

花崗岩石材中の間隙構造および不飽和浸透流の研究

利用者 長 秋雄¹ , 吉田博和² , 長谷川正一³

所属 ¹産業技術総合研究所、²茨城県工業技術センター、³羽黒石材工業株式会社

1. 目的・意義・背景

<目的> 花崗岩石材の劣化要因の一つと考える花崗岩中の水の移動（流路となる間隙構造と不飽和浸透流）に係わり、中性子ラジオグラフィ実験により、花崗岩試料中の間隙構造の三次元可視化像の取得と不飽和浸透流（毛管力による）のin-situ観察を行う。

<意義> 茨城県は、「稲田石」・「羽黒糠目石」・「真壁石」など、わが国有数の花崗岩石材産地である。茨城県石材業協同組合連合会は、石材製品の品質保証の観点から、県からの補助金により、茨城大学との共同で、石材の劣化要因と長期耐久性などの研究を行っている。花崗岩石材の劣化は、その内部間隙（間隙率1%未満）に水が流れることで、物理・化学的に進行すると考える。中性子ラジオグラフィ実験で取得される花崗岩石材内部の間隙構造の三次元画像や不飽和浸透流の可視化は、石材の劣化現象・長期耐久性評価において重要な基礎データとなる。茨城県の主要地場産業である石材産業の振興に寄与することができる。

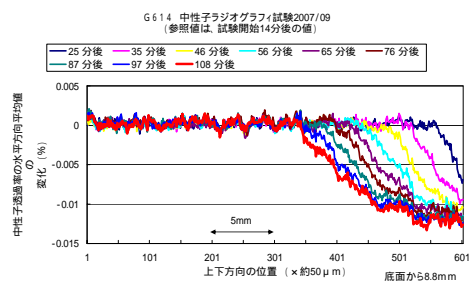
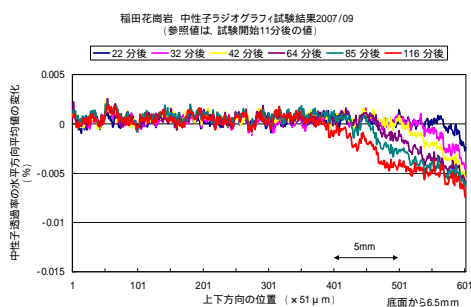
<背景> 外国石材の輸入量が増加する中で、一部では墓石が数年で劣化するなどの問題が生じている。国内石材業界では、品質保証や産地証明などの取り組みを始めている。茨城県石材業協同組合連合会でも、茨城大学と共同して、国産石材と外国石材の比較研究・劣化要因の解明・長期耐久性の研究などを行っている。

2. 実施内容

茨城県産の稲田石・真壁石（小目）、中国産のG614・G623を供試体（40mm角）として、供試体中に浸透する水の様子を、中性子ラジオグラフィ試験により可視化した。

3. 実施結果

- 中性子ラジオグラフィ試験結果の結果を、以下にまとめる。
- 供試体に浸透する0.1g程度の水を可視化することができた。



稲田石とG614の中性子ラジオグラフィ試験結果（2007年トライアル1回目）

水を含ませたスポンジの上に40mm角のサンプルをおき、底面から水を浸透させた。水の浸透にともない、中性子透過率は低下する。稲田石とG614では、中性子透過率の低下の様子が違う（=水の浸透の仕方が違う）。

例えば、G614のほうが速い。G614の低下率が大きい。

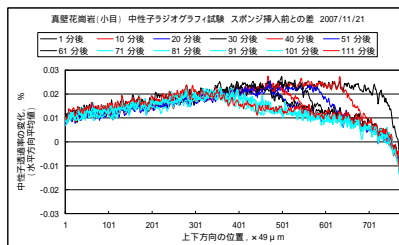
これらの違いは、結晶粒の大きさや内部の間隙構造の違いによると推察される。

（今後の研究課題である。）

謝辞

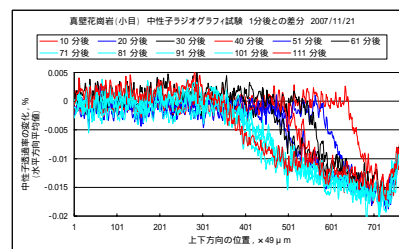
中性子ラジオグラフィ試験実施とデータ解析において多大のご協力をいただいた松林政仁コーディネータに感謝します。本課題の実施あたり必要な手続きをしていただいた（財）放射線利用振興協会各位に感謝します。

