

# 論文 セメントペーストの打ち込み高さごとの空隙構造の違い

胡桃澤 清文<sup>\*1</sup> ・ 田中 享二<sup>\*2</sup>

**要旨**：セメントペーストの空隙構造は打ち込み方向から表層部、中層部、下層部によって大きく違うことが予想される。一般的に表層部の構造は粗いといわれているがどのような構造の差であるかをガリウム圧入法で測定、EPMA 測定により画像化しさらに定量的評価を行った。その結果、表層部では大きくその構造は他の部位とは異なり粗い構造であることが明らかになった。またその表層部の構造を材齢 7日と 28 日を比較したとき、材齢 28 日経過した後でもそれほど改善されないことが画像から明らかとなった。

**キーワード**：表層、細孔構造、画像化、打ち込み高さ、ガリウム圧入

## 1. はじめに

コンクリートの物性を理解する上で、その細孔構造を測定することは重要な要因の一つである。細孔構造は透気・透水およびその強度にも影響していると言われている。現在はセメント硬化体の細孔構造を測定する方法として水銀圧入法<sup>1)2)</sup>が広く利用されている。しかしこの測定法は細孔量および細孔径ごとの分布を測定することは出来るが、細孔の形態及びその位置情報を得ることができない。そこで筆者等は水銀圧入法では得ることが出来ないこれらの情報を知る測定法<sup>3)</sup>を開発し、セメント硬化体の細孔構造を可視化することを試みた。その測定法を用いて各種条件下におけるセメント硬化体の細孔構造の変化を画像として明らかにすることをを行った。

さらにセメント硬化体の細孔構造を把握するために材齢、水セメント比を変えた試験体の可視化を行った。その測定結果から画像として表すことにより空隙の分布、形状が明らかになった。つまり画像にすることによりセメント硬化体の細孔構造は理解しやすくなった。

ところでコンクリートの表層と中心部ではその細孔構造は違うこと<sup>4)-6)</sup>は広く知られている。その細孔量の違いは明らかにされている。

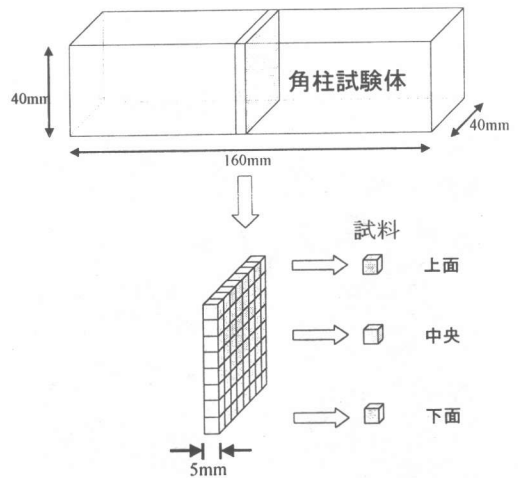


図-1 試験体

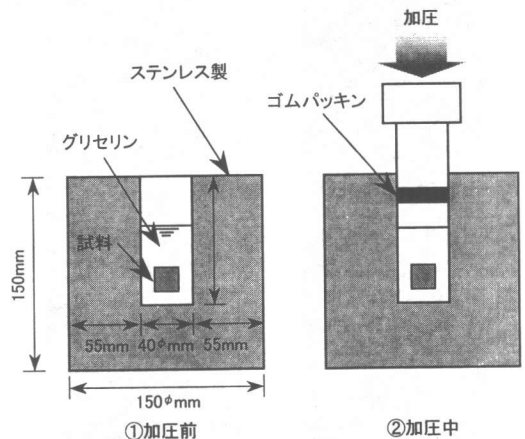


図-2 圧入装置

\*1 東京工業大学大学院 総合理工学研究科環境理工学創造専攻 工修 (正会員)  
 \*2 東京工業大学教授 建築物理研究センター 工博 (正会員)

がどのように構造が違うかは明らかにされていない。そこで本研究ではコンクリートの基本的な物性を理解するためにセメントペーストを使用し実験を行い、EPMA 画像を用いその構造の違いを明らかにすることを目的とする。

