

ピペット法による粒度分析再考

木庭元晴
青山千彰

A review of particle-size analysis of unconsolidated silt-and clay-grade material by pipette analysis.

KOBA, Motoharu
AOYAMA, Chiaki

摘要

地球科学では粒度分析の自動化が進み、最もポピュラーであったピペット法は現在では少数派に転落したようである。しかしながら自動化された分析法に供される試料は極めてわずかでそれが採取された地層を代表するものかどうか疑問も残る。ピペット法は、粒度分析作業の結果が試料として残る唯一の方法であり、今後も生き残るべき手法であろう。粒度分析法の中では最も廉価な手法で、粒度分析の考え方を理解する上でも最も有効と考えられる。ピペット法の分析対象試料は一般的には63 μm 篩通過分であるがここでは2 mm 篩通過分としている。地球科学で従来使用されてきたピペット吸引時刻表とは異なり、2時間半で9 ϕ まで測定するなどの工夫をした。計算のためのテンプレート (Microsoft Excel ファイル) はダウンロードできる形で次のウェブサイト「教材」ページに掲載する。<http://www.2ipcku.kansai-u.ac.jp/~moto/>

はじめに

地球科学関連の既存の教科書やウェブページは内外とも必ずしも適切なものはない。下記の日本規格協会のウェブサイトにて JIS の審議資料をダウンロードの形で購入した。

<http://www.webstore.jsa.or.jp/webstore/Top/index.jsp?lang=jp>

実質的なページ数は少ないが序文・本文・解説は大変参考になった。

現在では、高分解能で分析作業が簡便な粒度分析機器が開発されている。ここで述べるピペット法はかなりの時間を浪費する方法ではあるが、この最大の魅力は、特にこのためだけの設備を必要とせず、個々の粒度階以細の試料を実際に分別できることである。粒度分布曲線の個々のモードを構成する粒子の観察を可能にする。そのため、他の分析方法と比べて、試料の情報をより多く得ることが可能で、さらに構成物の種類別の粒度分布を評価する上でも有効と言える。

なお、この読者が初学者であることを想定して、堆積粒子の粒径と名称について次に示す。堆積粒子は礫、砂、シルト、粘土と区分される。地球科学での粒径域は、径 2 mm (- 1) 以上が礫、径 2 mm 未満 ~ 62.5 μm (4) が砂、62.5 μm 未満 ~ 3.906 μm (8) がシルト、3.906 μm

未満が粘土である。乾式網篩は通常44 μm までのものがあるので、礫と砂は通常乾式網篩で篩別することができる。なお、粒径値に続く()内の数値は ϕ 単位 [$d=2^{(-\phi)}$ 、なお左辺の d は粒径で単位は mm]である。粘土とシルトの粒径域がここで述べるピペット法の対象となる。

1. 考え方

1. 1. 礫・砂・シルト粘土の区分

1. 1. 1. 礫分と砂・シルト粘土分の区分

最少試料重についてはJIS A1204の「参考表1」に示されている。試料の最大粒径によって異なり、75 mm だと30 kg だし、2 mm でも200 g が必要だ。2 mm 篩通過分の炉乾燥質量(実質、含水比から推定)は少なくとも砂質土系の土では115 g 、粘性土系の土では65 g 程度確保できるようにする、とされる。これは工学や農学などの実学分野での想定で、地球科学からすると現実的ではない。というのは、例えば地層をラミナ単位で採取することを想定すれば全試料重は数グラムになってしまうし、ピペット法に供する試料重は10 g 未満だからである。

このJIS A1204では、試料を2 mm と75 μm の篩で分けると指示されている。ここでは75 μm に代わって地球科学での砂とシルト粘土の境界値63 μm を採用する。さらに、網篩別法とピペット法それぞれによる分析結果をつなぐために共通粒径域を設ける必要があり、測定対象試料は後述するようにまずは44 μm (網篩)で2分することになる。

シルト粘土で必要とされる試料重量と、砂礫で必要とされる重量には違いがあるので、元試料を四分法で分けて、それぞれ用意するのがいいだろう。砂礫を分析目的とする試料は比較的少量に必要となる。浜堤堆積物などのようにほぼシルトや粘土が入っていなければ、風乾のち全試料を網篩で篩別することができる。塩分が多い場合はこの限りではないが、ローム様試料は個々の粒子が結合しており、そのままでは網篩によっては篩別できない。本報告ではこのローム様試料を対象としている。

2 mm 網篩通過画分、つまり砂・シルト粘土分は比較的少量でよい。礫分と砂・シルト粘土分の重量関係を把握するため、2 mm 篩残留分と通過分はいずれも全量把握する必要がある。

1. 1. 2. 砂・シルト粘土画分を分析対象とする試料の2 mm 篩通過試料の取扱法

最初から2 mm 篩と44 μm 篩の両方を使う方法も考えられるが、44 μm の篩については当然湿式で分けなければならない。しかし通過させるにはかなりの水が必要で、受け皿に貯まった水を加熱して蒸発させたり遠心分離するなどして処理する必要があり、労力は極めて大きい。水をふんだんに使って洗い出すのであれば63 μm または44 μm の篩を使ってその残留分粒子からより細粒の粒子(通過分になるべきもの)を洗い出せるが、通過分の溶液を沈降法試料全部に回す場合には難しい。小さな粒子のフロックや凝集体と単一粒子の区別も難しい。そのため、前処理後の試料をまずは湿式で2 mm 篩だけで区分するのが適当だ。この考え方は比重計法で採用されているものだが、ピペット法でも可能と考える。

2 mm 篩残留部は110 $^{\circ}\text{C}$ で12時間以上乾燥した上で乾重を求める。試料が少ない場合はこれが乾式篩別の対象試料となる。別途、砂礫を分析対象とする試料が用意できるのであれば乾式篩別

の試料にはならないが、この2 mm 篩残留部の乾重は、礫と砂・シルト粘土の重量関係を把握するために必要だ。

JIS A1204 (比重計法) は比重計法を扱っている。ここでは、2 mm 篩通過部はまとめて沈降法に回す。炉乾燥質量で砂質土系では115g、粘性土系では65g とり、その4分の3を沈降分析用試料としている(4分の1は含水比測定用)。沈降法による分析の後、この全試料は75 μ m 篩で湿式篩別され細粒部は洗い流され、75 μ m 残留部を試験篩で乾式篩別される。

ただ、この方法では、「沈降法は懸濁液濃度0.2vol.%以下」(後述)という基準をクリアすることができない。径2 mm 以下の試料をまとめて沈降分析にまわすとこの点が問題となる。しかしながら、体験上の作業効率から考えて、径2 mm 以下の試料をまとめて沈降法の試料に回さざるを得ない。この具体的方法は後述する。

1. 2. 沈降法 (ピペット法) ——シルト粘土の細区分

ピペット法を説明する JIS Z8820-2では、いわば63 μ m 通過分試料を対象にしている。懸濁液全部の粒子量を求めるべく、1000ml メスシリンダーの攪拌の後の静置後、ほぼすぐにホールピペットで溶液を吸引する。この方法についてもここでは変更する。詳細は次の「ピペット法の考え方」などで説明する。

1. 2. 1. ストークス則 Stokes' law

液体中での微粒子の落下速度は、下に示したストークスの式で示されるように、その直径の累乗に比例するので、より大きな粒子ほど早く落下する。微粒子の液体中での終端速度(V_0) terminal settling velocity (ms^{-1})は次の式で表すことができる。

$$V_0 = 1/18 [(\rho_p - \rho) / \eta] g d^2 \dots \dots \dots \text{式(1)}$$

ただし、粒子を球体と仮定し、MKS 単位系とする、

ρ_p : 土粒子の比重 particle density (kg m^{-3}) ← 要計測

ρ : 溶媒の比重 (純水) fluid density (kg m^{-3}) ← 水温に依存 (既存表)

