

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6761682号  
(P6761682)

(45) 発行日 令和2年9月30日(2020.9.30)

(24) 登録日 令和2年9月9日(2020.9.9)

(51) Int.Cl.	F I		
<b>C O 4 B 28/26</b>	<b>(2006.01)</b>	C O 4 B 28/26	
<b>C O 4 B 14/10</b>	<b>(2006.01)</b>	C O 4 B 14/10	A
<b>C O 4 B 20/00</b>	<b>(2006.01)</b>	C O 4 B 20/00	B
		C O 4 B 20/00	A

請求項の数 3 (全 14 頁)

(21) 出願番号	特願2016-129858 (P2016-129858)	(73) 特許権者	390037154
(22) 出願日	平成28年6月30日 (2016.6.30)		大和ハウス工業株式会社
(65) 公開番号	特開2018-2525 (P2018-2525A)		大阪府大阪市北区梅田3丁目3番5号
(43) 公開日	平成30年1月11日 (2018.1.11)	(74) 代理人	110001586
審査請求日	令和1年5月31日 (2019.5.31)		特許業務法人アイミー国際特許事務所
		(72) 発明者	久保田 貴之
			大阪府大阪市北区梅田3丁目3番5号 大和ハウス工業株式会社内
		審査官	小川 武

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリケートポリマー成形体の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

骨材と、アルミノ珪酸塩と、アルカリシリカ溶液とを混合して、混合物を生成する工程と、

前記混合物を成形する工程とを備え、

前記混合物を生成する工程は、

前記アルカリシリカ溶液の濃度を予め調製する工程を含み、

前記混合物を生成する工程では、3.0 μm以上10.0 μm以下のメディアン径を有し、1.0 m<sup>2</sup>/cc以上4.0 m<sup>2</sup>/cc未満の比表面積を有する前記アルミノ珪酸塩を用い、前記骨材：前記アルミノ珪酸塩：前記アルカリシリカ溶液を(3.0～3.8)：(1.0～0.3)：1.0の質量割合の比で混合し、

前記アルカリシリカ溶液の濃度を予め調製する工程では、前記アルカリシリカ溶液と前記骨材と前記アルミノ珪酸塩とからなる原料中のアルカリ金属の濃度が2.4%以上3.0%以下の濃度になるように前記アルカリシリカ溶液を調製する、シリケートポリマー成形体の製造方法。

【請求項2】

前記生成する工程は、

調製したアルカリシリカ溶液と、前記骨材と、前記アルミノ珪酸塩とを、他の溶媒を用いずに混合する工程を含む、請求項1に記載のシリケートポリマー成形体の製造方法。

【請求項3】

10

20

前記生成する工程では、生分解性の有機物を含有していない骨材を用いる、請求項 1 または 2 に記載のシリケートポリマー成形体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、シリケートポリマー成形体及びシリケートポリマー成形体の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

特開 2016 - 64957 号公報（特許文献 1）には、窯業系サイディング廃材を含む骨材と、アルミノ珪酸塩と、アルカリシリカ溶液とが混合されてなるシリケートポリマー成形体には、その表面に白色結晶が浮き出るという課題があることが開示されている。この特許文献 1 には、この課題を解決するために、アルミノ珪酸塩及びアルカリシリカ溶液の質量割合の比を所定の範囲内にすることが開示されている。

10

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【特許文献 1】特開 2016 - 64957 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

20

【0004】

本発明者が鋭意検討した結果、上記特許文献 1 のシリケートポリマー成形体においては、白色結晶が浮き出ることを抑制できるので意匠性の低下を抑制できるものの、強度が十分でない場合があることを見出した。

【0005】

本発明は、意匠性の低下を抑制するとともに、強度を向上する、シリケートポリマー成形体及びシリケートポリマー成形体の製造方法を提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明者は、シリケートポリマー成形体において白色結晶が浮き出ることを抑制するために、アルカリシリカ溶液の量を低減すると、強度が低下してしまうという問題に着目した。そして、白色結晶が浮き出ることを抑制しつつ、シリケートポリマー成形体の強度を向上するために鋭意研究した結果、アルミノ珪酸塩のメディアン径を制御することにより実現できることを見出して、本発明を完成させた。

30

【0007】

すなわち、本発明のシリケートポリマー成形体は、骨材と、アルミノ珪酸塩と、アルカリシリカ溶液とを含む混合物を用いて成形されたシリケートポリマー成形体において、アルミノ珪酸塩のメディアン径が、 $2.6\ \mu\text{m}$  を超えて  $25.0\ \mu\text{m}$  以下であることを特徴としている。

