

セメントの粒子径・形状解析

関連項目：建築資材, コンクリート, Litesizer DIA 500, 動的画像解析法, 粒子径・形状解析

セメント粒子の大きさや形状は、流動性や必要な水の量など、最終製品の特性に強く影響します。Litesizer DIA 500 は、最大 144 フレーム/秒で画像を取り込み、わずか数秒で粒子の大きさと形状の分布を算出します。



1 はじめに

セメントは、建設業界で最も使用される材料であり、生産量は年間 40 億トン以上にのぼります (1)。珪酸塩やアルミン酸塩などの無機成分が複雑に混ざり合った、安価で製造しやすい材料となっています。セメントの硬化は主に水和反応によるもので、水とさまざまなセメント成分が結合して起こります。

セメントには CEM I から CEM V までの 5 つの種類があり、一般建築に最も関係が深いのは CEM I と CEM II です。CEM I は純粋な普通ポルトランドセメント (OPC) で、CEM II は OPC にフライアッシュ、スラグ、石灰石などの添加物を最大 35 % まで混合したものです (2)。

各セメント種は、製造するコンクリートの 28 日圧縮強度に応じて、3 つのグレードに分けられます。そのグレードは 32.5、42.5、52.5 です。また、セメントは強度発現の速さによっても分類され、R は早期の強度発現を、N は通常の強度発現を意味します。例えば、CEM I 42.5 N の場合、純粋な OPC で強さ 42.5 MPa、通常の強度発現を意味します。

通常のポルトランドセメント以外に、速硬性セメントなど特殊な配合が必要になることもよくあります。この特殊なタイプのセメントは、水と混ぜてからわずか数分で硬化が始まり、通常 1 時間以内に硬化が完了します。速硬性セメント

は、主に OPC と水和過程の触媒としての硫酸アルミニウムで構成されています。

また、セメントの品質は粒子の大きさや形状に強く依存し、これらが表面積、圧縮強度、硬化時間などに影響します。粒子が細かすぎると最終製品で熱が発生し、大きすぎると十分な水和反応が起こりません。粒子の大きさに加え、粒子の形状もモニタリングすべき重要なパラメータです。セメントの流動性と水の必要量は、球形粒子と非球形粒子で大きく異なることがあります (3, 4, 5)。

ここでは、アントンパール社の動的画像解析装置である Litesizer DIA 500 を使用して、異なるメーカーの異なる種類のセメントを評価する様子をご紹介します。Litesizer DIA 500 (図 1) は、高フレームレートカメラを使用し、短時間で多数の個別粒子の画像を撮影することができます。その結果、数秒で粒子の大きさと形状の両方の分布が得られます。

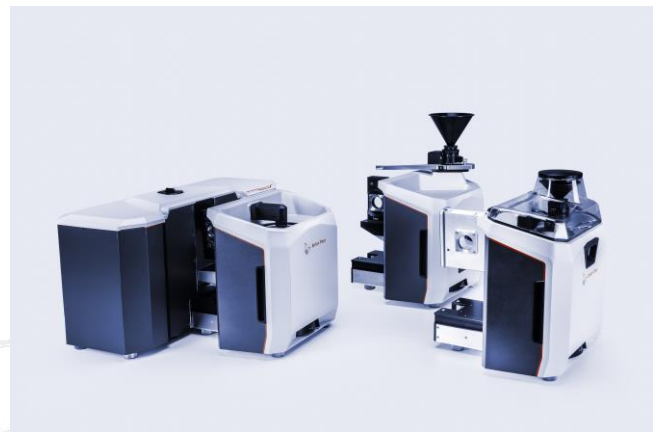


図 1 : Litesizer DIA 500 粒子解析装置と 3 台の分散ユニット (左から湿式、乾式自由落下、乾式ドライジェット)

2 実験条件

セメントサンプルの解析は、Litesizer DIA 500 に乾式ドライジェット分散ユニット (図 2) を取り付けて行いました。乾式ドライジェット分散ユニットは、最大 4.6 bar の圧縮空気を用いて乾燥サンプルの凝集をほぐす分散ユニットです。