η : 粘性係数 fluid dynamic viscosity ($\text{kg m}^{-1}\text{s}^{-1}$) ← 液体中の粘性流に関係する、水温に依存

g : 重力加速度 acceleration due to gravity (9.8ms^{-2})

d : 粒子の直径 spherical particle diameter (m)

1. 2. 2. ストークス則を適用する環境

なお、溶液の密度と粘性が水に近い場合は、ストークスの式が当てはまるのは粒子径60 μ m (含63 μ m) 以下である。また粒径が2 μ m より小さい場合にはブラウン運動と対流などの効果で式が適用できなくなる。粒子 Reynolds 数は0.25より小さくしなければならない。

JIS Z8820-1によれば、このストークス則は、「無限媒体中でゆっくり沈降する単一球形粒子」にしか適用できない。それゆえ、「懸濁液濃度は、0.2vol.%以下で、できるだけ低い」ことが望ましい。粒子が互いに凝集したり干渉したりするので、測定に使用する懸濁液の濃度は低い方が望ましい。壁効果もあり、沈降セルの壁間距離は5 mm 以上とすべきである。沈降セルは直立し

ていなければならない」。

ストークス則は粒子が球体の場合である。実際の粒子は平たいものなど非球形のものを含む。分析結果に示される粒子径の頻度分布は、全粒子が球体であることを前提にしたものであって、沈降速度球相当径（Stokes 径）と言う。

<http://www.geocities.co.jp/CollegeLife/1189/albert/report/ryuudo4.doc>

で、遠心沈降光透過法とレーザー回折法の比較がなされているが、扁平な粒子に対して、前者では実際の粒子径に比べて小さく現れ、後者では有効径が実際よりも大きく現れる傾向がある。石英ボールミル粉碎産物を試料とした実験結果では、 $Md_{50\%}$ 値は前者で $4.42\mu\text{m}$ 、後者で $8.13\mu\text{m}$ となっている。かなり大きな差だ。

1. 2. 3. 水柱深度、沈降時間、そして最大粒径

試料の入った水溶液を十分に拡散し静置すると水溶液のあらゆる場で微粒子の沈降が始まる。注記：Z8820-1によれば、「攪拌の停止後約1分程度は局所的に流体の乱れ運動が持続」する。粒径に対応して採取する場合はこれを考慮する必要がある。

静置後ある時間（ t 秒）が経過すると、例えば水面から20cm（深さ L に対応）までの水柱では、20cm以上沈降する大きさの粒子は存在しなくなる。つまり、「その粒径」より小さな粒子だけからなる。「その粒径」をここでは最大粒径 d と称するが、「この粒子」の沈降距離を L とすると、

$$L = V_0 t \cdots \cdots \cdots \text{式(2)}$$

となり、式（1）と式（2）から d を得ることができる。つまり、

$$d = \sqrt{[(18/980)(\eta/(\rho_p - \rho))(L/t)]} \cdots \cdots \text{式(3)}$$

と表現される。

なお、粘性係数の単位は poise(P)で、 $\text{kg} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ か、または $\text{mPa} \cdot \text{s}$ で、この計算では cgs 単位系に揃える必要がある。Pa は $\text{kg} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-2}$ だから、たとえば温度 15°C の水の粘性係数 $1.138 (10^{-3}\text{Pa} \cdot \text{s})$ は、 $1.138/1000 * 1000/100\text{g} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ となる。この換算は水の粘性係数表の利用の際に必要となる。

ある粒径域を得るには、ピペットで懸濁液を採取する深度と時間を知る必要がある。式（3）に見られるように、土粒子比重は別途計測できるものであり、純水の比重、粘性係数は水温によって決まるので（既存表あり）、 L と t を選択することになる。

例えば、水温 20°C 、石英比重 $2.650 (\text{g}/\text{cm}^3)$ とすると、水の密度は $0.99820\text{g}/\text{cm}^3$ 、水の粘度つまり粘性係数は 1.002 ポアズ poise、既存表のとおり、採取深度20cm、採取時間を114秒としたとき、採取最大粒径値が 0.0442mm となるかどうかのチェックをするべく式（3）を使って cgs 単位系で計算すると 0.00442cm が得られる。

注記：実際には分散剤を入れるので、温度に依存する水の粘性係数や密度は既存表と一致しない。懸濁液の溶媒は純水を使うがこの理由は、水の密度や粘性係数を問題にしているのでは無く、分散剤または試料との反応の問題からである。

1. 2. 4. ピペット法の一般的な考え方の理解

均一に分散した懸濁液を静置して後、水面下の一定の深さから一定の量の懸濁液を、ある時間間隔で、ピペットを使って一定量吸い上げて、個々の溶液試料を別々に保存し、それぞれの乾燥重を計測して差分から、ある粒径幅の重量比を得ることができる。

このことを図1に示す。濃いトーンの縦棒が一定の深さの水柱に入る粒径域を表している。時間の経過につれてより粗い粒子はこの水柱範囲より下方に落ち去る。例えば最大粒径が5φの水柱、つまり左から3番目の水柱の場合、粒径が5φより細粒の粒子を含む。言い換えると、

「粒径が5.0φより細粒で5.5φまたはより粗粒の粒子」重
 = 「最大粒径5.0φより細粒の粒子」重 - 「最大粒径5.5φより細粒の粒子」重
 という式が成り立つ。

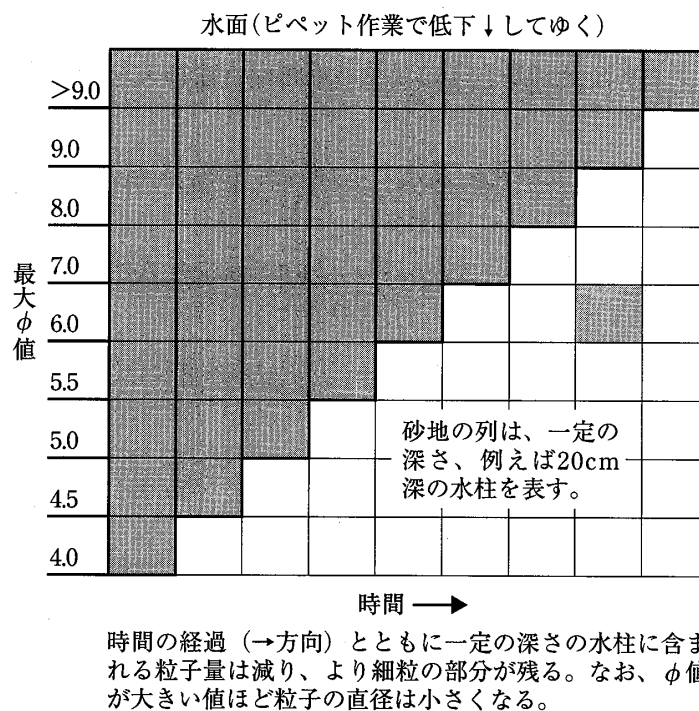


図1. ピペット法の原理の概念図

63μm 篩による湿式篩別を経た試料の場合、沈降開始前の懸濁液 vml 中に含まれる粒子量を m_0 とすると、全容液中の試料は、

$$W = (V/v) m_0 \dots \dots \dots \text{式(4)}$$

となる。V は懸濁液の全体積である。

任意の時間 t に深さ L より浅い水柱には残っていない粒子の粒径は式 (3) から求められる。任意の時間に、吸い上げた懸濁液の容量を v' 、その粒子乾燥重量を m_t とする。それまでのピペット作業で減った量も加味した懸濁液全量を V' とすると、

$$W = (V'/v') m_t \dots \dots \dots \text{式(4')}$$

となる。

ピペット吸引作業はアンドレアゼンピペット法 (JIS8820-2) では予定経過時間の10秒前に吸

引を始め、予定時間の10秒後に終了するよう指示している。乱流を引き起こさないためだ。

ピペット作業は水面下Lで実施する。水面はピペット作業を繰り返すことで低下してゆく。その分を考慮して、最大粒径の粒子が含まれない時間を算出しなければならない。深さLは容器にマークするのではなく、ピペットそのものにマークする。最下端つまり吸い込み口から上方L cm分のところにマークする。ピペットの横断面は円だから、マークは円形となる。