【0008】

40

本発明のシリケートポリマーの製造方法は、骨材と、アルミノ珪酸塩と、アルカリシリカ溶液とを混合して、混合物を生成する工程と、この混合物を成形する工程とを備え、生成する工程では、 $2.6\ \mu\text{m}$  を超えて  $25.0\ \mu\text{m}$  以下のメディアン径を有するアルミノ珪酸塩を用いる。

【0009】

本発明のシリケートポリマー及びその製造方法によれば、アルミノ珪酸塩のメディアン径を  $2.6\ \mu\text{m}$  を超えて  $25.0\ \mu\text{m}$  以下に制御しているので、白色結晶が浮き出ることを抑制するアルカリシリカ溶液の量を混合しても、強度を向上できる。したがって、本発明は、意匠性の低下を抑制するとともに、強度を向上する、シリケートポリマー成形体及びシリケートポリマー成形体の製造方法を提供することができる。

50

## 【0010】

本発明のシリケートポリマー成形体において好ましくは、骨材は、生分解性の有機物を含有していない。

## 【0011】

本発明のシリケートポリマー成形体の製造方法において好ましくは、混合物を生成する工程では、生分解性の有機物を含有していない骨材を用いる。

## 【0012】

本発明者は、原料中に生分解性の有機物を含んでいる場合には、シリケートポリマー成形体の表面に黄色または茶色の有機酸による変色があることを見出した。このため、骨材が生分解性の有機物を含有していない場合には、意匠性の低下をより抑制できる。

10

## 【0013】

本発明のシリケートポリマー成形体の製造方法において好ましくは、生成する工程では、 $1.0\text{ m}^2/\text{cc}$ 以上 $4.0\text{ m}^2/\text{cc}$ 未満の比表面積を有するアルミノ珪酸塩を用いる。

## 【0014】

比表面積が $4.0\text{ m}^2/\text{cc}$ 未満の場合、アルミノ珪酸塩が水分を過度に吸収しないので、アルカリシリカ溶液の量を低減できるため、白色結晶が浮き出ることより抑制できる。比表面積が $1.0\text{ m}^2/\text{cc}$ 以上の場合、シリケートポリマー成形体の強度をより向上できる。

## 【0015】

本発明のシリケートポリマー成形体の製造方法において好ましくは、生成する工程は、アルカリシリカ溶液の濃度を予め調製する工程と、この調製したアルカリシリカ溶液と、骨材と、アルミノ珪酸塩とを、他の溶媒を用いずに混合する工程とを含んでいる。

20

## 【0016】

アルカリシリカ溶液の各成分の必要な量を予め考慮して調製した濃度のアルカリシリカ溶液を用いることにより、他の溶媒を用いずに骨材とアルミノ珪酸塩とアルカリシリカ溶液とを混合できる。このため、原料中に各成分の均一な分散性を高めることができるので、強度を向上したシリケートポリマーを製造できる。

## 【0017】

本発明のシリケートポリマー成形体の製造方法において好ましくは、上記調製する工程では、アルカリシリカ溶液と骨材とアルミノ珪酸塩とからなる原料中のアルカリ金属の濃度が2.4%以上3.0%以下の濃度になるようにアルカリシリカ溶液を調製する。

30

## 【0018】

3.0%以下の場合、白色結晶が浮き出ることより抑制できる。2.4%以上の場合、シリケートポリマー成形体の強度をより向上できる。

## 【発明の効果】

## 【0019】

本発明のシリケートポリマー成形体及びシリケートポリマー成形体の製造方法及びシリケートポリマー成形体によれば、意匠性の低下を抑制できるとともに、強度を向上できる。

40

## 【図面の簡単な説明】

## 【0020】

【図1】本発明のシリケートポリマー成形体の製造方法を示すフローチャートである。

【図2】実施例1において強度の測定方法を説明するための図である。

【図3】実施例2においてアルミノ珪酸塩のメディアン径と比表面積との関係を示す図である。

## 【発明を実施するための形態】

## 【0021】

以下、本発明の実施の形態におけるシリケートポリマー成形体を説明する。本実施の形態におけるシリケートポリマー成形体は、骨材と、アルミノ珪酸塩と、アルカリシリカ溶

50

液とを含む混合物を用いて成形されてなる。シリケートポリマー成形体は、Si（珪素）元素を含み、アルミノ珪酸塩とアルカリシリカ溶液とをアルカリ条件下で重合反応させて生成される珪素高分子体が成形された成形体である。シリケートポリマー成形体は、Al（アルミニウム）元素と、Si元素と、O（酸素）元素とを含み、各元素が化学的に結合している。

