

含水岩石の比抵抗の温度依存性

高倉伸一（産業技術総合研究所）

Influence of temperature on resistivity of water-saturated rocks

Shinichi Takakura (Geological Survey of Japan, AIST)

Abstract

The resistivity of rock generally decreases with increasing temperature. In order to interpret the resistivity structure in volcano or geothermal areas, therefore, it is necessary to take the influence of temperature into consideration. To measure the resistivity of the heated rock sample in a laboratory is effective for grasping the influence of temperature on resistivity. The complex resistivity of three rock samples saturated with salt water were measured at various temperature using the high temperature and high pressure equipment. This paper shows the result of the measurement and the temperature dependency of the resistivity of the water-saturated rock samples.

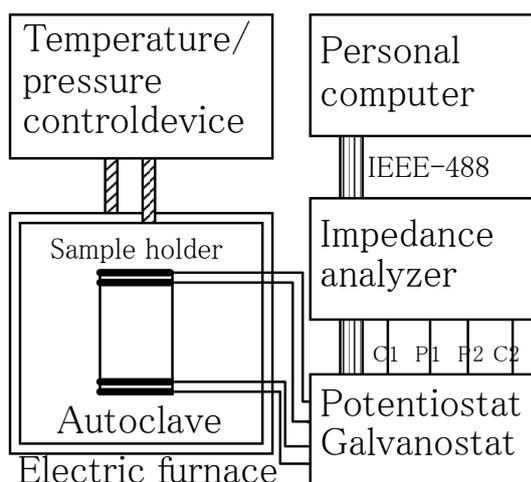
1. はじめに

岩石の比抵抗は一般に温度が高くなるほど低下する。したがって、火山や地熱地域の比抵抗構造を解釈する場合には、温度の影響を考慮する必要がある。温度の比抵抗への影響を正確に把握する方法の一つは、室内実験によって岩石を加熱し、その比抵抗を計測することがあげられる。均質で小さな岩石に対し、乾燥状態や熔融状態で実施した高温高压実験は多いが、含水させた比較的大きな岩石を高温高压下で比抵抗を測定した例は少ない。火山や地熱地域の比較的浅部を対象とする場合は、含水岩石の比抵抗の温度依存性を知ることが重要である。そこで、高倉(2003)は、室温から 250°C くらいまでの含水岩石の比抵抗を測定する装置を製作し、いくつかの岩石に対して比抵抗の温度依存性を測定した。実験は 2003 年に実施され、測定方法や測定結果の一部は高倉(2003)に報告しているが、その後のデータを見直したところ、いくつかの誤りが見つかった。そこで、本論文ではその修正を行うとともに、その後に実施した測定結果を合わせて報告する。なお、講演で紹介した含水粘土の比抵抗の温度依存性については、高倉(2009)を参照されたい。

2. 測定システムの概要

岩石試料の比抵抗を高温高压下で測定するシステムの概要を図 1 に示す。サンプルホルダーに入れた岩石試料を、オートクレーブで加熱・加圧し、複素比抵抗測定装置で電気物性を測定する。その概要は高倉(2003)に記述してあるが、以下に追記・修正した要約して示す。

オートクレーブはステンレス製の耐熱耐圧容器で 300°C、10MPa の温度圧力に耐えられる。容器内の圧力は水（超純水）を圧力ポンプで容器内に注入・循環させることで上昇させる。本装置では 10MPa



第 1 図 高温高圧下での岩石の複素比抵抗測定システムの概要。

Fig. 1. Schematic diagram of the complex resistivity measurement system of the rock under high temperature and high pressure.



写真 1 比抵抗測定用高温高圧装置。

Photo 1. High temperature and high pressure equipment for resistivity measurement.

まで 0.1MPa ごとに設定可能である。クレーブは電気炉の中に入れて加熱する。専用の高温高圧制御装置で炉温とオートクレーブ内の温度をモニターしながら、電気炉からの熱と圧力維持に用いる純水の冷却効果とを調整することで、50°Cから300°Cまで 1°C（誤差約±1~3°C）ごとに温度を設定できる。なお、本装置で温度制御ができるのは温度の上昇時だけであり、温度の下降は自然冷却にまかせるしかない。比抵抗測定用高温高圧装置を写真 1 に示す。また、サンプルホルダーの温度は熱電対温度計で測定する。

