

金沢大学大学院 学生員 〇林 友弥
 金沢大学大学院 正会員 五十嵐 心一
 金沢大学工学部 フェロー 川村 満紀

1. はじめに

反射電子像を用いたコンクリートの内部組織の画像解析においては4つの構成相、すなわち未水和セメント、毛細管空隙、水酸化カルシウムおよびCSHゲル相を平均原子番号に対応したグレーレベルに基づいて定量評価することが基本となる[1]。これらのうち、未水和セメントと毛細管空隙はその識別は容易であるが、水酸化カルシウムは平均原子番号が他の相と重複するため、グレーレベルにおけるライトグレーの相として閾値を明確に定めることは困難であり、目視判断に負うところも大きい。一方、水酸化カルシウム相を定量的に評価することは、ポゾラン反応性を考慮する場合や界面領域の組織形成の理解において重要な役割を果たす。

本研究はポゾラン反応性を画像解析により定量評価することを目的とした一連の研究の一部であり、混和材を含まない系におけるグレーレベルに基づいた目視判断の妥当性を熱分析結果と比較しながら論ずる。さらに、水酸化カルシウム相として抽出するためのグレーレベルにおける閾値の決定を平均原子番号に対応させて相対的に求める方法の妥当性について考察する。

2. 実験概要

(1)使用材料および供試体 使用したセメントは普通ポルトランドセメントである。JSCE-F 506 に準じてW/C=0.5 のセメントペースト供試体を作製した。打設後 24 時間にて脱型し、所定材齢まで標準水中養生(20℃)を行った。

(2)反射電子像観察用試料の作製 所定材齢にて各供試体の中心部分から厚さ 5mm、幅 15mm 角程度の試料片を切り出し、エタノールに浸漬して内部水を置換して水和を止めた後、真空装置を用いて樹脂含浸を行った。樹脂の硬化後に試料表面を研磨して、金パラジウム蒸着を行い電子顕微鏡観察用の試料とした。

(3)画像解析 1 種類の試料に対して無作為に 10 箇所以上、観察倍率 500 倍で反射電子像をパーソナルコンピュータに取り込んだ。取り込んだ画像に対して、画像解析ソフトを用いてグレーレベルに基づいて未水和セメントおよび水酸化カルシウムの 2 値化像を取得し、面積率を測定した。水酸化カルシウムの 2 値化に関しては、グレーレベルに基づいて目視判断で行う方法(以後、従来法と称す)、未水和セメント相のグレーレベルの下限値を水酸化カルシウム相のグレーレベルの上限閾値に設定し、未水和セメントの平均原子番号を得られた反射電子像のグレーレベルヒストグラムに直接相対的に割当て、計算される水酸化カルシウムの平均原子番号に相当するグレーレベルの値を下限閾値として設定する方法を採用した。各 BEI 像における水酸化カルシウム相のグレーレベルの下限閾値は式(1)により定めた。

$$V_{CH} = (V_{cement} - V_0) \times \frac{N_{CH}}{N_{cement}} \dots (1)$$

ここに、 V_{CH} は水酸化カルシウム相のグレーレベルの下限閾値、 V_{cement} は未水和セメント相のグレーレベルヒストグラムの中心値、 V_0 は画像全体のグレーレベルヒストグラムの下限値、 N_{CH} は水酸化カルシウムの平均原子番号、 N_{cement} は未水和セメントの平均原子番号である。

また、同時に未水和セメントの面積率の測定も行い、初期

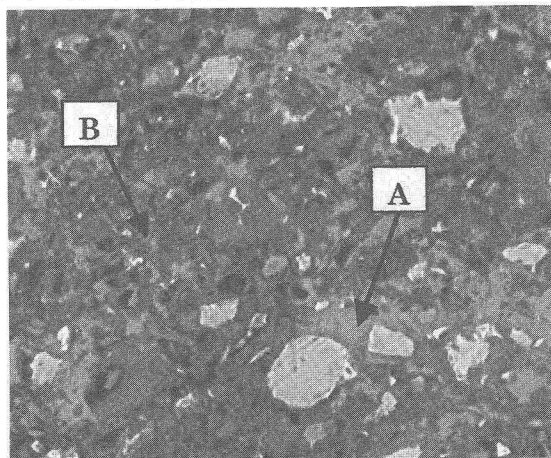


図-1 反射電子像の例 (材齢 28 日)

の未水和セメントの体積率との差から水和度も計算した。

(4)DSC 分析による水酸化カルシウムの定量評価 所定材齢にて取り出したセメントペースト試料片に対して真空装置にて乾燥を行った。これを、乳鉢を用いて粒子径が $150\mu\text{m}$ 以下になるまで粉碎して DSC 分析試料とした。DSC 測定標準試料として Al_2O_3 を使用し、昇温速度 10K/min で測定を行った。

