

論文

## マイクロインデーターを用いた カオリン粘土の微小力学的挙動の定量的評価

金山素平\*・嘉本晃子\*\*・颯田尚哉\*・武藤由子\*

\*岩手大学農学部

〒020-8550 岩手県盛岡市上田3-18-8

\*\*盛岡市役所

〒020-8530 岩手県盛岡市内丸12-2

### Quantitative Evaluation of Micromechanical Behavior of Kaolin Clay by Using Micro-Indenter

Motohei KANAYAMA\*, Akiko KAMOTO\*\*, Naoya SATTA\* and Yoshiko MUTO\*

\*Faculty of Agriculture, Iwate University

3-18-8 Ueda, Morioka, Iwate 020-8550

\*\*Morioka City Office

12-2 Uchimaru, Morioka, Iwate 020-8530

#### Abstract

In this study, focusing on the quantitative evaluation of the mechanical behavior of kaolin clay at the micro scale, the deformation behavior and strength in the micro region were examined. Furthermore, the strength of the microscopic area obtained from the indent test was compared with the strength obtained from the unconfined compression test.

From the creep test results based on load control, it was found that the deformation characteristics differed at a certain water content in a microscopic region. It was also found that the liquid state of clay can be judged by this test. From the cycle indentation tests based on displacement control, it was found that the hardness differs in strength characteristics at a certain water content in a microscopic region. The displacement control test in the micro region showed that the liquid state of clay can be evaluated from the viewpoint of strength evaluation. As a result of examining the effect of the loading rate on the strength, the obtained strength was almost constant for the loading rate from 0.05 to 0.5 mm/s, and it is considered that there is no effect on strength due to loading rate. Compared with the undrained shear strength obtained by the unconfined compression test, the strength derived by micro-indenter was almost the same. In particular, it is considered possible to evaluate the strength in a microscopic region by using a rate in the range of 0.2 to 0.5 mm/s.

**Key Words:** clay, micro-indentation, liquid limit, rate effect, undrained shear strength

#### 1. まえがき

押し込み試験（インデンテーション）は、簡便かつ迅速に試験が可能、特別な試験片準備が不要、極めて低い押し込み荷重の適用により薄膜や微小領域の材料特性評価が可能、といった利点を持つため、幅広い分野で使用されている材料特性評価法である。また、硬さ値算出以外にも、押し込み過程で取得した荷重-変位データからヤング率なども算出可能である。急速な電子デバイス製造技術の発展により、電子機器の小型化・高集積化が急

速に進んでおり、従来の材料試験に代わるマイクロメカニカルテストとして確立している。マイクロインデンテーション試験では、材料表面に球や角錐の圧子を数 $\mu$ m程度押し込むことで得られる圧子押し込み荷重(P)と押し込み深さ(h)を逐次的に計測し、得られた、P-h曲線から微小な材料の機械的特性を求めることが可能である (Fig. 1)。Ahn and Kwon<sup>1)</sup>は、球圧子を用いた押し込み試験による応力-ひずみ関係の推定方法を提案している。

マイクロインデンテーション試験は、材料特性評価法

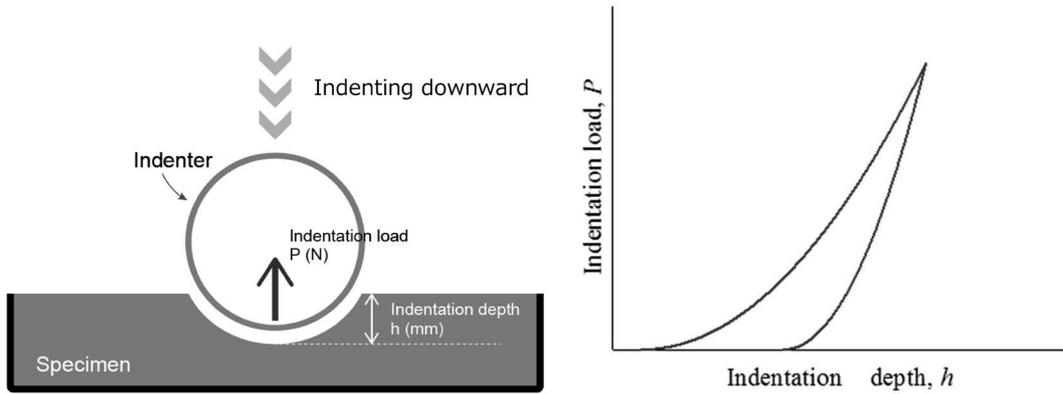


Fig. 1 Schematic depiction of indenting on sample surface and relationship between indentation load and indentation depth

として幅広い分野で使用されているが、主に電子デバイス製造分野で多用されている。原田・柴田<sup>2)</sup>は、脆性材料の微小な接触変形特性を通して機械的材料特性の評価を目的として研究を行った。その結果、荷重-押し込み線図、アコースティックエミッションセンサから破壊挙動の特徴を捉えることが可能であること、接触圧による機械的材料特性評価の可能性を報告した。井上・吉田<sup>3)</sup>は、材料特性が既知の完全塑性体材料および加工硬化特性を持つ材料に対して球圧子および円錐圧子を用いたマイクロインデンテーション試験の有限要素解析を行い、得られた $P$ - $h$ 曲線の負荷曲線および応力-塑性ひずみ関係を調べ、材料の加工硬化特性を決定する手法を提案した。