注記：Lより浅い水柱では粗い粒子は離脱しており、Lより深い水柱とは均質ではない。この方法では、ピペット吸引口は、回を重ねるごとに、より細かい粒子が分布する深度に位置する。

ピペットで吸引する場合、ピペット吸引口からどの部位の水溶液が吸引されるのだろうか。この情報を筆者は得ていない。ただ、このピペット法には次の前提がある。吸引口よりおよそ下位の水溶液は吸引しない。吸引口周辺には想定される最大粒径よりも小さな粒子が均等にあつて、水面と平行の水円柱（直径はシリンダー径に対応）が吸引される。その結果、水位がダルマ崩しのようにその分だけ低下する。こう考えると、吸引深度が例えば20cmの場合、ピペットにマークされた20cm深の円まで水面が来るようにピペットを垂直に挿入して吸引することになる。

1. 2. 5. 筆者の提案するピペット法

この節でこれまで述べてきたことは、試料が63 μm 篩通過試料についてである。しかしながら、ここで提案する方法では沈降分析に供する試料は2 mm 篩通過試料であり、式(4)や(4')を使うことはできない。つまり溶液の全量を先の方法では計測することができない。

しかしながら比重計法の場合、沈降法に供する2 mm 篩通過試料の含水比を求めて分析供試料の乾重を推定しておりピペット法であってもピペット作業から全量を求める必要は無い。つまり、ここでのピペット作業のスタートは63 μm 粒子の吸引である。なお、ピペット作業のチェックのために2回採取する。

1リッターメスシリンダーの沈降試料は63 μm および44 μm 篩で洗い出し、63 μm および44 μm 篩残留分を110 $^{\circ}\text{C}$ で12時間以上乾燥させ計量する。すでに2 mm 篩通過分の重量は求めているので63 μm および44 μm 篩残留分の重量を差し引くと、63 μm および44 μm 通過分全ての重量を得ることができる。

参考：沈降法で懸濁液を採取する領域には63 μm または44 μm より小さな粒子だけが分布している。これより下位の水層はピペット法の吸引作業とは関係がない。それゆえ63 μm より大きな粒子が懸濁液に入っても問題はない。別の問題として、ピペット法の対象領域の粒子濃度は0.2vol.%以下で無ければならない。これも2 mm 篩通過分の重量を含水比から推定するので問題はない。

1. 2. 6. 粒子の比重

1. 2. 6. 1. 定義

この場合、粒子密度 (particle density) ρ_p^* のことである。水中での粒子の落下速度を計算する上で必要な変数で次のストークスの式で使用する。

粒子の内部にある閉じた空洞は粒子の体積に含め、粒子表面の凹みや割れ目、開いた空洞は粒子の体積に含めない。測定法としては、液体あるいは気体の置換体積による液浸法と、気体容積法とに二大別される。液浸法では粒子表面をぬらしやすい液体を浸液として用いるので、親液粒

子密度ともいう (<http://www.bigai.ne.jp/~miwa/powder/e-2.html>)。

1. 2. 6. 2. 計測

使用するピクノメーターは、ゲーリュサック型比重ビンである。一定容積を精密にとりその質量を測って得る。

1. 2. 7. 粒子の比重、溶媒の密度と溶媒粘性係数の既存数値

地球科学関係の粒度分析の教科書に示されている表を次の表1示す。この表1は、他の教科書でも広く掲載されている。これは Gale, S.J., and Hoare, P.G.(1991) に掲載されているものであるが、その計算は式(1)を使って計算されたことが示されているだけである。この表は、懸濁液の水温に応じた適切なピペット作業の深度と時間を得ることができると地球科学では考えられてきた。

球体の石英粒子(粒子密度 2650kg m^{-3})が純水中を沈降する環境で式(1)を使って計算すると、この表のうちの $62.5\mu\text{m}$ 以外の数値を再現することができる。

表1. ピペット法で過去採用されてきた時間と深さ

Table 4.5 The times and depths at which samples should be taken during pipette analysis in order to sample only particles finer than particular sizes. The times and depths of sampling are expressed as a function of the temperature of the suspension. The sampling scheme is arranged so that samples contain particles finer than particular whole or half phi-unit sizes (see Table 4.1).

Particles finer than (μm)	Sampling depth (mm)	Sampling times (h-min-s) for given temperatures ($^{\circ}\text{C}$) of the suspension												
		15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27
62.5	200	0-00-20	0-00-20	0-00-20	0-00-20	0-00-20	0-00-20	0-00-20	0-00-20	0-00-20	0-00-20	0-00-20	0-00-20	0-00-20
44.2	200	0-02-10	0-02-06	0-02-03	0-02-00	0-01-57	0-01-54	0-01-51	0-01-49	0-01-46	0-01-44	0-01-41	0-01-39	0-01-37
		restir	restir	restir	restir	restir	restir	restir	restir	restir	restir	restir	restir	restir
31.3	100	0-02-10	0-02-06	0-02-03	0-02-00	0-01-57	0-01-54	0-01-51	0-01-49	0-01-46	0-01-44	0-01-41	0-01-39	0-01-37
22.1	100	0-04-20	0-04-13	0-04-06	0-04-00	0-03-54	0-03-48	0-03-43	0-03-37	0-03-32	0-03-27	0-03-23	0-03-18	0-03-14
15.6	100	0-08-39	0-08-25	0-08-13	0-08-00	0-07-48	0-07-36	0-07-25	0-07-15	0-07-05	0-06-55	0-06-45	0-06-36	0-06-27
7.8	100	0-34-36	0-33-41	0-32-50	0-31-59	0-31-11	0-30-25	0-29-41	0-28-59	0-28-18	0-27-39	0-27-01	0-26-25	0-25-49
3.9	50	1-09-12	1-07-23	1-05-40	1-03-58	1-02-23	1-00-51	0-59-23	0-57-58	0-56-36	0-55-18	0-54-02	0-52-49	0-51-39
2.0	50	4-36-50	4-29-31	4-22-41	4-15-51	4-09-30	4-03-24	3-57-31	3-51-52	3-46-25	3-41-12	3-36-08	3-31-16	3-26-35

注記：この表(Gale, S.J., and Hoare, P.G.,1991)では例えば最大粒径 $62.5\mu\text{m}$ については一律に20秒となっている。ストークス則で計算すると水温を 20°C とすると、深度20cm、20秒経過で採取すると最大粒径は $106\mu\text{m}$ となる。懸濁試料は湿式篩別法で $63\mu\text{m}$ より細粒のものだけから構成されるのでこの点では20秒で採取しても問題はない。JISでは、静置後1分程度は懸濁液は乱流状態であるので採取に適さないとされるが、それは最大粒径と沈降速度を対応させる場合である。

初めのピペット作業は、式(4)を使って溶液中の溶質重量を把握するためのものである。20秒の出所を考えてみた。溶液中の試料粒径は $63\mu\text{m}$ 以下であっても、比重が大きいほど、水温が大きいほど、早く降下する。粒子の比重を4.0とすると、輝石、角閃石、黒雲母、白雲母などの有色鉱物も含むことになる。褐鉄鉱は含まれるが、磁鉄鉱は5.2だから含まれない。水温 30°C として、深さ20cmから静置後20秒で吸引するとして式(3)を使うと、その最大粒径は $70\mu\text{m}$ となる。静置後20秒ならば深さ20cmでおおよそ全量を捉えることができる。

