論文 セメントペーストの反射電子像の画像解析に基づく強度推定手法に 関する検討

船越 貴惠*1・高橋 晴香*2・橘高 義典*3・松沢 晃一*4

要旨:本研究では水セメント比 25,40,60%のセメントペースト供試体に対し,材齢 1,3,7,28,91日に おいて圧縮強度試験を実施し,走査型電子顕微鏡を用いて撮影した反射電子像を画像解析した結果と関連付 けた。画像解析により得られた反射電子像の輝度のヒストグラムから水和物のピーク値・平均輝度(グレー レベル)を算出し,水セメント比ごとに比較した。この関係性から,圧縮強度と画像解析による水和物の平 均輝度には高い相関性があることが明らかとなった。その結果,画像解析により平均輝度を測定することに より,強度推定を行うことが可能であると考えられる。

キーワード:セメントペースト,圧縮強度,反射電子像,画像解析,輝度,グレーレベル,強度推定

1. はじめに

現在、構造物をリノベーション・コンバージョンによ って長期に供用するという考え方が主流になっており, 改修工事などを行う際,既存構造物の耐久性を適切に評 価することが重要となっている。鉄筋コンクリート造構 造物に求められる要求性能の中でも, 強度は構造物の性 能を表す最も重要な指標として一般的に用いられており, 構造物の基本性能確認に役立つ。強度測定は、構造物か らコア供試体を採取し, 圧縮強度試験を行なうことで評 価する場合が多い。この方法が既存構造物に使用されて いるコンクリートの強度特定に有効であることは言うま でもないが、構造体の耐力や意匠を大きく損なう場合な ど、コア供試体の採取が困難な部位には適用できない。 また、非破壊検査であるシュミットハンマー法を用いる 場合には、測定面の凹凸や厚みなどの影響を受けてしま うことがある。その様な場合には、コンクリート試料を 少量採取し、強度を推定する手法も有効であると考えら れる。コンクリート試料を少量採取する方法は,5mm以 下の試料を用いるため、構造物を傷つけることが少ない 点からも有効であると思われる。

コンクリートやモルタルの大部分を占める骨材に対し て、セメントペーストの占める割合は多くはないが、結 合材料であるセメントペーストによってコンクリートの 物性が決定される場合は多い。既往研究¹⁾より、セメン トペース中に存在する細孔空隙は、数ナノメートルから 数ミリメートルといったサイズのものまで存在し、その 特徴は細孔空隙のサイズによって異なり、強度に影響を 及ぼすことが報告されている。これまでに、水銀圧入法 により、コンクリート中の細孔径分布や細孔量を測定す

ることによって細孔構造を評価し, 圧縮強度との相関性 が高いことが明らかにされている^{2),3)}。しかし、この方 法は水銀を高圧で細孔に押し込むため、その試料が破壊 されるという指摘や,空隙の連続性によって生じるイン クボトル効果により細孔を過大評価してしまうといった 懸念もある⁴⁾。一方,近年では,走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて撮影したコンクリート研磨面の反射電子像 (BEI) に画像解析手法を用い、細孔量の測定を行なう 研究報告がなされている 5), 6)。この方法は、水銀圧入法 による細孔測定範囲が 0.0031~100µm なのに対し, 0.1 ~数 100 µm であることから、コンクリートの特性に大 きく影響を与える粗大な細孔構造に着目することも可能 である⁷⁾。また, BEI による画像解析手法では, Powers の水和モデルを組み合わせることにより、セメントの水 和度が解明され、コンクリートの水セメント比を推定す る方法が提案されている^{8),9)}。水銀圧入法とBEIは、測 定される細孔径の範囲が大きく異なるだけでなく、測定 原理も大きく異なるため直接比較することは適切ではな いとされているが、どちらもコンクリートの特性を判断 する上で有効である。

BEIは、画素寸法以下の情報を平均化してしまうため、 厳密にセメントペースト構造の各相の形や大きさを読み 取ることはできないが、その情報は画像の濃淡に反映さ れていると考えられる。これを利用して得られるグレー レベルのシフト量を先ほど述べた水セメント比の推定手 法に組み込んだ研究も行われている¹⁰⁾。このように、BEI から得られる濃淡情報から水セメント比をはじめとする 様々な特性を明らかにすることが可能であると考えられ るが、圧縮強度との比較例は見当たらない。

