

## 水銀圧入時における履歴挙動に着目したセメント系材料の空隙構造評価手法に関する研究

東京大学 工学系研究科 社会基盤学専攻 学生会員 ○吉田 亮  
 東京大学 生産技術研究所 正会員 岸 利治

## 1. 目的

複雑な空隙組織構造はセメント系材料の最大の特徴である。コンクリート構造物の耐久性上最も重要な物質移動抵抗性は、この空隙組織構造に依存する。

現在、セメント系材料の空隙構造評価法のひとつには水銀圧入法があり、細孔量の大小、細孔空隙径の分布率によって評価する。水銀圧入法の原理は、試料表面から水銀を圧力によって細孔に侵入させ、測定中の最大圧力と水銀圧入量によって空隙径を算出する。この手法は物質の移動経路である空隙を連続的に測るという特徴を有する。しかし、水銀は試料表層から順次内部へと連続的に侵入するにもかかわらず、水銀は試料内に分布する空隙のうち大きいものから小さいものへと順次侵入すると仮定され、かつ円筒形モデルを用いて水銀フロントの表面張力との関係から水銀フロントの存在する空隙径を算出するので、実際の細孔群の特徴を正確に捉えているとは言えず、真の空隙構造を再現しきれていない。

一方、加圧・減圧過程のサイクルを繰り返すと規則的な圧力履歴挙動が見られる。この履歴挙動を用いて連続空隙とインクボトル空隙を評価する研究<sup>1) 2)</sup>が報告されており、このような特徴を足掛かりに空隙構造を更に詳細に分析できる可能性があると思われる。

本研究ではこの圧力履歴現象に着目することで、空隙組織構造評価における水銀圧入法の特徴を把握することを目的とする。

## 2. 実験の概要

## 2. 1 実験シリーズ

以下に示す2シリーズの実験を行った。

①試料サイズを変えた場合の空隙構造に及ぼす影響

②段階的に履歴挙動を繰り返し、圧入が履歴挙動に及ぼす影響

## 2. 2 使用材料

w/c=35%のペーストを用いた。供試体は40×40×160mmであり、11ヶ月間水中養生を行った後に、粉砕機により破砕した。試料サイズはふるいをを用い、実験シリーズ毎に以下のように設けた。(ふるいの呼び寸法:5, 2.5, 1.7, 1.18, 1.0, 0.85, 0.60, 0.425, 0.30, 0.09mm)

シリーズ①: 上記のふるいにとどまる10サイズの試料

シリーズ②: 5mm以上

アセトンに24時間浸漬し水和反応を停止させた後、D-dry

を用いて24時間真空乾燥させた。

## 2. 3 測定方法

圧力履歴挙動を観察するために実験シリーズ毎に以下のような圧力過程を設定した。

シリーズ①:

0→60000→20→60000→20→60000→14(psia)

シリーズ②:

0→990→40→1800→40→3200→40→18000→40→32000→40→45000→40→60000→40→60000→14(psia)

## 2. 4 実験結果

## 実験シリーズ①

測定結果を図1に示す。本概要においてグラフを明瞭にするため5試料を割愛した。5mm以上の試料と1.7mm以下の4つの試料における曲線は傾向が違ってくる。その特徴として1.7mm以下の試料では100000nm(1.8psia相当)以上の細孔が非常に多いことが挙げられる。このグラフによると、0.30mm以下の試料では圧力履歴挙動が観測できないと考えられた。そこで0.30~0.09mmの試料での圧力履歴挙動を確認するために拡大したグラフが図2であり、第一加圧曲線と再加圧曲線が完全に一致していることが確認できる。また試験終了後に5mm以上の試料片を割裂した破面をマイクロスコープで観察したところ、試料破面には0.05mm、0.5mm、1mm程度の内部空気泡に水銀が残留していることが観察された。

