

光学顕微鏡を用いたセメントの初期水和形態観察に関する検討

広島大学工学部 正会員 河合 研至
 広島大学大学院 学生員 ○梶谷 誠

1. はじめに

セメントの初期水和における凝集構造発達過程はセメントの硬化過程と密接に関連する。このような微視的観察は、水中浸漬可能なレンズを用いた光学顕微鏡を用いることで可能となる。しかし、この場合、練混ぜ水や水粉体比の変化によって水和時の形態変化に著しい影響が及ぼされると思われる。そこで本研究では、セメント鉱物の中でも初期水和反応性の高い C_3A と速硬性を有するジェットセメントについて、練混ぜ水の組成および水粉体比を変化させ、初期水和形態の観察手法に関して比較・検討を行った。

2. 実験概要

試料はカルシウムアルミネート化合物として合成 C_3A を用い、混練水には飽和、1.5g/ℓ、1.0g/ℓ、0.5g/ℓの二水石膏溶液を用いた。また、合成 C_3A の水和と比較するため市販のジェットセメントも用い、混練水には、0.1NのKOH溶液、0.1NのNaOH溶液を適宜組み合わせて所定の濃度の溶液として用いた。同一鉱物であっても水和反応による反応生成物は溶液の組成および水粉体比によって異なる。そこで鉱物を混練する溶液の組成および水粉体比を変化させ、反応生成物の形態ならびに水和結晶の発達過程を光学顕微鏡を用いて一定時間間隔ごとに観察し、写真撮影を行った。また、光学顕微鏡にはCCDカメラを介してビデオとモニターを接続し、水和反応の経時変化を追いやすくした。併せて、光学顕微鏡観察に用いた配合で、得られた試料を走査型電子顕微鏡を用いて C_3A ならびにジェットセメントの水和反応生成物を把握した。

光学顕微鏡は接眼レンズ10倍、対物レンズ40倍のものを使用し、対物レンズには水中浸漬の可能な水浸レンズを使用し、写真撮影にあたっては透過光を使用した。

3. 実験結果及び考察

代表的な観察結果ならびに考察を以下に示す。

C_3A 10mgを飽和二水石膏溶液3.0ccに浸漬したときの形態変化を写真-1に示す。

接水10分後から C_3A 粒子の周りに微細なエトリンガイトが生成している。そして、このエトリンガイトは時間の経過とともにあまり長くは成長せず、1時間後には析出したエトリンガイトが液相中で見られるようになった。さらに2時間後にはその数は増え析出したエトリンガイトで液相部が埋めつくされた。

ジェットセメント10mgを脱イオン水3.0ccに浸漬し、0.1NのNaOH溶液を0.1cc添加したときの形態変化を写真-2に示す。

接水直後から粒子表面において局所的にエトリンガイトが生成した。その後、ゆっくりと成長し接水後1時間でエトリンガイトの本数は多少なりとも増えはしたものの長くは成長しなかった。接水後6時間でおおくとエトリンガイトは成長を続けたがこれ以降は著しい変化は見られなかった。ジェットセメントを脱イオン水に浸漬した場合には、粒子表面においてエトリンガイトの生成が認められなかったことから、アルカリの供給によりエトリンガイトの生成が促進されたものと思われる。また、粒子表面の局所部よりエトリンガイトの生成が見られたのは、カルシウムアルミネート組成の鉱物がジェットセメント表面のその部分を占めていたためと考えられる。

