温度勾配下での緩衝材の浸潤時における 間隙水化学に関する研究

(核燃料サイクル開発機構 業務委託報告書)

2002年2月

株式会社コベルコ科研

本資料の全部または一部を複写・複製・転載する場合は、下記にお問い合わせください。 〒319 - 1184 茨城県那珂郡東海村村松4番地49 核燃料サイクル開発機構 技術展開部 技術協力課 電話:029 - 282 - 1122(代表) ファックス:029 - 282 - 7980 電子メール:jserv@jnc.go.jp Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to: Technical Cooperation Section, Technology Management Division, Japan Nuclear Cycle Development Institute

4-49 Muramatsu, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki 319-1184, Japan

核燃料サイクル開発機構

(Japan Nuclear Cycle Development Institute)

2002

2002年2月

温度勾配下での緩衝材の浸潤時における間隙水化学に関する研究

(核燃料サイクル開発機構 業務委託報告書)

原直広 今北毅

要 旨

温度勾配のある不飽和緩衝材に地下水が浸潤した際の緩衝材間隙水水質等が時間空間でどの ように変化するかを把握するために、試験装置を考案・設置したのち、浸潤実験を行なった。

試験に必要な装置は、ベントナイトの断熱性、浸潤時の計測センサー(pH、塩分濃度、水分 濃度)を考慮して、設計・製作した。試験に用いるベントナイト層を10cmとし、この両端に 80 と100 の温度勾配を設定可能とした。また、送水はガス圧によるものとし、1MPaまで 加圧可能とした。センサーとして、pH にはガラス電極を、塩分濃度は電導度センサーで代替 し、水分濃度は低濃度域で湿度センサーを高濃度域で水分センサーを用いることとした。

設置した装置を用いて、温度勾配下における塩水によるベントナイトの浸潤試験を実施し、 浸潤時の塩分濃度の変動を評価した。

センサー出力値は、高温、加圧下の測定データであるため、相対値として評価した。一部の センサー、水分センサーなどでは温度影響等のため、十分なデータは得られなかった。

本報告書は、株式会社コベルコ科研が核燃料サイクル開発機構との委託研究契約により実施した研究成果に関するものである。

機構担当課室:東海事業所 環境保全・研究開発センター

処分研究部 処分バリア性能研究グループ

株式会社コベルコ科研

February, 2002

Study for the water penetration chemistry of bentonite under temperature gradation environment (Document Prepared by Other Institute, Based on the Trust Contract)

Naohiro Hara and Tsuyoshi Imakita

Abstract

This work have been studied for the water fluctuation in time and space in case of the ground water penetration into the unsaturated bentonite with development of the necessary test equipment.

The test equipment necessary for this test, was designed on consideration of the adiabatic condition, sensors for pH, salt and water measurement. The thickness of the bentonite specimen was set to 10cm and the temperature slope was enable to set between 80 and 100 at the both end of the specimen. The water for penetration was pushed by gas constant pressure up to 1MPa. The glass electrode for pH, electric conductivity for salinity and moisture sensor for lower water content and water sensor for higher were used as the sensors.

The fluctuation of salt and water in the ground water penetration test to bentonite was estimated.

The sensor data were treated as parametric data, because those data could not calibrated in those high temperature and under those high bentonite swollen pressure. For another development should be needed for water sensor.

This work was performed by Kobelco Research Institute,Inc. under contract with Japan Nuclear Cycle Development Institute.

JNC Liaison: JNC Tokai Works, Waste Management and Fuel Cycle Research

Center, Waste Isolation Research Division, Barrier Performance Group Kobelco Research Institute,Inc.

目 次

1.	は	じめに1
2	試馬	検装置の詳細設計および製作1
	2.1	装置仕様の選定1
	2.2	センサーの校正および調整25
3	試馬	検手順
	3.1	ベントナイトと砂の混合
	3.2	ケイ砂混合ベントナイト充填と試験及び試料の取り出し
	3.3	分析34
4.	試!	験および結果
	4.1	送水試験(1回目)
	4.2	送水試験(2回目)
	4.3	試験結果のまとめと考察
5.	お	わりに
6.	参	考文献
付	- 録	含水比測定データ付(1)

図目次

図 2.1	湿度センサーの構造及び構成図5
図 2.2	水分センサーの構造及び構成図6
図 2.3	電導度センサーの構造及び構成図7
図 2.4	pH センサーの構造及び構成図8
図 2.5	全体配置図12
図 2.6	計装盤盤面図13
図 2.7	物性計測用圧密カラム14
図 2.8	温度計測用圧密カラム15
図 2.9	センサー配列平面図16
図 2.10	フローシート
図 2.11	水シリンダー18
図 2.12	金型図面19
図 2.13	物性計測用圧密カラムの圧密カラム成形高さ確認図
図 2.14	温度計測用圧密カラムの圧密カラム成形高さ確認図
図 2.15	装置外観図
図 2.16	水系の流れ図
図 2.17	信号取り出し経路図24
図 2.18 (1)	電導度センサー測定結果(1回目;25)27
図 2.18 (2)	電導度センサー測定結果(1回目;85)27
図 2.19	電導度センサー測定結果(2回目;25)28
図 3.1(1)	ケイ砂混合ベントナイト充填フロー32
図 3.1(2)	試料取り出しフロー
図 3.2	分析フロー
図 4.1	分析試料採取位置43
図 4.2 (1)	送水試験(1回目)中の温度測定結果(カラムA)
図 4.2 (2)	送水試験(1回目)中の温度測定結果(カラム B)
図 4.3 (1)	温度計測用カラムAの温度勾配 48
図 4.3 (2)	温度計測用カラム B の温度勾配

図 4.4	ヴァイサラ湿度センサーによる測定結果4	19
図 4.5	土壌水分センサーによる測定結果(出力;電圧)4	9
図 4.6	電導度センサーによる測定結果(出力;電圧)5	0
図 4.7	pH センサーによる測定結果(上段設置センサー)5	0
図 4.8 (1)	試料スライス片の含水率測定結果(カラムA)5	61
図 4.8 (2)	試料スライス片の含水率測定結果(カラム B) 5	61
図 4.9	送水試験終了後の試料の外観5	12
図 4.10	水頭圧試験状況	5
図 4.11	分析試料採取位置 6	;7
図 4.12(1)	送水試験(2回目)中の温度測定結果(カラム A)	′5
図 4.12(2)	送水試験(2回目)中の温度測定結果(カラム B)	′5
図 4.12(3)	温度計測用カラム A の温度勾配 7	′ 6
図 4.12(4)	温度計測用カラム B の温度勾配 7	′ 6
図 4.13	湿度センサー(上段)による計測結果7	'7
図 4.14	土壌水分センサーによる測定結果7	7
図 4.15	電導度センサーによる測定結果7	'8
図 4.16	pH センサーによる測定結果7	'8
図 4.17(1)	試料の含水比測定結果	'9
図 4.17(2)	試料の含水比測定結果	' 9
図 4.17(3)	試料の含水比測定結果	'9
図 4.18(1)	送水試験後のベントナイト中(固相)の Na 分析結果	60
図 4.18(2)	送水試験後のベントナイト中(固相)の Ca 分析結果	30
図 4.18(3)	送水試験後のベントナイト中(固相)の Cl ⁻ 分析結果	31
図 4.18(4)	送水試験後のベントナイト中(固相)の SO4 ^{2 -} 分析結果	31
図 4.19(1)	送水試験後のベントナイト中(浸出)の Na 分析結果	32
図 4.19(2)	送水試験後のベントナイト中(浸出)の Ca 分析結果	12

表 目 次

表 2.1	温度センサー
表 2.2	湿度センサー5
表 2.3	水分センサー
表 2.4	電導度センサー
表 2.5	pH センサー
表 2.6	断熱材として用いたセラミックスと樹脂の物性比較表11
表 3.1	分析項目一覧表
表 4.1	圧密時の圧力(1回目)40
表 4.2	試験条件41
表 4.3	送水試験(1回目)作業結果42
表 4.4	試験条件と実施結果46
表 4.5	送水試験(1回目)後の試料の含水比および飽和度測定結果46
表 4.6	改善方法の一覧58
表 4.7	圧密時の圧力結果(2回目)64
表 4.8	試験条件および実施結果65
表 4.9	送水試験(2回目)作業結果66
表 4.10(1)	送水試験(2回目)後のベントナイトの含水比および飽和度測定結果73
表 4.10(2)	ベントナイトスライス片の中心部と外周部の含水率および飽和度測定結果 73
表 4.11	送水試験(2 回目)後のベントナイトの成分分析結果74

1. はじめに

高レベル放射性廃棄物の地層処分において、緩衝材間隙水の水質は、オーバーパック の腐食評価及び評価対象核種の溶液中濃度の評価等に非常に重要なパラメータである。 従来、緩衝材と地下水の反応に関しては、そのほとんどが温度一定条件の下で、バッチ 式の実験によるデータ取得と考察が行われてきている。しかしながら、現実の処分シス テムにおいては、緩衝材は初期には不飽和で外側から地下水が徐々に送水するとともに、 緩衝材内側の廃棄体には発熱があるため、緩衝材領域には温度勾配があるなど、従来の 実験条件とは異なる。したがって、より現実のシステムに近い条件での緩衝材間隙水水 質の時間空間的な変化を把握し、腐食評価等に利用することが望ましい。

本研究では、温度勾配のある不飽和緩衝材に地下水と送水した際の緩衝材間隙水水質 等が時間空間でどのように変化するかを把握するための実験を行ない、実験結果につい て考察した。

2. 試験装置の詳細設計及び製作

2.1 装置仕様の選定

研究の実施にあたり、研究目的を達成することが可能となるよう試験装置を設計し、 製作した。試験装置は以下の機能を有することを目的として設計した。

圧縮ベントナイトの両端の温度制御を行い、ベントナイトに温度勾配を与え、片端から溶液を供給できるものとする。高温側の温度は最高温度を100 とする。

試験中の試料には、温度、及び化学環境(pH,溶質濃度等)を測定するセンサーを 挿入し、試験中のこれらの変化を計測し表示できるものとする。 (1) センサー

センサーとしては、pH、塩分(電気電導度)、水分濃度を測定できるよう考案した。 本研究の目的に沿ってこれらの電極を調査し、設計に反映させた。これらセンサーの 出力データは、データロガーで収集することとした。使用したセンサーは以下のとお りである。

a. 温度センサー

温度センサーには白金熱電対を使用した。温度センサーの仕様を、表 2.1 に示す。 温度測定は、熱電対のほか pH 電極等に設置されている温度計によっても行ったが、 これらはデータ出力用端子がないため、データロガーへは出力していない。

b. 水分センサー

水分センサーは、試験当初は低濃度で、送水が進むと 20%程度の高濃度となるの で、高濃度用と低濃度用の 2 水準のセンサーを使用することとした。低濃度用とし て、ヴァイサラ社製の湿度計を用いた。高濃度用としてサンケイ理化製の土壌水分 センサーを用いた。仕様を、表 2.2 及び表 2.3 に、センサーの構造を図 2.1 及び図 2.2 に示す。

・湿度センサーの測定原理

ガラス基板とガラス基板上にエッチング法で形成された下部電極、浸漬法で下 部電極に形成された高分子薄膜である感湿部と、感湿部薄膜上に蒸着法で形成さ れた上部電極の4つの部分からなる。測定環境の水蒸気は上部電極を通り感湿部 である1µm 厚の高分子膜に吸脱される。そして高分子膜への水蒸気の吸脱によ る誘電率の変化を電極で把える。

・水分センサーの測定原理

土壌中の水のポテンシャル(水分張力)と間隙水圧を、検水室中の脱気水を媒体として感圧センサーで感知し、電気信号として出力している。

c. 電導度センサー

塩分濃度そのものを直接センシングすることは困難であるため、電気電導度を測 定することで塩分をモニターすることとした。用いた電導度センサーの仕様を表 2.4 に示す。

・電導度センサーの測定原理

外側の電流供給電極を流れる電流 e と内側の電圧測定電極間の電位差 V2 との比 (e/V2)を測定すると、この比は媒体の比抵抗に反比例し、電気電導度に比例す る。この方法は測定電極にほとんど電流が流れないため、電源電極周囲の接触抵 抗などの局所的な抵抗の影響を避けることができる。ただし、分極を避けるため に、高周波の交流電流を電流電極に流す必要がある。電流供給電源を流れる電流 e は、回路内に既知の値の抵抗 R を入れて、その両端の電位差 V1を測定すること によって、e=V1/R の関係から求まる。つまり、参照抵抗 R にかかる電圧 V1 と電 圧測定電極の電圧 V2 の比(V1/V2)が媒体の電気電導度に比例する。

d. pH センサー

1MPa 程度の圧力下で、かつ 80 程度でも利用できる pH センサーとして、ケミ カルプロセス用のインライン型電極のほか、ISFET (Ion Selection Field Emission Transistor)型電極も利用できる可能性があったが、後者では、平型のみの形状で、 カラムにセット可能な形状が入手困難であったため、インライン型電極を採用する こととした。使用した pH センサーの仕様を表 2.5 に示す。