まず100000nm(0.1mm)程度以上の空隙について考察する。微粉砕した試験体において、0.1~0.3mm程度の空隙が多量に存在するとは考え難く、これら多量の空隙は、試料内部への侵入ではなく、粉体粒子間の空間への水銀の浸潤を内部空隙と評価したと考えることができる。

次に0.30~0.09mmの試料における第一加圧曲線と再加圧曲線の一致について考察する。0.30mm以上の試料には内在し、0.30mm以下の粒の試料には内在しない空隙が考えられる。マイクロスコープの画像により、内部の1mm程度の空気泡と0.05mm程度の多数の空気泡に水銀の残存が確認できた。この多数の小形空気泡間の間隔は約0.1~0.3mm程度であり、0.30mm以下の粒にした試料は、破断線が空気泡と空気泡を連結させるように破断していると考えられ、結果としてこれらの空気泡は0.30mm以下の粒にした試料の表面に露出していることは、ほぼ間違いない。このことから、通常試料の測定では確認されるが0.30mm

キーワード: 水銀圧入法、履歴挙動、連続空隙、物質移動抵抗性、耐久性

連絡先: 〒153-8505 東京都目黒区駒場4-6-1 東京大学生産技術研究所 Be405 岸研究室 Tel 03-5452-6098

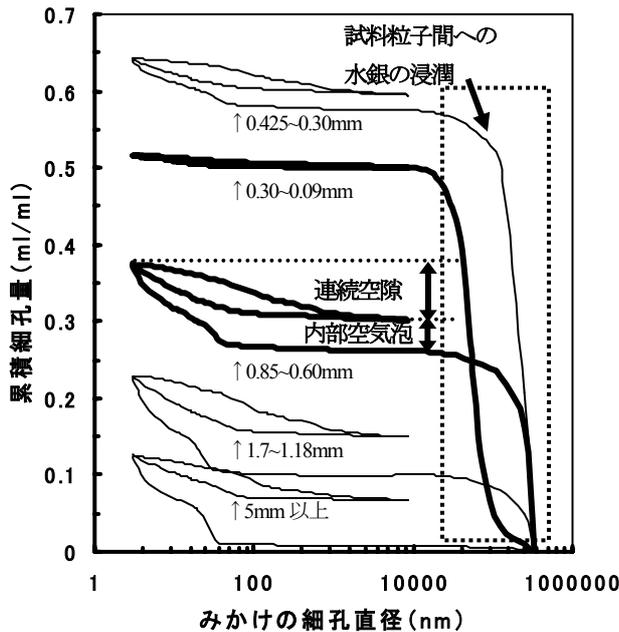


図1 試料サイズによる細孔量曲線

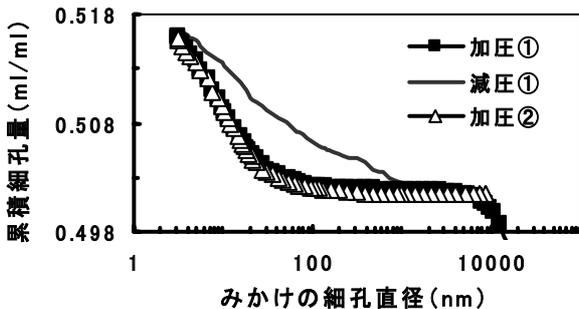


図2 0.30~0.09mm 試料における圧力履歴挙動

以下の粒にした試料では確認されない第一加圧曲線と再加圧曲線の差に相当する水銀は、通常試料では試料内部に存在し、0.30mm以下の粒にした試料では試料表面に露出した空気泡に侵入した水銀に相当するものと推察される。

累積細孔量曲線において連続空隙と内部空気泡を評価すると図1の様になる。このことから水銀圧入法における履歴挙動を利用することで、内部空気泡と連続空隙を分離して評価することができると考えられる。

