

4. 造岩鉱物の押込み変形挙動

Indentation behavior and mechanical properties of rock-forming minerals

○荒木裕行(香川大学 大学院工学研究科), 長谷川修一(香川大学 工学部)

Hiroyuki ARAKI, Shuichi HASEGAWA

1. 背景と目的

1.1. 岩石評価における硬度試験

岩石の硬さとは「ある物体をもって岩石の表面に変形を生じさせようとする時に示す抵抗の大きさ」を表すもの¹⁾である。ひっかき硬度や押込み硬度、磨耗硬度、反発硬度など、測定方法によって様々な硬度値が存在しており、さらに測定対象とするスケールによっても各硬度値の持つ意味は異なってくる。

岩石としてのスケールにおける力学特性評価では、一軸圧縮試験や三軸圧縮試験などの室内試験を実施して得られた強度指標を用いることが常であり、岩石や造岩鉱物の硬度に関する評価が行われる事例はそれほど多くない。たとえ硬度試験が実施されたとしても、得られた硬度値はそれ単体では扱われず、一般的な強度指標と関連付けることでその強度の推定を目的とする場合が多い。International Society for Rock Mechanics (ISRM) の Suggested Methods から例を挙げると、反発強度試験の一種であるショア硬度試験²⁾や、押込み硬度の一種である岩のインデンテーション硬度試験³⁾があるが、両試験事例とも得られた硬度値から一軸圧縮強度を推定することで岩石評価への活用が図られている。つまり、岩石スケールでの硬度試験は、簡易かつ非破壊の試験としての意味合いが強い。

一方で、特に機械掘削を想定した岩盤掘削では、含有鉱物の力学特性が施工性・掘削性に大きく影響することがあり、微小スケールにおける岩石の力学特性を定量的に評価することが求められている⁴⁾。微小スケールで力学評価を行う場合、サイズの問題から一般的な力学試験を行うことは難しいため、硬度試験の実施が主たる検討方法となる。ただし、一概に硬度試験といえども極めて多様な種類があることから、採用する試験の選定に当たっては、得られる硬度値が検討目的に適しているか否かを慎重に吟味する必要がある。

1.2. マイクロインデンテーション試験

近年、主に金属材やセラミック材、薄膜材などの材料物性評価において積極的に利用されている硬度試験に、マイクロインデンテーション試験がある⁵⁾。押込み硬度試験の一種であるマイクロインデンテーション試験は、圧子に荷重を連続的に加えながら押込み深さを計測するものであり、圧子を押し込んで変形に対する抵抗を測定するという点においては、先に示した岩のインデンテーション硬度試験と同じである。しかしながら、こちらの試験法は数十 μN から数 N の押込み荷重を用いて数 μm の押込みを行うことを想定しており、 kN オーダーの荷重にて数 mm 程度の押込みを行う岩のインデンテーション試験よりもはるかに微小スケールでの物性評価を対象としている。

マイクロインデンテーション試験の最大の特徴は、図-1 に示すような負荷・除荷曲線を得ることができる点にある。最大荷重 P_{max} における最大変位 h_{max} から最終変位 h_f に至るまでの除荷曲線は、押し込みによって形成された圧跡の弾性回復を表しており、微小領域における塑性変形のみならず従来試験では得られなかった弾性変形に関する情報についても評価可能である。

1.3. 研究の目的と手法

前述したとおり、マイクロインデンテーション試験は、金属材等人工材料の物性評価への適用事例は数多くあるものの、岩石評価への適用事例はほとんど見られない。そこで本研究では、マイクロインデンテーション試験を鉱物試料に対して実施することで、一般的な造岩鉱物の力学特性を明らかにするとともに、微小スケールでの岩石評価への適用性を探ることを目的とする。

岩石を評価するためには、まずは造岩鉱物がいかなる変形挙動・硬度を示すのかを明らかにする必要がある。そこで本研究では、①標準的な造岩鉱物を用いて試験を実施し、基本的なデータを取得する、②複数の造岩鉱物から構成さ