・pH センサーの測定原理

ガラス電極と比較電極の2本の電極と、電極から得られた出力電位を pH 値に変換する「変換器」から構成されている。ガラス電極は被検液の水素イオンの濃度に よって生じる起電位(Eg)を検知し、比較電極の電位(Eref)は液絡部を通じ、被 検液と同じ電位のレベルになるように電気的に接続してある。pH はこの2つの電位 の差(Eel)を変換器で読みとり、pH として表示する。

Eel = Eg - Eref

表 2.1 温度センサー

温度	測定用] 熱 電	〕対	株式会社シマデン: K シース熱電対
外			径	3.2mm
精			度	± 2.5
シ -	- ス	材	質	SUS316
温	度	接	点	非接地系
۔ ۲	ネク	タ	_	NDP-TO1-K

流路測定用熱電対	株式会社 シマデン
(カラム入口側)	STD-IIS-016-M-200-U-00-K-1-H-1-300-0
外 径	1.6mm
精度	± 2.5
シース材質	SUS316
常用温度/最高温度	850 /950
温度接点	非接地系

流路測定用熱電対	株式会社 シマデン
(カラム出口側)	STD-IIS-016-M-500-U-00-K-1-H-1-300-0
外 径	1.6mm
精度	±2.5
シ - ス 材 質	SUS316
常用温度/最高温度	850 /950
温度接点	非接地系

表 2.2 湿度センサー

ヴ	ヴァイサラ株式会社 HMP234												
使	用	圧	力	範	囲	0~10MPa	0~10MPa						
相	対湿	度											
セ		ン	サ	F	_	静電容量式 HUMICAP ^R センサー							
湿	度	測	定	範	囲	0~100%RH							
											臣	高精度、保証付湿度標準に対し校正	±1%RH (0~90%RH)
半圭												した場合の最高達成可能精度	± 2%RH (90 ~ 100%RH)
个月						反	反	飽和塩溶液に対し校正した場合	± 2%RH (0 ~ 90%RH)				
						(ASTM E104-85)	± 3%RH (90 ~ 100%RH)						
応	答	時	間	(90)%)	15 秒(20 における静止空気中、焼約	詰金属フィルタ付での場合)						
温													
センサー Pt100 RTD 1/3Class IEC751													
温	度	測	定	範	囲	- 40 ~ +180							
電	子回] 路	部(の精	度	±0.1 (20)、電子回路部の	温度依存性:0.005 /						







図 2.1 湿度センサーの構造及び構成図

表 2.3 水分センサー

サンケイ理化株式会社 土壌水分自動測定器						
センサー部:マイクロ	センサー部:マイクロテンシオメーターSK-5500-M6					
本 体 : SK-560-	4D					
測定レンジ	±1000cm/H2O(間隙水圧 0~ p F3.0)					
接液部材質	多孔質セラミックス					
封 入 物	脱気水					
電圧変動の影響	零点 1.5%FS/10 /V					
温度ドリフトへの影響	零点感度 0.1%FS/10 /V					
周囲温度	センサー部: - 10~50 (但し凍結させない事) 木 休 :0~45 以内					
<u></u> 且 線 性 誤 差	ノルスハンの 0.5%以内					
出力特性	直線					





図 2.2 水分センサーの構造及び構成図

表 2.4 電導度センサー

サンケイ理化株式会社 四極式土中電導度計						
電 導 度 計 :SK3000D						
電導度計用切替器:	電導度計用切替器:SK-3000					
センサーの形状	棒状					
電極部材質	ステンレス					
センサーの 標準寸法	6mm×L1000mm					
検出方法	交流高周波入力による電位差					
測定範囲	飽和~乾燥(土壌及び混合物質)					
測定出力	mV(電導度に比例する直流電圧出力)					
精度	± 2.5%					
仕様温度範囲	0 ~ 45					
抵抗率切り替え	10Ω , 100Ω , $1K\Omega$					





図 2.3 電導度センサーの構造及び構成図

表 2.5 pH センサー

メトラー・トレド株式会社						
pH 電 極:InPro420	pH 電 極:InPro4200/120/PT1000					
変換器:pH/ORP	変換器 2050 型					
pH 電極						
p H 測 定 範 囲	2~14					
使用圧力範囲	1600kPa(25),600kPa(100)					
比較電極	KClを含む固体電解質					
液 絡 部	開放型,2 箇所					
シャフト材質	ガラス					
温度素子	Pt 1000					
使用温度範囲	0 ~ 110					
pH/ORP 変換器	pH/ORP 変換器					
測定範囲	0.00 ~ 14.00pH					
測定最小表示	0.01pH					
測定精度	± 0.02pH					
温度測定範囲	- 9.9 ~ 125					
温度最小表示範囲	0.1					
温度測定精度	± 0.5					
温度補償	自動(ATC)/手動(測定温度と校正温度を任意に設定)					



(InPro4200/120/PT100

図 2.4 pH センサーの構造及び構成図

(2) 試験装置

a. 試験装置概要

圧力系、給水系、センサー系を組み合わせて、調整した試験装置の全体配置図を図 2.5 に、計装盤 盤面図を図 2.6 に示す。

b. 試験カラム

(a) カラム構造

ベントナイトの膨潤圧に耐えられるよう、1 MPa の耐圧構造とし、ケイ砂混合ベントナイトは 100mm 高さの円柱状となるよう設計した。カラムは各種センサーを挿入可能な物性測定用カラムと温度測定専用のカラムを設計した。

温度勾配設定のためにカラムは縦方向に、断熱を考慮して SUS 容器内部に断熱材を 挿入した構造とした。

カラムは、全測定項目に対応するものを1体(以下、物性計測用と称す)、温度のみの 測定で、解体分析用を2体(以下、温度計測用と称す)とした。物性計測用圧密カラムを 図 2.7 に、温度計測用圧密カラムを図 2.8 に示す。また、センサー配列平面図を図 2.9 に示す。

試料加熱用ヒータは、漏電防止を目的として、水分との接触を避けるためにシース ヒータを渦巻き状にして収めたヒータケースをフィルタ固定板に密着させ、焼結フィ ルタ固定板及び焼結フィルタを介して試料を加熱する構造とした。また、ヒータ温度 測定・制御用の熱電対は、試料に通じる水路ができないようにするために焼結フィル タを貫通して試料と接触させる構造とせず、焼結フィルタに接触させて測温・制御す る構造とした。

(b) カラム断熱材

カラムには温度勾配を設けるため、試料の温度制御の精度が試験結果に影響を及ぼ すと考えられたため、断熱材を設けた。まず、1回目の試験においてセラミックスを 断熱材としたが、試験後解体すると、ケイ砂混合ベントナイト充填時の圧縮強度の不 均衡に由来すると推定される割れが発生していた。よって、2回目の試験では弾性の ある材料として樹脂製断熱材に変更することとした。用いたセラミックスと樹脂の物 性値を表 2.6 に示す。

c. 装置構成

図 2.10 に、装置全体のフローシートを示す。さらに給水系の水シリンダの構成を図 2.11 に、ベントナイト充填に用いる金型図面を図 2.12 に示す。物性計測用圧密カラム の圧密カラム成形高さ確認図を図 2.13 に、温度計測用圧密カラムの圧密カラム成形高 さ確認図を図 2.14 に示す。組み上げた装置全体の外観を図 2.15 に示す。水系の流れ 図を図 2.16 に、信号の取り出し経路を図 2.16 に示す。

				セラミックス	樹脂
材			質	フッ素金雲母(45%) アルミノケイ酸ガラス(55%)	ポリアセタール
吸	水	ζ.	率	0 %	0.22%(24時間水浸漬)
比			熱	0.8 kJ/kg•K (RT)	0.35 cal/ •g
熱	伝	導	率	1.6 W/m•K (RT)	5.5×10^{-4} cal/sec/ /cm
熱	膨	張	率	9.2×10^{-6} / (RT ~ 200)	9 × 10 ⁻⁵ cm/cm/
圧	縮	強	さ	430 MPa	1.270 kgf/cm² (10% 変形)

表 2.6 断熱材として用いたセラミックスと樹脂の物性比較表





				· .	
	材	質	数	備	考
	SS-	400	1	5T7/.	SA30-610
			1		
			1		-
		-	1		
			1	1	
			1	0~400	>.0°2
ס			1	1	
x					
			l		
	:		 1		
Sr.			1		
出口	· ·		I		
		-	1	¥#	
刻			1	0~40	5.0°€
F)			9 2-1-	ON赤, O	FF:绿
DE			J	0.0~1.0	200 MPa
PÆ				\$	
HU				0.1~1.0	DO MPa
	•				
	ŕ				
		·			
		•			
				•	
		<u>ک</u> و الآ	글느 가수 않고	影光回	
) میروندینی	න.2. 6	可装篮	金里区	
		·			
	 اد را <u>ن</u>	± რი	. fan		
	计社	区些		面図	· ·
21 	<u>107</u>		<u>, , , , , , , , , , , , , , , , , , , </u>	20-1	
「国	奋 号	- 10	1431-	2006	$\langle \rangle$

-13-



	the second s	and the second secon		100 C	1	- to be a set of the s
名	称	材	質	数	備	考
本体服	จ	SUS-	304			
断款材用	インナー	セラ	2-272	1		
79板		Sus-	30.4	2		
稀付ボルト		SUS-	304	12-2-24	M8x30	
院結加夕		SUS	316	2	\$60 t3	3. 10 um
<u>- 7</u>		SUS	304	Z	Acioov	× 400 W
7/119 固定	板	SUS-	304	2		
上記团步	り>7*	JUS-	304	Z		
9 固定 ナッ	٢	SUS-	304	Z	MZO	
湿度センサリウト	サラ)			Z	HMP23	4
显度 センサ (サン	が理心			2		-
電導度セサ(11 J		••••••	3		
PHセンサ (メトラ	トドノ			3		
記度センサ用ホ	117"	SUS-	304	2		
0-リング 押え		SUS -	304	z		
0-1)=7*		バイ	トン	2	P-14	
フタ板用の	<u>ריוי"</u>	11	->_	2	G-90	
7419固定用 0	-りング	N1)	->	2	G-70	:
4た用 0-リン	7"	1841	->	2	G-700	
腹とか電導度も	211 1710-1127	<u></u> 1	->	5	P-6.	
上記 押	Pえ_	SUS	304	·5		
上記木	11 5 "	SUS-	316	5	SS-400-1-0	R/ BT(77)
Hセンサ ホルア		SUS-	316	.3.	<u>55-810-1-0R</u>	/βτ(^{7±μ-η})
センリ 用 ローリンク	, 1	111	2	3	P-12	A 21
)-リング 打甲之		SUS	304	3	:	
款 電 対	·	SUS	316	Ź	φ1.6 × { =25	io (K.)
•						
		1				
-]				·	
•			•		· · ·	·
					•	

	計 仕 様	
说体名称	*	
設計正力	3,0	MPa
常用正力	1.0	MPa
設計温度	120	τ
常用温度	100	τ
谢庄就赎庄力	4.5	MPa
気密試験圧力	3.0	MPa
内容積	500ml (~;++1+)	rej.
製作台致	· · · ·	合





