

有機質土の強熱減量法による測定結果について

齋藤二郎 細谷芳巳
西林清茂

Measurements on Peat by Ignition Loss Method

Jiro Saito Yoshimi Hosoya
Kiyoshige Nishibayashi

Abstract

As utilization of land continues to go on, good natural ground which can be effectively used has become scarcer and each year there has been an increase in cases where soft ground such as land which has been reclaimed or consists of organic soils previously bypassed are now used. Especially, regarding organic soils there has been little experience either in research or construction, and there are many problem extant. Accordingly, the authors, in studying the peculiar engineering properties of organic soils, have focused their attention on the organic contents of such soils which were felt to be related to many soil engineering characteristics, and applied the ignition loss method, one of the methods of measuring organic content, for a series of experiments varying the three factors of combustion temperature, combustion time and weight of sample, and using four kinds of samples ranging in organic content of 20% to 70%.

As a result, it was confirmed for the present that organic content is influenced most by combustion temperature and very little by combustion time and sample weight, and that the optimum conditions for measuring organic content by the ignition loss method were use of an electric muffle furnace at combustion temperature of 600°C and combustion time of 4 hours with sample weight of 2 grams.

概要

国土の開発に伴い有効利用できる良好な自然地盤が少なくなり、埋立地盤、有機質地盤のような従来避けていた軟弱地盤までも利用することが年々多くなっている。特に、有機質地盤については研究的にも、また施工面においても経験が浅く、問題となる点が多い。そこで、筆者らは有機質土の特異な土質工学的性状を研究するにあたって、多くの土質工学的特性に相関性をもつと思われる有機物含有量に着目し、その測定法の一方法である強熱減量法について、燃焼温度、燃焼時間、試料重量の三要因を変化させた場合の測定値の特性を検討するために、有機物含有量20%代から70%代にいたるまでの4種類の試料を使用した一連の実験を実施した。

その結果、有機物含有量は燃焼温度に最も影響を受け、燃焼時間、試料重量にはほとんど影響されないことなどが判明するとともに、強熱減量法による有機物含有量測定には、電気マッフル炉を使用し、燃焼温度 600°C、燃焼時間 4 時間、試料重量が最適測定条件との一応の結論を得た。

1. まえがき

一般に、土の固体成分は岩石を母岩とする無機物質と、植物源・動物源を母体とする有機物質から成り立っている。有機質土は無機質土に対する相対的な呼び方であって、有機物の量に一定の限界があるものではなく、その含有量は土の種類、気候、植生、水分環境などによって全く異なり、例えば北海道地方の泥炭、東北地方の有機質火山灰土、琵琶湖近辺の有機質土、

九州地方の火山灰質粘性土（俗名：黒ボク、赤ボク）など全国的な規模で広範に分布している。国土開発の一環として有機質地盤が建設工事の対象となる機会が多くなり、それによって有機質地盤における盛土の沈下、スベリ破壊、掘削水路の崩壊、重要構造物の基礎に関する問題等々が種々提起されることが多くなった。

有機質土の土質工学的性質に有機物が及ぼす影響としては、例えば(1)含水比、間隙比、圧縮指数が大きいため圧縮・沈下量が、(2)密度、比重、力学的強度が

小さいため支持力，せん断抵抗が小，など土にとって不利な条件となるものが多い。また，この影響の程度がその有機物含有量に左右される傾向のあることは良く知られている事実であり¹⁾，したがって有機質土の物理・力学特性を解釈するためには有機物含有量を測ることが必要であり，そのためには有機物含有量の測定法を確立しておくことが是非とも必要となる。

現在，土の有機物含有量試験法として用いられている主な方法を挙げると，(i)重クロム酸カリウム法，(ii)強熱減量法，(iii)過マンガン酸カリ滴定法，(iv)過酸化水素法 などがあリ，「土質試験法」(土質工学会)に規定されているが，これらの試験法を測定結果の精度，土の種類に対する適性，測定操作上の難易などの点から考えるとそれぞれ一長一短があり，どの測定法を標準法とすべきか簡単には決められない。