*1 首都大学東京大学院 都市環境科学研究科建築学域 (正会員)
*2(株)太平洋コンサルタント 解析技術部 解析グループ(正会員)
*3 首都大学東京大学院 都市環境科学研究科建築学域 教授 工博(正会員)
*4 首都大学東京大学院 都市環境科学研究科建築学域 助教 修士(工学)(正会員)

-304-

本研究では,BEIの情報と圧縮強度の関係を調べるこ とを目的とし、5N/mm²程度の低強度域から 120N/mm² 程度までの高強度域のセメントペーストを対象とした。 このため、異なる W/C のセメントペースト供試体を作製 し、材齢初期からの各材齢において圧縮強度の測定およ び SEM で得られた BEI の画像解析を行い、両者の関係 性について検討を行った。

2. 実験概要

2.1 供試体概要

表-1 に実験の要因と水準を示す。セメントは普通 ポルトランドセメント(密度 3.16g/cm³)を使用し,W/C を 25,40,60%の 3 水準のセメントペースト供試体を作 製し,材齢 1,3,7,28,91日において圧縮強度試およ び画像解析を実施した。

供試体は直径 50mm,高さ 100mm の円柱供試体とし, 作製は温度 20℃,湿度 60%R.H.の恒温恒湿室で行った。 練混ぜには容量 10 リットルのモルタルミキサを使用し た。セメント,水を投入し 30 秒間練混ぜを行い,掻き落 とし,さらに 90 秒間練混ぜを行なった後に型枠に打ち込 んだ。なお,水セメント比 40,60%の供試体については, ブリーディングが多かったため,30 分練り置き毎に再度 30 秒間練混ぜを行ない型枠に打ち込んだ。練混ぜ量は 1 バッチにつき 5 リットルである。また,供試体数は各調 合につき,各試験条件 4 体とし,3 体を圧縮強度試験に, 1 体を BEI に用いた。

2.2 圧縮強度試験方法

供試体は打ち込み後 24 時間で脱型し,所定材齢まで温度 20℃の水中養生を行った。その後,両面を研磨し,圧縮強度試験を行なった。

2.3 反射電子像観察方法

SEM 用の供試体は、供試体を打ち込み上面から上・中 下と3等分し、それぞれの中心から2cm角の立方体を切 り出し、1 つの供試体につき 3 個の立方体について BEI を得ることとした。切り出した立方体は、アセトン浸漬 を24時間行い水和を停止させ、塩化リチウムを用いて湿 度 11% R.H.に調湿を行なった窒素ガス環境のデシケータ 内で1日以上乾燥させた。乾燥を終えた立方体は、エポ キシ樹脂に含浸,硬化させ,研磨剤を用いて面出しを行 った。次に,研磨面を再含浸させ,丁寧に研磨を行った。 その後、カーボン蒸着を行い、SEM の観察試料とした。 SEM は、加速電圧 15.0kV、観察倍率 250 倍および 500 倍でセメントペースト研磨面の BEI を撮影した。1 つの 立方体に対して、それぞれの倍率で5枚の画像を取り込 み画像解析を行った。1枚の画像は、1280×960 ピクセル からなり, 観察視野に関しては 250 倍の時は約 344×480 μm, 500 倍時には約 172×240μm である。

表-1 実験の要因と水準

要因	水準				
水セメント比(%)	25, 40, 60				
材齢(日)	1, 3, 7, 28, 91				

± 0	ルム版の立ち店フェロ	7)
衣一2	化合物の半均原十番号	.,

化合物	平均原子番号
C_2S	12.29
C_3S	12.67
C_3A	12.18
C_4AF	13.22
エトリンガイト	5.26
モノサルフェート	6.08
CSH	$7.1 \sim 8.2$
細孔空隙	0





図-2 水酸化カルシウム-未水和セメント間 の2値化画像(白色:未水和セメント)

