

超音波伝播特性に基づく超速硬セメントペーストの硬化過程の評価手法

岐阜大学	学生会員	池上和司
岐阜大学	正会員	鎌田敏郎
岐阜大学	正会員	内田慎哉
岐阜大学	正会員	六郷恵哲

1. 目的

セメントペーストの硬化過程を把握するための試験方法には、ピカー針試験やプロクター貫入抵抗試験がある。これら貫入抵抗試験は、作業方法の観点からみて、短時間に硬化する材料の急激な材質変化を逐一追跡していくことは物理的に難しく、このような材料の硬化過程を的確に捉える手法がないのが現状である。

既往の研究¹⁾において、超速硬セメントペーストに対して超音波法を適用することにより、その硬化挙動を連続的にモニタリングできることが明らかとなった。しかしながら、超音波法により得られる指標の変動と実際の現象との対応関係について、未確認の部分が残されていた。

そこで本研究では、これに引き続き、短時間に硬化する材料として超速硬セメントペーストを実験の対象とした。超音波の計測には、AE計測装置を活用し、試料中を伝播させた受振波の伝播特性を用いて、セメントペーストの硬化過程を連続的にモニタリングした。また、伝播特性の変動と実現象との対応関係について検討するため、走査型電子顕微鏡観察（SEM観察）および粉末X線回折試験を行い、水和反応に伴うセメントペーストの水和生成物との関連性についての検討も加えた。

2. 実験概要

2.1 使用材料と配合

セメントには、超速硬セメントを使用した。セメントペーストは水セメント比を30%とし、凝結遅延剤を1.0%添加した。

2.2 超音波計測方法

図-1に型枠および試料の概要を示す。図に示すように、幅100mm、高さ100mm、長さ65mmの木製型枠の両側面にそれぞれ穴を開け、AEセンサの一部を試料内に埋め込めるようにした。センサ間距離は27mmとした。実験は12の室内で行い、セメントペーストをモルタルミキサにより練り混ぜた後に、型枠に投入した。

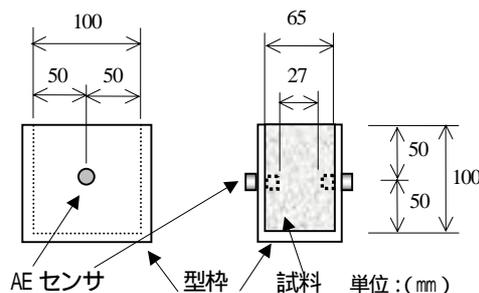


図-1 型枠および試料の概要

計測に用いた超音波は、パルスジェネレータにより、送振電圧375V、送振間隔0.8secのパルス波で発振し、AEセンサにより受振した後、サンプリング周波数2MHzでデジタル化してAE計測装置で記録した。発振および受振には、140kHzに共振点をもつAEセンサを用いた。

2.3 粉末X線回折試験

試料における水和生成物としてのエトリンガイトの生成状況を確認するために、超音波計測と並行して所定の時間毎にセメントペーストの水和をアセトンにより停止させて、粉末X線回折試験を行った。

2.4 走査型電子顕微鏡観察

粉末X線回折試験と同様に、所定時間毎にアセトンを用いてペーストの水和を停止させ、試料の破断面を金蒸着して走査型電子顕微鏡（SEM）観察を行った。

3. 実験結果と考察

超音波伝播速度の経時変化を図-2に示す。図-2における経過時間0hrとは、セメントに加水が行われた時点を示しており、この時点では型枠内に試料はなく、センサ間には空気が存在するのみである。図によれば伝播速度は約340m/sを示しており、空気中での伝播速度が計測されている。続いて、型枠に投入された直後の試料においては、投入直後から超音波が透過していることがわかる。このことから、本実験の範囲内では、加水直後のフレッシュ状態のセメントペーストにおいても超音波が透過することが示された。その後1時間40分程度までは水の伝播速度（約1500m/s）に近い値を起点としてゆるやかな増加傾向を示している。本研究ではこの領域を便宜的にステージ1と定義する（図-2参照）。

ステージ1以降から経過時間が2時間程度になるまでの間（この領域をステージ2とする）に、超音波伝播速度は急激に大きくなり、明確な変曲部を伴って頭打ちした。一方、経過時間が2時間から計測終了時までの間（この領域をステージ3とする）は、伝播速度はおよそ4000m/sと一定であった。

図-3に粉末X線回折試験の結果を、経過時間と対応させて示す。なお、本研究では水和生成物としてエトリンガイトに着目しているため、その同定にあたっては、最強ピーク（ $2\theta = 9.089^\circ$ ）と第2ピーク（ $2\theta = 15.797^\circ$ ）のみを対象とした。これによれば、ステージ1（経過時間4分）においてはエトリンガイト結晶の生成はほとんどみられなかったものの、ステージ2（経過時間1時間40分から2時間）において、セメントペースト全体におけるエトリンガイト結晶が占める割合が飛躍的に大きくなっていることがわか

キーワード：硬化過程、非破壊評価、超音波法、粉末X線回折、走査型電子顕微鏡観察

連絡先：〒501-1193 岐阜市柳戸1-1 岐阜大学工学部土木工学科 Tel/Fax：058-293-2470

る。しかしながら、その後のステージ3（経過時間2時間から12時間）においては、エトリンガイト結晶の生成状況はあまり変化しない結果となった。

また、図-2と図-3との比較において、エトリンガイト結晶が急激に生成される時間と超音波伝播速度が著しく大きくなる時間は、一致していることがわかる。

図-4にSEM観察の結果を示す。これによれば、ステージ2においてエトリンガイトの特徴である針状結晶の量が急激に増えていることがわかる。しかしながら、ステージ1, 3においては、結晶の生成状況はほとんど変わっておらず、SEM観察の結果は、粉末X線回折の結果とよく対応していることがわかる。したがって、これらより、針状結晶であるエトリンガイトが生成されることにより、セメントペーストの組織が密実になり、それに伴い初期の強度発現が確保されたことで、超音波伝播速度が速くなったものと考察される。

