

PSV-8 反射電子像（BEI）の画像解析による繊維－セメントペースト界面領域の組織の解明

金沢大学	正会員	川村 満紀
金沢大学	正会員	○五十嵐心一
金沢大学	正会員	鳥居 和之

1. まえがき

繊維補強コンクリート中の繊維－セメントマトリックス界面領域の組織は、強度や耐久性を決定する重要な因子であることが知られている。従来、これら界面領域の組織はX線回折やSEM観察などにより詳細に検討されており、界面領域の組織は繊維の影響を受けない領域とはかなり異なることが明らかとなっている[1]。一方、近年、反射電子像の画像解析により、コンクリートの組織を定量的に評価する手法が提案されている[2]。本研究では、このような手法をガラス繊維－セメントペースト界面領域に適用し、界面領域の微視的構造を明らかにすると同時に、界面領域の微小硬度分布との関係について検討する。

2. 実験概要

(1) 使用材料およびセメントペーストの配合

使用したセメントは普通ポルトランドセメントである。使用したガラス繊維は市販の耐アルカリ性ガラス繊維チョップドストランド（ $\phi 20 \mu\text{m} \times 160\text{本}$ ）であり、比較のために使用した鋼繊維は異形加工を施していないストレート繊維（ $\phi 0.6\text{mm}$ ）である。セメントペーストの配合はW/C=55%一定とした。

(2) 供試体作成方法

図-1に示すように、9本のガラス繊維または鋼繊維を埋め込み、水中養生（20℃）を行ない、所定材令にて、厚さ約5mmの薄板を切り出した。薄板の表面をダイヤモンドスラリーを用いて研磨し、研磨面内の繊維－セメントペースト界面領域の微小硬度（ピッカース硬度）を測定した。一方、BEI解析用試料は、薄板にエポキシ系樹脂を含浸させ硬化させた後、ダイヤモンドスラリーおよびペーストを用いて研磨を行った。研磨の終了した試料を金蒸着し、SEM用試料とした。

(3) 画像入力および解析方法

1本の繊維について、界面領域の任意の5ヶ所で反射電子像を入力した（倍率450倍）。入力された像を幅 $10 \mu\text{m}$ に分割し、これらの分割された領域内で各相の面積比を求めた。BEI解析の対象とした相は、細孔量、未水和セメント粒子、 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ およびC-S-Hである。反射電子像では、原子番号の大きいものは像としては明るく、原子番号の小さいものおよび空隙は暗い。また、対象とする相が化合物である場合は、その平均原子番号に応じた明るさとなる。表-1に各相の平均原子番号と反射電子像中での色相を示す。表-1からわかるように、 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ とC-S-Hは平均原子番号が近接しており、色相の区別もややあいまいとなるが、その形態から判別は可能である。本研究においては、EDXAにより各相の同定を確認してから、BEI解析を行っている。

3. 結果および考察

図-2にガラス繊維－セメントペースト界面領域の $\text{Ca}(\text{OH})_2$ の分布を示す。材令7日においては、界面からの距離にともなう $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 量の変化は明瞭ではないが、界面からの距離約 $70 \mu\text{m}$ 付近の $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 量がやや高い値を示す。材令60日においては、この付近での $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 量の増大が明らかに認められる。一方、図-3は界面領域の細孔の分布を示したものである。細孔は界面からの距離にともない減少する傾向を示し、界面付近はbulkのセメントペースト相に比べて多孔質であることがわかる。図-2と図-3を比較すると、材令60日において $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 分布で認められた界面からの距離約 $70 \mu\text{m}$ 付近のピークに対応して細孔量の少ない領域が認められる。図-4は鋼繊維－セメントペースト界面領域の $\text{Ca}(\text{OH})_2$ の分布を示したも

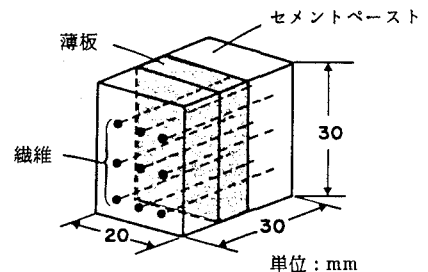


図-1 BEI解析および微小硬度測定用供試体

表-1 セメントペースト中の各相の平均原子番号¹⁾

	平均原子番号	色相
C_3S	12.67	}
C_2S	12.29	
C_3A	12.18	
C_4AF	13.22	
CH	7.6	明灰色
C-S-H	8.2~7.1	暗灰色
細孔	—	黒