## 2. 実験概要

### 2.1 試験体

試験体はすべてセメントペーストを使用し所定の材齢に達するまで水中にて養生を行った。つまり全く乾燥を受けていない状態である。また水セメント比は 30、45、60% の 3 水準とし

た。試験体は図-1 に示すような角柱試験体から打ち込み面上層部、中層部と下層部の 3 つに分類しダイヤモンドカッターで切断し試料とした。試料は 5 mm 角程度に切断しアセトン溶液にて洗浄後、D-dry 法にて 48 時間乾燥を行った。

### 2.2 ガリウム圧入

ガリウム圧入に際しての詳しい手順<sup>1)</sup>についてはここではふれないが簡単に説明すると、まず試料周りを真空状態にしてガリウムで試料を包み込ませてから圧入を行った。ガリウム圧入は図-2 に示す装置を用いて行った。まず加圧前に試料周りのガリウムを融解させるために

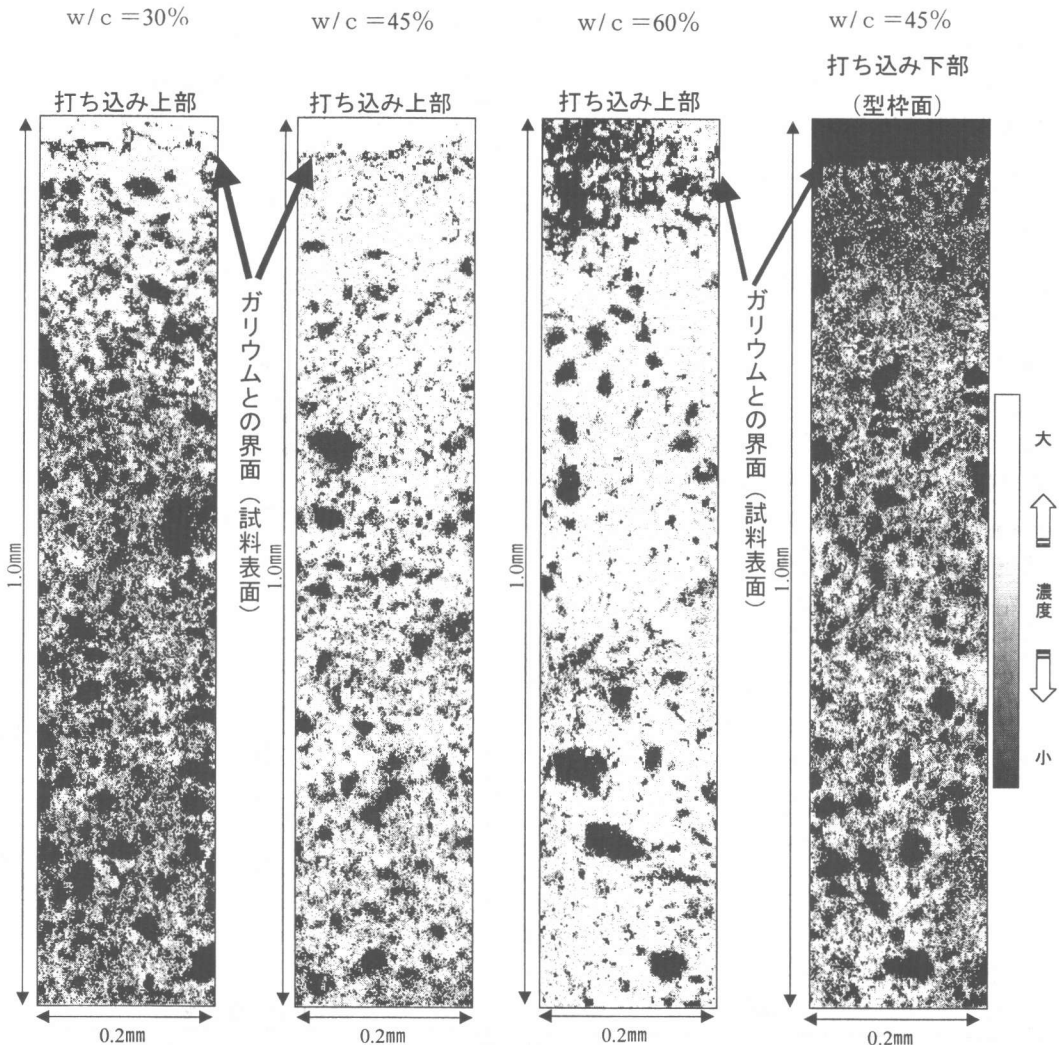


図-3 細孔の分布 (材齢 28 日、水中養生)

加熱し、次にそのガリウムが融解した状態で加圧を行った。その際の圧力は 200MPa (細孔径約 5nm 相当) とした。その後電子線マイクロアナライザ (EPMA) によって面分析を行うためにエポキシ樹脂に埋め込み、表面を研磨紙によって平滑にした。最終研磨は  $0.25\mu\text{m}$  のダイヤモンドスラリーを用い、試験体表面には電気伝導性を与えるために白金蒸着を行った。EPMA 測定の際の条件としては加速電圧 15.0kV、試料電圧 10nA、ビーム径  $1\mu\text{m}$  にて測定を行った。

### 2.3 水銀圧入

測定に使用した試料はガリウム圧入と同様の試料である。測定範囲は細孔径  $6\text{nm}\sim 160\mu\text{m}$  で行った。

## 3. 実験結果と考察

### 3.1 ガリウム圧入測定結果

#### (1) 定性的検討

##### a. 表面からの観察

図-3 に試験体表面からのガリウムの圧入状況を示す。左の3つの画像は打ち込み上部の表面から 1.0mm までのガリウムの分布を示す。つまりこれが細孔の分布でもある。左から順に水セメント比 30、45、60% の分布を示し、どの試験体も材齢は 28 日の試験体を測定した結果である。30% の場合は  $0.1\text{mm}$ 、45% の場合は  $0.2\text{mm}$ 、60% の場合は  $1.0\text{mm}$  全体に大きな細孔が分布しているのが分かる。このように材齢が 28

