

高炉セメント硬化体空隙の三次元微細構造と水分浸透性状との関係

東京都立大学 正会員 ○鎌田 知久

1. はじめに

コンクリートの空隙構造は、水分等の各種有害物質の移動性状に影響を及ぼす要因の一つであるが、その実態については未だ不明な点が多い。特に高炉スラグ微粉末を混和した硬化体では、空隙構造が複雑になるなど¹⁾、普通セメント硬化体とは異なる空隙構造を有することが明らかになりつつある。そこで本研究では、FIB-SEM による三次元微細構造観察²⁾により、高炉セメント硬化体の空隙構造の複雑性に関する視覚的情報を nm スケールで取得するとともに、空隙構造の複雑性と水分浸透性状との関係について検討した。

2. 実験概要

2. 1 使用材料および供試体概要

普通ポルトランドセメント（密度 3.16 g/cm³，粉末度 3110 cm²/g）および高炉スラグ微粉末 4000（密度 2.91 g/cm³，粉末度 3970 cm²/g）を使用し、水結合材比 60% のセメントペースト供試体を作製した。高炉スラグ微粉末の置換率は、0%（記号：N）、25%（記号：BA）および 50%（記号：BB）の 3 水準とした。フレッシュペーストは機械練り後、ブリーディングを抑制するため、数時間練り置きした後に練り返し（手攪拌）を行ってから φ50×100mm 円柱型枠の打込んだ。供試体は成形後 3 日で脱枠し、材齢 28 日まで 20℃の水中で養生した。養生後、40℃、30%RH の環境で 7 日乾燥させ、供試体底面から約 30mm の範囲から後述する試験ごとに所定の寸法に調整した小片試料を採取した。

2. 2 試験・観察概要

(1) 吸水試験：一辺が 5～10mm 程度の複数の小片試料（合計 10g 程度）を 20℃の水中に完全に浸せきし、5 分間の吸水量を測定した。また、5 分間の吸水量と浸せき前の試料質量から質量変化率を算出した。結果には、3 組の平均値を使用した。さらに、試験後に試料断面に水分検知剤を噴霧し、試料内部の吸水状況を観察した。

(2) 水分浸透試験：一辺が 5～10mm 程度の小片試料の一面を 20℃の水を染み込ませた紙製シート上に 5 分間静置した後に、試料の割裂断面に水分検知剤を噴霧

することで、目視により水分浸透深さ（中心 1 箇所）を測定した。結果には、7 つの試料の平均値を使用した。

(3) 水銀圧入試験：一辺が 5mm 程度の小片試料（約 2g）をアセトンに 24 時間浸せきし、その後 7 日以上真空乾燥させたものを用いて、水銀圧入法により総空隙量、ピーク径および連続空隙率を測定した。連続空隙率は、圧入と排出を 2 回繰り返すを行い、2 回目の圧入時に測定された空隙量を試料体積で除することで算出した。測定最小径は 10nm とした。

(4) 三次元微細構造観察（FIB-SEM）：本観察は、N および BB を対象に実施した。一辺が 3mm 程度の小片試料をアセトンに 24 時間浸せきし、その後 7 日以上真空乾燥させたものを観察に用いた。FIB-SEM による加工・観察条件として、FIB の加速電圧を 30kV、電流値を 3.0nA に設定し、試料の約 5×5μm の領域を 5nm 間隔で約 1000 回（5μm）研削し、研削面を SEM により撮像することで、約 1000 枚の積層画像データを取得した。そして、市販の画像解析ソフトを用いて画像データから空隙が多く存在する範囲を抽出し、それを三次元像に再構築することで、空隙構造の三次元画像（1×1×1μm）を取得した。ボクセルサイズは、5nm とした。

3. 実験結果・考察

吸水試験の結果を図 1 に示す。質量変化率は、N より BA、BB の方が大きくなった。しかし、試験後の試料断面（写真 1）を見ると、N は試料中心部まで水が浸透しているのに対して、BA は N と BB の間付近まで、BB は表層 1～2mm 程度までしか水が浸透しておらず、特に N と BB では浸透範囲に明確な違いが観察された。

水分浸透試験の結果を図 2 に示す。なお、写真 2 に示すように、高炉セメント硬化体においても水分検知剤の発色は明瞭であった。水分浸透深さは、写真 1 と同様に、BB、BA、N の順に小さくなった。

本研究では、吸水量と水分浸透深さに相関は認められなかった。これは、小池らの検討³⁾と同様に、普通セメント硬化体では水が空隙を完全に満たす前に内部へと浸透しているのに対して、高炉セメント硬

キーワード セメント硬化体、高炉スラグ微粉末、空隙構造、FIB-SEM、三次元微細構造、水分浸透
連絡先 〒192-0397 東京都八王子市南大沢 1-1 東京都立大学 TEL042-677-1111

