

未水和セメントの粒度分析による水和度および水セメント比の推定

金沢大学大学院 学生会員 池崎 由典
金沢大学大学院 正会員 五十嵐 心一
金沢大学工学部 フェロー 川村 満紀

1.序論

硬化コンクリートの水セメント比を把握することは、品質管理や耐久性評価において非常に重要である。これまで筆者らは、硬化コンクリート研磨面の反射電子像の画像解析と結合水量試験から水セメント比を推定する手法を提案してきた[1]。この方法により精度良く W/C を推定することは可能であるが、その一方において電子顕微鏡観察と結合水量の測定という 2 つの操作を含み、手順がやや煩雑であり、また計算結果は細骨材の推定誤差の影響を直接受ける。本研究では、顕微鏡観察のみで精度良く W/C を推定する方法の提案を目的として、セメント硬化体の反射電子像が未水和セメントに関する種々の情報を与える点に注目した。ステレオロジーに基づいて任意の材齢におけるセメント硬化体中の未水和セメントの粒度分析を行ない、これに反応厚さの概念を適用することによって水和度を評価することを試みた。さらに、その方法を硬化コンクリートに適用して水セメント比を推定することの可能性について検討を加えた。

2.実験概要

(1)使用材料および供試体作製 セメントは普通ポルトランドセメントを使用した。W/C=0.6 および 0.4 のセメントペースト供試体(φ50×100mm)を作製し、20℃水中養生を行った。また、セメントの水和反応開始時(練り混ぜ直後)の状態を把握するため、セメントとエポキシ樹脂を所定の体積割合で混合した供試体を作製した。コンクリートに使用した骨材は手取川産の川砂、川砂利(表乾密度 表-1 コンクリートの配合 2.57g/cm³、吸水率:粗骨材 2.73% 細骨材 2.29%)を使用し、粗骨材最大寸法は 10mm である。このコンクリートの配合を表-1 に示す。試料採取時の材齢は約 1 年である。

単位量(kg/m ³)				
W/C	水	セメント	粗骨材	細骨材
0.6	239	398	642	963

(2)反射電子像観察 セメントペーストおよびコンクリート供試体からセメントペースト部分を中心に 10mm 四方の大きさに切り出し、エタノールに 24 時間以上含浸し、水和反応を停止させた。その後、真空樹脂含浸装置によりエポキシ樹脂を含浸させた。硬化後、表面を耐水性研磨紙およびダイヤモンドスラリーを用いて研磨し、蒸着を行なって電子顕微鏡観察試料とした。電子顕微鏡観察の倍率を 500 倍とした。反射電子像観察により得られた画像を用いて、未水和セメントに関する 2 値化処理を行ない、個々のセメント粒子の面積から円相当径を求め、度数分布を求めた。また、未水和セメントの面積率を計測し、これを体積率に変換した。

(3)粒度分布の評価方法 セメント・エポキシ樹脂供試体の研磨面上に現れたセメント粒子の円相当径の度数分布を Schwartz-Saltykov の方法[2]に基づいて、3 次元空間における粒度の質量分布に変換し、未水和状態(初期状態)のセメントの粒度分布とした。セメントの水和反応は、粒子の反応厚さの増大をともなって進行し、この過程で未水和セメント粒子の径が減少するとし、式(1)を用いて反応厚さと水和度との関係をもとめた[3]。

ここに、αはセメントの水和度(%)、
R_{2δ}は反応厚さ δ の 2 倍以下の粒子の 累積(%), ΔR_iは粒径 R_i の質量百分率 (%)、α(d_i, δ)は粒径 d_i のセメント粒子が反応厚さ δ のときの水和度である。

セメントペースト供試体についても、所定材齢において研磨面上に現れる未水和セメントの反射電子像の 2 次元の粒子径に関する度数分布を、同様の方法により 3 次元の粒度分布に変換し、そこから平均径(質量中位径)

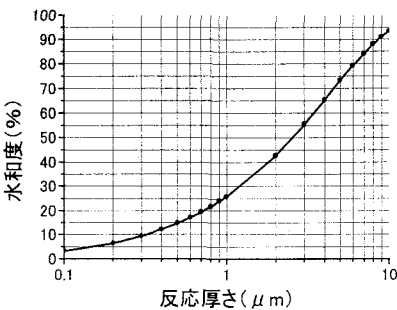


図-1 水和度と反応厚さの関係

を求めた。

(4)水セメント比の推定方法 水セメント

比は、反射電子像の画像解析から求めた未水和セメント粒子体積率と粒度分析から求め

$$V_{\text{int}} = V_{\text{uhc}} / \alpha \cdots (2)$$

$$W/C = (1 - V_{\text{int}}) \times \rho_w / (V_{\text{int}} \times \rho_c) \cdots (3)$$