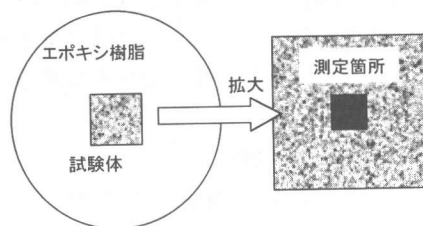


図-4 EPMA 測定箇所

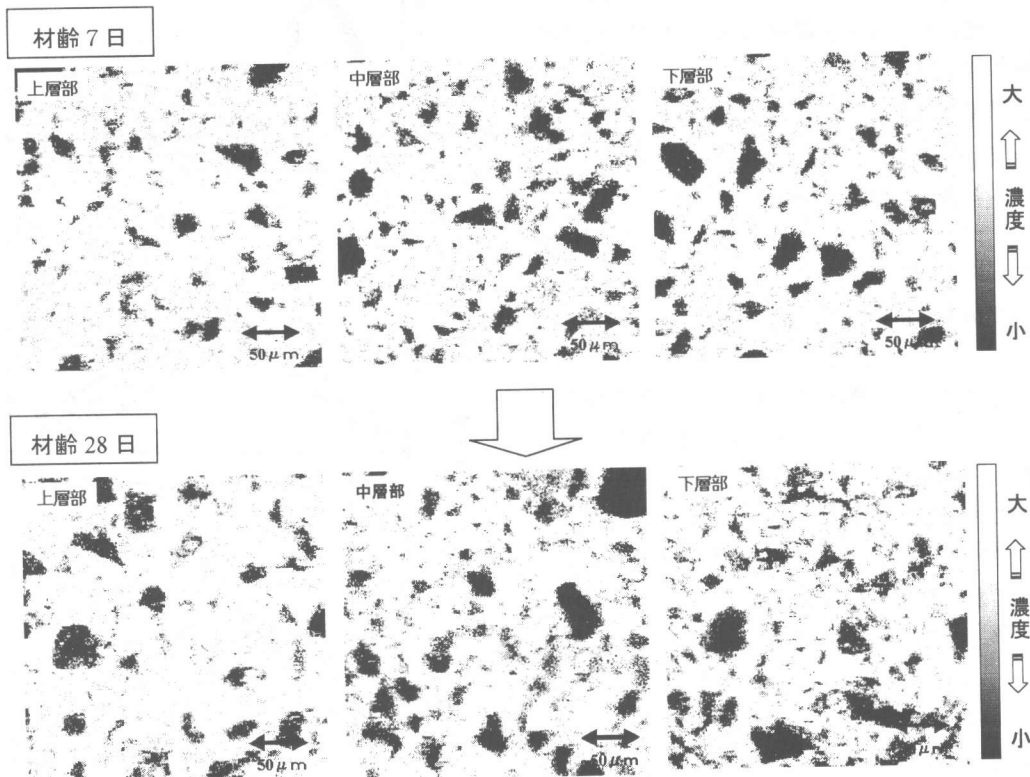


図-5 試験体採取位置の違いによる細孔分布の違い  
(水セメント比 45%、材齢 7、28 日)

日たったにもかかわらず表面近くにはかなり大きな細孔が存在している。そして60%にいたっては1.0mmにわたって広がっている。つまり打ち込み上部の細孔構造は材齢28日でもかなり粗であり、透気・透水といった耐久性にかかわる性質上の弱点になりうる可能性があるといえる。

次に1番右の図は下層部の最も下の型枠と接する部分から1mmの範囲で測定した結果である。型枠に接している部分から約0.1ミリ程度の間の細孔がかなり少ないことがわかる。それより上部の細孔構造を見るとほとんど変わらない分布であることも分かる。つまり下層部で型枠に接している部分はかなり密な構造になっているといえる。

#### b. 試料中央部の観察

次に試料中央部までどれくらいのカリウムが圧入されているかを測定する目的で試験体中央部をEPMAによって測定した。EPMAによって測定した場所を図-4に示す。測定場所は試験体中央部を測定し、なるべくそれぞれの試験体の測定箇所が異ならないように位置を調整した。EPMAによりカリウムの分布を測定した結果を図-5に示す。図-5に示した結果はすべて水セメント比45%の試料である。上層部の試料に多くのカリウムの分布が見られる。つまり細孔が多く存在していることを示している。したがって上層部の細孔構造は粗いことを画像として明らかに出来た。また中層部と下層部に関しては画像として大きな差が見られない。これは中層部と下層部の細孔構造は大きく変わっていない事を示している。上層部を除いては、高さ4cm程度では試験体高さの違いによるそれぞれの試験体中央部の細孔構造への影響は、画像から判断するとそれほど無いと考えられる。

材齢が7日から28日に進行するとすべての部位についてその細孔構造は密になっているのが分かる。しかし28日の測定結果を見ると上層部の試料はかなり粗い構造になっている

ことがうかがえる。つまり材齢が経過しても上層部の細孔構造はある程度までしか密にならないことがわかる。おそらく28日でこの程度の細孔構造であるので今後もそれほど細孔構造は変化しないと考えられる。