本文は，このような有機物含有量を測定する一方法として(ii)の強熱減量法を取り上げ，特にその測定値に影響すると思われる(i)燃焼温度，(ii)試料重量，(iii)燃焼時間の3要因を選び，有機物含有量20%代，40%代，50%代，70%代の4種類の試料に対し，各要因が強熱減量値に与える影響について実験的に調べたものである。

2. 有機物含有量測定法の概要

2.1. 重クロム酸カリウム法

この方法は，重クロム酸の化学的酸化力によって有機物中の炭素を炭酸ガスに変え，消費される重クロム酸の量から反応した炭素量を求め，これを有機物量に換算するものであり，下式により算出される。

$$\text{有機物含有量} = \frac{8}{S} \times 5(S - T) \frac{12}{4000} \times 1.72 \times \frac{1}{0.77} \times \frac{100}{W_s} = \frac{(S - T) \times 26.8}{S \times W_s} (\%)$$

ここに，

S：硫酸第一鉄アンモニウム溶液の濃度決定において，滴定に要した硫酸第一鉄アンモニウム溶液の量 (ml)

T：重クロム酸カリウム溶液消費量測定の際に要した硫酸第一鉄アンモニウム溶液の量 (ml)

W_s：試料量 (g)

1.72：炭素から有機物への換算係数

1/0.77：分解有機物量から全有機物量への換算係数

本法は，従来精密法として採用されていたが，現在では泥炭以外の有機物含有量50%以下の土に適用されている。

2.2. 強熱減量法

この方法は，110℃ であらかじめ炉乾燥した試料を

恒量化したルツボに入れ，700~800℃の高温に保つバーナーか電気マッフル炉で燃焼し，その重量減をもって有機物量とするものであり，下式により算出される。

$$\text{有機物含有量} = \frac{W_2 - W_3}{W_2 - W_1} \times 100 (\%)$$

ここに，

W₁：恒量化したルツボの重量 (g)

W₂：試料とルツボの重量

W₃：強熱したあとの試料とルツボの重量 (g)

本法は，他の方法に比較して操作がきわめて簡単であり，結晶水の少ない土，泥炭，有機物含有量50%以上の土に適用されている。

2.3. 過マンガン酸カリ滴定法

この方法は，重クロム酸法よりも測定操作が簡単であるため，従来から主として化学部門で用いられてきた。有機物含有量が10~15%程度までの比較的少ない土に適用しうる。

2.4. 過酸化水素法

この方法は，過酸化水素の酸化作用で有機物を分解処理し，そのときの減量で有機物量を求めるものである。分解度の高い腐植土や有機コロイドを含む土に限り適用できる。操作はきわめて簡単であるが，重クロム酸法のような精度は期待できない。

