす水ポテンシャルと試料の重量を連続測定するDDI (Dynamic Dewpoint Isotherm) 方式がある。DVSは従来からの測定方式であり、DDIはDecagon社のAquaLab VSA (Vapor Sorption Analyzer, 以下VSA) が新たに採用した方式である。DDIは、DVSに比べ測定時間が短く、高解像度の水分保持曲線が得られる特徴を持つ。食品については、VSAを用いたDVS測定と他の測定法との比較 (Shands and Labuza, 2009) やDDIとDVSの比較検討 (Schmidt and Lee, 2009) も進められている。しかし、VSAの土試料への応用例は少なく、DDI測定による土の水分保持曲線に対しては、土試料と送風空気の平衡についての検討が必要である。

そこで本研究では、まずVSAの測定原理を紹介した上で、低水分領域の土の水分保持曲線測定へのDVSとDDIの適用を検討する。それぞれの方式の設定パラメー

<sup>1</sup>Graduate School of Bioresources, Mie University, 1577 Kurima-Machiya, Tsu 514-8507, Japan. Corresponding author: 渡辺晋生, 三重大学 大学院生物資源学研究所  
2013年4月2日受稿 2013年6月27日受理

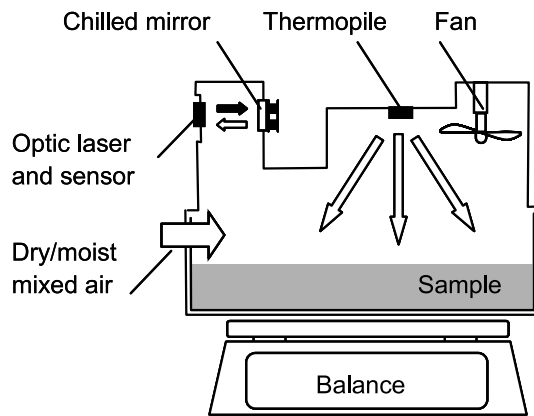


Fig. 1 VSA 試料室の概念図.  
Schematics of the VSA sample chamber.

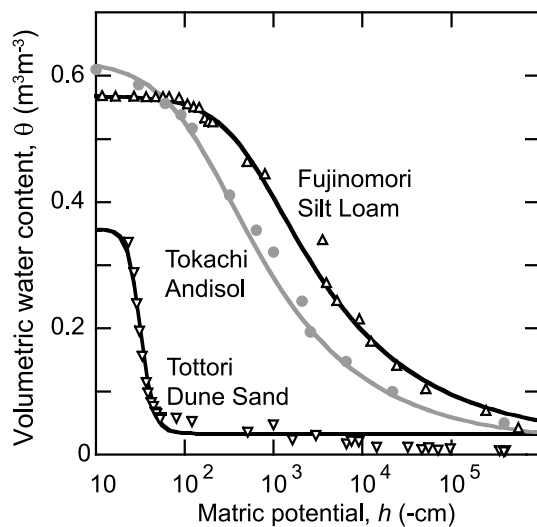


Fig. 2 吸引法, 加圧板法, WP4 で測定した 3 種の土の水分保持曲線.

Water retention curves for three types of soils measured with hanging water, pressure plate and chilled-mirror dew-point methods.

タ, 測定上の注意点を明らかにし, DDI による平衡ポテンシャル測定の精度を検討する. そして, 異なる土性の低水分領域の土の水分保持曲線, 吸水曲線と脱水曲線のヒステリシスの測定結果を報告する.

## 2. VSA の測定原理

### 2.1 水ポテンシャルと水分量の測定

Fig. 1 に, VSA の試料室の概要を示す. 試料室の容積は 15 mL 程度である. 試料室上部にはペルチェ素子とサーミスタを備えた鏡, 赤外温度計, 小型ファンが, 試料室下部には精度 0.1 mg の精密秤がそれぞれ配置されている. 0.5 ~ 5 g の試料を内径 37 mm のステンレスセル内に広げ, 精密秤上に静置する. 試料室を密閉後, 設定温度に保ちながら小型ファンを回し, 試料室の空気の相対湿度と試料を平衡させる. 次に, レーザー光を鏡面に照射しながら, 鏡の表面温度をペルチェ素子により変化させる. そして, 反射光の強度変化から鏡面の結露を判定し, 結露時の鏡面温度をサーミスタで測定する. また, 試料の温度と重量を赤外温度計と精密秤でそれぞれ

測定する.

試料の水分量については, 初期 (あるいは最終) 試料の含水比を基準値として, 試料重量の相対的变化から含水比を求める. 試料の水ポテンシャル水頭  $h_T$  (cm) は, まず試料温度  $T$  (K) に対応する飽和水蒸気圧  $P^*$  (Pa) と鏡面温度に対応する飽和水蒸気圧  $P$  (Pa) をそれぞれ算出し, 相対湿度  $a_w = P/P^*$  を求める. この  $a_w$  は水分活性ともよばれる (Stokes and Robinson, 1949; Campbell et al., 2010). そして, 次の Kelvin 方程式に基づき  $h_T$  を算出する (Schofield, 1935; Kirkham, 2005).

$$h_T = \frac{100 RT}{\rho_w g M} \ln a_w \quad (1)$$

ここで,  $R$  は気体定数,  $\rho_w$  は水の密度,  $g$  は重力加速度,  $M$  は水の分子量である.  $h_T$  は, マトリックポテンシャル  $h$  と浸透ポテンシャルの和である. なお, 本報では, ポテンシャルには水頭単位 (cm) を用いる.

