

Quantitative Evaluation of Microstructure in Cement Pastes by Second-Order Stereology

メタデータ	言語: jpn 出版者: 公開日: 2020-01-27 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: Igarashi, Shinichi メールアドレス: 所属:
URL	https://doi.org/10.24517/00056630

This work is licensed under a Creative Commons Attribution-NonCommercial-ShareAlike 3.0 International License.



コンクリートの微視的構造の評価への 高次ステレオロジーパラメーターの導入

(課題番号 18560449)

平成18年度～平成19年度科学研究費補助金（基盤研究（C）(2)）
研究成果報告書

平成20年3月

金沢大学附属図書館



1300-04360-1

五十嵐 心 一

学自然科学研究科 教授)

目 次

1. 研究課題名	1
2. 課題番号	1
3. 研究組織	1
4. 研究経費	1
5. 研究発表	1
5.1 学会誌等	1
5.2 総説・解説等	2
5.3 口頭発表	2
6. 研究成果	2
6.1 研究目的	2
6.2 研究成果の概要	3
7. 付録	
(1) 五十嵐心一, 米山義広, 渡辺暁央:毛細管空隙構造の空間分布特性 の定量評価, コンクリート工学年次論文集, Vol.28, No.1, pp.593- 598, 2006.	7
(2) 米山義広, 五十嵐心一, 渡辺暁央 :未水和セメント粒子の表面積の評 価と水和度との関係, コンクリート工学年次論文集, Vol.28, No.1, pp.605-610, 2006.	13
(3) 渡辺暁央, 五十嵐心一, 米山義広: 低温養生したセメントペーストの内 部組織形成過程と圧縮強度特性, コンクリート工学年次論文集, Vol.28, No.1, pp.611-616, 2006.	19
(4) 五十嵐心一, 米山義広, 渡辺暁央: 2点関数によるセメント硬化体内部 組織の定量評価, セメントコンクリート論文集, Vol.60, pp.118-125, 2006.	25

(5) 五十嵐心一, 米山義広 :セメントペーストの反射電子像とシミュレーション組織の比較, コンクリート工学年次論文集, Vol.29, No.1, pp.687-692, 2007.	33
(6) 米山義広, 五十嵐心一 :粗大毛細管空隙の空間分布特性とセメントペーストの透水性の関係, コンクリート工学年次論文集, Vol.29, No.1, pp.699-704, 2007.	39
(7) 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, 部門E, Vol.63, No.3, pp.444-458, 2007.	45
(8) 五十嵐心一, 米山義広: 若材齢におけるセメントペーストの組織の特徴とその定量評価, セメント・コンクリート論文集, Vol.61, pp. 115-122, 2008.	60
(9) 米山義広, 五十嵐心一: シミュレーションにより再現された組織と電子顕微鏡観察像の空間構造の比較, コンクリート工学論文集, Vol.19, No.2, 2008. (印刷中)	68
(10) 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, 731, 42-47, 2008.	79

平成 18 年度～平成 19 年度 科学研究費補助金

基盤研究(C) (2) 研究成果

1. 研究課題名

コンクリートの微視的構造の評価への高次ステレオロジーパラメーターの導入

2. 課題番号

18560449

3. 研究組織

研究代表者 五十嵐心一 (金沢大学自然科学研究科 教授)

4. 研究経費

平成 18 年度	2600 千円
平成 19 年度	1300 千円
計	3900 千円

5. 研究発表

5.1 学会誌等

- (1) 五十嵐心一, 米山義広, 渡辺暁央: 毛細管空隙構造の空間分布特性の定量評価, コンクリート工学年次論文集, Vol.28, No.1, pp.593-598, 2006.
- (2) 米山義広, 五十嵐心一, 渡辺暁央: 未水和セメント粒子の表面積の評価と水和度との関係, コンクリート工学年次論文集, Vol.28, No.1, pp.605-610, 2006.
- (3) 渡辺暁央, 五十嵐心一, 米山義広: 低温養生したセメントペーストの内部組織形成過程と圧縮強度特性, コンクリート工学年次論文集, Vol.28, No.1, pp.611-616, 2006.
- (4) 五十嵐心一, 米山義広, 渡辺暁央: 2点関数によるセメント硬化体内部組織の定量評価, セメント・コンクリート論文集, Vol.60, pp.118-125, 2006.
- (5) 五十嵐心一, 米山義広: セメントペーストの反射電子像とシミュレーション組織の比較, コンクリート工学年次論文集, Vol.29, No.1, pp.687-692, 2007.
- (6) 米山義広, 五十嵐心一: 粗大毛細管空隙の空間分布特性とセメントペーストの透水性の関係, コンクリート工学年次論文集, Vol.29, No.1, pp.699-704, 2007.

