

論文 分割練混ぜによるセメント水和率および遷移帯厚さの評価とコンクリート緻密性に与える影響

塩永 亮介*1・戸田 勝哉*2・伊藤 祐二*3・高橋 晴香*4

要旨:投入水量を一次水と二次水に分け、適切な順序で練り混ぜる SEC 工法で製造した SEC コンクリートは、ブリーディング水量が減少し、硬化後の強度特性も上昇する。この性能改善の機構解明として、SEM によるペースト部のセメント水和率の評価および EPMA による骨材周囲の遷移帯分布の評価を実施した。その結果、SEC 工法は骨材周囲の遷移帯の平均厚さの低減に寄与していることを把握した。また硬化コンクリートの透水試験では、SEC コンクリートの水の拡散係数は小さく、緻密性の向上に繋がることもわかった。

キーワード: SEC コンクリート, 水和率, 遷移帯厚さ, 透水試験, 緻密性

1. はじめに

分割練混ぜ工法の一つである SEC (Sand Enveloped with Cement) 工法で製造する SEC コンクリート¹⁾とは、**図-1**に示すように必要な水量を一括投入する従来法に対し、一次水と二次水に分けた二段階の練混ぜを行う。骨材周囲に低水セメント比のペーストをまぶす造殻の工程を踏むことで、硬化前のブリーディングが顕著に減少するほか、強度特性が 5~10%前後の範囲で向上することが既往の研究で確認されている^{1),2),3)}。またこの効果は、**図-1**に示した 2 種類ある SEC 工法の中でも全骨材造殻方式の方がより顕著であり、一括練混ぜに対して 10%以上の強度増加を果たすことを確認した⁴⁾。さらに、このような性能向上を果たす要因の検討として、SEM や EPMA を用いたマイクロ分析から、ペースト部の水和反応性の差異や骨材周囲の脆弱層 (遷移帯) の生成具合の差

異が影響していることを既報⁴⁾の中で示した。しかしながら、これまでの分析評価はある限られた領域での定性的な評価であることが課題として挙げられていた。

そこで本論文では、より定量的にかつ統計的に評価することを目的に、SEM による反射電子像および EPMA による元素マッピング像の追加取得を行い、それらの画像解析からペーストの水和率および骨材周囲の遷移帯領域の定量評価を行った。

さらに、そのような微細構造の違いが、硬化後のコンクリートの耐久性に及ぼす影響を把握することを目的に、各種練混ぜ工法で製作した供試体を用いた透水試験を行い、得られたコンクリート中の水の拡散係数をもとに材料の緻密性を評価した。ここでは同時に、圧縮強度に対して 35%および 85%まで圧縮载荷した供試体を用いた透水試験も実施し、一度荷重を受けて内部が微破壊した際の緻密性の変化も評価した。

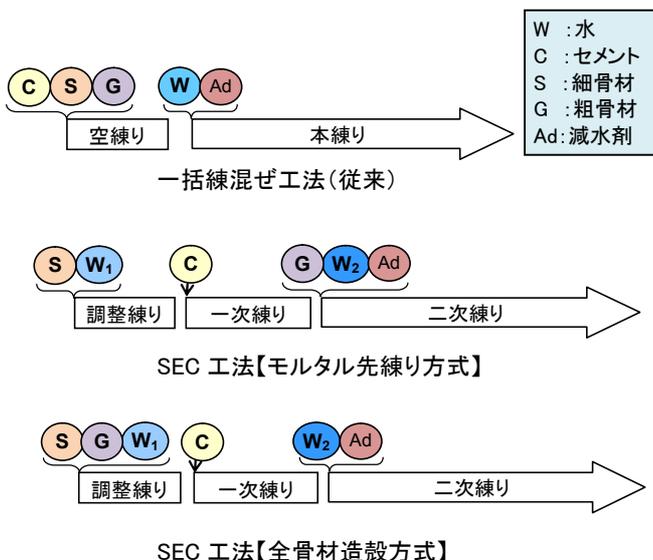


図-1 各種練混ぜ工法の手順

2. 試験概要

2.1 配合とケース

本実験に用いたコンクリート配合は、一般に橋梁の RC 床版で多く用いられる目標圧縮強度 30N/mm² の普通コンクリート (スランプ 8.0cm, 空気量 4.5%) を参考に、**表-1**に示す水セメント比 55.0%, 細骨材率 47.0%のものとした。また SEC 工法における一次水量と二次水量は、骨材の物性試験と一次水算出法¹⁾をもとに決定した。