実験シリーズ②

段階的に履歴挙動を繰り返し、圧入が履歴挙動を測定した結果を図3に示す。①200nm、②100nm、③60nm、④20nm、⑤10nm、⑥6nm、⑦4nm、⑧3nm付近のいずれのみかけの細孔径においても履歴挙動が観測された。グラフには前述の番号を添えた。そして異なる最大経験圧力を有する履歴挙動の比較として、図4に再加圧曲線と細孔径の関係を示す。再加圧曲線①~⑦のベースを合わせその傾きを考察する。再加圧曲線②③を除き、曲線はほぼ重なっていることが分かる。再加圧曲線②③もそれぞれ30、20nm(8500、5300psia)程度までは他の曲線に重なることが分かる。この再加圧曲線の傾きの一致は、水銀が同じ細孔中を通り同

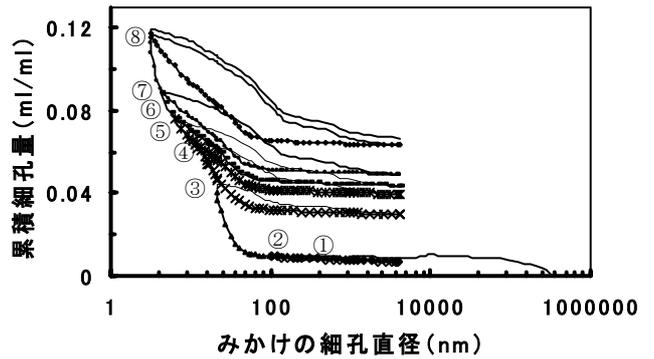


図3 段階的に履歴挙動を繰り返したときの細孔量曲線

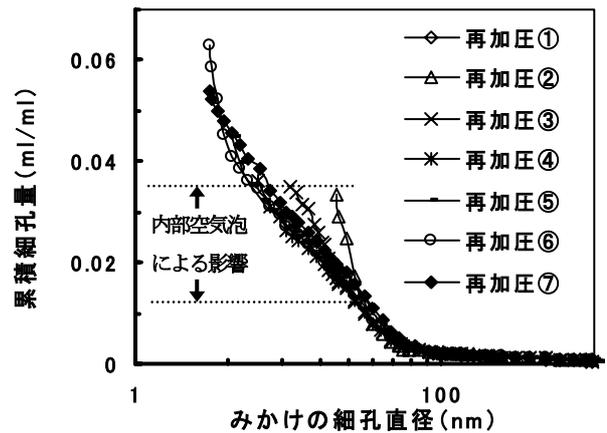


図4 再加圧曲線の比較

様の挙動を繰り返していると解釈でき、一方、再加圧曲線②③が同圧力において他の4曲線よりも多く水銀が圧入されているが、18000psia相当の圧力段階では試料中心まで水銀が到達しておらず、内部空気泡によるインクボトル効果の影響が現れていると解釈できる。水銀を60000psia(3.1nm相当)まで圧入した後の再加圧曲線⑦は、他の再加圧曲線より傾きが僅かだが大きく、曲線の傾向が他と異なり、水銀の細孔に対する挙動はそれまでとは変わるものと考えられる。ある一定圧力以上まで水銀を圧入してしまうと、細孔を押し広げたり、細孔壁を破壊するなど、空隙組織構造に何らかの変化をもたらしている可能性があると考えられる。

3. まとめ

- 1) 内部空気泡の影響を分離した。
- 2) 再加圧曲線の同一性の確認による有効測定圧力範囲の特定を行った。
- 3) 過剰な加圧による空隙組織変化を確認した。

【参考文献】

- 1) 高橋茂：第9章試料の乾燥方法と細孔量の測定方法、セメント硬化体研究委員会報告書、pp.281-284(2001)
- 2) 浅賀喜与志ほか：粒径をそろえた各種ポルトランドセメントの水和反応と硬化組織、セメント・コンクリート論文集 No.54、pp.8-14(2000)