粗大毛細管空隙の空間分布特性とセメントペーストの透水性の関係

1.序論

コンクリートのような多孔質材料において、細孔構 造は物性を決定付ける最大の要因である。細孔の3次 元構造を把握することは容易ではないが、2次元断面 の情報に2次のステレオロジーを適用すれば、3次元 構造に関する巨視的物性に関連した種々のパラメータ を得ることができる。

本研究においては、セメントペーストの粗大毛細管 空隙に関する2点相関関数から、透水性に関するパラ メータを評価し、それらと透水係数の関係を明らかに する.そして、電子顕微鏡観察にて検出される比較的 径の大きな粗大毛細管空隙が、セメントペーストの透 水性の決定において果たす役割について検討すること を目的とする.

2. 実験概要

(1)電子顕微鏡観察 水セメント比 0.4, 0.5, 0.6 の セメントペーストを作製し, 打設後 24 時間にて脱型 し, その後所定材齢まで 20℃の水中養生を行った. 材 齢 1, 7 日において, 厚さ 10mm, 直径 25mm 程度の 円盤状試料を切り出し, エタノールを使用した傾斜溶 媒置換法により内部水分を除去した. その後, t-ブチ ルアルコールで置換し, 凍結真空乾燥を行った. 真空 樹脂含浸装置にてエポキシ樹脂を含浸させ, 表面を耐 水研磨紙およびダイヤモンドスラリーを使用して注意 深く研磨し, 反射電子像観察試料とした.

(2) 画像取得方法 1 つの試料から観察倍率 500 倍 にて無作為に抽出した 10 断面の反射電子像をパーソ ナルコンピュータに取り込んだ.1 画像は 1148×1000 画素からなり、1 画素は約 0.22 µ m に相当する.取り 込んだ 10 枚の画像に対してグレースケールに基づい て 2 値化を行い、粗大毛細管空隙(径 0.22 µ m 以上)を 抽出した 2 値像を得た.

(3)2 点相関関数 2 点相関関数とは、ある一定の長 さの線分をランダムに落としたときにその両端が同一 相に載る確率関数である. 今, セメントペースト中の 粗大毛細管空隙を *P* とし、次のような指示関数を考え る.

$$I(\mathbf{x}_{i}) = \begin{cases} 1 & (\mathbf{x}_{i} \in P) \\ 0 & (\mathbf{x}_{i} \notin P) \end{cases}$$
(1)

 $x_i \in P$ である確率を $P\{I(x_i)=1\}$ と書くことにすると, 任意の長さの線分の両端 x_1, x_2 が同一相に載ることは, 同時確率 $P\{I(x_i)=1, I(x_2)=1\}$ を満たすことであり, これより2点相関関数 $S_2^{(P)}(r)$ は(2)式で定義される.

$$S_{2}^{(P)}(\mathbf{r}) = \langle I(\mathbf{x}_{1}) I(\mathbf{x}_{2}) \rangle$$

= $P \{ I(\mathbf{x}_{1}) = 1, I(\mathbf{x}_{2}) = 1 \}$ (2)

ここに, **r** = **x**₂ − **x**₄ であり, 〈〉 は期待値を意味する. 2 点相関関数からは, 3 次元空間量のパラメータで

ある比表面積 S_v や、多孔質材料の透水性に関するパラメータ λ_b が求められ、その定義は次式にて与えられる.

$$S_{V} = \frac{d}{dr} S_{2}^{(P)}(r) \Big|_{r=0}$$
(3)

$$\lambda_{b} = \left(\int_{0}^{\infty} \left[S_{2}^{(P)}(r) - S_{2}^{(P)}(0)^{2} \right] r \, dr \right)^{\frac{1}{2}} \tag{4}$$

また、多孔質材料の透水係数(k)は、空隙の体積率を $\phi \{= S_2^{(P)}(0)\}$ とすると、パラメータ λ_b は透水係数の 上界値に現れ、(5)式のような関係がある.

$$k \le a \frac{\lambda_b^2}{\left\{1 - \phi\right\}^2} \qquad a : \mathbb{E}_{\infty}$$
(5)

(4)2 点相関関数の求め方 2 点相関関数を求める ために,放射線のテンプレートを用いた(図・1).2 値像 の任意の位置にテンプレートを置き,原点と各方向の 放射線の先端が粗大毛細管空隙上にある確率を計算し た.放射線の長さは0から最大100 画素まで変化させ て,それぞれの距離に対応する2 点相関関数を求めた. この操作を画像上の複数の箇所で総点数10000 点と

なるまで繰り返し行 い,2 点相関関数を 求めた.

(5)セメントペース
トの透水係数の推定
未水和セメ
ント粒子の体積率から水和度を求めた.

図-1 2 値像の例と放射線 テンプレートの模式図

求めた水和度から Powers のモデルを用いて全毛細管 空隙量を計算し,参考文献[1]にて与えられるグラフよ りセメントペーストの透水係数 k を推定した.

3. 結果および考察

図-2は粗大毛細管空隙の2点相関関数を示したもの である.2点相関関数は水セメント比および材齢の進 行によって変化しており、特にその相違は体積率に加 えて、正の相関を示す距離に現れているようである.

図・3 は、粗大毛細管空隙の体積率 ¢ とセメントペーストの透水係数 k との関係を示したものである.水セメント比 0.5 と 0.6 の材齢 1 日の全毛細管空隙量は極めて高く、参考文献[1]のグラフから透水係数を推定できないため、この 2 点をプロットから除くと、全毛細管空隙率を用いた場合と同様に、透水係数は空隙率¢の増大にともない指数的に増大する傾向にある.

図-4は、粗大毛細管空隙の比表面積 S_v とセメント ペーストの透水係数 k との関係を示したものである. 比表面積の増大とともに透水係数は増大し、この関係 は、一般的な多孔質材料に認められる傾向とは異なる.

図-5 は 2 点相関関数から求めたパラメータ λ_bの材 齢の進行にともなう変化を示したものである.いずれ の水セメント比においても、材齢の進行にともなって λ_bは低下し、また水セメント比が高いほど λ_bの値は 高いことがわかる.

図-6 $k \lambda_b^2 / \{1 - \phi\}^2$ とセメントペーストの透水係 数 k との関係を示したもので、両者の間には直線的な 関係が認められる. (4)および(5)式は、砂岩のような全 空隙が互いに連結した空隙率の大きな多孔質材料に対 して適用される関係式である.しかし、セメントペー ストに対してこのような直線関係が存在することは、 細孔寸法が広範囲にわたり、連結しない細孔が多数存 在する非常に複雑な細孔構造を有する場合であっても、





毛細管空隙の一部を定量評価するだけでセメントペー ストの透水性が推定できる可能性を示し、また、粗大 な毛細管空隙構造はセメントペーストの透水性を決定 する重要な要因であることを示唆している.

4. 結論

粗大毛細管空隙の2点相関関数から求められる種々 の透水性に関するパラメータのうち,空隙率は透水性 と関連するものと推察されるが,空隙の比表面積から 透水性を評価することは困難なようである.しかし, 空隙分布の正の相関性と,固体体積率(画像解析の分解 能以下の微細空隙を含む)を組み合わせたパラメータ と透水係数の間には良好な相関性が認められた.画像 解析において定量評価できる空隙は全毛細管空隙の中 でも比較的径の大きなものだけであるが,この構造を 適切に評価することによって,セメントペーストの透 水性を推定することの可能性が示唆された.

参考文献 [1] Powers, T.C., research Department Bulletin, 90, Researh and development laboratories of the Portland cement association, 1958.