			·						
	材	質	数	備	考				
	SUS-	304	1						
	セラミ	こッ7ス	1						
	SUS	- 304	2						
	SUS-	304	8×2=16	M8×40	<u>)</u>				
	SUS-	316	2	\$50×t3	, 10 Am				
	SUS ·	304	2	AC100V.4	HOD W				
	SUS	304	2	M16					
	SUS	304	2						
	• • • • • • • • • • • • • • • • • • •		2	<i>\$1.6</i>					
-	SUS	316	2	\$1.6×1=	200(k)				
•	<u>111</u>	->	2	G-55					
	べ41	-ン 。	2	<u>G-85</u>					
	SUS	316	6	55-200-1-0	0R(フェルールは				
••	バル	<u>></u>	6	P-3					
	SUS	316	6	\$6×\$3.5×	(1=14)				
			1	Rc1/4					
	SUSVE	316	6	\$3.2×150)(K)				
			. •		· · · · ·				
		設	計	仕 様					
	~~~~~	体名称		7<					
	設言	計圧力		3.0	MPa				
1	常)	用圧力		1.0	MPa				
	設打	計温度		120	۲				
	常)	电温度		100	r				
	耐圧	試験圧力		45	MPa				
	気密	試験圧力	-	3.0	MPa				
	内	容積	283	molanita	 \ #₽				
	裂的	乍 台 数	205	2	<mark>/</mark> /				
	L	2.8	 温度計泪	   用圧密力 ⁼	」 ラム:				
•									
田田二日									
1	////又可/7月日///////////////////////////////////								
面	i 番 号	. /	093	1-300/1	$\wedge$				
			-15						
			ינוי						



		<u></u>	. •
			7
			1
			-
•			
			-
			-
			_
			-
			-
			_
			<b>.</b> .
新西西(の小)	<b>、</b>		
熱竜灯(3台)	).		
	· .		-
	· ·		-
·			ŀ
			1
		ala y	
			1.
<i>,</i>			
		ती को जारे जाने कर	
· · · · ·	国 2.5 モノザー間	16列半面凶	
物性計	測用圧密カラム		
温度計	測用圧密カラム	••••••••••••••••••••••••••••••••••••••	
センナ	ナー-西己万川平	面図	
	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	ائىسىغۇر يىسىم	
		~	
1 叫 街 万	1/-	$\sim$	
	-   6 -		



	材	質	数		備		考	
90	NO	名	称		型式		仕様	
	-9	温度指示語	周節形	SR 6	2	SSR 5	国動 PID 調	節
TI 7 -	-18	温度センサ	+	(к)		\$ 3. 2	<u>-4000</u> ×250	;
CI 1 -	- 3	尊電率計				サンケ	イ理化	
H2O 1	-2	水分センサ	+			サンケ	 イ理化	-
H2O 3	-3.1	湿度センサ	⊦	HMP	234	0 - 1 0 - 1	00% 80°C	
PI 1	3	圧力指示計	ŀ.	GC 6	7	0 - 1	0 MPa	
РН 1 -	. 3	PH 指示計		PH 2 InPro	050	メトラ	- + - +	
BP 1	3	背圧弁		BP 3		0-1.	7 MPa	
PV 1	3	精密减圧弁		モデル	10	10272U 0 — 1.	4 MPa	
PG 0 1	-03	圧力計	ŀ	AC 1	5-131	0-1.	5 MP	
空気増圧	E弁 .		· · · · · ·	VBA 1	111	0-2.	О МРа	┨
PV	 精密減	王弁						
. i		<u>.</u>		•			-	-
	· · ·	•	• •	•				
7	kシリン	ッダー				·		





____





削り加工寸法の普通許容差は m (中級)とする。指示なき各稜は糸面取のこと。

				- · ·	
			•		-
					-
			•		
			•		
					-
		2			-
					-
i					
					-
· .					-
					_
					-1
	•				
	•				
· · ·					
			·		
副度計測用圧容	カラ <i>ト</i> の	ገፑፚኯ	ランロコ	以古さな	দ তা দ
		加西刀	ノム成	シ同ご唯前	<u>《</u> 区
品度	<b>泪</b> 川 定	? カ=	5/2		
	<u></u>				-
下家カラ	1 A	; ; ; ;		L_27 5	· ·
江山1/	4水井	一一	c馆	影迷	- * 🖡
			<u> </u>		_
図面番号	109	<u>'31-</u>	<u>3008</u>	<	$\searrow$
	- 2	1-			





#### 図 2.15 装置外観図







図2.17 信号取り出し経路図 -24-

#### 2.2 センサーの校正及び調整

(1) pH センサー

pH センサーは、pH6.86(関東化学 中性リン酸塩 pH 標準液)及び pH4.01(同 フタル酸塩 pH 標準液)の2種類の pH 標準液を用いて校正した。

なお、本センサーは測温機能を持ち、また、自動的に温度補正を行う機能を持つ機 種であるため、pHの校正は室温でのみ行った。

(2)湿度センサー

湿度センサーは、メーカーより出荷時に校正されているため、校正は行わなかった。

(3)水分センサー(サンケイ理化)

a. 送水試験1回目

センサーを空気恒温槽内に水平に置き、槽内の温度を試験時と同じ75 に設定し 加熱した。続いて、計測器側面の0点調整トリマーで0点調整を行ったが、通常の 使用温度域(10~+50)50 より高い温度であるため、0に合わせることが出来 なかった。よって、下段と中段の水分センサー2本の表示が同じとなるように調整 した。

b. 送水試験 2 回目

1回目の試験において、センサー内部の脱気水が、ベントナイトに染みこむ等して、正確な値が測定できないという問題があった。よって、あらかじめ脱気水を抜いた後、水分センサー2本の表示が同じとなるように計測器側面の0点調整トリマーで調整した。

(4)電導度センサー

a. 送水試験1回目:

純水に塩化ナトリウム(関東化学 特級試薬)を加え、塩化ナトリウム濃度が 0, 0.2,

0.5, 1.0, 2.0mol/L の溶液を調製した。次に、これらの溶液にセンサーを入れ、塩化 ナトリウム濃度と出力される電圧との関係を調査した。なお、測定時の液温は、室 温(25)及び85 (送水試験時のベントナイトの温度を想定)で行った。図2.18 に結果を示す。

b. 送水試験2回目:

1回目の送水試験において、冠水による出力電圧の上昇が明確には認められなかった。これは、センサーの感度調整を水溶液で行ったことによるものと考えられたため、2回目の調整には、塩化ナトリウム水溶液を含浸したベントナイトを用いた。

純水に塩化ナトリウムを加え、塩化ナトリウムの濃度が、0,2.0,4.0%の溶液を調 製した。次に、これらの溶液とベントナイト(ケイ砂混合)粉末をビニール袋に移 し入れて口を閉じ、手で5分間混錬した。このとき、水溶液混合ベントナイト中の 水分量は33%(付着水と化合水の合量)となるようにした。続いて、ベントナイト にセンサーを挿入し、塩化ナトリウム濃度と出力される電圧との関係を調査した。 なお、85 まで加熱すると、ベントナイトから水分が蒸発して固くなり、センサー の挿入及び測定が困難になると考えられたため、測定は室温(25)のみとした。 測定結果を図2.19に示す。



図 2.18(1) 電導度センサーによる測定結果(25 : 試験1回目)



図 2.18(2) 電導度センサーによる測定結果(85 : 試験1回目)



図 2.19 電導度センサー測定結果(25 :試験2回目)
3. 試験手順

ケイ砂混合ベントナイトの充填は図 3.1(1)の手順で行い、試験後の試料の取り出しは 図 3.1(2)の手順で実施した。

3.1 ベントナイトと砂の混合

クニゲル V1 とケイ砂3号及びケイ砂5号に含まれている水分量をカールフィッシャ ー法にて測定する。次に、クニゲル V1 とケイ砂3号及びケイ砂5号が、乾燥状態で 70:15:15 になるように配合し、V型混合機で混合する。

- 3.2 ケイ砂混合ベントナイト充填と試験及び試料の取り出し
  - (1) ケイ砂混合ベントナイトの充填

あらかじめ、圧密カラムの送水液入り側とセンサー挿入口に、それぞれブラインド フランジ、及びプラグを差し込み塞ぐ。次に、加圧成形後の充填密度が 1.6g/cm³(試 料乾燥状態にて)、厚みが 10mm となる分量のケイ砂混合ベントナイトを秤取って移 し入れ、一軸プレスにて 10mm の厚みとなるように圧密する。圧密した試料の上面は、 上面から 1~3mm 程度を薬匙などで粗くし、次の層と境界無く充填されるようにする。 この操作を繰り返し、10mm ずつ 10 回に分けて充填する。

試料の充填を終えた後、ブラインドフランジを外し、カラムの両端にセルロースフ ィルター及び蓋板を取り付ける。続いて、試料と焼結金属フィルターを密着させるた めに、フィルター固定板用固定ナットをボルト締めする。

(2)センサー埋め込み用穴の掘削及びセンサーの取り付け

カラム側面の充填用プラグを取り外した後、ドリルにてセンサー埋め込み用の穴を 掘削する。次に、穴の中に残った掘削屑を取り除き、各センサーを取り付ける。また、 金属ジャケットと断熱材の間の真空引きに使用するコックも取り付ける。 (3)空気恒温槽へのカラムの設置

各センサーを取り付けたカラム3体(温度計測用カラム2体、物性計測用カラム1 体)を空気恒温槽内に移す。このとき、カラム同士が干渉しないようにするために、 先ず温度計測用カラムを1体、次いで物性計測用カラム、最後に温度計測用カラムを 移す。次に、ヒーター(6カ所)、ヒーター温度調節用熱電対(6カ所)、試料内部温度 測定用熱電対(12カ所)、pHセンサー(3カ所)の結線、及び、蒸気出側パイプの接 続(3 カ所)を行う。なお、土壌水分センサー(3カ所)と湿度センサー(2カ所) はケーブルを切り離すことができない構造であるため、物性計測用カラムを空気恒温 槽内に移す前にセンサーを挿入しておく。

(4)送水試験

水シリンダーに送水液を注入し、ゴムブラダを取り付ける。次に、緩やかに空気を 送り込んで送水し、水シリンダーとカラムの間のパイプ内空気を抜いた後、送水パイ プをカラムに接続する。続いて、水シリンダー中に残っている送水液を一旦全て抜き 出し、改めて水シリンダーに送水液を注入する。このとき送水液の液量を控えておく。 空気抜き用バルブを開放してゴムプラダ内に空気を緩やかに送り込み、送水液があふ れ出ないように注意しながら水シリンダー内の空気を抜く。

各センサーでの測定を開始した後、送水液予備加熱器と試料加熱用ヒーター及び空 気恒温槽を所定の温度となるように設定し、加熱を開始する。パソコン画面上に表示 された温度測定値にて、試料の温度が安定したことを確認した後、金属ジャケットと 断熱材の間の空間を真空引きする。再び、試料と空気恒温槽の温度が安定したことを 確認した後、送水コックを開けて所定の圧力で送水を行う。試験終了後は、送水コッ クと減圧弁を閉じ、送水液予備加熱器と試料加熱用ヒーター及び空気恒温槽のスイッ チを切る。

試料への送水量は、水シリンダー中に残った送水液を全て抜き出して液量を測定し、 水シリンダーへの送水液注入量との差から求める。 (5)カラムの取り出し

送水液入り側パイプと蒸気出側パイプを外し、さらに各センサーとケーブルを繋ぐ コネクタを外す。湿度センサーと水分センサー及び電導度センサーについては、セン サーとケーブルを切り離すことが出来ないため、空気恒温槽内でカラムからセンサー を抜く。温度計測用カラム2体と物性計測用カラム1体を空気恒温槽から取り出し、 カラムから各センサーを抜いた後、センサー挿入口にプラグを取り付ける。

(6)ベントナイトのスライス

カラムの送水液入り側を下に向け、試料押し出し用治具に乗せた後、押し子を蒸気 出側から挿入する。続いて、一軸プレスにて、試料を 10mm 押し出して切断する。こ の操作を繰り返して 10 枚のスライス片を得る。









3.3 分析

分析は,各試験体を温度勾配方向に 10 等分に分割し、各試料に対し,含水比及び Na, Ca, SO4²⁻, Cl⁻を分析する。いくつかの代表的試料に対し,浸出陽イオン(Na, Ca)量 分析を実施する。表 3.1 に分析項目一覧表を示す。また、図 3.2 に分析フローを示す。 分析手順については、後に詳述する。

(1)含水比:重量法

105 乾燥前後の重量差から含水比を求める。

(2)陽イオン分析(Na, Ca)

陽イオンの分析はそれぞれ以下の方法で行う。 Na:酸抽出 - ろ過分離 - 原子吸光分析法 Ca:溶融 - 溶液化 - ICP 発光分析法

(3)陰イオン (SO₄^{2⁻}, Cl⁻)