3. 実験方法

3.1. 試料土

この試験に使用した試料は，神奈川県羽沢腐植土2種類，茨城県鹿島腐植土1種類，千葉県宮野木腐植土1種類の計4種類である。各試料土の土性を表-1に

	羽沢腐植土 (Sample A)	鹿島腐植土 (Sample B)	羽沢腐植土 (Sample C)	宮野木腐植土 (Sample D)	沖積粘土	
物 理 性 状	比 重 G _s	2.10~2.30	2.00~2.10	1.60~2.00	1.2~1.4	2.60~2.80
	単位体積重量 γ _v (g/cm ³)	1.1~1.2	—	1.0~1.1	1.0	1.5~1.7
性 状	含水比 W (%)	200~300	200~400	400~500	500~700	100% 程度以下
	自然間隙比 e	5~7	—	9~11	11~13	1~3
状	飽 和 度 Sr (%)	80~100	—	90~100	95~100	—
	有機物含有量 Lig (%)	20~23	40~45	50~60	70~80	5%程度
圧 密 性 状	圧 縮 指 数 C _c	2.1~2.7	—	4.0~6.0	7.0~8.0	0.2~0.3
	圧 密 係 数 C _v (cm ² /s)	1.0~10 ⁻²	—	(2~7)×10 ⁻¹	10 ⁻¹	10 ⁻³ ~10 ⁻⁴
性 状	体積圧縮係数 m _v (cm ³ /kg)	(1~2)×10 ⁻¹	—	10 ⁰ ~10 ⁻¹	10 ² ~10 ⁻¹	6×10 ⁻²
	透 水 係 数 k (cm/s)	10 ⁻⁵	—	(1~7)×10 ⁻⁵	10 ⁻⁴	10 ⁻⁵ ~10 ⁻⁸
試 料 状 態	黒色で分解度高く、手ざわりは一般の粘土と変わらない	未分解植物の茎葉、根と共に細砂を含む	黒色で分解度高く、粘土質が多い繊維を含む	ほとんど未分解繊維質から成る	—	

表-1 試料土の土性一覽

若干の幅をもたせて示す。なお、表中には参考のために通常の粘性土が示す値も身近に得られるデータ²⁾から選んで示した。試料とした腐植土は沖積粘土に比べても、また腐植土間でも相当異なる土性であることがわかる。

試料の作製方法は、土質工学会基準の「有機物含有量測定法 a. 強熱減量法」に準じて行なった。まず、自然土を室内で十分空気乾燥させ、乳バチでかたまりをときほぐした後 420 μ フルイでふるい分け、粗粒子を取り除いた土を恒温乾燥炉中にて 110 $^{\circ}$ C で 10 時間以上乾燥させ、デシケータ中で放冷したものを試料とした。これらの試料は、いずれも天然の腐植土であるため減量値に相当のバラツキが予想された。そこで採取試料の不均一性を無くし、データの信頼性を高めるためルツボ 3 個の平均値で求めることとした。

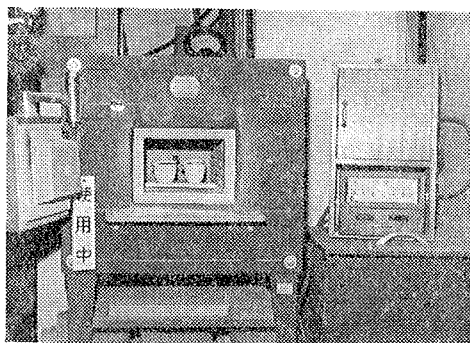
3.2. 試験装置

試験に用いた電気マッフル炉の仕様は次に示すとおりである。装置を写真一 1 に示す。

・最高温度 1200 $^{\circ}$ C

岡村理研社製 ・最大消費電力 100 V, 3.6 kW

電気マッフル炉・炉内寸法 間口 150 \times 高さ 150 \times 奥行 400 mm



写真一 電気マッフル炉とルツボ

3.3. 試験要因

強熱減量法による有機物含有量の測定値に大きな影響を与えと思われる(1)燃焼温度、(2)試料重量、(3)燃焼時間の 3 つの試験要因を下記の検討をもとに選定した。

3.3.1. 燃焼温度 現在、燃焼温度に関し 300 $^{\circ}$ C 以下ではいくら長時間強熱しても安定した状態に達しないとされ、また 500 \sim 1000 $^{\circ}$ C では温度によらず一定の値に達するといわれている³⁾。また、Ara Arman⁴⁾ はモンモリロナイトやイライトの示差熱分析、熱重量分析、X線分析の結果から、375 $^{\circ}$ C 以下では有機物が相当量残ることになり有機物含有量が変化するし、600 $^{\circ}$ C 以上ではモンモリロナイトやイライトが破壊され、過

剰に重量減となることから 440 $^{\circ}$ C \times 5 時間を推奨している。そこで、当実験ではこれらを考慮して下記の 4 段階の温度変化とした。