考えてみれば20秒も待つ必要はない。静置後すぐにと焦る必要もない。ピペットを取り上げて、さてと、実施すればいいことだ。全量把握のための作業をJISでは2回分実施することを求めている。それゆえピペットの純水での濯ぎを入れて、2回の吸引を終了するのに、静置後20秒までにと考えればいいのだろう。

分散剤にヘキサメタリン酸ナトリウムを使って純水に代わってこの0.2wt. %水溶液としても、純水と比べて密度は 0.001g/cm^3 オーダーでは変わらない。粘性係数は $0.003 \cdot 10^{-3}\text{kg/m} \cdot \text{s}$ オーダーの変動がある。

なお、純水（純水）の個々の水温に対応した密度や粘性係数（粘度）は理科年表の物理／化学部に出ている（1999年版ではそれぞれ pp. 447、451）。JIS A1204（A1204：2000）に掲載されている表は、粘性係数が 1°C 単位で出ているのでありがたい。ただ公開不可なので、ここでは掲載できない。

自然界の試料で石英のみからなることは少なく、この表の利用可能性は低い。少なくとも粒子のいわば平均密度を求めてこの種の表を作成すべきだろう。粒径階の頻度分布の粒径値は ϕ 単位で表すので、JIS Z8820-2の測定例のようにピペットによる吸引時間は2の累乗値で一律に考えてもよい。まずは 2^0 つまり1分、 2^1 分、 2^2 分、 2^3 分、 2^4 分、……………である。液が透明になるまで続けるという考えである。

言い換えると、前述の石英の表を使って、およそ指定された時間でピペット吸引してもいい。後で実際に吸引した時間と他の情報から、該当最大粒径を出せばよい。

1. 2. 8. 筆者の提案するピペット作業の時間と深さの表

前述の Gale, S.J., and Hoare, P.G. (1991) で見られるような表1がいつ頃から出てきたのかは知らない。この表には、粒子全量を求める際の時間だけではなく、いくつかの決めつけがある。すでに述べたように、ピペット作業の時間がぶつかることに起因して、 $4.5\phi \sim 9.0\phi$ のうち、 6.5ϕ 、 7.5ϕ 、 8.5ϕ が省略されている。さらには 9ϕ だけ4時間前後の後に実施する形になっている。採取時間が一致してしまうことに対する対策としては、採取する深さを変更すれば済むことである。次に示した木庭考案の表2では $63\mu\text{m}$ 以細粒子の採取の後は攪拌しない（採取時間がダブらない）。さらに 9ϕ の測定時間は最も水温が低い 18°C の例でも2時間半である。

この表2で問題に見えるのは、最大粒径 4.0ϕ ($62.5\mu\text{m}$) に対応する深度20cmでの吸引時間が 18°C 60秒を最大にして 30°C 46秒と、通常使用される水温では60秒を切ってしまうことである。ただ、 $63\mu\text{m}$ 以細の試料の乾重は、沈降法前後の処理から求めることができる。多少、一部の乱流の影響は受けるが2回の計測値の誤差が2%以内に収まるかどうかのチェックを実施するので、このピペット法による $63\mu\text{m}$ 以細の試料重を評価することができる。さらに沈降法の後に、 $63\mu\text{m}$ 篩通過部で $44\mu\text{m}$ 篩残留部の試料を湿式篩別で求めるので、 $44\mu\text{m}$ 以細試料のピペット作業での値の補正が可能となっている。

1. 2. 9. 分散剤

水だけでは、粒子がフロック（floc または flock、綿状沈殿物）または凝集体を作ることが多

表2. 木庭の提案するピペット作業の時間と深さ

ピペットによる吸引時間と深さ 粒子密度 = 2.650 g/cm³

2004.8.29作成

φ	μm	深度 cm	18℃			19℃			20℃			21℃			22℃		
			h	m	s	h	m	s	h	m	s	h	m	s	h	m	s
4.0	62.5	20 再攪拌	0	1	0	0	0	59	0	0	58	0	0	56	0	1	55
4.5	44.19	20	0	2	0	0	1	57	0	1	55	0	1	52	0	1	49
5.0	31.25	15	0	3	0	0	2	56	0	2	52	0	2	48	0	2	44
5.5	22.10	10	0	4	0	0	3	54	0	3	49	0	3	43	0	3	38
6.0	15.63	10	0	8	0	0	7	48	0	7	37	0	7	26	0	7	15
6.5	11.05	10	0	16	0	0	15	36	0	15	13	0	14	51	0	14	30
7.0	7.81	10	0	31	59	0	31	12	0	30	26	0	29	42	0	28	59
7.5	5.52	7	0	44	47	0	43	40	0	42	36	0	41	34	0	40	35
8.0	3.91	7	1	29	33	1	27	20	1	25	12	1	23	8	1	21	9
8.5	2.76	5	2	7	56	2	4	46	2	1	42	1	58	46	1	55	56
9.0	1.95	3	2	33	31	2	29	43	2	26	3	2	22	31	2	19	7
φ	μm	深度 cm	23℃			24℃			25℃			26℃			27℃		
			h	m	s	h	m	s	h	m	s	h	m	s	h	m	s
4.0	62.5	20 再攪拌	0	0	54	0	0	52	0	0	51	0	0	50	0	0	49
4.5	44.19	20	0	1	47	0	1	44	0	1	42	0	1	40	0	1	37
5.0	31.25	15	0	2	40	0	2	36	0	2	32	0	2	29	0	2	26
5.5	22.10	10	0	3	33	0	3	28	0	3	23	0	3	19	0	3	14
6.0	15.63	10	0	7	5	0	6	55	0	6	46	0	6	37	0	6	28
6.5	11.05	10	0	14	10	0	13	50	0	13	31	0	13	13	0	12	55
7.0	7.81	10	0	28	19	0	27	39	0	27	1	0	26	25	0	25	49
7.5	5.52	7	0	39	38	0	38	43	0	37	50	0	36	58	0	36	9
8.0	3.91	7	1	19	15	1	17	25	1	15	39	1	13	56	1	12	17
8.5	2.76	5	1	53	13	1	50	35	1	48	3	1	45	37	1	43	16
9.0	1.95	3	2	15	51	2	12	42	2	9	40	2	6	45	2	3	55
φ	μm	深度 cm	28℃			29℃			30℃								
			h	m	s	h	m	s	h	m	s						
4.0	62.5	20 再攪拌	0	0	48	0	0	47	0	0	46						
4.5	44.19	20	0	1	35	0	1	33	0	1	31						
5.0	31.25	15	0	2	23	0	2	19	0	2	16						
5.5	22.10	10	0	3	10	0	3	6	0	3	2						
6.0	15.63	10	0	6	19	0	6	11	0	6	3						
6.5	11.05	10	0	12	38	0	12	22	0	12	6						
7.0	7.813	10	0	25	15	0	24	43	0	24	11						
7.5	5.52	7	0	35	21	0	34	35	0	33	51						
8.0	3.91	7	1	10	42	1	9	10	1	7	41						
8.5	2.76	5	1	41	0	1	38	49	1	36	42						
9.0	1.95	3	2	1	12	1	58	35	1	56	2						

く、適切な分散剤が必要となる。酸性ならば例えば方解石などを溶かすから、分散剤は粒子と反応せず、長時間溶媒の粘性係数などが安定であるようなものを選ばなければならない。

最も一般的な分散剤はヘキサメタリン酸ナトリウム sodium hexametaphosphate (NaPO₃)₆で、その使用濃度は0.1vol.% (JIS Z8820-2) または約0.2wt.% (JIS A1204) である。0.5%w:v (Gale,