最大振幅値比と経過時間の関係を図-5に示す。ここでいう最大振幅値比とは、得られた振幅の最大値を1として、それに対する波形振幅の比率として定義したものである。図によるとステージ1において最大振幅値比は急激に増加し、その後頭打ちとなった。超音波が透過し始めたころのセメントペーストは粉末X線回折およびSEM観察で確認した範囲内では、エトリンガイト結晶は生成されていないことから、水にセメント粒子が懸濁したかなり濃厚なサスペンションである²⁾と考えられる。このため、ペーストは粘弾性の性質を有しており²⁾主に粘性拡散による著しい減衰のため、ステージ1の初期での振幅値比は小さい。しかしながら、その後水和反応に伴って、粘性拡散による減衰が小さくなり、透過エネルギーが飛躍的に大きくなったと考えられる。これより、最大振幅値比は、伝播速度とは異なり、セメントペーストの粘性に関する側面からの評価に有効であるものと考えられる。

4. まとめ

以下に、本研究で得られた結論を示す。

- 1) 超音波伝播速度の変化は、粉末X線回折試験およびSEM観察により判断したエトリンガイト結晶の生成状況と良い相関があることがわかった。
- 2) 受振波の最大振幅値は、セメントペーストにおける粘性の増大に起因して変化する伝播特性値と考えられ、伝播速度とは異なる側面からの評価に有効である。

謝辞

本研究は、文部科学省科学研究費補助金萌芽研究15656105を受けて行ったものである。

参考文献

- 1) 内田慎哉, 河村彰男, 鎌田敏郎, 久田 真: 超音波測定に基づくコンクリートの硬化挙動の評価手法に関する基礎研究, コンクリート工学年次論文集, Vol.24, No.1, pp.1569-1574, 2002
- 2) 角田 忍, 明石外世樹: 超音波による凝結初期におけるセメントペーストおよびモルタルの物性変化の測定, 材料, Vol.32, No.352, pp.175-181, 1983

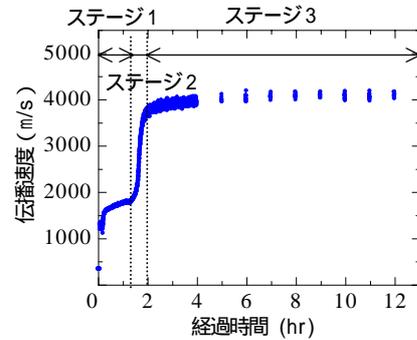


図-2 超音波伝播速度の経時変化

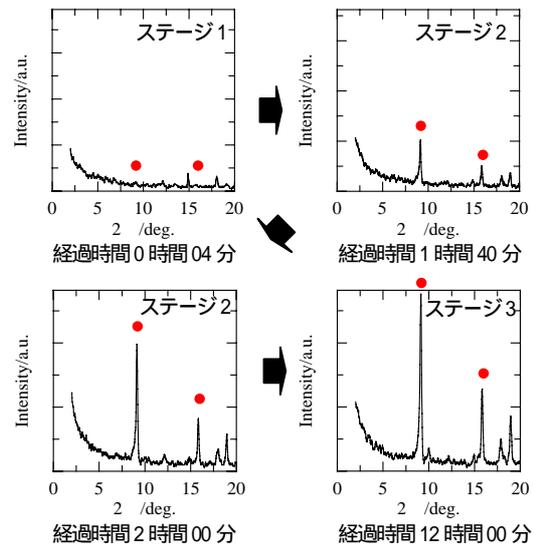


図-3 エトリンガイト結晶の粉末X線回折図

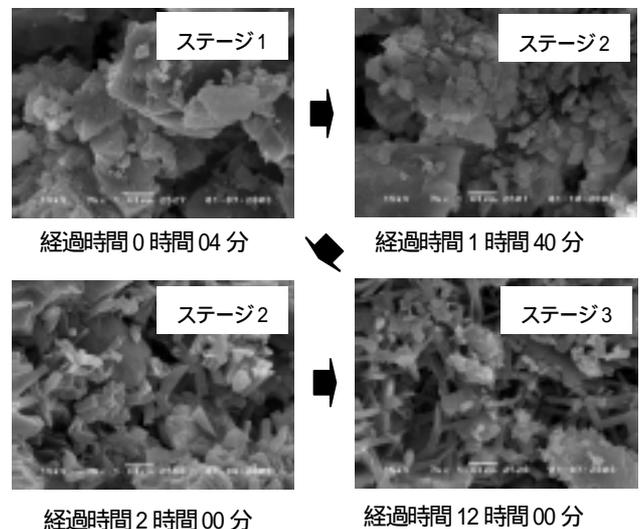


図-4 SEM観察によるエトリンガイト結晶の生成状況

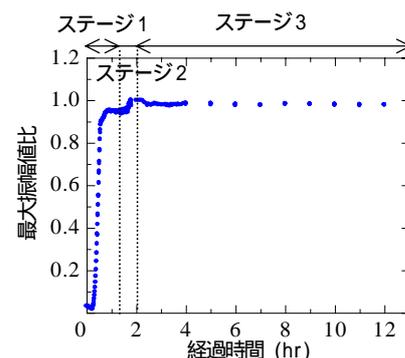


図-5 最大振幅値比の経時変化