

3) 走査型電子顕微鏡観察 (SEM-EDS 試験) (試験③)

(i) 試験概要

走査型電子顕微鏡観察 (SEM-EDS 試験) は、走査型顕微鏡 (株式会社日立ハイテクノロジー製) (写真 8) を用いて、形態の観察を行った。また、エネルギー分散型 X 線分析装置 (株式会社堀場製作所製) を用いて、組成分析を行った。



写真 8 走査型電子顕微鏡観察 (SEM-EDS 試験) 状況

試験に用いる試料は、以下の手順により選別および前処理を行った。

①平成30年度の基礎研究により作製した拘束膨張および収縮試験供試体

(10x10x40cm) から、コンクリートカッターでコンクリート片を切り出し、真空乾燥を行った。

②真空乾燥後のコンクリート片から観察箇所を選別し、試験用試料とした。

(ii) 試験結果

走査型電子顕微鏡による観察結果を、次々頁以降 SEM 写真 1-1~SEM 写真 3-3 に示す。また、エネルギー分散型 X 線分析による定量分析結果を表 7 に示す。

本試験に使用したコンクリート用膨張材 (太平洋ハイパーエクспанエクспан構造用) は、酸化カルシウム (CaO) が主成分であり、酸化カルシウムと水 (H_2O) が反応して水酸化カルシウム ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) が結晶化することによりコンクリートを適度に膨張させる。

今回の分析においては、定量分析結果より、配合②および配合⑤の酸化カルシウム (CaO) 量の多い部分がある。走査型電子顕微鏡による観察においても、配合②の空隙中には SEM 写真 1-3 の様な水酸化カルシウムの六角板状結晶が確認されたことから、膨張材の効果が確認された。

また、酸化アルミニウム (Al_2O_3)、二酸化ケイ素 (SiO_2)、酸化第二鉄 (Fe_2O_3) を比較した場合、いずれの成分においても配合②が最も少ないことから、配合②が最も水分子との結合が進み、コンクリート内部の水の分散を抑制する効果が働いたのではないかと推測される。

表 7 EDS 定量分析結果

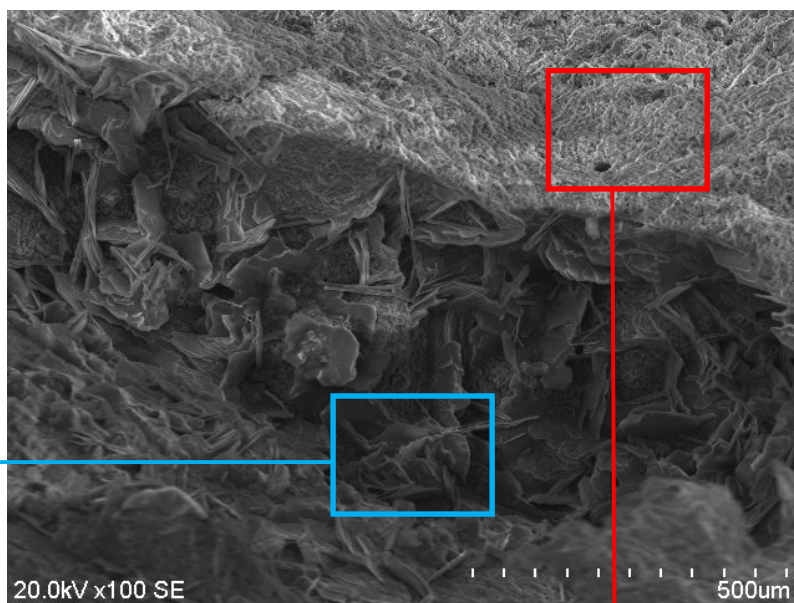
試料	測定箇所	定量分析結果									
		酸化アルミニウム (Al_2O_3)		二酸化けい素 (SiO_2)		三酸化硫黄 (SO_3)		酸化カルシウム (CaO)		酸化第二鉄 (Fe_2O_3)	
		各値	平均値	各値	平均値	各値	平均値	各値	平均値	各値	平均値
配合②	①	6.21	4.10	27.11	20.91	2.49	2.02	60.65	70.73	3.53	2.24
	②	3.81		28.13		3.56		61.32		3.18	
	③	2.27		7.50		0.01		90.21		0.01	
配合④	①	5.01	4.99	27.06	22.49	2.31	2.39	61.84	65.91	3.78	4.21
	②	4.64		19.37		2.99		68.55		4.46	
	③	5.33		21.05		1.88		67.34		4.40	
配合⑤	①	8.01	5.82	24.56	21.94	1.04	1.59	64.06	68.09	2.33	2.56
	②	5.63		27.63		3.73		59.13		3.88	
	③	3.82		13.63		0.00		81.07		1.48	

