平成14年度研究成果報告
生産手法開発分野
分解動特性解明

模擬メタンハイドレート堆積物の作製技術開発

独立行政法人 産業技術総合研究所
三菱重工業 株式会社

研究目的・内容及び必要性

- 研究目的
  - MH堆積物の分解実験、力学特性の解析等に必要な模擬試料作製手法の開発と標準試料の提供。
- 研究内容
  - 直径50mm～100mm、長さ100mm以上の砂質模擬試料を均質に、短時間で、簡便な方法で作製する手法の開発。
  - 砂粒度、孔隙率、MH飽和率などの特性の制御と、孔隙レベルのMH産状の模擬。
- 研究の必要性
  - 数量が限られる天然試料を用いた実験を補完。
  - MH飽和率などの特性値をパラメータとした実験データ整備に必要。

模擬MH試料の作製手法

作製方法

〇ガス浸透法

含水率を制御した砂の孔隙に、高圧メタンガスを浸透。

〇圧密法

砂とMH粒子の一軸加圧成形。

ゴム容器による静水圧加圧成形。

〇気相法

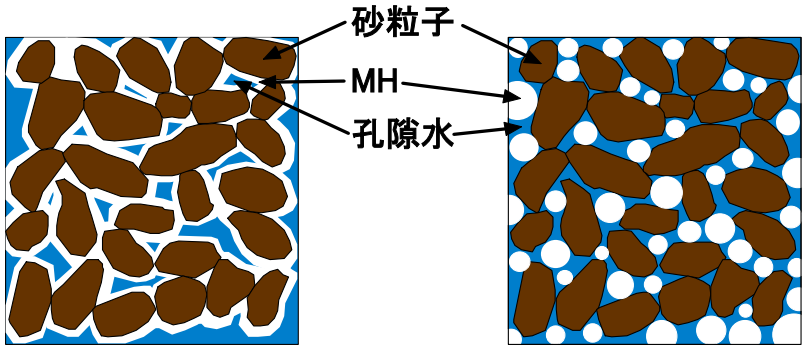
多孔質試料に温度勾配を付加して、蒸気拡散により、孔隙にメタンハイドレートを生成。