土の科学および力学を扱う分野において、マイクロインデンテーションを適用した研究事例はあまり多くない。Naveed et al.<sup>4)</sup>は、砂質ローム土および粘性ローム土の根圏スケールにおける力学的強度と水理学的特性を検討した。土の強度定数評価にマイクロインデターを使用し、植物の滲出液がチアシード>トウモロコシの根>大麦の根の順に土壌硬度と弾性率を高めることを実験的に明らかにしている。このことから、マイクロインデンテーションが根圏スケール土壌のような微小な領域の強度評価に有効であることがわかる。本研究においては、粘土の強度定数評価手法として、マイクロインデンテーションを使用した微視的な力学測定手法の適用可能性について検討する。

## 2. 試験試料と試験方法

本研究では、ニュージーランド産陶磁器用原料のカオリン粘土 (New Zealand China Clays Ltd.) を用いた。試料は十分に練返し、等方性を保つものとして扱っている。カオリン粘土の物理試験結果から、土粒子密度 $\rho_s$ は $2.60 \text{ g/cm}^3$ 、液性限界 $w_L$ は78.0%、塑性限界 $w_p$ は39.7%であった。

### 2.1 マイクロインデンテーション試験

本研究では、万能圧縮試験機 (A&D(株), RTG-



Fig. 2 Micro-indentation test apparatus with double column testing system and indentation rod

1210; Fig. 2) を用いて測定した。以下マイクロインデターと呼ぶこととする。主な特徴は、ロードセル容量は5N、荷重測定範囲はロードセル容量の1/500まで (すなわち、精度を損なうことなくロードセル容量の0.2%まで測定可能)、荷重精度は読み値の $\pm 1.0\%$ 、速度範囲は0.05–1000mm/min、速度精度は0.01mm/minである。Fig. 2に示すように、ロードセルの先端に取り付け

であるロッドの直径は3mm、先端の形状は半球状である。

硬度は押し込み試験で測定できる最も基本的な特性である。これらの算出には、次の3つの量を求める必要がある。荷重 $P$ 、接触面積 $A_c$ 、圧子と試料間の接触剛性 $S$ である。 $S$ は荷重-変位曲線における除荷曲線の初期点における傾きに相当する。(Fig. 3)

$$S = \left. \frac{dP}{dh} \right|_{P_{max}} \quad (1)$$

接触深さ $h_c$ はFig. 3で示すように、接触点の周辺表面の弾性へこみにより、試験中の押し込み深さ $h_{max}$ より通常浅くなる。

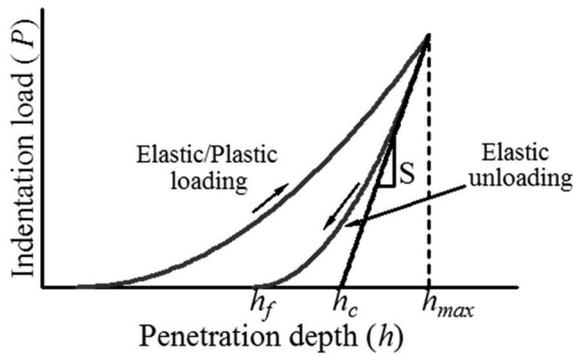


Fig. 3 Parameters derived from indentation load-depth curve

Table 1 Test condition

	Creep test	Cycle indentation test	Single indentation test
No. of indentation	1	1, 2, 5, 10, 20	1
Indentation rate (mm/sec)	0.1	0.1	0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2, 0.5, 1
Indentation depth (mm)	Measure	1	1
Indentation Load (N)	0.01, 0.03, 0.04, 0.05, 0.1	Measure	Measure

$$h_c = h_{max} - \epsilon \frac{P}{S} \quad (2)$$

ここで、 $\epsilon$ は圧子形状に依存する定数であり、圧子の押し込み深さが小さい範囲において、球圧子や三角錐圧子であれば0.75、円圧子であれば0.72である。

次に圧子と試料間の接触面積 $A_c$ は $h_c$ から算出する。ただし、 $r$ は先端球の半径である。

$$A_c = 2\pi r h_c \quad (3)$$

式(1)~(3)が決まれば、硬度 $H$ は次式で算出される。

$$H = \frac{P}{A_c} \quad (4)$$

この方法は面積の計算で表面の弾性へこみの影響を考慮されており、従って算出された硬度は塑性特性のみを示すことになる。

このマイクロインデントを用いて、押し込み荷重値、载荷回数および载荷速度を変えた3種類のインデント試験を行った。Table 1に各試験条件を示す。試料の液性状態の評価を検討するため、あらかじめ含水比を変えた6通りの試料 ( $w=62.7\%, 70.3\%, 74.2\%, 78.0\%, 81.8\%, 85.6\%$ ) を用意した。なお、試料の含水比の設定に関しては、液性指数 $I_L$ を用いて $I_L=0.6, 0.8, 0.9, 1.0, 1.1, 1.2$ とし、含水比を算出している。

後述する3.1.1項および3.1.2項の試験に用いる供試体は、十分に練返したカオリン粘土をステンレス製シャーレ(直径5.5cm、高さ2.5cm)に間隙ができないように詰め、へらを用いて試料表面を滑らかにし作製した。

