

X線回折法を活用した浚渫土砂ブロックの強度分析

高田, 義人
九州大学大学院工学府土木工学専攻

杉村, 佳寿
九州大学大学院工学研究院海域港湾環境防災共同研究部門

笠間, 清伸
九州大学大学院工学研究院社会基盤部門

春日井, 康夫
一般財団法人沿岸技術研究センター

他

<https://hdl.handle.net/2324/7217554>

出版情報 : Journal of Japan Society of Civil Engineers, Ser. B3 (Ocean Engineering). 77 (2), pp.I_493-I_497, 2021. 土木学会
バージョン :
権利関係 : © 2021 Japan Society of Civil Engineers



X線回折法を活用した 浚渫土砂ブロックの強度分析

高田 義人¹・杉村 佳寿²・笠間 清伸³・春日井 康夫⁴・
片桐 雅明⁵・瀬賀 康浩⁶・西野 智之⁶・高嶋 紀子⁶

¹ 学生会員 九州大学大学院 工学府 土木工学専攻 (〒819-0395 福岡市西区元岡 744)

E-mail (Corresponding Author): kotonohano2017@gmail.com

² 正会員 九州大学大学院 工学研究院 海域港湾環境防災共同研究部門
(〒819-0395 福岡市西区元岡 744)

³ 正会員 九州大学大学院 工学研究院 社会基盤部門
(〒819-0395 福岡市西区元岡 744)

E-mail: kasama@civil.kyushu-u.ac.jp

⁴ 正会員 一般財団 法人沿岸技術研究センター (〒105-0003 東京都港区西新橋 1 丁目 14 番 2 号)

⁵ 正会員 株式会社 日建設計シビル (〒112-0004 東京都文京区後楽 1 丁目 4 番 27 号)

⁶ 国土交通省 九州地方整備局 北九州港湾・空港整備事務所
(〒801-0841 北九州市門司区西海岸 1-4-40)

著者らは、高含水比の浚渫土砂に高圧脱水固化処理を施すことにより、高強度なブロックを作製する技術開発を行っている。本論文では、この固化処理土中のセメント水和生成物や土粒子の鉱物の種類と量に着目し、X線回折法により定量した化合物の質量割合と一軸圧縮試験による強度特性を調査した。さらに、2つのパラメーターを用いて比較・評価し、強度推定を行った。得られた結論をまとめると以下のようになる。(1) 固化材添加率 40%の固化処理土の一軸圧縮強さとセメントの水和反応で生成される $\text{Ca}(\text{OH})_2$ には $R^2=0.82$ の強い相関があり、 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ の割合が 6.3%増加すると、一軸圧縮強さが 14.6 MPa 増加した。(2) 固化材添加率 80%の固化処理土の一軸圧縮強さとセメントの水和反応で生成される $\text{Ca}(\text{OH})_2$ には $R^2=0.80$ の強い相関があり、 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ の割合が 1%増加すると、一軸圧縮強さが 20.9 MPa 増加した。

Key Words : Dredged soil, cement mixing, strength estimation, X-ray diffraction method

1. はじめに

港湾では河川からの流入や潮流の影響により海底に土砂が継続的に堆積しており、航路・泊地等の維持浚渫が行われている。また近年の船舶の大型化のため海底増進を目的とした浚渫事業が行われている。この事業により発生した浚渫土砂はこれまで埋立造成地や土砂処分場で受け入れられていたが、その容量は飽和状態になりつつある。そのため浚渫土砂の減量化、有効利用の手段が研究されている^{1)~5)}。

著者らは浚渫土砂にセメントなどの固化材を混合し、高圧脱水を行うことにより高強度なブロックをつくるという高圧脱水固化処理工法を開発研究している。この工法により一度に大量の浚渫土砂を有効利用でき、作製したブロックは高強度な構造物としての活用が可能となる。このブロックの強度を評価するには実際に破壊試験を行う必要があり、これまでに強度推定手法として、水と固

