

走査電子顕微鏡を用いた内部組織構造評価に関する一考察

東京大学生産技術研究所 正会員 伊代田 岳史
東京大学生産技術研究所 F会員 魚本 健人

1. はじめに

セメント硬化体の長期的な強度・耐久性は内部組織構造に大きく影響されるため、その内部組織構造を測定あるいは観察する手法が数多く提案されている。若材齢時には内部組織構造が未だ構築されておらず、その構築には周囲環境が大きく影響すると考えられる。実際の新設建造物の建設現場においては、若材齢時における養生は軽視されがちであり、工期短縮や型枠転用などの理由から早期脱型してしまうことが多い。このような周囲環境と内部組織構造形成を関連づけることは今後多様化すると考えられるコンクリートの示す諸挙動を予測するために非常に有用であると考えられる。そこで、本研究では若材齢時の環境を変化させた試験体を用いて走査電子顕微鏡を用いて実際に内部組織構造を観察し、分析を加えた上で周囲環境と内部組織構造形成の関係を考察した。

2. 実験概要と走査電子顕微鏡の原理

普通ポルトランドセメント（密度 3.16g/cm^3 ）を用いて $W/C=0.35$ のセメントペーストを作成し $40\times 40\times 160\text{mm}$ の試験体を作成した。作成したセメントペーストを成型後、前養生として脱型までの期間は室温 20℃、打設面からの水分逸散を防止するため室内の相対湿度を RH80%以上に保った。脱型は打設から 18 時間後に行い、その後は 20℃に保った環境で次の 5 種類の環境とした。環境設定として脱型直後から乾燥環境に曝された場合の水分逸散による影響と 28 日程度乾燥環境の影響を受けた後に水分を再び供給して再水和反応させた試験体による比較を行った。連続乾燥環境として RH35%（35D）、RH60%（60D）とし、連続水中環境（W）、さらに材齢 28 日経過後先の二種類の乾燥環境から湿潤環境である水中環境に移動した RH35%から水中（35DW）、RH60%から水中（60DW）である。このように作成した試験体を材齢 180 日経過したところで走査電子顕微鏡（SEM）を用いた内部観察を行った。その試験手順は次の通りである。(1)試験体を 5mm 程度の厚さに切断し、3 日間程度エチルアルコールに浸漬し試験体内部の水分を置換した。その後、真空ポンプを用いてエチルアルコールを逸散させ試験体を乾燥させた。(2)乾燥した試験体にエポキシ樹脂を含浸させ試験体をコーティングした。作成した試料を研磨機で何回かに分けて鏡面研磨後、炭素蒸着して SEM を利用して反射電子像ならびに二次電子像を取得した。ここで反射電子像とは電子が一度試料内に入射して反射した反射電子を検出して像にしたものであり、材質あるいは化学的組成に依存したコントラストの像となる。このため化学組成の検出に有効となる手法である。一方、二次電子像は一次電子が固体内に進入し始めた表面の極浅い部分で生成された二次電子を拡散の結果、表面に到達し得るものを検出器で取得した像である。このため、極表面の観察に優れており、表面の凹凸を観察するのに利用される。

3. 実験結果と考察

3.1 反射電子像の結果

写真-1 は養生条件が 35D,W,35DW の 3 種類の SEM の反射電子像の結果を示したものである。ここで SEM の測定条件は倍率 400 で電圧 15kV、スポットサイズ 20 である。反射電子像で得られる像のうち、白色部分は未水和鉱物、灰色部分は水和生成物、黒色部分は空隙またはひび割れを示している。35D では白色部分が非常に多く未水和鉱物が多量に残存しており水和反応が進行していないことがわかる。また黒色部分が多くを占めていることから非常に多孔質で粗な空隙構造であることがわかる。一方、W では白色部分はかなり少なく、全体的に灰色部分が多い。このことから水和反応が進行していることが伺える。35DW では白色部分は点在しているが 35D に比較したら減少しており、水和反応が進行したことが伺える。また、全体的に灰色部分が多いが、ところどころ独立気泡のような黒色部分があることがわかる。このことから DW では水和反応が進行しているが若干空隙が残存

キーワード：走査電子顕微鏡，内部組織構造，若材齢時環境条件，画像解析

連絡先：〒153-8505 目黒区駒場4-6-1 東京大学生産技術研究所魚本研究室 Tel:03(5452)6098(Ex58340) Fax:03(5452)6392

していることがわかり、W とは同じ内部組織構造にはならないといえる。また、35DW および W においては白色の未水和鉱物のまわりに薄い灰色の層が見られる。これは C-H の水和生成物であり、他の大部分の灰色箇所とは異なった生成物であることを意味している。図-1 はインターネットで無料配布されている画像解析ソフト Scion Image を用いて写真-1 を画像解析し、全体ピクセルに対するそれぞれの占めるピクセルの割合を計算したものである。これより水分が存在する環境においては緻密化している様子とはうかがえた。しかし、SEM の画像は部分的であることを考慮すると多くの写真を用いた画像解析を行い、その平均値を用いる必要があるといえる。

