

セメント硬化体の乾燥および保存方法が機器分析用試料の健全性に及ぼす影響

日本大学 正会員 ○伊藤 義也  
 日本大学 フェロー 越川 茂雄  
 日本大学 学生員 田沢 和之  
 日本大学 学生員 高野 祐甫  
 日本大学 学生員 島崎 勝広

1. 目的

セメント硬化体の機器分析試料は乾燥を行った後に保存し、機器分析試験の進捗状況に応じ、順次、分析に供することが行われている。一般的に試料数と分析に要する時間および項目等の関係によって試料をシリカゲル中あるいは気中で保存し、順次、試験に供することが行われている。しかし、セメント硬化体試料の保存に対する影響についてこれを論じたものは見うけられない。そこで本研究は、エトリンガイトを多量に生成する超速硬セメントペースト試料をD-dry乾燥法および新しく提案したフリーズドライ乾燥法によって乾燥し、乾燥直後から保存期間28日間について粉末X線回折試験を行い、試料の健全性に及ぼす影響についてエトリンガイトの積分強度によって判定し実験検討を行ったものである。

2. 実験方法

2-1 使用材料及び配合

セメントは超速硬セメント（密度：3.016g/cm<sup>3</sup>、比表面積：4690cm<sup>2</sup>/g）を使用した。配合はW/C=50%のセメントペーストで凝結時間および材料分離を考慮し、凝結遅延剤及び高性能減水剤をセメント重量の0.1%使用した。

2-2 配合および試料の作製方法

超速硬セメントペーストをプラスチック製型枠容器（195×105×28mm）に約5mmの厚さで流し込み、養生は20℃で3時間、湿空養生した。このセメントペースト硬化体をダイヤモンドカッターによって、2.5～5mm角に切り出し、乾燥-保存用試料を作製した。

2-3 試料の乾燥方法

(1) D-dry乾燥方法

D-dry乾燥方法は、アセトン浸漬2時間後にドライアイスをつらップとしてロータリーポンプで吸引することにより、それぞれ3時間、8時間、24時間、48時間および72時間乾燥させ作成した。

(2) フリーズドライ乾燥法 (FD)

試料を凍結して水和を停止した状態で乾燥を終了するフリーズドライ法の乾燥手順を図-1示す。

2-4 保存方法および保存期間

(1) 気中保存

乾燥試料を約5gずつ5×6cmのビニール袋に収納し、袋ごとふた無しのガラス製試料瓶（30ml）にいれ、温度20℃、湿度60%の恒温恒湿室で保存した。

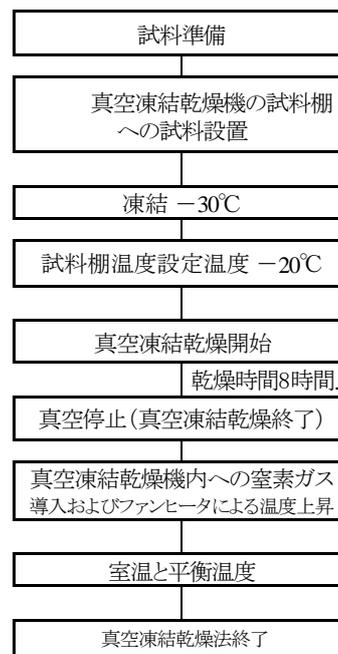


図-1 フリーズドライ法の手順

キーワード 真空凍結乾燥, 保存, D-dry, 水和停止, エトリンガイト

連絡先 〒275-8575 千葉県習志野市泉町 1-2-1 日本大学生産工学部土木工学科 047-474-2470

(2) シリカゲル保存

乾燥試料(5g)は針穴を10カ所開けた5×6cmのビニール袋に入れ、袋ごとシリカゲル10gを入れたふた付きのガラス製試料瓶(30ml)にいれ密閉し、20℃、湿度60%の恒温恒湿室で保存した。

(3) 保存期間

気中保存およびシリカゲル保存とも保存期間は28日とした。

2-5 保存試料の評価方法

(1) 標準試料の作製

健全性の評価は乾燥前の3gの細粒試料をメノウ鉢に置きアセトンで5分間、粉碎を含め浸漬後、上澄みのアセトンを排出して作製した。

(2) 粉末X線回折装置

X線回折装置はR社製装置を使用した。測定条件は管電圧30kV、管電流15mA、走査範囲は7~12°(2θ, CuKα)、走査/minである。エトリトリンタイトの回折ピークの積分強度によって判定した。