化材の重量比である水セメント比や固化材が空隙に占める体積固体分率を用いた検討が提案されている^{6)~8)}が、セメントの水和反応と強度増加のメカニズム等、明らかになっていないことが多い。コンクリートの分野においては、佐川ら¹⁰⁾によって水和反応に伴う水和生成物の定量化が積極的に行われている。以上のことからブロックの強度とセメント水和生成物の関係を見出すことは、より精度の高いブロックの強度推定手法となり得ることが期待できる。また、実務面では破壊試験を行わず、ブロックから採取した微量の試料をもとに強度を推定できる可能性もある。

本論文では、高強度固化処理土の強度推定を行うための基礎的研究として、セメントと固化処理土の化学反応で生成される水和物を X 線回折法により計測し、含水比や一軸圧縮強さとの関係を調べた。

表-1 新門司沖粘土の物理特性

試料名	新門司沖粘土
土粒子密度	2.634 g/cm ³
液性限界	100.5%
塑性限界	57.9%
強熱減量	8.76%

表-2 実験条件

試料名	新門司沖粘土	セメントペースト
初期含水比	200%	40%
脱水圧力	5 MPa	0 MPa
固化材	高炉スラグセメントB種	
固化材添加率	40%, 80%	
養生条件	水中養生 (20℃)	気中養生 (20℃)
養生日数	3日, 7日, 28日, 91日	

2. 実験概要

母材には、新門司沖土砂処分場 (2期) において浚渫された粘土 (以降、新門司沖粘土とよぶ)、固化材には高炉スラグセメントB種を用いた。使用した新門司沖粘土の物理特性を表-1に示す。

実験条件を表-2に示す。固化材添加率は、試料の乾燥重量に対して40%と80%、養生日数は3日、7日、28日 (固化材添加率80%は39日) および91日とした。液性限界の約2倍の200%に含水比調整した新門司粘土と固化材を十分に攪拌した後、直径50 mm、高さ250 mmのモールドに気泡が残らないように充填し、5 MPaで加圧脱水し供試体を作製した。作製した供試体は、温度20℃で水中養生した。所定の養生日数経過後に一軸圧縮試験 (JIS A 1203)、含水比試験 (JIS A 1203) および900℃での加熱減量試験を行った。ここで、900℃での減量試験で得られる水分減少量は、セメントの水和生成物の一つであるC-S-Hの量であると仮定した。また、固化処理土の強度増加要因をセメントの水和生成物量から検討するために、900℃での加熱減量試験後の試料に対して粉末X線回折法 (XRD) による分析を行った。高炉スラグセメントと水のみを混合したセメントペーストに対しても同様の試験を行った。

3. 養生に伴う含水比の変化

セメントの水和反応で消費される供試体内の自由水を定量化するため、図-1に養生日数と含水比の変化を示す。含水比はセメントの水和反応で消費される供試体内の自由水の量を表している。養生日数0~91日において、セメントペーストの含水比は40%から14%に減少した。これはセメントの水和反応に供試体内の26%程度の水分が消費されたことを意味する。一方、高圧脱水した固化処理

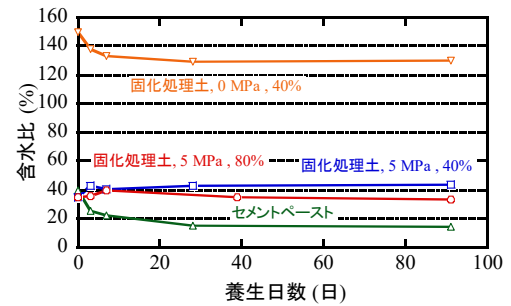


図-1 養生日数と含水比

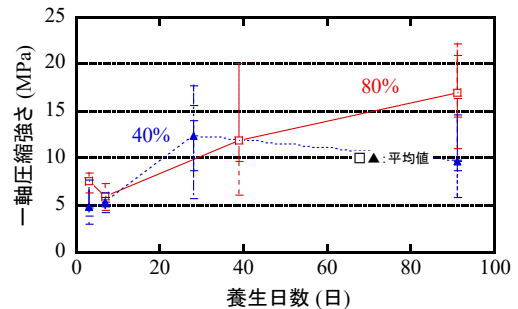


図-2 養生日数と一軸圧縮強さ

土では、固化材添加率40%では初期含水比は35%であったが、28日間で7%程度増加し、その後一定値を示した。固化材添加率80%では含水比は0~3日で0.6%増加、3~7日で3.8%増加、7~39日で4.9%減少、39~91日で1.1%減少した。また、上野らの研究⁹⁾では、脱水していない固化処理土の含水比はセメントペーストと同様に150%から119%に減少した。このことから、高圧脱水して作製した固化処理土では、供試体内の自由水が固化材との水和反応で消費される以上に、水中養生の過程で水分が周辺から供試体に供給されていることが予想される。

