

課題番号：2005A0895-R1-np-TU

課題名：XAFS によるカルシウムシリケート水和物の化学状態の研究

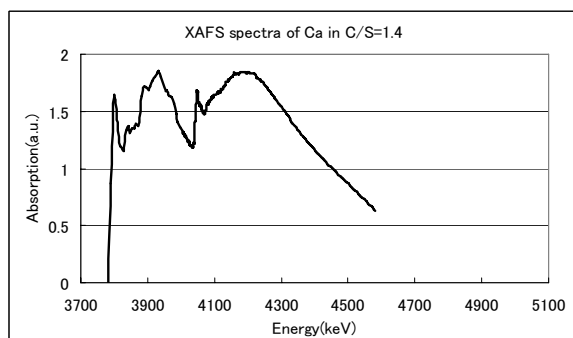
実験責任者所属機関及び氏名：旭化成 松野信也

利用ビームライン：BL19B2

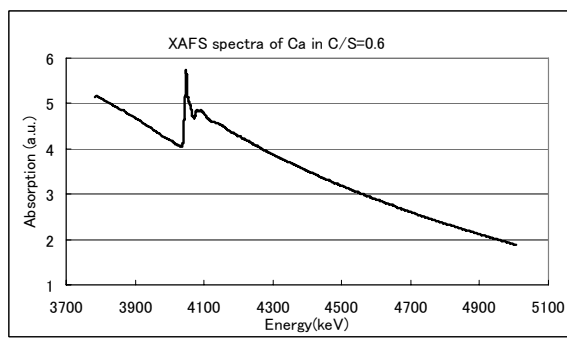
実験結果：

<研究の目的>普通ポルトランドセメント (OPC) に代表されるセメント系材料は古い材料であるが、建築・土木の基盤材料として社会を支えている。しかし、セメント系材料は非常に複雑なケミストリーを有し、水和硬化の理由、水和過程、水和した状態の珪酸カルシウム水和物 (CSH) の構造など、今尚不明な点が多く残されている。1980 年代には、 $^{29}\text{Si-NMR}$ を CSH に適用する研究が活発に成され、水和に伴う $-\text{Si-O}-$ の縮合過程、水和後の縮合長さ等の知見が得られている。しかし、Ca 側からみた結合状態の研究は、その困難さ (本物質は結晶性ではない) ゆえに未だ皆無である。以上の状況を鑑み筆者らは、珪酸カルシウム水和物の基本に立ち返り、CSH の合成法を確立して、幅広い Ca/Si 比 (0.6~1.4) の CSH の構造を Ca のプローブとして研究することを提案した。

<結果>今回、BL19B2 において、Ca/Si=0.6, 1.0, 1.4 の CSH に対して、Ca-K 吸収端近傍の XAFS 測定を行い、それらの局所構造の比較評価を試みた。まず、BL19B2 においては、Ca-K エッジの XAFS スペクトルが測定できなかった。この様子を (図 1) に示す。

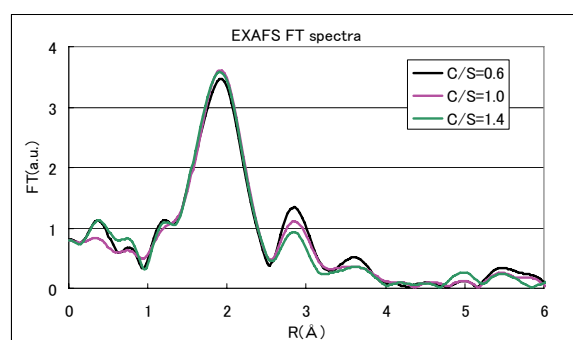


(図 1)



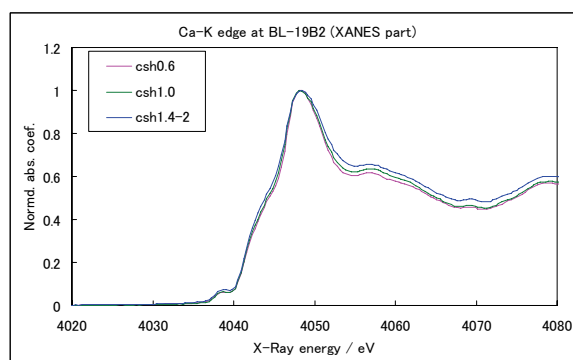
(図 2)

この原因を調べていくと、特に測定のパスを空気にした場合、高次光の混入が明確になった。ミラーによる Si(111)の3次高調波のカットが十分ではないと考えられた。そこで、基本波と高調波の屈折の違いを利用して、2結晶分光器を僅かにずらして高次光の混入を制御した。このようにして測定した XAFS スペクトルを (図 2) に示す。このようにして測定した XAFS スペクトルをもとに、動径分布解析を行なった。その結果を (図 3) に示す。



(図 3)

(図 3) において、 $R=1.9\text{Å}$ は Ca-O の距離に対応すると考えられる。また、 $C/S=0.6, 1.0, 1.4$ の CSH において、その距離は、ほぼ同じと言える。 $R=1.9\text{Å}$ と $R=2.9\text{Å}$ のピーク強度比の違いが何を意味するかは、今後さらに詳細な研究が必要である。また、(図 4) に示す C-K エッジの XANES スペクトルも C/S 比と相関して変化しているように思われ、今後さらに検討を行なっていく予定である。



(図 4)