【0022】

アルミノ珪酸塩及びアルカリシリカ溶液は、ポリマーの構成成分であり、結合材（バインダー）の役割を果たす。

【0023】

アルミノ珪酸塩は、硫酸イオンを含み、例えば、カオリナイト、ベントナイトなどを用いることができ、陶土（カオリン）を半焼成したメタカオリンなど、反応性の高い半焼成状態であることが好ましい。

【0024】

アルミノ珪酸塩のメディアン径は、 $2.6\ \mu\text{m}$ を超えて $25.0\ \mu\text{m}$ 以下であり、 $3.0\ \mu\text{m}$ 以上 $10.0\ \mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、 $4.0\ \mu\text{m}$ 以上 $8.0\ \mu\text{m}$ 以下であることがより好ましい。

【0025】

ここで、メディアン径（ $d_{50}$ ）は、レーザー回折式粒度分布測定装置により測定される値であり、小数点第2位を四捨五入した値である。シリケートポリマー成形体のアルミノ珪酸塩のメディアン径は、電子顕微鏡による倍率1000倍の視野において10個以上のアルミノ珪酸塩を選定し、選定したアルミノ珪酸塩についてメディアン径を測定したものである。

【0026】

アルカリシリカ溶液は、珪酸アルカリ溶液とも言い、アルカリ金属イオンを含み、例えば、珪酸ナトリウム、珪酸カリウム、珪酸リチウムなどを用いることができる。なお、アルカリ金属とは、リチウム（Li）、ナトリウム（Na）、カリウム（K）、ルビジウム（Rb）、セシウム（Cs）及びフランシウム（Fr）である。アルカリシリカ溶液は、リチウムイオン、ナトリウムイオン及びカリウムイオンからなる群より選択される1種以上のアルカリ金属イオンを含んでいることが好ましい。

【0027】

骨材は、嵩を増す役割と、バインダーの圧力を逃がす役割とを有している。骨材は、意匠性を高める観点から、生分解性の有機物を含有していないことが好ましい。このような骨材として、例えば、陶器、瓦、珪酸カルシウム製品、コンクリート製品、砂、砂利、粘土などを用いることができる。また、骨材は、吸水率の低いものが好ましく、この観点から、珪砂、珪石などを用いることが好ましい。なお、生分解性の有機物とは、木材などが挙げられる。

【0028】

シリケートポリマー成形体は、骨材：アルミノ珪酸塩：アルカリシリカ溶液 =  $(3.0 \sim 3.8) : (1.0 \sim 0.3) : 1.0$ 、 $(1.8 \sim 2.8) : (1.2 \sim 0.2) : 1.0$ 、 $(1.0 \sim 2.2) : (1.3 \sim 0.2) : 1.0$ 及び $(0.3 \sim 0.5) : (1.3 \sim 1.0) : 1.0$ のいずれかの質量割合の比で混合され、混合物が成形されてなることが好ましく、骨材：アルミノ珪酸塩：アルカリシリカ溶液 =  $(3.0 \sim 3.5) : (1.0 \sim 0.5) : 1.0$ 、 $(1.8 \sim 2.6) : (1.2 \sim 0.4) : 1.0$ 、 $(1.0 \sim 1.7) : (1.3 \sim 0.7) : 1.0$ 及び $(0.3 \sim 0.5) : (1.3 \sim 1.0) : 1.0$ のいずれかの質量割合の比で混合されてなることがより好ましい。特に、シリケートポリマー成形体は、骨材：アルミノ珪酸塩：アルカリシリカ溶液 =  $(3.0 \sim 3.4) : (0.8 \sim 0.6) : 1.0$ の質量割合の比で混合され、混合物が成形されてなることが好ましい。なお、質量割合（%）の比とは、シリケートポリマー成形体における骨材、アルミノ珪酸塩及び珪酸ナトリウム水溶液の質量割合（%）を、珪酸ナトリウム水溶液を1.0とした時の骨材及びアルミノ珪酸塩の比を意味する。

10

20

30

40

50

## 【0029】

続いて、図1を参照して、本実施の形態のシリケートポリマー成形体の製造方法について説明する。

## 【0030】

図1に示すように、まず、アルカリシリカ溶液の濃度を調製する(ステップS1)。このステップS1では、必要なアルカリシリカ溶液の各分量を予め考慮してアルカリシリカ溶液の濃度を調製することが好ましく、具体的には、原料中のアルカリ金属の濃度が2.4%以上3.0%以下の濃度になるようにアルカリシリカ溶液を調製することが好ましい。なお、「原料中のアルカリ金属の濃度」とは、原料に複数種のアルカリ金属が含まれている場合には、その合計の濃度を意味する。例えば、アルカリ金属の濃度が2.4%は