サンプルホルダーの概要と写真を第 2 図に示す。直径 30mm、長さ 50mm までの円筒形の岩石サンプルを装着し、その複素比抵抗を 4 電極法によって測定できるようになっている。測定に当たっては、岩石サンプルの両面に電流および電位電極を取り付け、それをテフロンパイプに入れ、上下を絶縁性樹脂でシールし、ステンレス製の筒の中に固定する。電極は小さな穴を多数穿孔した白金板であり、電極と電極およびサンプルの間のスペーサーおよび塩橋用の耐熱濾紙を挿入している。電極からのリード線はテフロン熱収縮チューブに入れた白金線である。絶縁性樹脂やリード線には O-リングをかけ、外部との絶縁を保っている。しかし、それだけでは長時間の高温・高圧状態に耐

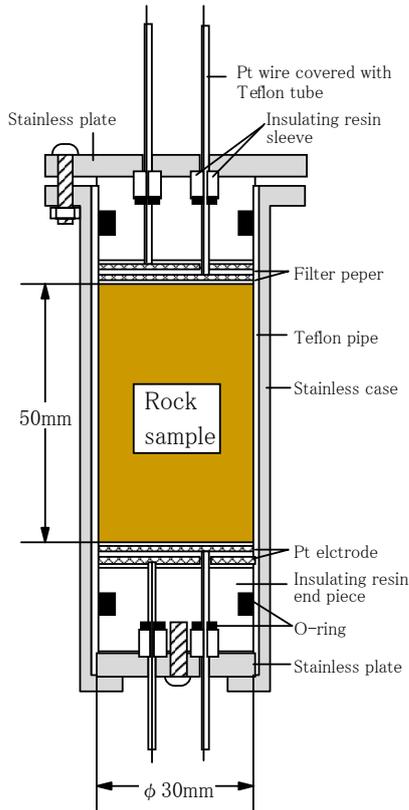
えられないので、O-リングの周辺を耐熱用接着剤等で固め、さらに耐熱シリコンを塗っている。

複素比抵抗測定装置は、英国ソーラトロン社のインピーダンスアナライザ 1260、ガルバノ/ポテンシオスタット 1287 と、IEEE-488 (GPIB) で接続したパソコンから構成される。測定用ソフトウェアにはソーラトロン社の Zplot を使用している。現在のところ、周波数範囲 0.1mHz~1MHz の複素比抵抗の自動測定が可能である。

3. 測定

3.1 測定試料

測定試料には、直径 30mm、長さ 50mm の円筒形に整形した井内粘板岩、稲田花崗岩、寒風安山岩を



第2図 サンプルホルダーの概要。
Fig. 2. Schematic diagram of the sample holder.

用いた。超純水を強制飽和させて測定した水中重量および空中重量、強制乾燥後の空中重量から求めた湿潤密度と有効間隙率は以下の通りである。

井内粘板岩：2.763 g/cm³ 0.56 %

稲田花崗岩：2.643 g/cm³ 0.71 %

寒風安山岩：2.562 g/cm³ 9.07 %

3.2 測定方法

まず、岩石試料をビーカーに入れ、真空デシゲータ内に入れて 24 時間真空引きをして、間隙内の空気を吸引した。その後、脱気させた濃度 0.01mol/l の KCl 水溶液をビーカーに注入し、試料を溶液に浸したまま、96 時間以上の真空引きをした。

強制湿潤させた試料は、溶液から取り出してすぐにサンプルホルダーに装着した。この際、ビーカー内に残っていた溶液をホルダー内の耐熱濾紙に十分に含ませた。なお、この溶液の比抵抗を測定し、試料の間隙水の比抵抗とした。試料の装着後、電流や水がリークする可能性が考えられる部分に耐熱接着剤や耐熱シリコンを塗り、密封度を高めた。接

着剤やシリコンが完全に固まるのを確認した後、サンプルホルダーをオートクレーブ内に入れた。

測定では、まず、圧力ポンプのスイッチを入れ、クレーブ内の圧力を 5MPa に固定した。圧力一定のまま複素比抵抗測定を実施する予定であったが、運転中のポンプから発生するノイズが大きく、測定値の S/N が極端に低下することがあったので、測定中はポンプの電源を切るようにした。そのため、測定中の圧力は約 4.8~4.5MPa となった。

