

土壌試料の真空乾燥とその応用

山田宣良

DRYING SOIL SAMPLE WITH A VACUUM OVEN AND ITS APPLICABILITY TO FOLLOWING PHYSICAL EXPERIMENTS

Noriyoshi YAMADA

Two methods of drying soil sample, oven drying method (JIS A 1203) and air drying method (JIS A 1201), are usually experimented now, for physical experiment of soil.

But both methods have following disadvantages for practical use:

By the former method of drying soil sample at a high temperature, some physical properties of the sample will change before and after drying. And the latter method, as drying is performed at room temperature, requires very long time to dry until the moisture of soil sample reaches to a constant value.

In this paper, the possibility of "vacuum oven method" was researched to dry a soil sample more quickly than air drying method and more stably in quality than oven drying method, and following results are achieved.

- (1) By vacuum oven drying at 20°C and 4mmHg, the time required to dry soil sample can be reduced by about 1/2 as compared with air drying.
- (2) The moisture content of soil sample obtained by vacuum oven drying at 50°C and 1mmHg agrees well with that by oven drying method.
- (3) The soil sample dried with vacuum oven has an intermediate applicability to following physical experiments, between oven drying method and air drying method.

現在、土壌の物理性実験を行う際に試料を乾燥させる方法として、炉乾燥法 (JIS A 1203) と自然乾燥法 (JIS A 1201) とが主に実施されている。

しかしながら、前者は高温による乾燥のため試料の物理的性質が変化すること、後者は室温による乾燥であるので、一定水分に到達するのに長時間を要するという欠点がある。

そこで、真空乾燥法の適用により、土壌試料を急速に、かつ変質させずに乾燥させる可能性について検討を加えた。

その結果、以下の事柄が判明した。

- (1) 20°C, 4 mmHgの条件下での真空乾燥により、試料の乾燥時間を自然乾燥の場合の約 1/2 に短縮することができる。
- (2) 50°C, 1 mmHgの条件下での真空乾燥により、炉乾燥法による水分測定とほぼ一致した結果が得られた。
- (3) 真空乾燥を土壌の物理性実験の予措として応用した場合、自然乾燥法と炉乾燥法との中間の適用性が得られた。

結 言

現在、土壌の物理性実験を行う際に、試料を乾燥させる方法としては、水分量測定のための炉乾燥法 (JIS A 1203) と、諸実験の試料調整 (予措) としての自然乾燥法 (JIS A 1201) とが主に実施されている。

しかしながら、炉乾燥法では110℃の高温によって試料を乾燥させているので、試料が変質し、乾燥後の試料を再度実験に供試することが困難であること、また自然乾燥法では試料の水分が空気中の水蒸気と平衡状態に達するのに3～10日程度の日数が必要であり、試料の乾燥に長時間を要すること、などの問題点がある。

そこで、真空乾燥法の適用により、これらの問題点を解消または軽減する可能性について検討を行った。

真空乾燥法による土壌試料の乾燥

(1) 真空乾燥の原理

炉乾燥法は、定圧において温度を上昇させることにより試料を乾燥させるが、真空乾燥法では、逆に一定温度の下で圧力 (蒸気圧) を減少させて試料を乾燥する。

この方法は、一般には「凍結乾燥法」として利用されており、中村ら^(1,2)によれば、乾燥処理による土壌構造の変化が最も少ない乾燥方法であり、土壌試料の乾燥処理として優れた方法であることが知られている。

しかしながら凍結試料を用いると、試料の温度が低いために、乾燥に高い真空度が要求されるので、ここでは温度 (室温～110℃) と圧力 (1気圧～1 mmHg≒133Pa) とを可変にした条件を設定して、幅広いpF値 (乾燥の程度) に対応した土壌試料の乾燥試験を実施した。

装置の概要は図-1に示すとおりである。

理論的にみて、真空乾燥法による測定には蒸気圧法の概念が適用できるものと考えた。すなわち圧力 p の蒸気圧と、土壌試料の化学ポテンシャルとが平衡している場合、水蒸気を理想気体とみなすと、単位質量の水蒸気について $pV=RT/M$ であるので、圧力 p の水蒸気の化学ポテンシャルは