陰イオンの分析は以下の方法で行う。 温湯抽出 - イオンクロマトグラフ法

(4) 浸出陽イオン (Na, Ca)

浸出陽イオンは以下の方法で行う。 SFSA 改良法 - 原子吸光分析法

### 表 3.1 分析項目一覧表

	-7K-42			浸出				
		小 い い	Na	Ca	SO4 ² -	Cl ·	Na	Ca
	温度計測用							
送水試験	カラムA	10 点						
(1回目)	温度計測用							
	カラム B	10 点						
	温度計測用							
送水試験	カラムA	10 点	10 点	10 点	10 点	12 点	20 点	20 点
(2回目)	温度計測用							
	カラム B	10 点	10 点	10 点	10 点	12 点	20 点	20 点



図 3.2 分析フロー

- 4. 試験および結果
- 4.1 送水試験(1回目)
  - (1) 試験方法
    - a. 試料の調整

クニゲル V1 とケイ砂 3 号及びケイ砂 5 号に含まれている水分量を測定した結果、クニゲル V1 は 10.2%、ケイ砂 3 号と5 号は 0.1%以下であった。

乾燥状態で、クニゲル V1 とケイ砂 5 号及びケイ砂 3 号が、それぞれ 70:15:15 となる ようにするために、クニゲル V1 を 4332g、ケイ砂 3 号と 5 号を各 834g 秤取り、㈱ダルト ン製 V 型混合機で混合した。混合は、35r.p.m.の回転数で 30 分間行った。

**b**. 試料の充填

装置は、プレス機: TOYO HYDRAULIC EQUIPMENT 製 ESE - 489 - 00 (最大荷重: 20ton)を用いた。

圧密カラムの送水液入り側とセンサー挿入口に、それぞれブラインドフランジ、およびプ ラグを差し込み塞いだ。充填密度が 1.6g/cm³(試料乾燥状態にて。吸着水分込みでは 1.71g/cm³)、厚みが 10mm となる分量のケイ砂混合ベントナイトをはかり取り(カラム内径

75mm:75.7g、カラム内径 60mm:48.5g)、一軸プレスにて10mmの厚みとなるよう に圧密した。プレスした上面3mm程度を薬匙で削り、次の層と境界なく充填されるように した。このようにして、順次10mmずつ10回に分けて充填し、100mm高さの試験体とし た。表 4.1 に圧密時のプレス圧力を示す。

c. センサー挿入口の掘削

装置には、ドリル:(株)高儀製卓上ボール盤 DP-300(出力 200W、回転数 570r.p.m.)を 使用した。

ケイ砂混合ベントナイトを充填し蓋を取り付けたカラムを、充填用プラグを外した側面を 上に向けてドリルの架台に置いた。次に、側面に対して垂直に穴を開けるために、水準器を 用いてカラムの位置を調節した後、ケイ砂混合ベントナイトにセンサー取り付け用の穴を掘 削した。掘削後、カラムを傾けるなどして、穴の中に残った掘削屑を除いた。pH センサー 挿入口については、当初、センサー先端の形状に合わせるために 12mm の穴を掘削後、

さらに、奥に 6.3mm の穴を掘削する予定であったが、pH センサーを取り付ける際に先 端部が割れるため、 12mm の穴のみとした。また、水分センサーについてもプローブ先 端のポーラスカップが折れやすいため、 6.3mm の穴を掘削した後ミクロスパーテル等を 用いて僅かに穴を広げた。下記に、ケイ砂混合ベントナイトに掘削した穴の形状を示す。

湿度センサー(ヴァイサラ)	:	13.5 <b>mm×</b> 30 <b>mm</b> (試料奥行き)	2 カ所
土壌水分センサー(サンケイ理化)	:	6.3mm×24mm(試料奥行き)	2 力所
電導度センサー(サンケイ理化)	:	6.3mm×33mm(試料奥行き)	3 カ所
pH センサー(メトラー・トレド)	:	12.0mm×28mm(試料奥行き)	3 カ所
試料温度計測用熱電対	:	3.0mm×30mm(試料奥行き)	6 <b>カ</b> 所 (1体につき)

d. センサー取り付け

カラムの所定位置に各センサーを取り付けた。湿度センサーと水分センサーおよび電導度 センサーは、センサー本体とケーブルを切り離すことが出来ないため、カラムを空気恒温槽 の近くまで移して取り付けた。また、pH センサーについては、先端部にテフロン製の熱収 縮チューブを付けて保護し、カラムに取り付けた。

e. 送水試験

表 4.2 に試験条件を示す。また、送水試験作業の時系列を表 4.3 に示す。

試験開始から19時間後、試料の温度が平衡状態であることを確認したのち、送水を開始 した。

試験開始から 41 時間後(送水開始から 22 時間後) 物性計測カラムの下段の pH センサ ーが抜けて破損し、送水液が漏れ出していたため、物性計測カラムのみ送水と加熱を停止し た。下段の pH センサー挿入口にブラインドボルトを取り付けて試料の加熱および送水を開 始したが、直後、中段の pH センサーが抜けて破損した。再び送水と加熱を停止し、中段の pH センサー挿入口にもブラインドボルトを取り付けたのち、加熱及び送水を再開した(試 験開始から 94 時間後)。なお、物性計測カラムの送水停止時間は 53 時間であった。

温度計測カラム A, B は、物性計測カラムの総送水時間と同じくするために、送水を 53時間(試験開始後 67時間から 120時間の間)停止した。

試験開始から 262 時間後、出口圧表示計に繋がるパイプ(テフロン)内に水分の侵入が 確認されたため、温度計測カラムAを取り出して試料の送水状況(含水比)を確認した。カ

-38-

ラムAから取り出した試料の含水比は、ほぼ飽和状態であることが確認されたため、温度計 測カラムBと物性計測カラムを取り出した(試験開始から286時間後)。

f. 試料のスライス片採取

試料を 10mm ずつ押し出せるように、あらかじめ目盛りを付けた押し子をカラ ムに挿入し、一軸プレスにて押し出した。10mm 押し出してカッターナイフで切断する操 作を繰り返し、1体の温度計測カラムから 10枚のスライス片を得た。スライス片は、水分 の蒸発を抑えるために、チャック付きのビニール袋に入れ、冷蔵庫内で保管した。なお、試 料のスライス片採取作業は、空気恒温槽からカラムを取り出して約5時間空冷したのち実施 した。

g. 分析

送水試験後の試料の分析試料採取位置を図 4.1 に示す。

採取した試料は直ちに重量を測定し、次いで、乾燥機を用いて 105 で恒量となるまで乾燥 した。乾燥前後の重量差から、含水比を算出した。計算式は以下に示す。

含水比(%) = (a-b) / b×100

105 乾燥前のベントナイト重量(g) ・・・・・ a

105 乾燥後のベントナイト重量(g) ・・・・・・ b

## 表 4.1 圧密時の圧力(1回目)

試験1回目 試料充填時のプレス圧力(物性計測用カラム)

(セル内径 75mm、充填密度 1.6g/cm³)

底面より	ケイ砂混合ベントナイト充填量(g)	プレス圧力(ton/cm ² )
0mm – 10mm	75.7	0.109
10mm – 20mm	75.7	0.068
20mm – 30mm	75.7	0.063
30mm – 40mm	75.7	0.045
40mm – 50mm	75.7	0.050
50mm – 60mm	75.7	0.050
60mm – 70mm	75.7	0.048
70mm – 80mm	75.7	0.045
80mm – 90mm	75.7	0.045
90mm - 100mm	75.7	0.045

試験1回目 試料充填時のプレス圧力(温度計測用カラムA)

(セル内径 60mm、充填密度 1.6g/cm³)

底面より	ケイ砂混合ベントナイト充填量(g)	プレス圧力(ton/cm²)
0mm – 10mm	48.5	0.088
10mm – 20mm	48.5	0.081
20mm – 30mm	48.5	0.057
30mm – 40mm	48.5	0.053
40mm – 50mm	48.5	0.053
50mm – 60mm	48.5	0.053
60mm – 70mm	48.5	0.053
70mm – 80mm	48.5	0.053
80mm – 90mm	48.5	0.053
90mm -100mm	48.5	0.028

試験1回目 試料充填時のプレス圧力(温度計測用カラムB)

(セル内径 60mm、充填密度 1.6g/cm³)

底面より	ケイ砂混合ベントナイト充填量 (g)	プレス圧力(ton/cm²)
0mm – 10mm	48.5	0.085
10mm – 20mm	48.5	0.071
20mm – 30mm	48.5	0.060
30mm – 40mm	48.5	0.057
40mm – 50mm	48.5	0.053
50mm – 60mm	48.5	0.053
60mm – 70mm	48.5	0.057
70mm – 80mm	48.5	0.053
80mm – 90mm	48.5	0.053
90mm - 100mm	48.5	0.035

### 表 4.2 試験条件

	温度計測用カラム A	温度計測用カラム B	物性計測用カラム			
試料乾燥密度		1.6g/cm ³				
送水液						
送水圧	0.8MPa					
背圧	大気圧					
カラムトップ温度	100					
カラムボトム温度		80				
送水液 予備加熱器温度		80				

表 4.3 送水試験(1回目)	)作業結果
-----------------	-------

試験開始から の経過時間(h)	温度計測カラムA	温度計測カラム B	物性計測カラム	その他
	試料加熱用ヒータオン	試料加熱用ヒータオン	試料加熱用ヒータオン	・空気恒温槽か 75 設定
0	送水液入側 80 設定	送水液入側 80 設定	送水液入側 80 設定	・送水液予備加熱器か 80 設定
	送水液出側 100 設定	送水液出側 100 設定	送水液出側 100 設定	・データロガーによる計測データ取得開始
19	加圧送水開始 0.8MPa に設定	加圧送水開始 0.8MPa に設定	加圧送水開始 0.8MPa に設定	
44			pH センサが抜けたため送水と試料加熱用ヒータ	
41			停止	
	物性計測カラムとの総送水時	物性計測カラムとの総送水時		データ保存のため、データロガーによる計
67	間を合わせるため、加圧送	間を合わせるため、加圧送		測データ取得停止
	水停止	水停止		
			・pH センサ挿入口にブラインド	
			ボルトを取り付けた。	
72			・試料加熱用ヒータオン	
			送水液入側 80 設定	
			送水液出側 100 設定	
			物性計測用カラム中の試料の温度が平衡状態	データロガーによる計測データ取得開始
94			になったため(盤面の pH・温度表示部に	
			て確認)、加圧送水開始 0.8MPa に設定	
120	送水開始	送水開始		
	・蒸気出口圧表示計に繋が			
	るテフロンパイプ内に、水分の			
262	侵入が確認されたため加			
202	圧送水停止			
	・試料加熱用ヒータオフ			
	・カラムを取り出す			
		・温度計測カラムA中の試料が	・温度計測カラムA中の試料が全体的に浸潤	・データロガーによる計測データ取得停止
		全体的に浸潤しているこ	していることが確認されたため、加圧送	・空気恒温槽停止
286		とが確認されたため、加	水停止	・送水液予備加熱器停止
200		圧送水停止	・試料加熱用ヒータオフ	
		・試料加熱用ヒータオフ	・カラムを取り出す	
		・カラムを取り出す		



図 4.1 分析試料採取位置

- (2) 結果
  - a. 温度測定結果

試験条件と実施結果を表 4.4 に示す。また、試験期間中の温度測定結果を図 4.2 に示す。 加熱を開始してから約5時間後には試料の温度はほぼ平衡となり19時間後に送水を開始し た。送水開始直後、試料の温度に顕著な変化は認められなかった。67時間から94時間の間 は、物性計測カラムから抜けたpHセンサーの処理及びプラインドボルトの取り付け作業等 ために試験を停止したことで、データが欠損している。

送水試験開始時および停止時の試料の温度勾配調査結果を図 4.3 に示す。加熱開始後、恒 温槽 75 に対して、カラム内温度は、カラムボトム 80 からカラムトップ 100 にかけて ゆるやかに上昇していた。ボトムからトップの間で、80 を下回る温度域は観察されなか ったが、直線的な増加からはずれていた。

両端ヒータ温度制御の精度は、温度制御・測定用熱電対の精度が±2.5 以内であるため、 この範囲内で温度をコントロールできていると考えられる。ただし、熱電対は焼結フィルタ ーに接触させているため、ヒータ自体は、計装盤盤面に表示されている温度より若干高くな っていると考えられる。

#### b. 物性測定結果

物性測定結果を図 4.4~7 に示す。

湿度は、試験(加熱)開始直後に、試料から発生した水蒸気によるものと考えられる湿度 上昇が上段の湿度センサーで観察さている。次いで、送水開始直後(試験開始から19時間 後)に、中段のセンサーで湿度上昇が観察され、すぐに(約1時間後)異常データを示しだし ている。これは、プローブヘッド内部のセンサーに水分が付着した場合に得られるデータと 考えられる(メーカーヒアリング結果)。また、120時間以降は、中段と上段の両センサーに おいて測定不能となっているが、両センサーともに、ベントナイトを含んだ送水液と考えら れる灰色の液の付着が確認されたことから、プローブヘッド(プローブヘッドは焼結金属製) 内に侵入した水分により、センサーの素線の短絡が起こったと考えられる。