中性子ラジオグラフィ試験結果 2007/11/21 その1 真壁石（小目）での中性子透過率の変化 A. 湿潤スポンジ挿入前との比較



注：透過率の増加はスポンジ（水入り）での中性子の散乱、低下は水の浸透による。

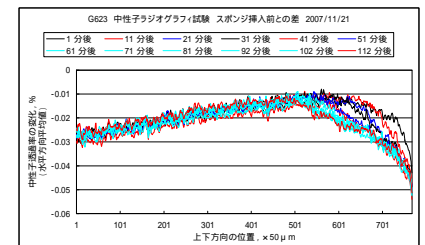
B. 湿潤スポンジ直後との比較



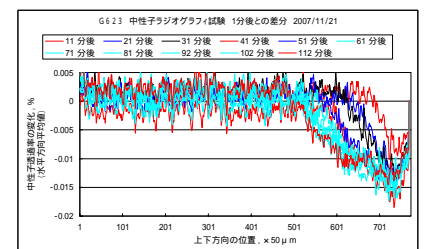
試験結果1．真壁石（小目）では、71分以降は中性子透過率の変化はほとんど見られなかった。定常状態になったと考えられる。

試験結果2．40mm角供試体の約20mmまで、水が浸透した。

中性子ラジオグラフィ試験結果 2007/11/21 その2 G623での中性子透過率の変化 A. 湿潤スポンジ挿入前との比較

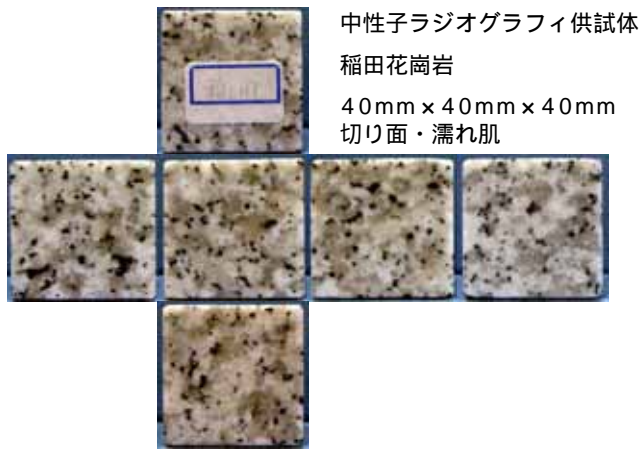


B. 湿潤スポンジ直後との比較

