

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成25年6月28日現在

機関番号：82706

研究種目：基盤研究（B）

研究期間：2010～2012

課題番号：22340152

研究課題名（和文） 多鉱岩の弾性変形におけるカルサイト応力計の開発

研究課題名（英文） Development of paleo-piezometer in elastic polymineralic rock using calcite twin

研究代表者

坂口 有人（SAKAGUCHI ARITO）

独立行政法人海洋研究開発機構・地球内部ダイナミクス領域・技術研究主任

研究者番号：80304666

研究成果の概要（和文）：岩石やコンクリートといった多鉱材料に強いストレスが生じて、弾性回復した後に古応力を推定するのは不可能と考えられてきた。本研究は、応力によって内部が双晶変形するカルサイト結晶を用いて、岩石や断層の力学的理解や、コンクリート構造物の安全評価に役立てることが目的である。そのために必要な、応力計に適したカルサイト結晶の合成（特許出願済）、粒状体内部の応力状態の可視化と効率的な応力推定方法（特許出願済）に成功した。

研究成果の概要（英文）：

It was believed impossible that to estimate paleo-stress from elastic rebounded polymineralic material as rock and concretes. The purpose of this study is to develop calcite-twin paleo-piezometer for rock mechanics and safety evaluation of concrete buildings. We succeeded that imaging of inner stress field of polycrystalline aggregates and paleo-piezometric analysis.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	6,800,000	2,040,000	8,840,000
2011年度	6,700,000	2,010,000	8,710,000
2012年度	1,300,000	390,000	1,690,000
年度			
年度			
総計	14,800,000	4,440,000	19,240,000

研究分野：岩石力学

科研費の分科・細目：地球惑星科学・地質学

キーワード：古応力，弾性歪み，多鉱材料，カルサイト，双晶変形

1. 研究開始当初の背景

岩石やコンクリート等の多鉱材料が大きな力を受けても、応力解放後に弾性反発による歪み解消がなされた場合は、過去の応力を推定することはできないと信じられてきた。

2. 研究の目的

過去の応力を推定することが可能になれば、地殻の弾性反発である地震の発生メカニズ

ムのより深い理解につながるし、また、コンクリート構造物が何等かの応力イベントを経験し、弾性回復した状態でのダメージ評価にも応用できるようになる。

3. 研究の方法

カルサイト結晶は受けた力に応じて結晶内部の双晶変形が増加することで知られており、これをマイクロ応力計とすることで多鉱

材料にかかった力を推定する手法の開発を目指している。これまでのところ天然試料を使った実験で経験則的に良い相関を得ている（特許公開 2008-286689）。

本研究計画では、不確定要素の多い天然試料ではなく、人工カルサイトをを用いた基礎実験を通じて、カルサイトの双晶変形-応力の相関関係、人工岩石（コンクリート）を用いた力学試験、そして数値シミュレーションを組み合わせてカルサイト応力計の高度化を目指す。それはコンクリート建築物の安全評価技術にもつながるだろう。

4. 研究成果

研究成果は、カルサイトの合成技術確立、合成カルサイトをを用いた多鉱材の内部応力の基礎研究、の3つに分けられる。

(1) カルサイトの合成技術の確立

本研究の目指す多鉱材料の微小な応力計に使用するのに最適なカルサイト粒子のサイズは砂粒子（1/16～2mm）である。しかしこのサイズのカルサイトの合成は試みられてこなかった。従来は、光学材料としてより大きな結晶を得ることを目的として実施されてきた。その育成方法は、縦長のオートクレーブの下部に原料の屑カルサイト結晶を置き、上部にカルサイト種結晶を吊るし、その間に対流制御板をおいた上で、オートクレーブの下部を上部より高温に加熱し、その温度を保持する温度差法が試みられてきた。熱対流による物質移動により結晶が成長する、この方法では、1mm 程度まで小さな単結晶をオートクレーブ上部に設置する方法がないために、微細な結晶を合成することは困難である。一方、原料のカルサイト粉末を高温の水熱条件下で完全に溶解させ、その状態から徐冷することにより過飽和状態をつくりだし、自然核生成により生成した結晶核を成長させる単純徐冷法ならば、細粒なカルサイト粒子を大量に生成させることができる。しかし従来はゴムや紙への添加剤としてのナノスケールのものが合成され、砂粒子のサイズのものの合成は試みられてこなかった。それはマーケットが存在しなかったことに起因する。

そこで、本研究では容量2Lの大型のオートクレーブ（図1）を使用した、単純徐冷法を試みた。単純徐冷法では、徐冷速度を落とすことにより比較的低い過飽和条件で核生成を開始させる。将来の応用を考えると、合成コストを極力小さくする必要がある。そのためできるだけ短時間に、低温で、数多くの結晶が生成されるような条件を探す必要がある。そこで溶剂量、溶媒濃度、溶媒 pH、圧力、最高温度、徐冷速度、撹拌速度、など数多くのパラメータの最適値を探す必要がある。各