### 2.1.1 クリープ試験による変形特性評価

一定の荷重を土の微小領域に加え続けた時に生じる変形について検討するため、マイクロインデントを用いてクリープ試験(Creep Test)を行った。6種類の含水比に調節した供試体に载荷速度0.1mm/sで载荷し、5種類の一定荷重0.01N, 0.03N, 0.04N, 0.05N, 0.1Nに達した後、60秒間一定荷重を加え続け、その間の貫入量を測定した。

### 2.1.2 繰返し载荷除荷試験による硬度評価

試料に繰返し载荷した際の微小領域の硬度の変化について検討するため、5種類の载荷回数1回, 2回, 5回, 10回, 20回で、6種類の含水比の試料にマイクロインデントを用いて繰返し载荷除荷試験(Cycle Indentation Test)を行った。载荷速度は0.1mm/s、最大の押し込み深さは1.0mmとし、その間の押し込み荷重を測定した。各载荷回数の詳細をTable 2に示す。一回ごとの载荷はそれぞれ1.0mm, 0.5mm, 0.2mm, 0.1mm, 0.05mm、除荷はそれぞれ1.0mm, 0.1mm, 0.1mm, 0.05mm, 0.025mmと設定し、1mmに達した後1mmの除荷を行った。

Table 2 Test condition for cycle indentation test

No. of indentation	+: Loading/-: Unloading (mm)
1	+1.0/-1.0
2	+0.5/-0.1/+1.0/-1.0
5	+0.2/-0.1/+0.4/-0.1/+0.6/-0.1/+0.8/-0.1/+1.0/-1.0
10	+0.1/-0.05/+0.2/-0.05/+0.3/-0.05/+0.4/-0.05/+0.4/-0.05/+0.5/-0.05/+0.6/-0.05/+0.7/-0.05/+0.8/-0.05/+0.9/-0.05/+1.0/-1.0
20	+0.05/-0.025/+0.1/-0.025/+0.15/-0.025/+0.2/-0.025/+0.25/-0.025/+0.3/-0.025/+0.35/-0.025/+0.4/-0.025/+0.45/-0.025/+0.5/-0.025/+0.55/-0.025/+0.6/-0.025/+0.65/-0.025/+0.7/-0.025/+0.75/-0.025/+0.8/-0.025/+0.85/-0.025/+0.9/-0.025/+0.95/-0.025/+1.0/-1.0

### 2.1.3 載荷速度を変化させた単一載荷試験による強度評価

載荷速度を変化させた時の試料の微小領域における強度の変化について検討するため、7種類の速度 0.01 mm/s, 0.02 mm/s, 0.05 mm/s, 0.1 mm/s, 0.2 mm/s, 0.5 mm/s, 1.0 mm/s を用いて単一載荷試験 (Single Indentation Test) を行った。試料は、一軸圧縮試験を行うために作製した円柱状の供試体であり、厚さ 1 cm にスライスした試料を使用した。供試体の含水比は、54.6-58.5% の範囲にあり、平均の含水比は 56.7% であった。押し込み深さは 1.0 mm とし、載荷回数は 1 回、試験は 1 つの試料に十分に距離を隔てて 6-7 回ずつ行った。試験時間は最大で 200 秒と比較的短時間であるため、試料表面の乾燥や排水による影響は考慮していない。

### 2.2 一軸圧縮試験による強度評価

インデンテーション試験により求めた試料の微小領域での強度と比較するため、一軸圧縮試験を行った。試験に使用した供試体は、初期含水比 70% に調整したカオリン粘土を、内径 10.0 cm, 高さ 12.7 cm の圧密容器に隙間なく詰め、65 時間 300 N の荷重をかけて予圧密し、直径 3.5 cm, 高さ 11 cm に成形したものである。一軸圧縮試験に用いた供試体の含水比は 55.7% であった。

載荷速度は 1%/min の圧縮ひずみが生じる割合とし、日本工業規格 JIS A 1216 に則り所定の時間ごとに圧縮量と荷重の測定を行った。試験は圧縮力が最大となって引き続きひずみが 2% 以上生じた時点で終了した。

## 3. 結果と考察

### 3.1 クリープ試験の結果

一定の荷重を土の微小領域に加え続けた時に生じる変形特性を把握するため、クリープ試験を行った。本試験は荷重制御に基づいた試験となる。Fig. 4 は各含水比の試料に 3 種類の荷重 0.03 N, 0.04 N, 0.05 N を加えた試験の結果である。各荷重において 2 つの供試体を用いた。1 条件につき 3 回測定したため、各荷重では 6 個のデータを示している。図中の実線は設定荷重を示している。

なお、載荷荷重 0.01 N および 0.1 N についても試験を実施したが、前者は荷重測定精度の下限値以下であったこと、後者は押し込み深さが 10 mm を超過したことから、本研究では結果を採用していない。Fig. 4 において、設定荷重に到達後、計測終了までの 60 秒間検知された荷重が大きくばらついていることがわかる。この試験が荷重制御で行われているためであり、押し込む深さによって設定荷重を一定に保とうとしたためである。このときの 60 秒間の押し込み深さがクリープ量となる。同じ荷重であっても、含水比の値が大きくなるにつれて設定荷重に達するまでの押し込み深さが増大し、設定荷重に達した後の 60 秒間におけるクリープ量についても同様に増加している。また、荷重を一定の値に制御する際、検知した荷重のばらつきは含水比の値が大きくなるにつれて小さくなっており、含水比が高いと土粒子間の隙間に水が増加し、液状の性質が支配的になることがわかる。荷重のばらつきは低下は、含水量の増加によって供試体内に局所的に存在する含水状態の不均一性が解消されるためと考えられる。