300 $^{\circ}$ C, 440 $^{\circ}$ C, 600 $^{\circ}$ C, 800 $^{\circ}$ C

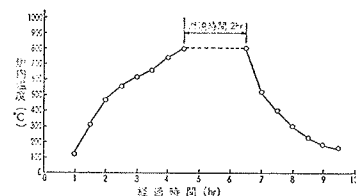
3.3.2. 試料重量 有機質土、特に腐植土は未分解植物繊維を多く内包しているため、これを乳バチで粉碎し均一になるよう調整しても肉眼で見分けられる程度の繊維分が残ることは避けられない。試料調合の際、この繊維分の多少が有機物含有量のバラツキとなることは十分予想される所であり、先の Ara Arman の研究では最低 40 g 以上を取ってバラツキの変動を抑えている。当実験では土質試験法に規定されている「2.0」g を中心にルツボの内容積 (30cc) を考慮して下記の 4 段階の試料重量変化とした。

0.5 g, 1.0 g, 2.0 g, 3.0 g

3.3.3. 燃焼時間 土の有機物含有量測定においてはただむやみに長時間強熱すれば良いというものではなく、いかに迅速に、そして正確に測定できるかが問題となる。そこで、当実験では測定値が一定に達するといわれている 4 \sim 5 時間⁵⁾ を中心として下記の 4 段階の燃焼時間変化とした。

2 時間, 4 時間, 6 時間, 8 時間

ここでいう燃焼時間とは、電気マッフル炉内の温度が規定の燃焼温度に達してから強熱時間のことであり、一例として図一 1 に 800 $^{\circ}$ C で強熱した時の炉内の温度変化を示す。



図一 炉内温度上昇と降下に要する時間 (800 $^{\circ}$ C, 60 V, 室温 15 $^{\circ}$ C)

4. 試験結果

図一 2, 3, 4 は、試験結果をそれぞれ燃焼温度、試料重量、燃焼時間に着目して整理したものである。各試験要因が種々の腐植土の有機物含有量に及ぼす影響について以下に検討する。

4.1. 有機物含有量に燃焼温度の及ぼす影響

図一 2 の全体的な傾向から、燃焼温度 300 $^{\circ}$ C では 440 $^{\circ}$ C, 600 $^{\circ}$ C, 800 $^{\circ}$ C の各値に比べて燃焼時間の長短、有機物含有量の大小、試料重量の多少にかかわらずバラツキが大きく、値も小さいが、440 $^{\circ}$ C 以上の燃焼温度ではほぼ一定の値が得られることがわかる。温度効果を明確にするため、図一 2 の結果を燃焼時間、試料重量に関係なく、それぞれの平均値で表わしたものが図一 5 である。燃焼温度の上昇に伴って有機物含有量の