実験ケースは、従来の一括練混ぜ工法 (以下、「NON」) に対して、SEC 工法のモルタル先練り方式 (以下、「M-SEC」) と全骨材造殻方式 (以下、「A-SEC」) の計 3 ケースとした。練混ぜ手順は**図-1**に示した通りであり、強制二軸練りミキサを用いて NON では各材料をミキサ

*1 (株) I H I 技術開発本部 基盤技術研究所 構造研究部 主任研究員 工修 (正会員)

*2 (株) I H I インフラシステム 開発部 主査 工博 (正会員)

*3 リブコンエンジニアリング(株) 代表取締役社長 工修 (正会員)

*4 太平洋コンサルタント(株) 解析技術部 (正会員)

表-1 コンクリート示方配合

ケース名	練混ぜ工法	W/C (%)	s/a (%)	単位量 (kg/m ³)					
				水		セメント	細骨材	粗骨材	混和剤
				W ₁	W ₂	C	S	G	Ad
NON	一括練混ぜ	55.0	47.0	165		300	841	976	2.40
M-SEC	SEC (モルタル先練)			82	83	300	841	976	2.40
A-SEC	SEC (全骨材造殻)			82	83	300	841	976	2.40

表-2 使用材料と特性値

材料名	種別 (産地), 特性値	比重	備考
セメント	普通ポルトランドセメント	3.16	
細骨材	S ₁ 砂岩砕砂 (厚木市華巖産), [F.M.=2.90, 吸水率 3.71%]	2.57 (表乾)	S ₁ :S ₂ =0.71:0.29 [吸水率 3.00%]
	S ₂ 石灰砕砂 (佐野市仙波産), [F.M.=3.27, 吸水率 1.27%]		
粗骨材	硬質砂岩・砕石 2005 (飯淵産), [F.M.=6.72, 吸水率 0.85%]	2.65 (表乾)	
混和剤	AE 減水剤・標準型 (I 種) (リグニン酸系)	1.00	

に投入し 15 秒の空練りをした後、水と混和剤を投入し 90 秒の本練りを行った。SEC のケースでは、調整練り 30 秒の後、セメントを投入して一次練り 45 秒、二次水と混和剤を投入して二次練り 45 秒を行った。

2.2 実験項目

(1) ブリーディングおよび圧縮強度

基礎性状の把握として、各ケースでブリーディング試験 (JIS A 1123) と材齢 7 および 28 日における圧縮強度試験 (JIS A 1108) を実施した。それらの結果を図-2 および図-3 に示す。最終ブリーディング水量は NON > M-SEC > A-SEC という順で分割練混ぜにより最大約 40% の低減、圧縮強度は NON < M-SEC < A-SEC という順で最大で約 13% の強度増加であった⁴⁾。

(2) セメント水和率および遷移帯の分布

ペースト部のセメント水和率の評価には SEM を、骨材界面の遷移帯分布の評価には EPMA を用いた。これらの分析に用いる試料は、上記の強度試験と同バッチで作

製した φ100×200 mm の円柱供試体から切り出した。分析材齢も強度試験と同様に材齢 7 日および 28 日とし、対象材齢になった時点で切断し、すぐに水と停止処置をした。観察面は供試体の鉛直断面を原則とし、SEM 用には 20×20×20 mm の分析試料を 4 つ、EPMA 用には 40×40×20 mm の分析試料を 2 つ切り出し、それぞれ分析用の表面処理を施した。

(3) コンクリートの緻密性評価

硬化後のコンクリート緻密性の評価には、インプット法による透水試験 (図-4) を実施した。試験体は、φ100×200 mm の円柱供試体から、高さ中央の 40 mm 幅を切断した試験体を用いた。また、微細ひび割れが進展した場合の緻密性の変化を評価するため、切断を行う前に円柱供試体に圧縮荷重をする供試体を作製した。事前荷重のケースは、材齢 28 日の圧縮破壊時の最大荷重に対して 0% (荷重なし)、35%、85% とし、所定の荷重値まで荷重した後、除荷して所定寸法への切断を行った。同一ケースの供試体数は 3 体とし、その平均値で評価した。試験装置の作用水圧は 0.5 MPa 一定とし、加圧時間は荷重ケースによって全通水とまらない範囲で変化させた。