S.J., and Hoare, P.G., 1991) もある。使用頻度を考えると、濃縮液を作成しておいた方がいい。ここでは約0.2wt.% (JIS A1204) を採用している (後述)。

1. 2. 10. 試料重

懸濁液の濃度は0.2vol.% (体積%) 以下にしなければならない。1000ml のメスシリンダーを使うとすると、試料を含む総容量は1000ml となる。試料重を m_0 g、比重を石英と同様2.6g/ml すると体積は $(m_0/2.6)$ ml となる。

0.2体積%以下の濃度が必要で $(m_0/2.6)/1000 < 0.2/100$ だから、 $m < 5.2$ g となる。篩別した後の計量を考慮すると試料はできるだけ多い方がいいから、理想的な試料重量は5グラムということになる。ただ、他の主要鉱物の比重は、長石2.6-2.7、輝石3.1-3.5、角閃石3.0-3.3、黒雲母3.0というものもあるので、沈降用試料重は1000ml 懸濁液で、試料重は最大6グラム程度と考え得る。

アンドレアゼンピペット法 (Andreasen pipette method) [http://home.hiroshima-u.ac.jp/er/ES_KHS_NT_2_01.html 井川博行] に関連して、「懸濁液の試料重量濃度が3%を超えることは好ましくなく、1%程度が望ましい」とある。この考えに従うと懸濁液1000ml を作るとすると1%の場合10グラム程度 (アンドレアゼンピペット容器500ml で5グラム) が適当となる。この濃度は地球科学研究で一般に使用されているようであるが、適切ではない。なお、ここで考えられている試料は63 μ m 篩通過分である。

2. 作業準備

2. 1. 前もって

2. 1. 1. デシケーターの準備

デシケーターのシリカゲル*が青く無い場合、鉄フライパンを使って全体が青くなるまで電気コンロで軽く熱する。油性ペンでのラベル付きのプラスチック容器 (80ml 120 $^{\circ}$ C耐熱 CanDoにて購入) 14個/試料に、計量済みのアルミ箔容器 (住軽アルミ箔社製9号 CanDoにて購入) を用意する。

注記：*シリカゲル $\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 水蒸気・アンモニアなどの気体を吸着する性質が強い。塩化コバルトが添加されており赤色になると熱して再活性化する必要がある。

2. 1. 2. ホールピペットとメスシリンダーの容量精度

自ら更正する必要はない。手持ちのメスシリンダー (全高420mm、胴径70mm ϕ) の許容誤差は5.0ml/1000ml となっている。つまり、20ml ピペットに対しては0.1ml の誤差を生む。ホールピペットの誤差はより小さいから、全量評価 (全試料2g、ピペット吸引20ml) はこのメスシリンダー誤差に依存し、全量%で $\pm 1\%$ の精度となる。他の誤差要因については省略する。

注記：ピペットの吸引量には5ml、10ml の考えもあるが、重量計測の精度から見て20ml がより適切であろう (Gale, S.J., and Hoare, P.G., 1991 の例、JIS z8820-2では500ml のシリンダーでほぼ10ml を採取している例)。

手持ちのホールピペットはカスタム A 基準に該当し、許容誤差は ± 0.03 ml である。

なお、20ml ホールピペット (全長456mm) にあらかじめ先端から垂直方向で5 cm、10cm、20cm に円マークする。ホールピペットの形の限界から20cm よりも高い位置にマークできない。

2. 1. 3. プラスチック容器およびアルミ箔容器の準備

容量20ml 余りで最も軽量のものがいい。市販アルミ箔容器にはグリースが塗られている可能性があるので恒温乾燥機で加熱処理をした方がいいとのこと。市販百円ショップの弁当用のものは0.2gほどと極めて軽い。恒温乾燥機の熱風で動く可能性があるので、小さなプラスチック容器に入れて利用する。アルミ箔容器にはラベリングがしにくいので、プラスチック容器にラベリングすればよい。

すなわち、プラスチック容器に通し番号などでラベリングし、それに対応するアルミ箔は恒温乾燥機110℃で数時間乾燥した後に、エアコンが効いた部屋で、すべて0.1mg 精度で軽量する必要がある。

2. 1. 4. 恒温水槽に水道水を入れる

恒温水槽：エアコンで測定期間中の水温変動を1℃以内に抑えることは難しい。恒温水槽が必要となる。筆者は息子が放棄した熱帯魚の水槽を使用している。水質浄化ポンプ（上部フィルター）で循環させ、サーモスタット（(株) ニッソー製シーバレックス300J273X7、制御温度範囲20～30℃ 精度±1℃ 使用可能ヒーター100～300W）とヒーター（(株) エヴァリス製トロピカルセーフヒーター200、定格出力200W）を設置している。この環境で80リッターまで制御可能で計4000円。ただし、エアコンを稼働させれば、水質浄化ポンプ（上部フィルター）で循環させるだけで水槽の水温を8時間以上に渡って一定、均質にすることができた。

2. 2. 水道水を使う場合（学生実習用）

恒温環境の準備：設置場所は、太陽光線が当たる場所や稼働している恒温乾燥機やホットプレートそばは避けた方がいい。数日前から、エアコンを一定温度にして（室外の温度から多少快適な気温にして）水道水を恒温水槽に入れた環境を作るのである。

恒温水槽で上フィルターのスイッチ電源 ON。メスシリンダー直上に来るようにホールピペットの垂直ガイドをセットする。脱気処理（カルキ飛ばし）をする。水道水をポリ容器に汲み置く。この作業は、水に溶け込んでいるガス抜きと水温を室温になれさせる目的で行う。

レス試料のように微細な方解石を含む場合には純水を使った方がいい。

2. 3. ヘキサメタリン酸ナトリウム濃縮溶液の作成

1. 試薬約40グラムを測り分ける。
2. 500ml 三角フラスコに攪拌子を入れて約20℃の純水を200ml 入れる。
3. この中に試薬を入れてマグネティックスターラーを使って融けるまで攪拌して保管する。当初はフラスコの底に多量の結晶が見られる。溶解に15分ほどかかる。ただし結晶の一部が容器の底に残っている状態の溶液を用いる。
4. 遮光ビンに入れて太陽光線があたらない低温所に保存する。使用期限は1ヶ月。

2. 4. 器具・試薬など

5. 使用の際は、10ml を分取する。懸濁液の最終溶液量は1000ml になるから、濃度はほぼ2 wt. %である。恒温水槽以外の装置： 恒温乾燥機、電子天秤 (0.001gr 精度)、デシケータ、超音波洗浄器。

ガラス器具：1000ml メスシリンダー 1 個／試料、マーク済20ml ホールピペット (20ml 懸濁液採取 3 cm、5 cm、7 cm、10cm、15cm、20cm マークつき) 1 個／試料、ラベル付プラスチック容器14個／試料、篩 (63 μ m、44 μ m)、温度計、油性ペン、試料袋、1000ml ビーカー、アルミ箔容器14個／試料 (恒温乾燥機による乾燥、軽量済み)

記録：データカード

資料：「水温毎の懸濁液ピペット作業時刻表」(あくまでも目安)

3. 作業手順

3. 1. 試料重の調整と有機物分解処理など

3. 1. 1. 沈降法試料重量の目安

沈降法では最大6 g 程度しか試料を必要とせず、砂質土系であっても粘性土系であっても、径2 mm 以下の試料は10g もあれば十分ではある。四分法で可能ならば前処理を始める前に、沈降法直前の試料として砂が多い場合10g を目安に考えればいだろう。個々の試料重の評価については後述する。

有機物処理の前に試料重を計測し、処理後の沈降法対象重量が砂を除いて6 g 程度になるよう配慮する。試料が乾燥しておればそのまま計量して四分法で分割すれば良いし、湿っている場合は、後述する含水比を求める方法でおよその試料重を調整すれば良い。