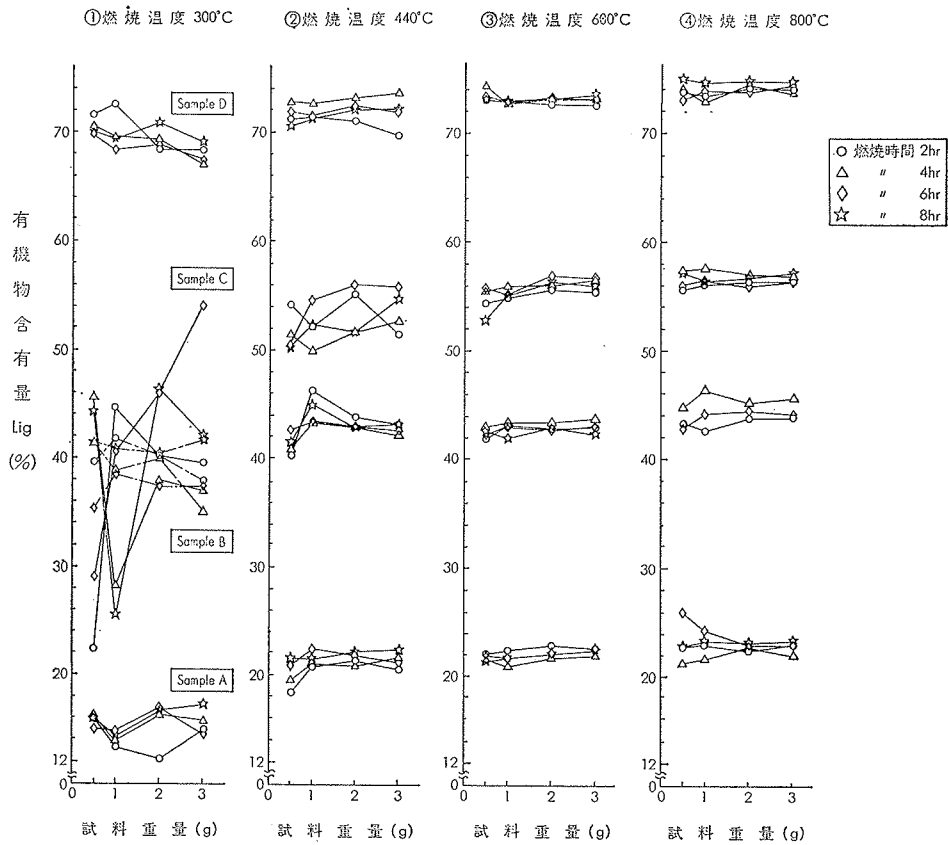


図-2 試料重量と有機物含有量の関係

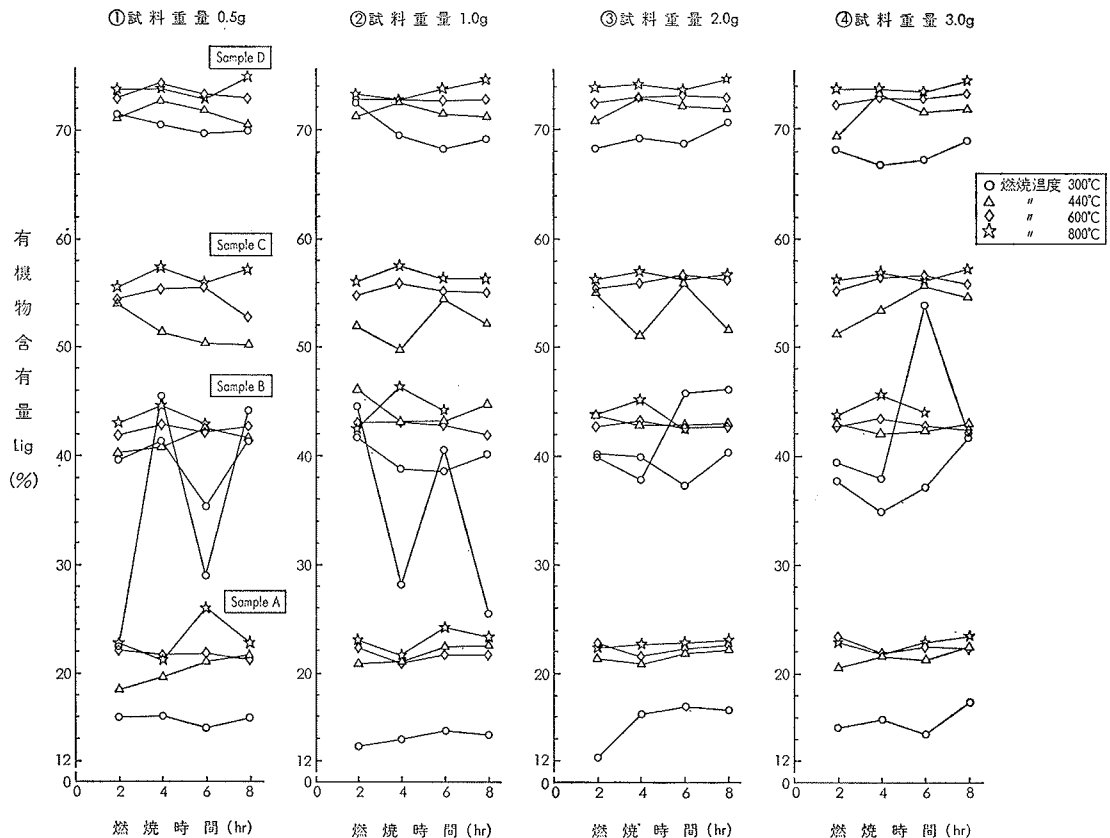