パラメータのみを変動させる実験を繰り返して、それぞれの最適値を求めた。その結果、約 150℃以下の温度で、pH7.5 という比較的マイルドな環境において、約 24 時間で 200 μm サイズの結晶を合成できる条件を見出した（柳澤ほか、2011）。これは将来の工業的実用化に十分なものといえよう。

カルサイト結晶の双晶変形は、受けた力に応じて体積あたりの双晶密度が増加する。そのため低応力が生じた材料を計測するため

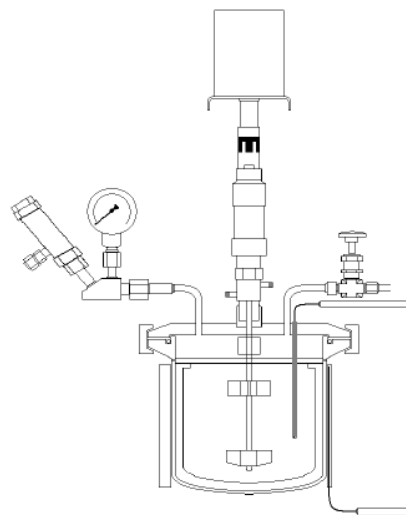


図1. オートクレーブの概要。内面はテフロン加工されており、任意の速度で撹拌可能である。気液二相状態のため内圧は飽和水蒸気圧状態に保たれる。

には、結晶サイズが大きい必要がある。生成した結晶核の数を少ない方が、一つ一つの結晶がより大きく成長する性質があるが、核生成制御を伴う単純徐冷法では、細粒の粒子が多量に生成されるため、合成される結晶の大きさに限界がある。より大きなカルサイト結晶を育成するためには、核生成と結晶成長を分離する必要がある。そこで二段階徐冷法を試みた。

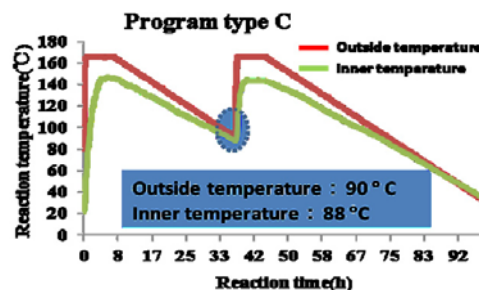


図2. 二段階徐冷法の温度変化条件。

通常の徐冷法では、飽和状態から室温まで徐冷するが、この途中で冷却を止め、再度高

温まで加熱することにより、析出していた結晶のなかで細かなものは溶解し、大きな結晶だけを残し、再び徐冷をすることにより、残った結晶を種結晶として、より大きく成長させるものである。これは徐冷法と種結晶を成長させる2種類の合成方法を組み合わせたものともいえる。

この2段階徐冷法における再加熱と再徐冷の最適条件を探すため、様々な条件で実験を行った。その結果、図2の温度変化条件において $>500\mu\text{m}$ の結晶が得られることがわかった(柳澤ほか, 2011)。これは単純徐冷法に1回冷却よりも2倍以上の直径に成長するものである(特許出願中)(図3)。

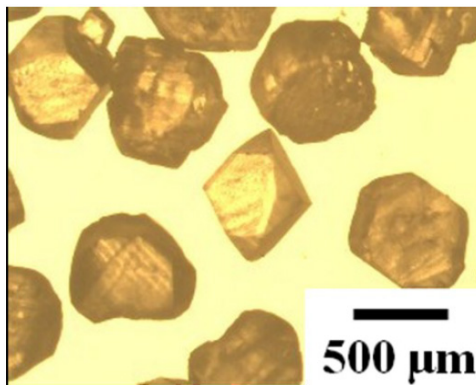


図3. 2段階徐冷法で大きく成長したカルサイト結晶.

(2) 多鉱材の内部応力

岩石をはじめとする多鉱材の内部にどんな応力場が生じているのかは、よくわかっていない。個別要素法による粒状体シミュレーションによって複雑な応力鎖が発達しているであろうことは予測されているが(図4)、実際の材料で確かめられたことはない。シミュレーションによれば、粒状体の内部応力は複雑で、応力鎖のネットワークが発達していることがわかる。岩石内部にも同様の複雑な応力鎖が生じているものと予想されるが、その分布や応力値は不明のままである。

