

グレースケールのシフト量に着目したセメント硬化体の W/C の推定

金沢大学大学院 学生会員 ODANG Giang Hoang
金沢大学理工学域 正会員 五十嵐 心一

1. はじめに

反射電子像の画像解析はセメント硬化体の内部組織構造を定量的に評価するのに有効な手法である。通常、研磨面に現れる連続型の電気的な情報を入力信号として取得し、離散型の出力信号(単位:画素)を画像としてコンピュータに取り込むことが基本的な像形成である。このとき、個々の画素の濃淡レベルは情報量の平均で決定されるため、画素寸法より小さい組織の情報は画像上にテクスチャとして現れないが、画素の明るさには反映されていると考えられる。

本研究においては、反射電子像の各構成相の濃淡レベルの相対関係を用いて画素寸法以下の組織に関する情報を抽出し、これと Powers のモデルを組み合わせ水セメント比を推定することを目的とする。

2. 実験概要

(1) 使用材料およびセメントペーストの配合

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、JIS R 5201 に従って、水セメント比が 0.25, 0.40, 0.45, 0.50 および 0.60 のセメントペーストを練混ぜ、直径 5cm, 高さ 10cm の円柱供試体を作製した。なお、水セメント比が 0.25 のセメントペーストについては、ポリカルボン酸系高性能 AE 減水剤をセメント質量に対して 0.5% 添加した。セメントペースト打ち込み後 24 時間にて脱型し、所定材齢まで 20°C の水中養生を行った。

(2) 反射電子像観察および画像取得

材齢 28 日にて厚さ 10mm, 直径 25mm 程度の円盤状試料を切り出した。資料採取後、エタノールを使用した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、真空樹脂含浸装置を用いてエポキシ樹脂を含浸させた。エポキシ樹脂の硬化後、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-パラジウム蒸着を施して、反射電子像観察試料とした。

走査型反射電子顕微鏡を用い、全ての配合に対して

観察倍率 500 倍にて無作為に抽出した 10 断面の反射電子像をコンピュータに取り込んだ。この時、1 画素当たりの長さは $0.221\mu\text{m}$ である。

(3) グレースケールシフト量の考え方

反射電子像の濃淡レベルと化合物を構成する元素の原子量を重みとした平均原子番号との間には、非線形な対応関係が存在する。しかし、セメント硬化体構成相に相当する平均原子番号の小さい区間(約 0~20)においては、濃淡レベルと平均原子番号の関係はほぼ線形とみなせる。よって、反射電子像において識別される各相が、純粋にその化合物からなるのであれば、濃淡レベルはその平均原子番号から一意に定まることになる。一方、反射電子像の濃淡レベルの分布曲線は個々の構成相の平均原子番号を中心とした正規分布曲線の重ね合わせとして表わすことができる。よって、各構成相に対して、濃淡レベルの累積度数が領域全体の 50% になる位置が理論上の平均原子番号に対応する明るさとして決定される。

図-1 は W/C=0.60, 材齢 28 日の反射電子像のグレースケールヒストグラムを示すものである。図中の I_{Cement} , I_{CH} , I_{CSH} および I_{Pore} はそれぞれ濃淡レベルの分布より求めた残存未水とセメント相、水酸化カルシウム相(CH 相)、他の反応生成物相(CSH 相)および空隙相の中心位置である。図-1 において、 I_{Cement} は約 246, I_{Pore} は約 26 であり、そして、平均原子番号に対する線形的な対応により(式(1)), CH 相および CSH 相の中心位置 (I_{CHest} , I_{CSHest}) はそれぞれ約 213 および 193 と求められる。

$$I_{\text{CHest}} = I_{\text{Pore}} + (I_{\text{Cement}} - I_{\text{Pore}}) \frac{\bar{Z}_{\text{CH}} - \bar{Z}_{\text{Pore}}}{\bar{Z}_{\text{Cement}} - \bar{Z}_{\text{Pore}}} \quad (1)$$

$$I_{\text{CSHest}} = I_{\text{Pore}} + (I_{\text{Cement}} - I_{\text{Pore}}) \frac{\bar{Z}_{\text{CSH}} - \bar{Z}_{\text{Pore}}}{\bar{Z}_{\text{Cement}} - \bar{Z}_{\text{Pore}}}$$

ここに、式中の \bar{Z}_{Pore} , \bar{Z}_{CSH} , \bar{Z}_{CH} , \bar{Z}_{Cement} はそれぞれ空隙相, CSH 相, CH 相および残存未水とセメント相の平均原子番号を意味する。

一方、図-1 にて実際に測定されたヒストグラムにおける CH 相, CSH 相の中心位置 I_{CSH} , I_{CH} はそれぞれ 205 および 119 であり、理論値 I_{CHest} , I_{CSHest} とは差