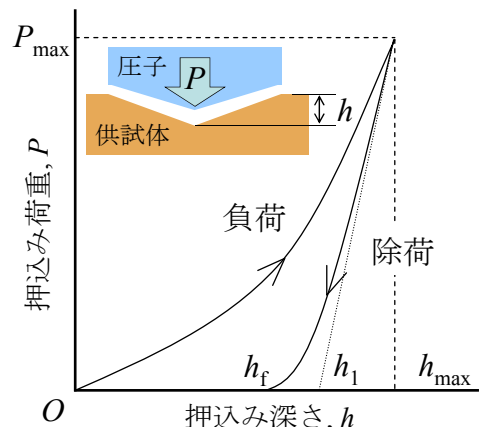


図-1 押込み荷重-変位曲線の概要

れている代表的な岩石である花崗岩を用いて試験を実施し、微小スケールでの岩石評価を試みる、といった2つの検討を軸に進めていくこととする。

2. 試験方法

2.1. 測定条件

測定は、(i)設定荷重(最大荷重)に達するまで一定の負荷速度で供試体に圧子を押し込む、(ii)最大荷重に達した状態で荷重を保持する、(iii)最大荷重から一定の除荷速度で除荷する、といった手順で行う。本測定では、(i)および(iii)の負荷・除荷時間を設定荷重に対して10.0[sec]、(ii)の荷重保持時間を2.0[sec]とし、圧子はダイヤモンド製三角錐圧子(バーコビッチ圧子)を使用した。

2.2. 硬度の算定

1) 微小負荷硬さ⁶⁾

JIS規格である超微小負荷硬さ(HTL)は次式にて算出される。

$$HTL = k \cdot \frac{P}{A_s} = \alpha \frac{P}{h^2}$$

ここに、 k は定数であり $k = 1 / 9.80665$ 、 P [mN]は試験荷重、 A_s [μm^2]は負荷状態のくぼみの表面積、 h [μm]は押し込み深さである。 α は次式にて得られる定数であり、本研究で用いた稜間角 $\theta = 115^\circ$ のバーコビッチ圧子の場合は $\alpha = 3.86$ となる。

$$\alpha = \frac{1}{9.80665} \cdot \frac{3 - \tan^2(\theta/2)}{9 \tan(\theta/2)} \cdot 10^3$$

一般的に最大荷重時の変位を用いて硬さ値は算出されるため、本稿内で示すHTLは $P = P_{\max}$ 、 $h = h_{\max}$ として算出したものである。

2) 複合弾性係数⁷⁾

弾性挙動を示す除荷重曲線において、除荷開始時から50%までを最小自乗法にて近似し、 h_{\max} における接線の傾きを接触剛性 S [mN/ μm]、この接線の x 切片を h_1 [μm]、 h_{\max} と h_1 との差を h_2 [μm]とする(図-1)。接触剛性 S は、

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{P_{\max}}{h_2}$$

h_1 における圧子と供試体との接触投影面積 A_p [μm^2]は、バーコビッチ圧子の対頂角が 65° であることから、

$$A_p = 3\sqrt{3} \tan^2 65^\circ h_1^2$$

供試体と圧子の等価弾性係数である複合弾性係数 E^* [GPa]は、接触剛性 S と接触投影面積 A_p を用いて、次式にて求められる。

$$E^* = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_p}} = 181.291 \times 10^{-3} \frac{P_{\max}}{h_1 h_2}$$

なお、ここで得られる複合弾性係数 E^* は圧子と供試体の等価弾性係数であり、次式にて与えられる。

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu_s^2}{E_s}$$

ここに、 E_i および ν_i は圧子の弾性係数およびポアソン比、 E_s および ν_s は供試体の弾性係数およびポアソン比である。本研究では、全て同一の圧子を用いて試験を行っており、複合弾性係数の違いはすなわち供試体の弾性係数およびポアソン比の違いを表している。そのため、本稿では複合弾性係数のまま評価に使用することとする。

2.3. 対象試料

1) 鉱物試料

本稿では、火成岩中にて通常見られる鉱物であることを考慮して石英、カリ長石(微斜長石)、斜長石(灰曹長石)、黒雲母を選定し、さらにモース硬度3の標準物質である方解石を加えた5種の鉱物試料を用いた