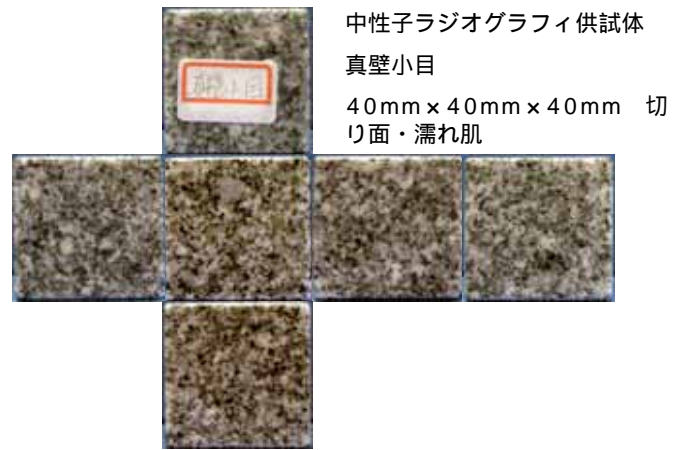


試験結果1．G623では、61分以降は中性子透過率の変化は小さい。ほぼ定常状態になったと考えられる。

試験結果2．40mm角供試体の約13mmまで、水が浸透した。



中性子ラジオグラフィ供試体
稲田花崗岩
40mm × 40mm × 40mm
切り面・濡れ肌



中性子ラジオグラフィ供試体
真壁小目
40mm × 40mm × 40mm 切
り面・濡れ肌

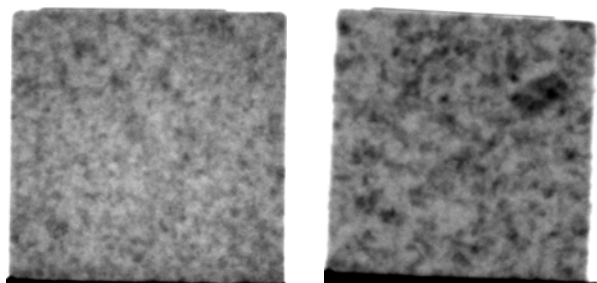


中性子ラジオグラフィ供試体
G 6 1 4
40mm × 40mm × 40mm
切り面・濡れ肌



中性子ラジオグラフィ供試体
G 6 2 3
40mm × 40mm × 40mm
切り面・濡れ肌

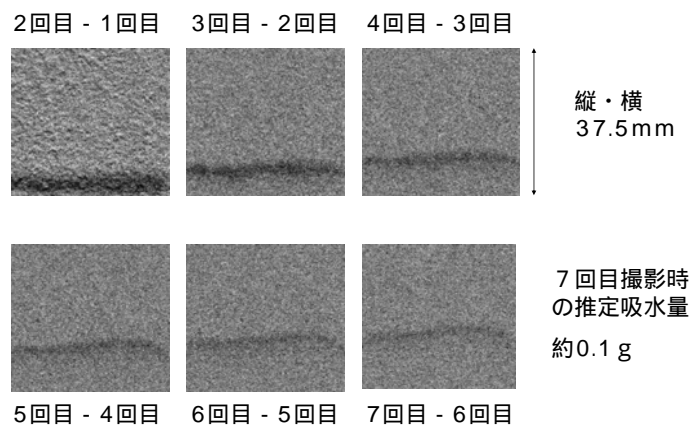
G614 (左) と稲田石 (右) の中性子ラジオグラフィ像
2007年トライアルユース 1回目