図-3 燃焼時間と有機物含有量の関係

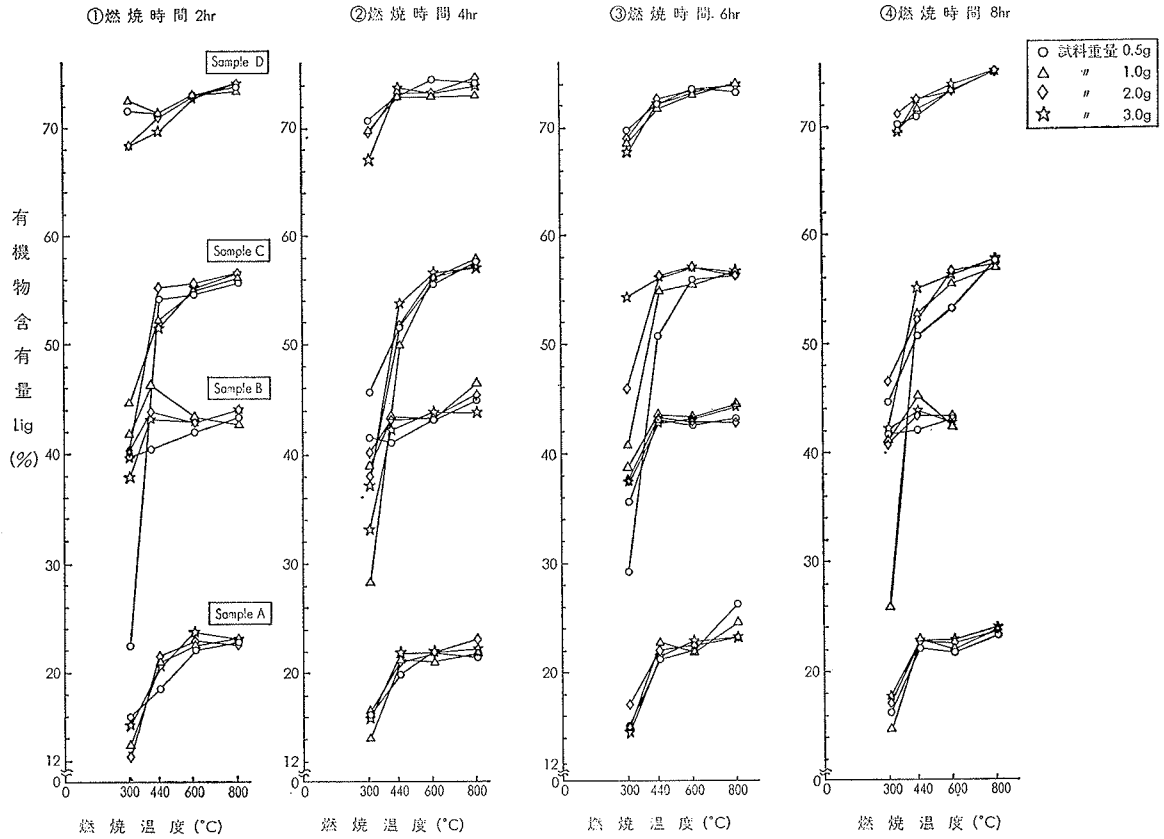


図-4 燃焼温度と有機物含有量の関係 (その1)