3. 1. 2. 有機物分解処理

海浜砂や中・上流の河床砂礫の場合はこの処理過程は不必要で直接試験用篩で乾式篩別することができる。海の塩を含む場合は篩に錆をもたらすので篩別対象分については湿式区分をした方が良い。塩分を含む泥の場合には後の分散剤での処理過程に支障が出ないようにするため、水を加えて攪拌、完全に上澄み液が透明になるまで静置し、数日かけて上澄みを数回サイフォン法などで捨てる作業が必要となる。遠心分離器を使わない方が良い。

試料が硬い場合、6%過酸化水素を試料が浸るほど加えて1時間ほど110 $^{\circ}$ Cで煮て10日以上放置することも考えられる。

ビーカー (必要なら複数) に試料を入れ、6% (10%を勧める文献もある) 過酸化水素溶液で試料を満たし (1~2日放置する文献もある、ゴムべらで攪拌)、110 $^{\circ}$ C (80 $^{\circ}$ Cを勧める場合もある) で加熱して反応 (発砲、ゴムべらで攪拌) を進める。発砲が多いようなら落ち着いたところでさらに6%または10%過酸化水素溶液を追加して処理し、その後過酸化水素が完全に分解するまで加熱する (泡が出なくなる)。

80 $^{\circ}$ Cで熱して水分をゼリー状になるまで蒸発させる (乾固しないように注意すること)。その

後、自然冷却する。

3. 1. 3. 試料の計量、含水比の測定

ビーカーの底のゼリー状試料をケーキを分けるように、分割し、1/5程度を採取してすぐに風袋計量済みのアルミ容器に入れて計量（湿重） W_a する。

併せて、分取した残りの約4/5分試料を風袋計量済みの蒸発皿に移してすぐに計量する。ビーカーに試料が少々残っても問題はない。この蒸発皿に移した約4/5分試料を粒度分析用試料とする。

含水比測定用の先の約1/5分を恒温乾燥機で110℃で12時間以上、一定の重量になるまで乾燥し、デシケータ内で自然冷却させてアルミ容器ごと計量する。この試料について容器を除く、湿重と乾重が得られたことになる。

含水比 = 乾重 / 湿重

で、この値を約4/5分試料の湿重に掛けることで、約4/5分試料（粒度分析用試料）の乾重を得ることができる。

3. 1. 4. 粒子の比重の計測

この詳細は公文・立石編（1998）の pp. 291-294に示されている。

3. 2. 2 mm 篩（湿式）で礫と砂以細に分ける

粒度分析試料を1000ml ビーカーに入れて純水を100mlほど追加し、ゴムべらと超音波洗浄機で攪拌する。徐々に2 mm 篩に通す。この下にビーカーを設置する。篩に残留している分を洗気瓶の水圧で洗い出す。篩を受けているビーカーに浸けて超音波洗浄機を使う。このビーカーに貯まった水溶液が「2 mm 篩通過分」である。全体の水溶液容量が1000mlを超える場合には110℃で熱して溶液量を減らす。

そして「2 mm 篩残留分」を計量済み蒸発皿に空けて110℃で一定の質量になるまで恒温乾燥機で乾燥しその後すぐに計量し、乾式試験篩作業に回す。砂礫粒度分布を求める試料を別途作成する場合にはこの「2 mm 篩残留分」試料の乾重は、砂礫とシルト粘土の重量比を評価する資料とする。

3. 3. 砂以細試料の分散（複数試料を数本まとめて）

1. 1000ml ビーカーに入っている「2 mm 篩通過分」水溶液が約500mlに満たない場合には、水を追加する。超音波洗浄（振盪）機とゴムべらで十分に攪拌する。

「数時間静置すると分散状態をチェックできる。つまり、上澄みが生じる。底の堆積物の上層に明瞭な境界ができる。この場合は、分散剤を追加して超音波洗浄機とゴムべらで攪拌し、再度、数時間静置する」（公文・立石編、1998、p. 297）。これは未知試料の場合であって、同様の試料を扱う場合は1試料について必要なヘキサメタリン酸ナトリウム量を確認すれば、あとは全く待つ必要はない。なお、この分散剤として、用意している濃ヘキサメタリン酸ナトリウム溶液10mlを使用する。

2. この1000ml ビーカーの懸濁液およそ500ml を、1000ml ガラスメスシリンダーに移す。ビーカー内の粒子を洗気瓶でメスシリンダーに洗い出す。さらに（恒温水槽内に設置しているメスシリンダー内に汲み置いている）水を追加し、懸濁液の容量を900ml ほどにする。その後、洗気瓶で水を追加し、ちょうど1000ml にする。

注記：この方法では懸濁液量から粒子の全量を求めないので、その意味では必ずしも1000ml にする必要はない。ただ、ヘキサメタリン酸ナトリウムの重量寄与分を差し引く必要があり、測定条件を統一した方がよい。誤って数ml 多めになっても気にする必要はない。

3. あらかじめエアコンディショニングされ室温に馴染んだ恒温水槽の水温を計測する。懸濁液の1000ml メスシリンダーを恒温水槽に入れてラップフィルムで蓋をしてほぼ1日放置する。恒温水槽の液位は1000ml ビーカーの1000ml の目盛りに合わせる。

参考：室温が冬季のように低い時は、恒温水槽の水温よりも1～2℃ほど高い温度をサーモスタットで設定して一晩放置する。

3. 4. 沈降測定

1. 水槽の上下位置及びメスシリンダー内の水温を計測して水温に差が無いことを確認する。

参考：先に示した恒温水槽では上下の水槽およびメスシリンダー内の温度はエアコンと熱帯魚用循環装置で数時間で一致し、数日間は少なくとも変動がない。（真夏）

2. プラスチックボールを1000ml メスシリンダーの口に押し込む。

参考：1000ml メスシリンダーの口は67mm ほどあって掌で水が漏れないように塞ぐことは難しい。そこで種々考えたが、柔らかい径80mm ほどのプラスチックボールを押し込む方法が最も優れていた。注ぎ口から漏れる可能性が高く、この部分でより強く押し込む必要がある。なお、粗い粒子がこのボールに付着する可能性がある。沈降法の対象粒子ではないので、沈降法の終了後に、メスシリンダーに戻せばいい。

3. メスシリンダーを（たなごころ親指の付け根付近にシリンダーの注ぎ口を付けて天側にする）逆さにしたり戻す操作を1分間続け、メスシリンダーの内容物が均一な懸濁液になるようにした後、素速くメスシリンダーを静置する。

注意：懸濁水に見える形で空気を入れてはならない。シリンダー内の空気の移動に合わせて懸濁水も移動させるというような感じで垂直方向の拡散を繰り返すこと。

4. 水温を確認して、添付の表に従って、まずは最大径63 μ m 以細の試料を深さ20cm から20ml ピペットで採取する。濯ぐ。

注意：それぞれのピペット作業では、純水（500ml ビーカーなどに入れておく）を吸引し、最初に試料溶液20ml が入っているアルミ箔容器に再度空ける。

5. この1000ml メスシリンダーを1分間攪拌し再度水槽に静置する（時間は再スタート）。再度、深さ20cm から20ml ピペットで採取する。

6. この1000ml メスシリンダーを1分間攪拌し再度水槽に静置する（時間は再スタート）。水温を確認し添付の表に従って、4.5 ϕ （44.2 μ m）以細の試料を深さ20cm から20ml ピペットで採取する。

7. 以降は、吸引の深度が15cm、10cm、7cm、5cm、3cm になるから注意すること。指定さ

れた時刻の前後それぞれ10秒ほどで20mlを吸引し、アルミ фоль容器（プラスチック容器内に設置）に空ける。各吸引後、水温を確認する。初めから数えて4～5回の吸引では時間が不足するので、その場合は、再攪拌して時間は再スタートして実施すればよい。