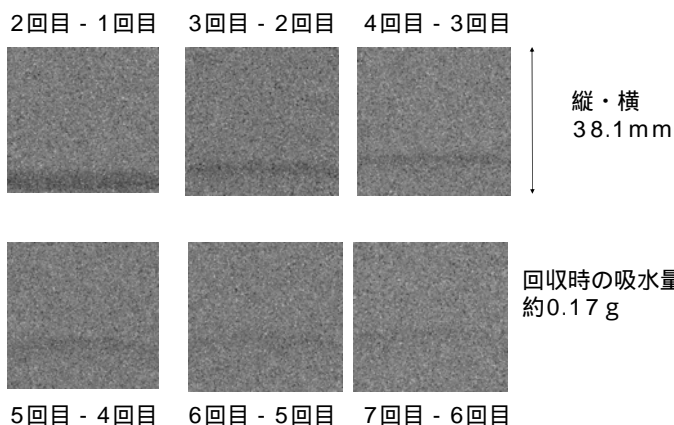
G 6 1 4 40mm角

稲田石 40mm角

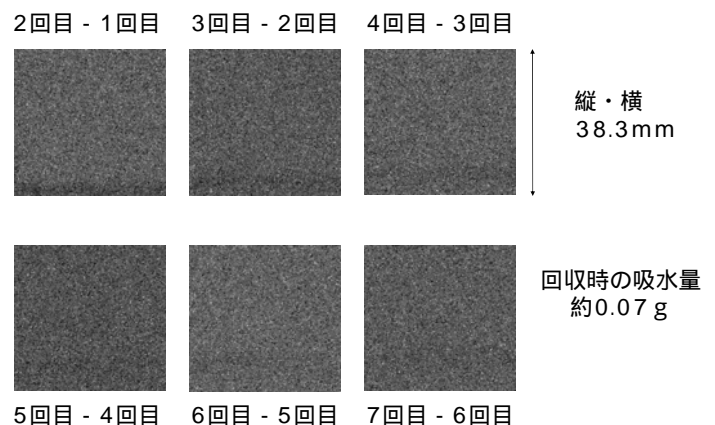
G 6 1 4 中性子ラジオグラフィ試験結果 (10分後との画像の差分)
黒い部分が新たに水が浸透した箇所を示す。



真壁石 (小目) 中性子ラジオグラフィ画像 (10分毎の差分)
黒い部分が新たに水が浸透した箇所を示す。



G 6 2 3 中性子ラジオグラフィ画像 (10分毎の差分)
黒い部分が新たに水が浸透した箇所を示す。



PGAに石材の産地同定

利用者 小島 均¹、吉田 博和²、浅野 信子³、長谷川 正一、長 秋雄⁴
 所属 ¹(株)ひたちなかテクノセンター、²茨城県工業技術センター、³羽黒石材商工業協同組合、⁴(独)産業技術総合研究所

1. はじめに(背景、目的等)

石材は舗装や床、外壁の仕上げ材料として用いられている。近年、国内産石材に比べ安価であることから、多様な外国産石材が多く使用されている。しかし、石材の産地同定は石材業者の経験から判断される場合がほとんどであり、より客観的な判別手法が必要とされている。これまで、色彩評価、帯磁率及び鉱物粒度分布特性による種別判定等の検討を行ってきたが、十分な判別能を有してはいない。そこで、即発線分析(PGA)による元素組成分析による石材の産地判定方法の検討を行なった。また、帯磁率及び画像解析による産地判定方法の比較検討を行なった。

2. 実験方法

測定用の試料を表1に示す。試料は、羽黒石材商工業協同組合より提供された100mm×100mm×5~10mmの試験体を50mm×50mm×5~10mmに切断して測定に供した。稲田石とG655、やさしみかげとG688、羽黒糠目とG632が概観の似た石材である。

2.1 即発ガンマ線分析(PGA)

研究炉JRR-3の熱中性子ビームポート(T1-4-1)に設置された即発線分析装置を使用した。石材試料は、そのまま図1に示すようにFEP袋に入れ試料ホルダにセットし、ヘリウム雰囲気下500秒間の測定を行った。

2.2 帯磁率

帯磁率計KT-6を用い、100mm×100mm×5~10mmの試験体を5枚重ね、各5回測定を行った。

2.3 画像解析

試験体をフラットベッドスキャナ上に置き画像を取得した後、所定の画像処理を行い試験体の黒色全面積、黒色平均面積及び黒点の面積割合(%)を算出した。

3. 実験結果

3.1 即発ガンマ線分析(PGA)

PGAの結果を、各元素の即発線強度をシリコン(Si)の強度で除した値を表2に示す。各石材の主成分であるナトリウム(Na)、カリウム(K)、鉄(Fe)、アルミニウム(Al)に大きな差異は見られなかったが、微量元素であるホウ素(B)に大きな差異が認められた。図2にY軸に[B/Si比]をX軸に[Fe/Si比]をプロットしたグラフを示す。各石材とも分布は明瞭に分かれ、産地判別の手段として利用可能であった。

表1 試料

国産材	中国産材	試料寸法	試料数
稲田石 羽黒石材工業(株) 笠間市稲田字稲田沢園有林242番地イ小庭	G655 中華人民共和国 福建省	50mm × 50mm × 5~10mm	各20
やさしみかげ (株)石原石材 石岡市大字字原園有林227番地イ小庭	G688 中華人民共和国 福建省		
羽黒糠目 川俣石材工業 櫻川市大字字原山1812(外7番)	G632 中華人民共和国 福建省		