(表-1). 試験には試料概観に示している面を使用することとし, 上下面が平行となるよう研磨仕上げが行われている。ただし, 黒雲母については自然劈開面を使用しているため, 若干の湾曲が見られる。

表-1に示すとおり, 設定最大荷重を変化させ, それぞれ10測点以上の計測を行う。石英, 微斜長石, 灰曹長石, 方解石に関しては荷重を4段階に変化させ, 比較的軟質な鉱物である黒雲母に関しては, 良好なデータを得るため設定最大荷重を他の鉱物の10分の1とし, 荷重の変化は3段階としている。

2) 花崗岩試料

本研究では, 滋賀県甲賀市信楽産と愛知県豊田市巴川産の花崗岩を用意した。インデンテーション試験に先立って実施した物理・力学試験の結果は表-2のとおりである。両花崗岩を比較すると, 信楽花崗岩は密度, 超音波速度, 点載荷強度(換算一軸圧縮強度)が小さく, 吸水率が高い。なお, 信楽花崗岩は, 推進工法による管渠掘削工事中に円滑な掘削が出来ず, 大幅に掘削速度が低下するとともに, 掘削ツールにおいては通常とは異なる箇所が著しく磨耗されるというトラブルが生じた岩石である⁴⁾。一方, 豊田花崗岩でも同様の工法を用いた掘削が行われたが, 信楽花崗岩に比べて換算一軸圧縮強度が大きいにも関わらず, こちらでは大きなトラブルが生ずることはなかった。

インデンテーション試験に使用した供試体を表-3に示す。試料概観に示している面及びその裏面を使用し, 花崗岩の主たる構成鉱物である石英と長石を対象に試験を実施した。なお, 測定箇所は実体顕微鏡を

表-1 鉱物試料の概要

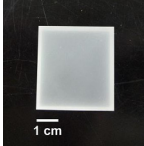
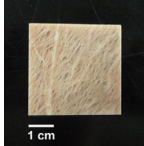
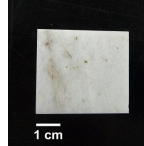
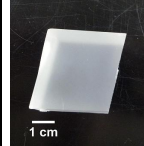
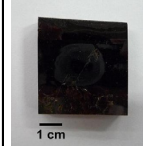

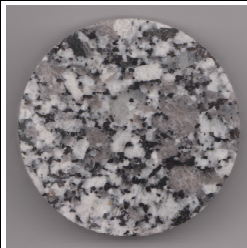
	鉱物試料				
	Quartz 石英	Microcline 微斜長石	Oligoclase 灰曹長石	Calcite 方解石	Biotite 黒雲母
試料概観					
産地	水熱合成	India	New York, USA	Brazil	India
寸法[mm] (H×W×D)	約30×約35×約10	約35×約35×約10	約30×約30×約10	約30×約35×約10	約40×約40×約5
試験面仕上げ	#3000	#3000	#3000	#3000	自然劈開面
設定最大荷重 及び 測点数	<ul style="list-style-type: none"> ・981[mN]:各10 ・490[mN]:各10 ・196[mN]:各10 ・98.1[mN]:各10 				<ul style="list-style-type: none"> ・98.1[mN]:15 ・49.0[mN]:10 ・19.6[mN]:10

表-2 花崗岩の物理・力学試験結果

実施試験		信楽 花崗岩	豊田巴川 花崗岩
密度試験	乾燥密度 [g/cm ³]	2.58	2.67
	湿潤密度 [g/cm ³]	2.59	2.68
	吸水率 [%]	0.42	0.32
超音波 速度試験	P波速度(乾燥) [km/sec]	3.08	4.71
	P波速度(湿潤) [km/sec]	3.49	5.13
	S波速度(乾燥) [km/sec]	1.92	2.18
	S波速度(湿潤) [km/sec]	1.96	2.23
点載荷試験	点載荷強度 [MPa]	3.92	5.18
	換算一軸圧縮強度 [MPa]	95	130

表-3 花崗岩試料の概要

	花崗岩試料			
	信楽花崗岩		豊田花崗岩	
試料概観				
産地	滋賀県甲賀市信楽		愛知県豊田市巴川	
寸法	直径:50mm, 厚さ:約15mm		直径:50mm, 厚さ:約15mm	
試験面仕上げ	#3000		#3000	
対象鉱物	石英	長石	石英	長石
設定最大荷重 及び 測点数	981[mN] 35箇所	981[mN] 38箇所	981[mN] 25箇所	981[mN] 22箇所

