

相対的閾値設定法を用いた画像解析による水酸化カルシウムの定量評価

中日本ハイウェイ・エンジニアリング名古屋

正会員 ○渡辺 暁央

金沢大学大学院

学生員 内藤 大輔

金沢大学大学院

正会員 五十嵐心一

1. 序論

反射電子像の画像解析によるセメント硬化体の内部組織構造の定量評価では、研磨面に現れる粗大毛細管空隙(黒色の相)および未水和セメント(白色の相)を定量評価することにより、細孔構造の解明や水和度の測定が行われる。一方、反射電子像から得られるその他の情報として、中間の色相である水酸化カルシウム(明るい灰色の相)および C-S-H と微細毛細管空隙で構成される相(暗い灰色の相)も識別できる。水酸化カルシウムについては、反射電子像中で識別できる水酸化カルシウムの相の定量値は、熱分析により得られた量と一致し、反射電子像の画像解析によりセメント硬化体中に存在する水酸化カルシウムを適切に評価できることが知られている¹⁾。しかし、実際に水酸化カルシウムの相を抽出するためには、この相が反射電子像の中間色であることから、閾値の決定が必ずしも容易でなく、解析の際には電子顕微鏡の操作と画像演算を行うオペレーターにセメント硬化体の反射電子像に関する知識と経験が要求される。

本研究では、反射電子像の画像解析により水酸化カルシウムの定量評価を実施するにあたり、水酸化カルシウムの相を抽出する画像処理を合理的に行う手法(相対的閾値設定法)を提案する。この方法による水酸化カルシウムの量と示差走査熱量計(DSC)による定量値とを比較することにより、本手法の妥当性を検討する。

2. 実験概要

(1) 使用材料および配合 セメントは普通ポルトランドセメント(密度: 3.15g/cm^3 , 比表面積: $3310\text{cm}^2/\text{g}$)を使用し、水セメント比が 0.4 および 0.6 のセメントペーストを作製した。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。打設直後に密封し、 5°C 、 20°C および 40°C の恒温室に 24 時間静置した。打設後 24 時間で脱型し、それぞれの温度にて水中養生を行った。

(2) 反射電子像の取得 材齢 1, 7 および 28 日において、厚さ 10mm、直径 25mm 程度の円盤状試料を供試体中央部より切り出し、エタノール浸漬して水和を停止させた。真空樹脂含浸装置にてエポキシ樹脂を含浸させた後、表面を耐水研磨紙およびダイヤモンドスラリーを使用して注意深く研磨し、表面に金-パラジウム蒸着を行って反射電子像観察試料とした。4 分割型反射電子検出器を備えた走査型電子顕微鏡を使用して、倍率 500 倍にて反射電子像をパーソナルコンピュータに無作為に 10 箇所にて画像を取り込んだ(加速電圧: 25kV)。1 画像は 1148×1000 画素からなり、倍率 500 倍における 1 画素は約 $0.22\mu\text{m}$ に相当する。

(3) 示差走査型熱量計 (DSC) による水酸化カルシウムの定量 所定材齢にて破碎試料を採取して、真空乾燥を実施した。乾燥後 $150\mu\text{m}$ 以下に粉碎し、示差走査型熱量計(DSC)により水酸化カルシウムの定量評価を実施した。

3. 相対的閾値設定法による水酸化カルシウムの抽出方法

図-1 は、水セメント比が 0.4 のセメントペーストを温度 5°C で養生した場合の材齢 7 日の反射電子像の例である。この画像は、256 段階のグレーレベルで構成されており、白色の粒子の相が未水和セメントの相、明るい灰色の相が水酸化カルシウム

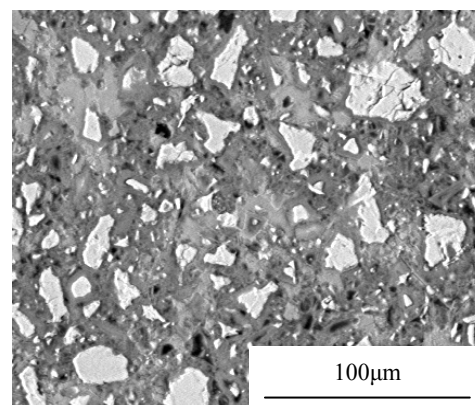


図-1 反射電子像の例
(W/C=0.4, 5°C , 材齢 7 日)

キーワード 反射電子像, 画像解析, 相対的閾値設定法, 水酸化カルシウム, 定量評価

連絡先 〒920-0025 石川県金沢市駅西本町 3 丁目 中日本ハイウェイ・エンジニアリング名古屋(株)金沢支店 TEL:076-264-7872

であり、黒色の相が粗大毛細管空隙である。反射電子像の濃淡は、各相の平均原子番号に依存し、その値は粗大毛細管空隙が 0, C-S-H が 5.1~5.9(固体分のみは 7.1~8.2 であり、ゲル空隙を 28%考慮して換算), 水酸化カルシウムが 7.6, 未水和セメントが 12.2~13.2 である²⁾。したがって、各相の平均原子番号の境界値は、それぞれの相の平均原子番号の間であると仮定して、C-S-H と水酸化カルシウムの境界値は 6.8, 水酸化カルシウムと未水和セメントのそれを 9.9 と設定する。図-2 は、図-1 の反射電子像の濃度ヒストグラムと平均原子番号との対応を示したものである。画像処理においては、まず、フィルター処理を実施した後、粗大毛細管空隙と未水和セメントのグレースケール閾値を決定する。この閾値を使用して式(1)により水酸化カルシウムの閾値は、平均原子番号に基づいて相対的に割り当てることによって決定する。

