

レーザー顕微鏡による粒子特性の定量評価方法に関する基礎研究

足利工業大学工学部 学生会員 鄭 仁 沢
 同 上 正 会 員 黒井 登起雄
 同 上 正 会 員 宮澤 伸 吾
 同 上 正 会 員 松村 仁 夫

1. まえかき

近年、再生骨材や砕石ダスト等をコンクリート用骨材として有効活用、高炉スラグなど混合材の反応特性の検討などが進められ、微粒分粒子の形状および表面特性の把握の重要度が増している。そこで、本研究では、粒子形状をレーザー顕微鏡によって定量的に把握することを目的に、粒子画像の取得と解析および定量評価手法について基礎的に検討した結果を報告する。

2. 観察試料および画像解析概要

2.1 観察試料 試料は、再生細骨材(吸水率 10%、粗粒率 2.96、ペースト混入率 32.7%)からふるい分けた、0.15~0.3mm の粒子と、0.075~0.15mm の粒径の砕石ダスト(密度 2.70 g/cm³)を用いた。

2.2 画像の取得方法 レーザー顕微鏡による画像観察は、約 5g の試料をピーカー内で約 10cc のエタノールに溶解、攪拌して準備したのち、サンプルをスポイトで 1 滴ガラス板上に乗せて行った。粒子形状の二次元画像は、次の 2 通りの方法で取得した。1 回の観察で粒子 1 粒の画像を取得する(レンズ倍率 50 倍)、1 回の観察で 3~10 個の粒子の画像を取得する(レンズ倍率 10 倍)。

2.3 画像の解析方法 解析は、レーザー顕微鏡によって取得した画像を画像解析ソフト NIH Image によって行った。粒子形状を表す画像解析パラメータは、投影断面の断面積 A、外周長 L、断面積と等しい面積の楕円の長径(ML)、短径(MW)の解析データから計算される「凹凸丸さ度」と、「針状度」の 2 種類とした(図-1 参照)。「凹凸丸さ度」および「針状度」は、次式で計算され、それぞれ次のような粒子の形状特性を表している。

凹凸丸さ度 = $L^2 / 4A$ (粒子表面状態が滑らかな円のときに 1 で、凹凸が激しくなるとともに値が大きくなる)

針状度 = ML / MW (粒子形状が円のときに 1 で、粒子形状が細長くなるにつれて値が大きくなる)

図-2 および図-3 は、レンズ倍率 10 倍と 50 倍で画像取得した砕石ダスト粒子の元画像の一例を示す。また、図-4 および図-5 は、レンズ倍率 10 倍で、1 回の観察で得た 2 種類の試料の番号付き粒子画像を示す。

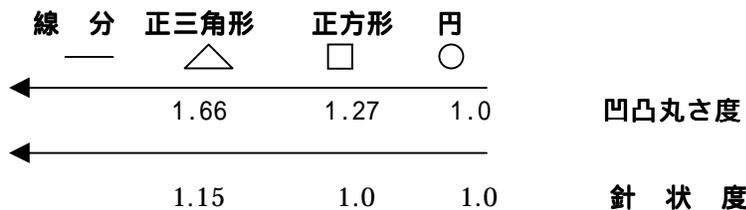


図 1 凹凸丸さ度および針状度の概念図



図 - 2 砕石ダスト (10 倍)



図 - 3 砕石ダスト (50 倍)

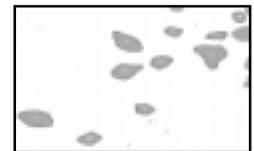


図 - 4 砕石ダスト (10 倍)

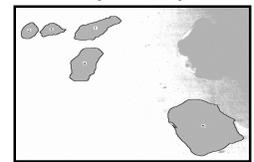


図 - 5 再生細骨材 (10 倍)

キーワード ; 再生細骨材、微粒子、粒子形状、表面特性、レーザー顕微鏡

連絡先 ; 〒326 - 8558 足利市大前町 268 - 1 TEL : 0284-62-0605 FAX : 0284-64-1061

3. 結果および考察

図-6～図-9は、砕石ダストおよび再生細骨材粒子の観察回数と解析パラメータ（凹凸丸さ度、針状度）との関係を示す。図-6および図-7より、レンズ倍率50倍で取得した凹凸丸さ度は、1～7の範囲の値を示し、ばらつきが大きい、これに対して、倍率10倍の場合の凹凸丸さ度は、1.～3.00の範囲で、粒子の形状を安定して測定することができる。また、倍率50倍の平均値も、倍率10倍の場合の値より約1.5～2倍大きい。この主な原因は、50倍のとき（図-3参照）画像投影断面の輪廓の細部まで観察することができるが、表面上の凹凸によって粒子全体に焦準できず、不鮮明な画像取得となるために、実際以上に凹凸があるような結果を示したものと考えられる。図-8および図-9より、針状度は、レンズ倍率50倍の場合も、倍率10倍の場合もほぼ同程度の値を示した。