Fig. 5 は、クリープ試験から得られた一定荷重後の 60 秒間のクリープ量と含水比の関係を示した図である。なお、図の表示はフォールコンを用いた液性限界試験の表示と同様にしている。試験は各載荷荷重について 2 つの供試体に対し実施し、それぞれ含水比を測定した。図中の白丸は各載荷荷重で行った 3 回の試験結果、黒丸はそれらの平均値、破線は JIS A 1205 による液性限界の値を示している。含水比が増加するにしたがい、クリープ量は直線的に増加し、その直線の勾配が遷移する点が観察された。その遷移点を評価するため、平均値のデータに対し最小二乗法を適用し、最良の相関係数を有する直線を選定した。得られた相関係数は 0.915 から 0.995 の範囲にあり、高い正の相関を示すことがわかった。遷移点の含水比は、荷重が 0.03 N のときは 80.0%, 0.04 N のときは 76.6%, 0.05 N のときは 74.5% となり、採用した荷重の増加とともに遷移点の含水比が低下する傾向を示した。決定した含水比は、JIS A 1205 による液性限界の値の 78.0% に近い値となっていることがわかる。このことから、荷重制御に基づき微小領域の変形挙動を評価

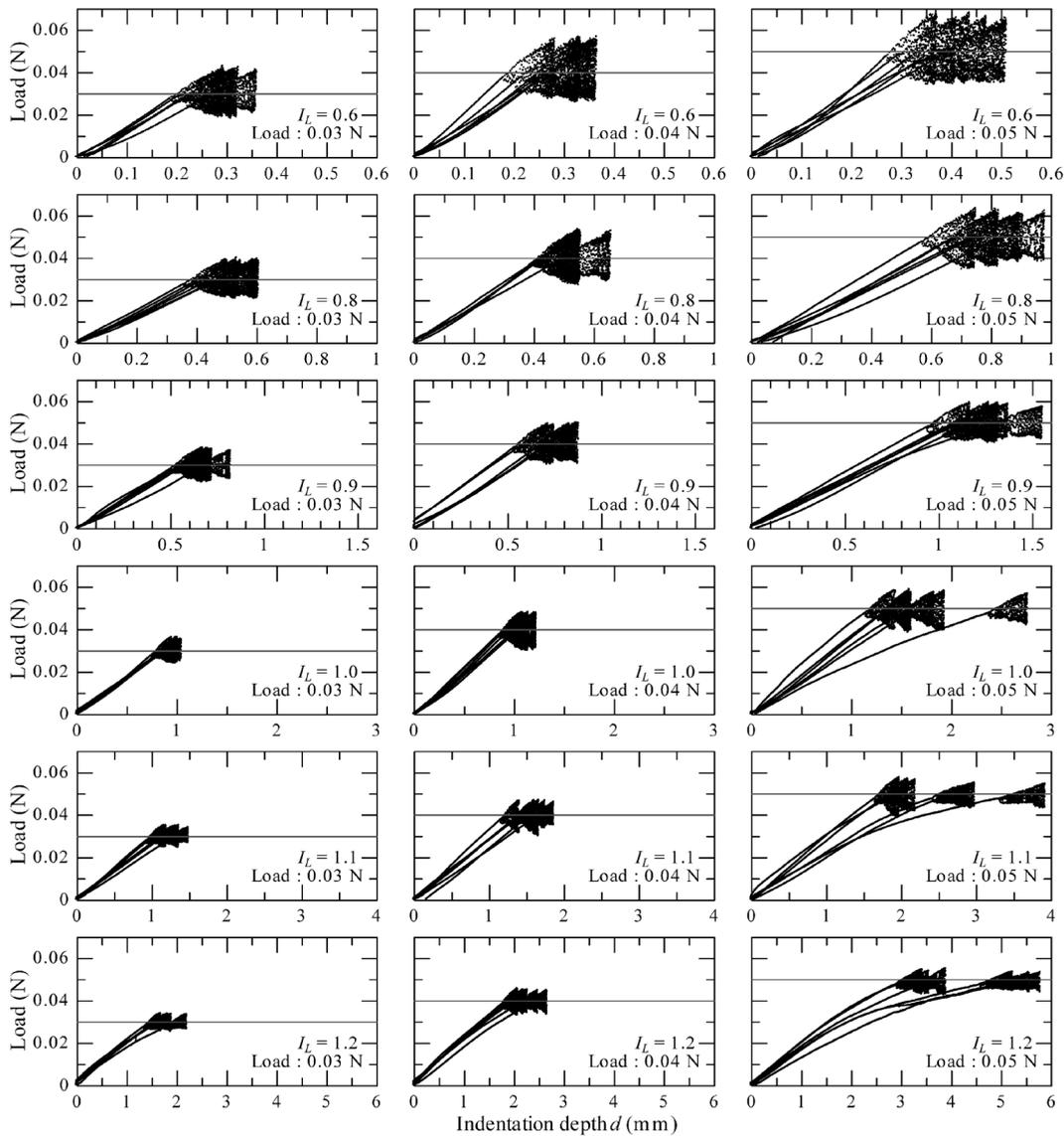


Fig. 4 Relationship between load and indentation depth in creep test (the number of repetition of measurement,  $N=6$ )