10

## 【0031】

この工程(ステップS1)において、アルカリシリカ溶液として、水ガラスを用いる場合について説明する。

## 【0032】

シリケートポリマー成形体の製造において、要するアルカリ金属(ここではナトリウムとする)及び珪素の量(質量)を決定し、決定した量に基づいて、水ガラス中のナトリウム及び珪素の濃度と、水ガラスの混合量を決定する。JIS規格による1~3号品などの市販の水ガラスを準備し、決定した水ガラスのナトリウム及び珪素の濃度になるように、

20

## 【0033】

なお、アルカリ金属としてナトリウムを例に挙げたが、水ガラスの濃度を高めるために、ナトリウムを添加する代わりに、または、併せて、カリウム及びリチウムの少なくとも一方を添加してもよい。

30

## 【0034】

なお、アルカリシリカ溶液のナトリウム濃度を低減するために溶媒で希釈した場合、希釈率が高すぎると、粘性が低くなりすぎて骨材が沈下(ブリージング)しやすくなることを本発明者は見出した。このため、希釈率は質量比において1.25倍以下であることが好ましい。

## 【0035】

次に、2.6 $\mu\text{m}$ を超えて25.0 $\mu\text{m}$ 以下のメディアン径を有するアルミノ珪酸塩と、骨材と、アルカリシリカ溶液とを混合して、混合物を生成する(ステップS2)。メディアン径は、レーザー回折式粒度分布測定装置により測定される値である。

## 【0036】

このステップS2では、1.0 $\text{m}^2/\text{cc}$ 以上4.0 $\text{m}^2/\text{cc}$ 未満の比表面積を有するアルミノ珪酸塩を用いることが好ましく、2.0 $\text{m}^2/\text{cc}$ 以上2.8 $\text{m}^2/\text{cc}$ 未満の比表面積を有するアルミノ珪酸塩を用いることがより好ましい。比表面積は、レーザー回折式粒度分布測定装置により測定される値である。

40

## 【0037】

このステップS2では、ステップS1で調製したアルカリシリカ溶液と、骨材と、アルミノ珪酸塩とを、他の溶媒を用いずに混合することが好ましい。なお、他の溶媒とは、水などの混合する際に要する液体を意味し、撥水剤などの添加剤を含まない。つまり、混合物は、骨材とアルミノ珪酸塩とアルカリシリカ溶液とで形成されてもよく、骨材とアルミノ珪酸塩とアルカリシリカ溶液と添加剤とで形成されてもよい。

50

## 【 0 0 3 8 】

このステップS 2では、例えば、以下のように混合物を生成する。具体的には、2.6  $\mu\text{m}$ を超えて25.0  $\mu\text{m}$ 以下のメディアン径を有するアルミノ珪酸塩を準備する。準備するアルミノ珪酸塩は、例えば、メタカオリンなどを用いることができる。

## 【 0 0 3 9 】

また、骨材を準備する。準備する骨材は、特に限定されないが、有機物を含有していないことが好ましく、例えば、陶器、瓦、珪酸カルシウム製品、コンクリート製品、砂、砂利、粘土などを用いることができる。

## 【 0 0 4 0 】

その後、骨材とアルミノ珪酸塩とを混合し、次いで、調製したアルカリシリカ溶液を加えて混合する。このときに、水などの他の溶媒を用いずに、混合することが好ましい。混合する方法は特に限定されないが、例えば、混練ミキサーを用いて混合する。

10

## 【 0 0 4 1 】

次に、混合物を成形する（ステップS 3）。この工程では、混合物を型枠に投入し、シリケートポリマー成形体を製造する。この工程では、例えば、以下のように成形する。

## 【 0 0 4 2 】

具体的には、混合物を型枠に投入し、振動台を用いて加振する。これにより、混合物中の塊が振動によりゲル状に軟化し、型枠の隅々まで混練物を充填することができる。そして、養生した後、脱型する。養生時間（脱型するための養生時間）は、例えば1時間以上24時間以内である。樹脂製の型枠を用いる場合には、シリケートポリマーと樹脂とは離反しやすいので、離型剤を用いずに、脱型できる。

20

## 【 0 0 4 3 】

なお、混練時間が長いほど、成形時における混練物の固さは増すが、1週間養生した後の強度には大きな差は見られない。そのため、成形性を考慮すれば、混練物が一体となった時点で混練を終了することが望ましい。