4. 養生日数と一軸圧縮強さ

図-2に各養生日数における一軸圧縮強さを示す。一軸圧縮強さの平均値は固化材添加率40%において0~3日で4.8 MPa増加、3~7日で0.5 MPa増加、7~28日で7 MPa増加、28~91日で2.6 MPa減少した。一方、固化材添加率80%では0~3日で7.5 MPa増加、3~7日で1.6 MPa減少、7~39日で5.9 MPa増加、39~91日で5.2 MPa増加した。2つの固化材添加率を比較すると、養生28, 39日までは40%と80%の強度増加傾向に大きな差は見られなかった。しかし、91日強度に関しては、固化材添加率80%の方が40%よりも強度が大きい傾向にあることがわかった。また、同じ養生日数でも値に大きいもので15 MPa程度ばらつきが生じた。これは、供試体ごとにセメントの水和反応の進行に差があることが影響したと推測できる。

5. 高強度固化処理土のX線分析結果

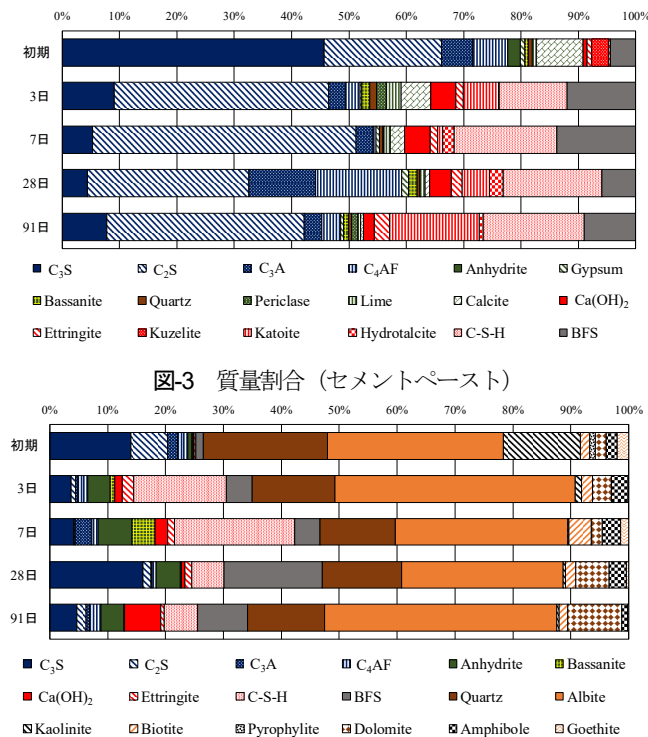


図-3 質量割合 (セメントペースト)

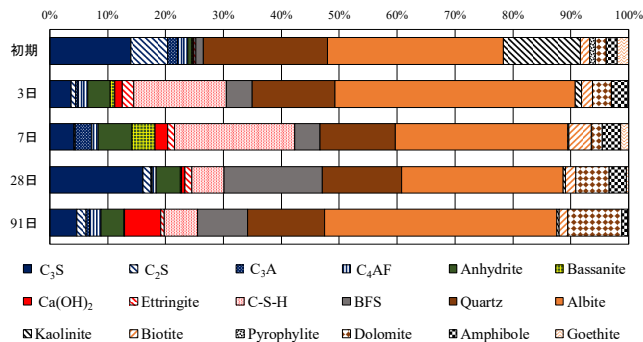


図-4 質量割合 (固化材添加率: 40%)