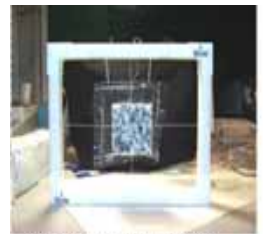


図1 測定試料のセットアップ

表2 石材のPGA測定結果

	稲田			G655			やさしみかげ			G688			羽黒糠目			G632		
	平均	標準偏差	C.V(%)	平均	標準偏差	C.V(%)	平均	標準偏差	C.V(%)	平均	標準偏差	C.V(%)	平均	標準偏差	C.V(%)	平均	標準偏差	C.V(%)
B/Si	0.618	0.084	13.6	0.204	0.034	16.5	0.450	0.051	11.4	0.833	0.055	6.6	0.755	0.083	11.0	0.170	0.044	25.6
K/Si	1.656	0.216	13.1	1.621	0.187	11.5	1.537	0.218	14.2	1.233	0.156	12.6	0.986	0.055	5.6	1.179	0.024	2.1
Na/Si	2.084	0.408	19.6	2.456	0.310	12.6	1.995	0.237	11.9	2.974	0.500	16.8	2.827	0.132	4.7	3.800	0.106	2.8
Ti/Si	0.084	0.018	21.9	0.105	0.015	13.9	0.172	0.014	8.1	0.301	0.027	9.0	0.264	0.020	7.6	0.170	0.012	6.9
Fe/Si	0.170	0.024	14.3	0.136	0.019	13.9	0.273	0.022	8.0	0.391	0.043	11.0	0.399	0.016	4.0	0.245	0.010	4.0
Ca/Si	0.097	0.025	26.0	0.099	0.012	12.6	0.144	0.013	9.2	0.237	0.013	5.5	0.249	0.011	4.3	0.178	0.010	5.8
H/Si	0.117	0.010	8.6	0.107	0.010	9.4	0.189	0.016	8.4	0.260	0.012	4.7	0.278	0.008	2.8	0.132	0.007	4.9
Gd/Si	0.826	0.132	15.9	0.967	0.121	12.5	1.139	0.111	9.7	0.801	0.126	15.7	0.799	0.025	3.2	0.559	0.014	2.6
Sm/Si	0.630	0.129	20.5	0.594	0.075	12.6	0.700	0.081	11.6	0.573	0.105	18.3	0.539	0.015	2.8	0.451	0.013	2.8

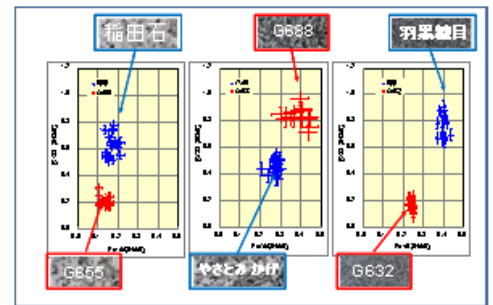


図2 PGA測定結果 ホウ素/ケイ素比-鉄/ケイ素比

3.2 帯磁率

石材の帯磁率は、筑波西部地域産材で約0.07~0.17(×10⁻³SI)であるのに対し、中国産石材は約8.0~15.0(×10⁻³SI)となり大きな差異があった。磁化鉱物に多く含有される鉄分と帯磁率の関係を評価するため[Fe/Si]をY軸に帯磁率をX軸にプロットしたグラフを図3に示す。各石材の[Fe/Si]比には大きな差異が認められないが、[Fe/Si]比と帯磁率をプロットする事により明確に判別が可能であった。

3.3 画像解析

画像解析結果を表3に示す。また、石材中の黒色鉱物に多く含有される鉄分と黒色面積の割合の関係を評価するため各石材の黒点面積の割合をX軸に、[Fe/Si]比をY軸にプロットしたグラフを図4に示す。やさしみかげvsG688及び羽黒糠目vsG632は明確に判別が可能であったが、稲田石vsG655は判別が困難であった。