用い、不純物やクラックを避けて選定している。設定最大荷重は、後述する鉱物試料の試験結果から、使用した超微小押し込み試験機の最大荷重である 981[mN]とした。

3. 試験結果

3.1. 検討 1 – 鉱物試料 –

1) 設定最大荷重と HTL

設定最大荷重と HTL の関係を図-2 に示す。押し込み荷重が小さくなると HTL 値、およびそのバラツキが大きく表れていることが分かる。これは、押し込み深さが微小である場合、圧子形状や装置の精度、あるいは供試体表面の仕上げ状況や鉱物組成などの影響が誤差として表れるためであると考えられる。最大荷重と最大押し込み深さの関係を図-3 に示すが、黒雲母を除くと、荷重が 196[mN]程度以下である場合、押し込み深さが 1 [μm]に達していないデータが見受けられる。JIS 規格では「試験力は、押し込み深さが少なくとも 1 [μm]となるような値で、できるだけ大きく選ぶのがよい」⁵⁾と規定されており、本試験結果を併せて考慮しても、測定値のバラツキ・精度等を小さくするには、やはり設定荷重を大きくして測定すべきであると考えられる。したがって、石英、カリ長石(微斜長石)、斜長石(灰曹長石)、方解石については、使用した機器の最大荷重である 981[mN]、黒雲母については 98.1[mN]にて測定したデータを主として扱うこととした。

2) 鉱物毎の押し込み変形挙動

それぞれ、設定荷重を最大にした場合の押し込み荷重-変位曲線を図-4 に示す。サンプル毎に多少のばらつきは見られるものの、圧子押し込み時の挙動には鉱物毎に特徴があることが見て取れる。この特徴を明確にするため、石英、微斜長石、灰曹長石は 10 測点、黒雲母は 15 測点の平均挙動を求めたものを図-5 に示し、両図を併せて検討する。

石英、微斜長石、灰曹長石については典型的な弾塑性挙動を示しており、最大変位の約半分が除荷時に回復していることがわかる。一方、方解石は、最大変位に対する除荷時の弾性回復量はそれほど大きくなく、より塑性的な挙動を示していることがわかる。図-4 では、負荷曲線中において押し込み荷重が 500[mN]を超えた辺りから押し込み深さの急変部が複数見られるが、これはクラックの発生によるものと考えられる。黒雲母に関しては、負荷・除荷曲線の傾きがほぼ等しく、最大荷重での荷重保持時においてはクリープ変形が顕著に見られる。除荷後に残存する変位は、このクリープ変形に伴う変位が主として表れていることがわかる。

3) 鉱物毎の HTL

各鉱物の HTL の算術平均値を表-4 に示す。また、既往の硬度値であるモース硬度およびビッカース硬度も併せて表-4 に示す。なお、本稿ではカリ長石として微斜長石、斜長石として灰曹長石を用いているが、ビッカース硬度についてはカリ長石である正長石の値を示すことで代用としている。

HTL とビッカース硬度を比較すると HTL は小さい値を示す傾向があり、硬度値が大きい鉱物ほどこの傾向は顕著である。硬度値の算出に際し、ビッカース硬度が除荷後の圧痕面積を用いるのに対して、HTL では最大荷重載荷中の圧子接触面積を用いており、除荷時における圧痕の弾性回復を考慮すると、除荷後の圧痕面積より負荷中の圧子接触面積の方が大きくなることは明らかである。また、より弾性回復量の大きい鉱物ほど、これらの面積の差は大きくなると推測される。そのため、HTL の方がビッカース硬度よりも小さい値となり、さらに除荷曲線において方解石のような塑性的挙動を示す鉱物よりも、石英のような弾性的挙動を示す鉱

