

セメントペーストの内部組織の幾何学的特徴の変化特性の比較

苫小牧工業高等専門学校 学生員 ○山丸 大雅
 苫小牧工業高等専門学校 正会員 渡辺 暁央
 苫小牧工業高等専門学校 正会員 土門 寛幸

1. はじめに

セメント硬化体の内部組織を解析することはその物性を把握する上で非常に重要である。五十嵐ら¹⁾は電子顕微鏡で観察されるセメント硬化体内部組織の反射電子像に、内部組織の幾何学的特徴を評価するパラメータとして2点相関関数を適用し、セメントペーストを構成する相の幾何学的特徴について定量評価を行っている。しかし、セメントペースト構成相の個々の空間分布特性について考察がなされているものの、それらの関係性についてはあまり明示されていない。

そこで、本研究ではセメント硬化体内部組織の反射電子像から未水和セメント相、毛細管空隙相および水酸化カルシウム相をそれぞれ抽出し、2点相関関数を適用してそれらの幾何学的特徴の関係性について考察する。

2. 実験概要

2.1 供試体作製

普通ポルトランドセメント（密度 3.16g/cm^3 ）および標準砂を使用し、セメント強さ試験の配合である水セメント比が0.5のモルタルを直径50mm×高さ100mmの円柱供試体に打設した。20℃の密封養生にて材齢が1日、7日、28日になるまで静置した。

2.2 反射電子像観察及び画像解析方法

円柱供試体中心部から、厚さ約1mm、10mm×10mm程度の試料を切り出し、エタノールに浸漬して水和反応を停止させた。エタノール浸漬後の試料は、真空樹脂含浸装置を用いて樹脂含浸を行った。樹脂の硬化後、耐水研磨紙およびダイヤモンドスラリーによる鏡面研磨を行い観察用の試料を作製した。白金蒸着を施した後、反射電子検出器を備えた電界放出型走査電子顕微鏡により、倍率500倍で電子像を取得した（図-1）。反射電子像の取得枚数は供試体の条件ごとに10枚ずつとした。また、この画像における1画素はおよそ $0.19 \times 0.19\mu\text{m}$

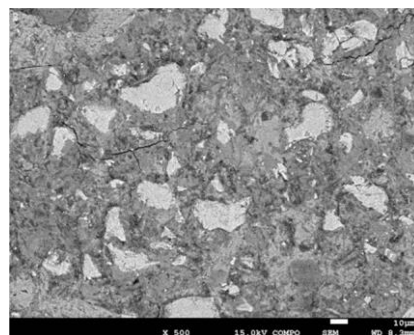


図-1 反射電子像の例

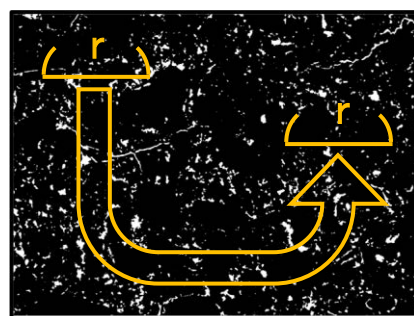


図-2 毛細管空隙の抽出画像と二点相関関数の求め方の模式図

に相当する。その後、汎用画像処理ソフトにより二値化処理を行い、未水和セメント、毛細管空隙、水酸化カルシウムを抽出した。

2.3 2点相関関数

(1) 定義

セメントペースト中に任意の座標系を考え、着目相を Y とする。またその空間において任意の点の位置を $x_i (i=1,2,...)$ とする。このとき、次のような指示関数 $I(x_i)$ を定義する。

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

点 x_i が着目相 Y 上にある確率を $P\{I(x_i)=1\}$ と書くことにすると、任意の距離 r 離れたセメントペースト中

キーワード 反射電子像, 画像解析, 2点相関関数, セメント, 毛細管空隙, 水酸化カルシウム
 連絡先 〒059-1275 北海道苫小牧市字錦岡 443 番地
 苫小牧工業高等専門学校 創造工学専攻 TEL0144-67-8057