(1) 式に従えば, 25 °C において  $a_w$  が 0.600, 0.950, 0.995 と増加すると,  $h_T$  は  $-7.03 \times 10^5$ ,  $-7.06 \times 10^4$ ,  $-6.90 \times 10^3$  cm と指数関数的に増加する. また, (1) 式の  $a_w$  と  $h_T$  の精度は, 主に赤外温度計による  $T$  の測定精度に依存する. また,  $a_w$  が飽和に近い領域ほど,  $T$  の測定精度の影響を受ける. たとえば,  $T$  の精度が  $\pm 0.012$  °C であれば,  $h_T$  の精度は  $\pm 1000$  cm,  $\pm 0.12$  °C であれば  $\pm 10^4$  cm となる. 近年, WP4 は赤外温度計の精度を  $\pm 0.01$  °C に向上させ, 相対湿度の測定可能領域を  $0.1 < a_w < 0.993$  ( $-3.2 \times 10^6 < h_T < -1000$  cm) に広げた. 一方, 現在の VSA の赤外温度計の精度は  $\pm 0.1$  °C である. VSA の測定可能領域は, 送風空気の湿度調整の機械的問題にも関連して, 仕様上  $0.03 < a_w < 0.95$  ( $-5 \times 10^6 < h_T < -7.2 \times 10^4$  cm) に制限されている.

### 2.2 相対湿度の制御

VSA では, 乾燥空気と湿潤空気の混合により試料室に送風する空気の湿度を調整する. この供給空気の湿度の制御には, DVS と DDI の 2 方式から選択できる. 従来方式である DVS は, 一定湿度の空気を送風し, 試料重量  $m$  と相対湿度  $a_w$  を測定した後, 送風空気の湿度を段階的に変更させて測定を繰り返す. 測定に関する設定項目は, 測定開始および終了 (あるいは折り返し点) の  $a_w$ , 試料室の温度  $T$ , step とよばれる送風空気の湿度の刻み幅  $\Delta a_{\text{step}}$ , trigger とよばれる平衡判定に関する基準値  $m_{\text{trig}}$ , event とよばれる  $m_{\text{trig}}$  の判定繰り返し回数  $n_{\text{trig}}$ , 各段階の最大計測時間の  $\Delta t_{\text{max}}$  である. DVS では, 送風流量の調節はできない.  $m_{\text{trig}}$  の基準の詳細は仕様書には明記されていないが, 測定重量の相対変化率に基づく基準値であり単位は  $\% \text{ h}^{-1}$  である. 測定重量の相対変化率が連続して  $n_{\text{trig}}$  回  $m_{\text{trig}}$  以下になった時点で  $m$  を測定し, 送風空気の湿度を  $\Delta a_{\text{step}}$  変化させる.  $m_{\text{trig}}$  が小さく  $n_{\text{trig}}$  の回数が多いほど  $a_w$  に平衡した  $m$  の推定精度は高くなるが, 測定時間は長くなる. また,  $m_{\text{trig}}$  の条件を満たさなくても, 計測時間が  $\Delta t_{\text{max}}$  に達すると, 次の設定