2.4 画像解析方法

取得した画像は、画像解析ソフトを用いて、ノイズ除 去のために平滑化フィルター処理を1回行い、輝度(グ レーレベル)で表示されるヒストグラムを読み取った。 このヒストグラムは、試料に電子ビームが照射されて発 生する反射電子がそれぞれの原子番号効果を持っており、 重元素ほど明るく表示される(**表**-2)。セメントペース トを構成する物質は化合物のため、それぞれの平均原子 番号に対応した明るさで表示される。硬化セメントペー スト中においてヒストグラムは、大きく4つの山に分か れ,細孔空隙が黒色, C-S-Hが暗灰色,水酸化カルシウ ムが明灰色,未水和セメントが白色で観測される(図-1)。 また,それぞれを区切る閾値はそれぞれの谷部分とし, この谷が明確でない場合は画像を2値化し,観察者の目 視により判断した(図-2)。このヒストグラムから C-S-H のピーク値を示す輝度(以下,最大輝度)および画像全 体の輝度の平均値(以下,平均輝度),未水和セメントの 画像に占める面積率を読み取った。また,打設時の未水 和セメントの面積率と画像解析により得られた未水和セ メントの面積率の差から既往文献^{8),9}の計算式を用いて 水和率を求めた。

3. 実験結果および考察

3.1 圧縮強度および画像解析結果

図-3 にセメントペーストの圧縮強度,図-4 に各条件で採取した「中」部分の BEI,表-3 に各条件につき 15 枚ずつ平均値化した各試験結果を示す。なお,平均輝 度1 は画像全体から得られた値,平均輝度2は1から未 水和セメント部分を差し引いた値である。

画像を比較すると、目視の段階においても、材齢が進行するに伴い C-S-H や水酸化カルシウムが多く、未水和 セメントおよび空隙が少なくなっているため、画像全体 が明灰色になっていくことが分かる。特に、W/C=40%お よび 60%は材齢が進むにつれてその変化が顕著であり、 空隙部分の減少する様子が観察できる。

W/C=25%については、材齢1日のときに見られた空隙 面積が材齢91日において小さくなったが、未水和セメン ト部分の面積があまり変化していないために、画像全体 の輝度も変化していない印象を受けた。材齢91日の未水 和セメントを比較すると、W/C=25%が他の2つに比べ、 大きなもの、また数も多く残り、水和反応がほぼ進んで いないことが分かる。これは水和率の計算結果からも読 み取ることができた。







図-4 各条件の反射電子像

|--|

W/C (%)	材齢	材齢 圧縮鍍度 (日) (Nmm ²)	水和率 (%)		C-S-H 最大輝度		平均輝度1		平均輝度2	
			×250	$\times 500$	×250	$\times 500$	×250	$\times 500$	×250	$\times 500$
25	1	50.0	50.4	45.1	139.3	136.5	148.6	147.3	134.6	130.1
	3	74.6	49.1	46.5	124.8	123.1	138.0	137.7	125.7	123.8
	7	87.8	53.4	53.5	127.8	127.3	138.6	138.5	127.7	126.8
	28	98.9	56.3	57.1	136.4	133.2	146.0	143.0	136.5	133.3
	91	123.5	53.2	50.4	129.6	129.1	138.8	138.3	130.6	129.1
40	1	18.4	67.5	64.3	91.1	92.1	115.3	116.2	102.2	101.3
	3	33.1	71.9	68.6	106.5	110.7	119.1	118.3	109.6	106.8
	7	55.7	77.4	75.0	109.7	110.7	118.9	118.9	110.9	109.4
	28	71.2	83.3	80.2	118.2	118.4	122.4	122.6	117.9	117.0
	91	99.8	87.6	86.3	123.6	123.7	131.1	131.0	127.8	127.4
60	1	4.5	79.4	78.8	56.4	59.3	90.8	90.7	78.5	77.6
	3	10.3	79.7	76.6	79.5	83.0	100.9	102.9	89.4	89.1
	7	16.7	84.5	84.3	91.5	90.2	108.5	108.5	99.9	99.4
	28	27.1	87.9	87.9	112.9	113.2	116.7	114.0	111.2	107.9
	91	40.2	92.0	88.1	126.0	125.5	129.4	129.5	126.5	125.0



(1)C-S-Hの輝度ピーク値

図-5 に各条件における「中」部分のヒストグラム, 図-6 に材齢と C-S-H の輝度ピーク値の関係を示す。ま た,撮影枚数全体のばらつきはエラーバーで示す。観察 倍率 250 倍の画像は 500 倍のものと比較し,250 倍の方 が観察視野が広いため,5 枚という枚数でもばらつきが 少なかった。そのため,250 倍の画像において比較した グラフを載せることとする。なお,ヒストグラムにおい て材齢初期では,左から2つ目の C-S-H 部分のピーク値 を読み取り,空隙が少なくなった画像では画素数最大値 を示す部分を読み取り,輝度ピーク値とした。