評価方法

〇孔隙率、MH飽和率、水飽和率などの特性の評価。

〇共焦点走査型光学顕微鏡などによる孔隙レベルの構造解析。

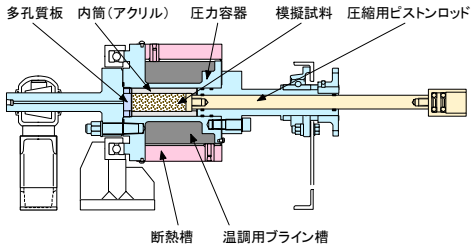
MH堆積物
孔隙レベルの構造（MHの産状）

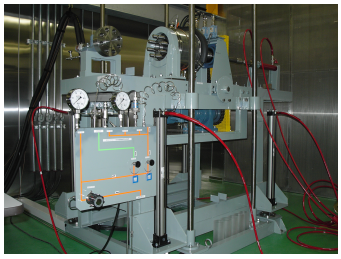


砂粒子の表面をMHがセメンティング。

粒子状MHが孔隙を充填。

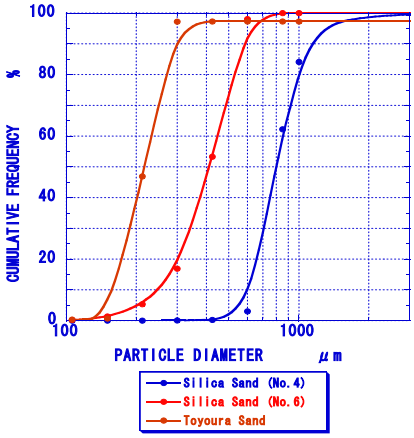
ガス浸透法（産総研）
模擬MH堆積物作製装置





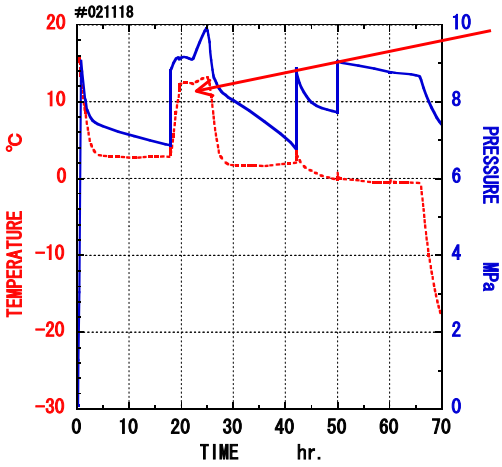
試料直径：50mm／65mm
試料長　：150mm以上
設計圧力：30MPa
アクリル樹脂製内筒使用。

ガス浸透法
珪砂の粒度



模擬試料作製に使用した珪砂の粒度分布。
Mallikコア残渣を模擬した砂試料も使用。

ガス浸透法
温度と圧力の経時変化



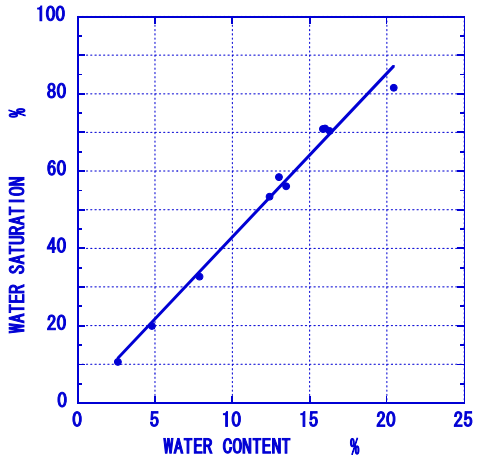
温度上昇は、孔隙中の水表面に生成したMHを一度分解させ、水に対するメタンの溶解を促進するための操作。
試料内部の温度勾配は、水蒸気拡散によるMH分布の不均質化を引き起こす。このために、試料の昇温／冷却は急速に実施。

ガス浸透法
模擬MH試料

豊浦珪砂使用。
孔隙率38%、MH飽和率54%。

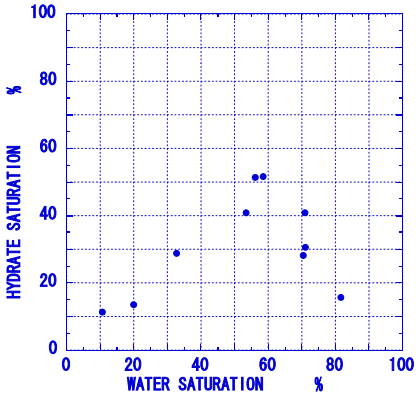
Mallik模擬珪砂使用。
孔隙率30%、MH飽和率62%。

ガス浸透法
含水比と水飽和率の関係



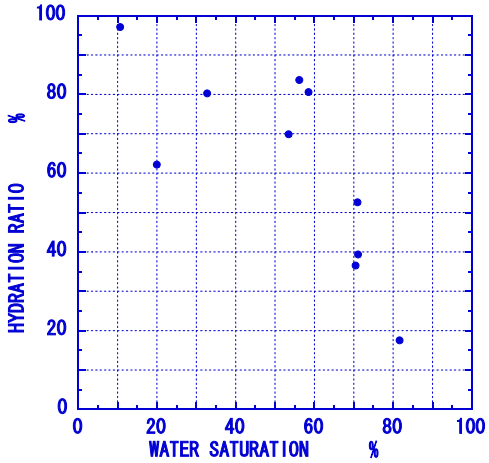
含 水 比 :砂と水の質量比
水飽和率:孔隙と水の体積比

ガス浸透法
水飽和率とMH飽和率の関係



圧力10MPaの結果(豊浦珪砂)
初期の水飽和率55%で、MH飽和率が最大となる。水飽和率55%以上では、水飽和率の増加とともにMH飽和率は減少する。
孔隙率が小さいMallikコア模擬珪砂では、MH飽和率は60%以上。