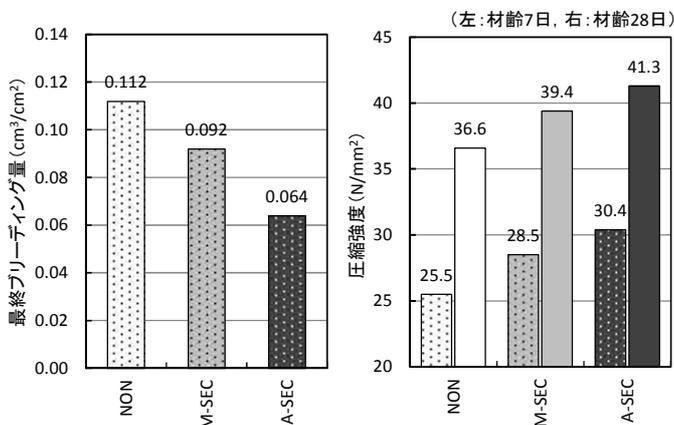


図-2 ブリーディング量⁴⁾

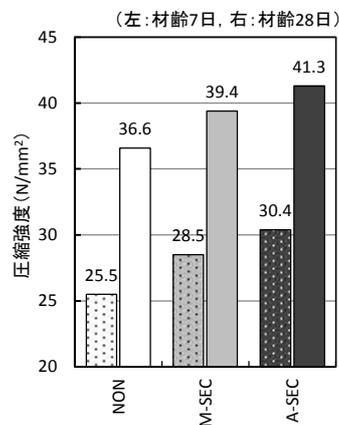


図-3 圧縮強度⁴⁾

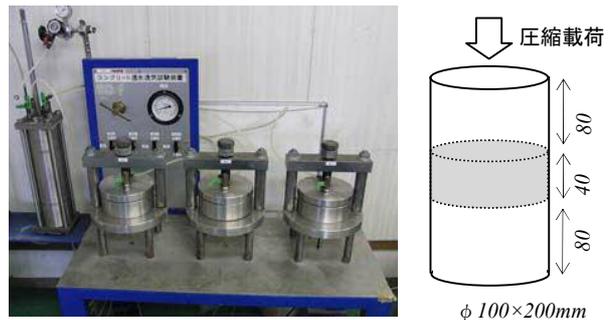


図-4 透水試験装置と供試体の切断位置

3. 試験結果

3.1 ペースト部のセメント水和率

(1) 評価方法

反射電子像における明るさの差異は物質の平均原子番号に依存しており、セメント硬化体では未水和セメントは明るく、空隙は暗く表示される。これを利用した画像解析により、セメント水和率を定量的に評価する手法^{5,6,7)}が提案されており、本試験でもそれらを採用した。

SEMによる画像解析の一例を図-5に示す。各試料について、できるだけ骨材や気泡を含まないよう視野範囲240×172μmの反射電子像を取得した(図-5.a)。これに対しWongらの手法⁷⁾をもとに未水和セメント、骨材/水和物および空隙の抽出を行った(図-5.b)。水和物と骨材はグレイレベルが近いため、動的閾値法により分離し、これらから各層の領域を示す二値化像を得た(図-5.c)および(図-5.d)。また、硬化体中の各層は空間的に均一に分布しており、断面に認められた各相の面積率は体積率に等しいと見ることができるという前提(ステレオロジーの理論)の上で、面積率を体積率に読み替えて未水和セメント体積率を導出した。なお、未水和セメント体積率は、骨材部分を除いたセメントペーストに対する体積率とした。これらの値を用い、式(1)からセメント水和率を求めた。ここで、初期セメント体積率は表-1の配合表および表-2の使用材料の密度から導出される36.6%を一定値として用いた。

$$\text{セメント水和率} [\%] = \left(1 - \frac{\text{未水和セメント体積率}}{\text{初期セメント体積率}} \right) \times 100 \quad (1)$$

全体的な評価とするため、サンプリング数は分析試料からランダムに計20画像を抽出し、各画像から導出したセメント水和率のうち最小値および最大値を除いた18サンプルの平均値をそのケースの代表値とした。