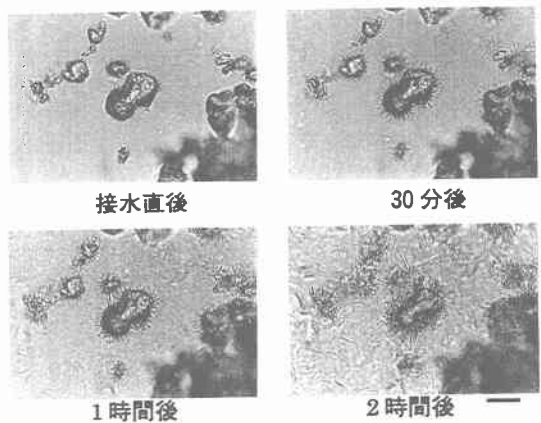
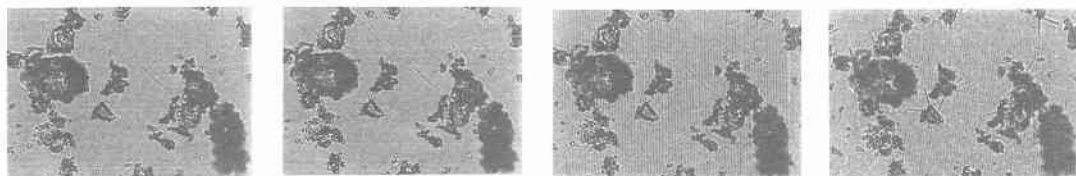


写真-1 飽和二水石膏溶液に浸漬した C_3A



接水直後

1時間後

3時間後

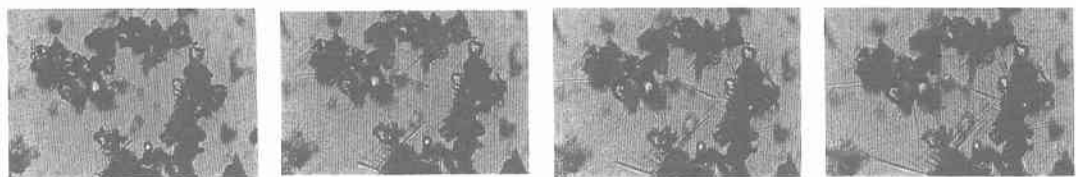
6時間後

写真-2 脱イオン水に浸漬し0.1NのNaOH溶液0.1ccを添加したジェットセメント

20 μ m

ジェットセメント10mgを0.1NのNaOH溶液3.0ccに浸漬したときの形態変化を写真-3に示す。

接水直後より粒子表面から細いエトリンガイトが生成し、接水1時間後にはエトリンガイトの針状結晶で液相部が埋め尽くされるほどに成長した。これは、脱イオン水3.0ccに0.1NのNaOH溶液0.1ccを添加したときと比べて明らかにアルカリが高いためエトリンガイトが安定となり成長が促進されたものと思われる。また、写真-2と比較して、粒子表面からエトリンガイトの生成が見られる箇所が写真-3の方が多くっており、供給されるアルカリ量の相違により接水直後に粒子表面で生じる反応ならびに水和生成物が異なることがわかった。



接水直後

1時間後

3時間後

6時間後

写真-3 0.1NのNaOH溶液に浸漬したジェットセメント

20 μ m

次に、水粉体比100%の場合の C_3A 及びジェットセメントにおける走査型電子顕微鏡写真を写真-4(a)～(b)に示す。尚、試料は接水後10分のもを観察用試料として用いた。

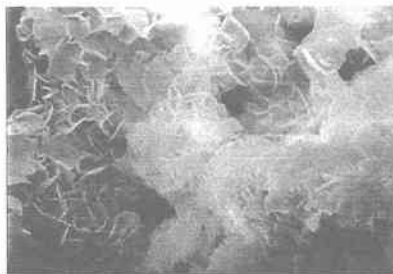
C_3A の場合、モノサルフェートが全体にわたって生成している。しかし、ジェットセメントの場合、

エトリンガイトが所々で見られるものの、その他の水和生成物を認めることは出来なかった。

4. まとめ

本研究の観察及び実験結果より以下の結論が得られた。

- (1) ジェットセメントにおける練混ぜ水の組成変化は、エトリンガイトの生成・成長に多大な影響を及ぼすため、さらにさまざまな練混ぜ水の影響を検討する必要がある。
- (2) 合成 C_3A やジェットセメントの形態変化は練混ぜ水の組成によって変化し、その形態変化はわずかな組成変化によっても生じる。

写真-4(a) C_3A の
走査型電子顕微鏡写真20 μ m写真-4(b) ジェットセメントの
走査型電子顕微鏡写真