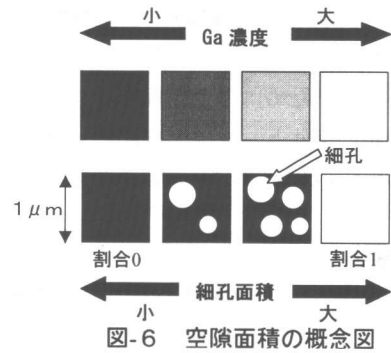


図-6 空隙面積の概念図

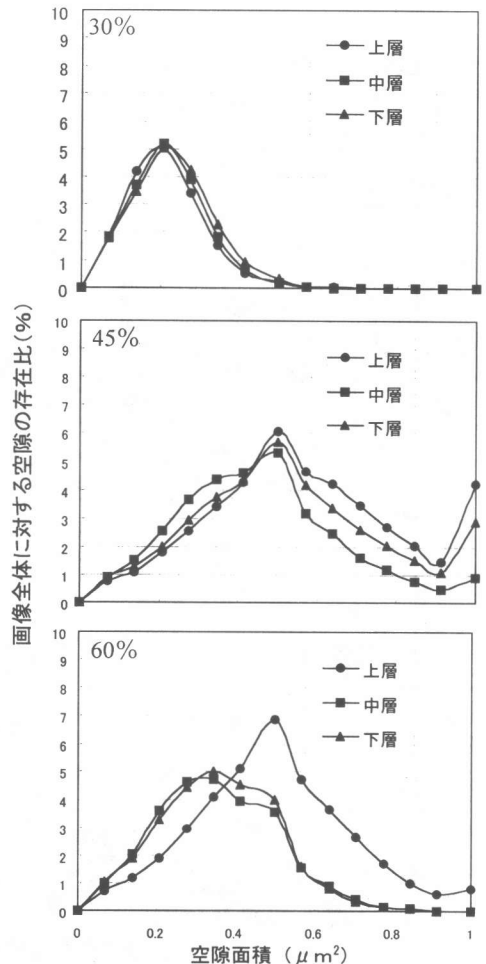


図-7 空隙面積の分布

また図の黒い部分が 28 日になると増加している。黒い部分つまりセメント粒子及び水和物が材齢 7 日よりも大きな塊になっている部分がある。また空隙が細かく分散している様子もうかがえる。

## (2) 定量的検討

EPMA 画像から空隙量を求める検討を行った。ガリウム濃度が高い画素は多くの空隙を持ち、低濃度の画素は少ない空隙しか持たないと仮定した。つまり画素全体が空隙であるものから空隙を全く含まないものまで画像中に存在すると考えた。図-6 にその概念図を示す。つまり空隙の面積が 0 の画素から空隙の面積が全

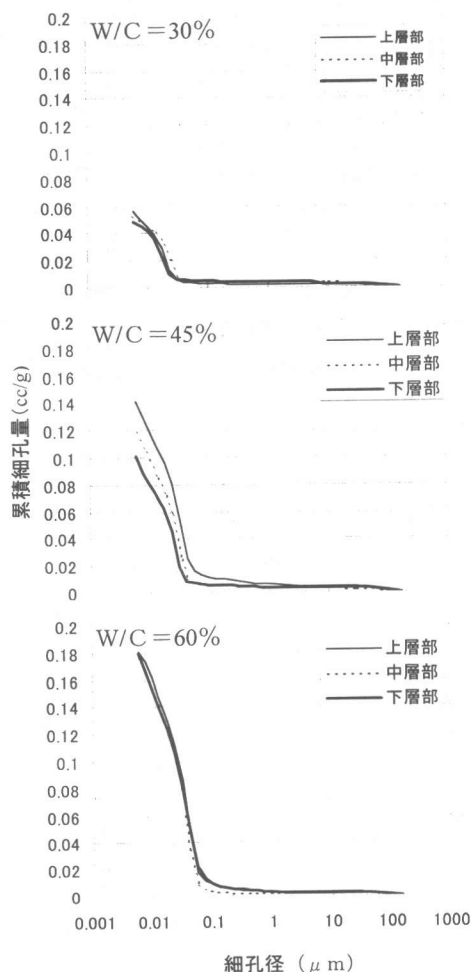


図-8 細孔径と細孔量の関係

体 ( $1 \mu m^2$ ) の画素まで分類した。図-7 に画像全体に対しての空隙面積の存在率を検討した結果を示す。図-7 はすべて材齢 28 日の試料について検討した結果である。水セメント比 30% の結果はどの部分でもその分布にほとんど差はないが 45 と 60% に関しては上層部とその他の部分で大きく分布が変わってくる。とくに 45% の場合には上層部とその他の部分で全く違う傾向を示した。これは今回の試験体のみであるのか 45% 特有の性質であるのか今後再検討が必要である。