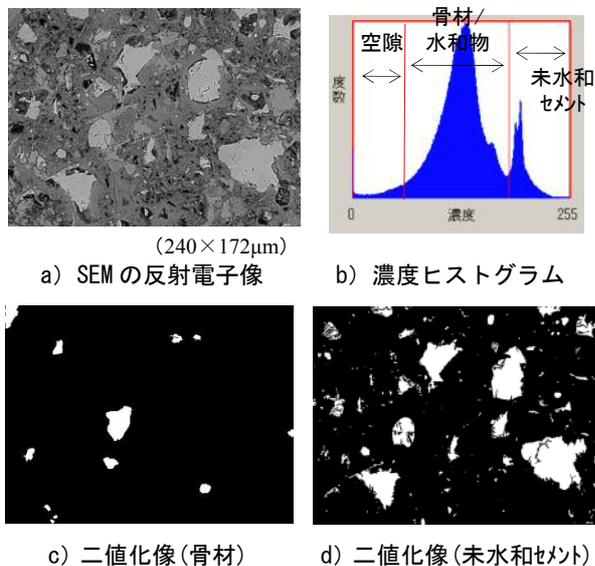


図-5 SEMの反射電子像と各層の二値化像

(2) 評価結果

図-6に各ケースにおける材齢7日および材齢28日のセメント水和率の比較を示す。各ケースとも材齢7日のセメント水和率は70%程度、材齢28日のセメント水和率は85%程度であり、材齢の進行に伴う増加はあるもののケース間の差異はないと判断できた。最大・最小値を除いた計18画像の平均値であるが、各ケースとも変動係数は5~7%以内であり、大きなばらつきはなかった。この結果より、SEC工法がペースト部のセメント水和率に与える影響は小さいことがわかった。

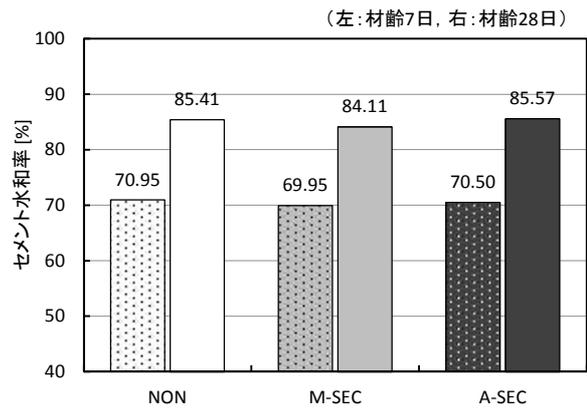


図-6 セメント水和率の比較

3.2 骨材周囲の遷移帯分布

(1) 評価方法

遷移帯の定義として、骨材界面に形成される微細空隙およびそこに析出した水酸化カルシウム(以下、CH)に富む脆弱層とされている⁸⁾。EPMAの面分析をもとに遷移帯の分布を定量化する指標として、本研究では遷移帯の平均厚さを用いた。遷移帯の平均厚さは、式(2)に示すように着目した骨材の周囲に分布する遷移帯の総面積をその骨材の周長で除することで算出した。

$$\text{遷移帯の平均厚さ} [\mu\text{m}] = \frac{\text{遷移帯の総面積} [\mu\text{m}^2]}{\text{骨材の周長} [\mu\text{m}]} \quad (2)$$

なお遷移帯の形成は、初期材齢時のブリーディングの影響を受けやすいと考えられることから、EPMAの分析

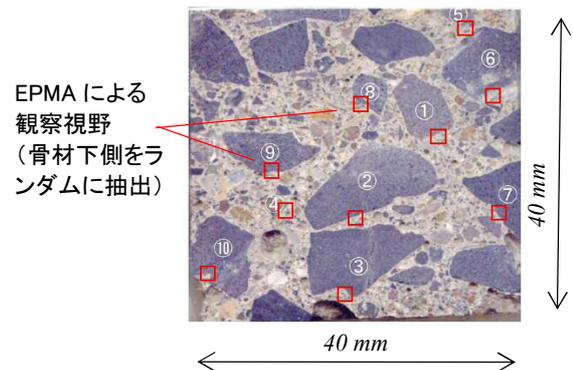
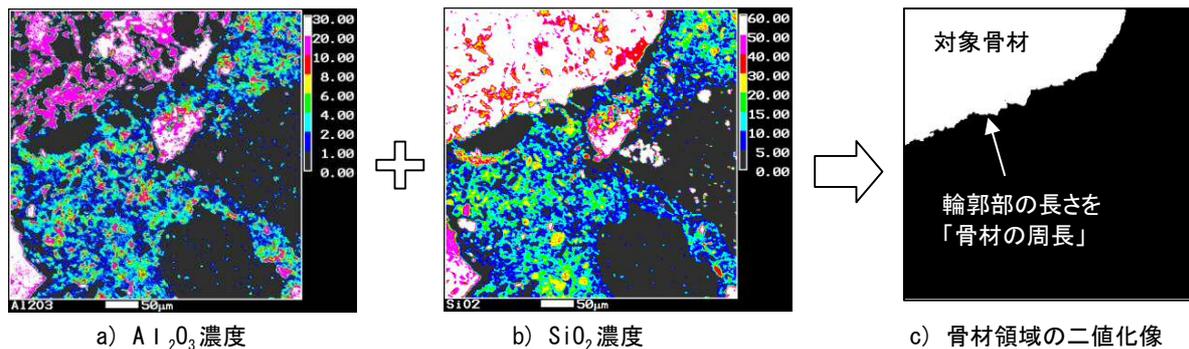