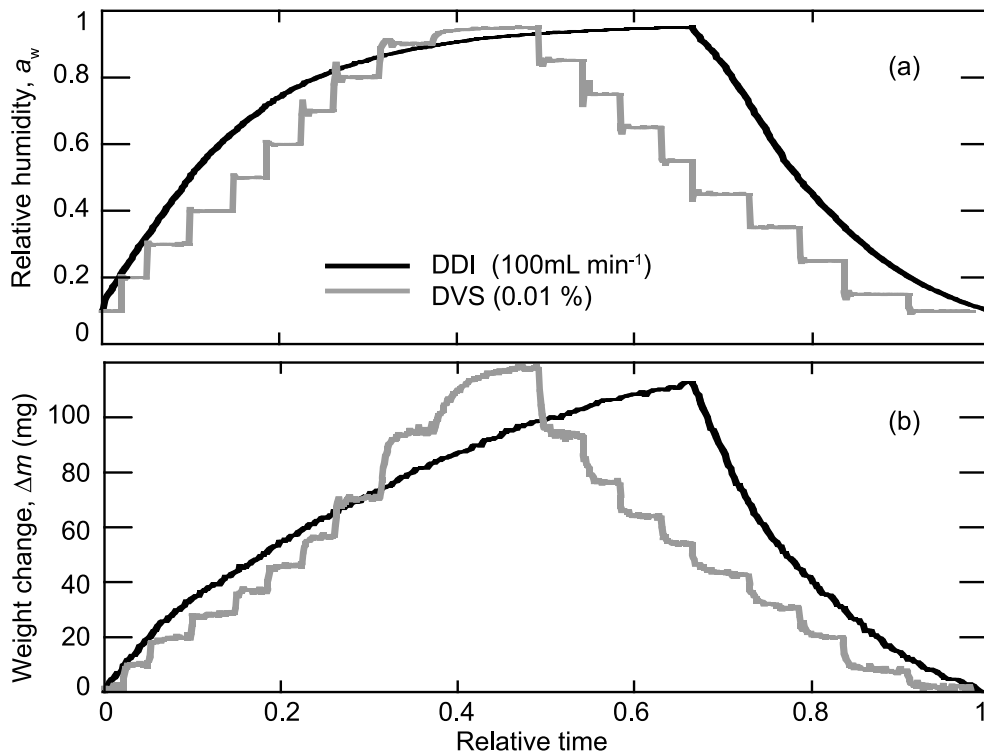


Fig. 3 DVS と DDI で測定した (a) 相対湿度  $a_w$  と (b) 試料の重量変化  $\Delta m$ .  
DVS vs. DDI for (a) relative humidity  $a_w$  and (b) sample weight  $\Delta m$  as a function of relative time.

湿度の測定に移行する．そのため、大きな  $m_{\text{trig}}$ 、また小さな  $n_{\text{trig}}$  と  $\Delta t_{\text{max}}$  は、測定時間を短縮するが  $m$  の平衡の信頼性を低下させる．

一方、VSA に新たに採用された DDI は、供給空気湿度を連続的に変化させながら、平衡とみなす  $m$  と  $a_w$  を同時に測定する．測定に関する設定項目は、測定開始および終了の  $a_w$ 、試料室の  $T$ 、resolution とよばれる  $a_w$  の出力解像度  $\Delta a_{\text{res}}$ 、単位時間あたりの送風流量  $Q_{\text{air}}$ 、全測定の最大計測時間の  $t_{\text{max}}$  である．DDI における  $\Delta a_{\text{res}}$  の詳細は仕様書に示されていないが、 $\Delta a_{\text{res}}$  が小さいほど、より小さな刻み幅で  $a_w$  が変化する． $\Delta a_{\text{res}}$  を 0.01 から 0.1 まで大きくしても、測定時間は 3 割程度しか短縮されないため、以下、本研究では比較的連続的に測定結果を出力できる推奨値の  $\Delta a_{\text{res}} = 0.01$  を用いた．

平衡過程の水分変化の検討や、ある特定の水ポテンシャルの水分量を得るには DVS が適しており、連続した水分保持曲線の測定には DDI が適している．

### 3. VSA の土への適用例

#### 3.1 試料

DVS については藤の森土、DDI については藤の森土、十勝黒ボク土、鳥取砂丘砂の 3 種の土を対象に VSA の適用を試みた．藤の森土は、有機物をほとんど含まない下層土であり、粘土分が 24% を占めるシルトロームである．十勝黒ボク土は、北海道農業研究センター芽室研究拠点の無植生圃場の表層から採土した．Fig. 2 は、吸引法、加圧板法、WP4 で測定した藤の森土（乾燥密度  $\rho_b = 1.18 \text{ g cm}^{-3}$ ）、十勝黒ボク土（ $\rho_b = 0.95 \text{ g cm}^{-3}$ ）、

鳥取砂丘砂（ $\rho_b = 1.45 \text{ g cm}^{-3}$ ）の脱水過程の水分保持曲線である．図中の実線は、van Genuchten (1980) の式による適合曲線である．

VSA の測定には、十分に乾燥した初期状態として、風乾後に 2 mm 篩通過の藤の森土と黒ボク土、水洗後に炉乾燥した鳥取砂丘砂を用いた．このとき、試料を水分保持曲線の  $\rho_b$  でセル (Fig. 1) に充填すると、測定開始の  $a_w$  と試料が平衡するまでの時間が長くなり、その間の  $a_w$  のばらつきが大きくなった．藤の森土の場合、試料をゆるくセル底に広げるように  $\rho_b = 0.84 \text{ g cm}^{-3}$  で充填したときは、 $\rho_b = 1.18 \text{ g cm}^{-3}$  の場合に比べて測定開始の  $a_w$  に達するまでに要する時間が 23 h 短く、この間の  $a_w$  のばらつきも半分程度となった．一方、測定開始の  $a_w$  到達後に得られる  $h_T$  には、 $\rho_b$  の影響は認められなかった．これは、低水分領域では土粒子表面の保水が卓越するためである．そこで、いずれの試料も 2 g 程度をゆるくセル底に覆うように広げて測定に供した．重量変化から求まる含水比  $w$  は、それぞれの試料の  $\rho_b$  を乗じて体積含水率  $\theta$  に換算した．