- (7) 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, 部門 E, Vol.63, No.3, pp.444-458, 2007.
- (8) 五十嵐心一, 米山義広: 若材齢におけるセメントペーストの組織の特徴とその定量評価, セメント・コンクリート論文集, Vol.61, pp.115-122, 2008.
- (9) 米山義広, 五十嵐心一: シミュレーションにより再現された組織と電子顕微鏡観察像の空間構造の比較, コンクリート工学論文集, Vol.19, No.2, 2008 (印刷中).

5.2 総説・解説等

- (1) 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.

5.3 口頭発表

- (1) 米山義広, 五十嵐心一: セメントペーストの固体相の連続性の評価, 土木学会第 61 回年次学術講演会講演概要集, 第 5 部門, pp.435-436, 2006.
- (2) 石垣俊, 五十嵐心一: 増粘剤によるブリーディング抑制が組織形成に及ぼす影響, 平成 18 年度土木学会中部支部研究発表会講演概要集, 第 5 部門, pp.447-448, 2007.
- (3) 大字 隆, 五十嵐心一: 高性能減水剤が凝結過程のセメントペーストの組織形成に及ぼす影響, 平成 18 年度土木学会中部支部研究発表会, 講演概要集, 第 5 部門, pp.449-450, 2007.
- (4) 米山義広, 五十嵐心一: 粗大毛細管空隙の空間分布特性とセメントペーストの透水性の関係, 平成 18 年度土木学会中部支部研究発表会講演概要集, 第 5 部門, pp.451-452, 2007.
- (5) 米山義広, 五十嵐心一: セメントペースト構成相に関する 2 点相関関数の視覚的理解, 土木学会第 62 回年次学術講演会講演概要集, 第 5 部門, pp.1101-1102, 2007.
- (6) 内藤大輔, 五十嵐心一: 養生温度の相違によるセメント硬化体の粗大毛細管空隙構造の変化の定量評価, 平成 19 年度土木学会中部支部研究発表会講演概要集, 第 5 部門, pp.425-426, 2008.
- (7) 米山義広, 五十嵐心一: セメントペーストの固体構造の形成と圧縮強度発現, 平成 19 年度土木学会中部支部研究発表会講演概要集, 第 5 部門, pp.437-438, 2008.
- (8) 江口朋代, 五十嵐心一: 焼成した浄水場発生土の空隙構造の評価, 平成 19 年度土木学会中部支部研究発表会講演概要集, 第 5 部門, pp.441-442, 2008.
- (9) Dang Giang Hoang, 五十嵐心一: Segmentation of aggregate by edge detection in mortar, 平成 19 年度土木学会中部支部研究発表会講演概要集, 第 5 部門, pp.445-446, 2008.

6. 研究成果

6.1 研究目的

材料科学の分野における主たる研究手法の 1 つは、顕微鏡観察などを用いて材料の内部組織や微視的構造を明らかにして、これと材料の物性の関連を検討するものである。コンクリート材料においても、この点は同様であり、観察レベルに応じて、光学顕微鏡や電子顕微鏡が用いられ、近年ではさらにナノレベルの観察なども行われている。

本研究の研究代表者は継続してセメント系材料の顕微鏡観察に取り組んできており、ここ数年は、反射電子像の画像解析手法を駆使して、空隙構造やセメント粒子の定量評価を行ってきた。この際、定量評価のために用いる基本原則は、セメント系材料は等方性でランダムな組織を有し、観察レベルにおいて、空間的に均質 (spatial homogeneous) な材料であることを前提として、2次元断面で求められる着目相の面積割合は3次元における体積率に等しいという古典的なステレオロジーの基本則 ($A_A=V_V$) である。これを用いることにより、セメントの水和度や毛細管空隙量が定量的に評価され、さらには、水和反応モデルと組み合わせることにより、セメントゲル量や顕微鏡観察レベル以下の毛細管空隙量を推定することも可能であることを明らかにしてきた。

