

# 水銀圧入法と画像解析法により求めた毛細管空隙構造の特性値の相関性

金沢大学理工学域 学生会員 ○西川 友梨  
金沢大学理工学域 正会員 五十嵐 心一

## 1. 序論

セメント系材料の毛細管空隙構造を評価する代表的な手法として水銀圧入法と反射電子像による画像解析法が挙げられる。画像解析法と水銀圧入法のそれぞれで明らかにされた空隙率や空隙構造の対応については興味を持たれる点であるが、両手法は測定原理および観察対象となる空隙径が全く異なる。このため、それぞれの空隙寸法や空隙率の絶対値を直接比較することの意味は希薄である。しかし、水銀圧入法はパーコレーションの観点からの空間情報を含んでおり、この点において画像解析法による結果との接点を見出すことができると考えられる。

本研究においては、セメントペーストを対象として、水銀圧入過程に関する Katz-Thompson 関係<sup>1)</sup>にて用いられる有効空隙量と、画像解析にて評価される粗大毛細管空隙率の相関性を明らかにすることを目的とする。

## 2. 実験概要

### (1) 供試体の作製

普通ポルトランドセメント（密度  $3.15\text{g/cm}^3$ 、比表面積  $3310\text{cm}^2/\text{g}$ ）を使用し、 $W/C=0.60$  のセメントペースト円柱供試体（直径  $100\text{mm}$ ×高さ  $200\text{mm}$ ）を作製した。打設後 24 時間にて脱型し、所定材齢に達するまで  $20^\circ\text{C}$  の水中養生を行った。

### (2) 反射電子像による画像解析

所定材齢にて供試体中央から薄片試料を切り出し、エタノールによる内部水との置換、および凍結真空乾燥を行った。乾燥試料に対して真空樹脂含浸を施し、樹脂の硬化後、表面を慎重に研磨して反射電子像観察試料とした。観察倍率 500 倍（1 画素： $0.22\mu\text{m}$ ）にて反射電子像を取り込み、グレースケールに基づく画像処理によって粗大毛細管空隙の 2 値画像を抽出した。

### (3) 粗大毛細管空隙率と空隙径分布の取得

取得した 2 値画像に対して粗大毛細管空隙率を算出した。また、2 値画像上の個々の空隙を面積の等し

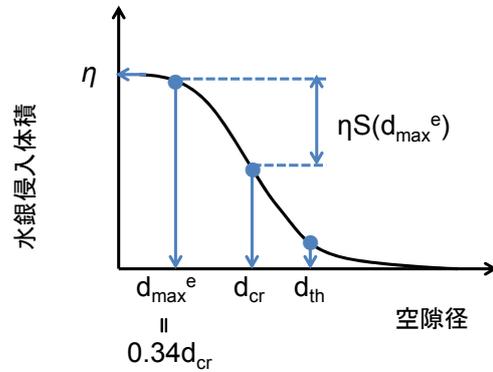


図-1 水銀圧入曲線における代表値<sup>1)</sup>

い円に置き換えた円相当径を求め、これを並べ替えることによって粗大毛細管空隙に関する空隙径分布を求めた。

## 3. 水銀圧入曲線のパラメータ

図-1 に水銀圧入法における圧入曲線を模式的に示す。多孔質体の透過性を表す Katz-Thompson 式においては、パーコレーションの考え方に基づきある特定の径まで水銀が侵入したときに初めて試料を通過する水銀の連続経路が形成されると考える。このときの空隙径は圧入曲線の 1 次微分が最大となる径とし、これを限界空隙径  $d_{cr}$  としている。そして物質移動に卓越的に関わるのは、 $0.34d_{cr}=d_{max}^e$  として定義される空隙径よりも大きな空隙径範囲にある空隙率  $\eta S(d_{max}^e)$  であるとしている。本研究においては既往の研究<sup>2),3)</sup>におけるセメントペースト水銀圧入曲線の  $d_{max}^e$  以上の空隙、すなわちある特定の寸法よりも大きく物質透過に関わる空隙量と、画像解析にて求められる粗大毛細管空隙率の比較を行うこととした。

## 4. 結果と考察

図-2 に水銀圧入曲線と画像解析法により求めた空隙径分布を比較した例を示す。両者の空隙径範囲は明らかに異なり、水銀圧入曲線のうちの有意な空隙径範囲と考えられる大径空隙の領域であっても画像解析範囲とは重複しない。しかし、この画像解析にて観察される粗大な毛細管空隙は圧入曲線の中に陰に含まれていることに留意しなければならない。