することによって、粘土の液性状態を判定可能であることが示唆された。

### 3.2 繰返し载荷除荷試験の結果

試料の微小領域における強度に対し、繰返し载荷が及ぼす影響を検討するため、繰返し载荷除荷試験を行った。繰返し载荷除荷試験の一例として、 $I_L=0.9$ の供試体について得られた荷重-変位曲線を Fig. 6 に示す。なお、本試験は変位制御に基づいた試験となる。1条件につき5回測定し、その結果を黒の実線で示している。含水比測定は、1つの供試体につき1回測定を行った。押し込み深さが増加するとともに押し込み荷重は直線的に増加している。また、繰返し回数を増加することによって、検知する荷重値とそのばらつきが大きくなる傾向にあることがわかる。この傾向はその他の含水比の供試体についても同様に確認された。荷重値の増加に関しては、繰返し载荷によって圧子接点に締りめあるいは圧密現象が発生したためと考えられる。

Fig. 7は、硬度と含水比の関係を示す図である。硬度については(4)式に従って換算している。白丸は各载荷回数で行った5回の試験結果、黒丸はそれらの平均値、破線はJISA 1205による液性限界の値を示している。いずれの载荷回数の場合であっても、含水比が増加するにつれて試料は柔らかくなることから、硬度が低下することがわかる。しかし、繰返し载荷回数が増加するに従い、算出された硬度のばらつきが大きくなっていることから、強度評価の観点から適切な载荷回数の選定が必要である。

クリープ試験結果と同様に、すべての試験において直線の傾きが遷移する点が観察された。遷移点を評価するため、平均値のデータに対し最小二乗法を適用し、最良の相関係数を有する直線を選定した。得られた相関係数は $-0.950$ から $-0.992$ の範囲にあり、高い負の相関を示すことがわかった。载荷回数1, 2, 5, 10および20回の試験から得られた遷移点の含水比は、それぞれ71.9%, 73.0%, 70.7%, 70.8%, 70.9%であった。JISA 1205に

よる液性限界の値の78.0%と類似する値であることがわかるが、過小評価する傾向にあること、また試験結果のばらつきが大きかったことから、データを積み重ねてさらなる検討が必要である。しかしながら、微小領域における変位制御の試験により、強度評価の観点から粘土の

液性状態が評価可能であることを示すことができた。

### 3.3 荷重速度を変化させた単一荷重試験による非排水せん断強度の評価

荷重速度を変化させることによって起こる強度の変化について検討するため、荷重速度を変化させた単一荷重試験を行った。Fig. 8に異なる荷重速度を使用した単一荷重試験から得られる荷重-変位曲線を示す。すべての荷重速度の場合において、ほぼ同じような曲線が得られている。しかし、荷重速度が0.5mm/sを超えると除荷後の傾きに多少の形の違いがみられる。これは、往復時間が2-4秒の短時間での測定であるためであると考えられる。また、0.01-0.1mm/sのような荷重速度が遅い場合において高い荷重値を検知したのは、荷重をかけている最中に試料が押し固められ強度を持ったためであると考えられる。1つの荷重速度の試験の結果の中で荷重値にばらつきがみられるのは、試料作製の際の構造の乱れや供試体含水比の不均一性のためであると考えられる。

TerzaghiはPrandtlが提案した金属材料の支持力を求めるための塑性解を修正して、浅い連続基礎の全般せん断破壊に対する極限支持力公式を導き出している<sup>5)</sup>。本研究では、このTerzaghiの支持力公式を使用して、マイクロインデントの試験結果を粘着力に変換する。インデント球の押し込みによって試料表面がFig. 9のように破壊するものとすれば、支持力 $Q_u$ の算定には式(5)のテルツァギー式を適用することができる。

$$Q_u = q_d A = \rho B^2 / 4 (1.3c N_c + 0.3\gamma B N_\gamma) \quad (5)$$

ここに、 $q_d$ は土の極限支持力、 $B$ は接触幅、 $c$ は粘着力、 $\gamma$ は土の単位体積重量、 $N_c$ と $N_\gamma$ は支持力係数である。

式(5)の $B$ はインデント球が試料へ $d$ だけ貫入したときの接触幅とみなすと、接触部を平面に投影したときの直径は $B = 2\sqrt{(2dr - d^2)} \leq 2r$ で与えられる。内部摩擦角 $\phi = 0$ のとき、各支持力係数は $N_c = 5.14$ 、 $N_\gamma = 0$ であるので、粘着力 $c$ は式(6)のように表される。

