

セメントペースト構成相に関する2点相関関数の視覚的理解

金沢大学大学院 学生員 ○米山 義広
金沢大学大学院 正会員 五十嵐心一

1. 序論

セメント硬化体構成相の幾何学的特徴を定量的に評価することは、材料の性能を理解する上で非常に重要である。著者らは、反射電子像の画像解析にて識別される構成相の2点相関関数を求めることにより、2次元断面から3次元構造の幾何学的特徴に関して、総量以外にも有意な情報が定量的に得られることを示している[1]。しかし、得られた関数と実画像における視覚的な印象との対応を直接認識することは容易ではない。本研究においては、実画像における視覚的特徴と2点相関関数の対応を明らかにし、そこから評価される空間配置の相違の理解を容易にすることを目的とする。

2. 実験概要

(1)反射電子像観察 水セメント比0.4, 0.6のセメントペーストを作製し、打設後24時間にて脱型し、20°Cの水中養生を行った。所定材齢にて厚さ10mm, 直径25mm程度の円盤状試料を採取し、傾斜溶媒置換法により内部水分を除去し、さらにt-ブチルアルコールによる置換を行い、凍結真空乾燥を行った。その後、真空樹脂含浸装置にてエポキシ樹脂を含浸させ、表面を研磨して、反射電子像観察試料とした。

(2)画像取得方法および画像解析 走査型電子顕微鏡を用い、倍率500倍にて研磨面の反射電子像を取得し、グレースケールに基づいて2値化を行い、未水和セメント粒子および粗大毛細管空隙を抽出した2値像を得た。その画像から画像解析ソフトのコマンドを用いて、粒子個数および面積率を求めた。また、各々の粗大毛細管空隙の円相当径を求め、それを小さいものから並べ換えることによって、累積細孔径分布を求めた。

(3)2点相関関数 2点相関関数とは、ある一定の長さの線分をランダムに落としたときに、その両端が同一相に載る確率関数である。今、セメントペースト中の着目相をYとし、任意の点 x_i ($i=1,2$)に関して次のような指示関数を定義する。

$$I(x_i) = \begin{cases} 1 & (x_i \in Y) \\ 0 & (x_i \notin Y) \end{cases} \quad (1)$$

$x_i \in Y$ である確率を $P\{I(x_i) = 1\}$ と書くと、任意の距離離れた線分の両端 x_1, x_2 が同一相に載ることは同時確率 $P\{I(x_1) = 1, I(x_2) = 1\}$ で与えられ、2点相関関数 $S_2^{(Y)}(r)$ は(2)式で定義される。

$$S_2^{(Y)}(r) \equiv \langle I(x_1)I(x_2) \rangle \\ = P\{I(x_1) = 1, I(x_2) = 1\} \quad (2)$$

ここに、 $r = |x_2 - x_1|$ は2点間距離を表し、 $\langle \rangle$ は期待値を意味する。

本研究では2点相関関数を求めるために、放射線テンプレートを用いた。2値像に対して、任意の位置に所定の長さを持ったテンプレートを載せ、原点と各方向の放射線の先端が着目相に載るか否かを判定した。この操作を画像上の複数の箇所で行って総点数10000点となるまで繰り返す。それぞれの距離に対応する2点相関関数を求めた。2点相関関数の初期における勾配は、構成相の比表面積 S_v (対象材料の単位体積当たりに含まれる構成相の表面積) に関する情報を有し、勾配が大きいほど対象相の比表面積は大きい。

3. 結果および考察

図-1は水セメント比と材齢は異なるが、面積率がほぼ等しい(約10%)セメント粒子の2値像を示したものである。図-1(a)の画像では、大きなセメント粒子が離れて残存しており、全体的に不均質な分布をしていると直感的に認識される。一方、図-1(b)では図-1(a)に比べるとセメント粒子は比較的均質に分散

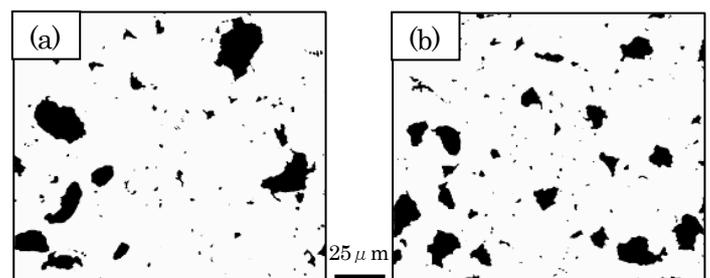


図-1 セメント粒子の2値像。(a)W/C=0.4, 材齢28日(水和度=78%) (b)W/C=0.6, 材齢7日(水和度=71%)