$$T_{CH} = T_P + (T_C - T_P) \times \frac{6.8}{9.9} \quad (1)$$

ここで、 T_{CH} は水酸化カルシウムの閾値、 T_P は粗大毛細管空隙の閾値、 T_C は未水和セメントの閾値である。

水酸化カルシウムの相の抽出を行う画像処理は、式(1)にて算出した水酸化カルシウムの閾値を下限、未水和セメントの閾値を上限として、レベルスライス処理を実施することで 2 値画像を得る。水酸化カルシウムの体積率は、この 2 値画像の面積率を求めて、ステレオロジーの原則に従って体積率に変換することで計算する。

4. 相対的閾値設定法の検証

図-3 は、相対的閾値設定法により画像解析を行って求めた水酸化カルシウム量と DSC の結果を比較したものである。画像解析により求めた水酸化カルシウム量は、材齢 1 日を除き、DSC によるものより若干多く評価されるものの、ほぼ一致するようである。

5. 結論

本研究では、反射電子像から水酸化カルシウムを抽出する画像処理方法として、反射電子像のグレーレベルに平均原子番号を割り当てる手法(相対的閾値設定法)を提案した。この方法により求めた水酸化カルシウム量は、示差走査型熱量計(DSC)により求めた結果とほぼ一致し、本手法が水酸化カルシウムの閾値を決定する上で有効な考え方であることが確認された。

参考文献

- 1) Diamond, S.: Calcium hydroxide in cement paste and concrete –a microstructural appraisal, Calcium Hydroxide in Concrete, Materials Science of Concrete, The American Ceramic Society, pp.37-58, 2001.
- 2) Scrivener, K.L. and Pratt, P.L.: Back-scattered electron images of polished cement sections in scanning electron microscope, Proceeding 6th International Conference on Cement Microscopy, New Mexico, pp.145-155, 1984.

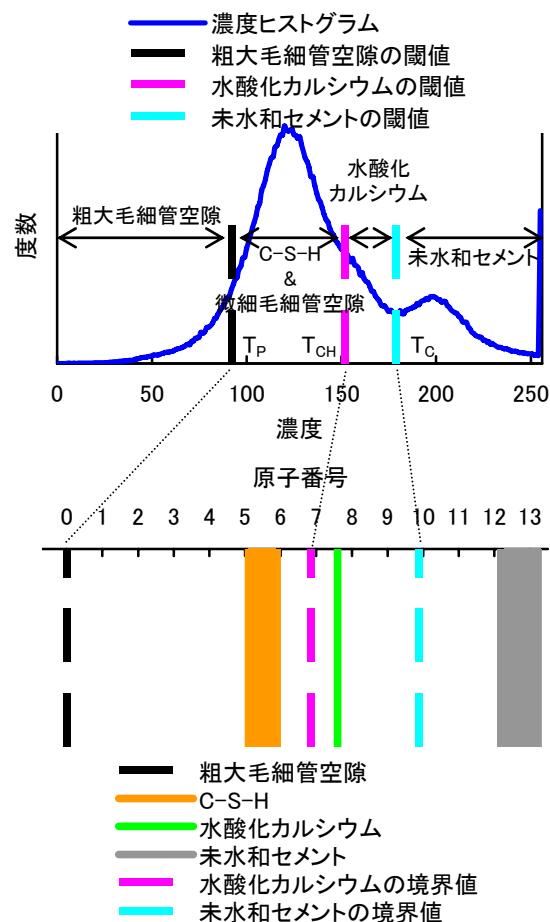


図-2 反射電子像の濃度ヒストグラムと平均原子番号の対応

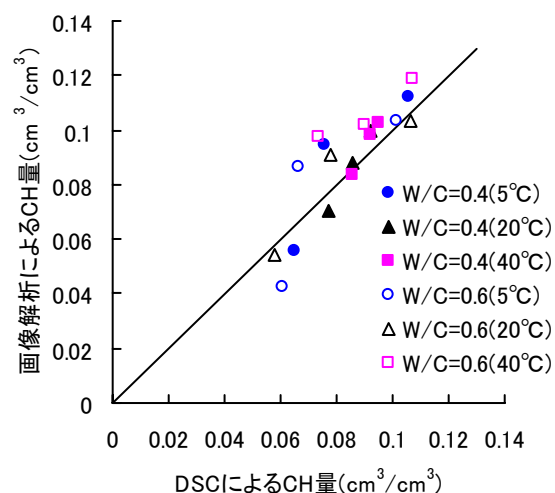


図-3 相対的閾値設定法による水酸化カルシウム量と DSC 測定量の対応