- ・ 配合② 「普通コンクリート＋短繊維＋収縮低減剤＋膨張材」 初期湿布養生
- ・ 配合④ 「普通コンクリート＋短繊維＋収縮低減剤」
- ・ 配合⑤ 「普通コンクリート＋短繊維＋膨張材」 初期湿布養生

SEM 写真 1-1

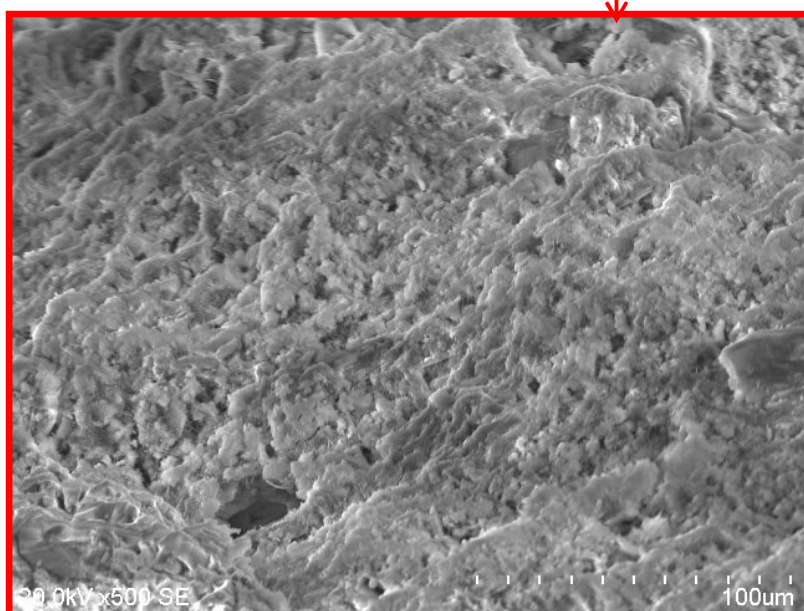
試料：配合②
100 倍
EDS 測定箇所①

□ : SEM 写真 1-2 撮影位置
□ : SEM 写真 1-3 撮影位置



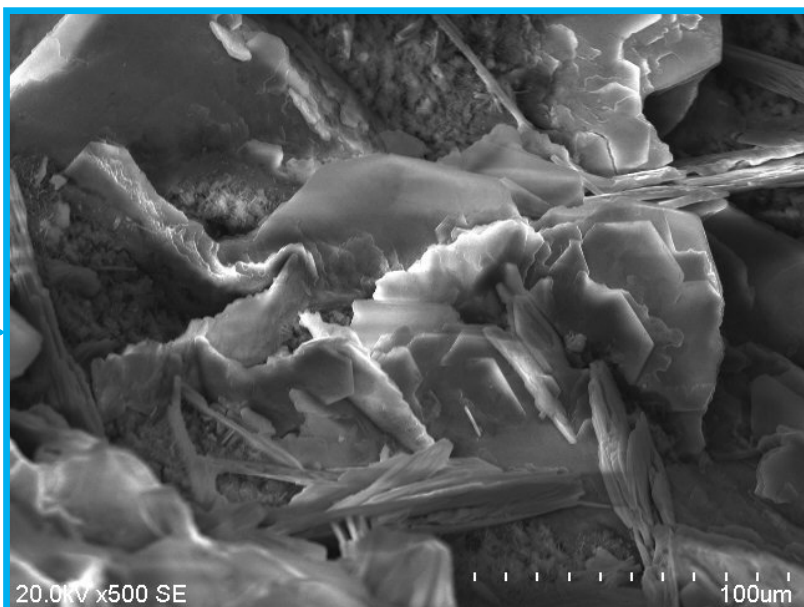
SEM 写真 1-2

試料：配合②
500 倍



SEM 写真 1-3

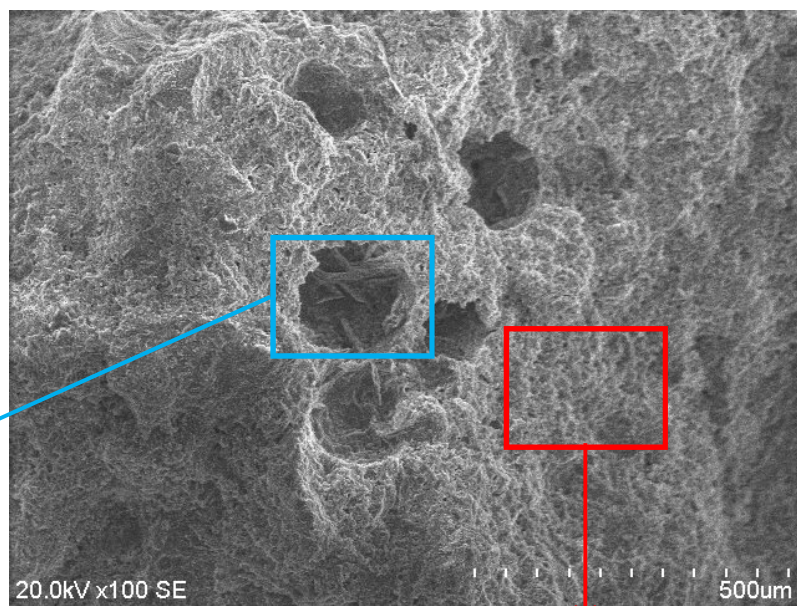
試料：配合②
500 倍



SEM 写真 2-1

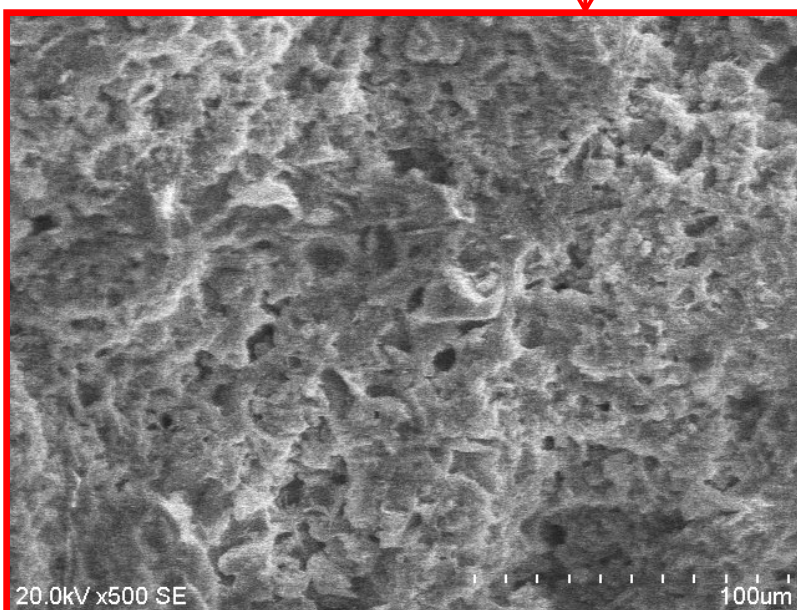