## 【 0 0 4 4 】

また、別の成形方法として、高圧プレスにより成形することも可能である。高圧プレス成形の場合には、シリケートポリマー成形体を量産する際に有利である。

## 【 0 0 4 5 】

このように、本実施の形態では、シリケートポリマー成形体を高圧プレスによらず成形することと、高圧プレスによって成形することとの両方が可能である。このため、任意の方法によって、シリケートポリマー成形体を成形することができる。

30

## 【 0 0 4 6 】

以上の工程（ステップS 1～ステップS 3）を実施することにより、シリケートポリマー成形体を製造することができる。製造されたシリケートポリマー成形体中のアルミノ珪酸塩のメディアン径は、原料中のアルミノ珪酸塩のメディアン径とほぼ同じである。このように製造されたシリケートポリマー成形体は、表面に白色結晶が浮き出ることが抑制されるとともに、強度が向上されている。このため、本実施の形態のシリケートポリマー成形体は、例えば、床材、構造材、内装材、外装材、舗装材、外構建材などの高い意匠性及び強度が求められる用途に好適に用いられる。

40

## 【 0 0 4 7 】

なお、アルカリシリカ溶液の濃度を調製する工程（ステップS 1）は、省略されてもよい。この場合、混合物を生成する工程（ステップS 2）において、骨材とアルミノ珪酸塩とアルカリシリカ溶液とを混合してもよく、水などの他の溶媒をさらに用いて混合してもよい。

## 【 0 0 4 8 】

また、ステップS 1において他の溶媒でアルカリシリカ溶液の濃度が希釈された場合、及びステップS 2において他の溶媒をさらに混合した場合には、ステップS 3において混合物を成形すると、溶媒蒸発後の空隙率が高くなり、強度が低下する。このため、ステップS 1及びステップS 2において溶媒を用いる場合には、質量比においてアルカリシリカ

50

溶液の希釈率は1.20倍以下であることが好ましい。

【0049】

続いて、本実施の形態のシリケートポリマー成形体及びその製造方法の効果について、アルカリシリカ溶液として水ガラスを用い、アルミノ珪酸塩としてメタカオリンを用いた場合を例に挙げて説明する。

【0050】

メタカオリンは、粘土鉱物であるため吸水性が高く、水ガラスによって与えられる水分を吸収するので、シリケートポリマーへの反応に必要な分量を超える水ガラスを加える必要がある。

【0051】

水ガラスの主成分は、珪酸ナトリウムである。珪素( $\text{Si}^{4+}$ )はポリマー骨格となり、ナトリウム( $\text{Na}^+$ )は骨格中で珪素がアルミニウム( $\text{Al}^{3+}$ )に置換される部位において、電化バランスを補う形で取り込まれる。ポリマー化反応に寄与しない過剰な水ガラスのナトリウムは、ポリマーから遊離した状態でシリケートポリマー成形体内に存在する。シリケートポリマー成形体は多孔質であり吸水しやすいので、シリケートポリマー成形体に水が浸透した場合には、遊離しているナトリウムがその水に溶出し、シリケートポリマー成形体表面でナトリウムの結晶として析出する。このナトリウムの結晶が、白色結晶であり、意匠性が低下してしまう。

【0052】

このため、本発明者は、白色結晶が浮き出ることを抑制するために、水ガラスに由来するナトリウム量をできるだけ低減すること、すなわち、骨材とメタカオリンとを混合するために、用いる水ガラスの量をできるだけ少なくすることを考えた。その結果、水ガラスの量を少なくすることで白色結晶は抑制できるものの、シリケートポリマー成形体の骨格となる珪素及びナトリウムが少なくなるので、強度が低下することを見出した。

【0053】

そこで、白色結晶が浮き出ることを抑制しつつ、強度を向上するために本発明者が鋭意研究した結果、メタカオリンのメディアン径を制御することによって、シリケートポリマーの強度を向上できることを見出した。

【0054】

また、本発明者は、混合物を生成する工程(ステップS2)において骨材とメタカオリンと水ガラスとを混合する工程は数分程度と非常に短いため、メタカオリンの吸水量はメディアン径に依存することを見出した。メタカオリンのメディアン径が小さいほど、吸水量が増えることがわかったので、メタカオリンのメディアン径を所定以下に制御することによって、使用する水ガラス量を低減できることがわかった。

【0055】

これらの着想から、メタカオリンのメディアン径が $2.6\mu\text{m}$ を超えて $25.0\mu\text{m}$ 以下であると、白色結晶が浮き出ることを抑制する水ガラス量であっても、骨材及びメタカオリンを容易に混合できるとともに、シリケートポリマー成形体の強度を向上できるという本実施の形態に至った。したがって、本実施の形態のシリケートポリマー成形体及びその製造方法は、意匠性の低下を抑制できるとともに、強度を向上できるという効果を有している。