水分は、試験(加熱)開始直後に電圧が上昇し、送水前に低下している。土壌水分計は、 水分の吸引圧を圧力媒体(脱気水)を介して圧力センサーで感知し、これを電気信号に変換 する仕組みである(乾燥状態では圧が低下して出力値は下がり、浸潤状態では圧が上昇して 出力値は上がる)ことから、空気恒温槽で加熱されたセンサー本体が膨張してセンサー内部

の圧力が上昇したと推測される。また、送水前(試料の予備加熱中)に、センサー本体内の 圧力媒体(脱気水)中に気泡が確認されたことから、脱気水が試料に吸引されたためにセン サー内部の圧力が低下したと推測される。試験開始から40時間後(下段)および68時間 後(中段)には電圧の上昇が観察されており、送水液の冠水が生じていると推定された。

電導度は、感度を送水液で調整したため、試料中の電導度の変化としては、明瞭ではない が、送水開始直後(試験開始から19時間後)に、下段と上段で冠水による電導度の上昇が 認められた。96時間以降、下段の電導度センサーは断線のためデータの取得ができなかっ た。

pH も、送水開始直後(試験開始から 19 時間後)に、冠水によるものと思われる僅かな 変化が認められた。96 時間以降は pH1~2 となっているが、このような pH となることが 考えにくいこと、及び試験終了後の pH 電極の外観を確認した結果、液絡部付近で電極内部 の固体電解質が収縮してできた隙間が認められたことなどから、正確に測定できていないと 考えられる。なお、下段と中段のセンサーは送水圧により抜けて破損したため、測定できな かった。

c. 含水比測定結果

含水比測定結果を表 4.5 と図 4.8 に示す。含水比は、送水液入り側(80 設定側)から 送水液出側(100 設定側)にかけて低下すると予想された。しかし、実際にはカラムAと Bの試料の含水比は、共に送水液入り側から 7cm(スライス片 No.7)付近までは低下する 傾向が見られたが、送水液出側付近では含水比が高くなっており、予想と異なる結果が得ら れた。

試験終了後の試料(温度計測カラムA)の様子を図 4.9 に示す。送水液入り側面および送 水液出側面は、外観上の差は見られなかった。カラムから蓋板を取り外した際、送水液入り 側面と送水液出側面では、共に液溜まりが認められた。

-45-

#### 表 4.4 試験条件と実施結果

				温度計測用カラムA	物性計測用カラム				
試料乾燥圧密度			習度		1.6g/cm ³				
送	7_	k	液		3.5%NaCl 水溶液				
送	7_	k	圧	0.8MPa					
背			圧						
送	水	時	間	190 時間	190 時間         214 時間         214 時間				
送	水	液	围	- ^{注1} 340ml - ^{注2}					
空設	気性	亘 温	槽度		75				

注1 カラムA取り出し後、カラムBの送水用コックを開ける際に、誤ってカラムAの送水用コックを開け、シリンダー中に残っていた NaCl 水溶液を流出させたため、送水液量を測定できなかった。

注2 送水を開始してから 22 時間後、pH センサが抜けて送水液が漏れていたため、送水液量を確認できなかった。

	カラムA		カラム B					
スライス片 No.	含水比(%)	飽和度(%)	スライス片 No.	含水比(%)	飽和度(%)			
1	25.0	99	1	23.8	94			
2	23.9	95	2	23.3	92			
3	23.9	95	3	23.0	91			
4	24.4	97	4	22.5	89			
5	23.4	93	5	21.8	87			
6	23.0	91	6	22.1	88			
7	23.0	91	7	21.3	85			
8	23.6	94	8	22.9	91			
9	24.4	97	9	23.6	94			
10	26.7	106	10	26.1	104			

表 4.5 送水試験(1回目)後の試料の含水比および飽和度測定結果

* 含水比は、105 蒸発水分量より算出。

* 飽和度は、ケイ砂混合ベントナイトの水分の飽和量(理論値)を25.2%とし、これに対する含水比(測定値)の割合を示す。

ケイ砂混合ベントナイトの水分の飽和量(理論値)は、以下の計算により算出した。

カラム充填後の試料 1cm³に占めるケイ砂とベントナイトの容量(cm³)

=  $(1.6/2.64 \times 3/10) + (1.6/2.7 \times 7/10) = 0.5966$ 

カラム充填後の試料 1cm³中の間隙容量(cm³)

= 1-0.5966 = 0.4034

カラム充填後の試料 1cm³に含有可能な水分量(g)

= 0.4034 × 0.998206 = 4.027

カラム充填後の試料 1cm³中の水分の飽和量(理論値)(%)

 $= 4.027/1.6 \times 100 = 25.2$ 

砂の真密度		•	•	• 2.64g/cm ³	
ベントナイトの真密度	•	•	•	2.7g/cm ³	
カラム充填後のケイ砂混合ベントナイトの乾燥密度	•	•	•	1.6g/cm ³	
ケイ砂とベントナイトの混合比	•	•	•	3:7	
水の密度	•	•	•	$0.998206g/cm^{3}$ ( at 20	)



図 4.2(1) 送水試験(1回目)中の温度測定結果(カラムA)



図 4.2(2) 送水試験(1回目)中の温度測定結果(カラムB)



図 4.3(1) 温度測定用カラム A の温度勾配



図 4.3(2) 温度測定用カラム B の温度勾配



図 4.4 ヴァイサラ湿度センサーによる測定結果



図 4.5 土壌水分センサーによる測定結果(出力;電圧)



図 4.6 電導度センサーによる測定結果(出力;電圧)



図 4.7 pH センサーによる測定結果(上段設置センサー)



図 4.8(1) 試料スライス片の含水比測定結果(カラムA)



図 4.8(2) 試料スライス片の含水比測定結果(カラム B)



送水液入り側



蒸気出側

図 4.9 送水試験終了後の試料の外観(温度計測用カラムA)

- d. 第1回試験の結果から摘出された課題
  - (a) センサー
    - ・湿度センサー(ヴァイサラ)

プローブヘッド(焼結金属)から液が入り込み、内部のセンサーに 水分が付着した際に自動停止機能が働き、測定不能となる。



・水分センサー(サンケイ理化)



試料の予備加熱の際に、プローブ内の圧力媒体(脱気水)が試料に染みこむ。



加圧送水すると、送水液がプローブ内に侵入し、センサー本体の継ぎ目(ネジ式)か ら染み出し(本体は塩ビ製) 正確な測定ができなくなる。



センサー本体の継ぎ目から液が漏れる。								
塩が析出し、白くなっている。								

固定ナットでプローブを固定すると、強制的にカラムの側面に対して垂直方向に動か されるため、掘削穴がカラムの側面に対して垂直になっていない場合は、先端のポー ラスカップが試料に当たり、ポーラスカップと導管の継ぎ目部分が折れる。



・ 電導度センサー

プローブの先端が塩ビ製であるため、熱により変形しやすい。

0.8MPaの圧力で送水すると、プローブ先端の電極と絶縁層との隙間から送水液が侵入し、ガイドパイプ内を通ってカラムの外に漏れる。



3.5%NaCl 水溶液の透水試験であるのに対して電極の材質が SUS 製であること、 さらに測定の際の通電により、電極に錆が発生する。

・pH センサー

ー定圧力以上では、pH 電極がカラムから抜ける(0.8MPa の圧力で送水すると pH 電 極が抜ける)。

pH 電極の先端が割れやすいため、挿入口を大きくする必要があった。その結果、試 料内に空間ができる。



pH 電極を固定(締め付け)する際に、力を掛けすぎると割れる。pH 電極は耐圧仕様であるが、局部的加重に弱い。



pH 電極を水平方向に取り付けた場合、ガラス感応膜(pH 電極の先端部) 内部に気泡が溜まり、正確な値を測定できなくなる。

(b) 装置全体

・センサーの数および配置

ロケーション的に短絡しやすい状態であるため、温度計測用カラムに比べて透水速度 が速い。 13mmのセンサーが3本挿入されているので、少なくとも3×13=39mm は実効距離が短いと考えられる。

・温度計測用カラム全体

0.8MPa では透水速度が速いため、送水液が蒸気とならずに排気用パイプ内に流れ 込むことが判明した。背圧をかける必要があった。

(c) 試験方法

予備加熱の際に試料が収縮し、送水開始直後に、送水液が試料と断熱材との隙間を通った可能性がある。

e.送水試験(2回目)への改善

送水試験(2回目)への改善内容を表4.6に示す。

表 4.6 改善方法の一覧

	問題点	改善改善方法
湿度センサー	送水液が侵入してセンサーに付着し、測 定不能となる。	送水圧を0.1MPaに下げ、送水液の侵入 を抑える。 送水液が到達しにくいと考えられる上 段にのみセンサーを取り付ける。
水分センサー	予備加熱の際に、圧力媒体(脱気水)が 試料に染みこみ、気泡が入るため正確な 値を測定できない。 加圧送水すると、送水液がプローブ内に 侵入し、正確な値を測定できない。 プローブ固定の際、ポーラスカップが折 れやすい。	<ul> <li>圧力媒体(脱気水)を抜く。</li> <li>センサーは送水の有無の判断にのみ使用する。</li> <li>送水圧を0.1MPaに下げ、送水液の侵入を抑える。</li> <li>挿入口を大きくする。</li> <li>ポーラスカップの長さを短くし(10mm 5mm)、固定時のポーラスカップと導管継ぎ目への負荷を減らす。</li> </ul>
電導度センサー	プローブ先端が熱により変形しやすい。	耐熱性の樹脂を使用する。
	電極が錆びる。	Pt などの錆びにくい材質を使用する。
	電極と絶縁層の隙間から送水液が侵入 し、送水液がカラムの外に漏れる。	送水圧を 0.1MPa に下げ、送水液の侵入 を抑える。
	センサーの感度が低く、冠水時の出力電 圧の上昇が分かり難い。	試料に送水液を混和させて作成した標 準列で校正する。
pH センサー	0.8 <b>MPa</b> の送水圧では電極が抜ける。	送水圧を 0.1 <b>MPa</b> に下げる。
	電極を固定する際に割れやすい。	送水圧を 0.1MPa に下げ、固定ナットの 締め付けを抑える。
	電極の先端が割れやすい。	電極の挿入口を大きくする。
	pH 電極を水平方向に取り付けると、ガ ラス感応膜内部に空気が溜まり、正確な 測定が出来なくなる。	pH 電極を傾けて(先端部を斜め下方向 に向けて)取り付ける。
装置全体	ロケーション的に短絡しやすい状態で あるため、透水速度が速い。	送水圧を 0.1MPa に下げ、送水液の侵入 を抑える。 センサーの本数を減らす。
	0.8MPa では透水速度が速いため、送水 液が蒸気とならずに排気用パイプに流 れ込む。	送水圧を 0.1MPa に下げ、送水液の侵入 を抑える。
試験方法	予備加熱の際に試料が収縮し、送水開始 直後に、送水液が試料と断熱材との隙間 を通った可能性がある。	水頭圧で予備送水する。

注)赤文字で示す改善方法は、本研究では実施せず、今後の検討課題とした。

- 4.2 試験(2回目)
  - (1) 試験方法
    - a. 試料の調整

クニゲル V1 とケイ砂 3 号およびケイ砂 5 号に含まれている水分量を測定した結果、クニゲル V1 は 10.0%、ケイ砂 3 号は 0.1%、ケイ砂 5 号は 0.1%以下であった。

乾燥状態で、クニゲル V1 とケイ砂 5 号およびケイ砂 3 号が、それぞれ 70: 15:15 となるようにするために、クニゲル V1 を 4500g、ケイ砂 3 号を 868.7g、 ケイ砂 5 号を 867.9g 秤取り、混合した。混合は、 1 回目の試験のときと同様 に、35r.p.m.の回転数で 30 分間行った。

**b**. 試料の充填

充填密度が 1.6g/cm³ (ケイ砂混合ベントナイト乾燥状態にて。実際サンプルでは 1.72g/cm³)、厚みが 10mm となる分量のケイ砂混合ベントナイトをはかり取り (カラム内径 75mm: 76.2g、カラム内径 60mm: 48.8g)、一軸プレスにて 10mm の厚みとなるように圧密した。プレスした上面 3mm 程度を薬匙で削り、 次の層と境界なく充填されるようにした。このようにして順次 10mmずつ 10 回に分けて充填し、100mm 高さの試験体とした。表 4.7 に圧密時のプレス圧力 を示す。

c. 水分センサー

4.1 試験(1回目)において、挿入用の穴を大きくして、プローブ先端のポ ーラスカップ(多孔質セラミックス製)が折れないようにすることを試みたが 改善されなかった。そこで、プローブ固定時にポーラスカップと導管の継ぎ目 部分に加わる負荷を軽減するため、ポーラスカップの長さを 5mm(加工前は 10mm)に加工して測定に使用した。また、試料の予備加熱の最中に、センサ ー内に注入してある圧力媒体(脱気水)中に気泡が入り込み正確な値を測定出 来ないことが確認されたため、本試験では、センサー取り付け部分の試料が湿 潤しているか否かの確認にのみ利用することとした(センサー内への送水液の 侵入時の圧力により、湿潤の有無を感知する)。また、センサー内の脱気水に

よる試料の送水を避けるために、あらかじめ脱気水を抜いて使用した。

