研究成果報告書 科学研究費助成事業

今和 4 年 6 月 1 7 日現在

機関番号: 52501

研究種目: 挑戦的研究(萌芽)

研究期間: 2018~2021

課題番号: 18K18890

研究課題名(和文)岩石材料試験イノベーションを促進するマイクロクラック可視化技術の構築

研究課題名(英文)Micro-crack Visualization Technology for Rock Material Testing Innovation

研究代表者

石井 建樹(Ishii, Tateki)

木更津工業高等専門学校・環境都市工学科・教授

研究者番号:60400280

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 4.300.000円

研究成果の概要(和文):本研究では,破壊力学に立脚する岩石破壊力学分野におけるイノベーションを促進するために,現在も定かではないマイクロクラックの形状を明らかにすること目指した基礎研究である.そのために必要な岩石中のマイクロクラックを可視化観察する安価な技術構築を目的としている.本研究では,蛍光樹脂を試験体に含浸するための手法を提案し,その性能を検討した.その成果として,蛍光樹脂を岩石内部に含浸させることができる2つの方法を提案することができた.また,それらの手法により観察されたマイクロクラックの形状を確認することができた.

研究成果の学術的意義や社会的意義 岩石破壊力学では、外力が作用した際のクラック近傍の応力集中を応力拡大係数と定義して固有の破壊靭性に達 したときにクラックが進展するとしている、その背景からクラックの観察結果も報告されているが、それらの多 くは劣化過程における分布を報告したものが多い、そのため、劣化後のクラック観察結果や、クラックという言 葉のイメージから面的な形状が連想されているが、劣化前の形状を明らかにした報告は調査した限り確認できな かった、実際には、マイクロクラックがどんな形状をしているのかは定かではなかった・破壊力学に立脚する岩 では、マイクロクラックがどんな形状をしているのかは定かではなかった・破壊力学に立脚する岩 石破壊力学分野において,脆性破壊の発端となるクラックの形状は理論展開においても重要な意味を持つ.

研究成果の概要(英文): This study aims to clarify the shape of micro-cracks in order to promote innovation in the field of rock fracture mechanics based on fracture mechanics. The objective of this study is to develop an inexpensive technique for visualization of micro-cracks in rocks. In this study, the performance of some method for impregnating the specimen with fluorescent resin was investigated. As a result, we proposed two methods that can impregnate fluorescent resins into rocks. The shapes of micro-cracks were observed by these methods.

研究分野: 地盤工学

キーワード: 岩盤 可視化 マイクロクラック

1.研究開始当初の背景

岩石内部にはクラックが存在しており,それが原因で脆性破壊が発生する.これを説明するために,1970年代に破壊力学の概念が岩石力学に導入され始め,1980年代には岩石破壊力学として確立された.

岩石破壊力学では、外力が作用した際のクラック近傍の応力集中を応力拡大係数と定義し、この値が岩石固有の破壊靭性に達したときにクラックが進展するとしている。その背景から、SEMや蛍光樹脂を用いたクラックの観察結果も報告されているが、それらの多くは劣化過程における分布を報告したものである。そのため、劣化後のクラック観察結果や、クラックという言葉のイメージから面的な形状が連想されているが、劣化前の形状を明らかにした報告は調査した限り確認できなかった。実際には、マイクロクラックがどんな形状をしているのかは定かではない、破壊力学に立脚する岩石破壊力学分野において、脆性破壊の発端となるクラックの形状は理論展開においても重要な意味を持つ。

2.研究の目的

岩石中のマイクロクラックの観察には,SEM や X 線 CT を利用した報告があるが,高価な装置の利用が前提となる限られた研究環境での技術である.そこで本研究の目的は,岩石中に存在するマイクロクラックを可視化する安価な技術を構築して誰でもが実施可能な研究環境の整備を目指す.そして,花崗岩などの岩石に存在するマイクロクラックは本当に破壊力学で論じられるようなき裂面なのかという基本的な疑問を明らかにしようとする研究である.