X線回折法とは、試料にX線を照射した際、X線が原子の周りにある電子によって散乱、干渉した結果起こる回折を解析することを測定原理としている。この回折情報を用いることにより、粉末試料の構成成分の同定や定量が可能となる。測定条件を以下に示す。試料は乳鉢で細かく破碎したものを用いた。ターゲット: $\text{CuK}\alpha$, 管電圧: 40 kV, 管電流: 30 mA, 走査範囲: $10\text{--}70^\circ 2\theta$, ステップ幅: 0.01° , リートベルト解析の方法: B-スプライン法。また、試料には内割 10% の割合で Al_2O_3 を混合し、内部標準法で質量割合を計算した。

(1) セメントペースト

図-3 に各養生日数におけるセメントペーストの X 線分析の結果を示す。 Ca(OH)_2 の元となる C_3S は養生 3 日でほとんど反応が終了した。 C_2S は一旦増加し、その後減少した。初期~91 日でセメントの水和反応物である Ettringite の割合が 2% 増加した。また、同じく水和反応物である Ca(OH)_2 の割合は初期~3 日で 3.7% 増加したが、3~91 日では 2.6% 減少した。 C-S-H は初期~7 日にかけて 17.9% 増加し、それ以降あまり変化しなかった。

図-4 に各養生日数における固化材添加率 40% の固化処理土の X 線分析の結果を示す。養生 91 日で Ca(OH)_2 は 6.3% 増加した。Ettringite は初期~3 日で 1.7% 増加したが、それ以降は減少した。 C-S-H は初期~7 日で 26.2% 増加したが、それ以降は減少していた。また、初期~91 日で浚渫土砂に含まれる Kaolinite が 12.9% 減少した。これはセメント水和生成物の Ca(OH)_2 と土中の SiO_2 や Al_2O_3 が反応して、 C-S-H を生成するポゾラン反応が起こるためだと

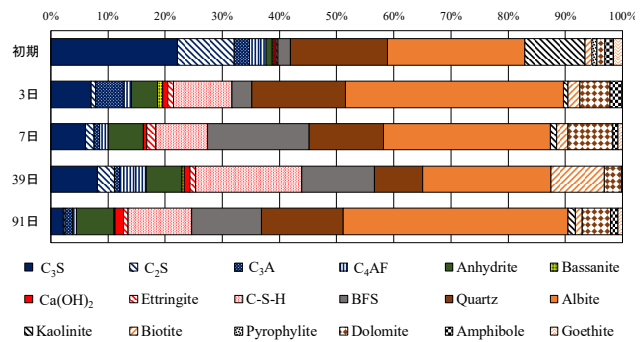


図-5 質量割合 (固化材添加率: 80%)

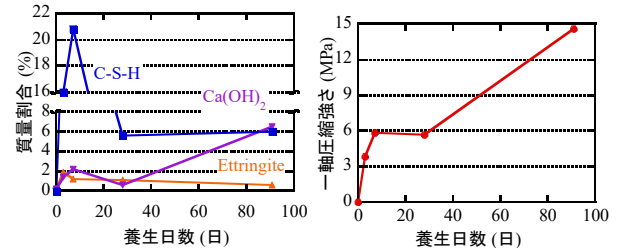


図-6 養生日数と一軸圧縮強さおよび水和物

(固化材添加率: 40%)

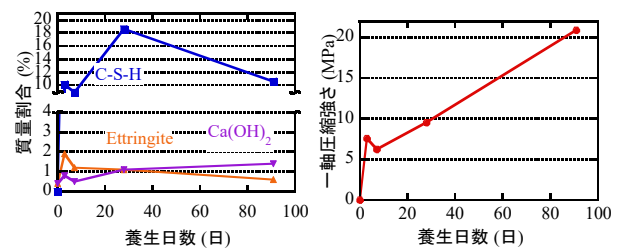


図-7 養生日数と一軸圧縮強さおよび水和物

(固化材添加率: 80%)

考えられる。

図-5 に各養生日数における固化材添加率 80% の固化処理土の X 線分析の結果を示す。養生 91 日で Ca(OH)_2 は 1% 増加した。Ettringite は初期~7 日で 1.2% 増加したが、それ以降は減少した。 C-S-H は初期~28 日で 18.6% 増加したが、それ以降は減少していた。また、初期~91 日で浚渫土砂に含まれる Kaolinite がそれぞれ 9.3% 減少した。固化材添加率 40% における質量割合に比べ増加減少幅は小さいものの、それぞれの化合物の増加減少傾向と概ね一致していた。このことから、固化材添加率の違いにより固化処理土内でのセメントの水和反応の量・速度？は変化しないと推測できる。

