

## セメント硬化体の水蒸気吸脱着等温線測定に及ぼす試料粒径の影響

正会員 ○岸本嘉彦\*  
同 濱 幸雄\*\*  
同 新 大軌\*

吸脱着等温線 水蒸気吸着 細孔構造評価  
試料粒径 セメント硬化体 インクボトル空隙

## 1. はじめに

近年、絶乾状態近傍の領域からの物質移動特性や細孔構造を評価する手法として、水蒸気吸着装置による等温吸着線測定が利用されている<sup>1)2)</sup>。この装置は、水銀圧入法のように試料を高圧に曝す必要が無く、さらに水銀圧入法では測定が困難な10nm以下の細孔を精度良く測定することが可能である。このように、多孔体の細孔構造評価手法として水蒸気吸着装置の有用性は高い。

しかし、水蒸気吸脱着等温線の測定では、測定時間短縮のために測定対象を微粉末に粉碎した試料を用いるが、試料の粉碎度合いが空隙構造の測定結果に及ぼす影響について検討した例は少ない。

そこで本研究は、マクロスケールのセメント硬化体の空隙構造評価の観点から、連続体の空隙構造を解析するために最適となる粒度を把握するために、試料粒径が水蒸気吸脱着等温線の測定結果に及ぼす影響について検討を行った。まずは、測定の再現性と測定相対湿度範囲の関係について検討し、その結果を踏まえ、試料粒径の影響を検討した。

## 2. 測定方法と試料

## 2.1 測定方法

水蒸気吸脱着等温線の測定は、定容法(Quantachrome Instruments社製Hydrosorb 1000)により吸着線、脱着線の両方について行なった<sup>3)</sup>。

## 2.2 測定試料

測定試料粒径は、80 $\mu$ m以下、0.6~1.2mm、2.5~5mmの3水準を用意した。これらの試料は、水セメント比50%のモルタル角柱試験体(40mm $\times$ 40mm $\times$ 160mm)を粉碎することにより作製した。セメントは普通ポルトランドセメントを、細骨材はJIS標準砂を用い、モルタルの調合はJIS R 5201に準じた。

モルタル角柱試験体は、打設から2日後に脱型し、20 $^{\circ}$ Cの水中養生を28日間行った。水中養生終了後、試験体を粗砕し、JIS規格ふるいにかけて、粒径0.6~1.2mm、2.5~5mmの粉体を測定用試料として取り分けた。取り分けた試料は、直ちに24時間のアセトン置換処理を行い、続いて24時間のD-dry処理にかけた。粒径80 $\mu$ m以下の測定試料は、D-dry処理終了後の粒径2.5~5mmの粉体を

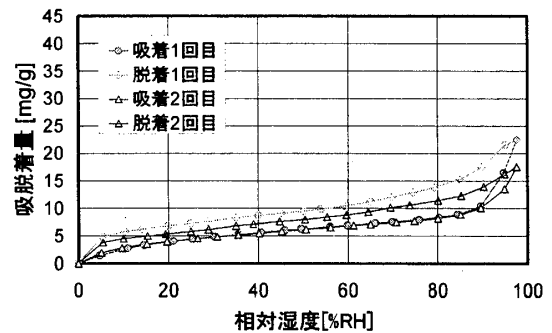


図1 測定相対湿度範囲の影響 (98%RHまで)

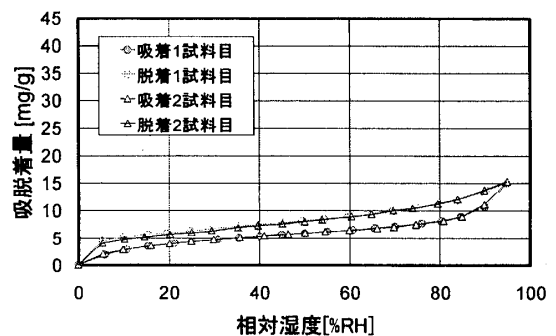


図2 測定相対湿度範囲の影響 (95%RHまで)

ミニボールミルにより粉碎して作製した。全ての試料は、作製工程終了後、速やかに保存容器に封入し、常温(20 $^{\circ}$ C)環境下に静置してある密閉箱内に保存した。

## 3. 測定可能な湿度領域について

## 3.1 測定方法および条件

まず前処理として20 $^{\circ}$ C真空乾燥を24時間行い、1回目の測定を実行する。測定を終えた試料に再度20 $^{\circ}$ C真空乾燥を24時間行ない、続けて2回目の測定を行う。測定に用いた試料は粒径80 $\mu$ m以下を用いた。

測定点は吸脱着線共に5%RHから95%RHまで5%RHごと、これに最終点(折り返し点)98%RHを加えた計39点である。

## 3.2 測定結果及び考察

図1に同一試料を2回測定した結果を示す。95%RH以上の高湿度領域以外の吸着線は比較的一致しているが、90%RH~95%RH以上になると、測定値がばらつくこと

がわかる。測定の折り返し点 (98%RH) の測定値が一致しないことにより、脱着線が全領域においてほぼ平行にずれている。つまり脱着線の絶対値に配慮した測定を行う場合には、測定相対湿度の上限を 90~95%RH 以下にすることが望ましいと言える。

そこで、空隙構造評価の観点から、高相対湿度領域については水銀圧入法による測定結果により補完すると考え、相対湿度上限を 95%RH に設定し、粒度 80 $\mu$ m 以下の試料を 2 試料測定した結果を図 2 に示す。図 2 より、測定相対湿度の上限を 95%RH にすれば、測定結果が安定することがわかる。よって、以降の測定においては測定相対湿度範囲の上限を 95%RH までとする。