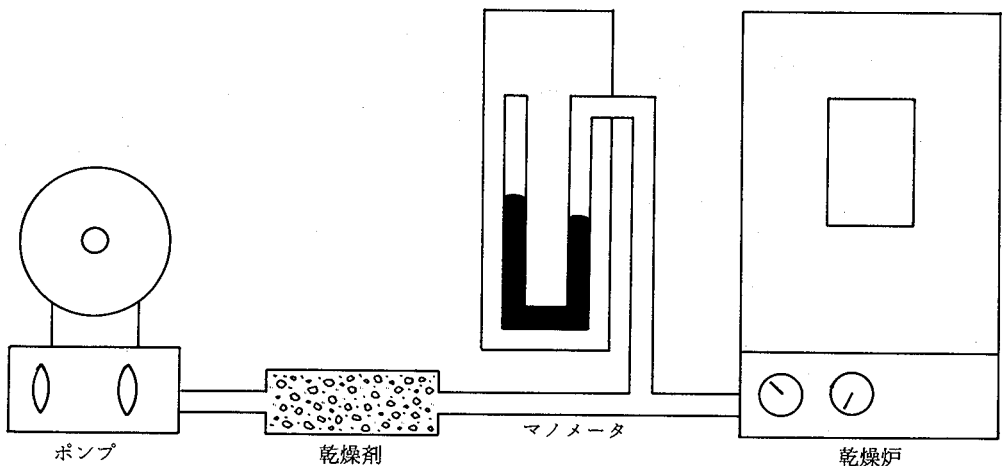


図-1 真空乾燥法の模式図

$$\begin{aligned} \Delta \mu &= \int_{p_0}^p V dp = \int_{p_0}^p \frac{RT}{M} \cdot \frac{dp}{p} \\ &= \frac{RT}{M} \ln \frac{p}{p_0} = -\frac{RT}{M} \ln \frac{p_0}{p} \end{aligned}$$

で表される⁽³⁾。

ここで p_0 ：飽和水蒸気圧， V ：体積， R ：気体定数， T ：絶対温度， M ：水のグラム分子量である。

上式に対して $M=18$ (g)， $R=8.314 \times 10^7$ (erg/mol・K)を代入し，各温度における飽和水蒸気圧 p_0 からpF 7 (9.8×10^7 erg/g)に相当する p の値を求めると表-1のようになる。

この表において， p (A) はそれぞれの温度における蒸気圧を， p (B) は p (A)に対応する乾燥炉内の大気圧を示している。また，単位は実用性を重視してmmHg (約133Pa)とした。

実際の実験に当たっては，大気中の水蒸気分圧と乾燥炉内の水蒸気分圧とが等しい割合であるものと仮定して，乾燥炉内の大気圧が p (B) のとき p (A)の蒸気圧が得られているものとみなし，図-1のマノメータの読みを p (B)にとることによって， p (A)の制御を行った。

表-1からわかるように，市販されている真空ポンプの性能でも，乾燥炉内の水蒸気圧を1 mmHg以下に保つことは十分可能であるので，室温に近い温度で炉乾燥に相当するpF (7.0)が得られる可能性が認められる。

(2) 自然乾燥の迅速化

自然乾燥は空気乾燥，風乾などともいわれ，乱した土の試料調整方法 (予措)として，JIS A 1201に規定され，広く土壌の物理性実験に適用されている⁽⁴⁾。

自然乾燥の迅速化について，筆者は既にマイクロ波の適用を試みて一定の成果を得ているが⁽⁵⁾，ここではより自然乾燥に近い状態で試料の乾燥が進行すると考えられる「真空乾燥法」の可能性を検討する。

自然乾燥 (風乾≒pF5.5)の迅速化を目的とした真空乾燥は，図-1の装置における乾燥炉内に，径10cm，深さ3cmの平底蒸発皿に入れた5種の土壌試料50g (初期水分=液性限界値)×3個を設定し，20℃，4 mmHgの条件で実施した。

その結果を，同一量の試料の自然乾燥 (20℃±3℃，760mmHg)の結果と対比させ，乾燥曲線として示すと図-2のとおりである。

この図における横軸は経過時間 (×10³ min)，縦軸は含水比 (%)であり，自然乾燥は実線，真空乾燥は破線で示している。

図-2からわかるように，真空乾燥させた場合には自然乾燥よりも迅速に試料を乾燥させることができ，同一含水比まで乾燥するのに要する時間は，ほぼ1/2に短縮されている。今回は合計750gの試料を一度に真空乾燥したので，自然乾燥と同等に乾燥させるのに3000min程度の時間を要したが，試料が少ない場合にはほぼ質量に比例して乾燥時間が短縮できるものと考えられる。ただし，由良山土 (その3)の

表-1 水蒸気圧 (pF 7)

