

## 反射電子像の画像解析によるセメントペーストの水和度評価

金沢大学大学院 学生会員 渡辺 暁央

金沢大学工学部 正会員 五十嵐 心一

金沢大学工学部 フェロー 川村 満紀

### 1. 序論

コンクリートの内部組織は材齢の経過，すなわちセメントの水和反応の進行にともなって変化する。この場合，養生条件の相違を考慮すると，セメントの水和反応進行の程度（水和度）が組織形成を決定づける重要なパラメータの一つであり，コンクリートの物性や微視構造はセメントの水和度に大きく依存すると考えられる。この水和度を定量的に求めるにはいくつかの方法があるが，コンクリートの研磨面の反射電子像の画像解析もその一つである。反射電子像の画像解析においては，セメントペーストマトリックス中の構成相の定量評価が可能であり，これまでは主にポロシティーの評価に適用されてきた。しかし，セメント粒子径と解像度の対応を考えると，反射電子像の画像解析による未水和セメント粒子の定量的評価もセメント系材料の特性を反映する重要な手法のひとつと考えられるが，これについて詳細に検討した例はない。

本研究においては，普通ポルトランドセメントペーストに対して反射電子像の画像解析により得られた水和度と，一般的な水和度測定方法である結合水量により求めた水和度との比較から，水和度測定方法としての反射電子像の画像解析法の適用性について検討した。

### 2. 実験概要

(1) 使用材料および配合 普通ポルトランドセメントを使用し，水セメント比 0.25, 0.4 および 0.6 のセメントペーストを作製した。水セメント比 0.25 のセメントペーストにはポリカルボン酸系高性能 AE 減水剤を使用した。

(2) 結合水量測定試験 JIS R 5201 および JSCE-F506 に従って直径 50mm、高さ 100mm の円柱供試体を作製した。打設後 24 時間にて脱型し，その後所定材齢まで 20 の水中養生を行った。材齢 1, 3, 7, 28 日において供試体内部から試料を採取し，直ちに 105 の炉乾燥を行った。乾燥終了後の試料を用いて，1050 で強熱して結合水量を求め，その結果から次式によって水和度  $w_n$  を求めた。

$$\text{結合水量 } LOI = \frac{W_n}{W_{1000}} = \frac{105 \text{ の炉乾燥後の質量} - 1050 \text{ で強熱後の質量}}{1050 \text{ で強熱後の質量}} \quad \dots (1)$$

$$w_n = \frac{LOI}{i} = \frac{\text{結合水量}}{0.23} \quad \dots (2)$$

(3) 反射電子像観察 (2)に記述したのと同様に作製，養生を行った供試体から所定材齢にて厚さ 10mm，直径 25mm 程度の円盤状試料を切り出した。真空樹脂含浸装置にてエポキシ樹脂を含浸させた後，表面を耐水研磨紙で研磨し，反射電子像観察試料とした。また練り混ぜ時のセメント体積率を測定するため，セメントとエポキシ樹脂を混合した試料を用いて，同様に研磨を行い反射電子像観察試料を作製した。

(4) 画像解析方法 観察倍率 500 倍および 200 倍にて反射電子像を取り込んだ。取り込んだ画像に対して 2 値化を行い，未水和セメント粒子に相当する白色の画素数をカウントし，1 画素当たりの面積を乗じて未水和セメントの面積を求めた。水和度  $BEI$  を次式により求め，結合水量測定試験結果と比較した。

$$BEI = 1 - \frac{AN_{BEI}}{C_v} = 1 - \frac{\text{画像解析による未水和セメント体積率}}{\text{配合時のセメント体積率}} \quad \dots (3)$$

### 3. 結果および考察

図 1 は練り混ぜ直後（材齢=0）のセメントペーストに相当するようエポキシ樹脂マトリックス中に，セメ

キーワード：反射電子像，画像解析，未水和セメントの体積率，結合水量，水和度

連絡先：金沢大学工学部土木建設工学科 〒920-8667 金沢市小立野 2-40-20 TEL076-234-4622

ント粒子を分散させたときのセメント体積率について、画像解析により求めた結果と、計算値の関係をプロットしたものである。水セメント比が著しく低い場合、すなわちセメントの体積率が大きい場合、理論値と画像解析値の差が大きくなるようであるが、一般的な水セメント比の範囲では、両者はほぼ一致している。このことは、本画像解析法によって水和の進行に伴うセメント体積率の減少を正確に測定できることを示している。

図2は反射電子像の観察倍率を500倍としたときの画像解析による未水和セメント体積率と結合水量の関係を示したものである。この図より、配合時のセメントの体積率とセメントが完全水和したときの結合水量（23%；Powersモデル）を直線で結んだ理論値（点線）と、実験値との間にかなりの差があることがわかる。Scrivenerら[1]によると得られた実験結果を最小自乗近似し、完全水和に相当する未水和セメント体積率=0の結合水量を求めると約25%となり、Powersの理論値とほぼ一致すると報告している。しかし、本研究の結果では、水セメント比0.4および0.6において最小自乗法により完全水和時の結合水量を求めると約25%となるが、水セメント比0.25の場合は約30%となり、過大な値を与える。