3.研究の方法

- (1) 蛍光樹脂をコンクリートや岩石に含浸させる方法には,真空含浸法や薄片への樹脂含浸がある.研究を開始するにあたって,すでにコンクリートでの実績が報告された論文を参考にして,真空含浸法を花崗岩に対して適用したところ,劣化の進んでいない花崗岩に対して樹脂を含浸することはできなかった.そのため,蛍光樹脂含浸法によりマイクロクラックを観察するために克服すべき課題として,樹脂を含浸させる含浸力の向上および含浸させやすい低粘性樹脂や条件の選定の2つに焦点をあてて研究を遂行した.
- (2) 含浸力を向上させる方策としては,生体標本作製で利用される技術であるプラスティネーション技術を参考にして新しい技術を検討した.真空含浸法は,対象試験体を浸潤させたい液体に浸潤させた後に,周囲を真空にすることで対象試験体内部に存在する気体の体積を変化させて,周囲気圧の違いによる気体体積の変化を利用して液体を含浸する手法である.ボイルの法則により周囲が真空になると気体が膨張して脱泡しながら試験体内部より排除される.その後,大気圧に戻すことで試験体中に残された気体の体積が何百分の一に小さくなるために,その空いた空間へ液体を含浸させることが可能となる.さらにプラスティネーション法では,前処理として,減圧により帰化する有機溶剤のような別の液体を予め含浸させた後に,改めて真空含浸を実施する.この場合,事前に含浸した液体は大気圧中では液体に戻るため,試験体中に更に大きな空間を空けることができ含浸力を向上すると期待された.なお,事前に含浸する帰化しやすい液体には,安全性を考慮してエタノールを用いることとした.

次に,低粘性樹脂の選定では,鉱物試料の薄片作製に用いられるエポキシ系樹脂を用いることとした.選定理由としては,60 以上に加熱すると粘性を著しく低下させることができるとともに,熱硬化型樹脂のために可使時間ではなく110~130 の熱によって30分程度で硬化できるという性質が所望の真空含浸法構築において有利であると考えられたためである.

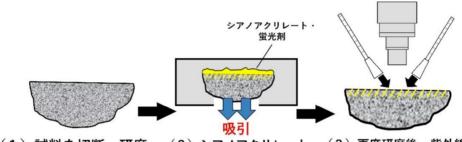
以上の2点を加味して,本研究で実施したプラスティネーション樹脂含浸法の概要は次のようである.

- 1. 岩石試料は内部の空気の膨張を促すために 50 程度で保温しておくとともに,浸漬時 二期化を避けるためにエタノールは冷却保存しておく.
- 2. 岩石試料をエタノールに浸漬した後,直ちに容器を冷却しつつ真空引きを行う.脱泡が生じる限り真空引きを行い続ける.
- 3. 脱泡がなくなったらしばらく静置して,その後,大気圧に戻してエタノールを含浸させる.
- 4. 充分にエタノールが含浸するために,以上の手順を複数回実施する。
- 5. エタノール含浸後は,エタノールが気化しないように密閉して冷却保管する.
- 6. エポキシ樹脂を温めながら規定量の硬化剤および蛍光樹脂と混ぜる.
- 7. 真空装置内を樹脂は硬化しないものの低い粘性が得られる温度に保温する.
- 8. 前処理した岩石をエタノールから取り出し,混合した樹脂に浸漬させる.その後,直ちに真空引きを行う.脱泡が生じる限り真空引きを行い続け,脱泡しなくなったらしば

らく静置する.

- 9. 大気圧に戻してエポキシ樹脂を含浸させ,更に低い粘性を得るために 50~70 程度に 温めたホットプレートで数分間温める.このとき,エタノールが残っていると気化し て脱泡する可能性がある.
- 10. 試料に付着した樹脂を拭い取り,110~130 に加熱したホットプレートで充分に硬化させる.このとき,水分が残っていると気化して脱泡する可能性がある.
- 11. 樹脂硬化後に,試料周辺についた樹脂を磨き落とし,断面を観察する. これらの手順の中で,それぞれ項目における温度や時間,回数を繰り返し微調整することで手法 構築を目指した.
- (3) 低粘度の樹脂の中にはシアノアクリレート系の樹脂が存在する.これらは瞬間接着剤として知られている樹脂であり,真空含浸法との相性が悪い.しかし,浸透性の良さから,従来は岩石試料表面に塗布することで試料表面のクラックを観察するシアノアクリレート法として構築されている.この従来法は,シアノアクリレートの浸透性を期待する手法であり,ここではシアノアクリレート浸透法と呼ぶこととする.

これに対して,現在では製品開発の賜物として極めて低粘度のシアノアクリレート樹脂が存在する.そこで,図1に示すように,そうした低粘度のシアノアクリレート樹脂を用いつつ,蛍光剤とシアノアクリレートを塗布した際に岩石試料の反対側から吸引するシアノアクリレート吸引法についても検討した.