温度(℃)	p_0 (mmHg)	p (A) : mmHg	p (B) : mmHg
20	17.5	0.013	0.54
30	31.8	0.029	0.69
40	55.4	0.063	0.86
50	92.6	0.129	1.06
60	149.6	0.254	1.29

$$\Delta \mu = -9.8 \times 10^9 \text{ erg/g} = \text{pF } 7$$

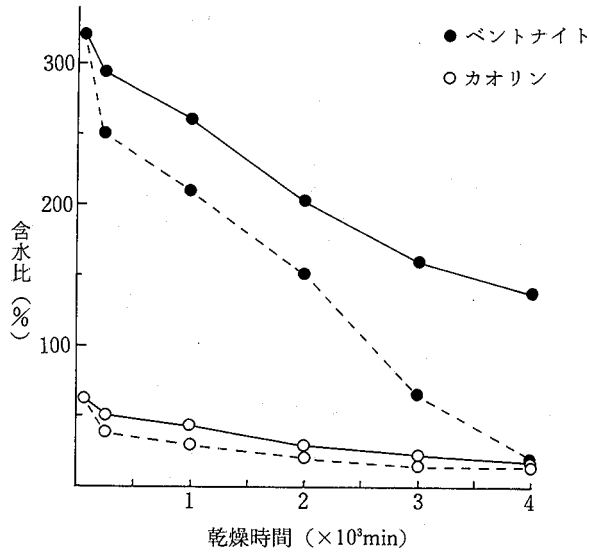
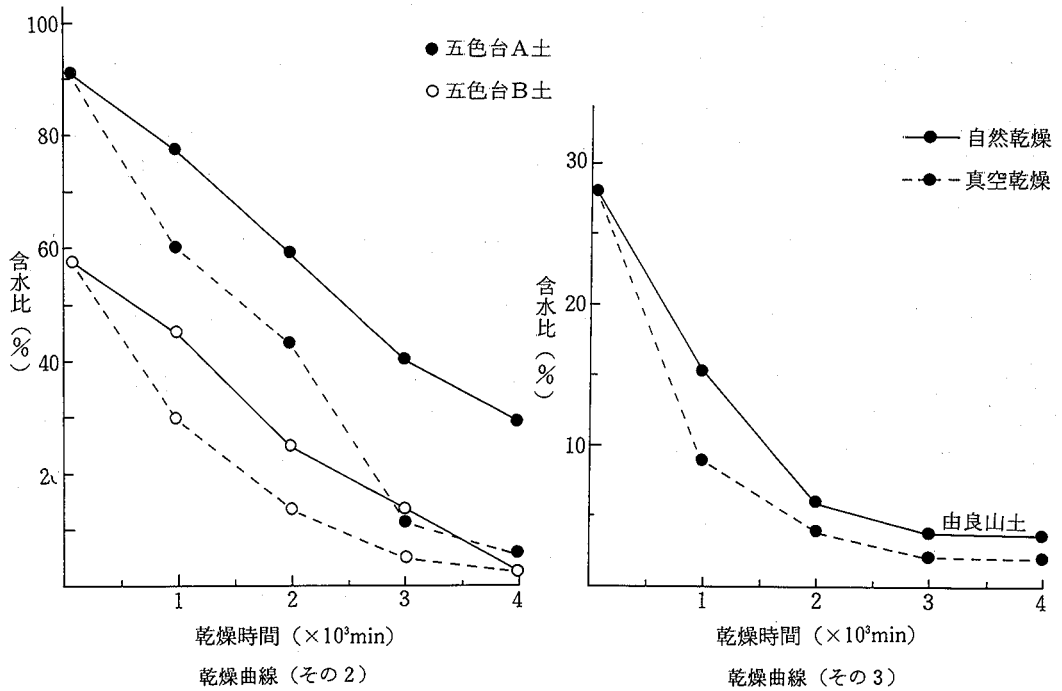


図-2 乾燥曲線 (その1)



場合に明らかなように、20℃で自然乾燥 (pF5.5) に相当する蒸気圧 (表-1の $p(A)$) に相当) は約 13.8mmHgであるのに対し、真空乾燥は 4 mmHgの圧力で実施しているので、真空ポンプを作動し続けると過剰に乾燥した状態となる。

一般に、乾燥炉内を13.8mmHgの蒸気圧に平衡させ、それを保持するには特別な装置を必要とするので、実用上は一定時間真空乾燥した後、試料を取り出し、自然乾燥させるのが合理的ではないかと考える。