【0056】

また、本発明者は、木材などの有機物を骨材として含んでいる場合には、水分がシリケートポリマー成形体に浸透すると、生分解性の有機物から黄色または茶色の有機酸が溶け出し、シリケートポリマー成形体の表面を変色させることを見出した。このため、骨材として有機物を含有しないことにより、意匠性をより向上できるという効果を奏する。

【実施例1】

【0057】

実施例1では、アルミノ珪酸塩のメディアン径による効果について調べた。

【0058】

10

20

30

40

50

(本発明例 1)

上述した本発明の実施の形態にしたがって、本発明例 1 のシリケートポリマー成形体を製造した。

【0059】

具体的には、まず、アルカリシリカ溶液として、珪素 24.3%、ナトリウム 13.3%、水 62.4% の水ガラスを準備した。このアルカリシリカ溶液は、混合する工程 (ステップ S2) において他の溶媒を用いずに骨材とアルミノ珪酸塩とを混合できる濃度である (ステップ S1)。

【0060】

また、アルミノ珪酸塩として、メディアン径が 7.3  $\mu\text{m}$  で比表面積が 2.0  $\text{m}^2 / \text{cc}$  のメタカオリンを準備した。また、骨材として、珪砂を準備した。

10

【0061】

次に、骨材と、アルミノ珪酸塩と、アルカリシリカ溶液とを混合し、混合物を生成した (ステップ S2)。このステップ S2 では、骨材、メタカオリン及び水ガラスからなる原料を用いて、下記の表 1 に記載のように、骨材 : メタカオリン : 水ガラス = 3.7 : 0.8 : 1.0 の質量割合の比で混合した。

【0062】

具体的には、骨材とメタカオリンとを混練ミキサーに投入し、均一に混ざるまで空練りした。その後、骨材とメタカオリンとの混合物に、水ガラスを加えて、混練した。骨材とメタカオリンと水ガラスとを混合すると、メタカオリンと珪酸ナトリウムとの重合反応が

20

【0063】

次に、混合物を成形した (ステップ S3)。具体的には、得られた混練物 (混合物) を樹脂性の型枠に入れ、振動台上で加振した。これにより、硬化中の混合物が振動によりゲル状に軟化し、型枠の隅々まで混練物を充填することができた。その後、気温 20、湿度 60% の環境下で一週間養生し、脱型した。本実施例では、ポリマーと離反しやすい樹脂製の型枠を用いたため、離型剤を用いることなく、脱型できた。

【0064】

以上の工程を実施することにより、本発明例 1 のメディアン径が 7.3  $\mu\text{m}$  のメタカオリンを含有するシリケートポリマー成形体を製造した。

30

【0065】

(比較例 1)

比較例 1 は、基本的には本発明例 1 と同様に製造したが、用いたメタカオリンが主に異なっていた。

【0066】

具体的には、比較例 1 では、メディアン径が 2.6  $\mu\text{m}$  で比表面積が 4.9  $\text{m}^2 / \text{cc}$  のメタカオリンを準備した。次に、ステップ S2 において、骨材 : メタカオリン : 水ガラス = 2.4 : 0.6 : 1.0 の質量割合の比で混合した。

【0067】

このように製造された比較例 1 のシリケートポリマー成形体は、メディアン径 2.6  $\mu\text{m}$  のメタカオリンを含有していた。

40

【0068】

(比較例 2)

比較例 2 は、基本的には比較例 1 と同様に製造したが、水ガラスのナトリウム濃度が低くなるように予め調製した点において主に異なっていた。

【0069】

具体的には、準備した比較例 1 の水ガラスに、質量比において 0.25 倍の水を添加して、水ガラス中のナトリウム濃度を 13% から 10% まで低減した。次に、ステップ S2 において、骨材 : メタカオリン : 水ガラス = 2.4 : 0.6 : 1.0 の質量割合の比で混合した。

50



## 【0070】

このように製造された比較例2のシリケートポリマー成形体は、メディアン径2.6 μmのメタカオリンを含有していた。

## 【0071】

(比較例3)

比較例3は、基本的には比較例2と同様に製造したが、混合するステップS2において、他の溶媒としての水をさらに混合した点において主に異なっていた。

## 【0072】

具体的には、比較例1と同様のメタカオリン、水ガラス及び骨材を準備した。次に、ステップS2において、骨材：メタカオリン：水ガラス：水 = 3.0 : 0.8 : 1.0 : 0.3の質量割合の比で混合した。

