

中性子準弾性散乱を利用したセメントの硬化過程における結合水の割合と細孔径分布の関係

茨城大学工学部 正会員：○沼尾 達弥、学生会員：当銘 葵、正会員：木村 亨
マイクロトラック・ベル株式会社 技術部 仲井 和之、中村 薫

1. はじめに

本研究では、セメントと水を練混ぜた直後から硬化後までの水和過程を対象として、中性子準弾性散乱を用いて測定した結合水・自由水の割合の変化過程の結果を踏まえ、その自由水が存在する空間としての細孔構造との関係を考察するために、窒素吸着法および水銀圧入法により細孔容積および細孔径分布の変化を求めた。その結果について報告する。

2. 実験方法

中性子準弾性散乱測定のために、J-PARC 所有の背面反射型分光器のダイナミクス解析装置 (BL0 2 DNA) を用いた。また、細孔容積・細孔径分布の測定では、窒素吸着(定容量)法による吸着等温線の測定、およびその後同じ試験体を用いて水銀圧入法により行った。

尚、細孔径分布測定には、中性子準弾性散乱測定試験体とは別に試験体を作製し、練り混ぜ後 10, 20, 30, 50 時間, 3, 7, 28, 84 日まで 20 °C で封緘養生を行ったものを用いた。また、材令に達した試験体については、測定開始まで水和を停止させるために、アルコールに浸漬し、その後、真空到達度 10Pa 以下で 1 ~ 3 日間真空排気した後に試験に用いた。

更に、セメント水和物の気孔率を求めるために、ピクノメータを用いて密度の測定も行った。

3. 実験結果

図 1 には、窒素吸着法によって得られた吸着等温線(吸着過程)の結果を、図 2 には、この結果を基に BET 解析を行い比表面積を求めた結果を示す。

この結果から、3 日目については特異となっているものの、養生期間が長くなるにつれ比表面積は増える傾向を示し、水和物の微粒化ないしは細孔構造の発達していることが分かる。

図 3 には、水銀圧入法により測定した累積細孔容積の結果を示している。材令が長くなるほど、細孔径の大きなものが減少し、全細孔容積そのものも減少していることが分かる。

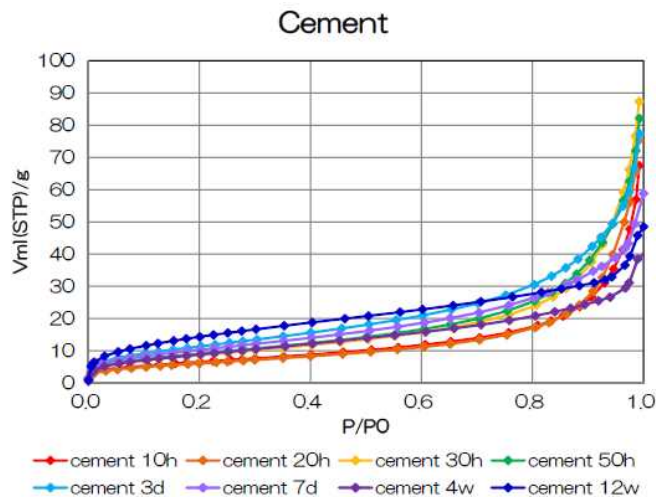


図 1 吸着等温線(窒素吸着法)



図 2 比表面積(窒素吸着法)

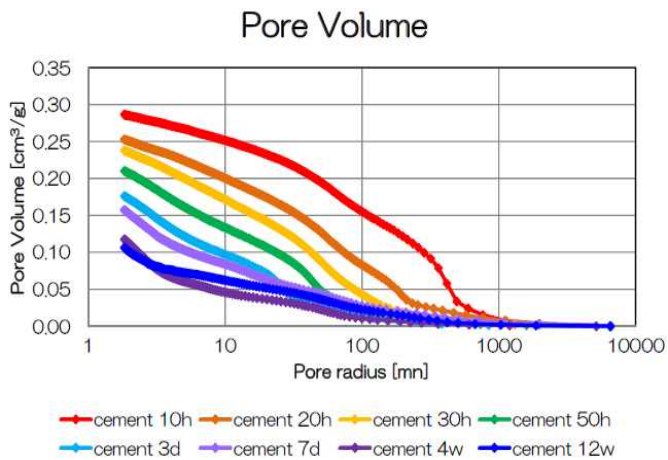


図 3 累積細孔容積(水銀圧入法)

キーワード 中性子準弾性散乱, セメント硬化体, 水和反応, 自由水, 結合水, 細孔径分布

連絡先：〒316-8511 茨城県日立市中成沢町 4-12-1 茨城大学工学部都市システム工学科 Tel:0294-38-5168

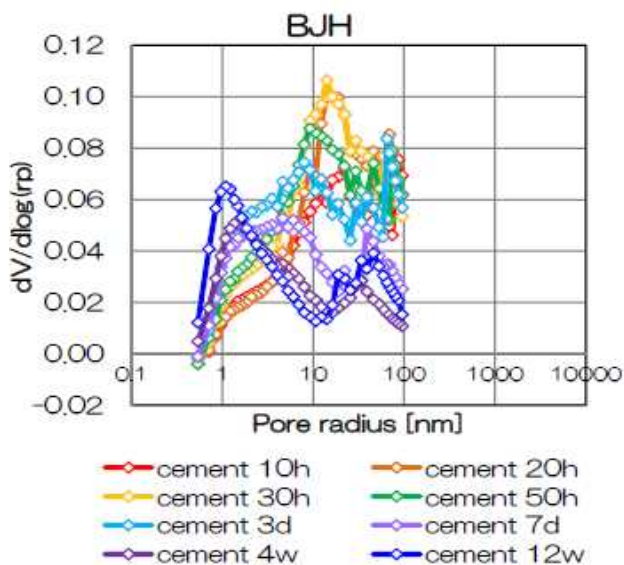


図4 細孔径分布(窒素吸着法)