た水和度を用いて、上式より推定した。ここに、 V_{int} は初期状態のセメント体積率、 V_{uhc} は反射電子像の画像解析により計測された未水和セメント体積率(%)、 ρ_w は水の密度(g/cm³)、 ρ_c はセメントの密度(g/cm³)である。

3.結果および考察

図-1に、セメント・エポキシ模擬供試体で得られた3次元粒子径分布に関して、セメントの反応厚さを変化させたときの水和度と反応厚さの関係を示す。反応厚さが10 μm を超えると、水和度はほぼ100%に達する。

図-2に、模擬供試体の粒度分布において反応厚さを変化させたときの質量中位径と反応厚さの関係を示す。両者の関係は、ほぼ一直線上にあることが確認できる。したがって、同じセメントを使用していれば任意の材齢の供試体の研磨面から質量中位径が3次元的に評価できれば、そのときのおよその反応厚さが求められることになる。

図-3にW/C=0.6のセメントペーストの質量中位径の材齢の進行にともなう変化を示す。なお、図中には2次元で求めた平均径の変化も合わせて示す[4]。微小な粒子は水和反応により消失し、また切断面では大きな粒子が現れる確率が大きくなるため、2次元では質量中位径は増大し、セメントの水和反応の進行を捉える事はできないが、3次元の分布を考慮すると質量中位径は材齢の進行にともない減少している。

図-4は、セメントペースト研磨面の未水和セメントの3次元粒度分布における質量中位径から水和度を求めた結果を示したものである。材齢1日で約50%のセメントが反応し、材齢91日では90%程度に達している。また、断面の未水和セメントの面積率から求めた水和度変化と粒度分布の変化から求めた水和度はほぼ一致し、本手法により水和度推定が可能であることを示している。

表-2は、コンクリート試料にこの手法を適用した結果を示したものである。水セメント比で2%程度の誤差を生じているが、かなり高い精度を有しており、残存未水和セメント粒子の粒度分布にステレオロジーの考え方と反応厚さの概念を導入することにより、水和度を推定することは可能なようである。しかし、水和反応の初期値となるセメント粒度分布はセメントによって異なるものと考えられ、今後複数の試料に対して評価を行い、この手法の有用性を検証する必要がある。

4.まとめ

反射電子像の画像解析結果からステレオロジーに基づいて3次元の粒度分布を求めた。この粒度分布を用いて求めた水和度およびW/Cは実測値とほぼ一致し、残存未水和セメントの粒度分布から硬化コンクリートの水セメント比を推定することが可能であった。

参考文献 [1]池崎由典、五十嵐心一、川村満紀 土木学会第58回年次学術講演会講演概要集、V-216,2003

[2] R.T.Dehoff,F.N.Rhines,Quantitative Microscopy, 1983

[3] Bjarne Osbaeck,Vagn Johansen, J.Am.Ceram.Soc.,72[2] pp197-207 (1989)

[4]五十嵐心一、渡辺暁央、川村満紀 コンクリート工学年次論文集,Vol.25,No1,2003

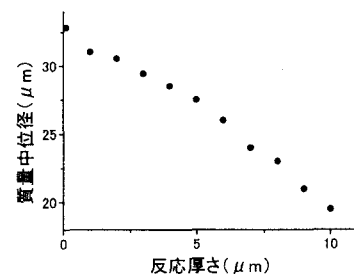


図-2 反応厚さと質量中位径

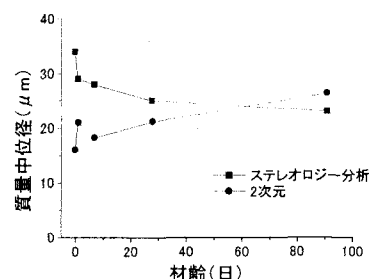


図-3 質量中位径の変化

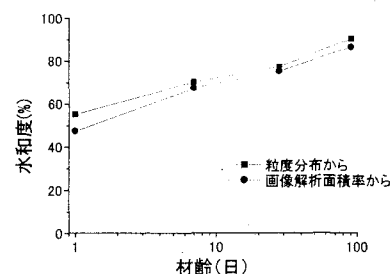


図-4 W/C=0.6の水和度変化

表-2 水セメント比の推定結果

測定値	推定値	
未水和セメント体積率(%)	水和度(%)	W/C
3.557	90	0.58