3. 実験結果および考察

図-2および図-3に標準試料の積分強度に対する気中保存およびシリカゲル保存試料のエトリトリンタイトの積分強度比を示す。

(1) 標準試料に対する乾燥直後の積分強度比

標準試料に対して試料の場合、3時間~72時間Dry乾燥した直後の積分強度は0.93~0.35と大きく低減した。この結果に対し、真空凍結乾燥試料の場合、乾燥直後で0.95とほぼ健全性を維持した。

(2) 保存方法および保存期間

図-2および図-3の結果によれば保存期間中の積分強度に変動があるが、図-4に示す乾燥直後に対する保存期間28日間の平均強度比により検討すると以下の通りとなる。

① Dry試料

乾燥時間3、8、24および48時間の気中保存の平均積分強度比は0.83、0.94、0.89、1.14および0.93と増減する。これに対し、シリカゲル保存の場合は、0.92、0.88、0.97および0.87と変動が気中保存に比して少なく28日間の保存が可能であることを示した。

② フリーズドライ試料

乾燥時間8時間の気中保存の平均積分強度比は

0.83、これに対し、シリカゲル保存の場合は0.95と気中保存に比して28日間の保存でも乾燥直後の品質をほぼ確保できる保存性を示した。

4. まとめ

分析用試料の保存は試料をエトリトリンタイトの変質を抑制の可能な真空凍結乾燥試料とし、乾燥後の保存試料はシリカゲルを用いた方法とすれば28日間の比較的長期間の保存が可能な抑制技術を新たに示した。

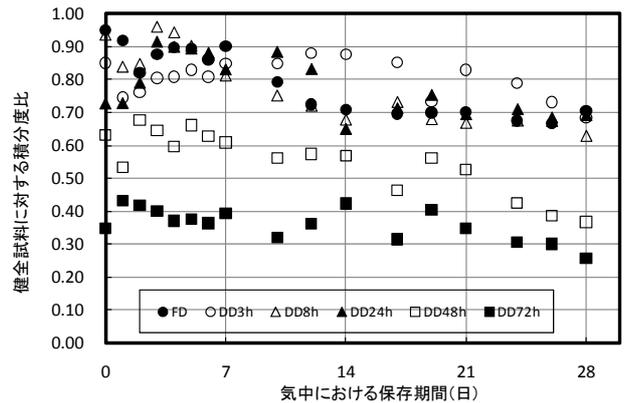


図-2 標準試料に対する気中保存の積分強度比

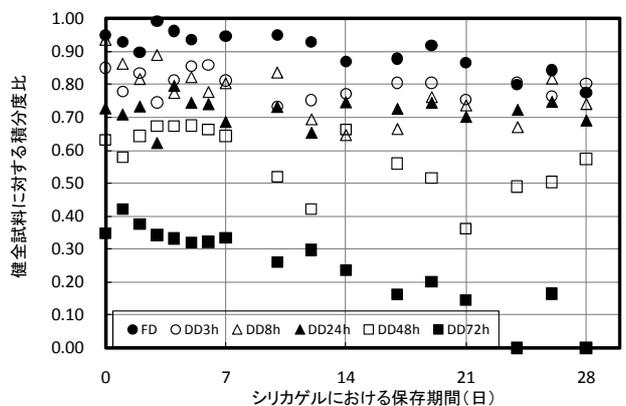


図-3 標準試料に対するシリカゲル保存による積分強度比

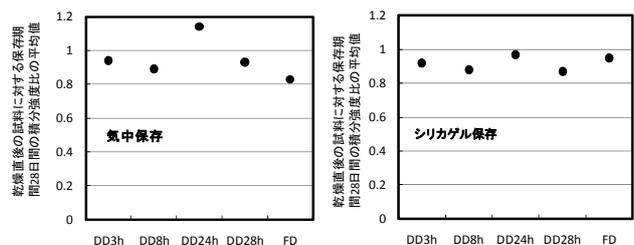


図-4 乾燥直後に対する保存期間28日間の平均強度比