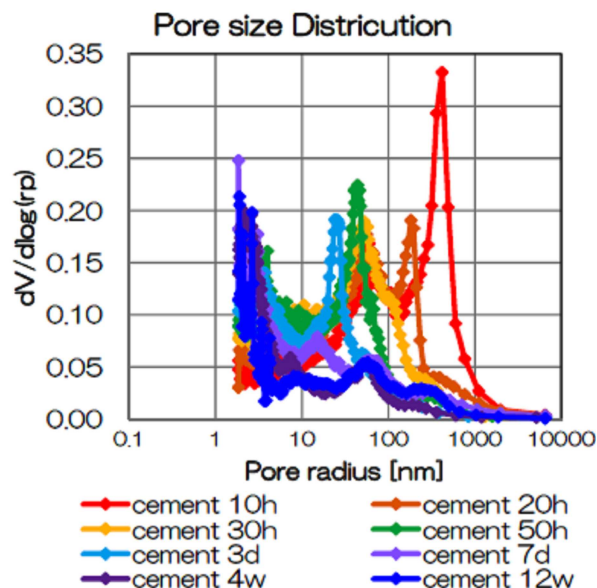


図5 細孔径分布(水銀圧入法)

これらの結果を用いて細孔径分布解析を行った。

窒素吸着法データでは、BJH 法を使用し吸着側の等温線よりメソ孔の細孔分布（体積分）を求めた。

その結果を図4に示す。また、水銀圧入法データでは、

得られた細孔容積の微分より求めた結果を図5に示す。これらの解析結果から、水和時間が長くなるにつれ

細孔径ピークが小さくなり、3日以降ではピークが二峰になっている事がわかる。また、水銀圧入法より解析した細孔径分布では、水和時間が短い10, 20時間では、

ピークが二峰あり、いずれも数百nmと大きな細孔（マクロ孔）が認められるが、水和が進むにつれマクロ孔が無くなり、メソ孔のピークがみられた。

これらの結果から、セメントの水和時間が進むにつれ、細孔径はマクロ孔からメソ孔へ、そしてよりマイクロ孔側へと変化している事がわかる。

図6には、水和物の密度測定結果を示す。セメント硬化時間が長くなる程、セメント水和物の密度が小さくなっていることが分かる。これは、測定に用いたHeガスが侵入できない閉鎖孔が、セメントの水和反応と共に増えていることが示唆される。

図7は、窒素吸着法および水銀圧入法により求めた細孔容積と、中性子準弾性散乱解析により求めた自由水や結合水の割合の変化を重ねて図示したものである。

この結果は、セメント硬化体内の自由水や結合水の変化と細孔量の変化が良い相関を示していることが分かる。今後、これらの結果を基に、細孔構造を形成する水和物（結合水）や、その中に含まれる自由水

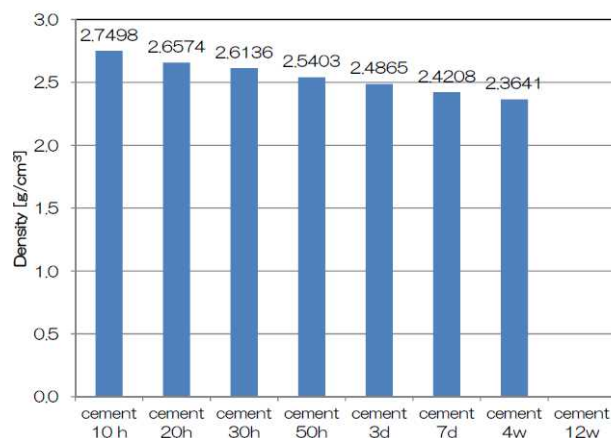


図6 粒子密度と材令の関係

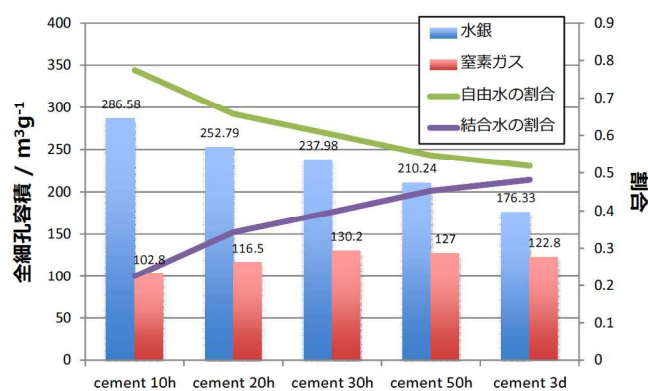


図7 細孔容積と自由水・結合水の関係

の関係を詳細に検討する予定である。

参考文献

例えば、「セメント・コンクリート中の水の挙動」、セメント・コンクリート研究会 水委員会, 1993.