d. 水頭圧による送水

4.1 試験(1回目)において、予想に反して透水速度が早く、温度勾配方向での水分と陽イオン、及び陰イオンの分布が明確に現れなかった。原因の一つとして、加熱により試験体が収縮し、送水液が試料と断熱容器の隙間を移動したものと推測された。よって本試験では、加圧送水前に水頭圧による送水を行った。

水頭圧による送水状況を図 4.10 に示す。本装置は、水シリンダーの固定位置が カラムより下側にあり、水頭圧による送水操作が出来る構造ではなかった(水頭 圧による送水操作は想定外であったため)。よって、水シリンダーの上部に分液ロ ート(容量 100ml)を取り付け、送水液の液面が試験体下面より高い位置となる ようにした。

水シリンダー内とカラムまでの送水パイプ内、及び、液面が試料の下面より 20mm 程度高い位置となるように分液ロート内に送水液を注入した後、試験(水 頭圧による送水と試料の加熱)を開始した。試験開始から 28 時間後、送水コッ クを閉じて水頭圧による送水のみ終了した。次いで、分液ロートを取り外して水 シリンダー内の送水液の液量を調整(所定量の送水液を注入)し、ゴムブラダを 取り付けて加圧送水に備えた。

送水液量は、水シリンダーから取り外した分液ロートに、送水前の液面の位置 まで水を加え、送水後の液面の位置まで排出したときの水の量を計測することに より求めた。水頭圧により試料に送水したおおよその液量は、温度計測カラムA では15ml、温度計測カラムBでは12ml、物性計測カラムでは34mlであった。 これは、試料の高さ方向で、温度計測カラムでは約2cm、物性計測カラムでは約 3cm 飽和させる量である。

e. 加圧送水試験

水頭圧による送水操作を終えた後(試験開始から 29 時間後)、加圧送水を開始 した。試験条件と実施結果を表 4.8 に示す。なお本試験では、透水速度を遅くし、 温度勾配方向での塩分等の濃度分布を顕著にするために、送水圧を 0.1MPa とした。

送水試験作業の時系列を表 4.9 に示す。

試験(加熱)開始から9時間後、試料の温度は平衡状態となったが、1回目の 試験時に比べて1~2 低い値を示した。そこで、試料の温度分布を前回と同等に するために、空気恒温槽の設定温度を2 上げて77 に設定した。

試験開始から 25 時間後、試料の温度は平衡状態となった。しかし、温度計測 カラムAの 100 設定側の試料温度がカラムBより低かったため、カラム A の 100 設定側に保温材(セラミックファイバーテープ)を巻き付け、カラム B と 同等の温度となるようにした。

試験開始から 28 時間後、試料の温度が平衡状態となったことを確認した後、 水頭圧による送水を終了して加圧送水の準備を行った。

試験開始から 29 時間後、送水を開始した。

試験開始から 577 時間後、温度計測カラム Bの凝縮水回収容器に液が溜まり始めたため、カラム Bを取り出した。カラム Bの試料の送水状況を確認するために 含水比を測定した結果、試料全体がほぼ飽和状態となっていたため、温度計測カ ラム B と物性計測カラムを取り出した(試験開始から 625 時間後)。

f. 試料スライス片の採取

最初に取り出した温度計測カラム B の試料は、カラムの冷却の間に水分の 拡散することを防ぐため、直ちに、試料のスライス片採取作業を行った。 なお、空気恒温槽からカラム B を取り出し、試料のスライス片採取作業を開始す るまでの時間は約 40 分であった。採取したスライス片は、水分の蒸発を抑える ために、チャック付きビニール袋に入れ、冷蔵庫内で保管した。

温度計測カラムAは、試料のスライス片採取作業中に水分が蒸発すること を防ぐため、氷嚢を用いて室温付近まで冷却した後、スライス片採取作業を行っ た。なお、空気恒温槽からカラムを取り出し、試料のスライス片採取作業を開始 するまでの時間は、約5時間(内 冷却時間は約4.5時間)であった。採取した スライス片は、水分の蒸発を抑えるために、チャック付きビニール袋に入れ、冷 蔵庫内で保管した。

g. 分析

試料のスライス片からの分析試料採取位置を図 4.11 に示す。

各スライス片の採取位置 ~ の部分を分析試料とした。採取位置 と は、径 方向での付着水分量の差を確認するために選択した。また、採取位置 は、試料 中に含まれる水分量と固相中の陽イオンおよび陰イオン、さらに浸出陽イオン量 の温度勾配方向での差を確認するために選択した。

・含水比測定方法

採取位置 と の試料は、定温乾燥機(ヤマト DV-41)にて、105 で恒量 になるまで乾燥し、乾燥前後の重量測定結果から含水比を求めた。計算式は以 下に示す。

含水比(%) = (a-b) / b × 100

105 乾燥前のケイ砂混合ベントナイトの重量(g) ・・・・・ a

105 乾燥後のケイ砂混合ベントナイトの重量(g) ・・・・・ b

・固相中 Na の分析方法

採取位置 の 105 乾燥試料から一部採取し、分析試料とした。試料を粉砕 後、0.1gを白金ルツボに秤取り、塩酸と過塩素酸およびフッ化水素酸を加えて 加熱して Na を抽出した。続いて、抽出液を 100ml のメスフラスコに移して定 容した後、原子吸光分析装置(ジャーレルアッシュ AA-890)にて抽出液中の Na 量を測定した。試料の秤取り量と測定結果および付着水量とから、固相中の Na 量(105 恒量ベース)を求めた。

・固相中 Ca の分析方法

採取位置 の 105 乾燥試料から一部採取し、分析試料とした。試料を粉砕 後、0.1gを白金ルツボに秤取り、炭酸ナトリウムと硼砂の混合融剤(混合比 3:1) を加え、ガスバーナーで加熱して溶融した。続いて、塩酸と純水を加えて溶液 化し、200mlのメスフラスコに移して定容した後、ICP発光分析装置(島津製 作所 ICPS-8000)にて Ca 量を測定した。試料の秤取り量と測定結果および 付着水量とから、固相中の Ca 量(105 恒量ベース)を求めた。

・固相中 SO4² と Cl⁻の分析方法

採取位置 の105 乾燥試料から一部採取し、分析試料とした。試料 0.1g を 約 40mlの純水に浸漬し、80 に加温しながら 20 分間超音波振とうした。続い て、純水を加えて 50ml に定容し、一晩静置して沈殿物と上澄み液とに分離さ せた。上澄み液を 0.45 µ m のフィルターで濾過した後、イオンクロマトグラフ 分析装置 (ダイオネックス DX-500)にて、濾液中の SO4²⁻と Cl⁻の量を測定 した。試料の秤取り量と測定結果結果および付着水量とから試料中に含まれる SO4²⁻と Cl⁻の量 (105 恒量ベース)を求めた。

・浸出 Na と Ca の分析方法

採取位置 の 105 乾燥試料から一部採取し、分析試料とした。浸出 Na と Ca 量の分析は SFSA 改良法に準じて行った。ベンジルトリメチルアンモニウム・クロライド は関東化学製の特級試薬を使用した。

試料を 0.5g(無水換算)秤取り、あらかじめ 6%ベンジルトリメチルアンモニウム・クロ ライド溶液 50ml 入れておいたコニカルビーカー(容量 200ml)に移した。次に、 20 分間超音波分散した後 1 時間静置し、上澄み液を 0.45µm のフィルターで 濾過した。続いて、濾液から 2ml 分取して純水で 50ml に定容し、これを分析 液とした。検量線は、Na および Ca の原子吸光用標準溶液(関東化学製)を 用いて調製した。なお、SFSA 法で用いる試薬中には不純物として Na と Ca が含まれるため、分析液と同じ濃度となるように、検量線溶液にベンジルトリメチル アンモニウム・クロライド溶液を添加した。検量線溶液と分析液中の Na と Ca の測定 には、原子吸光分析装置(ジャーレルアッシュ AA-890)を用いた。

試料の秤取り量と測定結果結果から、試料中に含まれる浸出 Na と Ca の量を求めた。

-63-

表 4.7 圧密時の圧力結果

試験2回目 試料充填時のプレス圧力(物性計測用カラム)

底面より	ケイ砂混合ベントナイト充填量(g)	プレス圧力(ton/cm ² )
0mm - 10mm	76.18	0.106
10mm - 20mm	76.18	0.072
20mm - 30mm	76.18	0.059
30 <b>mm -</b> 40 <b>mm</b>	76.18	0.036
40mm - 50mm	76.18	0.041
50mm - 60mm	76.18	0.039
60mm - 70mm	76.18	0.041
70mm - 80mm	76.18	0.041
80mm - 90mm	76.18	0.041
90mm - 100mm	76.18	0.041

(セル内径 75mm、充填密度 1.6g/cm³)

試験2回目 試料充填時のプレス圧力(物性計測用カラム)

底面より	ケイ砂混合ベントナイト充填量(g)	プレス圧力(ton/cm ² )
0mm - 10mm	48.75	0.064
10mm - 20mm	48.75	0.053
20mm - 30mm	48.75	0.053
30mm - 40mm	48.75	0.053
40mm - 50mm	48.75	0.053
50mm - 60mm	48.75	0.053
60mm - 70mm	48.75	0.053
70mm - 80mm	48.75	0.053
80mm - 90mm	48.75	0.053
90mm - 100mm	48.75	0.053

(セル内径 60mm、充填密度 1.6g/cm³)

試験2回目 試料充填時のプレス圧力(物性計測用カラム)

(セル内径 60mm、充填密度 1.6g/cm³)

底面より	ケイ砂混合ベントナイト充填量(g)	プレス圧力(ton/cm ² )	
0mm - 10mm	48.75	0.064	
10mm - 20mm	48.75	0.060	
20mm - 30mm	48.75	0.050	
30mm - 40mm	48.75	0.053	
40mm - 50mm	48.75	0.053	
50mm - 60mm	48.75	0.057	
60mm - 70mm	48.75	0.057	
70mm - 80mm	48.75	0.057	
80mm - 90mm	48.75	0.057	
90mm - 100mm	48.75	0.060	
	温度測定カラムA	温度測定カラム B	物性測定カラム
------------------------	-------------------	----------------------	----------------------
試 料 乾 燥 密 度		1.6g/cm ³	
送水液		3.5%NaCl 水溶液	
送水圧		0.1Mpa	
背 圧		大気圧	
カラムトップ温度		100	
カラムボトム温度		80	
送 水 液 予 備 加 熱 器 温 度		80	
送水時間	625 時間	577 時間	625 時間
総送水液量 ^{注1}	148ml ( 15ml )	154ml (12ml)	319ml (34ml)
排 水 液 量	38ml	50ml	112ml ^{注 2}
空 気 恒 温 槽 設 定 温 度		77	

表 4.8 試験条件および実施結果

注1 総送水液量は、水頭圧により送水した液量と加圧により送水した液量の合量である。水頭圧により 送水した液量は())内に示す。

注2 真空断熱層用のコックから送水液が漏れていた。空気恒温槽の床に固着していた塩の重量から算出 したおおよその送水液量。



図 4.10 水頭圧試験状況

表 4.9 送水試験(2回目)作業結果

試験開始から の経過時間(h)	温度計測カラムA	温度計測カラム B	物性計測カラム	その他
	・試料加熱用ヒータオン	・試料加熱用ヒータオン	・試料加熱用ヒータオン	・空気恒温槽わ 75 設定
0	送水液入側 80 設定	送水液入側 80 設定	送水液入側 80 設定	・送水液予備加熱器わ 80 設定
0	送水液出側 100 設定	送水液出側 100 設定	送水液出側 100 設定	・データロガーによる計測データ取得開始
	・水頭圧による送水開始	・水頭圧による送水開始	・水頭圧による送水開始	
				送水試験(1回目)と比較して、試料の温度が全
9				体的に2 程低かったため、空気恒温槽の設定温度
				を 77 に変更
	温度計測カラムBと比較して、			
25	100 設定側の試料の温度			
25	が低かったため、保温材(セ			
	ラミックファイバーテープ)を巻いた			
28	水頭圧による送水停止	水頭圧による送水停止	水頭圧による送水停止	分液ロートを外し、加圧送水準備を実施
29	加圧送水開始 0.1MPa に設定	加圧送水開始 0.1MPa に設定	加圧送水開始 0.1MPa に設定	
221				データ保存のため、データロガーによる計測データ取得
221				を一時停止(約 40 分間)
264				データ保存のため、データロガーによる計測データ取得
304				を一時停止(約 40 分間)
521				データ保存のため、データロガーによる計測データ取得
551				停止 (約 40 分間)
		・凝縮水回収容器に液が		
		溜まり始めたため、加圧		
577		送水停止		
		・試料加熱用ヒータオフ		
		・カラムを取り出す		
	・温度計測カラムB中の試料		・温度計測カラムB中の試料	・データロガーによる計測データ取得停止
	が、全体的に浸潤してい		が、全体的に浸潤してい	・空気恒温槽停止