6. 水和反応物の変化による強度推定

図-6 および図-7 に固化処理土の養生日数と一軸圧縮強さおよび水和物の質量割合の関係を示す。一軸圧縮強さの値は X 線分析を行った供試体を用い、JGSA1216 に従い測定した⁹⁾。固化材添加率 40% の固化処理土において養生 91 日で一軸圧縮強さは 14.6 MPa 増加、 Ca(OH)_2 は

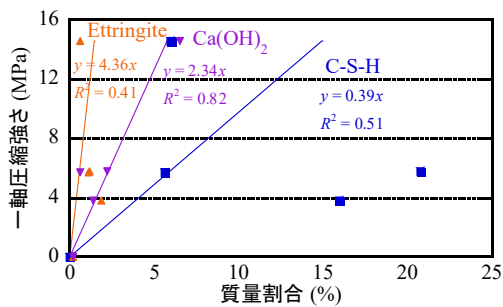


図-8 質量割合 (固化材添加率: 40%)

5.9%増加, Ettringite は 0.2%減少, C-S-H は 0.6%増加した。固化材添加率 80%では養生 91 日で一軸圧縮強さは 20.9 MPa 増加, Ca(OH)_2 は 1%増加, Ettringite は 0.2%減少, C-S-H は 10.6%増加となった。

図-8, 図-9 に固化処理土の水和物と一軸圧縮強さの相関を示す。固化材添加率 40%において一軸圧縮強さとの相関は C-S-H が $R^2=0.51$, Ettringite が $R^2=0.41$, Ca(OH)_2 が $R^2=0.82$ となった。つまり, 固化材添加率 40%の供試体の一軸圧縮強さと最も相関がある水和物の質量割合は Ca(OH)_2 であることがわかった。また, 一軸圧縮強さと Ca(OH)_2 は式(1)の関係にあることが明らかになった。

$$\text{一軸圧縮強さ } q_u = 2.34 \times \text{Ca(OH)}_2 \quad (1)$$

固化材添加率 80%では一軸圧縮強さとの相関は C-S-H が $R^2=0.22$, Ettringite が $R^2=-0.37$, Ca(OH)_2 が $R^2=0.80$ となった。固化材添加率 40%の相関と比較すると固化材添加率 80%の決定係数は水和物全体で減少したが, Ca(OH)_2 が最も強い相関を示した。このことから, 固化材添加率の違いに関係なく固化処理土の一軸圧縮強さと最も相関がある水和物の質量割合は Ca(OH)_2 であると考えられる。また, 固化材添加率 80%における固化処理土の一軸圧縮強さと Ca(OH)_2 は式(2)の関係にあることが明らかになった。

$$\text{一軸圧縮強さ } q_u = 11.66 \times \text{Ca(OH)}_2 \quad (2)$$

7. おわりに

浚渫土砂に高炉スラグセメント B 種を混合し作製したブロックについて, 固化処理土中のセメント水和生成物や土粒子鉱物に着目し, 強度特性を調査した。その結果から得られた結論を以下に示す。

- (1) 固化材添加率 40%では固化処理土の一軸圧縮強さとセメントの水和反応で生成される Ca(OH)_2 には $R^2=0.82$ の強い相関があり, Ca(OH)_2 の割合が 6.3%増加すると, 一軸圧縮強さが 14.6 MPa 増加した。
- (2) 固化材添加率 80%では固化処理土の一軸圧縮強さとセメントの水和反応で生成される Ca(OH)_2 には

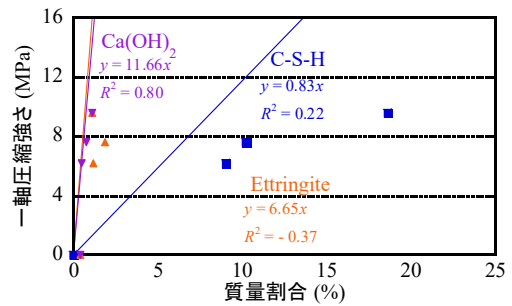


図-9 質量割合 (固化材添加率: 80%)