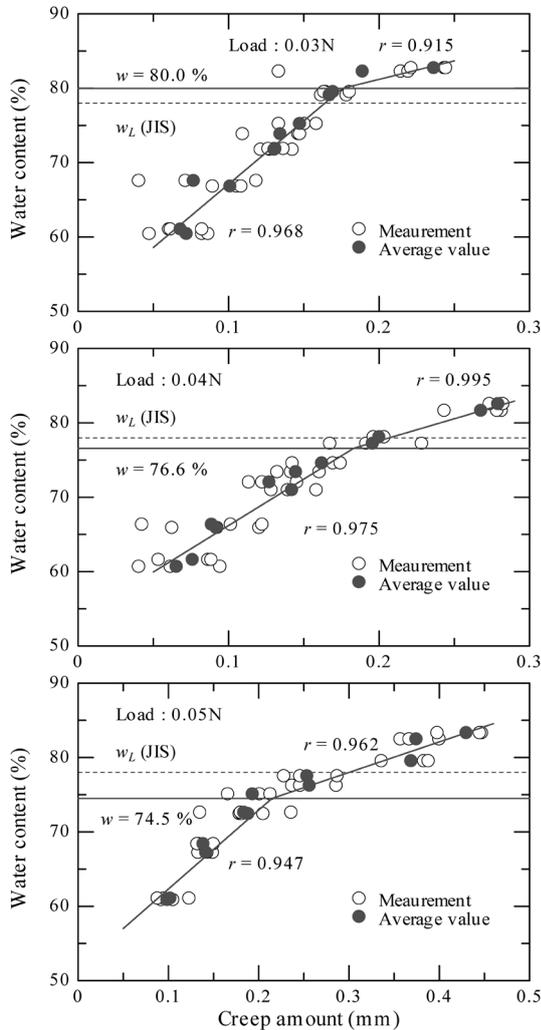


Fig. 5 Relationships between creep amount and water content under each load

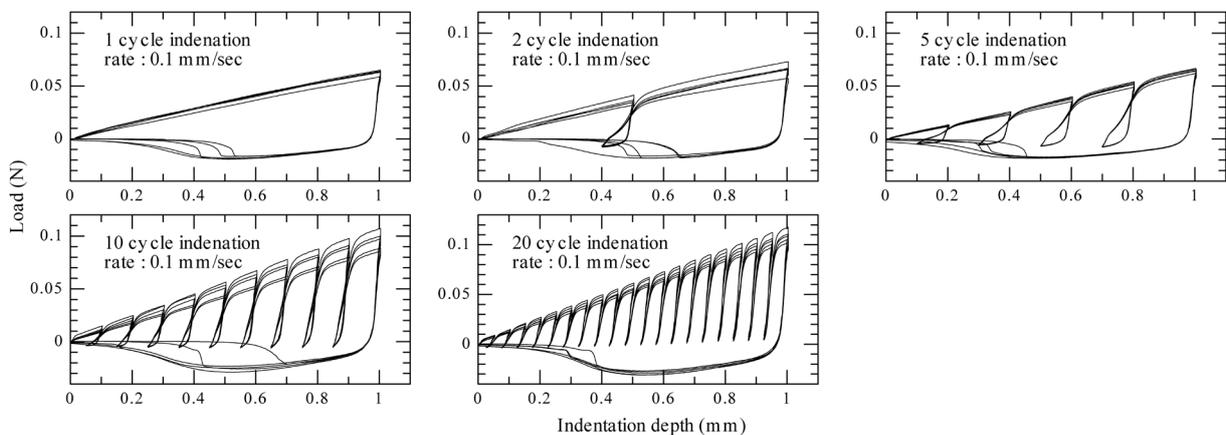


Fig. 6 Load-displacement curves derived from cyclic indentation test for the sample with  $I_L = 0.9$ . (the number of repetition of measurement,  $N = 5$ ).