#### 3.2 DVS と DDI の設定パラメータ

また、いずれの土についても電気伝導度は極めて低く ( $EC_{1:5} < 8.5 \text{ mS m}^{-1}$ )、 $h_T$  に対する浸透ポテンシャル成分の寄与は十分に小さいと考えられた．そこで、以下の議論では、VSA で測定される  $h_T$  をマトリックポテンシャル水頭  $h$  とみなし、水分保持曲線 ( $\theta-h$  関係) を求めた．なお、すべての測定は 25 °C の恒温室で、試料室の設定温度を 25 °C として行った．

Fig. 3 に、DVS と DDI による藤の森土の吸水後脱水過

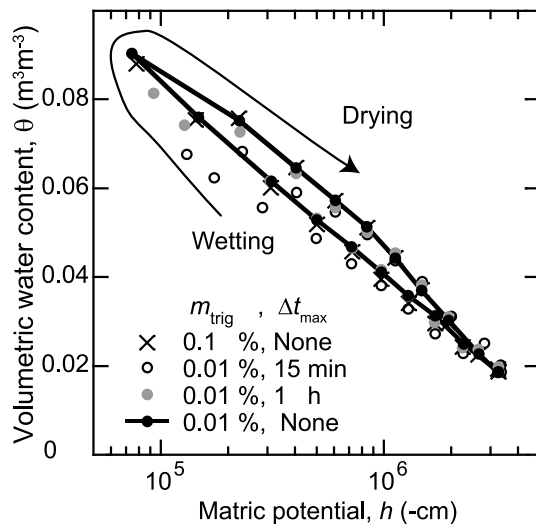


Fig. 4 異なる平衡判定基準値  $m_{\text{trig}}$  と最大計測時間  $\Delta t_{\text{max}}$  を用いて DVS で求めた藤の森土の水分保持曲線。  
Water retention curves for Fujinomori silt loam measured with DVS with different trigger  $m_{\text{trig}}$  and timeout  $\Delta t_{\text{max}}$ .

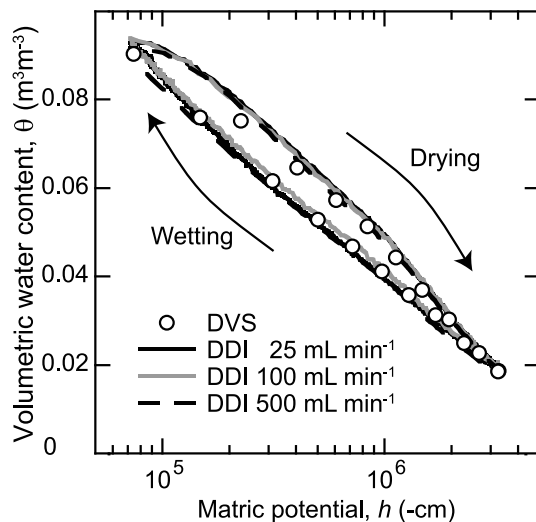


Fig. 5 異なる送風流量  $Q_{\text{air}}$  を用いて DDI で求めた藤の森土の水分保持曲線。  
Water retention curves for Fujinomori silt loam measured with DDI with different flow rate  $Q_{\text{air}}$ .

程の相対湿度  $a_w$  と試料の重量変化  $\Delta m$  の測定例を示す。初期は  $a_w = 0.1$ 、折り返し点は  $a_w = 0.95$  である。DVS の設定条件は、 $\Delta a_{\text{step}} = 0.1$ 、 $m_{\text{trig}} = 0.01\% \text{ h}^{-1}$ 、 $n_{\text{trig}} = 3$  回、DDI は、 $Q_{\text{air}} = 100 \text{ mL min}^{-1}$ 、 $\Delta t_{\text{max}}$ 、 $t_{\text{max}}$  は時間制限なしとした。また、測定時間は方式により異なるため、横軸の時間は、全測定時間を 1 とした相対時間で示した。DVS では  $a_w$  と  $m$  が階段状に変化するのに対し、DDI の  $a_w$  と  $m$  は連続的に変化する。DVS の各段階において、 $a_w$  と  $m$  の変化が十分に小さくなったとき、空気の湿度と試料の水分量が平衡に達したとみなすことができる。そこで、DDI 測定の妥当性を、十分に平衡している DVS 測定との比較から検討した。

Fig. 4 は、 $m_{\text{trig}}$  と  $\Delta t_{\text{max}}$  の異なる DVS 測定による藤の森土の吸水後脱水過程の水分保持曲線である。吸脱水条件は Fig. 3 と等しく、 $a_w = 0.1$  は  $h = -3.2 \times 10^6 \text{ cm}$ 、

$a_w = 0.95$  は  $h = -7.2 \times 10^4 \text{ cm}$  に対応する。試料の測定基準の一番厳しい条件として与えた  $m_{\text{trig}} = 0.01\% \text{ h}^{-1}$ 、 $\Delta t_{\text{max}}$  の制限なしの測定値を実線で結んで示し、以下の比較では最も信頼性の高いデータとみなした。吸水過程に比べて脱水過程の水分保持曲線は大きな水分量  $\theta$  を示し、ヒステリシスが見られた。 $h = -2.5 \times 10^5 \text{ cm}$  付近で吸水過程と脱水過程の  $\theta$  の差は最大になり、 $\Delta\theta = 0.008 \text{ m}^3 \text{ m}^{-3}$  程度であった。また、この吸脱水過程全領域の測定には 84.2 h を要した。