複素比抵抗の測定は 1MHz から始め、0.01Hz まで行った。測定周波数間隔は 1 桁の周波数範囲を対数上で 5 等分なるように選んだ。1 つの温度に対して、全部で 41 周波数のデータが取得される。1 回の測定にかかる時間は 5~6 分ほどである。

送信電流は定電流や定電圧についていろいろな強度を試したが、定電流の場合や電圧の小さいときには S/N が悪くなることが確認されたので、最終的には 1000mV の定電圧とした。なお、確認のため、10~100mV の定電圧信号や 10~1000 μA の定電流信号の測定も時々行っている。

複素比抵抗測定は、室温と 50、75、100、125、150、175、200℃に設定して行った。室温から開始し、順次、温度を 25℃ずつ上昇させた。温度を 25℃上昇させるのに約 10~15 分かかるが、サンプルホルダー内の岩石が暖まる時間も考慮し、所定の温度に達してからその温度を 45 分以上保ってから測定を開始した。前述したように測定中は圧力ポンプを切るため、冷却効果のある純水の循環がなくなり、測

定時間の間に温度は約 2~5°C 上昇する。200°C の温度の測定が終了すると、圧力を保ったままサンプルを冷却させ、オートクレーブ内の温度が室温とほぼ同じになったところで複素比抵抗を測定し、測定前後での複素比抵抗の差を確認した。

測定後は、試料を超純水で洗浄し、試料を十分に乾燥させた。そして、同じ試料を濃度が 10 倍の 0.1mol/l の KCl 水溶液で強制飽和させ、上述と同じ方法で複素比抵抗を測定した。なお、強制湿潤前の間隙中の空気の真空引きは、真空ポンプの加熱を抑えることから 3 時間とした。この作業を行わなくても、岩石試料を真空状態で水溶液に 96 時間以上浸しておけば、強制飽和は問題なくできることは経験的に確かめられている。

3.3 測定結果

濃度 0.01mol/l と 0.1mol/l の KCl 水溶液で飽和させた稲田花崗岩の比抵抗および位相差の周波数変化をそれぞれ第 3 図と第 4 図に示す。同様に、井内粘板岩の結果を第 5 図と第 6 図に、寒風安山岩の結果を第 7 図と第 8 図に示す。100KHz 以上のデータについては、S/N 比の低いものが多いので、図では 0.01Hz~100KHz の範囲を示している。ここでは主に比抵抗だけに焦点を絞り、測定結果について以下に述べる。

(1)稲田花崗岩

濃度 0.01mol/l の KCl 水溶液で飽和させた稲田花崗岩（第 3 図）の比抵抗は、温度が上昇するとともに低下する。また、周波数が高くなるにつれて比抵抗はわずかに小さくなる傾向はあるが、温度による周波数依存性には大きな違いは認められない。冷却させた後に測定した比抵抗は加熱前の比抵抗とほぼ同じである。濃度 0.1mol/l の KCl 水溶液で飽和させた稲田花崗岩（第 4 図）の比抵抗は、濃度 0.01mol/l の KCl 水溶液で飽和させた場合の比抵抗より約 1 桁小さい。このことから、岩石試料の比抵抗は間隙水の比抵抗にほぼ比例しており、アーチーの式が成立していると考えられる。ただし、低周波数では比抵抗が大きく上昇しており、また位相も大きく変化している。この原因については不明であるが、他の岩石には現れていないことより、測定系のエラーかノイズの影響と考えている。

(2)井内粘板岩

濃度 0.01mol/l の KCl 水溶液で飽和させ井内粘板岩（第 5 図）の比抵抗も、稲田花崗岩と同様の変化を示す。しかし、冷却後の室温は測定前の室温とほとんど差はないが、測定後の比抵抗は加熱前の比抵抗の約 1/6 と小さくなった。同じような現象は後述する寒風安山岩の測定でも現れている。高温のため岩石中の鉱物と間隙水とが反応し、塩分などが溶け出し、間隙水のイオン濃度が上昇したからと考える。濃度 0.1mol/l の KCl 水溶液で飽和させた井内粘板岩（第 6 図）の比抵抗は、稲田花崗岩の同様に、濃度 0.01mol/l の KCl 水溶液で飽和させた場合の比抵抗より約 1 桁小さい。なお、加熱前の比抵抗と加熱後の比抵抗はほぼ同じである。これは、飽和させた水溶液のイオン濃度が高いので、岩石中の塩分が多少溶けても、0.01mol/l の場合のような影響は現れにくいからと考えられる。