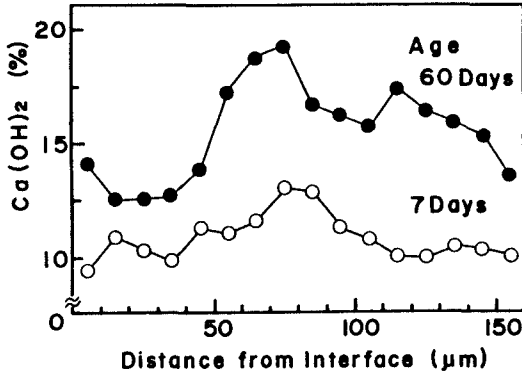


図-2 ガラス繊維-セメントペースト
界面領域の $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 分布

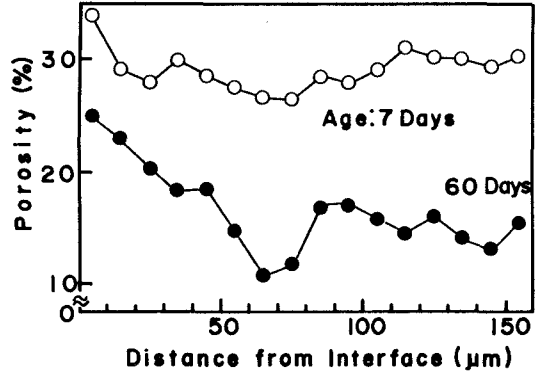


図-3 ガラス繊維-セメントペースト
界面領域の細孔の分布

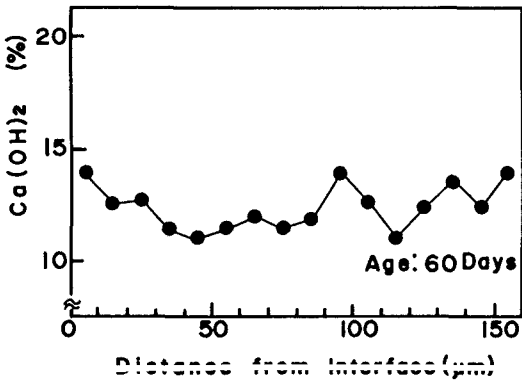


図-4 鋼繊維-セメントペースト
界面領域の $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 分布

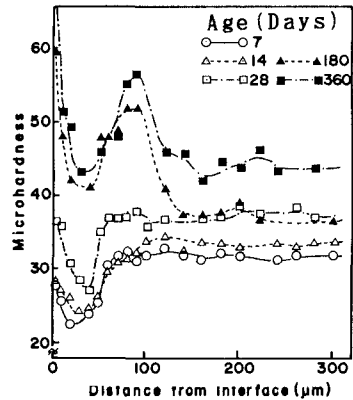


図-5 ガラス繊維-セメントペースト
界面領域の微小硬度分布

のである。界面付近の $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 量が若干多いようであるが、界面からの距離にともなう $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 量の変化の傾向は明らかではない。

図-5はガラス繊維-セメントペースト界面領域の微小硬度分布を示したものである。材令28日までは、界面からの距離約40 μm 付近に微小硬度の低い領域が存在し、それ以上の距離では明確な変化は認められない。しかし、材令180日以後では、界面隣接部および70~100 μm 付近の微小硬度が高く、不均質な構造となっていることがわかる。ガラス繊維-セメントペースト界面領域のこのような不均質な構造の形成は養生温度に依存する[3]。

以上の結果より、ガラス繊維-セメントペースト界面領域においては、界面より70~100 μm 付近において緻密な領域の形成が長期にわたって継続し、また、この領域付近の $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 量も増大するようである。硬化セメントペースト中の $\text{Ca}(\text{OH})_2$ は高い弾性係数を有し[4]、また、微小硬度は弾性係数と良好な相関性を示すこと[5]を考えあわせると、ガラス繊維-セメントペースト界面より70~100 μm 付近の領域は、 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ に富んだ緻密な領域であると考えられる。

本研究は、文部省科学研究費補助金（奨励研究(A) 01750454）を受けて行ったものである。ここに記して謝意を表す。

参考文献

- [1]Diamond, S., Proc. 8th Intl. Congr. on Chemistry of Cement, vol.1, pp.127~147, 1986
- [2]Scrivener, K.L. and Pratt, P.L., Proc. 6th Intl. Conf. on Cement Microscopy, New Mexico, U. S. A., pp.145~155, 1984. [3]五十嵐心一、川村満紀、土木学会論文集, vol.12, No.414, pp.49~59, 1990.
- [4]Whittman, F.H., Cem. Conc. Res., vol.16, pp.971~972, 1986. [5]Feldman, R-F, and Cheng-Yi, H., Cem. Conc. Res., vol.15, No.6, pp.943~952, 1985