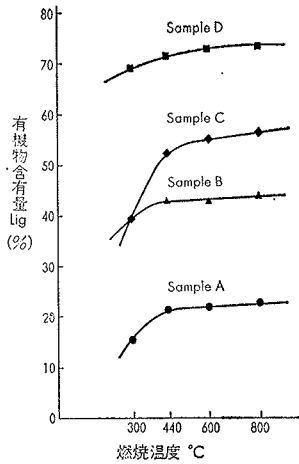


図-5 燃焼温度の影響

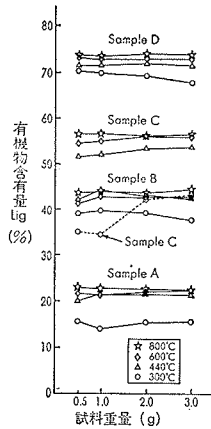


図-6 試料重量の影響

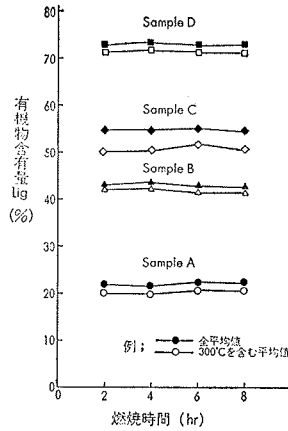


図-7 燃焼時間の影響

増加する傾向が明瞭である。300°Cにおける各値が440°C以上の値に比べて、その低下具合やバラツキ具合に Sample 別の差がみられるのは、有機物質の分解程度の差によるものと推測される。各 Sample の分解度試験を実施していないので断言はできないが、表-1に示したように、未分解物質の多いもの (Sample B, D) ほど低下具合、バラツキ具合が小さく、分解物質の多いもの (Sample A, C) ほど低下具合、バラツキ具合が大きくなるようである。このことは同じ有機物含有量でも、低い温度で燃焼する場合、未分解物質を多く

含むほど焼成されやすいことを示している。以上のことから判断して、温度の影響については、440°C以上の燃焼温度をとれば実用上は差し支えないといえる。

4.2. 有機物含有量に試料重量の及ぼす影響

図-3は試料重量の効果調べたものであり、図-6はこれを燃焼温度別に燃焼時間を均して表わしたものである。図から、各 Sample

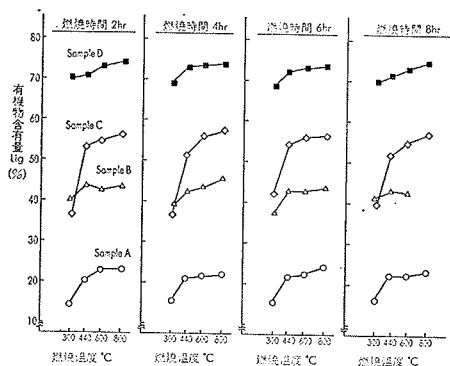
とも試料重量に対してはほとんど影響なく、有機物含有量の増減はむしろ燃焼温度に影響を受けていることがわかる。800°Cでは各 Sample とも試料重量に全く関係なく、300°Cの場合でさえ均して考えれば試料重量にはさして影響を受けていないようである。Sample Dでは、300°Cの場合、試料重量の増加に伴って得られる値が低下している。これは、試料中に繊維分を多量に含んでいるため試料重量が多いと灰分の中に相当量の空気を残すことになり、これが熱の伝達、酸化を妨げて未焼成部分を残すためと考えられる。

Sample B における 440°C 以上の各値は、42~43%の範囲にあるものの、他の Sample に比べ多少バラツキをみせている。これは、試料中に含まれる砂分の違いが影響しているものと考えられる。

