

第V部門

高含浸型シラン系含浸材のラマン分光特性

京都大学 学生会員 ○鈴木 優人 京都大学 正会員 高谷 哲
 株式会社島津テクノリサーチ 非会員 羽村 陽平 BASF ジャパン株式会社 非会員 星 博夫
 京都大学 正会員 山本 貴士 京都大学 正会員 高橋 良和

1. 研究目的

シラン系含浸材の浸透深さを非破壊で評価する技術が確立されていない。そこで本研究では現場で用いることができ、非破壊で浸透深さを評価できる可能性のある手法としてラマン分光分析に着目し、高含浸型シラン系含浸材のラマン分光特性を評価することとした。

2. ラマン分光分析を用いた浸透性評価

2.1 はじめに

シラン系含浸材をコンクリート表面に塗布した際にラマン分光分析で浸透性を評価できるか検討を行った。

2.2 実験概要

100mm×100mm×100mmでW/C=40%の角型コンクリート供試体を作成し、4週間の養生後にシラン系含浸材を規定量の600mL/m²塗布した。シラン系含浸材を塗布後2週間の養生期間を設け、湿式で断面を作成した。

2.3 実験結果

W/C=40%の供試体断面をラマン分光分析した結果を図-1に示す。シラン系含浸材はC-H結合を含んでいると考えられ、そのピークは2700~3000(cm)付近のピークに現れる¹⁾。このピークに着目すると、分析する位置が深くなるほどそのピークが減少していくという結果が得られた。また、6-9mmの区間までは相対的に大きいピー

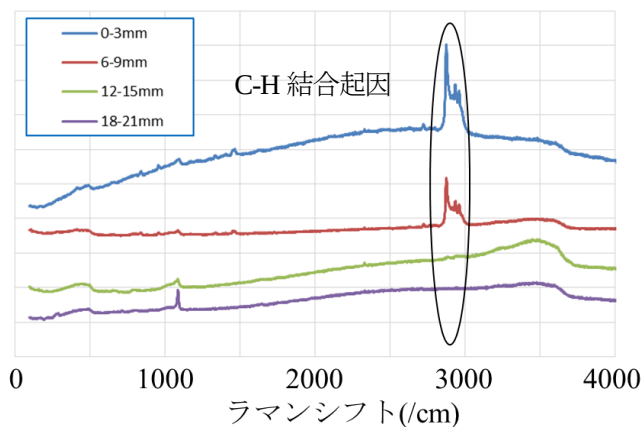


図-1 W/C=40%のラマンスペクトル

クが確認され、12-15mmでは相対的に小さいピークが確認できた。18-21mmの区間ではほとんど確認できないという結果になった。

ラマン分光分析で得られた結果がシラン系含浸材の浸透深さを正しく評価できているか確認するために供試体の断面の一部を浸水させ、吸水防止層の形成位置を確認した。その様子を図-2に示す。

吸水防止層の形成した深さを観察した結果、塗布表面から12.5mmの位置まで確認できた。この結果はおおよそラマンスペクトルで確認できた深さと一致している。そのため、ラマン分光分析を用いることで吸水防止層が形成できる濃度までは確認できることが分かった。



図-2 吸水防止層の形成深さ

3. シラン系含浸材のラマン分光特性

3.1 はじめに

前章で、ラマン分光分析を供試体の断面に用いることでシラン系含浸材の濃度を推定できる可能性が得られた。しかし、シラン系含浸材に起因すると考えられるピークが複数存在し、反応の進行に従ってそのピークが変化する可能性がある。そのため、シラン系含浸材のラマン分光特性と、そのスペクトルが反応の進行にしたがって変化する様子を確認した。

3.2 実験結果

シラン系含浸材が吸水防止層を形成するまでの反応の過程を図-3に示す²⁾。シランには、加水分解性の官能基 R_2 , R_3 , R_4 と疎水基 R_1 の4種類のアルキル基が存在する。シラン系含浸材が吸水防止層を形成するまでに、加水分解反応と、2段階の脱水縮合反応が起こるといわれている。また、シランの反応の速度は pH に大きく影響を受けることが知られており、コンクリート中のように高アルカリ環境下では加水分解反応が律速段階となることが知られている³⁾。2700~3000(cm^{-1})の間に存在するピークのうち反応の進行で変化しないと考えられる R_1 のピークを特定するため、シラン系含浸材の原液、シリカに侵入させて3時間後、14日後にラマン分光分析を行った。その結果を図-4に示す。