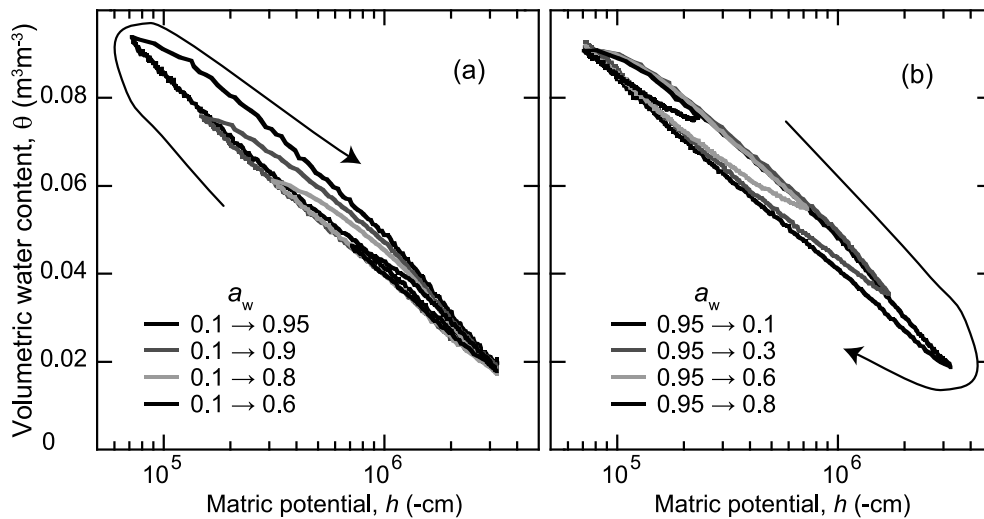
$m_{\text{trig}}$  を  $0.1\% \text{ h}^{-1}$  に大きくすると、測定時間は 42.2 h と半減したが、吸水曲線を全体的に  $\Delta\theta = 0.002 \text{ m}^3 \text{ m}^{-3}$  程度過小評価した。逆に、 $m_{\text{trig}}$  を  $0.01\% \text{ h}^{-1}$  より小さくすると、測定時間は急激に長くなったが、測定される水分保持曲線はほぼ等しかった。

一方、 $m_{\text{trig}} = 0.01\% \text{ h}^{-1}$  の測定時間は、 $\Delta t_{\text{max}} = 1 \text{ h}$  では 10.8 h、 $\Delta t_{\text{max}} = 0.25 \text{ h}$  では 5.2 h と短くなったが、 $h$  が大きいほど吸水過程の  $\theta$  を過小評価した。 $\Delta t_{\text{max}}$  を設定すると、折り返しの脱水開始時 ( $a_w = 0.95$ ) の  $\theta$  が小さいため、 $\Delta t_{\text{max}}$  の制限なしに比べて脱水過程初期の  $\theta$  を過小評価した。しかし、 $h < -10^6 \text{ cm}$  では逆に  $\theta$  を過大評価した。これは、 $\Delta t_{\text{max}}$  が小さすぎると、湿度の低下に対して、試料が十分に脱水せずに次の相対湿度へ移行するためである。2 g 程度の藤の森土では、 $\Delta t_{\text{max}}$  の制限なしの場合、各段階の測定には約 10 h を要した。通常の試料の場合、DVS における  $m$  の高い精度の測定には、 $\Delta m_{\text{trig}} = 0.01\% \text{ h}^{-1}$  程度で  $\Delta t_{\text{max}} > 10 \text{ h}$  の設定が必要である。また、短時間の測定のために小さな  $\Delta t_{\text{max}}$  の設定が必要な場合は、Fig. 4 に示した方法による測定精度の確認が必要である。

Fig. 5 は、異なる送風流量  $Q_{\text{air}}$  の DDI 測定による藤の森土の水分保持曲線である。吸脱水の条件は、Fig. 3、Fig. 4 と等しい。十分に平衡した水分保持曲線として、Fig. 4 に示した  $m_{\text{trig}} = 0.01\% \text{ h}^{-1}$ 、 $\Delta t_{\text{max}}$  の制限なしの DVS の結果をプロットした。DDI 測定は、 $Q_{\text{air}} = 500 \text{ mL min}^{-1}$  では吸水過程の  $\theta$  をやや過小評価した。いずれの  $Q_{\text{air}}$  においても、脱水過程ではやや過大評価の傾向が見られたが、全体的には DVS の水分保持曲線とよく一致した。DDI の測定時間は、 $Q_{\text{air}} = 500 \text{ mL min}^{-1}$  では 49 h、 $Q_{\text{air}} = 100 \text{ mL min}^{-1}$  では 54 h であり、 $Q_{\text{air}} = 25 \text{ mL min}^{-1}$  では 408 h と大きく増加した。また、図には示していないが、さらに小さな  $Q_{\text{air}} = 10 \text{ mL min}^{-1}$  では、 $h = -1.6 \times 10^5 \text{ cm}$  以上に吸水できなかった。他の土性の測定結果も考慮すると、通常の土性の試料における精度の高い DDI 測定には、 $Q_{\text{air}} = 100 \text{ mL min}^{-1}$  程度が実用的と言える。

