

点過程統計量を用いたセメント硬化体の粗大毛細管空隙空間構造の評価

金沢大学工学部 学生員 小池 祐輝

金沢大学大学院 正会員 五十嵐 心一

1. 序論

コンクリートの巨視的性能を決定づける毛細管空隙構造を評価するためには、様々な実験および評価手法が用いられる。それらのうち、毛細管空隙の量だけではなく、空隙の空間配置に着目して個々の点の凝集や分散といった分布パターンを定量的に評価し、これをコンクリートの物性と関連づけて考察することが試みられている。

本研究では、この点過程理論を反射電子像の画像解析法に導入し、空間分布特性の変化の観点から、材齢の進行にともなう粗大毛細管空隙構造の形成過程を定量評価することを目的とする。

2. 実験概要

(1) 電子顕微鏡観察試料の作製

水セメント比が0.25および0.50のセメントペースト供試体（直径 50mm、高さ 100mm）を作製し、打設後 24 時間にて脱型し 20℃の水中養生を行った。なお、W/C=0.25 のセメントペーストについては、ポリカルボン酸系の高性能 AE 減水剤をセメント質量に対して 0.5%添加した。材齢 1, 7, 28 および 91 日において試料を切り出し、凍結真空乾燥によって試料内部水の除去を行った後、真空樹脂含浸装置を用いてエポキシ樹脂を含浸させた。常温で樹脂を硬化させた後、表面を注意深く研磨し、反射電子像観察試料とした。

(2) 反射電子像の取得および画像解析

観察倍率 500 倍にて研磨面の反射電子像を取得し、コンピュータに取り込んだ。1 画像は 1148×1000 画素からなり、1 画素は約 0.22μm に相当する。取り込んだ反射電子像に対してグレースケールに基づく 2 値化処理を施し、粗大毛細管空隙（径 0.22μm 以上）を抽出

した 2 値画像を取得した。また、画像解析ソフトウェアの機能を用いて、着目相の重心点位置の算出を行い、これを点過程 $X=\{x_i; i=1, \dots, n\}$ とした。

(3) 点過程統計量 [1]

点過程統計量とは、観察視野 W にランダムに分散している点 $x_i \in X$ に関して、距離を変数としてその分布パターンを定量化し、点の分布特性を評価する確率関数である。本研究では、それらのうち 2 次のステレオロジー関数である K 関数およびペア相関関数を用いて空間分布特性の定量評価を行う。

(a) K 関数 ($K(r)$) とは、任意の点から半径 r 内に存在する他の点個数の期待値を表わす。前述の空隙重心点位置 $x_i \in X$ を中心とする半径 r の円領域 $b(x_i, r)$ 内に、他の空隙重心点 $x_j \in X (i \neq j)$ が存在するか否かを判定し、Ohser 法を用いて式 (1) により算出した。

$$\hat{K}(r) = \frac{1}{\hat{\lambda}_p^2} \sum_{i \neq j} \frac{1(\|x_i - x_j\| \leq r)}{s(\|x_i - x_j\|)} \quad (1)$$

ここで、点密度は単位面積当たりの点の個数を表わし、 $\hat{\lambda}_p = N_p(W) / A(W)$ で定義される。 $N_p(W)$ は点の個数、 $A(W)$ は観察視野領域の面積である。また、エッジ補正係数： $s(x)$ は式 (2) より与えられ、 a, b は観察視野領域の辺長である。

$$s(x) = ab - x(2a + 2b - x) / \pi \quad (2)$$

(b) ペア相関関数 ($g(r)$) とは、距離 r 離れた 2 点を中心とする 2 つの微小な円を考え、その両方が点過程の点を含む確率を求め、点密度の二乗値で正規化したものである。 K 関数と同様に、各点 x_i から、距離 r 離れた他の点 x_j の個数を数えて平均化し、次式により求めた。

$$\hat{g}(r) = \frac{\sum_{i \neq j} W(\|x_i - x_j\| - r)}{\hat{\lambda}_p^2 \cdot 2\pi \cdot s(x)} \quad (3)$$

