

光学顕微鏡によるカルシウムシリケート系鉱物の微視的観察

広島大学工学部	正会員	田澤	榮一
広島大学工学部	正会員	○河合	研至
広島大学大学院	学生会員	梶谷	誠
広島大学工学部	学生会員	井上	貴博

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使用することで可能となる。昨年度ま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実験を行い、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異なり、その形態変化はわずかな組成変化によっても生じることを明らかとしてきた¹⁾。そこで今年度はセメントの硬化過程と密接に関連するカルシウムシリケート系鉱物について脱イオン水、アルカリ溶液とそれぞれ練混ぜたときの形態変化を光学顕微鏡により観察した。

2. 実験方法

カルシウムシリケート系鉱物として C_3S 、 C_2S を使用した。混練水として 0.1 規定 $NaOH$ 溶液、0.1 規定 KOH 溶液、脱イオン水を用い、 C_3S 、 C_2S の水和にともなう形態変化の観察を行った。観察には水中浸漬可能な対物レンズを装備した光学顕微鏡を使用し、倍率は対物レンズ 40 倍、接眼レンズ 10 倍とした。光学顕微鏡にはカメラをとりつけ写真撮影、または CCD カメラを介してビデオと接続、録画し、水和反応の経時変化を追いやすくした。併せて、粉末 X 線回折、示差熱重量分析、走査型電子顕微鏡、エネルギー分散型 X 線分析装置により水和生成物の分析、観察を行い、カルシウムシリケート系鉱物の水和反応について検討した。

3. 実験結果および考察

代表的な観察結果及び考察を以下に示す。

C_3S 3.0g と 0.1 規定 $NaOH$ 溶液 30ml を練混ぜたときの形態変化を写真 1 に示す。接水直後から接水 2 日後まで液相部に $Ca(OH)_2$ の核生成が行われ、その後消滅した。また接水 6 時間後から一部の粒子において表面に $Ca(OH)_2$ 結晶が生成し、その後成長を続けた。接水 40 時間後からは液相部において C-S-H と思われる棒状の水和物が生成しはじめ、その後成長を続けた。

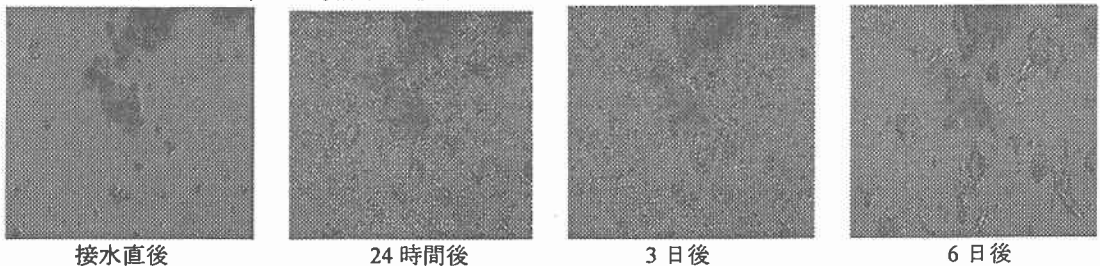


写真 1 C_3S 3.0g と 0.1 規定 $NaOH$ 溶液 30ml を練混ぜたときの形態変化

C_3S 3.0g と 0.1 規定 KOH 溶液 30ml を練混ぜたときの形態変化を写真 2 に示す。時間の経過とともに液相部では $Ca(OH)_2$ の核生成が、粒子表面ではゲル状の水和物が生成している。