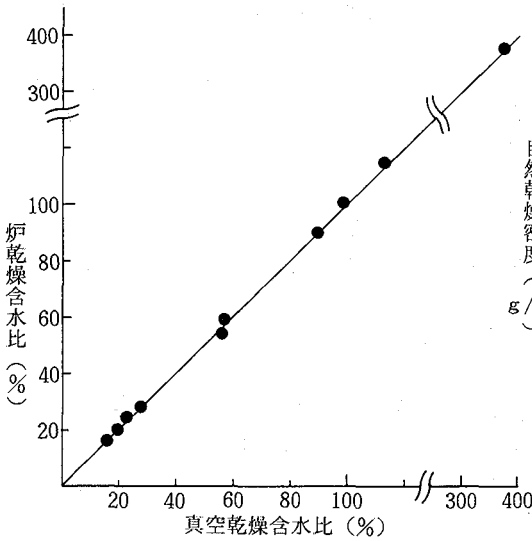


図-3 真空乾燥と炉乾燥の関係

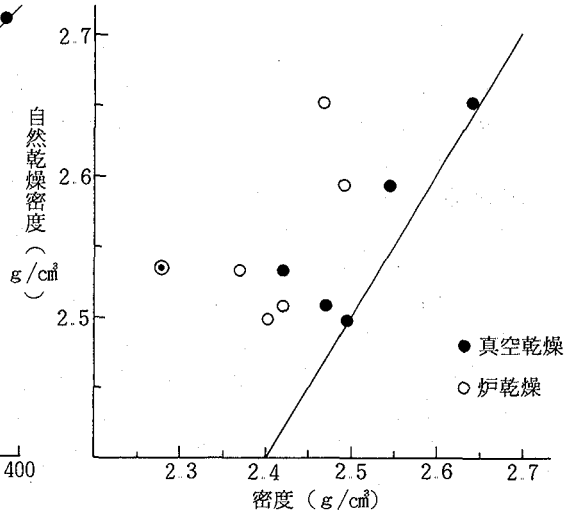


図-4 土粒子の密度測定への応用

(3) 含水比の測定

表-1からわかるように、真空乾燥法によれば炉乾燥の場合よりも低温で含水比の測定が可能になる。ただし、平衡状態における相対湿度の値が不明であるので、ここでは試行的に圧力1mmHg、温度50℃、24時間乾燥の場合の含水比を、JIS A 1203の規格(760mmHg110℃、24時間)と対比させて図-3に示した。

その際の含水比は、液性限界程度に水分を調整した10種類の試料(図-2の試料5種に海成粘土、陸成粘土、黒ボク、関東ローム、マサ土の5種を加えたもの)について、10g×3個、合計300gを150gずつ2回に分けて測定した。

図-3からわかるように、真空乾燥法によって求めた含水比は、土壌の種類にかかわらずほぼJISの結果と一致しており、十分実用性があるものと考えられる。

また、実際の乾燥炉内では表-1のp(B)の大気圧によって、ほぼp(A)の蒸気圧が得られていること、すなわち、乾燥炉内の水蒸気分圧は、大気中のそれとほぼ等しい割合であるものとみなされる。

ただし、真空乾燥の初期段階は所定の真空度が得られず、圧力が1mmHgまで低下するにはほぼ24時間を要した。従って、今回の供試試料の総量(150g)よりも試料の量が多い場合には、24時間の乾燥時間では乾燥が不十分となる場合が生じうる。

真空乾燥法の試料調整(予措)への応用

(1) 土粒子の密度測定への応用

土粒子の密度測定を行う際、試料に水分が含まれていると、質量を補正する必要があり、これが測定上の誤差の一因となっている。水分0%の試料を供試すれば、この誤差は消去できるが、炉乾燥で水分0%にした場合には、試料が変質して密度が正確に測定できない場合が多い。

そこで、真空乾燥法により水分0%にした試料による土粒子の密度測定の可能性を検討した。その結果をJIS A 1203(炉乾燥法)により水分0%とした場合と対比させると、図-4に示すとおりである。

図中の黒丸が真空乾燥、白丸が炉乾燥でそれぞれ0%とした試料の測定結果であり、試料は図-

3に用いたもののうちの、粘性土6種（カオリン，五色台土，海成粘土，陸成粘土，黒ボク，関東ローム）に限定して供試した。

図-4からわかるように、真空乾燥法によれば、炉乾燥法よりはかなり自然乾燥に近い値が得られる場合が多いが、それでも自然乾燥試料の測定値（実線）よりも小さい値となるのが一般的であり、予措としてそのまま採用するには多少危険がある。