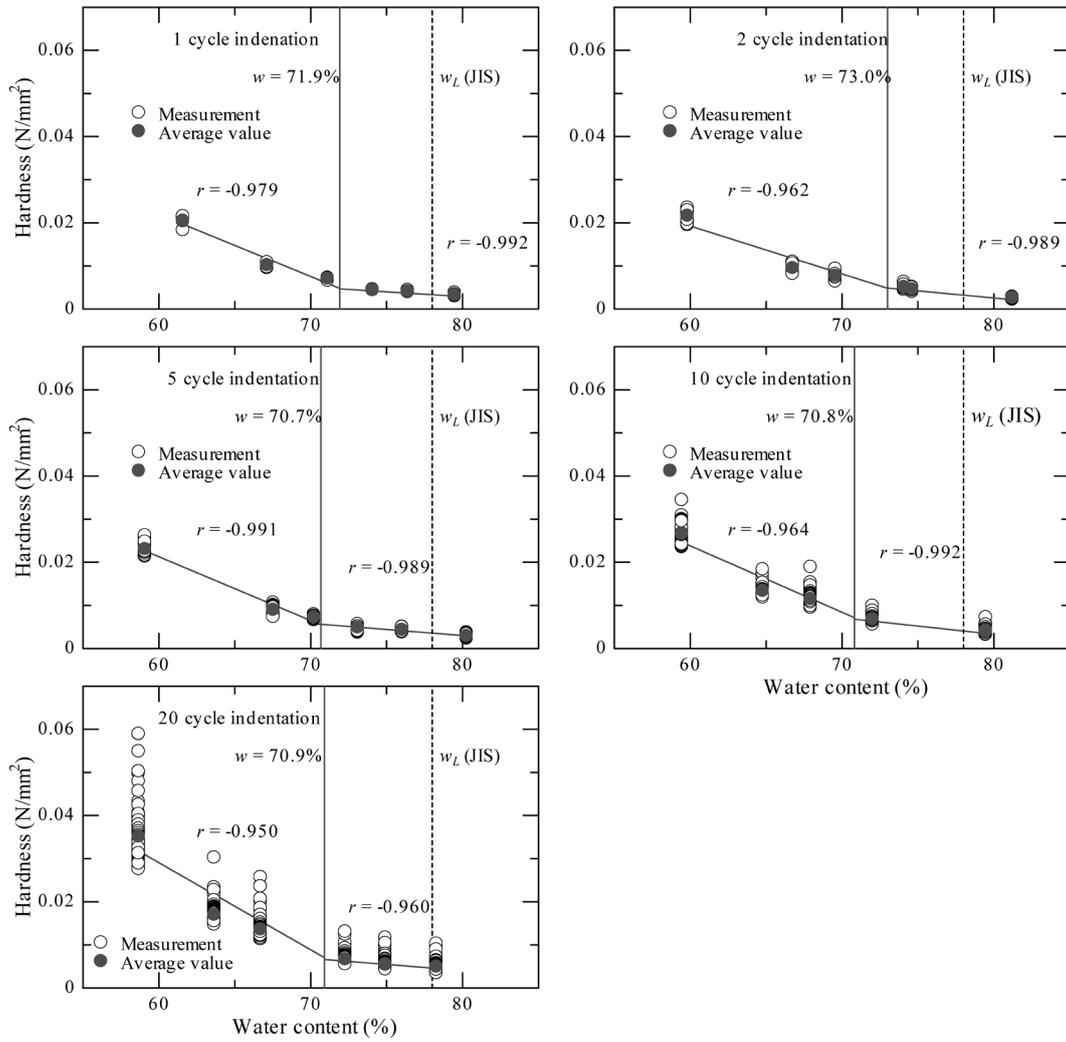


Fig. 7 Relationships between hardness and water content under each cycle indentation

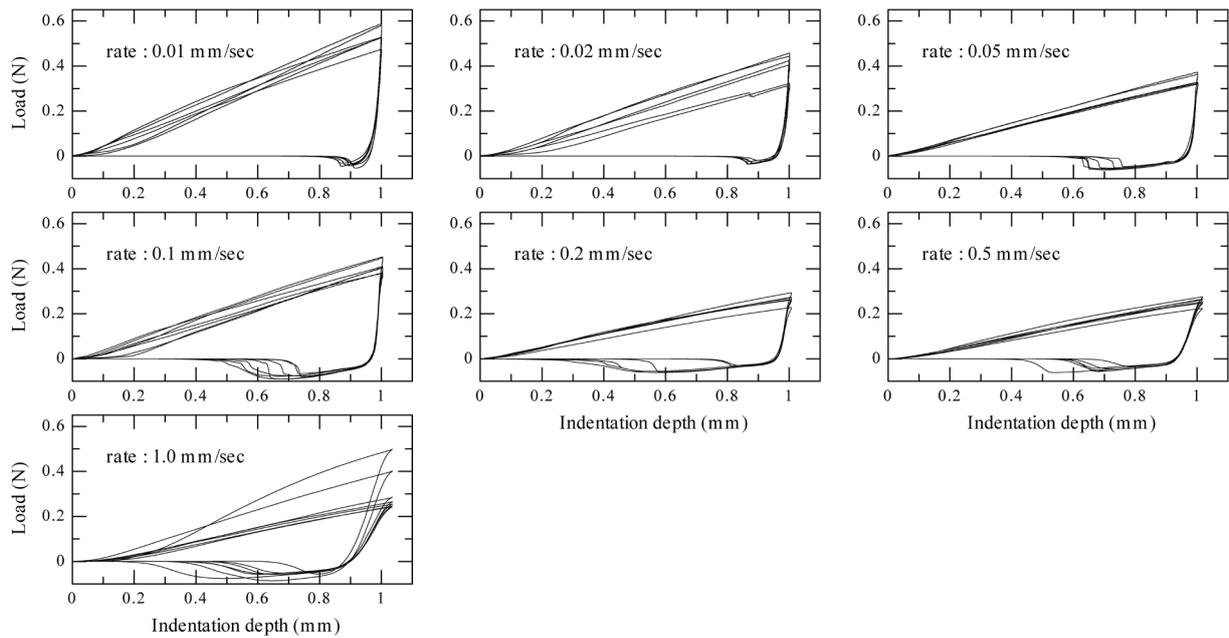


Fig. 8 Load-displacement curves derived from single indentation test under each loading rate (the number of repetition of measurement, N=6 or 7).