10

## 【0073】

このように製造された比較例3のシリケートポリマー成形体は、メディアン径2.6 μmのメタカオリンを含有していた。なお、下記の表1において、成形体中の水ガラス成分の水は、ステップS2で混合した水を含む質量%としている。

## 【0074】

(評価方法)

本発明例1及び比較例1～3のシリケートポリマー成形体の下半分を1ヶ月間水に浸漬し、水から露出している上側の表面に、白色結晶が析出するかについて、試験を行った。その結果を下記の表1に示す。表1において、成形体表面の半分以上に白色結晶が発生したものを「×」、成形体表面に白色結晶がほとんど発生しなかったものを「○」とした。

20

## 【0075】

また、本発明例1及び比較例1～3のシリケートポリマー成形体について、JIS A 1108及びJIS A 1132に基づいて、圧縮強度試験を行った。具体的には、図2に示すように、本発明例1及び比較例1～3のシリケートポリマー成形体について、直径50 mmで、高さが100 mmの円柱状の試験体を作製し、試験体を試験機に載置し、一様な速度(圧縮応力度の増加が毎秒 $0.6 \pm 0.4 \text{ N/mm}^2$ )で試験体に荷重を加え、試験体が破壊するまでに試験機が示す最大荷重を測定した。この試験を3回実施し、その平均値を強度とした。この結果を下記の表1に記載する。

## 【0076】

30

【 表 1 】

	メタカオリン		配合比率(質量%)				水ガラス 希釈率	水ガラスの Na濃度 (%)	原料中の Na濃度 (%)	成形体中の水ガラス成分 (質量%)			白色 結晶 の抑制	強度 (N/mm <sup>2</sup> )
	メダイアン径 ( $\mu\text{m}$ )	比表面積 ( $\text{m}^2/\text{cc}$ )	骨材	メタカオリン	水ガラス	水				Si	Na	H <sub>2</sub> O		
比較例1	2.59	4.92	60	15	25	0	1.00	13	3.3	6.1	3.3	15.6	x	51.0
比較例2	2.59	4.92	60	15	25	0	1.25	10	2.5	4.5	2.5	16.1	○	32.4
比較例3	2.59	4.92	60	15	20	5	1.00	13	2.5	4.5	2.5	16.1	○	20.5
本発明例1	7.28	2.04	67	15	18	0	1.00	13	2.4	4.4	2.4	11.2	○	52.4

10

20

30

40

なお、上記表1において、原料中のメタカオリンのメディアン径及び比表面積は、レーザー回折式粒度分布測定装置を用いて測定した。また、シリケートポリマー成形体中のメタカオリンのメディアン径は、電子顕微鏡による倍率1000倍の視野において20個のアルミノ珪酸塩を選定し、選定したアルミノ珪酸塩についてメディアン径を測定した。

【0078】

(評価結果)

表1に示すように、比較例1のシリケートポリマー成形体は、ナトリウム量が3.3%と多いため、白色結晶が多く発生してしまった。白色結晶の発生を抑制するために、水ガラスのナトリウム量を比較例1の3.3%から比較例2の2.5%に低減すると、白色結晶の発生を抑制できた。しかし、比較例2のシリケートポリマー成形体の強度は、低下してしま

10

【0079】

一方、本発明例1のシリケートポリマー成形体は、比較例2と同程度のナトリウム量含有していたので、白色結晶の発生を抑制できた。それに加えて、本発明例1のシリケートポリマー成形体は、メディアン径が比較例1及び2の2.6 $\mu\text{m}$ よりも大きな7.3 $\mu\text{m}$ のメタカオリンを用いて製造したので、強度を向上できた。

【0080】

この結果から、アルミノ珪酸塩の粒径を2.6 $\mu\text{m}$ を超えて25.0 $\mu\text{m}$ 以下の範囲に制御することによって、白色結晶の発生を抑制するアルカリシリカ溶液量を加えても、高い強度を維持できることが確認できた。

20

【0081】

また、比較例2と比較例3とを比べると、原料中のナトリウム量及び珪素量と、シリケートポリマー中のナトリウム量及び珪素量とが同じであるにも関わらず、比較例2は比較例3よりも強度が高かった。これは、比較例2では水ガラスの濃度を調製するために予め水を添加していたので、比較例3に比べてナトリウム及び珪素が成形体中に均一に分散されたためと考えられる。