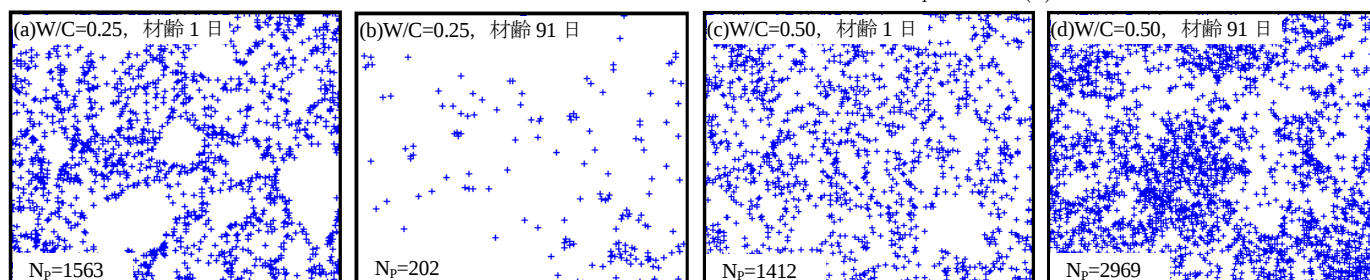


図-1 粗大毛細管空隙の粒子重心点画像

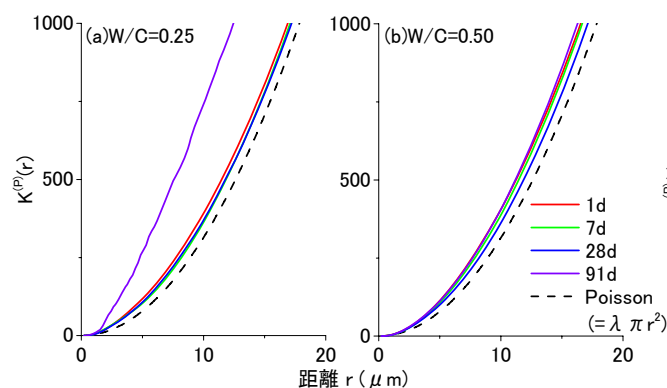


図-2 K関数の経時変化

ここで、 $W(x)$ はEpanechnikov kernel 関数（重み付き関数）， $s(x)$ は前述のエッジ補正係数である。

3. 結果および考察

図-1は、材齢1日および91日における $W/C=0.25$ および 0.50 のセメントペーストの粗大毛細管空隙の粒子重心点位置を示したものである。 $W/C=0.25$ の場合、材齢1日で既に点個数はかなり多いが、材齢の進行により粗大毛細管空隙が充填されて、粒子個数は著しく減少する。しかし、点の分布には凝集領域と疎に分布する領域の両者が存在している。一方、 $W/C=0.50$ の場合、材齢の進行により粒子個数は増加する傾向が認められる。水和反応の進行により反応生成物が粗大毛細管空隙を充填することで、ポロシティは減少していくが、その一方で、空隙の細分化が $W/C=0.25$ に比べて顕著に進行していることを示している。点の分布に着目すると、材齢1日においては領域全体に均質に分散しているが、粒子個数の増大にともない凝集傾向にあることが視覚情報として認識できる。すなわち、 W/C の相違により、粗大毛細管空隙の点過程としての変化の傾向は異なるといえる。

図-2は、 $W/C=0.25$ および 0.50 のセメントペーストの粗大毛細管空隙の K 関数の経時変化を示したものである。図中の破線は、完全ランダム分布である2次元ポアソン過程 ($= \lambda \pi r^2$) を示している。いずれの W/C においても、 $2 \sim 3 \mu m$ 程度の小さい距離の範囲には空隙が存在しないハードコア領域が存在する。また、同一距離に対する K 関数値はポアソン分布に比べて大きい。ポアソン分布を帰無仮説として95%信頼区間に対する検定を行うと [1]，いずれの材齢においても帰無仮説は棄却され、粗大毛細管空隙は凝集性を有していると判断される。特に、この傾向は $W/C=0.25$ の材齢91日において顕著に現われている。図-1に示すように、硬化体組織中の未水和セメント粒子相は、粗大

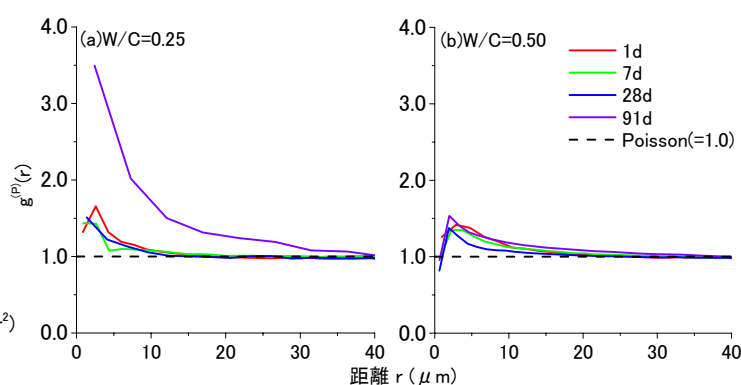


図-3 ペア相関関数の経時変化

毛細管空隙が存在しない領域である。したがって、空隙は視野全体に均一に分散せず、セメント粒子の周囲の補集合空間に存在することになり、一方、低 W/C では残存未水和セメントも多く、集中的な空間分布が現われると考えられる。

図-3は、 $W/C=0.25$ および 0.50 のセメントペーストにおける粗大毛細管空隙のペア相関関数の経時変化を示したものである。図-2と同様に、図中の破線は、点が完全にランダムに分布し、点間には何らの相関性がないことを示している。いずれのセメントペーストにおいても、距離の短い範囲で正の相関が見られ、ある程度の距離で相関が無くなる。また、 $2 \sim 4 \mu m$ 程度の距離で関数値が高くなっており、粗大毛細管空隙はこの距離だけ離れて存在しようとする傾向が認められ、図-2が示すハードコア領域の存在とも対応している。 $W/C=0.25$ の場合、正の相関を有する範囲および関数値が材齢とともに増大している。これは、その点間距離で存在する粒子個数がポアソン分布のそれに比べて多いことを意味しており、点密度は低下していても粗大毛細管空隙の凝集範囲が相対的に大きくなっているといえる。一方、 $W/C=0.50$ においては、材齢経過にともなう関数値の変化は小さく、空隙の細分化が視野全体にわたって進行したことを表わしている。また、図-3の特徴からも、材齢の進行にともない組織が緻密化していく過程は、 W/C により大きく異なることが理解され、点場としての幾何学的特徴は W/C を反映していると結論される。

4. 結論

点過程理論を反射電子像の画像解析法に適用することにより、材齢の進行にともなう粗大毛細管空隙構造の形成過程を点の分布パターンの変化として、定量的に評価することが可能であると考えられる。

参考文献 [1] Stoyan, D., et al.: WILEY, 1995.