図-7 EPMA用の分析試料と観察点(「NON-7d」の例)

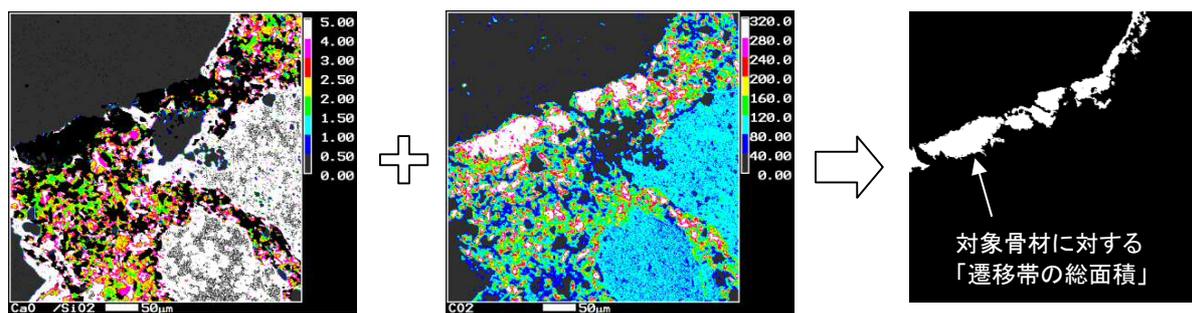


a) Al_2O_3 濃度

b) SiO_2 濃度

c) 骨材領域の二値化像

図-8 EPMAによる骨材の周長の算出方法（「NON-7d」の例）



a) CaO/SiO_2 濃度

b) CO_2 のX線強度

c) 遷移体領域の二値化像

図-9 EPMAによる遷移帯の総面積の算出方法（「NON-7d」の例）

箇所は比較的大きな径の骨材下側と決め、図-7に示すように40×40 mmの分析試料の中からランダムに抽出した計10視野に対しEPMAによる面分析を行った。

EPMA面分析の測定条件は、加速電圧15 kV、照射電流 50×10^{-5} mAとし、プローブ径 $0.5 \mu m$ 以下、ピクセルサイズ $1 \times 1 \mu m$ 、測定時間30 msec/ピクセルとした。分析範囲は $450 \times 450 \mu m$ とし、測定元素はCa(カルシウム)、Si(ケイ素)、Al(アルミニウム)およびC(炭素)について面分析を行った。Cは酸化物形態としてのX線強度、その他はそれぞれ酸化物形態として濃度換算した。

具体的な処理方法として、面分析で得られた Al_2O_3 濃度(図-8.a)および SiO_2 濃度(図-8.b)を元に、評価対象とする径の大きい骨材の領域を抽出した。この対象骨材とそれ以外との領域に分けた二値化像(図-8.c)から白色部である対象骨材の輪郭を算出し、それを「骨材の周長」とした。

次に対象骨材周囲の遷移帯領域の抽出のため、まず CaO/SiO_2 のモル比(図-9.a)を用いた。セメント水和物であるC-S-Hのうち、エーライトやビーライトはそれぞれ3.0および2.0となるが、 SiO_2 をほとんど含まないCHや炭酸カルシウム層はこのモル比が高く、画像上ではピンク～白で表示されることを利用して、対象骨材周囲のCH層を判定した。一方、分析面の微細空隙には表面処理時に樹脂が含浸され、その樹脂由来のCに対してX線強度(図-9.b)が高くなることを利用し、対象骨材の周囲で白く表示される箇所を遷移帯の空隙層と判定