625	ることが確認されたた		ることが確認されたた	・送水液予備加熱器停止
020	め、加圧送水停止		め、加圧送水停止	
	・試料加熱用ヒータオフ		・試料加熱用ヒータオフ	
	・カラムを取り出す		・カラムを取り出す	



図4.11 分析用試料採取位置

- (2) 結果
  - a.温度測定結果

送水試験期間中の温度測定結果を図 4.12 に示す。図 4.12(3),(4)は、加圧送水 開始から停止までの期間の初期、中期、停止時における試料の温度勾配状況を示 す。

温度計測カラムA,Bともに、試料の温度が、約180時間から360時間にかけ て2 程度高温側に上昇していた。外気温の上昇の影響と推測される。

恒温槽 77 に対して、カラム内温度は、カラムボトム 80 からカラムトップ 100 にかけてゆるやかに上昇していた。周辺温度が低いことによる 80 を下回 る温度低下は観察されなかったが、直線的な増加からはずれていた。

b.物性測定結果

物性測定結果を図 4.13~16 に示す。

湿度は、試料の加熱直後に、湿度上昇が観察され、水頭圧による送水中(試験 開始から約 20 時間後)に異常データを示しだしている。これは、センサーヘッ ドに水分が付着した場合に得られるデータと考えられ(メーカーヒアリング結果)、 元々試料に含まれていた吸着水が加熱により水蒸気化し、これがセンサーヘッド に結露したものと推測される。また、プローブヘッド内に送水液の侵入が確認さ れたことから、送水圧を 0.1MPa まで下げた効果はなかった。本センサーは、加 熱・加圧送水をともなう試験には適さないことが分かった。

水分は、加熱開始直後から下段センサーで出力値(電圧)が上昇し、約18時間 後には加熱開始時と同レベルになった。出力値の上昇は、下段センサー先端のポ ーラスカップにクニゲルが固着して目詰まりしていたために密封状態となり、加 熱によりセンサー内圧が高くなったことで出力値が上昇したと推測される。また、 その後の出力値の低下は、センサーの取り付け位置(試料の下面から2.5cm)と、 水頭圧で送水・飽和したと考えられるケイ砂混合ベントナイトの高さ(試験体の 下面から3cmまで)が一致することから、水頭圧による送水で、ポーラスカップ に固着していたクニゲルが湿潤して柔らかくなり、センサー内の空気が抜けたも のと推測される。下段と中段のセンサーで、180時間から360時間の間に見られ る出力値の上昇は、温度測定結果で見られた温度上昇の時期と重なることから、

空気恒温槽内温度の上昇による圧力上昇と考えられる。また、試験開始から 120 時間以降、時間の経過とともに、膨潤による水蒸気圧上昇と推定される緩やかな 出力値の上昇が認められる。

下段及び中段のセンサーで 0.1~0.2V 程度の差が認められるが、センサー内の圧 力媒体(脱気水)を抜き、また、通常の使用温度域(Max.60)を越えた 80 付近で使用していることから、電圧の差はセンサーの個体差及び誤差によるもの と推測される。本センサーでは、試料の湿潤の有無を確認する予定であったが、 測定値に対する外気温度の影響及び個体差、誤差が大きく、明瞭な結果は得られ なかった。

電導度は、加圧送水開始後、比較的短時間のうちに下段と中段のセンサーで出 力値(電圧)の上昇が認められた。次いで、約100時間後に上段のセンサーの出 力値上昇が認められた。試験開始から約200時間後、中段のセンサーで出力値の 上昇が見られるが、送水・湿潤によるものと推定された。また、試験開始から約 420時間以降、出力値が下がっているが、これは、センサー先端の金属電極部の 錆の発生等による電極の劣化(電極はSUS製)が原因で生じているものと推測 される。

中段のセンサーでは下段に比べて~2V 程度高い値を示しているが、校正曲線 測定時の結果(図 2.14)を見ると、各センサー間で 0.5~1.5V 程度の差が認めら れることから、電圧の差はセンサーの個体差によるものと考えられる。 また、このセンサーの個体差は、電極間距離等の電極固有の形状あるいは電極表 面の錆びの影響によるものと推測される。

本センサーでは、電導度を測定することにより試料中の塩濃度の分布を調べる 予定であったが、電極表面に発生した錆等の影響により、正確な値を求めること が出来なかった。しかし、湿潤による電導度の変化は顕著であるため、湿潤した 時期についての推定は可能であった。

pH は、加圧送水開始後、下段と中段の値が同等となり、試験終了まで差は認められなかった。また、下段及び中段で測定された pH は加圧送水を開始してから停止するまでの間は 7.5 ± 0.5 の範囲内にあり、顕著な変化は認められなかった。

本 pH センサーは 110 までは使用できるようになっているが、先端のガラス 感応膜及び液絡部が常に湿潤した状況での使用に限られ、乾燥状態での使用には

耐えない。したがって、センサーに送水液が到達するまでの間、センサーの先端 が加熱により乾燥したベントナイトに囲まれているためセンサーそのものが乾燥 している可能性が高く、測定された値の信頼性は低いと考えられる。

c.含水比測定結果

試験後の、試料の含水比測定結果を表 4.9 と図 4.17 に示す。

表 4.9 に示す含水比の測定結果から求められたカラム A および B の試料に含ま れる水分量は、それぞれ 110.9ml と 105.5ml であった。また、総送水液量から排 水液量を引いた値、すなわち、試料中に含まれる水分量は、それぞれ 110ml と 104ml であり、マスバランスはほぼ一致していた。

試料の含水比は、送水液入り側(80 設定側)から送水液出側(100 設定側) にかけて低下すると推測された。しかし、温度計測カラムAの試料では、送水液 入り側から7cm(スライス片 No.7)付近にかけて含水比の低下が認められたもの の、送水液出側付近では高くなっていた。カラムから背圧調整バルブにかけて配 管内に水が溜まっていたことから、試料から発生した蒸気が配管内を通過する際 に冷却されて凝縮水となり、この凝縮水がカラム内に流れ込んだために、送水液 出側付近の含水比が高くなった可能性がある。

温度計測カラム B の試料は、カラムAの試料に比べて含水比が全体的に低く、 温度勾配方向での含水比の分布もほとんど差が認められなかった。カラムBでは、 十分に冷却しない状態でスライス片を採取していることから、試料からの水分の 蒸発が影響していると考えられる。

カラムAとBの試料は、共に径方向での含水比の分布に顕著な差が認められな かったことから、送水液が試料と断熱材の隙間を移動するような特異な状況は無 かったと考えられる。

d. 成分分析結果

分析結果を表 4.11 と図 4.18~19 に示す。

固相中の Na,Ca および浸出 Na,Ca は、温度勾配方向に対して差は認められなかったが、固相中の Cl⁻と SO₄²⁻については、僅かに、高温側に行くほど濃度が

高くなる傾向が見られた。

クニゲル V1の陽イオン交換容量は、およそ 60meq/100g と測定されているが、 本測定結果によれば、浸出 Na で 43~53meq/100g、浸出 Ca で 7~8meq/100g であり、30wt%ケイ砂混合ベントナイトに対しては、大きい値を示している。砂 にイオン交換容量がないとすれば、60×0.7=42meq/100gのイオン交換容量とな り、得られた分析値は 120%程度のイオン交換容量を示している(50~ 60meq/100g)。想定される陽イオン交換容量より若干大きく、本測定結果は交換 サイト以外のイオンの溶出が寄与しているものと推定される。クニゲルV1の既 往の測定¹⁾では、浸出ナトリウム 50meq/100g、浸出カルシウム 40meq/100g で、 そのモル比はほぼ 1:1 に対して、海水で湿潤された結果、9:1 の比となったもの と考えられる。

塩素イオンは、送水させた海水から供給されるので、含水比 25%で海水が送水 したとすると、塩素イオン濃度は、

25% × 3.5 / 100 × 35.5 / (35.5 + 23) = 0.53% となるが、分析結果は、0.2 ~ 0.3%でおよそ半分であった。 いっぽう、ナトリウムは、

 $25\% \times 3.5 / 100 \times 23 / (35.5 + 23) = 0.34\%$ 

となる。これに対して、ナトリウム分析結果は、1.4~1.5%程度で、うち置換型 ナトリウムは、約 50meq/100g であるから、海水由来のナトリウムをその差とす ると、

 $(1.4 \sim 1.5) - 50 \text{meq}/100\text{g} \times 23 / 1000 = (1.4 \sim 1.5) - 1.15 = 0.25 \sim 0.35$ 

となり、上記の海水由来のナトリウム濃度におおよそ一致する。

塩素イオンが海水由来として推定される濃度の半分程度であるのは、用いた分 析法(温水 - 超音波抽出)では、抽出されにくい塩素イオンが存在している可能性 があると考えられる。

e.試験後の各センサーの状況

・pH センサー

下段電極の固定(Oリングによる固定)位置付近にヒビが認められた。また、 中段のセンサーでは、ガラス電極内に充填してある塩化カリウム水溶液を含ま

せたポリマーが乾燥し収縮していた。

・電導度センサー

3本ともに固定(Oリングによる固定)位置付近に凹みが確認された。また、 電極に錆が発生していた(電極はSUS製)。

・湿度センサー

プローブヘッド内部に、クニゲルを含んだ送水液と考えられる灰色の液が侵 入していた。

・水分センサー

下段,中段ともに、送水液の侵入が確認されたが、送水試験(1回目)で見 られたような、センサー本体の継ぎ目(ネジ式)部分からの送水液の漏れは認 められなかった。

表 4.10(1) 送水試験(2回目)後のベントナイトの含水比および飽和度測定結	果
------------------------------------------	---

	カラムA			カラム B	
スライス片 No.	含水比(%)	飽和度(%)	スライス片 No.	含水比(%)	飽和度(%)
1	27.1	108	1	24.1	96
2	27.7	110	2	22.4	89
3	25.2	100	3	22.9	91
4	23.0	91	4	24.1	96
5	23.0	91	5	23.6	94
6	23.0	91	6	21.8	87
7	22.9	91	7	23.0	91
8	23.0	91	8	23.8	94
9	24.1	96	9	22.9	91
10	25.8	102	10	24.2	96

表 4.10(2) ベントナイトスライス片中心部と外周部の含水比および飽和度測定結果

	カ	ιラムΑ				た	ラム Β		
スライス	含水	比(%)	飽和	度(%)	スライス	含水	比(%)	飽和	度(%)
片 No.	中心部	外周部	中心部	外周部	片 No.	中心部	外周部	中心部	外周部
1	25.2	25.8	100	102	1	21.7	23.5	86	93
3	23.5	25.0	93	99	3	22.1	24.2	88	96
5	22.1	22.9	88	91	5	21.4	21.5	85	85
7	24.7	23.3	98	93	7	22.5	23.3	89	93
9	24.5	24.8	97	98	9	23.3	22.6	93	90

* 含水比は、105 蒸発水分量より算出。

* 飽和度は、ベントナイトの水分の飽和量(理論値)を 25.2%とし、これに対する含水比(測定値)の割合を示す。

表4.11	送水試験(	2 回目)後	の試料のF	或分分析緯	课								
	E 1 1 1			臣	旭					汊	Ŧ		
	人			(単位	:wt%)					(単位:r	leq/100g)		
		Na	Са	CI	CI (n=2)	(际本)10	$SO_4$	Na(n=1)	Na(n=2)	Na(平均)	Ca(n=1)	Ca(n=2)	Ca(平均)
	1	1.51	1.01	0.22	•	-	0.038	53.9	43.9	48.9	7.5	8.5	8.0
	2	1.52	1.08	0.26	•	-	0.060	54.3	46.1	50.2	7.0	0.6	8.0
	3	1.47	1.03	0.24	•	-	0.065	48.3	42.6	45.5	7.0	6.5	8.3
	4	1.43	1.02	0.21	0.19	0.20	0.075	50.9	43.9	47.4	8.0	9.5	8.8
温度計測	2	1.35	1.03	0.26	•	-	0.081	51.7	45.7	48.7	7.5	10.0	8.8
カラムA	9	1.31	1.01	0.24	•	-	0.091	47.8	40.9	44.4	7.5	0.6	8.3
	7	1.33	1.01	0.24	•	-	0.084	52.6	41.3	47.0	8.0	10.0	9.0
	8	1.32	1.04	0.20	0.26	0.23	0.079	48.7	42.6	45.7	7.0	9.6	8.3
	6	1.37	1.01	0.26		•	0.090	43.0	40.5	41.8	6.0	10.0	8.0
	10	1.46	1.05	0.30		-	0.096	55.7	45.2	50.5	8.5	10.5	9.5
	-	1.43	1.07	0.19	0.17	0.18	0.039	52.6	43.9	48.3	7.5	8.5	8.0
	2	1.39	1.06	0.22	•	-	0.054	47.4	37.8	42.6	7.5	9.5	8.5