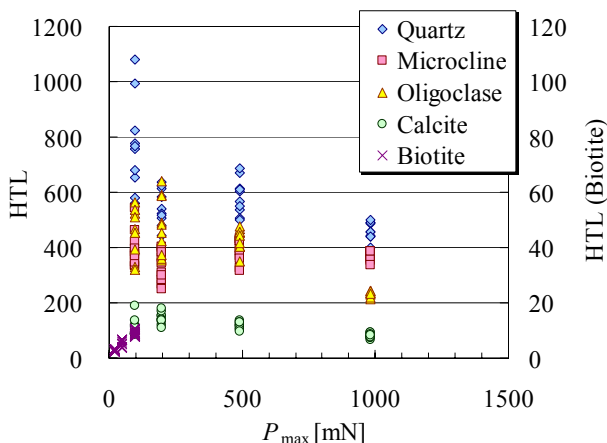


図-2 最大荷重と HTL

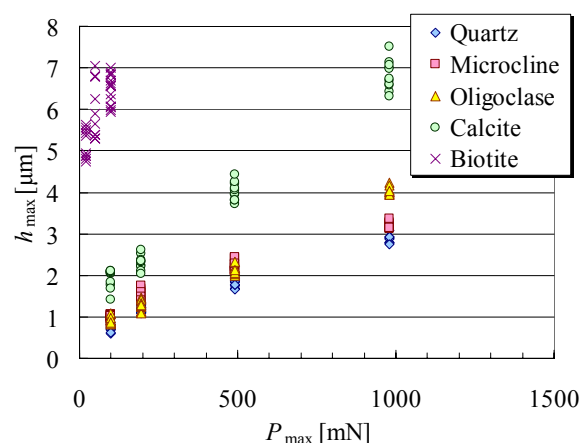


図-3 最大荷重と押し込み深さ

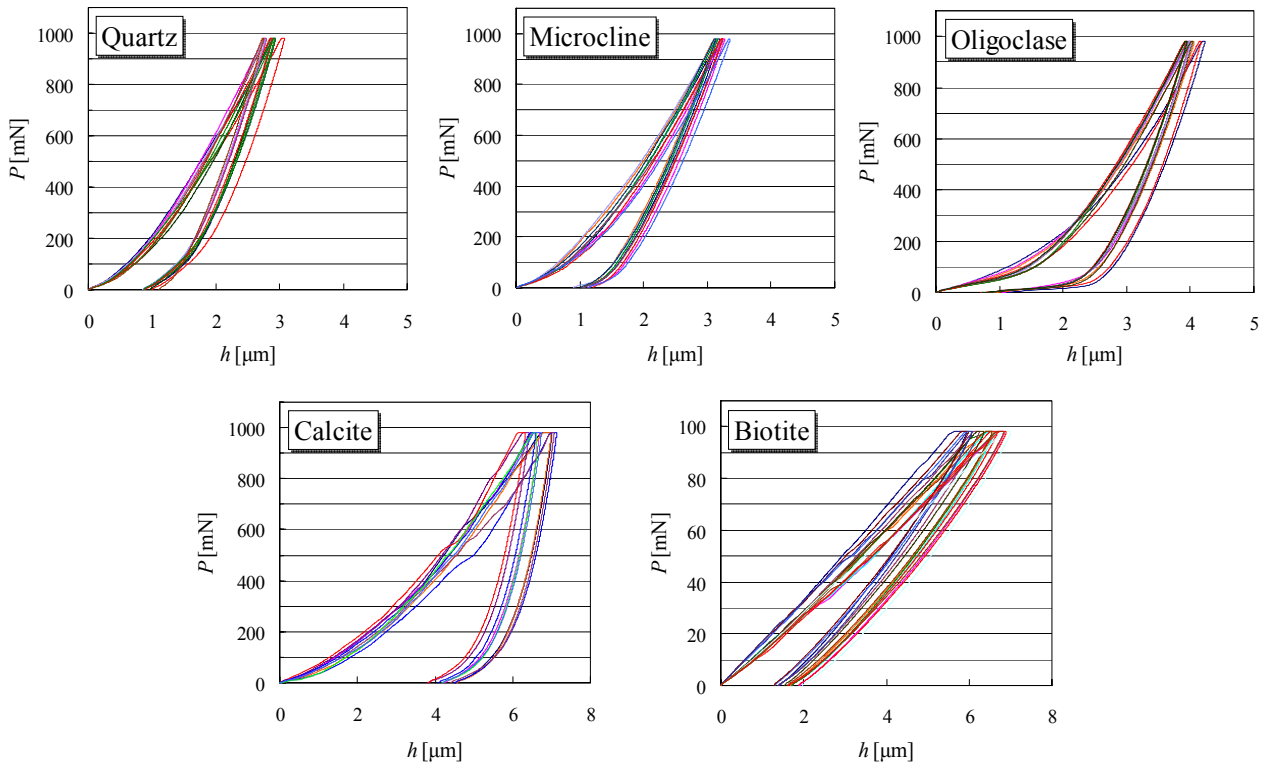


図-4 鉱物毎の押し込み荷重-変位関係

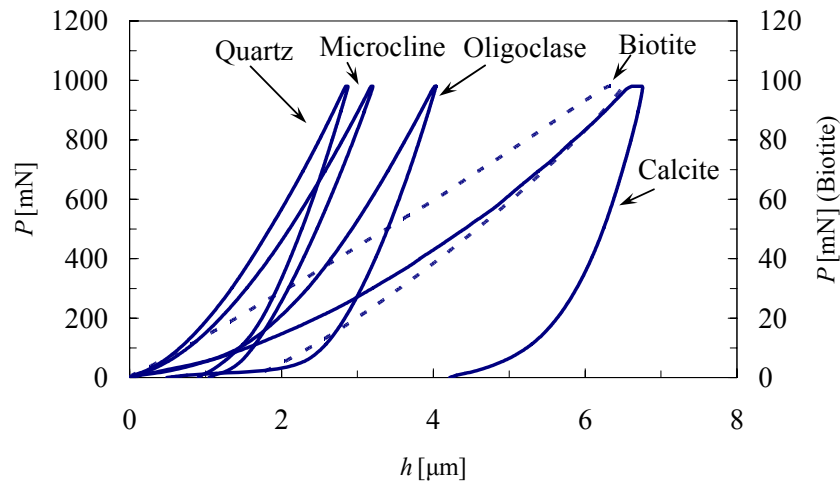


図-5 鉱物毎の平均挙動

表-4 各鉱物の HTL と複合弾性係数(平均値)

	マイクロインデンテーション試験			既往の硬度値 ⁸⁾	
	最大荷重[mN]	HTL	E^* [GPa]	モース硬度	ビッカース硬度
Quartz	981	461	91	7.0	1103~1260
Microcline	981	370	71	6.0~6.5	714 (Orthoclase)
Oligoclase	981	233	55	6.0~6.5	
Calcite	981	83	36	3.0	105~136
Biotite	98.1	9	2	2.5~3	—

物の方が両硬度値の差が大きくなる傾向となったものと考えられる。ただし、実際には両硬度値は形状の異なる圧子にて測定されており、以上の比較はあくまでも傾向としての分析である。

3.2. 検討 2—花崗岩試料への適用—

図-6に示すとおり、花崗岩中の石英および石英の HTL は、100 程度のものから 600 程度のものまで、幅広い分布を示していることがわかる。鉱物試料を用いた際よりもバラツキが大きくなった原因としては、花崗岩中の既存のマイクロクラックや鉱物含有状況などの影響が複合的に作用したためと考えられる。

まず、豊田花崗岩については、石英と長石の HTL はほとんど同じ範囲(300~600)に分布している。図-6 には、表-4 に示した鉱物試料の平均値もプロットしているが、Quartz および Microcline の平均値は花崗岩含有鉱物の HTL 分布域内に位置していることがわかる。両含有鉱物の HTL 分布域はほぼ同じであるが、表-5 に示した HTL の算術平均で比較すると石英の方が若干大きい値を示しており、さらにこれらの値は表-4 の Quartz および Microcline の値とも比較的近い。