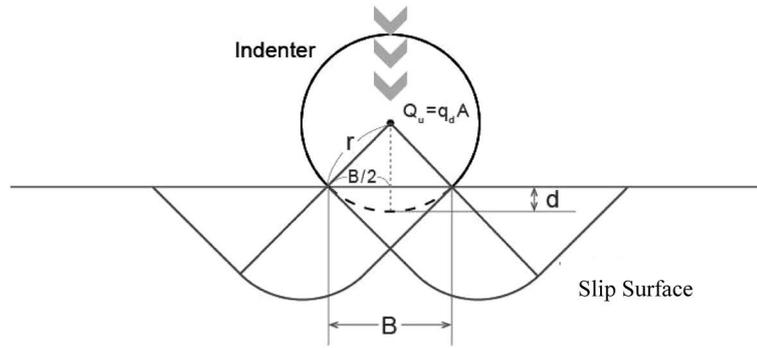


Fig. 9 Schematic depiction of clay surface failure by indenting rod

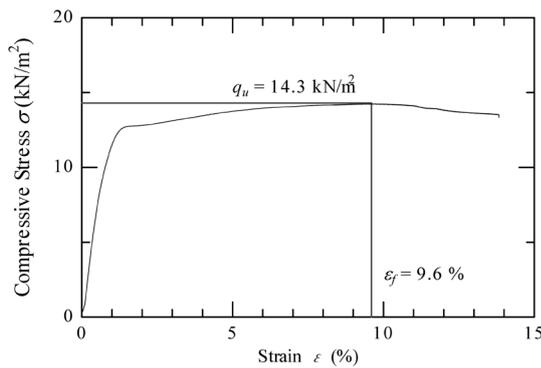


Fig. 10 Result of unconfined compression test for kaolin clay

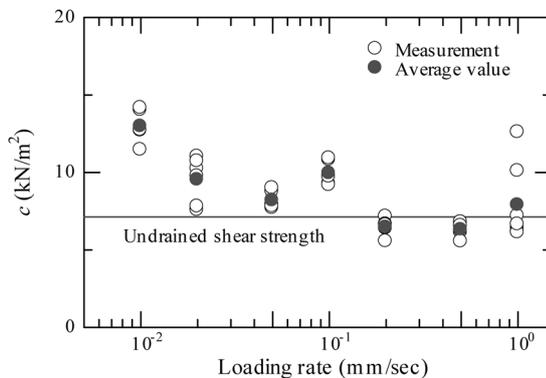


Fig. 11 Rate effect on cohesion derived from single indentation test

$$c = Q_u / (21d(2r - d)) \quad (6)$$

一軸圧縮強度と粘着力の関係は、 $q_u = 2c$ で表される。上式(6)による $c$ 値、一軸圧縮試験による $q_u/2$ 値との関係を検討した。

Fig. 10に一軸圧縮試験結果の応力-ひずみ曲線を示す。得られた一軸圧縮強さは $q_u = 14.3 \text{ kN/m}^2$ 、破壊ひずみ $\epsilon_f$ は9.6%であった。 $q_u$ の1/2である非排水せん断強度 $c$ は、 $c = q_u/2 = 7.1 \text{ kN/m}^2$ となる。

Fig. 11は、Fig. 8に示した結果をもとに、押し込み荷重を強度に換算し、荷重速度と粘着力の関係を示した図である。白丸は各荷重速度で行った試験結果、黒丸はそれらの平均値、実線は一軸圧縮試験により求めた非排水せん断強度の値を示している。

多少のばらつきはみられるが、0.05–0.5 mm/sまでの荷重速度に関しては、粘着力はほぼ安定しており、荷重速度による強度への影響はないと考えられる。また、一軸圧縮試験により求めた非排水せん断強度と比較してみても、おおむね近い値を示しており、特に0.2–0.5 mm/sの範囲の速度を使用すれば、微小領域における粘着力の評価も可能であると考えられる。

荷重速度が遅い場合に高い強度を示した理由として、荷重中に試料内にて圧密現象が起きたためと考えられる。また、1.0 mm/sでの値のばらつきに関しては計測した荷重 (Fig. 8) の変動を反映している。

#### 4. まとめ

本研究においては、マイクロスケールにおけるカオリン粘土の力学的挙動の定量的評価に重点を置き、微小領域における変形挙動および強度について検討を行った。さらにインデント試験から求まる微小領域の粘着力と一軸圧縮試験から求められる非排水せん断強度との比較を行った。以下、得られた結論である。

- 1) 荷重制御に基づいたクリープ試験 (荷重0.03 N, 0.04 N, 0.05 N) によって、60秒間の貫入量を求めた結果、微小領域において変形特性がある含水比を境にして異なることがわかった。また、この試験により粘土の液性状態を判定可能であることがわかった。
- 2) 変位制御に基づいた繰返し荷重除荷試験 (荷重回数1回, 2回, 5回, 10回, 20回) により求められた硬度は、微小領域において強度特性がある含水比を境にして異なることがわかった。微小領域における変位制御の試験により、強度評価の観点から粘土の液性状態が評価可能であることを示すことができた。しかしながら、JISの液性限界と比較すると過小評価にあること、また試験結果のばらつきが大きかったことから、さらなる検討が必要である。
- 3) 荷重速度が粘着力に及ぼす影響を検討した結果、0.05–0.5 mm/sまでの荷重速度に関しては、得られた粘着力はほぼ安定しており、荷重速度による

粘着力への影響はないと考えられる。また、一軸圧縮試験により求めた非排水せん断強度と比較してみても、おおむね近い値を示しており、特に0.2–0.5 mm/sの範囲の速度を使用すれば、微小領域における粘着力の評価も可能であると考えられる。

## 引用文献

- 1) Ahn, J. H. and Kwon, D. (2001) *J. Mater. Res.*, **16**, 3170–3178.
- 2) 原田知一・柴田順二 (2001) 日本機械学会2001年度年次大会講演論文集, 33–34.
- 3) 井上匠・吉田総仁 (2006) : 日本機械学会中国四国支部第44期総会・講演会講演論文集, No. 065-1, 39–40.
- 4) Naveed, M., Brown, L. K., Raffan, A. C., George, T. S., Bengough, A. G., Roose, T., Sinclair, I., Koebnick, N., Cooper, L. and Hallett, P. D. (2018) *Vadose Zone J.*, **17**, 170083.
- 5) 河上房義 (1956) : 土質力学 岩波書店 東京 276頁.