表3 石材の画像解析結果(黒点の面積)

	稲田		G655		やさしみかげ		G688		羽黒糠目		G632	
	平均	標準偏差	平均	標準偏差	平均	標準偏差	平均	標準偏差	平均	標準偏差	平均	標準偏差
黒色の全面積(pixel)	9804	1945	9050	1388	26232	2719	42579	3973	53046	3481	13559	1555
黒色平均面積(pixel)	31.8	5.2	23.7	3.7	25.9	2.8	39.2	5.5	18.2	1.2	5.9	0.5
黒色の割合(%)	3.27	0.67	2.69	0.45	7.94	0.76	12.53	1.05	16.04	1.09	4.05	0.40

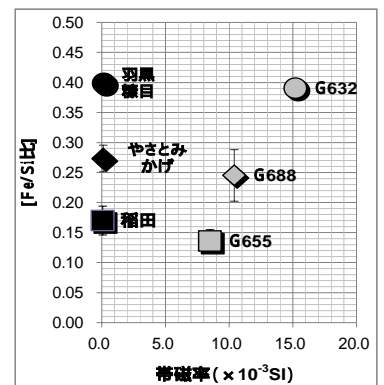


図3 帯磁率と[Fe/Si]比

4. まとめ

石材主成分であるケイ素(Si)と鉄分(Fe)の比を横軸にホウ素/ケイ素比を縦軸にプロットすることにより外観の似た筑波西部地域産材と中国産材の産地の判別が可能であった。帯磁率は、筑波西部地域産材と中国産材に大きな差異が認められ、産地判別の有効な手段と考えられた。画像解析を行い求めた各石材の黒色面積割合では、やさしみかげvsG688及び羽黒糠目vsG632は判別可能であったが、稲田石vsG655は判別が困難であった。今後は、筑波西部地域産地間の成分変動の調査を実施し、中国産材との判別をより確かなものとしたい。エポキシ樹脂、フッ素ゴムは塩素が多く、塩素プロファイルを測定するには適していないことがわかった。テフロンシートを溶かすか、テフロン溶液の使用を検討する。

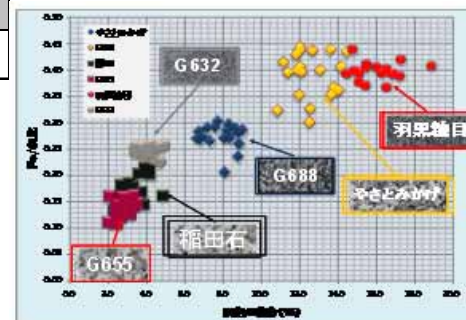


図4 画像解析結果:黒点面積の割合と鉄/ケイ素比

PGAによる石材の産地同定 (成分の産地内変動に石材の産地同定)

利用者 小島均¹、沼尾達弥²、舟川勲²、白土雅彦²、関根晋也²、吉田博和³、浅野信子⁴
、長谷川正一⁴、長秋雄⁵

所属 1(株)ひたちなかテクノセンタ -、²茨城大学工学部、³茨城県工業技術センタ -、
⁴羽黒石材商工業協同組合、⁵産業技術総合研究所

1. はじめに(背景、目的等)

石材は舗装や床、外壁の仕上げ材料として用いられている。近年、国内産石材に比べ安価であることから、多様な外国産石材が多く使用されている。しかし、石材の産地同定は石材業者の経験から判断される場合がほとんどであり、より客観的な判別手法が必要とされている。上期トライアルユース課題「課題番号20:PGAによる石材の産地同定」において、主に茨城県産材と中国産材別の元素分析を行い、PGAによる石材の産地判定方法の検討を行った。また、帯磁率及び画像解析による産地判定方法の比較検討を行った。下期では、茨城県産材の元素の変動幅を確認し、PGAによる石材の産地同定をより確実なものにすることを目的とした。