注意：早く吸い上げると微粒成分が入りやすいし乱流を起こす。ピペットは個々の吸引作業後、純水を吸引し懸濁液がすでに入ったアルミ фоль容器に空けてピペットを洗浄すること。

8. 計測終了後、水温を記録すること。

9. 別途、分散剤の重量寄与を調べる必要がある。懸濁液に追加したものと同一濃度へキサメタリン酸ナトリウムを同量使って1000mlメスシリンダーに入れて、そこから20mlピペットで別々の容器（計量済み）に2回採取し、110℃



で12時間以上乾燥させ、デシケータ内で自然冷却させて計量する。これが20mlピペット試料のブランク試料となる。沈降法の測定条件を同一にすれば、この値は他の試料にも適用できる。

参考：遠心分離器（5000rpm、4.660G）を使って水温が18℃の時の12φの粒子がどれほど沈降しているのかを計算してみた。たった3cm沈降するのに35時間余りを要する。だから分散剤の濃度を評価するのは、実際の試料が入った懸濁液を使ってはできないことがわかる。

10. ブランク試料と共に、粒子試料は恒温乾燥機で110℃12時間以上、乾燥させて、デシケータ内で室温まで冷却した後、秤量する。

本ページの写真は、ピペット作業の一コマである。恒温水槽、1000mlメスシリンダー、メスピペットなどが見える。

3. 5. シルト44～63μm 粒度階と砂の計量と篩別

63μm篩、その下に44μm篩をセットして、沈降法で使用した懸濁液を篩別する。ただ両篩を使って篩別するのは難しい。まず沈降法で使用した懸濁液を44μm篩に通す。透過した懸濁液は流し去る。そのあと、63μm篩の下に500mlビーカーを設置し、63μm篩に44μm篩残留試料を入れて洗気瓶で洗い出す。63μm篩に残った試料が砂試料であり、先の礫試料と併せて乾式篩別することになる。500mlビーカーに洗い出されたものは、44～63μm粒度階試料である。

両試料は別々に110℃12時間以上、乾燥させて計量する。44～63μm粒度階試料（シルトに属する）は沈降法のチェックのための試料である。63μm篩残留分は2mm篩通過分でもあり、元

試料が少なくこの沈降試料しかない場合は乾式篩別に回す。

なお、次の式が成り立つ。それゆえ、ピペット作業で得られた各20ml分試料重に次の乗数をかければ、懸濁試料のうちの44 μ mより細粒部全量のうちの対応粒度階分を得ることができる。

ピペット吸引20mlから仮想1000ml懸濁液中の粒子重を求めるための乗数

$$= [(含水比から求めた2\text{ mm篩通過分}) - \{(沈降法で使用した懸濁液から得られた44\mu\text{ m篩残留分}) + (\text{同}63\mu\text{ m篩残留分})\}] / (20\text{ ml中の}44\mu\text{ mより細かい粒子画分})$$

先の63 μ m及び44 μ m両篩の試料を併せた重量と、沈降法での44 μ mピペット試料画分とが補完関係にある。

4. 分析結果の整理

ここではヒンドスタン平原の氾濫原堆積物の例を示して、粒度分析結果の解析方法を示す。

4. 1. ピペット法による結果の整理

次の表3はピペット法の測定結果の例である。

この表の中央より少し上の部分に、0.0418の数字が見える。これはヘキサメタ燐酸ナトリウム濃縮溶液10mlが入った1000ml溶液から、20mlピペットを使って2回採取したヘキサメタ燐酸ナトリウムの平均質量である。懸濁試料液から採取された各20mlピペット採取試料重から、この分散剤の重量を差し引くことになる。この表の「残留物」の列は、分散剤込みの重量に対応する。分散剤の重量を差し引いた結果が「粉体」の列に対応する。

4.0 ϕ つまり63 μ m以細粒子について2回のピペット作業を実施した結果の粉体重量を比較する。誤差が2%以内の必要があり、この例では粉体重量値が0.1150gと0.1157gであり、誤差は0.6053%である。このセルには、 $=ABS(100 * (K13 - K14) / K14)$ の式が入っている。

「粉体」列の右隣のセルでは、63 μ m以細粒子試料を100%として、各粒度階の「積算分率」%が表示されている。別途、この表の右上には「63 μ m以細沈降乾重」値6.1704gが示されている。これは、この行の左端の「2mm篩通過試料乾重」値6.8883gから「沈降処理後63 μ m篩残留部乾重」値0.7179gを差し引いた結果である。「積算分換算重量」の列値は、この左隣の列「積算分率」%値に「63 μ m以細沈降乾重」値6.1704gを掛けて得たものである。この右隣の列「粒度階毎重量」のうち、最下部の1.15については、9.0 ϕ 以細の粒子の重量を意味しており、この左のセル値1.1533と同値である。

4. 2. 乾式篩別法による結果とピペット法による結果との融合

乾式篩別法とピペット法では方法も対象も異なるので完全に一致するものではない。この例の試料は氾濫原堆積物であり、最大径は2mm未満である。両分析法の共通部分は64~44 μ mの粒度階である。乾式篩別では44 μ m以上について粒度分析を実施し、ピペット法では63 μ m未満について粒度分析を実施している。両方法の分析対象試料の重量は当然把握する。乾式篩別法の方

表3. ピペット法による粒度分析カード例

ピペット法による粒度分析データカード

試料名	2004. 4. 29Loc. 038sect. 2	作業年月日	2004/08/31	懸濁液関係、ピーカー、時間：	φ μm 4.5 44.2 cs 5.0 31.3 cs 5.5 22.1 ms 6.0 15.8 ms 6.5 11.0 rs 7.0 7.8 rs 7.5 5.5 v.r.s 8.0 3.9 v.r.s 8.5 2.8 c.c 9.0 2.0 c.c
カンカルマトリックス		作業者	Koba		
2 mm 篩通過試料乾重 gr:	6.8883	沈降処理後63μm 篩残留部乾重 gr:	0.7179	63μm 以細沈降乾重 gr:	6.1704
		蒸発皿ラベルと乾燥開始時間:	2004/09/02		
前処理概要	有機物分解 脱塩処理 他 ()			63~44μm 粒階乾重 gr:	0.5519
分散剤と使用 ml	ヘキサメタ磷酸ナトリウム 10 ml	d(μm)=1000*2-φ (2 ^φ ((-1)*φ))*1000		蒸発皿ラベルと乾燥開始時間:	2004/09/02

想定粒径 φ	深度 cm	実施済	実際の吸引時間			容器 No.	容器+残留	残留物	粉体	質量基準篩下	積算分換算	粒度階毎	メモ	開始時の水温
φ	cm	、	時	分	秒	No.	.0000gram	.0000gram	.0000gram	.0000gram	積算分換算	重量 grams	重量 grams	
ヘキサメタ磷酸ナトリウム20ml 中の質量 2回計測 ピペット作業翌日						0.2538	0.2946	0.0408		0.04175	←分散剤平均質量			
						0.2543	0.2970	0.0427			63μm 以細沈降試料倍率:			53.5160451
4.0	20				51	1	0.6033	0.7600	0.1567	0.1150	0.1153	g 100%に対応←63μm 以細粒子平均質量		攪拌
	20				51	2	0.6014	0.7588	0.1574	0.1157	0.6053	% ←誤差が2%以内かどうか(絶対値2以内)		攪拌
4.0φつまり63μm より細粒の試料を100%とする →										100.00	6.1704	1.44		
4.5	20		1	42	3		0.6044	0.7346	0.1302	0.0885	76.71	4.7335	1.24	攪拌
5.0	15		2	32	4		0.6040	0.7110	0.1070	0.0653	56.59	3.4919	0.91	攪拌
5.5	10		3	23	5		0.6028	0.6928	0.0900	0.0483	41.85	2.5821	0.36	攪拌
6.0	10		6	46	6		0.6035	0.6867	0.0832	0.0415	35.95	2.2182	0.29	
6.5	10		13	31	7		0.6073	0.6851	0.0778	0.0361	31.27	1.9293	0.24	
7.0	10		27	1	8		0.6024	0.6757	0.0733	0.0316	27.36	1.6884	0.17	
7.5	7		37	50	9		0.6066	0.6767	0.0701	0.0286	24.59	1.5172	0.09	終了時の水温
8.0	7		1	15	39	10	0.6058	0.6742	0.0684	0.0267	23.11	1.4262	0.19	25℃
8.5	5		1	48	3	11	0.6028	0.6676	0.0648	0.0231	19.99	1.2335	0.08	実施日時
9.0	3		2	9	40	12	0.6039	0.6672	0.0633	0.0216	18.69	1.1533	1.15	←9.0φ以細 2004/09/02