(3)寒風安山岩

濃度 0.01mol/l の KCl 水溶液で飽和させ寒風安山岩（第 7 図）の比抵抗の温度依存性や周波数依存性

も上述した岩石試料と同様の傾向を示す。その比抵抗は、稲田花崗岩や井内粘板岩の約 1/10 であるが、これは寒風安山岩の間隙率が他の岩石試料より高いからと考えられる。

各岩石試料について、比較的連続性がよく、周波数依存性がほとんど認められない 1,000Hz の比抵抗と温度をプロットしたグラフを第 9 図に示す。いずれの岩石試料も、温度が上昇するとともに比抵抗が低下することは明かである。また、グラフの傾きも 100°C 以下ではほぼ同じである。100°C 以上では、間隙水の濃度が低い、すなわち間隙水の比抵抗が低い方が比抵抗の低下が大きい傾向がある。これは、前述したように、測定中に岩石試料中の鉱物と間隙水とが反応し、間隙水のイオン濃度が上昇したことが一因と考える。ただし、稲田花崗岩では測定前と測定後の比抵抗に大きな違いがないことから、他の原因もあると推測される。高温になるほど比抵抗が下がるのは、温度の上昇に比例して電荷を運ぶイオンの動く速度（移動度）が高くなるからと考えられるが、高いイオン濃度の水溶液中ではイオン同士が衝突することが多くなり、イオンの移動度が温度に比例しなくなるからと推測している。

4. おわりに

本論文では、含水岩石の比抵抗の温度依存性を測定するために製作したシステムを紹介し、2 種類の濃度の KCl 水溶液を飽和させた稲田花崗岩、井内粘板岩、寒風安山岩の岩石試料について、室温から 200°C まで加熱したときに測定した複素比抵抗を示した。いずれの岩石試料とも、温度の上昇に伴って比抵抗が下がる結果となり、温度の比抵抗への影響は確かめられた。ここでは説明を省いたが、この温度依存性は水溶液の比抵抗の温度依存性とほぼ同じであることから、間隙水中のイオンの動きが比抵抗変化を支配していると判断できる。しかし、測定は 2003 年に実施されたものであり、低周波数側で測定データに異常が現れているものもあったが、残念ながらその原因までは特定できていない。

また、ここには記述していないが、高温状態で比抵抗を測定することは難しく、システム作成は試行錯誤の連続であった。特にサンプルホルダーの製作は難航し、岩石試料と外部との電氣的絶縁が保てなかったため、200°C まで適切に測定できた試料は全測定数の 3 割程度であった。岩石試料の比抵抗測定のような基礎的実験は重要と考えられるが、時間と費用がかかることから取り組む人が少なく、報告例が少ないのが現状である。本論文が、今後の研究の参考になれば幸いである。