一方、信楽花崗岩ではこの傾向が大きく異なる。豊田花崗岩の長石の HTL は 300~600 であるのに対し、信楽花崗岩の長石では 80~200 程度と極めて小さい。平均値で比較すると、信楽花崗岩の長石の HTL は豊田花崗岩の約 3 分の 1 であり、また、Oligoclase と比較しても 2 分の 1 強である(表-4, 表-5)。さらに注目すべきは石英の HTL であり、豊田花崗岩の石英とほぼ同じ分布範囲である上、平均値もほとんど変わらない。つまり、信楽花崗岩は岩石スケールでは圧縮強度が小さくとも、圧縮強度の大きい花崗岩と同程度の機械的性質を有する箇所(石英)が局所的に存在していることになる。もちろん、信楽花崗岩の含有長石として測定している鉱物が、本稿で示した 2 種の長石以外の種類である可能性や、豊田花崗岩の含有長石とは組成の異なる長石である可能性は十分考えられるが、硬い鉱物と軟らかい鉱物が内在されていて硬岩といえども不均質性の強い岩石であることは確実である。

4. まとめ

本稿では、マイクロインデンテーション試験を通じ、造岩鉱物の超微小負荷硬さ(HTL)および押し込み挙動の検討、微小スケールでの花崗岩評価への適用についての検討を行った。結果を以下にまとめる。

- ・ マイクロインデンテーション試験の実施により、従来式の硬度試験では明らかに出来なかった各種造岩鉱物の詳細な変形特性を示すことが可能であることが明らかとなった。
- ・ 岩石としてのスケールでの試験では把握しきれない花崗岩の局所的な機械的性質の違いを、定量的に評価することが可能であった。
- ・ 今後は、弾性係数などの指標についても活用することで、微小スケールでの岩石の評価をさらに高度化することが可能であると考えられる。

謝辞

本研究で使用した信楽花崗岩及び豊田花崗岩は、株式会社推研より提供して頂いた。また、マイクロインデンテーション試験は徳島県立工業技術センターにおいて実施させて頂いた。ここに感謝の意を表す。

参考文献

- 1) 土質工学会: 岩の工学的性質と設計・施工への応用, p.140, 1974.
- 2) R. Altindag, A. Guney: ISRM Suggested Method for determining the Shore Hardness value for rock, *International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences*, Vol.43, No.1, pp.19-22, 2006.
- 3) T. Szwedzicki: Indentation Hardness Testing of Rock, *International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences*, Vol.35, No.6, pp.825-829, 1998.
- 4) 荒木裕行, 長谷川修一, 田中基紀, 蒲田洋: 信楽花崗岩の硬度特性, 日本応用地質学会中国四国支部平成 19 年度研究発表会発表論文集, pp.11-16, 2007.
- 5) 藤原雅美: インデンテーション法による材料の力学物性評価, 軽金属, Vol.52, No.6, pp.282-290, 2002.
- 6) 日本工業規格: JIS Z 2255 超微小負荷硬さ試験方法, 2003.
- 7) 株式会社エリオニクス: 超微小押し込み硬さ試験機 ENT-1100a 取り扱い説明書, 2000.
- 8) 地盤工学会: 岩の調査と試験, pp.485-490, 2000.

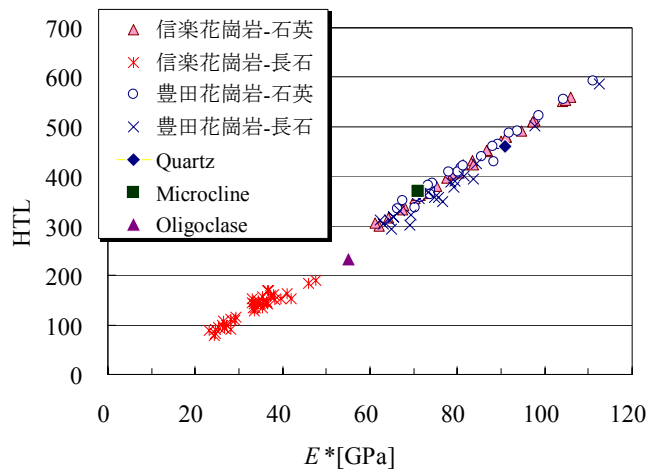


図-6 HTLと複合弾性係数の関係

表-5 花崗岩中鉱物の HTL と複合弾性係数(平均値)

		マイクロインデンテーション試験		
		最大荷重[mN]	HTL	E*[GPa]
信楽花崗岩	石英	981	417	81
	長石	981	133	33
豊田花崗岩	石英	981	420	82
	長石	981	366	76