した。これらを合わせた領域を遷移帯域と扱い、その二値化像(図-9.c)から遷移帯の総面積を算出した。

(2) 評価結果

図-10に各ケースにおける材齢7日および材齢28日の遷移帯の平均厚さの比較を示す。いずれもEPMAの10視野から解析された結果の平均値で整理した。

練混ぜ工法の違いによる遷移帯の平均厚さは、NON > M-SEC > A-SECという順であり、NONに対してA-SECでは40%程度減少した。この傾向は材齢7日および材齢28日でも同一であった。ケース間の序列は、図-3に示した圧縮強度の低い順と同じであり、遷移帯の平均厚さが小さい条件ほど、圧縮強度が高くなる傾向を示した。また同じSEC工法の中でも、M-SECとA-SECとの遷移帯厚さに差が生じたのは、A-SECでは細骨材と粗骨材を

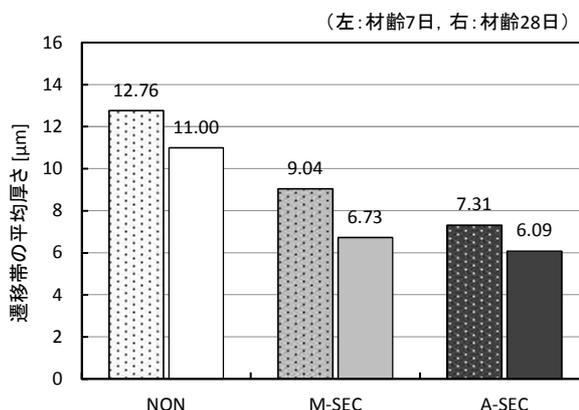


図-10 遷移帯の平均厚さの比較

一次練りで造殻させているのに対して、M-SEC では細骨材のみの造殻であることが関係している。つまり、SEC 工法による骨材の造殻の作用は、遷移帯の幅や分布の低減に効果があり、これがコンクリートの圧縮強度増加にも影響したと考えられる。骨材界面の脆弱部である遷移帯は、荷重時のコンクリート中の破壊の起点になりやすいと考えられ、分割練混ぜ工法によってこの遷移帯生成を縮減することが、コンクリートの品質改善を果たすための有効な手段の一つとなりうる。

3.3 コンクリートの緻密性評価

(1) 評価方法

コンクリートの緻密性の評価には、インプット法による透水試験で得られるコンクリートの拡散係数を用いた。拡散係数 β_i^2 は、式 (3) に示す村田の式⁹⁾より算出した。

$$\beta_i^2 = \alpha \frac{D_m^2}{4t\xi^2} \quad (3)$$

- ここに、 β_i : コンクリートの拡散係数 [cm²/sec]
- D_m : 平均浸透深さ [cm]
- t : 水圧を加えた時間 [sec]
- ξ : 水圧の大きさに関する係数 ($\xi=0.905$)
- α : 水圧を加えた時間に関する係数 ($\alpha=t^{3/7}$)

供試体中の浸透深さの計測は、透水試験装置により所定時間の水圧をかけた後、供試体を割裂荷重により割裂し、割裂面の浸透深さをノギスで測定した。測定区間は図-11 に示す両端部を除く 10mm 間隔の計 9 点とし、その平均値を平均浸透深さとした。

透水試験前の圧縮荷重は、材齢 28 日に実施した。各配合ケースで若干の圧縮強度に差があるものの、与える荷重は一定とした条件での比較を目的に、全体の平均圧縮強度 39.2 N/mm² を基準に、その 35% (13.7 N/mm²) まで荷重し除荷した供試体、85% (33.3 N/mm²) まで事前に荷重した供試体を準備した。併せて、0%である無荷重の供試体も準備した。

また、荷重履歴を受けた供試体は、内部の微細ひび割れにより水の浸透速度が早まることが想定されたことから、予備試験によって供試体全厚を通水させない水圧作用時間を検討し、0%ケースは $t=9.0 \times 10^3$ 秒、35%ケースは $t=5.4 \times 10^3$ 秒、85%ケースは $t=3.6 \times 10^3$ 秒と決定した。