## 3.2 水銀圧入法による結果

材齢 28 日の各水セメント比の試験体の測定結果を図-8 に示す。これを見ると水セメント比 30% と 60% に関してはそれほど差がないように見えるが、45% に関してはそれぞれの部位において差が見られる。

さらに空隙比を中層部に対する比で比較した結果を図-9 の上に示す。上層部に関しては

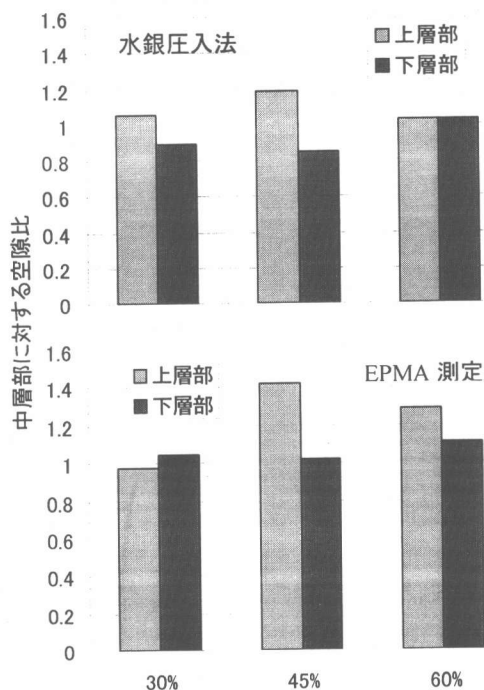


図-9 中層部に対する各部位の空隙比 (材齢 28 日)

その空隙量が中層部に比べ増加している傾向が見られる。材齢 28 日の結果では 60%の結果はほとんど同じ空隙量であるのに対して 45%は著しく部位のちがいににより差が生じた。

### 3.3 それぞれの測定法の比較

図-9の下に同様にして EPMA の画像から計算した空隙量の比較を行った結果を示す。ここでも 45%に関しては大きく差が生じたが、水銀圧入法とその値を比較したとき、その傾向はほぼ同様であった。

## 4. まとめ

本研究で得られた結果を以下に示す。

(1) 水銀圧入法では測定が困難であるセメントペーストの細孔構造の変化を微小な範囲において違うことをガリウム圧入法によって得られた画像から明らかにした。

(2) また打ち込み面上層部の細孔構造が中層部や下層部に比べ粗い組織になっていることを明らかにした。

(3) 材齢が 28 日経過しても表層部の空隙構造はかなり粗であることが分かった。

(4) 水銀圧入法と EPMA 測定では空隙比に関して同様の傾向がえられた。

## 参考文献

- 1) R.A. Cook, K.C. Hover: Mercury porosimetry of hardened cement pastes, *Cement and Concrete Research*, 29 (6), pp.933-944, 1999
- 2) Sidney Diamond: Mercury porosimetry An inappropriate method for the measurement of pore size distribution in cement-based materials, *Cement and Concrete Research*, 30, pp.1517-1525, 2000
- 3) 田中享二、胡桃澤清文：セメント硬化体の細孔観察手法の開発、*日本建築学会構造系論文集*、第 532 号、pp21-26、2000
- 4) 湯浅昇、笠井芳夫、松井勇、露木尚光：各種セメントを用いたコンクリートの乾燥に伴う内部不均質性、*セメント・コンクリート論文集*、No.49、pp.60-65、1995
- 5) 湯浅昇、笠井芳夫、松井勇：乾燥を受けたコンクリートの表層から内部にわたる含水率、細孔構造の不均質性、*日本建築学会構造系論文集*、第 509 号、pp.9-16、1998
- 6) 湯浅昇、笠井芳夫、松井勇：表層コンクリートの品質の評価（乾燥を受ける表層コンクリートの細孔構造の経時変化）、*日本建築学会大会学術講演集 A*、pp.199-200、1994