### 3.3 土の水分保持曲線とヒステリシス

藤の森土に対しては、 $Q_{\text{air}} = 100 \text{ mL min}^{-1}$  の DDI により異なる折り返し点の水分保持曲線も測定した。Fig. 6 (a) は、 $a_w = 0.1$  からの吸水後、異なる折り返し点 ( $a_w = 0.95, 0.9, 0.8, 0.6$ ) から  $a_w = 0.1$  への脱水過程、Fig. 6 (b) は  $a_w = 0.95$  からの脱水後、異なる折り返し点 ( $a_w = 0.8, 0.6, 0.3, 0.1$ ) から  $a_w = 0.95$  への吸水



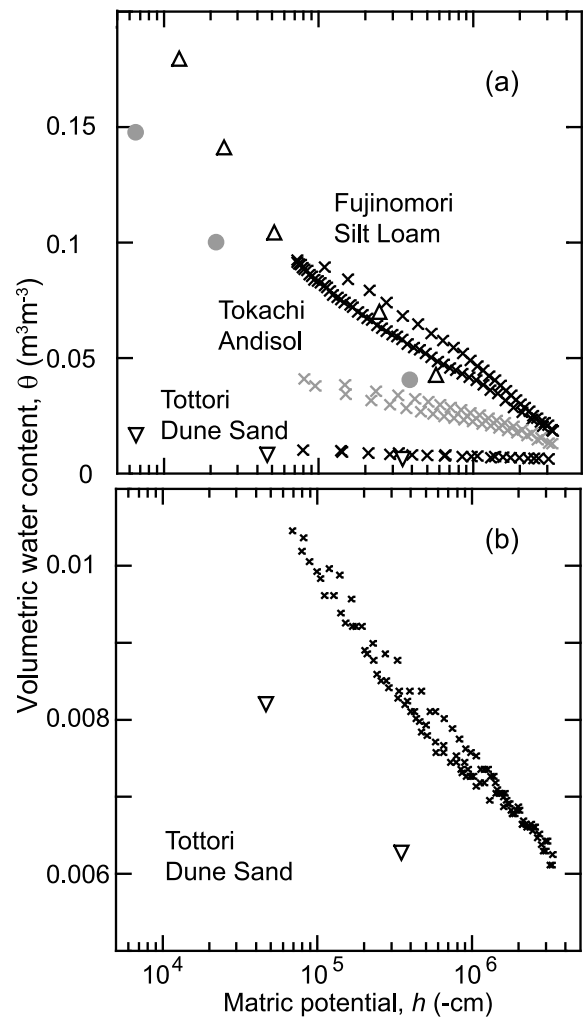
**Fig. 6** DDI で求めた (a) 吸水後脱水過程と (b) 脱水後吸水過程の藤の森土の走査曲線。 Scanning curves for Fujinomori silt loam measured with DDI for (a) wetting and subsequent drying, and (b) drying and subsequent wetting.

過程である。  $a_w$  を 0.1 から 0.95 に上昇後に 0.1 へ再下降した吸水後脱水過程と、  $a_w$  を 0.95 から 0.1 に下降後に 0.95 へ再上昇した脱水後吸水過程の水分保持曲線は一致しており、ヒステリシス測定の再現性は高い。また、  $a_w = 0.1$  は通常風乾条件より乾燥状態にある。そのため、  $a_w = 0.1$  からの吸水曲線は、吸水の主曲線とみなせる。一方、主脱水曲線は飽和からの脱水曲線であるので、  $a_w = 0.95$  からの脱水曲線は、脱水走査曲線である。

Fig. 6 (a) の吸水後脱水過程の水分保持曲線は、主吸水曲線を折り返し点までたどった後、  $a_w = 0.95$  からの脱水曲線に漸近する脱水走査曲線を示した。そして、最終的に始点の  $a_w = 0.1$  の  $h = -3.2 \times 10^6$  cm で閉じた。 Fig. 6 (b) の脱水後吸水過程においても、  $a_w = 0.95$  からの脱水走査曲線をたどった後、折り返し点から  $a_w = 0.1$  からの主吸水曲線に漸近するような吸水走査曲線を示し、始点の  $a_w = 0.95$  の  $h = -7.2 \times 10^4$  cm で閉じた。以上のように、DDI は、様々な吸脱水過程の走査曲線を高い再現性で測定可能である。