#### 4. 試料粒径の影響について

##### 4.1 測定方法および条件

測定に用いた試料粒径は 80 $\mu$ m 以下、0.6~1.2mm、2.5~5mm の 3 水準、全ての試料は、測定直前に 20 $^{\circ}$ C の真空乾燥を 24 時間行った。測定相対湿度の範囲は 95% RH までとし、測定点は 5%RH~95RH の範囲を 5%ごと、さらに低圧ヒステリシスの影響<sup>4)</sup>を確認するために 1%RH の点を吸脱着共に加えた。

##### 4.2 測定結果及び考察

試料粒径 80 $\mu$ m 以下、0.6~1.2mm、2.5~5mm の 3 水準の吸脱着等温線の測定結果を、それぞれ図 3~図 5 に示す。図 3~図 5 より、吸着線に着目すると、全湿度領域において、粒径が増加するほど吸着線の勾配も増加していることがわかる。折り返し点である 95%RH の吸着量は、試料粒径の小さい順に 15.3mg/g、26.2mg/g、38.3mg/g となり、粒径 2.5~5mm の吸着量は 80 $\mu$ m 以下の吸着量の 2 倍以上となった。これは試料作製の粉砕により、本来の測定対象であるセメント硬化体が有している空隙を損失していると考えられる。飽和域に近い領域の測定を水銀圧入法により行い、吸着等温線の測定結果と組み合わせる際には、試料粒径を統一しなければ試料の空隙構造が異なることになる。

次に脱着線に着目すると、吸着線と同様に全湿度領域において、試料粒径が増加するほど吸着量は増加している。特に、粒径が増加するほど 30%RH~95%RH の領域に明確なヒステリシスループが現れる。このループは、30%RH においても閉じず、1%RH において閉じることが確認できた。つまり、30RH%以下の領域にも低圧ヒステリシスが存在していることがわかった。このようなヒステリシスループの存在は、インクボトル型空隙の存在を意味しており、試料を微粉末に粉砕することで、この情報を損失している可能性がある。

##### 5. まとめ

水蒸気吸脱着等温線の測定相対湿度の上限を 95%RH とすることで、再現性のある測定結果が得られることを確認した。

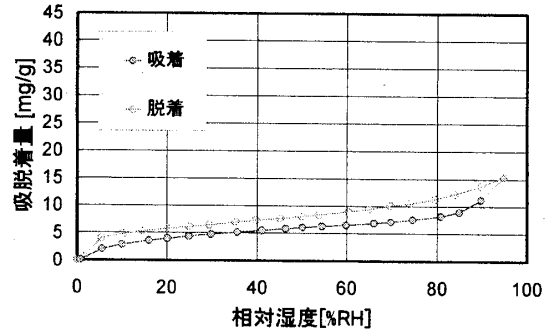


図 3 試料粒径の影響 (粒径 80 $\mu$ m 以下)

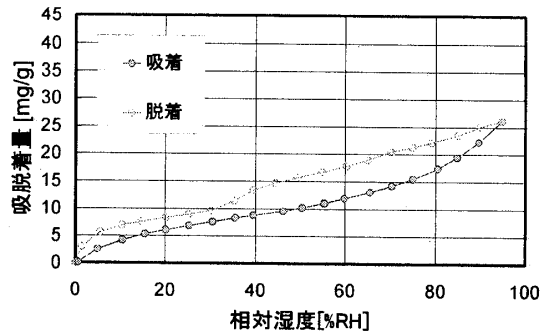


図 4 試料粒径の影響 (粒径 0.6~1.2mm)

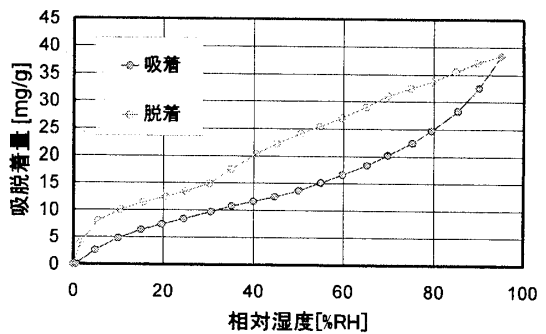


図 5 試料粒径の影響 (粒径 2.5~5mm)

また、試料粒径の違いにより、全湿度領域において水蒸気吸脱着等温線に明確な差が見られ、試料粒径により最大吸着量が 2 倍以上異なること、80 $\mu$ m 以下の微粉末試料ではインクボトル空隙の存在などの空隙構造に関連する重要な情報が失われている可能性のあることが明らかとなった。

**謝辞** 本研究は、科学研究費補助金 (基盤研究 (B)), No. 21360259) により行ったものである。記して謝意を表す。

##### 参考文献

- 1) 内海秀幸：新たな水蒸気吸着塔温式に基づくセメント硬化体内水分の拡散係数に対する数理表現式，コンクリート工学論文集，第 20 巻，第 2 号，pp. 39-49, 2009.5.
- 2) 丸山一平ほか：セメント硬化体の収縮理論，日本建築学会構造系論文集，第 74 巻，第 642 号，pp. 1395-1303, 2009.8.
- 3) 近藤精一ほか：吸着の化学 第 2 版，丸善株式会社，2001.
- 4) S. J. Gregg and K. S. W. Sing: Adsorption, Surface Area and Porosity, SECOND EDITION, Academic Press, pp. 233-239, 1982.

\* 室蘭工業大学大学院工学研究科 助教 博士 (工学)

\* Assist. Prof., Graduate School of Engineering, Muroran Inst. of Tech., Dr. Eng.

\*\* 室蘭工業大学大学院工学研究科 教授 博士 (工学)

\*\* Prof., Graduate School of Engineering, Muroran Inst. of Tech., Dr. Eng.