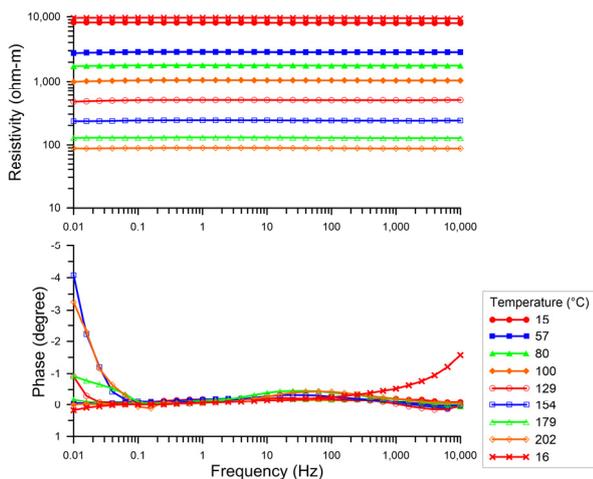
謝辞

本研究では、経済産業省からの委託研究「地熱探査技術等検証調査に伴うデータの解析・評価 貯留層変動探査法開発の解析・評価」で取得したデータを用いた。

参考文献

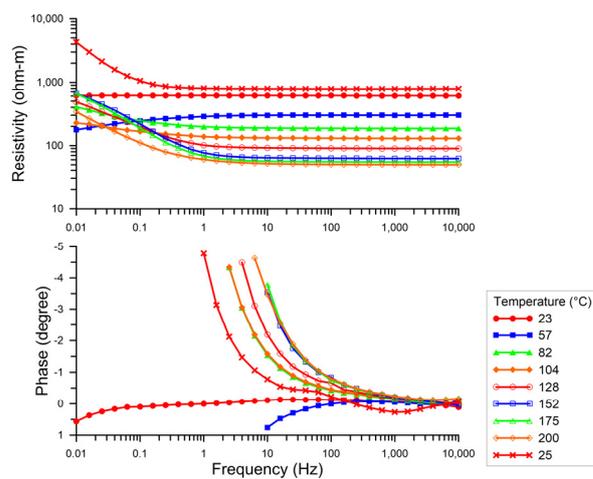
高倉伸一 (2003): 含水岩石の複素比抵抗への温度の影響—測定システムの開発—, 物理探査学会第 108 回学術講演会講演論文集, 59-62.

高倉伸一(2009): 粘土鉱物の比抵抗—間隙水と温度が及ぼす影響—, 物理探査, 62, 385-396.



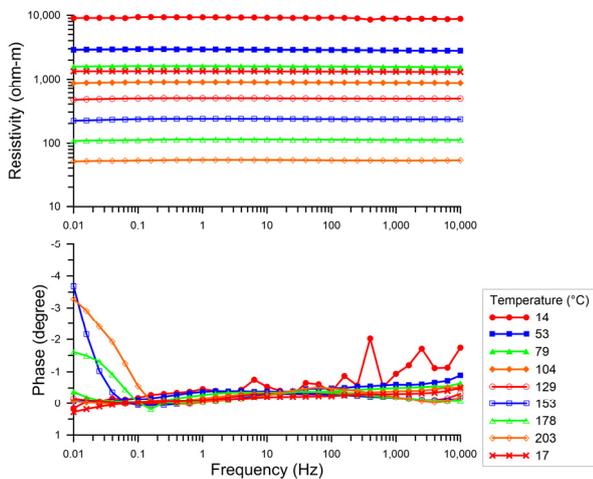
第 3 図 温度を変化させた場合の濃度 0.01mol/l の KCl 水溶液で飽和させた稲田花崗岩の比抵抗(上)と位相差(下)の周波数依存性。

Fig. 3. Resistivity spectra (upper) and phase spectra (lower) for Inada granite saturated with 0.01 mol/l KCl solution with various temperatures.



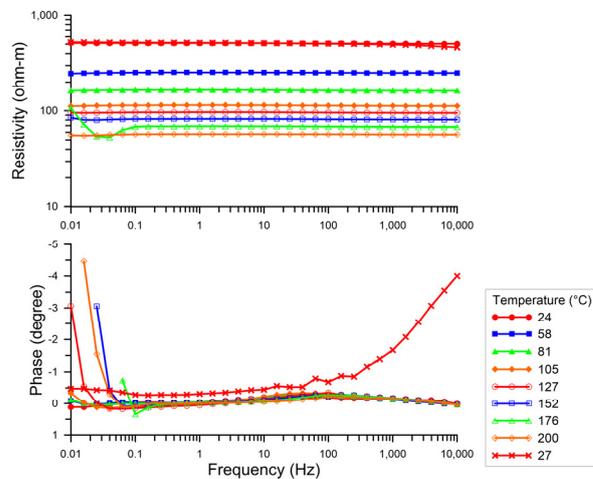
第 4 図 温度を変化させた場合の濃度 0.1mol/l の KCl 水溶液で飽和させた稲田花崗岩の比抵抗(上)と位相差(下)の周波数依存性。

Fig. 4. Resistivity spectra (upper) and phase spectra (lower) for Inada granite saturated with 0.1 mol/l KCl solution with various temperatures.



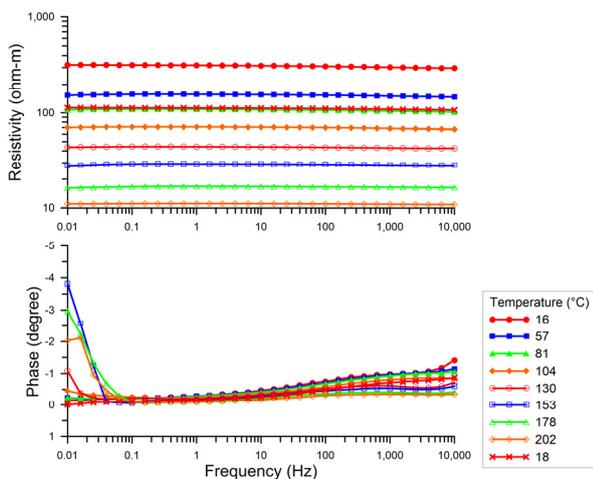
第 5 図 温度を変化させた場合の濃度 0.01mol/l の KCl 水溶液で飽和させた井内粘板岩の比抵抗(上)と位相差(下)の周波数依存性。

Fig. 5. Resistivity spectra (upper) and phase spectra (lower) for Inai shale saturated with 0.01 mol/l KCl solution with various temperatures.