(2) 評価結果

図-12 にコンクリート中の水の拡散係数の比較を示す。無荷重の条件、35%および 85%の応力負荷の条件においても、透水係数の序列は NON>M-SEC>A-SEC となり、図-10 に示した遷移帯の平均厚さの序列と同様であった。これより遷移帯の平均厚さの減少は、硬化コンクリートの緻密性の向上に影響することがわかった。

また荷重前後の透水係数の変化をみると、荷重応力レベル 35%の条件では、いずれのケースでも拡散係数が微

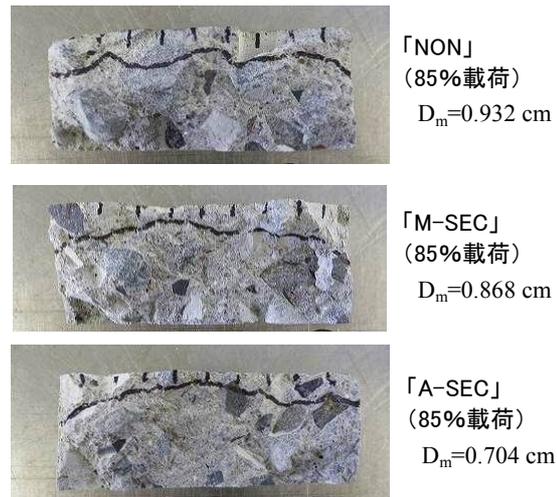


図-11 浸透深さの観察結果 (85%荷重シリーズの例)

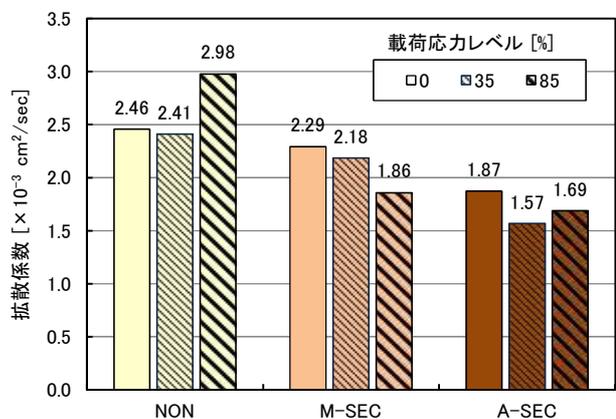


図-12 コンクリート中の水の拡散係数の比較

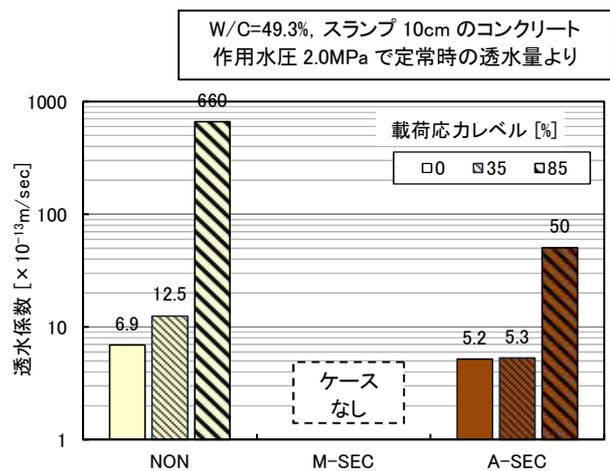


図-13 コンクリートの透水係数の比較¹⁰⁾

減した。これは、骨材周囲の遷移帯等も含めたコンクリート内部の微細空隙の容積が、圧縮荷重により全体的に減少したためと考えられる。つまり、この応力レベルでは透水を助長するような微細ひび割れがいずれのケースでも生じてなかったと考えられる。

一方、荷重応力レベル 85%の条件では、NON のケースでは無荷重時の拡散係数に対して 20%程度増加したのに対し、M-SEC および A-SEC では、無荷重時よりも小さい拡散係数のままであった。このことは、NON では事前の 85%荷重で透水を助長するような微細ひび割れが内部で発生したが、SEC 工法の 2 ケースでは 85%荷重を受けてもそのような微細ひび割れの発生はなく、緻密性が高まっていたと考えられる。