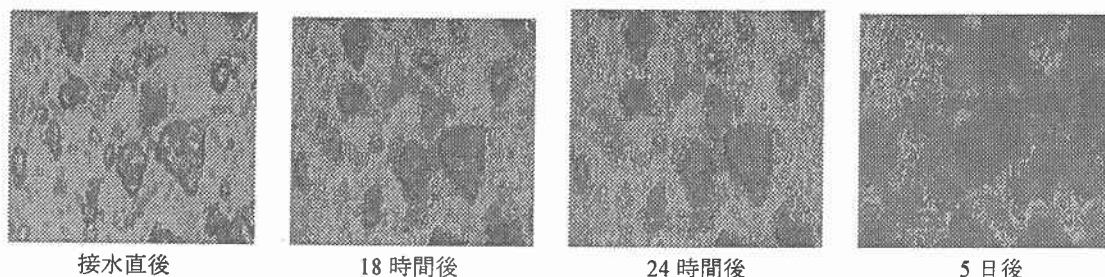


写真2 C_3S 3.0g と 0.1 規定 KOH 溶液 30ml と練混ぜたときの形態変化

C_3S 3.0g と脱イオン水 30ml を練混ぜたときの形態変化を写真3に示す。接水後 24 時間程度から粒子表面において C-S-H と思われる水和物が生成しているが、液相部では変化は見られない。

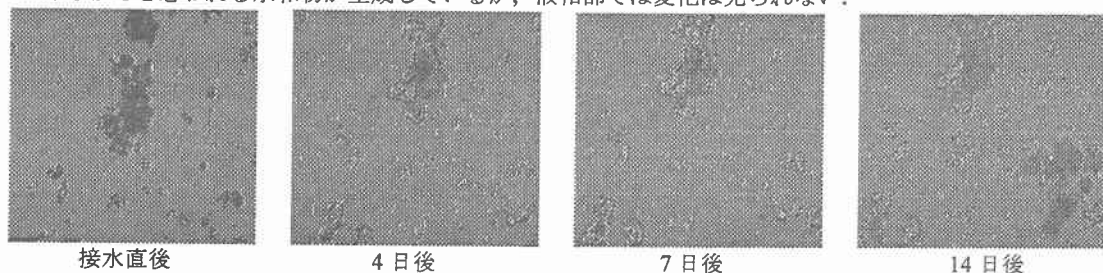


写真3 C_3S 3.0g と脱イオン水 30ml を練混ぜたときの形態変化

以上の結果より、液相部での $Ca(OH)_2$ または C-S-H の核生成は溶液中に十分な OH^- イオンが存在する場合についてのみ起こり、粒子表面および周辺では活発に水和物の生成が行われることがわかる。また C_3S を KOH と練混ぜたときの接水 4 日後の走査型電子顕微鏡写真を写真4に示す。網の目状の C-S-H TYPE II とその表面から析出した $Ca(OH)_2$ を見ることができる。また示差熱重量分析では $Ca(OH)_2$ 、C-S-H の吸熱ピークが確認され、観察結果と一致したが、粉末 X 線回折においては C-S-H の存在は確認できなかった。これは C-S-H が低結晶相であり回折ピークが現れにくいためであると思われる²⁾。また、観察からは C_3S と C_2S について反応速度に顕著な差は見られなかったが、機器分析からは C_2S の水和物の生成量、生成速度が C_3S のそれより明らかに低いことが確認された。

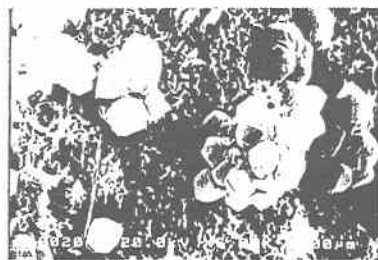


写真4

$C_3S + KOH$ 4 日後の SEM 写真

4. 結論

カルシウムシリケート系鉱物の水和反応は溶液中のイオン強度の影響を強く受けることが分かった。すなわち、イオン強度が高い場合には液相部ならびに粒子表面で $Ca(OH)_2$ または C-S-H の核生成が起こり、イオン強度が低い場合には粒子表面およびその近傍においてのみ水和物が生成した。

【参考文献】1)河合研至他：光学顕微鏡を用いたセメントの初期水和形態に関する検討，第48回土木学会中国支部研究発表会発表概要集、pp533~534，1996，5。

2)荒木康夫：セメントの材料化学，大日本図書，pp125~129，1984。