セメントペーストの水和が進むと未水和セメント間 にある空隙を水和物である水酸化カルシウムや C-S-H, エトリンガイトが満たしていく。その後,それらの間を さらに小さな C-S-H などが未水和セメントの表面を境に 外部・内部につくられ, 緻密な構造形成を行う。W/C=40% と 60%では十分な水がセメントに供給され,水和物が空 隙を満たしたために,材齢が進むに伴って輝度のピーク 位置が徐々に水酸化カルシウムの方向へシフトしていっ たと考えられる。W/C=25%においては,供試体体積にお けるセメントの割合が高く,材齢初期に水和反応が早急 に進み,水和物中でも比較的大きな結晶である水酸化カ ルシウムが多く形成されたと考えられる。そのため,材 齢初期から C-S-H のピーク値が水酸化カルシウムの方 へ移動し,ピーク位置は大きく変化しないと推定できる。

全ての W/C において, 各条件 15 枚の画像の材齢 1~ 28 日では輝度値にばらつきが見られたものの, 材齢 91 日のピーク値にばらつきは少なかった。この結果から,



局所的であった水和反応が材齢の進行によりペースト全体で観察ができるようになり、飽和したセメントペーストにおける C-S-Hの輝度ピーク値は安定すると考えられる。

(2)平均輝度

図-7にW/C=40%の平均輝度1と平均輝度2の関係を 示す。撮影枚数全体のばらつきはエラーバーで示すこと とする。材齢初期には、未水和セメントの占める割合が 大きく平均輝度1と2の差が見られるが、材齢が進むと 未水和セメントが減少し、差が小さくなっている。画像 全体の平均輝度1は未水和セメントの白色に影響を受け、 平均輝度2よりもばらつきが大きく生じたと推定できる。 したがって、未水和セメント部分を除いた平均輝度2は、 水和物であるC-S-Hや水酸化カルシウムの材齢による変 化を追いやすくなるため、図-8では、各W/Cの圧縮強 度と平均輝度の比較を平均輝度2で行うこととする。

図-8に材齢と平均輝度2の関係を示す。W/C=25%は 材齢に関係なく高い値を常に示している。これは、供試 体中のセメントが占める体積が大きく、材齢初期におい て早急な水和反応が行われたと考えられる。また、材齢 91日ではさらに微細な空隙を満たす水和反応が行われ るため、画像解析できる範囲では捉えることが難しく、 大きな差が現れないと考えると説明できる。W/C=40%、 60%においては、材齢7日と28日に多少ばらつきが見ら れたものの、材齢が進行するに伴い、平均輝度値が高く なっている様子がわかる。

3.2 圧縮強度と平均輝度の関係

図-9 に本研究で行った供試体の平均輝度2 と圧縮強 度の関係を示す。また、図-9 より得られた回帰式を以 下に示す。

 $Fc = 0.1074e^{0.0512x} \quad (R^2 = 0.8556) \tag{1}$

ここに, Fc: 圧縮強度 (N/mm²) X: 平均輝度 (未水和セメント部分を除く)

式(1)によると,BEIから読み取ることができる平均輝 度と圧縮強度の間には高い相関性があることが示されて いる(R²=0.8556)。 しかし,W/C=25%の場合は,相関性 が比較的低かったように見える。これは,BEIで見られ る空隙が平均化してヒストグラムを描き出す際に,未水 和セメントや大きな水和物が多く残存することで,影響 を受けたと考えられる。その結果,空隙のピークがヒス トグラムからも読み取ることができなかったと推測でき る。今回の研究で未水和セメント面積が大きかったこと は,既往研究⁹における水和率と比較した結果からも推 測できる。



今後の課題としては、セメントペースト強度とモルタル、コンクリート強度の関係性の確認が挙げられる。また、W/C=25%をはじめ、圧縮強度 50N/mm²以上の場合に対応する輝度の範囲が狭く、画像解析の精度を高める必要がある。そのため、空隙の分布を2次元で評価する手法と組み合わせる場合などを検討したい。

4. まとめ

本研究では,異なる W/C のセメントペースト供試体 を作製し,材齢初期からの各材齢において圧縮強度の測 定および SEM で得られた BEI の画像解析を行い,両者 の関係性について検討を行った。その結果,以下のこと が明らかとなった。