3. 結果および考察

図1は $W/C=0.5$ の材齢 28 日における反射電子像の例を示したものである。点 A で示すように水酸化カルシウムが大きな相として成長する場合、その識別は比較的容易である。しかし、 W/C が低く毛細管空隙となる領域が限られるような場合は、例えば点 B で示すような微細な水酸化カルシウム相の識別が中心となるため、その抽出は容易ではない。

図2は従来の目視判断を含む画像解析法によって求めた水酸化カルシウム体積率と DSC 分析により求めた水酸化カルシウム体積率を比較したものである。両者による測定値は必ずしも一致しないが、その差はわずかであり、複数の画像を用いて適切な判断を行えば従来の画像解析法は精度よく水酸化カルシウム量を定量評価することが可能であることがわかる。

図3に平均原子番号の割合に応じて水酸化カルシウムのグレーレベルの閾値を未水和セメントのグレーレベルの中心値から動的に割当てた場合と目視判断も含む従来法により求めた値を比較して示す。両方法による定量評価値の差は高々数%程度である。したがって、反射電子像の画像解析において目視判断の根拠となる SEM・EDS 分析などによる測定が行えない場合は、水酸化カルシウム相の閾値は平均原子番号に応じてその画像の未水和セメントのグレーレベルに対して相対的に定めても大きな誤差は生じないようである。

図4は画像解析により求めた水和度と水酸化カルシウム量の関係を示したものである。水酸化カルシウム量は水和度にほぼ比例して増大しており、画像情報だけで求められた水酸化カルシウム量であっても水和反応の進行過程と矛盾しないことがうかがえる。

4. まとめ

- (1) 適切な目視判断がなされれば、画像解析法はグレーレベルの中間相である水酸化カルシウム量も適切に評価できる。
- (2) 水酸化カルシウム抽出の閾値はその画像のセメント粒子のグレーレベルを基準にして相対的に割当てて定めることが可能である。

5. 参考文献

[1]Scrivener,K.L. :Analysis of phases in cement paste using backscattered electron images, methanol adsorption and thermogravimetric analysis, Material research society, Vol.85, pp67-76. 1987

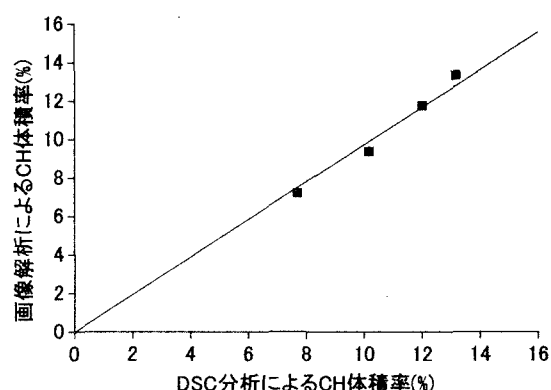


図-2 DSC 分析と従来法による CH 体積率の比較

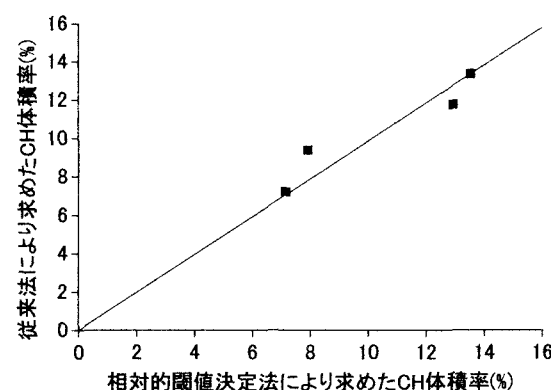


図-3 相対的閾値決定法と従来法による CH 体積率の比較

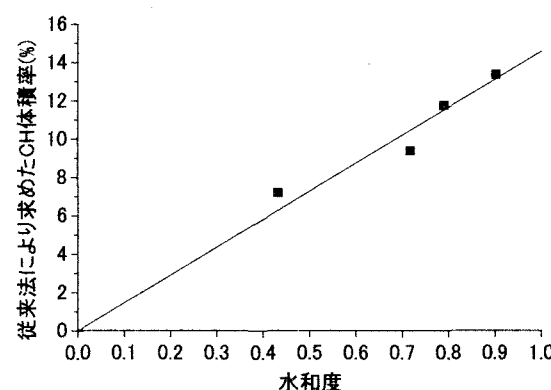


図-4 水和度と従来法による CH 体積率の比較