(2) 土の粒度試験への応用

粒度試験においても、供試試料に水分が含まれていると質量の補正が必要であるので、(1)と同様に3種の乾燥法によって試料調整を実施した場合の、粒度分析結果の比較を行った。その結果は表-2に示すとおりである。

供試土は図-4のうちで、分散剤による土粒子の分散効果が不十分であり、JIS A 1204による粒度分析が不相当とみられた関東ロームを除いた5種である。

表-2からも図-4の場合と同様の傾向が得られ、真空乾燥法は炉乾燥法よりは粒度試験の予措として優れているものの、黒ボクの場合のように、炉乾燥と同程度の測定誤差を示すものもあり、自然乾燥法に代わるまでには至っていないものと考えられる。

(3) コンシステンシーへの影響

コンシステンシー試験は、乾燥処理による試料調整が測定結果に影響を及ぼすことが明らかとなっており、原則として未乾燥試料を供試するように定められているが、乾燥方法の違いが測定結果に及ぼす影響については、不明な点が多い。

表-3には、乾燥履歴がない（深さ1m）赤土：五色台土を対象として、乾燥処理がコンシステンシーに及ぼす影響をJIS A 1205によって測定した結果を示した。

この場合の真空乾燥も、密度、粒度の測定の場合と同様に水分0%（炉乾燥相当）の条件で行っている。

表-3からは、試料の乾燥が及ぼす影響はLL（液性限界）が最大であり、PL（塑性限界）に対し

表-2 乾燥法の違いが粒度分析結果に及ぼす影響

	自然乾燥 (%)			炉乾燥 (%)			真空乾燥 (%)		
	粘土	シルト	砂	粘土	シルト	砂	粘土	シルト	砂
五色台A土	54	16	30	30	25	45	51	19	30
カオリン	42	58	0	40	60	0	41	59	0
海成粘土	24	28	48	18	28	54	21	28	51
陸成粘土	31	51	18	26	48	26	29	48	23
黒ボク	14	29	57	9	28	63	9	28	63

表-3 乾燥処理がコンシステンシーに及ぼす影響

	LL (%)	PL (%)	PI (%)
生土	118.0	69.7	48.3
自然乾燥	82.6	66.0	16.6
炉乾燥	73.9	65.7	8.2
真空乾燥	79.0	66.7	12.3

ては比較的小さいことや、(1)、(2)と同様に、真空乾燥試料が自然乾燥と炉乾燥のほぼ中間の測定値を示す傾向があることがわかる。

ま と め

以上の結果から、真空乾燥法は試料の迅速風乾や含水比測定にはそのまま利用できることがわかったが、予措として応用した場合、炉乾燥法よりは優れているものの、自然乾燥には及ばないことがわかった。

ただし、真空凍結乾燥法のように試料を凍結させた場合には、土壌構造の変化が小さくなり、より自然乾燥に近い結果が得られるものと想定できる^(1,2)。したがって、高い真空度が得られる条件下なら、真空凍結法により、水分0%でなおかつ自然乾燥と同等の適用性をもつ試料調整が期待できよう。

また技術的問題としては、真空乾燥後の質量測定が大気圧の下で行われるので、試料を取り出す際に断熱膨張によって温度が低下して、測定誤差の原因となっている可能性がある。

同様な問題は炉乾燥の場合にもみられ、できれば質量の測定が乾燥と同じ系内で（乾燥炉の中で）行いうることが望ましいものとする。

謝 辞

貴重な御助言を戴いた、食品物理学研究室、三木英三助教授に謝意を表する。

引 用 文 献

- (1) 中村，宮内，橋本：粘性土におけるaggregateの大きさ分布に及ぼす乾燥処理の影響，土壌の物理性，52，2-9（1985）。
- (2) 宮内，中村，橋本：粘性土におけるaggregateのキ裂発生に及ぼす乾燥処理の影響，土壌の物理性，52，10-17（1985）。
- (3) たとえば 八幡敏雄：保水機能に関する事項，土壌の物理，PP 35-70，東京，東大出版（1975）。
- (4) 土質工学会：土質試験のための乱した土の試料調整，土質試験の方法と解説，PP 21-30，東京，土質工学会（1990）。
- (5) 山田，横瀬，奥田，藤原：マイクロ波による土の急速乾燥，香大農学報，39，95-99（1987）。

（1991年10月31日受理）