Fig. 7 に、 Fig. 6 と同じ DDI を用いて、  $a_w = 0.1$  から  $a_w = 0.95$  への吸水後、脱水させて測定した藤の森土、十勝黒ボク土、鳥取砂丘砂の水分保持曲線を示す。図には、 Fig. 2 に示した WP4 による測定結果も併記した。鳥取砂丘砂については、他の土に比べて  $\theta$  が小さいため、 Fig. 7 (b) に縦軸を拡大した図を示した。いずれの試料も、吸水後脱水過程の水分保持曲線を 50 h 程度で測定できた。

ヒステリシスは、藤の森土と比べては小さいが、十勝黒ボク土、鳥取砂丘砂においても観察された。その最大の差は、十勝黒ボク土では  $\Delta\theta = 0.005 \text{ m}^3\text{m}^{-3}$ 、鳥取砂丘砂では  $\Delta\theta = 0.0005 \text{ m}^3\text{m}^{-3}$  であった。こうした低水分領域のヒステリシスは、土粒子表面における水の接触角のヒステリシス、表面粗度や疎水性の効果 (Israelachvili, 2011) が原因と考えられる。そのため、砂が大半を占めて比表面積が小さい鳥取砂丘砂では、ヒステリシスは小



**Fig. 7** DDI と WP4 で求めた (a) 3 種類の土の水の水分保持曲線と (b) 鳥取砂丘砂の水分保持曲線の拡大図。  $\times$  は VSA,  $\triangle$ ,  $\bullet$ ,  $\nabla$  は WP4 の測定値。 (a) Water retention curves for three different soils measured with DDI ( $\times$ ) and a chilled-mirror dew-point method ( $\triangle$ ,  $\bullet$ ,  $\nabla$ ). (b) Enlargement for the Tottori dune sand.

さい。しかし、VSAによる測定精度は高く、こうした非常に小さなヒステリシスも測定可能である (Fig. 7 (b))。

DDI測定は、いずれの土もWP4による測定とほぼ一致した。ただし、吸水の主曲線や吸脱水の走査曲線は、VSAを用いた連続測定により、より精度の高い測定が可能となる。一方、VSAの $\theta$ の絶対値は、一連のVSA測定とは別に測定する試料の初期あるいは測定終了時の含水比 $w$ を基準にして求める。測定に用いた2gの試料の場合、VSAの測定範囲に含まれる水分の重量は0.2~0.02g程度である。これは、試料のセルへの出し入れや炉乾重量測定の際、水蒸気の吸湿や乾燥の影響を受ける量である。そのため、VSAにおける低水分領域の $\theta$ の高い精度の推定には、基準とする $w$ の測定に注意が必要である。

従来から、中程度の $h$ 領域には加圧板が用いられてきたが、特に $h < -1.5 \times 10^4$  cmの試料の平衡時間が極めて長く、測定の精度や再現性、所用時間に問題が指摘されている (Campbell and Gee, 1986; Madsen et al., 1986; Cresswell et al., 2008)。そのため、加圧板の測定は $h > -10^3$  cmの領域に限定する方が望ましい。 $h > -10^3$  cmは吸引法などの方法と加圧板法の組み合わせ、また $h < -7.2 \times 10^4$  cmはVSAにより連続的に測定すれば、土壌溶液の濃度が低い土では、試料の履歴が明確な水分保持曲線を、迅速に、広い領域で測定可能である。さらに、 $-5 \times 10^4 < h < -5000$  cmの履歴の明らかな試料にWP4を用いれば、VSAと加圧板法の測定を補完できる。

#### 4. おわりに

近年開発された自動水分吸脱着測定装置 AquaLab VSAについて、シルトロームの藤の森土、十勝黒ボク土、鳥取砂丘砂の3種類の土を対象に、低水分領域の水分保持曲線の測定精度と設定パラメータの特性を調べた。従来法のDVSでは $m_{\text{trig}} = 0.01 \% \text{ h}^{-1}$ 、新たに採用された平衡とみなす水ポテンシャルを連続測定するDDIでは $Q_{\text{air}} = 100 \text{ mL min}^{-1}$ 程度の設定が妥当であった。VSAの測定には、乾燥密度 $\rho_b$ の違いは平衡含水比 $w$ に影響を及ぼさないが、低い $\rho_b$ の試料の方が測定開始の $a_w$ に達するまでに要する時間が短く、この間の $a_w$ の変動も小さかった。そのため、ゆるく充填した試料を用いて $w$ の変化を測定し、水分保持曲線の $\rho_b$ を乗じて体積含水率 $\theta$ に換算した。

DDIでは、所要時間50h程度でマトリックポテンシャル水頭領域 $-3.2 \times 10^6 < h < -7.2 \times 10^4$  cmの土の水分保持曲線を高精度かつ高解像度で測定できることをDVSとの比較により確認した。さらに、DDI測定により、吸水の主曲線と任意の初期水分条件に対する吸脱水の走査曲線を高精度かつ再現性高く測定できることを示した。低水分領域におけるヒステリシスは、シルトロームや黒ボク土のみならず、比表面積が小さく表面保水量が相対的に小さい砂丘砂においても存在することを明らかにした。