図 2 : 乾式ドライジェット分散ユニット

組成や対象用途の違いから、5 種類のセメントを選択しました (表 1)。なお、セメントサンプルは購入時の状態のまままで分析し、前処理は行っていません。

サンプル	種類	メーカー
セメント A1	CEM I 42.5 N	A 社
セメント A2	CEM I 52.5 N	A 社
セメント A3	速硬性セメント	A 社
セメント B1	CEM II/AM (SL) 42.5N	B 社
セメント C1	速硬性セメント	C 社

表 1 : 評価したセメントの種類

サンプル分散と画像撮影に使用した測定条件を表 2 に示します。

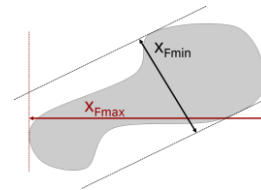
パラメータ	設定
倍率モード	ズーム
フレームレート	50 fps
圧縮空気の圧力	0.5 - 1.5 bar
測定時間	10 - 60 sec

表 2 : 測定条件

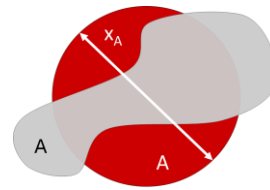
3 結果と考察

3.1 粒子径と粒子形状の結果

粒子の記述には、粒子の輪郭に平行で接する 2 つの平面間の距離であるフェレー径など、さまざまな形状基準を使用することができます。これらの平面間の最小距離と最大距離を最小フェレー径、最大フェレー径 (x_{Fmin} , x_{Fmax}) といいます。



最も関連性の高い形状基準の一つに、粒子の投影面積 (A) と同じ投影面積を持つ球体の直径である投影面積円相当径 (x_A) があります。



$$A = \pi r^2 = \frac{\pi x_A^2}{4}$$

$$x_A = \sqrt{\frac{4A}{\pi}}$$

このレポートの粒子径解析には形状基準として x_A を使用しました。すべてのサンプルで、主に 5 - 60 μm の範囲に単峰性の広い粒子径分布が見られました (図 3)。

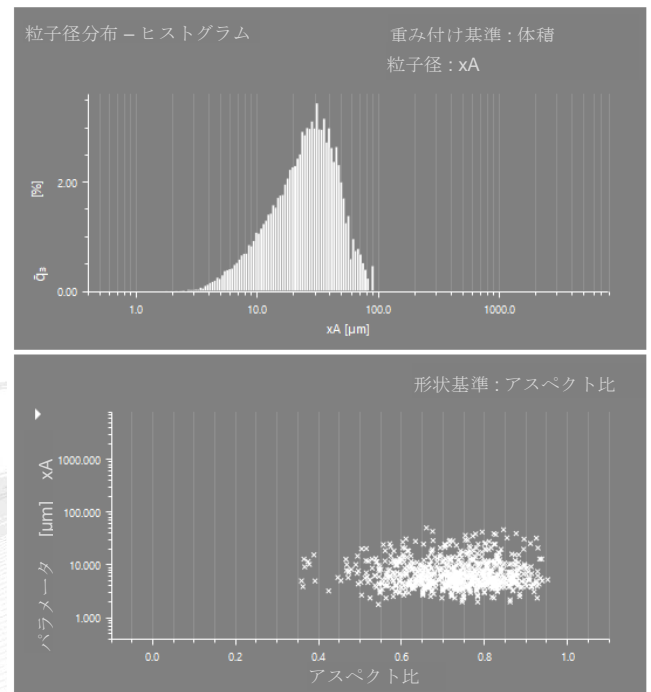


図 3 : 測定終了直後に表示される 1 回の測定結果 (セメント A1)