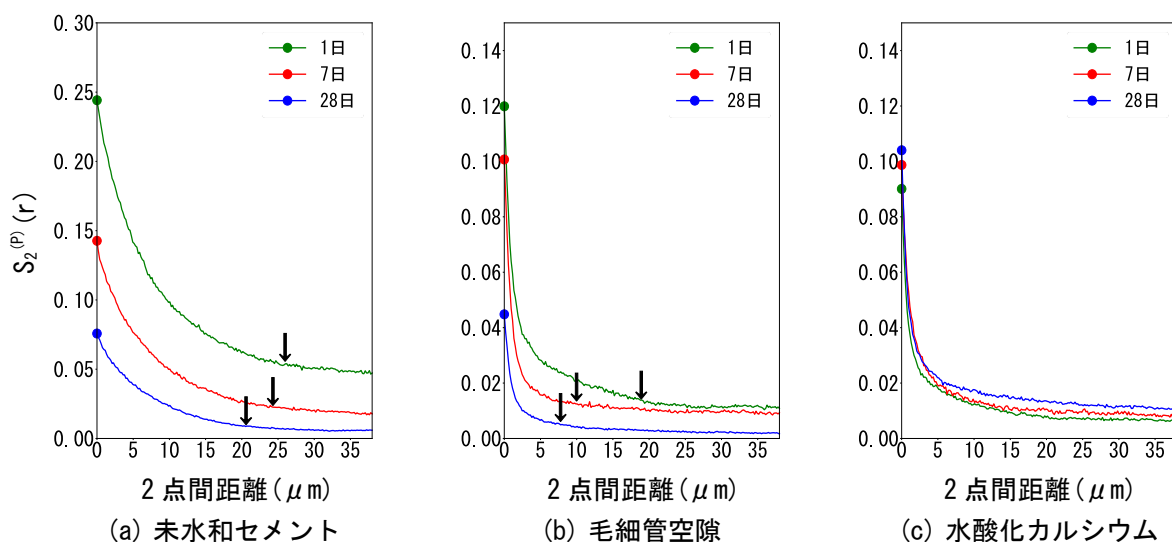


図-3 各着目相における2点相関関数の変化

の2点 x_i , x_{i+r} が同じ相である同時確 $P\{I(x_i)=1, I(x_{i+r})=1\}$ を用いて2点相関関数 $S_Y^{(2)}(r)$ は以下のように定義される¹⁾。

$$S_Y^{(2)}(r) = \langle I(x_i), I(x_{i+r}) \rangle \\ = P\{I(x_i) = 1, I(x_{i+r}) = 1\}$$

ここで、 r は x_i , x_{i+r} 間の距離を表し、 $\langle \rangle$ は期待値を意味する。

(2) 計算方法

図-2は図-1の反射電子像に対して空隙相を抽出し、2値化処理を行った反射電子像および2点相関関数の求め方を模式的に示したものである。図のように着目相を抽出した2値画像に対して、線分を引く。この線分の長さ r が2点間距離に相当し、両端部が着目相に重なるか否かを判定する。その後、別の任意の座標に同じ長さの線分を移動させ同じ操作を繰り返した。この線分の長さは0から最大 $200(=200 \times 0.19 \mu\text{m} = 38 \mu\text{m})$ 画素まで変化させ、各2点間距離 r に対して総点数が10000点となるまで繰り返す。さらに、この一連の操作を供試体の条件ごとに取得した反射電子像10枚に対して行い、その平均値を2点相関関数 $S_Y^{(2)}(r)$ とした。

3. 結果および考察

図-3に各着目相における2点相関関数の変化を示す。これらのグラフにおける $r=0$ の点(図中の・マーカー)はそれぞれの相の面積率を示している。未水和セメント(図-3(a))および毛細管空隙(図-3(b))は材齢の進行に伴う水和反応により相が細分化されていくため面積率が低下することを示している。対して水酸化カルシウムは水和生成物であるため材齢の進行に伴いそ

の面積率は増加している。また、図-3(a), (b)は材齢の進行に伴う関数値の低下が顕著であり、空間分布特性の変化も明確である。関数値は高いほど任意の着目相の周辺に多数の着目相が存在している確率が高いといえる。材齢初期においては水和の程度も高くないため、未水和セメント相および空隙相は連続相として確認でき関数値も高い値を示していることがわかる。水酸化カルシウムの材齢の進行に伴う関数値の変化は図-3(a), (b)の変化ほど顕著ではなく、水和反応の進行に伴い面積率は増加するものの、空間分布特性の変化の程度は大きくないことが推察できる。また、2点相関関数値が一定の値を示すようになるまでの距離(構造距離: 図中の↓マーカー)に着目しても、図-3(a), (b)は材齢による違いが顕著であるが、図-3(c)は明確な相違が見られない。2点相関関数が示す構造距離は正の相関範囲を表しており、構成相としての粒子寸法を反映する。すなわち、未水和セメントと毛細管空隙は水和反応の進行により相の寸法が大きく変化するものの、水酸化カルシウムにおいては寸法の変化が顕著でないことが推察できる。

4. おわりに

セメントペーストの内部組織のうち、未水和セメント、毛細管空隙および水酸化カルシウムの材齢の進行に伴う幾何学的特徴の変化傾向には相違が見られた。

参考文献

- 1) 五十嵐心一, 米山義広, 渡辺暁央: 毛細管空隙の空間分布特性の定量評価, コンクリート工学年次論文集, Vol.28, No.1, pp.593-598, 2006.