DDIを用いたVSAによる低水分領域の連続的な水分

保持曲線の測定は、土の表面特性や比表面積の検討、マトリックポテンシャル変化にともなう保水機構の変化、微細な土粒子構造変化のマトリックポテンシャルに及ぼす影響などの解明にも役立つことが期待される。

#### 引用文献

- Barba, C., Marti, M., Carilla, J., Manich, A.M. and Coderch, L. (2013): Moisture sorption/desorption of protein fibres. *Thermochimica Acta*, 552: 70–76.
- Barbosa-Cánovas, G.B., Fontana, A.J., Schmidt, S.J. and Labuza, T.P. (2007): *Water activity in foods*. Blackwell Publishing Professional, Ames, IO.
- Campbell, C.S., Cobos, D.R., Riveras, L.D., Dunne K.M. and Campbell, G.S. (2012): Constructing fast, accurate soil water characteristic curves by combining the Wind/Schindler and vapor pressure techniques, *Unsaturated Soils: Research and Applications*. pp.55-62, Springer, New York, NY.
- Campbell, G.S. and Gee, G.W. (1986): Water potential: Miscellaneous methods. In: A. Klute, editor, *Methods of soil analysis*. Part 1. 2nd ed. Physical and Mineralogical Methods. pp. 619–632, ASA and SSSA, Madison, WI.
- Cresswell, H.P., Green, T.W. and McKenzie, N.J. (2008): The adequacy of pressure plate apparatus for determining soil water retention. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 72: 41–49.
- Israelachvili, J.N. (2011): *Intermolecular and surface forces*, 3rd ed. Elsevier Academic Press, Burlington, MA.
- Jury, W. and Horton, R. (2004): *Soil Physics*, 6th ed., John Wiley, Hoboken, NJ.
- Oliver, L. and Meinders, M.B.J. (2011): Dynamic water vapor sorption in gluten and starch films. *J. Cereal Sci.*, 54: 409–416.
- Kirkham, M.B. (2005): *Principles of soil and plant water relations*. Elsevier Academic Press, Burlington, MA.
- Madsen, H.B., Jensen, C.R. and Boysen T. (1986): A comparison of the thermocouple psychrometer and the pressure plate methods for determination of soil water characteristic. *J. Soil Sci.*, 37: 357–362.
- Shands, J and Labuza, T.P. (2009): Comparison of the dynamic dew point isotherm method to the static and dynamic gravimetric methods for the generation of moisture sorption isotherms. IFT annual meeting poster. Anaheim, CA.
- Schmidt, S.J and Lee, J.W. (2012): Comparison of water vapor sorption isotherms obtained using the new dynamic dewpoint isotherm method to the standard saturated salt slurry method. *Food Chemistry*, 15: 236–248.
- Schofield, R.K. (1935): The pF of the water in soil. pp. 37-48, *Trans. Int. Congr. Soil Sci.* 3rd. Oxford, UK.
- Stokes, R.H. and Robinson, R.A. (1949): Standard solution for humidity control at 25 °C. *Ind. Eng. Chem.*, 41: 2013
- van Genuchten, M.Th. (1980): A closed-form equation for predicting the hydraulic conductivity of unsaturated soils. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 44: 892–898.

- Watanabe, K., Takeuchi, M., Osada, M. and Ibata, K. (2012): Micro-chilled-mirror hygrometer for measuring water potential in relatively dry and partially frozen soils. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 76: 1938–1945.
- Yuan, X., Carter, B.P. and Schmidt, S.J. (2011): Determining the Critical Relative Humidity at which the glassy to rubbery transition occurs in polydextrose using an automatic water vapor sorption instrument. *J. Food Science*, 76: E78–E89.

## 要 旨

水分吸脱着測定装置 **AquaLab VSA** は、送風空気の湿度制御と鏡面冷却露点センサーにより、連続的に吸水、あるいは脱水過程の水ポテンシャルと試料の重量を自動測定する。本研究では、シルトロームの藤の森土、十勝黒ボク土、鳥取砂丘砂の3種類の土を対象に、**VSA** を用いて  $-7.2 \times 10^4$  cm から  $-3.2 \times 10^6$  cm の乾燥領域の水分保持曲線を測定し、その測定精度や設定パラメータの特性を調べた。 $0.01 \% \text{ h}^{-1}$  以下の基準値  $m_{\text{trig}}$  を用いた **DVS** 方式では、土中水のポテンシャルと空気湿度の十分な平衡が確認された。また、低水分領域では表面保水が卓越するため、平衡した重量含水比は、土の乾燥密度によらず一定であった。新たに開発された **DDI** 方式の妥当性を、**DVS** 方式との比較により確認した。**DDI** 方式では、送風空気の流量  $Q_{\text{air}}$  を  $100 \text{ mL min}^{-1}$  に設定することで、連続的な水分保持曲線を **50 h** 程度で精度良く測定できた。**DDI** 方式を用いると、乾燥領域の水分保持曲線のヒステリシスや走査曲線を再現性良く測定できることが確認された。

キーワード：水分保持曲線，水ポテンシャル，鏡面冷却式露点計，**DDI** 方式，ヒステリシス