が信頼性は高く、全試料の重量とこの乾式篩別法対象試料の重量を優先する。ピペット法による分析結果を、全試料重と乾式篩別法対象試料重で再評価する必要がある。この例では、もとの試料を四分法で区分して得られた異なる画分であり、ピペット法による粒度階毎の重量値を、乾式篩別で使用した試料の63μm 未満の試料重相当に変換している。

この結果得られた64~44μm の粒度階の重量は、乾式篩別では4.5500g で、ピペット法では4.8427g となった。この平均値4.6964g を採用する。次の表は、ピペット法と乾式篩別法による結果をまとめたものである。

この表の左下には、粒度特性値として、算術平均、標準偏差、歪度、そして尖度を示している。算術平均は平均粒径を、標準偏差は淘汰度を表す。この表の中央下にヒストグラムを示している。沈降法による粒度分析は細粒側は9φまでに限定され、9φ以細の試料重は篩別されていないので、カーブの右端が跳ね上がった形を呈する。横軸はφ単位なので左側が粗粒側で右側は細粒側である。なお、この表の右上には、このヒストグラムから得られた累加曲線を示している。

歪度は粒度分布曲線の最頻値が平均粒径値より粗いか細いかを表し、正なら粗粒側に、負なら細粒側に、言い換えると正なら裾野が右に、負なら裾野が左に延びる。正規分布の場合、この値は0になる。0から離れるほど粒度分布の非対象性は大きくなる。尖度は粒度分布曲線のピークの尖り具合を表す。正規分布の場合この値は3になる。3より大きいと尖り具合は大きくなり、3より小さいと平たくなる。

表4. 乾式篩別法とピペット法による結果の融合例

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
1	Sample Name: 2004.4.29 Loc. 088 sect.2 カンガルマトリックス (mix)											
2	size	logarithm(xi)	weight	粒度階別分布 fi								
3	mm	"=-log _e d"の平均値	grams	Prob. % xifi	xi-A	(xi-A) ² *fi	((xi-A) ³)*fi	((xi-A) ⁴)*fi	cumulation			
4	2.000		0.0000	0.00	0.00	-5.28	0.00	0.00	0.000			
5	2.000-1.000		0.0096	0.03	-0.02	-5.86	1.11	-8.49	39.06	0.032		
6	1.000-0.500	-0.59	0.0284	0.08	0.03	-4.86	1.78	-8.68	42.09	0.107		
7	0.500-0.250	1.42	0.0582	0.20	0.23	-3.88	2.92	-11.29	43.56	0.303		
8	0.250-0.125	2.42	0.4415	1.49	3.59	-2.88	12.17	-34.85	99.77	1.788		
9	0.125-0.0625	3.42	8.5476	23.75	98.19	-1.88	99.79	-195.91	946.94	30.540		
10	0.0625-0.0442	4.29	4.8964	15.80	66.80	-1.05	17.41	-18.27	19.18	46.338		
11	0.0442-0.0315	4.79	4.1844	14.08	86.54	-0.55	4.27	-2.35	1.29	60.413		
12	0.0315-0.0221	5.29	3.0862	10.31	53.91	-0.05	0.03	0.00	0.00	70.727		
13	0.0221-0.0156	5.79	1.2265	4.13	23.64	0.45	0.84	0.38	0.17	74.852		
14	0.0156-0.0110	6.29	0.9740	3.28	20.42	0.95	2.98	2.85	2.72	78.129		
15	0.0110-0.0078	6.79	0.8116	2.73	18.38	1.46	5.78	8.41	12.24	80.859		
16	0.0078-0.0055	7.29	0.5772	1.94	14.04	1.95	7.42	14.49	28.33	82.800		
17	0.0055-0.0039	7.79	0.3068	1.03	7.98	2.46	6.22	15.26	37.47	83.832		
18	0.0039-0.0028	8.22	0.6493	2.18	17.96	2.94	18.92	55.71	163.98	86.016		
19	0.0028-0.0020	8.70	0.2705	0.91	7.92	3.42	10.67	36.55	125.19	86.926		
20	<0.0020		9.80	3.8688	13.07	128.16	4.52	267.62	1210.77	5477.86		
21					100.000	527.80	-8.08	459.92	1076.63	6498.26	100.000	
22			試料全量↓	Σfi(N)=	Σxifi=	Σ(xi-A) ² *fi	Σ[(xi-A) ³]*fi	Σ[(xi-A) ⁴]*fi				
23			29.729									
24												
25	2.0000	Average (A) = Σxifi/Σfi	mm unit↓									
26	1.0000	φunit→	5.273	0.026								
27	0.5000	Sorting coef = SORT [Σ((xi-A) ² *fi)/N]										
28	0.2500		2.145									
29	0.1250	Skewness = Σ(((xi-A) ³ *fi)/(N*S ³)										
30	0.0625		1.092									
31	0.0442	Kurtosis = Σ(((xi-A) ⁴ *fi)/(N*S ⁴)										
32			3.044									
33												
34												
35												
36												
37												
38												

Particle-size distribution

Carbonates ratio in kankar

Carbonates	grams	ratio (%)
insoluble		84.0
Total of weight		100.0

おわりに

従来実施されてきたピペット法に比べて、分析過程に無理が無くなったと考えている。ピペット作業時間は大幅に短縮した。計算用スプレッドシートは木庭のウェブサイトに公開する。本研究を遂行する費用の一部に平成14年度関西大学学術研究助成基金共同研究費（代表島田広昭「津波遡上に伴う土砂移動量の評価手法に関する研究」）を使用した。感謝する。

参考にした文献と url

公文富士夫・立石雅昭編、1998. 新版 砕屑物の研究法. 地学双書29、地学団体研究会。
 砕屑性堆積物研究会編、1983. 堆積物の研究法－礫岩・砂岩・泥岩－. 地学双書24、地学団体研究会。
 日本工業標準調査会、2000. 土の粒度試験方法 (JIS A12042000)
 日本工業標準調査会、2002. 液相重力沈降法による粒子径分布測定方法 第1部 測定的一般原理及び指針 (JIS Z8820-12002)
 日本工業標準調査会、2004. 液相重力沈降法による粒子径分布測定方法 第2部 ピペット法(JIS Z8820-22004)
 Gale, S.J., and Hoare, P.G.,1991.Quaternary sediments: petrographic methods for the study of unlithified rocks. Belhaven Press, Halsted Press, an Imprint of John Wiley and Sons, Inc., New York., 323 p.
http://www.geocities.co.jp/CollegeLife/1189_albert_report/ryuudo4.doc
<http://www.bigai.ne.jp/~miwa/powder/e-2.html>

<http://ibuki.ha.shotoku.ac.jp/school/science/physics/phys27.html>

http://home.hiroshima-u.ac.jp/er/ES_KHS_NT2_01.html