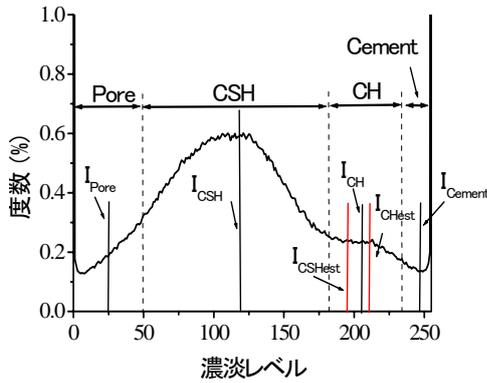


図-1 反射電子像のヒストグラムの例

を生ずる。これを本研究では、CH相およびCSH相の領域内により小さい平均原子番号を持つ画素寸法以下の組織が存在し、これによって領域全体が平均原子番号がより小さい側へシフトしたと考える。換言すれば、このシフト量に着目すれば画素寸法以下の組織情報を推定することが可能であるということになる。

しかし、その一方においてCSH相は平均原子番号の範囲が広く、シフト量から画素寸法以下の組織（空隙相）に関する情報を正確に評価することは困難である。これに対して、結晶相であるCH相の平均原子番号は一定であるため、正確にシフト量を計算しうる。しかし、この場合もCH相の領域内に存在していて、そのようなシフトを生じさせる画素寸法以下の組織としては、CSH相および空隙相があることになり、両者の影響を個々に評価することは出来ない。そこで、平均原子番号の差を考慮して単純にCH相の中心位置のシフト量の主な原因は空隙相の含有であると仮定することにする。すると、CH相の領域内の空隙率 δ は、式(2)を用いて計算することができる。

$$\delta(\%) = \frac{I_{CHest} - I_{CH}}{I_{CHest}} \times 100 \quad (2)$$

(4) Powersモデルを用いたW/Cの推定

反射電子像のグレースケールに基づいて残存未水和セメント相、反応生成物相（CSHおよびCH）、空隙相の体積率（面積率） V_{Cement} 、 V_{HP} および V_{Pore} を求める。また、式(2)より求められた空隙率 δ は水和反応生成物全体（CHおよびCSH）の画素寸法以下の空隙率に等しいとし、かつ、画素の明るさに反映された画素寸法以下の空隙の全ては毛細管空隙であると仮定すれば、セメント硬化体の各構成相の割合をPowersのモデルを用いて計算することが出来る。このモデルで

表-1 水セメント比の推定結果

配合値	推定値
0.25	0.31
0.40	0.42
0.45	0.46
0.50	0.52
0.60	0.61

は、セメント1gが水和すると0.23gの水と結合して水和物の固体相を形成する。この時の化学収縮による体積減少量は結合水体積の0.254倍とし、その水和物固体相とゲル空隙が一体となって水和反応生成物を構成する。また、水和反応生成物中のゲル空隙の空隙率は0.28であり、この空隙は水で満たされているものとする。なお、このモデルに基づいて、1gのセメントが完全に反応した時の水和物固体相体積 V_{Unit} は式(3)より求められる。

$$V_{Unit} = 1/\rho_c + [0.23 \times (1 - 0.254)]/\rho_w \quad (3)$$

ここで、 ρ_c 、 ρ_w はそれぞれセメントおよび水の密度である。

一方、トータル・ポロシティ-TP、水和物固体相の総量 V_{Gel} はそれぞれ式(4)、(5)を用いて求められる。

$$TP = V_{Pore} + V_{HP} \times \delta/100 \quad (4)$$

$$V_{Gel} = V_{HP} \times (100 - \delta)/100 \times (1 - 0.28) \quad (5)$$

したがって、初期セメント量 C_0 、初期水量 W_0 は以下のように計算され、これらより水セメント比 W_0/C_0 が求められる。

$$C_0 = V_{Cement} \times \rho_c + V_{Gel}/V_{Unit} \quad (6)$$

$$W_0 = TP \times \rho_w + (V_{Gel}/V_{Unit})/0.23 \quad (7)$$

3. 推定結果の検証

表-1は推定した初期の水セメント比と配合値との比較をしたものである。いずれのW/Cにおいても推定値は配合値とかなりよく一致しており、本手法の有用性を示している。

4. おわりに

簡便なW/Cの推定方法の確立は、既設コンクリート構造物の維持管理の観点からも非常に重要である。本研究では、画像グレースケールのシフト量とPowersのモデルを組み合わせることにより、セメントペーストのW/Cが精度よく推定できることを示した。この手法のモルタルやコンクリートへの適用は今後の課題とした。