試料：配合④
100 倍
EDS 測定箇所①

□ : SEM 写真 2-2 撮影位置
□ : SEM 写真 2-3 撮影位置



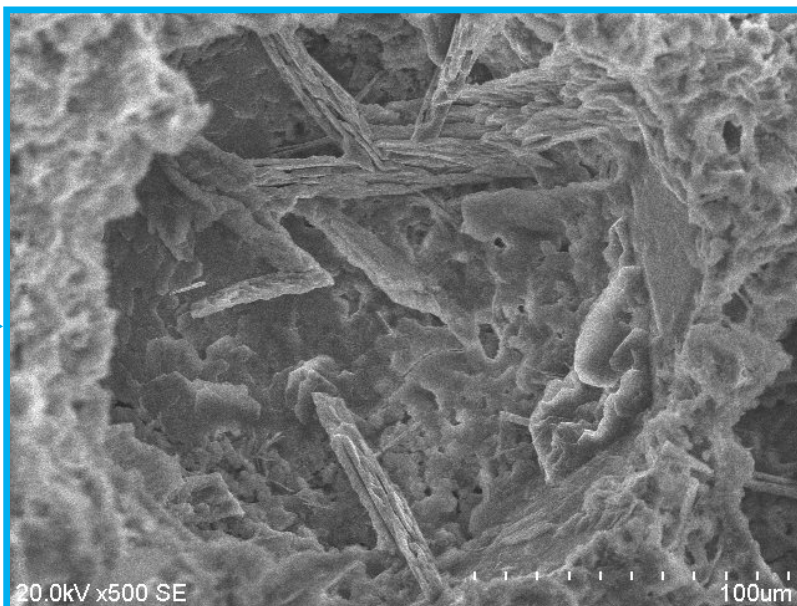
SEM 写真 2-2

試料：配合④
500 倍
EDS 測定箇所②



SEM 写真 2-3

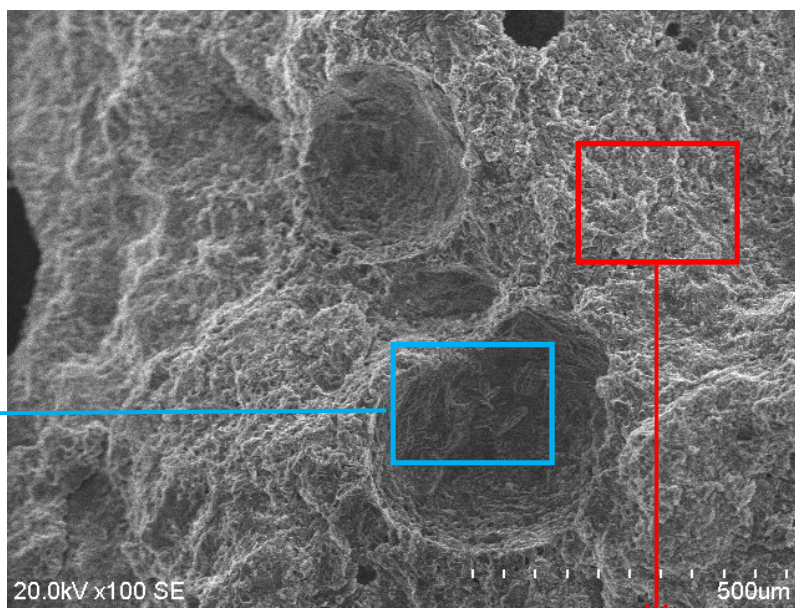
試料：配合④
500 倍
EDS 測定箇所③



SEM 写真 3-1

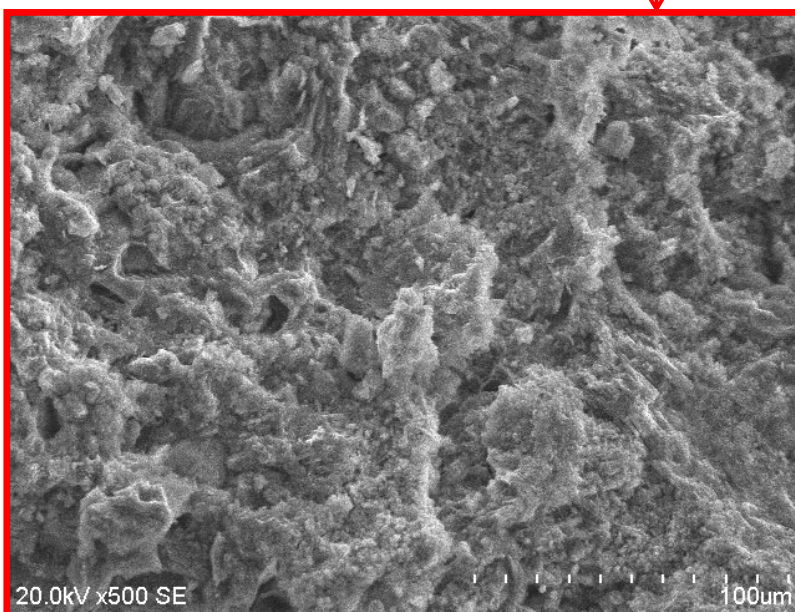
試料：配合⑤
100 倍
EDS 測定箇所①

□ : SEM 写真 3-2 撮影位置
□ : SEM 写真 3-3 撮影位置



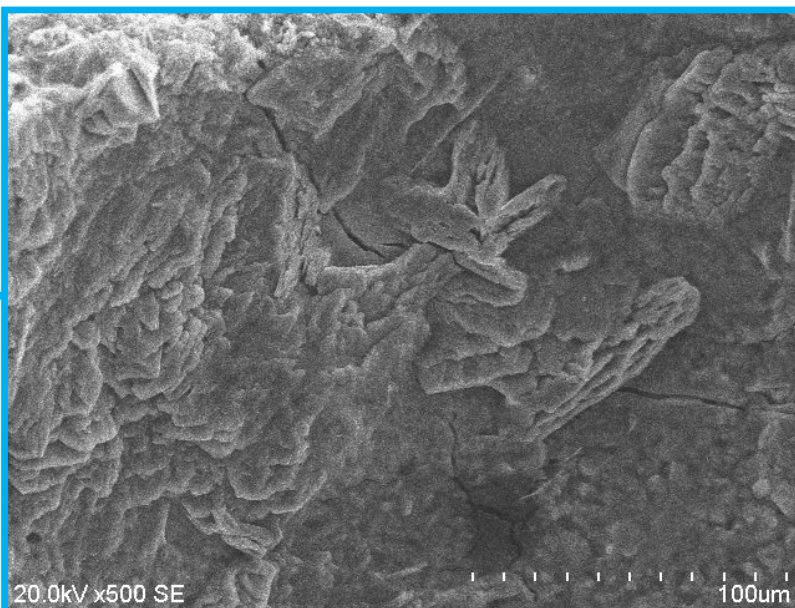