キーワード 反射電子像, ステレオロジー, 2点相関関数

連絡先 〒920-1192 石川県金沢市角間町 金沢大学工学部土木建設工学科 TEL 076-264-6373

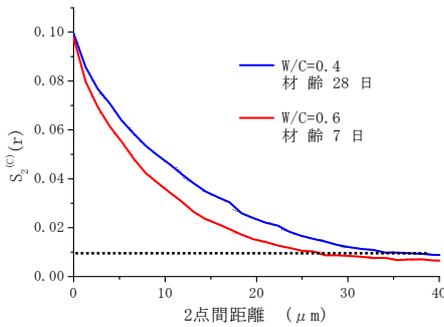


図-2 セメント粒子の2点相関関数

しており、セメント粒子の空間構造を代表する領域は図-1(b)の方が小さいと判断される。また、セメント粒子の個数を算出すると、図-1(a)のセメント粒子個数は約140個であるのに対し、図-1(b)のそれは約170個である。両者の面積率が同じであることを考慮すると、図-1(a)の画像ではより大きなセメント粒子が残存しているのに対し、図-1(b)では細かいセメント粒子が多数残存しており、セメント粒子の比表面積 S_v が大きいことがわかる。このように、面積率が同じ場合であっても、初期セメント量および水和度が異なれば、残存粒子の分布構造の幾何学的特徴が大きく相違していることは、視覚的特徴からも明らかである。

図-2は図-1の画像から求めた2点相関関数を示したものである。y切片の値は着目相の面積率を表すため、両者の値に大きな差は認められない。しかし、関数の初期勾配は図-1(b)の方が大きく、比表面積が大きいことを示しており、これは先に述べた結果と一致するものである。また、関数値が収束するまでの距離は粒子分布の代表領域を表す構造距離となるが、図-1(a)の構造距離は $35\mu\text{m}$ 程度であるのに対し、図-1(b)のそれは $25\mu\text{m}$ 程度と小さく、視覚的に認識されることが構造距離に反映されていることがわかる。

図-3は水セメント比と材齢は異なるが、面積率がほぼ等しい(約7%)の粗大毛細管空隙の2値像を示したものである。図-3(a)の空隙は、空隙同士の間隔が狭く、また寸法も全体的に統一されており、均質に分布しているようである。一方、図-3(b)の空隙は局部的に大きな空隙が偏在しており、空隙同士の間隔も広く、全体的に不均質な分布であるとの定性的な印象を得る。

図-4はそれぞれの画像から求めた累積細孔径分布を示したものであるが、最大細孔径および同一細孔径に対する細孔容積は図-3(b)の方が大きく、より大きな空隙が多数存在していることがわかる。また、空隙

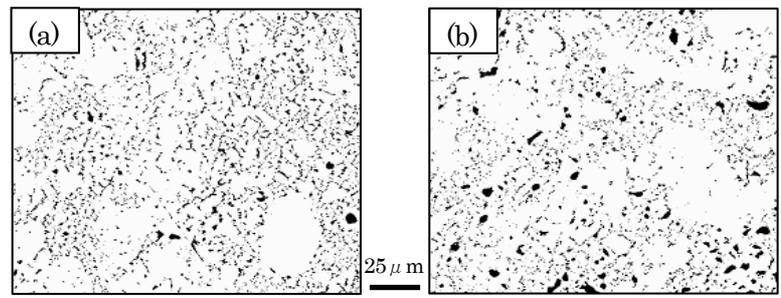


図-3 粗大毛細管空隙の2値像：(a)W/C=0.4、材齢28日
(b)W/C=0.6、材齢91日

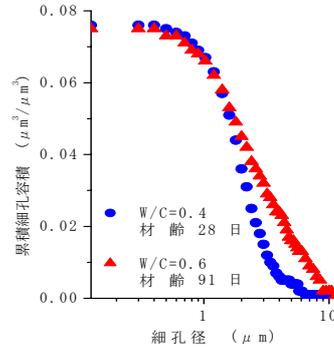


図-4 累積細孔径分布

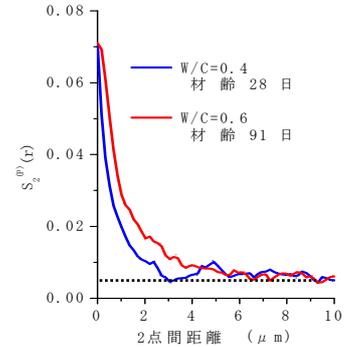


図-5 粗大毛細管空隙の2点相関関数

の個数を算出すると、図-3(a)の空隙の個数は約3600個であるのに対し、図-3(b)の個数は約3200個であり、大きな空隙が多数存在している図-3(b)では、個数も少ないことがわかる。

図-5は図-3の画像から求めた2点相関関数を示したものであるが、関数の初期勾配は図-3(a)の方が大きく、比表面積が大きいことがわかる。両者の空隙の体積率が等しいことから、図-3(a)の空隙の方が細かく、また、個数も多いことを反映しており、これは実際の個数および図-4の細孔径分布の結果と一致するものである。また、構造距離を比較すると図-3(a)の構造距離は $3\mu\text{m}$ 程度であるのに対し、図-3(b)の構造距離は $7\mu\text{m}$ と粗大毛細管空隙の空間構造を代表する領域が大きく、局部的に大きな空隙が偏在しているような不均質組織の幾何学的特徴を理解するには、より大きな領域の観察が必要であることがわかる。

4. 結論

2点相関関数から評価される分散構造やその他の幾何学的特徴の相違は、実画像において視覚的に確認される定性的な傾向と一致する。また、2点相関関数を用いれば、分散構造の相違を距離を測度として定量的に評価することが可能である。

参考文献 [1]五十嵐心一ら：2点相関関数によるセメント硬化体内部組織の定量評価，セメント・コンクリート論文集，No.60，pp.118-124，2006