同様の傾向は、既往のアウトプット法による透水試験（作用水圧を 2.0 MPa 一定として定常状態になった際の透水量を計測）の結果¹⁰⁾からも得られている。図-13 にその試験で得られたコンクリートの透水係数の比較を示すが、無荷重の条件、35%および 85%の応力負荷の条件でも、NON に対して A-SEC の透水係数は小さいものであった。インプット法による本試験と同様に、この試験でも荷重応力レベル 35%のケースで得られた透水係数は、無荷重時と大きく変化はなかったものの、85%のケースでは NON の透水係数が 100 倍程度増加したのに対し、A-SEC では 10 倍程度と大きな差があった。

このように、インプット法による拡散係数およびアウトプット法による透水係数の結果から、荷重/無荷重のいずれの条件でも、SEC 工法によって骨材周囲の遷移帯の平均厚さを減少させた効果が、硬化したコンクリートの水密性（緻密性）を向上させると考えられる。

4. まとめ

練混ぜ工法を変えたコンクリートに対する微細構造の定量評価および透水試験による緻密性の評価から得られた知見を以下に整理する。

- 1) SEM の反射電子像によるセメント水和率の分析評価から、練混ぜ工法の違いがペースト部のセメント水和反応性に与える影響は小さいことを把握した。
- 2) EPMA による骨材周囲の遷移帯の分析評価から、SEC 工法によって遷移帯の平均厚さが低減されることを把握した。この効果は SEC 工法の中でも全骨材造殻方式の方が高く、骨材造殻の作用が遷移帯の平均厚さの低減に寄与し、圧縮強度の増加にも影響したと考えられる。
- 3) インプット法による透水試験の結果から、荷重/無荷重のいずれの条件でも、SEC 工法によってコンクリート中の水の拡散係数は減少し、その傾向は全骨材造殻方式が最も小さかった。とくに荷重応力レベル 85%の条件では、一括練混ぜでは拡散係数が増加したのに対し、SEC 工法では低下した。SEC 工法によって遷移帯の平均厚さを減少させた影響が、硬化コンクリートの緻密性を向上させたと考えられる。

以上より、本論文では骨材周囲に分布する遷移帯が、コンクリートの圧縮強度や水密性（緻密性）に影響を及ぼすことを示した。とくに大きな径の骨材周囲の遷移帯に着目した場合、その平均厚さが小さいほど圧縮強度が増加し緻密性が向上した。これは遷移帯自身が破壊の起点や緻密性低下の要因になっているためと想定でき、この遷移帯の領域を低減させる手段として SEC 工法による骨材造殻の作用が効果的であると考えられる。

参考文献

- 1) (一財) 土木研究センター：性能向上のために分割練混ぜをしたコンクリート「SEC コンクリート」、建設技術審査証明報告書（建技審証 第 0309 号）、平成 15 年 8 月
- 2) 加賀秀治ほか：S.E.C.コンクリートの研究（特性と強度）、日本建築学会大会学術講演概要集，pp.57-58，1980.9
- 3) 岸谷孝一，伊東靖郎，加賀秀治，山本康弘：SEC コンクリート工法，建築技術，No.380，pp.1-18，1983.4
- 4) 塩永亮介，戸田勝哉，伊藤祐二，高橋晴香：練混ぜ工法を変えたコンクリートの微細構造の分析と評価，コンクリート工学年次論文集，Vol.36，No.1，pp.610-615，2014.7
- 5) K. L. Scrivener: Backscattered electron imaging of cementitious microstructures: understanding and quantification, Cement and Concrete Research, Vol.26, pp.935-945, 2004
- 6) K. L. Scrivener et al.: Quantitative study of Portland cement hydration by X-ray diffraction/Rietveld analysis and independent methods, Cement and Concrete Research, Vol.34, pp.1541-1547, 2004
- 7) H. S. Wong, K. Matter, N. R. Buenfeld : Estimating the original cement content and water-cement ratio of Portland cement concrete and mortar using backscattered electron microscopy, Magazine of Concrete Research, pp.693-706, Volume 65, Issue 11, May 2013
- 8) 内川浩，羽原俊祐，沢木大介：硬化モルタル及びコンクリート中の遷移帯厚さの評価並びに遷移帯厚さと強度の関係の検討，コンクリート工学年次論文集，Vol.4，No.2，pp.1-8，1993.7
- 9) 村田次郎：コンクリートの水密性の研究，土木学会論文集，No.77，pp.69-103，1961.11
- 10) 伊藤祐二，戸田勝哉，塩永亮介：SEC コンクリートによる橋梁床版の品質改善に関する検討，コンクリート工学年次論文集，Vol.36，No.1，pp.785-789，2014.7