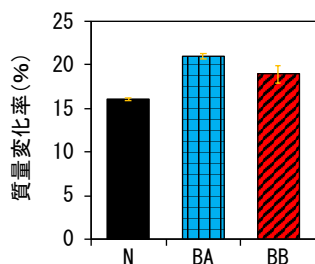


図1 質量変化率

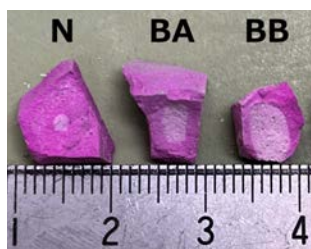


写真1 吸水試験後の試料断面の一例

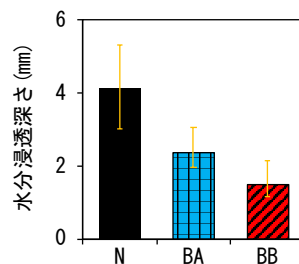


図2 水分浸透深さ

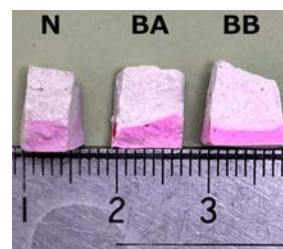


写真2 水分浸透試験後の試料断面の一例

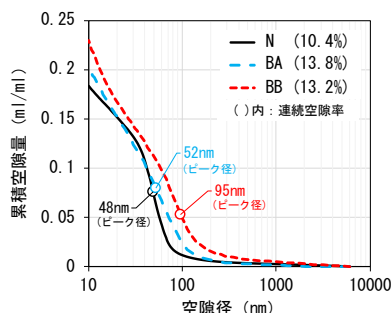


図3 累積空隙量, ピーク径, 連続空隙率

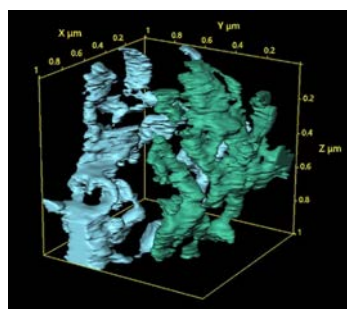


図4 空隙の三次元画像 (N)

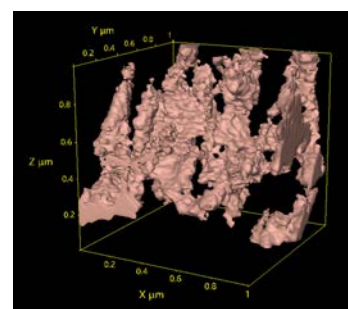


図5 空隙の三次元画像 (BB)

化体では水が空隙を満たしながら浸透しているような状況が生じているためであると考えられる。

累積空隙量, ピーク径および連続空隙率を図3に示す。水分浸透深さは, NよりもBA, BBの方が小さいが, いずれの空隙指標もNよりBA, BBの方が大きい結果となった。高炉セメント硬化体では, 微細な空隙が多く存在していることから, 複雑な空隙構造を有しているという報告もあり¹⁾, その複雑な構造が水分浸透性状に影響を及ぼしている可能性が高いと考えられる。

FIB-SEMによる空隙の三次元微細構造観察の結果を図4および図5に示す。数nmから数百nmまで大小様々な空隙が観察されたが, 図中には上下を貫通している空隙のみを抽出して示した。なお, Nは上面が, BBは下面が試料表面側となっており, 同色の空隙は連続していることを示している。図より, Nは試料表面から内部方向へと繋がる, $0.0372\mu\text{m}^3$ (青色) と $0.0465\mu\text{m}^3$ (緑色) の2つの独立した連続空隙が存在しているのに対して, BBは $0.1097\mu\text{m}^3$ (橙色) の一つの独立した連続空隙のみの存在が確認された。N, BB共に, 数百nmの空隙同士が数十nmの空隙により連結されている様子が観察されたが, 特にBBは隣接する粗大な連続空隙同士の連結性が高いという特徴が観察された。さらにBBでは, 図中XY軸方向(水平方向)への連続性が高いことが観察された。

以上より, 高炉セメント硬化体は, 空隙同士の連結

性が高く, より連続性の高い複雑な空隙網を形成していると考えられる。その結果, 水が空隙内を網羅的に浸透しやすくなり, 水が空隙を満たしながら浸透するのではないかと推察される。

4. まとめ

高炉セメント硬化体では, 水が空隙を満たしながら浸透するような状況が確認され, これが, 高炉セメント硬化体が空隙同士の連結性の高い複雑な空隙網を有することに起因していることを示唆する観察結果を得た。謝辞

本研究はJSPS 科研費 JP 20K14800 の助成および令和2年度土木学会吉田賞研究奨励賞の授与を受けて実施した。また, FIB-SEMによる観察は, 東京大学生産技術研究所・駒場分析コアの支援により実施された。ここに謝意を表する。

参考文献

- 1) 水野ら: 炭酸化した高炉セメント硬化体の空隙構造変化が水分浸透性に与える影響, コンクリート工学年次論文集, Vol.41, No.1, pp.665-670, 2019
- 2) 鎌田ら: FIB-SEMによる空隙構造の3Dイメージング, 土木学会第75回年次学術講演会概要集, V-408, 2020
- 3) 小池ら: 水分浸透速度係数試験におけるコンクリートの吸水量と水分浸透深さとの関係, コンクリート中への水分浸透評価とその活用に関する研究小委員会(362委員会)成果報告書およびシンポジウム講演概要集, pp.241-244, 2022