この理由として、高倍率の反射電子像に対する画像解析では、解析値が大きな粒子の存在の有無に大きく影響されることが挙げられる。すなわち観察倍率が500倍の場合、未水和セメント粒子の分布を代表する画像が得られないことが原因として考えられる。図3は反射電子像の観察倍率を200倍としたときの画像解析による未水和セメント体積率と結合水量の関係を示したものである。この場合、全ての水セメント比において最小自乗法によって求めた完全水和時の結合水量は約25%となりPowersの理論値（23～25%）とほぼ一致するようになる。また、実験値と理論値はよく対応し、したがって図4に示すように、画像解析により求めた水和度 $w_{BEI}$ と結合水量から求めた水和度 $w_n$ がほぼ一致するようになる。一般に、反射電子像の画像解析によりセメントペースト中の細孔径分布などを定量評価する場合、観察倍率は400～600倍が適切であるとされている。しかしながら未水和セメント粒子のみを定量評価の対象として水和度を評価することが目的である場合、解析の対象となる系を代表する領域（RVE：Representative Volume Element）は低倍率の反射電子像の方が適切であると考えられる。

#### 4. 結論

反射電子像の画像解析によって水和度を評価することの妥当性を検討すべく、セメントペースト中の未水和セメントの体積率と結合水量の関係を検討した。その結果、一般に硬化セメントペーストの相を解析するために使用される倍率よりも低い倍率における反射電子像に対して画像解析を行う方がより精度の高い水和度の評価が可能であり、結合水量から求めた水和度とほぼ一致する。

参考文献 [ 1 ] Scrivener, K.L. et al.: Mat. Res. Soc. Proc. Vol.85, Materials Research Society, pp.67-76, 1987.

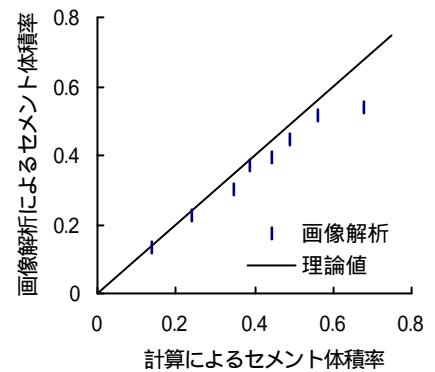


図1 画像解析によるセメント体積率と計算によるセメント体積率の関係

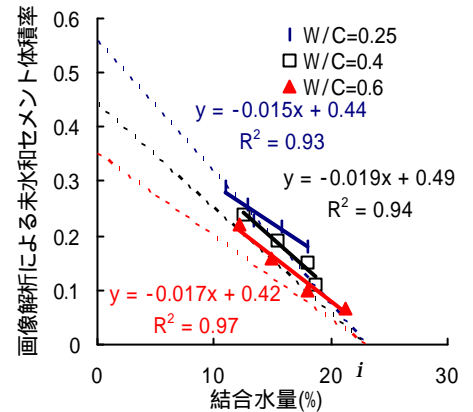


図2 画像解析によるセメント体積率と結合水量の関係(観察倍率500倍)

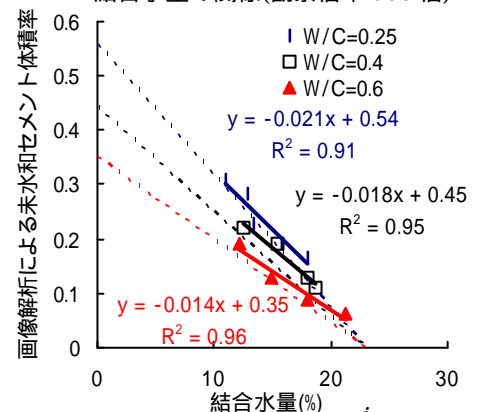


図3 画像解析によるセメント体積率と結合水量の関係(観察倍率200倍)

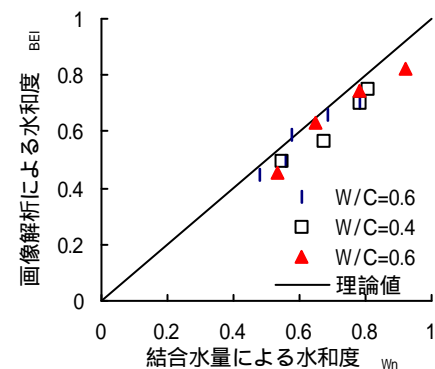


図4 画像解析から求めた水和度 $w_{BEI}$ と結合水量から求めた水和度 $w_n$ の関係(観察倍率200倍)