$R^2=0.80$ の強い相関があり, Ca(OH)_2 の割合が 1%増加すると, 一軸圧縮強さが 20.9 MPa 増加した。

参考文献

- 1) 上野和敬, 笠間清伸, 中川康之, 根本貴史, 南正治, 善功企, 春日井康夫, 片桐雅明: 水和反応率に着目した高圧脱水固化処理土の一軸圧縮強度特性, 第 13 回環境地盤工学シンポジウム発表論文集, pp.413-416, 2019.
- 2) Tay, J.H, Show, K.Y. and Hong, S.Y.: Concrete aggregates made from sludge-marine clay mixes, *Journal of Materials*, 14(5), pp.392-398, 2002.
- 3) Netzband, A, Reincke, H. and Bergemann, M.: The river Elbe a case study for the ecological and economical chain of sediments, *Journals of Soils and Sediments*, 2(3), pp.112-116, 2002.
- 4) Elkins, B.V. and Thompson, T.K.: Recycle dredged materials for beneficial use, *Dredging and Management of Dredged Material, Geotechnical Special Publication*, 65, pp.161-176, 1997.
- 5) 新舎博, 松本歩, 長尾喬平, 小森裕: 浚渫粘土を原料とした高強度固化処理土ブロックの製造実験, 土木学会論文集 C(地圏工学), Vol.75, No.1, pp.62-75, 2019.
- 6) Miura, N, Horpibulsuk, S. and Nagaraj, T.S.: Engineering Behavior of Cement Stabilized Clay at High Water Content, *Soils and Foundations*, 41(5), pp.33-45, 2001.
- 7) Horpibulsuk, S, Wnchai, K, Wanchai, S. and Runglawan, R.: Strength development in cement stabilized low plasticity and coarse grained soils, *Soils and Foundations*, 46(3), pp.351-366, 2006.
- 8) 土田孝, 湯怡新, 嶋川奈津美, 安部太紀: 高含水比の海成粘土を原料土とするセメント固化処理土の強度発現過程に関する研究, 地盤工学ジャーナル, Vol.8, No.1, pp. 53-70, 2013.
- 9) 地盤工学会, 地盤材料試験の方法と解説, 丸善出版, 第 2 章 一軸圧縮試験(JIS A 1216), pp.541-549, 2009.
- 10) 佐川孝広, 名和豊春: X 線回折外部標準法により測定したセメント系材料の水和反応と硬化体の相組成, セメント・コンクリート論文集, Vol.68, No.1, pp.46-52, 2014.

(Received February 4, 2021)

(Accepted April 23, 2021)

STRENGTH ANALYSIS OF CEMENT-TREATED DREDGED SOIL USING X-RAY DIFFRACTION METHOD

Yoshito TAKATA, Yoshihisa SUGIMURA, Kiyonobu KASAMA, Yasuo KAZUGAI,
Masaaki KATAGIRI, Yasuhiro SEGA, Tomoyuki NISHINO and Noriko TAKASHIMA

Authors have developed a technology to utilize dredged soil with high water content as a high-strength block by cement mixing and high-pressure dehydration. In this paper, we investigated cement hydration products quantified by X-ray diffraction method and strength properties by uniaxial compression test. The results obtained from this study are summarized as follows. (1) For the cement content of 40%, there was a strong correlation between unconfined compressive strength of cement-treated soil and the mass percentage of Ca(OH)_2 , which is one of the cement hydration products, with $R^2 = 0.82$. The unconfined compressive strength increased up to 14.6 MPa when the mass proportion of Ca(OH)_2 increased up to 6.3%. (2) For the cement content of 80%, there was a strong correlation between unconfined compressive strength of cement-treated soil and the mass percentage of Ca(OH)_2 with $R^2 = 0.82$. The unconfined compressive strength increased up to 20.9 MPa when the mass proportion of Ca(OH)_2 increased up to 1%.