原液を分析した際に現れた青の点線で示した 2880, 2930, 2980(cm^{-1})のピークは反応の進行とともに、相対的に減少しているため、シランに含まれる加水分解性官能基に起因するピークだと考えられる。一方、赤の点線で示した 2920, 2960(cm^{-1})では反応が進行するにしたがってピークが増加している。2920(cm^{-1})はシリカに侵入させて3時間後には確認できないため、2960(cm^{-1})のピークが加

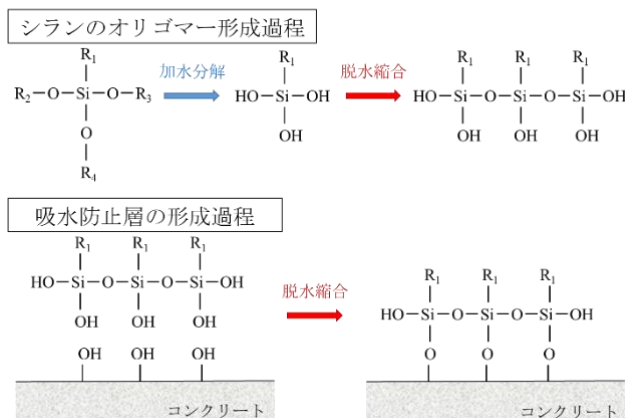


図-3 シランの反応概要

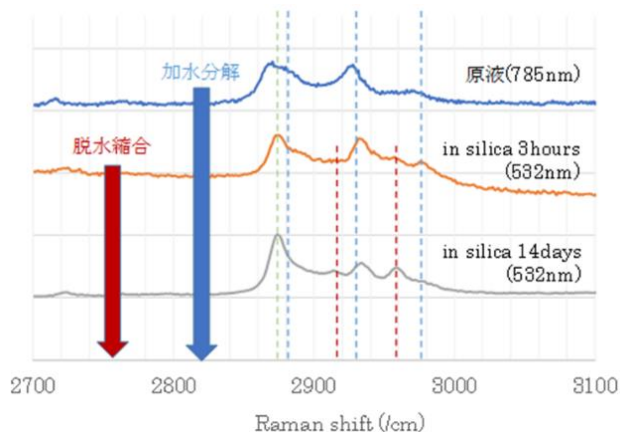


図-4 シランのラマンスペクトル

水分解反応によって生成した $Si-OH$ (シラノール)起因、2920(cm^{-1})のピークはシラノールと脱水縮合によって生成した $Si-O$ 起因であると考えられる。緑の点線で示した 2870(cm^{-1})に現れるピークは他のピークと比較したとき相対的に変化していないため、疎水基の R_1 であると考えられる。

3.3 今後の検討項目

2870(cm^{-1})に現れるピークに着目することで本研究で用いた高含浸型シラン系含浸材の浸透深さを評価できる可能性が得られた。ただし、ラマン分光分析で得られるピーク強度は測定条件によって変化してしまうため、相対的にシラン系含浸材を評価する工夫が必要である。

4. まとめ

本研究では、シラン系含浸材の浸透深さを現地で用いることができる可能性のあるラマン分光分析で評価ができるか検討を行った。その結果得られた結論を以下に示す。

- (1) シラン系含浸材をコンクリート供試体に塗布し、その断面のラマンスペクトルでは、2700~3000(cm^{-1})付近に特徴的なピークが現れた。
- (2) コンクリート供試体の塗布表面からの距離が大きくなるほど得られるピークが小さくなった。このピークの減少する傾向が得られれば、非破壊で浸透深さを評価できるのではないかと考えられる。
- (3) シラン系含浸材が吸水防止層を形成するまでの反応をラマン分光分析で確認できた。シランが吸水防止層を形成するには、加水分解反応、シラノールのオリゴマーを形成する脱水縮合反応、コンクリート中の骨材やセメントペーストとの脱水縮合反応の3段階存在する。それぞれの反応の進行に伴って増減するピークが存在するが、反応に寄与しないと考えられる疎水基 R_1 のピークが 2870(cm^{-1})に現れることが分かった。

参考文献

- 1) 古屋伸茂樹, 山路洋, 茂呂端生, 遠藤茂寿: ラマン分光法によるプラスチック素材特性の判定法の検討, 粉体工学会誌 Vol.39, No.3, pp.190-195, 2002
- 2) 信越化学工業株式会社: シランカップリング剤, 2010
- 3) 東レダウコーニング株式会社: シランカップリング剤, 2007