- (1) 供試体から採取される BEI により, W/C が高くなる に従い目視でも細孔空隙構造の形成過程の変化が 窺える。
- (2) 材齢 91 日になると画像解析で得られるデータのば らつきが少なくなる。
- (3) セメントペースト中の水和物の輝度ピーク(グレーレベルのピーク)及び平均輝度は材齢の進行に伴い高い値へとシフトする。
- (4) セメントペースト硬化体において、未水和セメント 部分を除く平均輝度と圧縮強度の相関性は高く、平 均輝度を画像解析により明らかにすることで強度 を推定することが可能であると予想される。

謝辞

本研究を進めるにあたり,助言をいただいた(株)太平 洋コンサルタント 山田一夫博士に感謝致します。

参考文献

- セメント協会:わかりやすいセメント科学, pp.78-104, 1993
- 2) 吉野利幸,鎌田英治,田畑雅幸,柳敏幸:空隙構造 依存性に基づくコンクリート強度推定法に関する 研究-第1報 圧縮強度と空隙構造の関係-,日本 建築学会論文報告集,第312号,pp.9-17,1982.2
- 橋田浩:細孔空隙構造からのコンクリートの各種特 性の形成機構に関する検討,清水建設研究報告,第 63号,1996.4
- 4) 胡桃澤清文,名和豊春:反射電子像と水銀圧入法に よるセメント硬化体の空隙構造測定,日本建築学会 大会学術講演梗概集,pp.1273-1274,2010.9
- 五十嵐心一,米山義広,渡辺暁央:水和反応の進行 にともなうセメントペースト構成相の空間分布構 造の変化,土木学会論文集, Vol.63 No.3, pp.444-458, 2007.8
- 6) 五十嵐心一,米山義広,渡辺暁央:セメント硬化体

内部組織の幾何学的特徴の定量評価,セメント・コンクリート, No.731, pp.42-47, 2008.1

- 7) 五十嵐心一:電子顕微鏡画像を用いたセメント硬化 体組織の定量評価と水セメント比推定へのアプロ ーチ,セメント・コンクリート, No.750, pp.57-64, 2009.8
- 8) 五十嵐心一,渡辺暁央,川村満紀:反射電子像の画 像解析によるセメントの水和度の推定と強度に関 する一考察,コンクリート工学論文集,第14巻第 2号,pp.23-29,2003.5
- 9) 五十嵐心一,池崎由典,渡辺暁央:残存未水和セメント粒子の粒度分布の評価に基づく水和度と水セメント比の推定,コンクリート工学論文集,第16巻第1号,pp.87-95,2005.1
- Dang Giang Hoang, 五十嵐心一:グレーレベルのシ フト量に着目したセメントペーストの水セメント 比の推定,第64回セメント技術大会講演要旨 2010, pp.232-233, 2010
- 五十嵐心一:セメントコンクリートへの画像解析の応用,セメント・コンクリート, No.765, pp.12-17, 2010.11
- 12) 胡桃澤清文,名和豊春:反射電子像及びエネルギー 分散型X線分析により測定した元素分布像による硬 化セメントペーストの観察,日本建築学会構造系論 文集,第595号,pp.9-15,2005.9
- 13) T.C.POWERS : Structure and Physical Properties of Hardened Portland Cement Paste, JOURNAL OF THE AMERICAN CERAMIC SOCIETY, vol.41, pp.1-6, Mar.1958
- 14) 杉山知巳:セメント・コンクリート分野における反 射電子像の利用,コンクリート工学, pp.70-74, 2007.7
- 15) 胡桃澤清文,名和豊春:セメント硬化体の3次元イメージモデル構築と動弾性係数,日本建築学会構造系論文集,第74巻第642号,pp.1405-1411,2009.8
- 16) 胡桃澤清文,トゥーンカチョーンキット ピパット, 名和豊春:反射電子像及びエネルギー分散型 X 線分 析により測定した元素分布像によるフライアッシュ混入セメントペーストの観察例,日本建築学会構 造系論文集,第603号, pp.1-7, 2006.5
- 17) 池崎由典,五十嵐心一,川村満紀:画像分析による 硬化コンクリートの配合推定,コンクリート工学年 次論文集, Vol.26 No.1, pp.2019-2024, 2004
- 五十嵐心一,小池祐輝, Dang Giang Hoang:点過程 統計量による粗大毛細間空隙空間構造の定量評価, コンクリート工学年次論文集, Vol.31 No.1, pp.721-726, 2009