(1) 試料を切断・研磨 (2) シアノアクリレート・(3) 再度研磨後、紫外線 蛍光剤を塗布し減圧器で吸引 を照射して観察

図1 シアノアクリレート吸引法(提案法)

従来のシアノアクリレート浸透法は、シアノアクリレート樹脂の浸透力に期待して岩石試料表面に塗布することで表面観察に適した手法である。これに対してシアノアクリレート吸引法はシアノアクリレートの浸透力とともに塗布の際に吸引をかけることで試料の奥までの含浸を目指した手法である。

4. 研究成果

(1) プラスティネーションを応用した真空樹脂含浸法の成果の一例として,上述の手順に則り前処理を実施して UV 発光樹脂含浸を施した岩石試料での樹脂浸透状況を図 2 に示す.試料中心まで含浸した樹脂によって UV 励起された塗料が発光している様子が見て取れる.この結果,当初目標としていた低粘度の樹脂を用いつつ含浸力を向上させた新しい手法により花崗岩へ蛍光樹脂を含浸できた.しかしながら,花崗岩には石英が混在する.そのため,図では試料全断面が UV

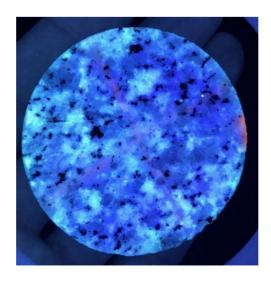


図 2 プラスティネーションを応用した真空含浸法による樹脂含浸状況

励起によって発光してしまい,このままでの観察によってマイクロクラックを観察することは難 しかった.

図3に顕微鏡撮影によって観察したクラックの様子を示す.図には蛍光樹脂がマイクロクラックに含浸して発光している様子が写っている.一方で,図中枠で囲ったあたりには発光していないき裂のような白い線もわずかに観察される.そこで,これらの白い線はき裂であるという想定で,更に条件を変えつつ真空樹脂含浸を実施したが,こうした白い線に対して安定的に樹脂を含浸させて観察することはできなかった.



図3 真空含浸を施した岩石試料の顕微鏡観察例

(2) 真空含浸法ではマイクロクラックの安定的な観察が難しいとともに,手順が多く試験者の技量の差による結果のばらつきも多かった.そこで,簡易な代替手法としてシアノアクリレート吸引法を試みた.従来法はシアノアクリレートの浸透力に期待した試料表面の観察に適した手法である.これに対して,提案法は吸引中にシアノアクリレートを塗布することで試料内部への含浸を期待している.

図4に、シアノアクリレート吸引法を施した13mm 程度の厚さを有する岩石試料の塗布面(表面)および吸引面(裏面)の様子を示す.可視光およびUV励起による観察から,蛍光樹脂が試料吸引面(裏面)まで到達していることがわかる.これより,本手法によって,ある程度の厚さまでの試料であれば蛍光樹脂を十分に含浸できる可能性を確認できた.

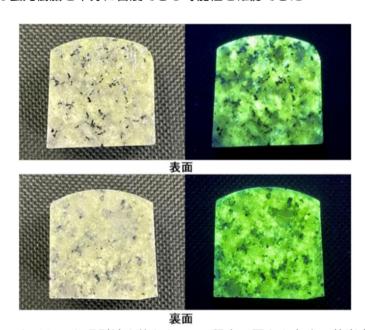
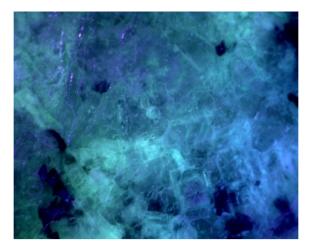
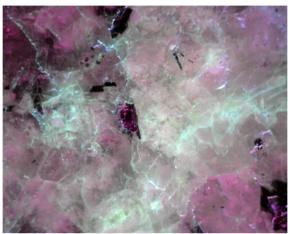


図 4 シアノアクリレート吸引法を施した 13mm 程度の厚さを有する花崗岩試料の様子

図5にシアノアクリレート吸引法を施した岩石試料の顕微鏡観察例を示す.図では花崗岩を構成する鉱物の粒がそれぞれ輪郭をもって見ることができるとともに,箇所によってはそれらの輪郭が連結して弱層として存在する.また同一鉱物内に生じた剥離面のようなクラックも認められた.花崗岩内部のマイクロクラックは,純粋なき裂面というよりも,鉱物粒界の弱層や剥離層のような様々な形状を持って存在していると考えられる.





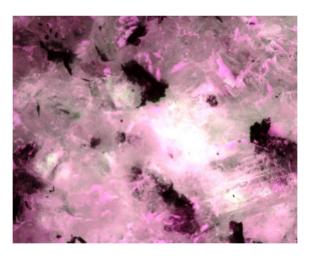


図 5 シアノアクリレート吸引法を施した岩石試料の顕微鏡観察例

以上に示す本研究の成果により、蛍光樹脂を岩石内部に含浸させることができる方法を複数 提案することができた.しかし、本来の目的である安定的に樹脂を含浸させてマイクロクラック の観察に耐える技術構築には至っていない.その上では、樹脂の含浸方法のみならず、撮影方法 などの観察技術の構築やクラックをより際立たせる画像処理技術の導入も必要である.今後は これらの課題を克服することで、更に有用な知見を得たいと考えている.

5		主な発表論文等
J	•	上る元化冊入寸

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計0件

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

_

6 . 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	備考
---------------------------	----

7.科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------