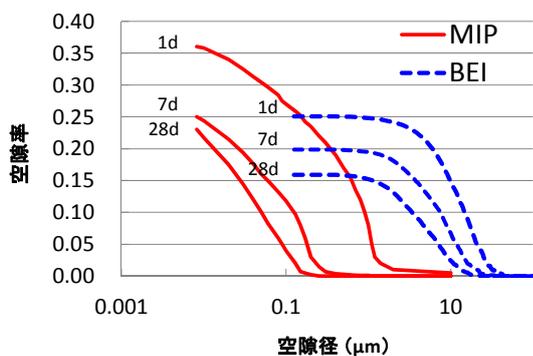


図-2 画像解析法 (BEI) と水銀圧入法 (MIP) の累積空隙径分布の比較

図-3 は、水セメント比が 0.60 のセメントペーストにおける水銀圧入法により得た全空隙率と画像解析より得た粗大毛細管空隙率を比較したものである。水銀圧入法により評価された全空隙率と画像解析により評価された空隙率間には良好な正の相関が認められる。

図-4 は、水銀圧入法の卓越空隙量  $\eta S(d_{max}^e)$  と画像解析法による粗大毛細管空隙率との関係を表したものである。Katz-Thompson 関係においてはこの  $d_{max}^e$  以上の粗大な空隙が透過性および伝導性に関わるとし、それ以下の空隙は無視される。この水銀圧入法における卓越空隙量と粗大毛細管空隙率間には正の相関が認められる。また、粗大毛細管空隙率がある値以下になると侵入の有効空隙が急激に減少する傾向が示唆される。

一方、水銀圧入法における物質透過に関わる有効な空隙径の開始値として  $d_{cr}$  ではなく、水銀が急激な侵入を開始する径、すなわち、しきい径 ( $d_{th}$ ) (図-1) とする考え方もある。図-5 は、そのしきい空隙径  $d_{th}$  を用いて決定した  $\eta S(d_{max}^e)_{th}$  と粗大毛細管空隙率の関係を示したものである。限界空隙径で決定した卓越範囲の空隙量の場合 (図-4) と比較し、しきい空隙径  $d_{th}$  を用いると、画像解析より得られる粗大毛細管空隙との相関性はさらに高まるようである。

## 5. 結論

水銀圧入法において物質透過に際し卓越した経路となりうるとされる空隙径範囲の空隙量と、画像解析法より得られた粗大毛細管空隙間には良好な相関関係が存在する。このことは画像解析法で同定されるような粗大な径をもつ空隙量がセメント硬化体の透過性の決定において重要な役割を果たしていることを示唆する。

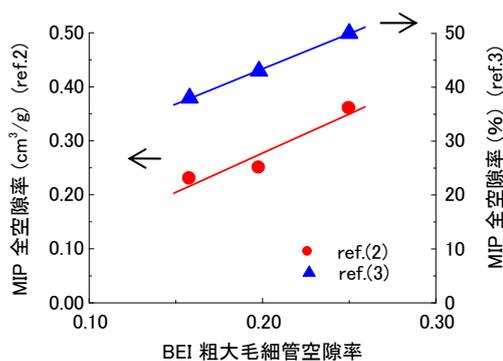


図-3 毛細管空隙率の比較

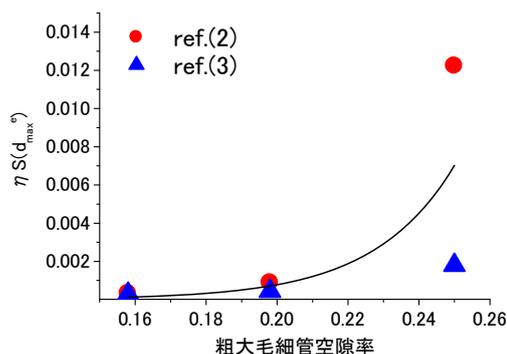


図-4 限界空隙径  $d_{cr}$  に基づく卓越空隙量と粗大毛細管空隙率の関係

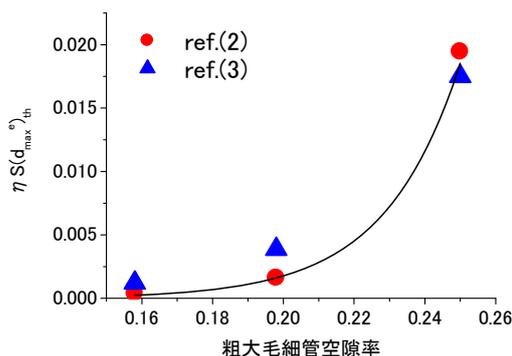


図-5 しきい空隙径  $d_{th}$  に基づく卓越空隙量と粗大毛細管空隙率の関係

## 謝辞

本研究の実施にあたり、日本学術振興会科学研究費補助金 (課題番号 24560564) の交付を受けた。ここに記して、謝意を表す。

## 参考文献

- 1) Katz, A.J. & Thompson, A.H. : J. Geophys. Res., 92(B1):599-607,1987.
- 2) Winslow, D.N. & Lovell, C.W. : Powder Technol., 29(1):151-165, 1981.
- 3) Cook, R.A. & Hoover, K.C. : Cem. Concr. Res., 29(6):933-943, 1999.
- 4) Halamickova, P. et al, Cem. Concr. Res., 25(4) : 790-802,1995.
- 5) 五十嵐, 米山 : 土論集, 767/V-64:227-238, 2004.