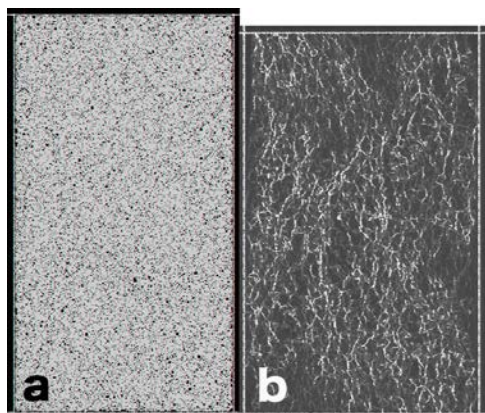


図4. 粒状体(a)を圧縮した場合の粒子間力(b). 粒状体の内部応力は不均質で、一定の数の粒子が高い応力を持って連なる鎖状の分布を持つことが予測される。

シミュレーションによれば、粒状体の内部応力は複雑で、応力鎖のネットワークが発達していることがわかる。岩石内部にも同様の複雑な応力鎖が生じているものと予想されるが、その分布や応力値は不明のままである。

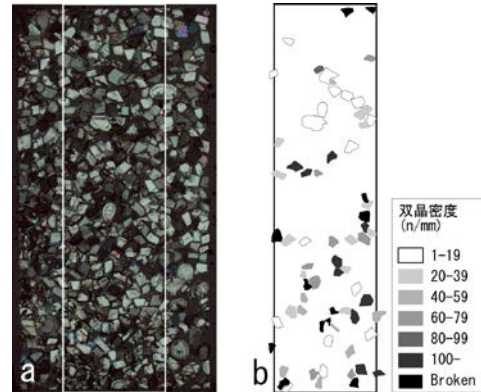


図5. 双晶カルサイト粒状体(横幅5mm)(a)とその双晶分布(b).

本研究では、カルサイト粒子による粒状体をつくり、その内部応力を可視化した。使用するカルサイトには初生的な双晶を含まないことが望ましいので、前述の合成カルサイト結晶を樹脂で固めて粒状体とした。いわば双晶フリーのカルサイト粒子による雷おこしのような試供体である。供試体は $5\times 5\times 10\text{mm}$ の角柱であり、これを精密一軸圧縮試験機で圧縮試験した。段階的に $0\sim 35\text{MPa}$ まで載荷し、それぞれを鏡下観察した。その結果、平均双晶密度は載荷重に応じて増加するが、試料内部の個々のカルサイト粒子の双晶変形の度合いはまちまちで、内部応力は不均質であることを示している。双晶密度の高い粒子は偏って分布し、一部は連なって配列

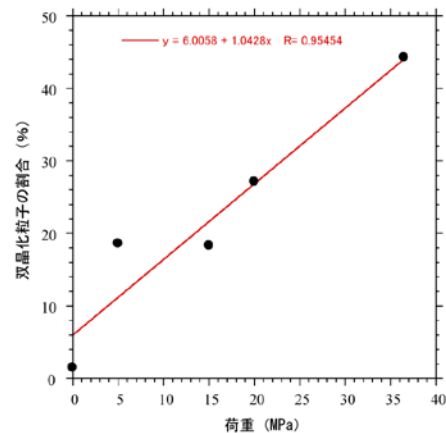


図6. 双晶の無いカルサイト結晶の粒状体を載荷した場合、載荷重に応じて双晶ができた結晶の割合が増える。

しているように見える。これは DEM シミュレーションの示す応力鎖の特徴と同じである、実際の材料でも応力鎖が存在することが確認できた (図 5)。

また本実験において、載荷重に比例して双晶変形を有するカルサイト粒子の割合が増えることを確認した。これは特に低応力状態において、載荷重の増加にともなって、双晶変形が生じる臨界応力値に達する粒子の数がを増えることを示しており、載荷重とともに応力鎖の数と強さが増加するというシミュレーションの観察結果と一致する (図 6)。

これまでの古応力測定方法は、粒状体を構成する各カルサイトに発達している双晶密度を、一粒ごとに計測し、その平均値から全体にかかった力を推定していた。しかしこの新しい方法は、単に双晶変形を有する結晶の数をカウントするだけであるので、はるかに容易で測定者による誤差が生じにくいというメリットがある (特許出願中)。

以上の結果は、コンクリート構造物に広く応用できる可能性がある。双晶を含まないカルサイト粒子の集合体を事前に構造物に設置しておけば、常時観測もメンテナンスも不要でありながら、何らかの応力イベントがあった後に、構造物にかかった力を推定することができることを意味する。ちなみに本実験で行った<35MPa の応力は、普通コンクリートの強度領域であるため、利用範囲は広いであろう。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 1 件)

- ① Arito Sakaguchi, Hide Sakaguchi, Daisuke Nishiura, Masao Nakatani, and Shingo Yoshida, Elastic stress indication in elastically rebounded rock, Geophysical Research Letters, 査読有, 38, L09316, doi:10.1029/2011GL047055, 2011