測定が終了すると、すぐに代表的な粒子の画像と輪郭が表示されます(図4)。個々の粒子情報はすべてデータベースに保存され、簡単に追加解析ができます。

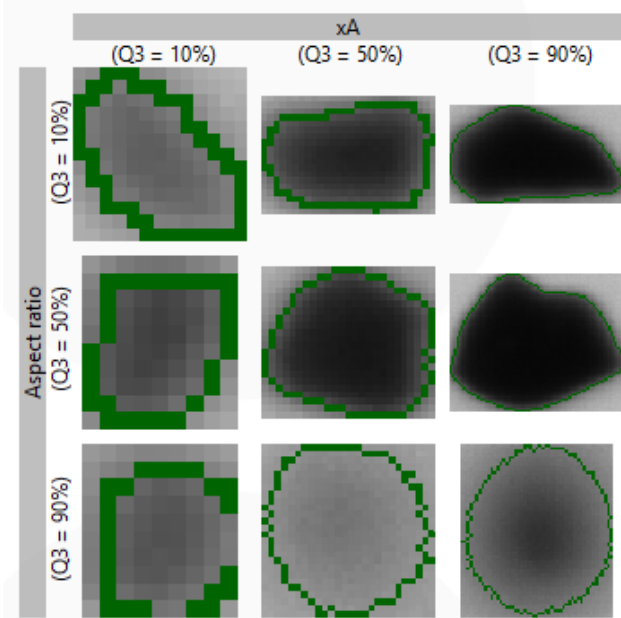
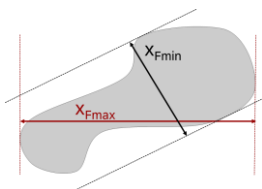


図4：測定結果画面に表示される代表的な粒子の画像と輪郭

アスペクト比は最もよく使われる形状パラメータで、フェレ径の最小値、最大値から求められます。値の範囲は0(不規則粒子)から1(完全球形)までです。



$$\text{アスペクト比} = \frac{x_{Fmin}}{x_{Fmax}}$$

さらに、粒子の形状は、楕円比、コンパクト度など、他のパラメータでも評価することができます。最も適切な形状パラメータは、粒子の特性や分野によって異なります。

セメント製造工程の品質管理では、粒子径や粒子径分布がよく利用されます。Litesizer DIA 500では、アスペクト比について表3に示すように、形状解析を制御パラメータとして使用することも可能です。

すべてのサンプルは、主に0.5~0.9のアスペクト比の粒子を含んでいました。速硬性セメントA3は、最も大きく球形に近い粒子を有しており、CEM I 52.5 NのセメントA2の粒子は、粒子径範囲が狭く最も小さな粒子でした。こうした違いは、セメントの水の必要量や性能の推測に役立ちます。

3.2 データ解析とデータ加工用エクスポート

測定解析では、個々の粒子の大きさや形状のパラメータをすべて同時に評価することが可能です。パラメータの範囲はユーザーが調整でき(図5)、必要に応じて結果を再計算することができます。また、品質管理やユーザーが独自に作成するメソッド用に、特定の範囲をデフォルトパラメータとして設定することもできます。

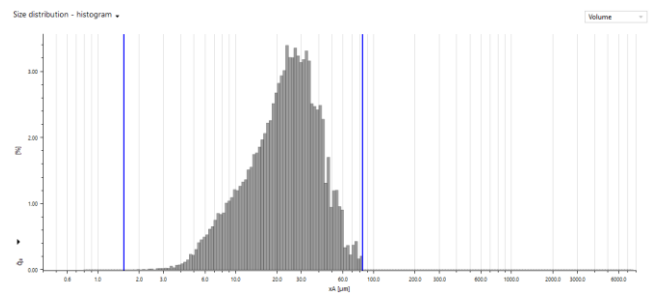


図5：セメントA1の体積基準粒子径分布(x_A)の粒子径範囲選択(青線)

大量の情報が生成されますが、他のアントンパール製粒子解析装置と同様に、すべてのデータに簡単にアクセスし、エクスポートすることができます。データ加工ソフトを使ったデータの可視化に関して、最大限自由に作業したい熟練ユーザーに最適です。一例として、図6に示すように、外部ソフト(Origin 2023)で作成した3D表現で、サンプル間の粒子径分布の違いを大局的にとらえることができます。