2. 実験方法

測定用の試料を表1に示す。試料は、羽黒石材商工業協同組合他より提供された100mm×100mm×5~10mmの試験体を50mm×50mm×5~10mmに切断して測定に供した。稲田石3種、やさとみかげ1種、真壁中目石1種及び、羽黒糠目石2種を試料とした。上期及び下期の測定試料の名称・採掘場所を表1に示した。

2.1 即発ガンマ線分析(PGA)

研究炉JRR-3の熱中性子ビームポート(T1-4-1)に設置された即発線分析装置を使用した。石材試料は、そのまま図1に示すようにFEP袋に入れ試料ホルダにセットし、ヘリウム雰囲気下500秒間の測定を行った。

2.2 帯磁率

帯磁率計KT-6を用い、100mm×100mm×5~10mmの試験体を5枚重ね、各5回測定を行った。

2.3 画像解析

試験体をフラットベッドスキャナ上に置き画像を取得した後、所定の画像処理を行い試験体の黒色全面積、黒色平均面積及び黒点の面積割合(%)を算出した。

3. 分析結果

3.1 即発ガンマ線分析(PGA)

PGAの結果の一部を表2に示した。茨城県産材の石材種別間の組成のうち、ホウ素(B)の変動が大きいことが判明した。また、各石材の主成分であるナトリウム(Na)、カリウム(K)、鉄(Fe)、アルミニウム(Al)に大きな変動は見られなかった。中目と小目では、県産材と中国産材に[Fe/Si]比の差異が認められた。図2にY軸に[B/Si]比をX軸に[Fe/Si]比をプロットしたグラフを示す。稲田石及び糠目石に類似した中国産材の判別は可能であったが、中目のB/Si比とG688の分布が重なり、石種の判別は難しいと思われた。

3.2 帯磁率

大目材である稲田石の帯磁率0.07~0.09($\times 10^{-3}$ SI)に対し、中国産材(G655)は、8.5($\times 10^{-3}$ SI)と大きな差異があった。中目材、小目材についても同様の結果であった。磁化鉱物に多く含有される鉄分含有量と帯磁率の関係を評価するため[Fe/Si]をY軸に帯磁率をX軸にプロットしたグラフを図3に示す。大目材では、[Fe/Si]比と帯磁率をプロットする事により明確に判別が可能であった。

3.3 画像解析

画像解析とPGAの結果を石材種別に、石材中の黒色鉱物に多く含有される鉄分と黒色面積の割合の関係を黒点面積の割合をX軸に、[Fe/Si]比をY軸にプロットしたグラフを図4に示す。稲田石 vs G655は判別が困難であった。また、中目 vs G688及び糠目 vs G632は明確に判別が可能であった。

4. まとめ

茨城県産材の石材種別間の元素組成のうち、ホウ素(B)の変動が大きいことが判明した。また、各石材の主成分であるナトリウム(Na)、カリウム(K)、鉄(Fe)、アルミニウム(Al)に大きな変動は見られなかった。B/Si:Fe/Si比をプロットしたグラフから、稲田石及び糠目石に類似した中国産材の判別は可能であった。しかし、中目(真壁中目石)は中国産材であるG688と分布が重なり、石種の判別は難しいと思われた。帯磁率測定は、有効な判別法と考えられ、帯磁率と[Fe/Si]比をプロットする事により各石種とも明確に判別が可能であり、強い磁石を利用した現場・簡易型の判別法が考えられる。

黒点の面積割合と[Fe/Si]比をプロットしたグラフから、中目及び小目は産地判別が明確に可能であったが、大目である稲田石は判別が困難であった。これらのことから、茨城県産材と中国産材の産地判別には、帯磁率測定が最も有効と考えられ、また、PGAによる元素組成及び画像解析の手法を併用することでより確実な判定が可能となると考えられる。