微粒子などの個々の粒子形状は、異なっている粒子形状の集合体であるので、母集団からの標本抽出数の検討が重要となる。図-10は、砕石ダストの標本個数Nと凹凸丸さ度の関係を示す（倍率10倍）。図-11は、標本N個と凹凸丸さ度の相対誤差および変動係数の関係を示す。図より、砕石ダスト粒子の凹凸丸さ度の相対誤差と変動係数は、標本個数18個程度（5.2%、2.6%）で著しく小さくなっている。これらから、一試料から20個程度の標本を無作為抽出して10倍レンズ（1回に3～10個測定）で粒子の凹凸丸さ度および針状度を計測し、その平均値を持ってその試料の代表値とすれば十分に形状の特徴を表現できると考えられる。

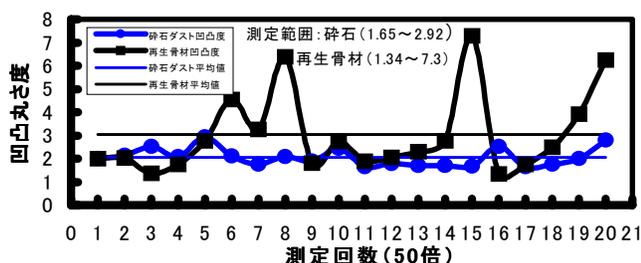


図-6 測定回数と凹凸丸さ度

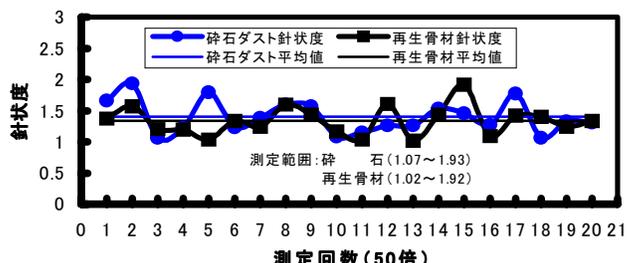


図-7 測定回数と針状度

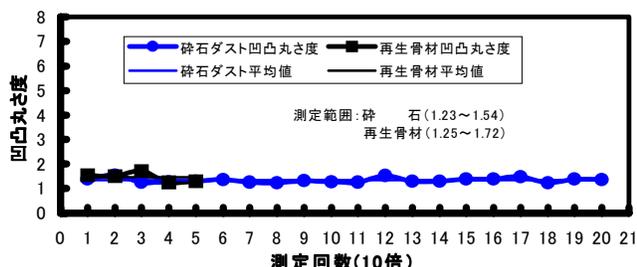


図-8 測定回数と凹凸丸さ度

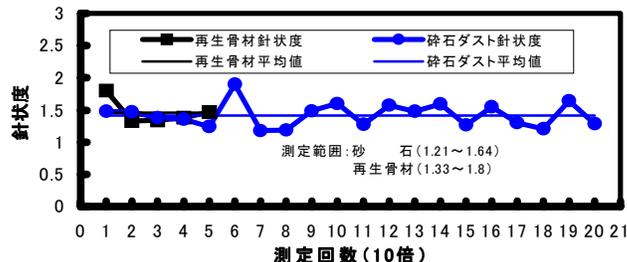


図-9 測定回数と針状度

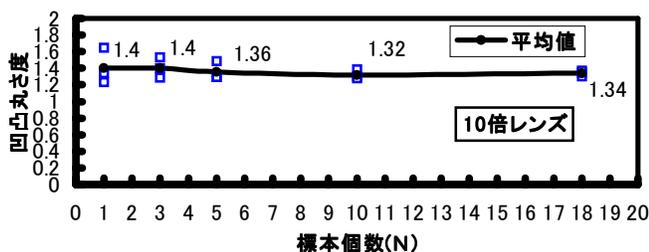


図-10 凹凸丸さ度と標本個数の関係

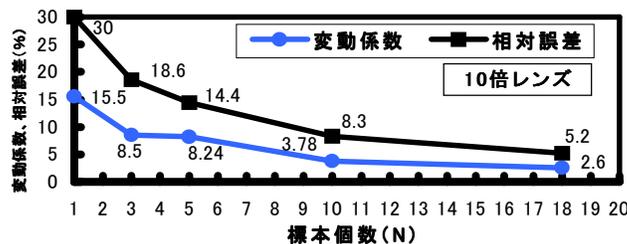


図-11 変動係数、相対誤差と標本個数の関係

4. まとめ

レーザー顕微鏡による粒子の画像解析は、細骨材の微粒子や高炉スラグなど混合材の粒子形状および表面特性を定量的評価する方法として有効である。なお、今後は、粒子の形状特性を表す凹凸丸さ度および針状度の値の評価数値として正当性を詳細に検討する必要がある。