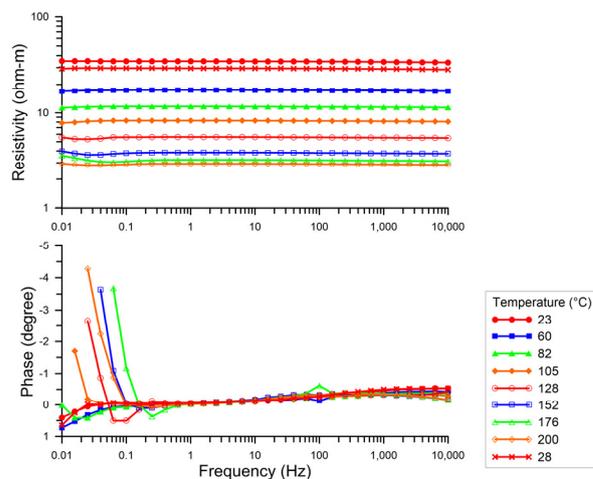
第 6 図 温度を変化させた場合の濃度 0.1mol/l の KCl 水溶液で飽和させた井内粘板岩の比抵抗(上)と位相差(下)の周波数依存性。

Fig. 6. Resistivity spectra (upper) and phase spectra (lower) for Inai shale saturated with 0.1 mol/l KCl solution with various temperatures.



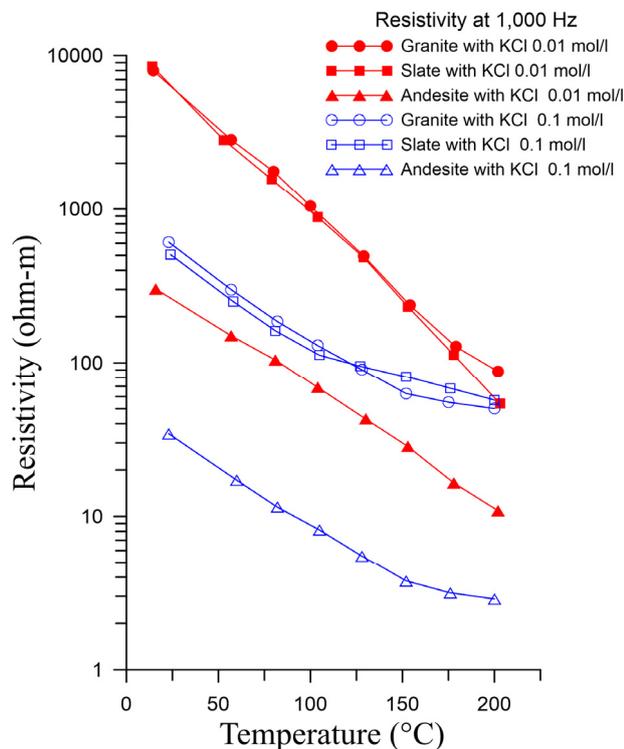
第 7 図 温度を変化させた場合の濃度 0.01mol/l の KCl 水溶液で飽和させた寒風安山岩の比抵抗(上)と位相差(下)の周波数依存性。

Fig. 7. Resistivity spectra (upper) and phase spectra (lower) for Kanpu andesite saturated with 0.01 mol/l KCl solution with various temperatures.



第 8 図 温度を変化させた場合の濃度 0.1mol/l の KCl 水溶液で飽和させた寒風安山岩の比抵抗(上)と位相差(下)の周波数依存性。

Fig.8. Resistivity spectra (upper) and phase spectra (lower) for Kanpu andesite saturated with 0.1 mol/l KCl solution with various temperatures.



第 9 図 各岩石試料の比抵抗の温度依存性。

Fig. 9. Temperature dependency of the resistivity of each rock sample.