表2 石材のPGA測定結果

区分	石種	平均	B/Si	K/Si	Fe/Si
大目	稲田	平均	0.62	1.66	0.17
		標準偏差	0.08	0.22	0.02
	稲田	平均	1.54	1.47	0.15
		標準偏差	0.16	0.17	0.02
	稲田	平均	1.04	1.40	0.15
		標準偏差	0.17	0.19	0.02
中目	稲田	平均	0.93	1.53	0.15
		標準偏差	0.11	0.21	0.02
	G655	平均	0.20	1.62	0.14
		標準偏差	0.03	0.19	0.02
	中目	平均	0.45	1.54	0.27
		標準偏差	0.05	0.22	0.02
小目	糠目	平均	0.72	1.40	0.26
		標準偏差	0.13	0.31	0.02
	G688	平均	0.83	1.23	0.39
		標準偏差	0.05	0.16	0.04
	糠目	平均	0.75	0.99	0.40
		標準偏差	0.08	0.06	0.02
小目	糠目	平均	1.43	0.82	0.38
		標準偏差	0.10	0.07	0.02
	G632	平均	0.17	1.18	0.25
	標準偏差	0.04	0.02	0.01	

表1 測定試料の概要

区分	試料No.	種別	採取場所在地	事業所名
大目	稲田	稲田石	笠間市稲田字稲田沢	羽黒石材工業(株)
	稲田	稲田石	笠間市稲田	中野組石材工業(株)
	稲田	稲田石	笠間市稲田	(株)タカタ
	稲田	稲田石	笠間市稲田字稲田沢	(株)堀石材工業
中目	G655		中国 福建省	
	中目	やさと	石岡市大塚字道坂	(株)石原石材
	G688	真壁	桜川市真壁町白井字北土	寺西石材(株)
小目	糠目	糠目石	桜川市上城	(有)谷中石材
	糠目	青糠目石	桜川市犬田字東山	(有)川俣石材工業
	G632		中国 福建省	

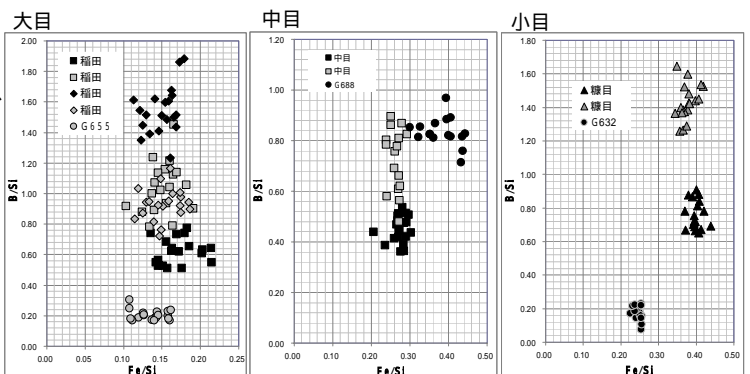


図2 PGA測定結果 ホウ素/ケイ素比:鉄/ケイ素比

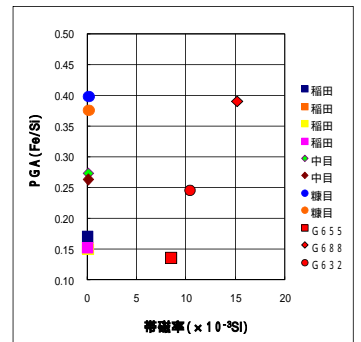


図3 帯磁率とFe/Si比

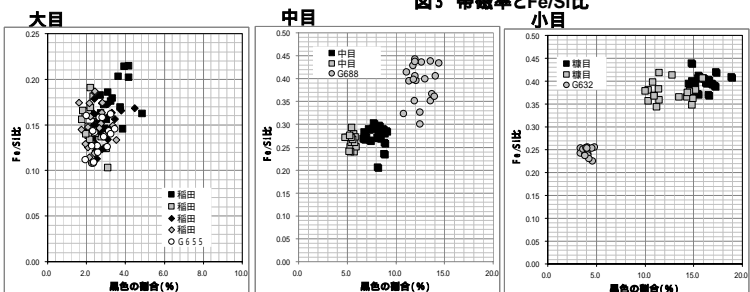


図4 画像解析結果 黒点割合とFe/Si比