3.2 二次電子像の結果

写真-2 は二次電子像における内部組織構造を観察したものである。35D には目立ったひび割れは存在せず、多量な空隙の存在が確認できる。また、右の拡大図に示すとおり粗大な空隙が連結しており、途中水和生成物にせき止められている箇所がいくつか見られた。一方、W にはひび割れが存在していたがひび割れ内をエポキシ樹脂が完全に含浸していた。また、そのひび割れは直線的に入っていることがわかる。一方、35DW でもひび割れが観測できたが前述した直線的なひび割れに加え、曲線的なひび割れが確認できた。しかもひび割れ内に白色物質が含まれていた。ここで、W と DW で観察されたひび割れは形状の違いから導入方法が異なることが推測できる。W では試料作成時の真空脱気乾燥によるひび割れと推測でき、乾燥収縮が原因であると考えられる。一方 DW では試料作成前に存在したひび割れで試料作成前に水和生成物もしくは炭酸カルシウムが析出したものであると考えられる。つまり若材齢時の乾燥環境ではひび割れが導入されなかったにもかかわらず、水分再供給することでひび割れが導入され、ひび割れ内は析出した物質で含浸されたと考えられる。

4. まとめ

本研究により得られた成果を以下にまとめる。

- (1) SEM による反射電子像ならびに二次電子像の両者を用いることで内部組織構造を定性的に評価することが可能である。
- (2) 若材齢時の環境は内部組織構造形成課程において非常に大きな影響を及ぼす。特に水分再供給において導入されるひび割れは長期強度や耐久性に大きな影響を与えると考えられる。

参考文献：伊代田岳史：若材齢時の乾燥がセメント硬化体の内部組織構造形成ならびに物理特性に与える影響，東京大学学位論文，2003

謝辞：本研究の一部は筆者が留学していた EPFL (L'école Polytechnique Fédérale de Lausanne) で行ったものであり、Prof. Karen Scrivener ならびにご助力頂いた LMC 研究室の皆様へ感謝致します。また、研究をまとめるに際しまして数多くのご助言をいただいた東京大学生産技術研究所の加藤佳孝講師に感謝致します。

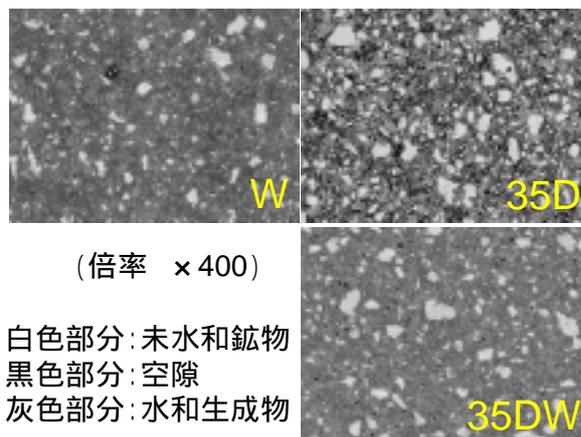


写真-1 各種環境における反射電子像

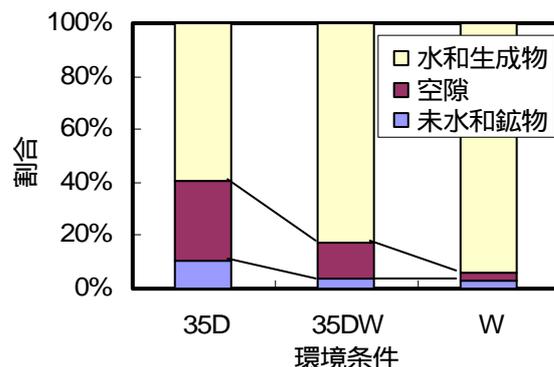


図-1 反射電子像から算出した割合分布

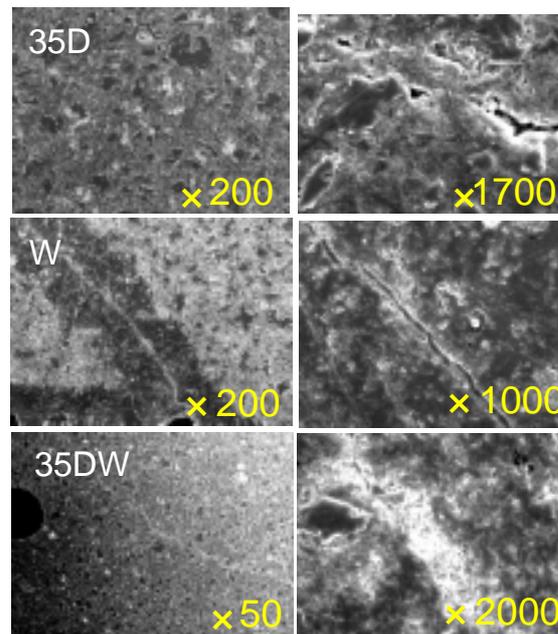


写真-2 各種環境における二次電子像