SEM 写真 3-2

試料：配合⑤
500 倍
EDS 測定箇所②



SEM 写真 3-3

試料：配合⑤
500 倍
EDS 測定箇所③



4) 細孔径分布測定（水銀圧入法）（試験④）

細孔径分布測定（水銀圧入法）は、日本コンクリート工学会「コンクリートの試験・分析マニュアル」（2000 年 5 月）5.3.7 微構造／組織の分析、(3)空隙率、細孔径分布の測定方法、F-3 水銀圧入法(p125)に準拠する。試験装置及び試験手順の詳細を以下に示す。

(i) 試験装置

試験装置は、水銀圧入方式自動ポロシメータ（マイクロメリティックス社製）（写真 9）を使用した。

本装置の低圧部では、試料の真空排気、試料セルへの水銀注入、窒素ガス圧による圧入測定が行われる。高圧部では、油圧による圧入測定が行われる。加圧によって細孔中に侵入した水銀の量(圧入量)は、試料容器内の水銀柱の変位から求められる。

この変位は、水銀と試料容器の管壁にある電極間の静電容量の変化から求める。

水銀圧入法では、水銀に加わる圧力は、水銀が侵入し得る細孔直径と反比例の関係にあり、順次圧力を加えていけば、より小さい細孔にまで水銀が侵入することになり、その細孔直径は 2 種類の物性(表面張力と接触角)さえ既知であれば、一般的に決定することができる。

つまり、圧力を変化させ、その際の水銀液面の変位を測定すれば、細孔分布を得ることができる。



写真 9 細孔径分布測定（水銀圧入法）状況

(ii) 試験手順

(a) 試料の調整方法

- ① 試料を鉄乳鉢で粗粉碎し、網ふるいによってふるい分け、5～2.5mm に粒度調整を行った。
- ② ①の試料を真空凍結乾燥装置に投入し、1 週間以上 D-dry 法により乾燥させた。
- ③ ②の乾燥後、試験直前までデシケーター中に保存した。