以上のことから判断して、試料重量が有機物含有量に及ぼす影響は小さく、むしろ燃焼温度による影響の方が大きいことがわかる。選定重量としては 0.5 g ではバラツキがみられ、1.0 g では有機質土の種類により不安の残るものがみられるので 2.0 g 以上とれば実用上は差し支えないが、未分解物を多量に有する試料では未焼成部分が残ることも予想されるので試料重量としては 2.0 g が妥当であろう。

4.3. 有機物含有量に燃焼時間の及ぼす影響

図一4は燃焼時間の効果を調べたものであり、図一7はこの結果を試料重量、燃焼温度に関係なく平均化したものである。図から、得られた値にバラツキの多い 300°C の値を含めても、また含めなくても有機物含有量は燃焼時間の影響を受けていないように見える。図一8は図一4の結果をもとに、試料重量を均して燃焼温度、燃焼時間と関連づけたものである。全体的な傾向として、800°C における値がほとんどの場合 440°C、600°C に比べて 1~2% 高くなっており、この傾向は有機物含有量の多い試料ほど、また燃焼時間の長いものほど大きく出るようである。800°C のような高温になると、土粒子の結合水、化合水、結晶水などが分離することが一因と考えられる。



図一8 燃焼温度と有機物含有量の関係 (その2)

5. まとめと提言

以上、有機質土の有機物含有量に及ぼす燃焼温度、試料重量、燃焼時間の影響について有機物含有量 20% 代のものから 70% 代のもの 4 種類を使って測定した結果について述べた。その結果、有機物含有量に最も大きく影響するのは燃焼温度であり、試料重量、燃焼時間はほとんど影響がないか、あるいは付随的なもので

あることがわかった。結局、今回の実験で得られた結果は土質工学会の提案する基準を検証するに止まったが、今後とも我々が遭遇する有機質地盤に関連した建設工事において、有機質土の土性を判定する重要なファクターとなる有機物含有量の測定法に関してきわめて有意義なデータが得られたものとする。

ところで、現在土質工学会では重クロム酸法と強熱減量法を基準として取り上げており、有機物含有量 50% 以下を重クロム酸法、50% 以上を強熱減量法で実施することを提案している。重クロム酸法は精密法として推奨されているが、2.1. でも述べたように、この方法はあくまでも一般的な土に対する換算係数を仮定しており、また有機物含有量が増加するときわめて少ない試料 (例えば有機物含有量 50% 以下では 0.3 g 程度) を準備する必要があるなど、有機物含有量の比較的多い腐植土に適用するには問題があると思われる。一方、強熱減量法では有機物の少ないマサ土、ヘドロ、関東ローム、沖積土、化合水の多い土などに適用すると粘土鉱物の吸着水、結晶水が離脱し、この影響を受けて値が必要以上に大きく求まる欠点がある。しかし、一般に我々が取扱う有機質地盤は、含有量 20% 以上のものがほとんどであり、また取扱い易さ、簡便さからいっても腐植土には電気マッフル炉を使用した強熱減量法が最適と思われる。その時の燃焼条件は、得られる値にバラツキのないこと、安定な値が得られること、結晶水離脱の影響を大きく受けないこと、など今回の実験結果から判断して、600°C × 4 時間 × 2.0 g が最適と思われる。さらに、有機物含有量測定時には同時に分解度も測定しておくべきだと考える。

6. あとがき

有機質土の有機物含有量試験結果から、今後我々が強熱減量法で採用すべき試験条件を定めることができたが、さらに有機質土の有機物含有量に影響を及ぼす要因として初期乾燥温度に対する問題点が残っている。これについては、現在研究継続中であり、今後機会があれば報告したいと考えている。

参考文献

- 1) 土質試験法, 土質工学会, (1969), pp. 150~161
- 2) 日本の特殊土, 第4章泥炭, 土質工学会, (1974), p. 159
- 3) 軟弱地盤の調査・設計・施工法, 土質工学会, (1973), pp. 86~88
- 4) Ara Arman: A Definition of Organic Soils, Engineering Research Bulletin No. 101, (1969)