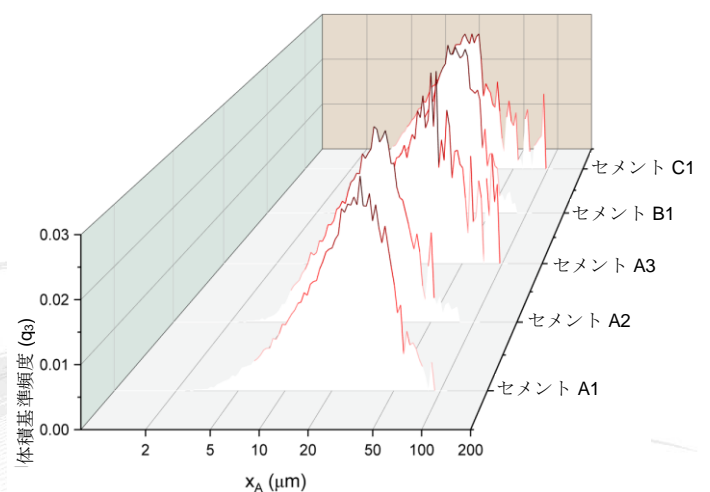


図6：外部データ加工ソフトでプロットしたセメントサンプルの粒子径分布図

サンプル	粒子径 (体積基準) : x_A			形状 (体積基準) : アスペクト比		
	$Q_{10} / \mu m$	$Q_{50} / \mu m$	$Q_{90} / \mu m$	Q_{10}	Q_{50}	Q_{90}
セメント A1	9.7 ± 0.1	25.9 ± 0.3	50.5 ± 0.9	0.565 ± 0.003	0.746 ± 0.004	0.875 ± 0.001
セメント A2	7.9 ± 0.1	18.8 ± 0.3	36.5 ± 1.7	0.606 ± 0.008	0.775 ± 0.007	0.890 ± 0.004
セメント A3	10.3 ± 0.2	25.7 ± 0.9	60.9 ± 8.9	0.609 ± 0.009	0.775 ± 0.007	0.895 ± 0.003
セメント B1	9.2 ± 0.3	23.8 ± 0.7	45.9 ± 2.3	0.551 ± 0.010	0.745 ± 0.005	0.877 ± 0.002
セメント C1	7.7 ± 0.2	19.0 ± 0.4	48.8 ± 7.0	0.579 ± 0.024	0.763 ± 0.015	0.885 ± 0.003

表 3 : 測定したセメントサンプルの平均粒子径 (x_A) および形状 (アスペクト比) の結果

4 まとめ

セメント粒子の大きさや形状は、セメントの水の必要量、流動性、性能に影響を与えるため、品質管理上、重要なパラメータです。5 種類のセメントサンプルを動的画像解析装置 Litesizer DIA 500 で解析し、大きさと形状の両方の分布を得ることができました。いずれのサンプルも、主に 5~60 μm の範囲に広い単峰性の粒子径分布を示しました。粒子の形状をアスペクト比とコンパクト度で評価したところ、速硬性セメントの 1 サンプルが最も球形に近い形状を示しました。

株式会社アントンパール・ジャパン連絡先

Tel: 03-4563-2500

info.jp@anton-paar.com

www.anton-paar.com

5 参考文献

1. **Statista.** Cement production worldwide from 1995 to 2021. [Online]. Accessed in 2023.
<https://www.statista.com/statistics/1087115/global-cement-production-volume/>.
2. **EAB Associates.** Types/Grades of Cement. [Online]
<https://www.eabassoc.co.uk/cement-type-grades.php>.
3. *Effect of particle size distribution of fly ash-cement system on the fluidity of cement pastes.* **Lee, Seung Heun, et al.** 5, 2003, Cement and Concrete Research, Bd. 33.
4. *Particle Size Distribution and Rate of Strength Development of Portland Cement.* **Osbaeck, Bjarne und Johansen, Vagn.** 1989, Journal of the American Ceramic Society.
5. *A model investigation of the influence of particle shape on portland cement hydration.* **Bullard, Jeffrey W und Garboczi, Edward J.** 6, 2006, Cement and Concrete Research, Bd. 36.