【0082】

この結果から、予め濃度を調製したアルカリシリカ溶液と骨材とアルミノ珪酸塩とを、他の溶媒を用いずに混合することによって、強度をさらに向上できることが確認できた。

【実施例2】

30

【0083】

実施例2では、アルミノ珪酸塩のメディアン径と比表面積との関係について調べた。

【0084】

具体的には、実施例1で用いた2種類のメタカオリンを含む6種類のメタカオリンを準備し、メタカオリンのメディアン径及び比表面積を実施例1と同様に測定した。その結果を図3に示す。

【0085】

図3に示すように、メタカオリンのメディアン径が大きいほど、比表面積が小さいという関係があることがわかった。このため、実施例1の結果において、本発明例1のようにアルミノ珪酸塩の比表面積が2.0 $\text{m}^2/\text{cc}$ 以上4.0 $\text{m}^2/\text{cc}$ 未満であることによ

40

っても、白色結晶の発生を抑制しつつ、強度を向上できるという効果を奏することがわかった。

【実施例3】

【0086】

実施例3では、種々のメディアン径のアルミノ珪酸塩との混合に要するアルカリシリカ溶液の量について調べた。

【0087】

具体的には、下記の表2に示すように、本発明例1、2及び比較例1のメタカオリンを準備した。実施例1と同様に、メタカオリンと骨材との固体原料に水ガラスを徐々に加え、混合物が一体となるために要する水ガラスの最低量を求めた。その結果を下記の表2に

50

記載する。

【 0 0 8 8 】

【 表 2 】

	メタカオリン		混合に要する 水ガラス量(質量%)
	メディアン径( $\mu\text{m}$ )	比表面積( $\text{m}^2/\text{cc}$ )	
本発明例1	7.28	2.04	21
本発明例2	3.98	2.78	25
比較例1	2.59	4.92	32

10

【 0 0 8 9 】

なお、表2において「混合に要する水ガラス量」とは、固体原料（メタカオリン18%、骨材82%）を100としたときの水ガラスの質量割合（質量%）を意味する。

【 0 0 9 0 】

表2に示すように、メタカオリンのメディアン径が大きいほど、固体原料を混合するために必要な水ガラス量を低減できることがわかった。また、メタカオリンの比表面積が小さいほど、固体原料を混合するために必要な水ガラス量を低減できることがわかった。

【 0 0 9 1 】

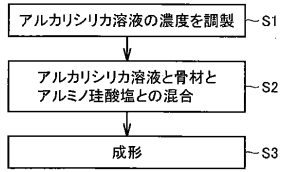
以上より、実施例3によれば、アルミノ珪酸塩のメディアン径を2.6 $\mu\text{m}$ を超えて25.0 $\mu\text{m}$ 以下にすることによって、骨材及びアルミノ珪酸塩の混合に要するアルカリシリカ溶液の量を低減できるので、アルカリシリカ溶液に起因する白色結晶の発生を抑制できることがわかった。

20

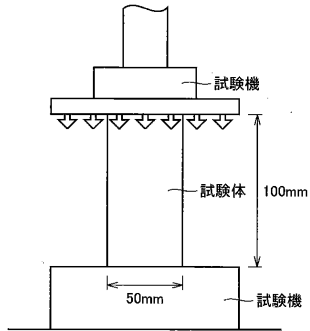
【 0 0 9 2 】

今回開示された実施の形態及び実施例はすべての点で例示であって制限的なものではないと考えられるべきである。本発明の範囲は上記した実施の形態及び実施例ではなくて特許請求の範囲によって示され、特許請求の範囲と均等の意味及び範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

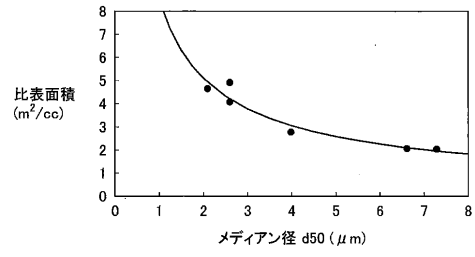
【図1】



【図2】



【図3】



---

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2000-226250(JP,A)  
特開平09-077538(JP,A)  
特開2006-298702(JP,A)  
特開平07-187735(JP,A)  
特開2016-064957(JP,A)  
特開昭60-204658(JP,A)  
米国特許出願公開第2012/0177882(US,A1)  
特開2008-239446(JP,A)  
特表2011-500494(JP,A)  
S Kumar et al., Geopolymerisation behaviour of size fractioned fly ash, advanced powder technology, 2015年, Vol.26, P.24-30

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C04B2/00-32/02,  
C04B40/00-40/06,  
C04B103/00-111/94  
JSTPlus/JMEDPlus/JST7580(JDreamIII)