[学会発表] (計 11 件)

- ① K. Yanagisawa, T. Gotoda, A. Onda, A. Sakaguchi, H. Sakaguchi, Hydrothermal Growth of Calcite Crystals for Stress Sensor, The 2nd International Symposium on Green Science, 2013 年 03 月 21 日, 高知大学
- ② K. Yanagisawa, T. Gotoda, A. Onda, A. Sakaguchi, H. Sakaguchi, Hydrothermal Growth of Calcite Crystals by Slow Cooling Method, 2013 年 01 月 13 日, Austin, USA

- ③ 後藤田智美, 恩田歩武, 柳澤和道, 坂口有人, 阪口 秀, 圧力センサー用カルサイト単結晶の合成, 日本セラミックス協会 2013 年年会, 2013 年 01 月 13 日, 東京工業大学
- ④ 後藤田智美, 恩田歩武, 柳澤和道, 坂口有人, 阪口 秀, 微細なカルサイト単結晶の水熱合成, 第 7 回日本フラックス成長研究発表会, 2012 年 12 月 07 日, 物質・材料研究機構 (つくば市)
- ⑤ 後藤田智美, 恩田歩武, 柳澤和道, 坂口有人, 阪口 秀, 水熱徐冷法によるカルサイト単結晶の育成, 日本セラミックス協会第 25 回秋季シンポジウム, 2012 年 09 月 19 日, 名古屋大学
- ⑥ 坂口有人, 阪口 秀, 柳澤和道, 岩石内部の応力状態を見る, 日本地質学会第 119 年学術大会, 2012 年 09 月 15 日, 大阪大学
- ⑦ 坂口有人, Estimation of frictional parameters from a fault rock, 日本地球惑星科学連合 2012 年大会, 2012 年 05 月 21 日, 千葉幕張メッセ
- ⑧ 後藤田智美, 恩田歩武, 柳澤和道, 阪口秀, 坂口有人, 二段徐冷法による微細なカルサイト単結晶の水熱育成, 第 18 回ヤングセラミスト・ミーティング in 中四国, 2011 年 12 月 9 日, 岡山大学
- ⑨ 柳澤和道, 後藤田智美, 勝田純, 小澤隆弘, 恩田歩武, 坂口有人, 阪口秀, 自然核生成を利用したカルサイト単結晶の水熱育成, 日本セラミックス協会第 24 回秋季シンポジウム, 2011 年 9 月 8 日, 北海道大学
- ⑩ Arito Sakaguchi, Daisuke Nishiura, Hide Sakaguchi, Paleo-stress estimation of elastic rebounded fault rock based on calcite twin, 2010 American Geophysical Union, Fall meeting, 2010 年 12 月 14 日, San Francisco, USA
- ⑪ 坂口有人, 阪口 秀, 西浦泰介, 柳澤和道, 久田 真, 皆川 浩, 寺田賢二郎, 京谷孝史, カルサイト双晶応力計の従来の問題点と人工カルサイトによる力学試験, 日本地質学会第 117 年学術大会 (2010 富山), 2010 年 9 月 18 日, 富山大学

[産業財産権]

○出願状況 (計 2 件)

名称: カルサイト単結晶の製造方法
発明者: 柳澤和道, 坂口有人, 阪口 秀
権利者: 国立大学法人高知大学, 独立行政法人海洋研究開発機構
種類: 特許
番号: 特願 2011-25329

出願年月日：平成 23 年 2 月 8 日
国内外の別：国内， 外国

名称：応力履歴測定方法および応力センサー
発明者：坂口有人， 阪口秀
権利者：独立行政法人海洋研究開発機構
種類：特許
番号：特願 2013-110668
出願年月日：平成 25 年 5 月 27 日
国内外の別：国内

[その他]
ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者

坂口 有人 (SAKAGUCHI ARITO)
独立行政法人海洋研究開発機構・地球内部
ダイナミクス領域・技術研究主任
研究者番号：80304666

(2) 研究分担者

柳澤 和道 (YANAGISAWA KAZUMICHI)
高知大学・教育研究部 総合科学系 複合領
域科学部門・教授
研究者番号：90145110
久田 真 (HISADA MAKOTO)
東北大学・工学 (系) 研究科 (研究院)・
教授
研究者番号：80238295
京谷 孝史 (KYOYA TAKASHI)
東北大学・工学 (系) 研究科
(研究院)・教授
研究者番号：00186347
寺田 賢二郎 (TERADA KENJIRO)
東北大学・災害科学国際研究
所 地域・都市再生部門・教
授
研究者番号：40282678
皆川 浩 (MINAGWA HIROSHI)
東北大学・工学 (系) 研究科
(研究院)・准教授
研究者番号：10431537