	3	1.35	1.03	0.19	•	-	0.054	45.7	43.9	44.8	8.0	10.0	9.0
	4	1.41	1.06	0.21	•	-	0.052	45.7	42.2	44.0	7.0	10.0	8.5
温度計測	5	1.44	1.12	0.20	•	•	0.059	48.3	40.9	44.6	8.0	10.0	9.0
カラムB	9	1.36	1.07	0.19	•	•	0.051	49.1	37.0	43.1	8.5	10.0	9.3
	7	1.51	1.13	0.18	0.21	0.20	0.054	54.3	38.3	46.3	8.0	10.5	9.3
	8	1.53	1.11	0.27	•	-	0.072	51.3	41.8	46.6	7.0	10.0	8.5
	6	1.53	1.07	0.25	•	•	0.058	52.3	45.2	48.8	7.5	11.0	9.3
	10	1.47	1.08	0.41	•	-	0.089	54.3	44.8	49.6	8.0	9.5	8.8
									と全 *	105 恒量,	ベースでの	値	
									* (n=2)	):再分析	結果		
									* · · ·	術번ず			



図 4.12(1) 送水試験(2 回目)の温度測定結果(カラム A)



図 4.12(2) 送水試験(2 回目)の温度測定結果(カラム B)



図 4.12(3) 温度計測用カラム A の温度勾配



図 4.12(4) 温度計測用カラム B の温度勾配



図 4.13 湿度センサー(上段)による測定結果



図 4.14 土壌水分センサーによる測定結果



図 4.15 電導度センサーによる測定結果



図 4.16 pH センサーによる測定結果







図 4.17(2) 試料の含水比測定結果



図 4.17(3) 試料の含水比測定結果



図 4.18(1) 送水試験後の試料中(固相)の Na 分析結果



図 4.18(2) 送水試験後の試料中(固相)の Ca 分析結果



図 4.18(3) 送水試験後の試料中(固相)の Cl⁻の分析結果



図 4.18(4) 送水試験後の試料中(固相)の SO₄²⁻の分析結果



図 4.19(1) 送水試験後の試料の浸出 Na 分析結果



図 4.19(2) 送水試験後の試料の浸出 Ca 分析結果

f.第2回試験から抽出された課題

- (a) センサー
  - ・湿度センサー

送水圧を下げても、プローブヘッド内部への液の侵入を抑えられない。

・水分センサー

センサー内の圧力媒体(脱気水)を抜いているため、正確な水分量の計測 が出来ない。

・電導度センサー

電極に錆が発生し、正確な値を測定できない(電極は SUS 製)。

・pH センサー

電極の固定(0リングによる固定)位置付近にヒビが入る

ガラス電極内に充填してある塩化カリウム水溶液を含ませたポリマーが 乾燥し収縮するため、正確な値が測定出来ていない可能性がある。

- (b) 装置全体
  - ・水シリンダー

水シリンダーが、カラムより低い位置にあるため、水頭圧による送水が出 来ない(本試験では水シリンダーの上に分液ロートを取り付けて水位を上 げ、送水を行った)。



・凝縮液回収部

蒸気出側のパイプは、断熱または加熱仕様ではないため、蒸気が冷却器に 到達する前に凝縮しパイプ内に溜まる。凝縮液がカラムに流れ込んでいる 可能性がある。

- 4.3 試験結果のまとめと考察
  - (1) 試験結果の考察

ケイ砂混合ベントナイトの送水を in situ でモニタリングしながら、ケイ砂混合 ベントナイトを模擬海水で送水する試験を実施したが、in situ モニタリングでは以 下の課題が判明した。

- pH センサーは、高温の試料中で使用すると、センサー内部の水分が試料層へ
  逸脱するなどして、データが不安定であり、さらに透水圧をかけるとセンサー
  本体のガラス壁がすべりやすいため試料から押し出されやすいので、保持方法の改善が必要であった。
- 湿度、水分のモニターは、センサー本来の使用環境を越えた条件での使用であったため、いずれのセンサーも満足できる状況ではないと判断された。試験初期には、センサー内部の水分が試料へ移行し、冠水してくると、センサー内部に水が送水するなど、幅広い湿度範囲での使用は困難であった。
  - 電導度は、感度調節を行えば、冠水による電導度の増加を検知可能と推定されたが、適用したセンサーには、漏水対策、材質の高温対策等の課題が見出 された。これらの改善を施せば、海水を模擬した塩化ナトリウム溶液の送水の in situ モニターの目的にも適用可能であると判断された。
- (2) 送水試験結果のまとめ

送水試験を 2 回実施したが、1 回目は、試料に急速に加圧送水したために隘路が 発生するなどしたためと考えられる急速送水が生じた。このため 2 回目では、わず かな水頭圧で、まず試料底面を膨潤させ、その後 0.1MPa の低圧で送水させること とした。2 回目の試験においては 577 時間経過後に、冠水の兆候が見られており、 この時点でベントナイトが湿潤しているものと推定された。既往の研究では、乾燥 密度 1.8mg/cm³ の 20mm 厚のベントナイトの拡散では 8 日(192 h)経過では飽和に 達していないこと、透水圧力 8kg/cm²で密度 1.2g /cm³ の 10mm 厚さで定常透水に 達するまでに 150 時間程度要していることを考慮すると、100mm 厚さで 600 時間

で冠水状態となっていることは常温に比較して、早い拡散、早い透水と考えられる 結果であった。高温で、温度勾配をかけた試料に対する透水挙動を詳細に確認する 必要があると考えられた。

In situ センサー測定結果では、pH センサーの結果が、およそ 500 時間後に海水の送水が進んだと示される結果であったため、解体して分析評価したが、実際には、 すでに大半が膨潤していることを示す結果であった。

また、解体して塩分等を測定した結果では、当初想定した塩分のウォーターヘッドでの濃化を観察するには至らなかった。センサーの改良などとともに、温度勾配下における透水挙動を明らかにし、その結果に基づく一定の時間、送水させるなどして塩分挙動を評価するなどの対策が必要と考えられた。

5.おわりに

ケイ砂混合ベントナイトに温度勾配をかけた状態で、海水を送水させてその塩分移 動・拡散・濃化を観察することを目的として試験を実施したが、ケイ砂混合ベントナイ トの送水のモニターが十分ではなく、塩分の濃化を観察するには至らなかった。

モニターに適用したセンサー類の課題として、湿度センサーでは湿潤時の水浸入によ る異常、水分センサーでは湿潤までの乾燥状態での適用性の欠如、電導度センサーでは 印加電圧と溶液塩分による腐食進展による測定値変動、pH センサーでは乾燥時のガラ ス隔膜からの水分逸失による不安定、等の問題が認められた。初期の高乾燥状態から湿 潤状態までのはばひろい状態のモニターを意図したが、課題の提起にとどまった。湿度、 水分については、水の物性を利用するのではなく、電導度変化などセンサーの変質を引 き起こさないセンサーの開発・適用が必要と推定された。また、その電極についても塩 濃度の変化を想定して耐塩水の貴金属材料等の適用も検討の対象と考えられる。

また高温で発生する水分の経路での凝縮が認められたことから、凝縮水の捕捉につい ても改善の余地が残されている。

以上のような課題から、塩分のベントナイト湿潤ウォーターヘッドにおける濃化現象 を確認するためには、高温温度勾配下におけるケイ砂混合ベントナイトについて送水挙 動をまず明らかにすること、高温・塩分共存下で適用できるようセンサーの改善をはか ること、などの検討を重ねていく必要があった。

- 6.参考文献
  - 1) 三原守弘: "ナトリウム型ベントナイトのカルシウム型化に伴う透水係数及び核種の 実効拡散係数の変化", サイクル機構技報, No.6, p.61, 2000.
  - 2) Ola Karnland and Roland Pusch : "Cementation phenomena of importance for the performance of smectite buffers in HLW repositories ", Radioactive -Waste Management and Environmental Remediation, p.853, 1995.
  - 3) 柴田雅博, 広瀬郁朗, 鈴木英明, 山形順二, 寺門一馬:"緩衝材の特性試験(1)", PNC TN8410 92-057, 1992.
  - 4) 柴田雅博,山形順二,鈴木英明:"緩衝材の特性試験(2)", PNC TN8410 92-169, 1992.

### <u>付 録</u>

#### 含水比測定データ

付表1 カラムAから取り出した試料の含水比測定データ [送水試験(1回目)]

スライス片 No.	乾燥前重量(g)	乾燥後重量(g)	吸着水重量(g)
1	7.825	6.260	1.565
2	8.217	6.631	1.586
3	8.584	6.927	1.657
4	7.861	6.322	1.539
5	8.182	6.631	1.552
6	8.130	6.610	1.520
7	8.062	6.552	1.510
8	7.690	6.222	1.467
9	7.964	6.401	1.563
10	8.082	6.379	1.703

付表 2	カラムBから取り出し	た試料の含水比測定データ	[ 送水試験 (	1回目)]
------	------------	--------------	----------	-------

スライス片 No.	乾燥前重量(g)	乾燥後重量(g)	吸着水重量(g)
1	8.085	6.532	1.553
2	8.318	6.744	1.575
3	8.120	6.605	1.515
4	7.926	6.468	1.458
5	8.297	6.812	1.485
6	8.188	6.704	1.485
7	8.245	6.797	1.448
8	8.383	6.820	1.563
9	8.311	6.726	1.585
10	8.357	6.625	1.733

 スライス片 No.	乾燥前重量(g)	乾燥後重量(g)	吸着水重量(g)
1	5.007	3.939	1.067
2	5.927	4.642	1.285
3	6.165	4.925	1.241
4	5.972	4.856	1.116
5	6.039	4.910	1.129
6	7.002	5.694	1.309
7	7.965	6.482	1.483
8	5.231	4.254	0.977
9	7.611	6.134	1.477
10	7.218	5.738	1.479

付表 3 カラム A から取り出した試料の含水比測定データ [送水試験(2回目)]

刊衣4   カフムAから取り出しに試料の呂小に測定ナータ	付表4	カラムAから取り出した試料の含水比測定データ	「送水試験(	(2回目)	)1
------------------------------	-----	------------------------	--------	-------	----

スライス片 No.	乾燥前重量(g)	乾燥後重量(g)	吸着水重量(g)
1 - 中心部	0.9604	0.7673	0.1931
3 - 中心部	1.9415	1.5724	0.3691
5 - 中心部	1.7082	1.3992	0.3090
7 - 中心部	1.8196	1.4590	0.3606
9 - 中心部	2.8663	2.3021	0.5642
1 - 外周部	1.4896	1.1839	0.3057
3 - 外周部	2.4166	1.9334	0.4832
5 - 外周部	1.6946	1.3787	0.3159
7 - 外周部	1.8038	1.4629	0.3409
9 - 外周部	2.3755	1.9041	0.4714

スライス片 No.	乾燥前重量(g)	乾燥後重量(g)	吸着水重量(g)
1	4.506	3.632	0.874
2	6.015	4.916	1.099
3	5.986	4.871	1.115
4	5.212	4.201	1.011
5	6.858	5.549	1.309
6	6.682	5.487	1.195
7	6.902	5.612	1.290
8	5.170	4.177	0.993
9	6.919	5.631	1.288
10	5.985	4.819	1.165

付表 5 カラム B から取り出した試料の含水比測定データ [送水試験(2回目)]

付表6 カラムBから取り出した試料の含水比測定データ [送水試験(2回目)]

スライス片 No.	乾燥前重量(g)	乾燥後重量(g)	吸着水重量(g)
1 - 中心部	1.5676	1.2879	0.2797
3 - 中心部	1.8374	1.5051	0.3323
5 - 中心部	2.7167	2.2371	0.4796
7 - 中心部	2.2526	1.8385	0.4141
9 - 中心部	2.1855	1.7723	0.4132
1 - 外周部	2.0181	1.6338	0.3843
3 - 外周部	2.3157	1.8644	0.4513
5 - 外周部	2.2991	1.8919	0.4072
7 - 外周部	2.1063	1.7077	0.3986
9 - 外周部	1.8799	1.5331	0.3468