ガス浸透法
水飽和率とMH化率の関係

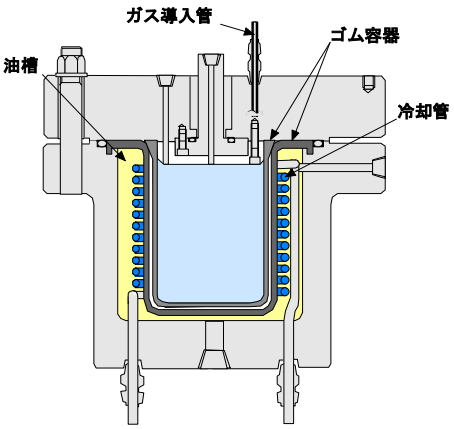


MH化率：砂に含ませた水とMH化した水の質量比。

圧密法（産総研）
一軸加圧成形

簡便な方法だが、砂粒子の破砕による粒度分布の変化に注意が必要。
また、模擬試料は脆い。

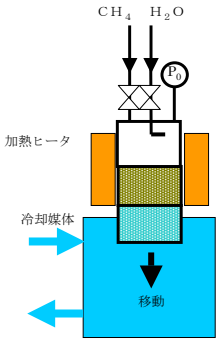
圧密法（産総研）
静水圧加圧成形



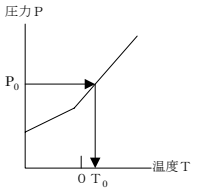
模擬堆積物の試作
左から珪砂8vol%、26vol%、45vol%。

・ゴム容器：φ86mmx135.5mm
・設計圧力：10MPa

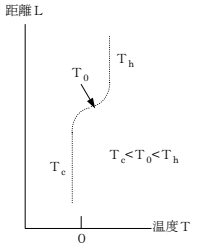
気相法
（三菱重工業株式会社）



a .多孔質体中均一生成装置構成概要

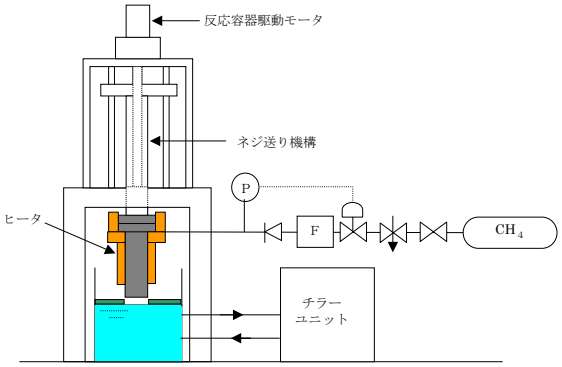


c .メタンハイドレート生成線図



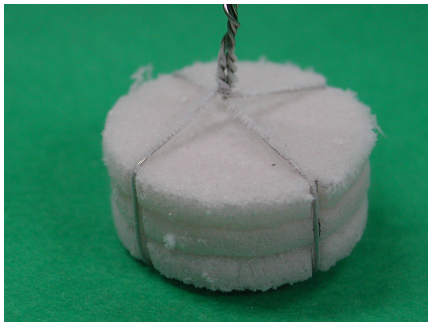
b .生成装置の制御温度分布

気相法
実験装置



気相法による模擬堆積物作製装置

気相法
模擬MH堆積物



直径20mm、厚さ2.9mm x 3枚。
孔隙率42%。
MH飽和率：8～11%。

項目	試験条件
冷却温度	2℃
蒸発温度	30～50℃
移動速度	5mm/hr～ 0.2mm/hr
試験圧力	5MPa
試験片	ガラス焼結体 （孔径：50μmφ）

まとめ

- 成果の総括
  - ガス浸透法による模擬MH堆積物作製法を開発。
  - 豊浦珪砂を使用した場合には、最小孔隙率37%、最大MH飽和率54%。
  - Mallikコア残渣の粒度分布を模擬した珪砂を使用した場合には、最小孔隙率26%、最大MH飽和率62%。
  - MH飽和率は、初期の水飽和率（含水率）の増加とともに増大したが、水飽和率55%以上では逆に減少。
  - 圧密法に関しては、一軸加圧／静水圧加圧治具を整備。
  - 気相法による模擬試料作製の可能性を確認。
- 今後の対応
  - 孔隙レベルのMHの産状を考慮。
  - 使用目的に応じた模擬試料作製法の整理。