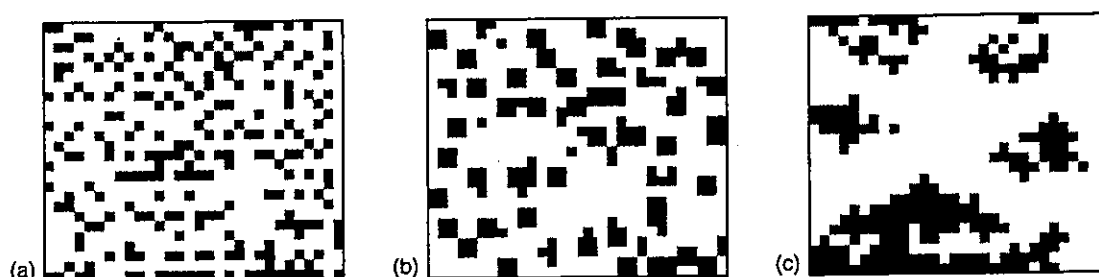


図-1 面積率が等しいが幾何学的特徴の異なる細孔組織の例

しかし、コンクリートの内部組織の解明のための、その他の手法を用いた既往の研究でも繰り返し指摘されてきたように、コンクリートの物性はその特徴量の総量だけでなく、その空間構造の特徴にも重大な影響を受ける。例えば細孔構造を例にとると、図-1 に示すように、細孔量全体の面積率が等しくても、その量と位置に代表される幾何学的配置が異なるならば、細孔がコンクリートの物性に及ぼす影響は大きく異なることになる。言い換えれば、1次のパラメーターである幾何学的特徴量の平均値は空間配置に関する情報を持たないため、空間配置が問題となるような物性の解明に適用したとしても、おのずと理解に限界を生ずることになる。しかし、ここで、いわゆる2次のパラメーターと称される空間統計量を使うならば、距離と量の2つの情報を持った空間配置や分布を定量的に評価することが可能となり、コンクリートの画像情報に基づく組織の解釈に、新たな展開をもたらすことも期待できると考えられる。

本研究は、そのような2次のステレオロジーパラメーターを積極的に導入して、コンクリートの微視的構造の特徴をより詳細に把握し、その定量値とコンクリートの物性の関係を明らかにすることを目的としている。

6.2 研究成果の概要

本研究により得られた主な結果は以下の通りであり、その詳細については、本報告書付録の論文に詳述されている。

(1) セメント硬化体の2点相関関数の変化に関する研究

セメントペーストの反射電子像にて識別できる未水和セメント、粗大毛細管空隙および反応生成物

の3つの構成相の空間分布の材齢の進行にともなう変化を、2点相関関数および比表面積の変化から定量的に評価した。また、その変化を水和反応の進行との関係において論じ、2点相関関数の定量評価パラメーターとしての有効性を明らかにした。本研究にて得られた主な結果は以下のとおりである。

- 1) 2点相関関数分布の特徴は水セメント比および材齢の進行にともない変化し、水和反応の進行とも矛盾しない。また、その変化により、3次元空間的な距離に基づいて組織変化を直感的に理解できる。
- 2) 水和反応の進行にともない小さなセメント粒子が順次消失し、大きな粒子が残存するため、セメント粒子分布を代表する距離は大きくなる。
- 3) 材齢初期には、粒径が小さく反応の早い粒子が消失することにより、残存未水和セメント粒子の比表面積は急激に低下する。
- 4) 水セメント比の相違による粗大毛細管空隙分布構造の相違は初期材齢にて明白であるが、長期材齢ではその差はかなり小さい。
- 5) 粗大毛細管空隙相の直線的な連続性は材齢の進行にともない低下し、その変化は高水セメント比ほど顕著である。
- 6) 2点関数により評価される空隙が直線的に連続する距離は、2次元断面の換算円相等径より求められる粗大毛細管空隙の細孔径分布の特性径と対応する。
- 7) 材齢初期においては、水セメント比によって固体相の体積率に大きな差があるが、その直線的な連続性の差は大きくはない。この固体相の連続性は材齢にともない増大し、材齢90日では、水セメント0.25と0.60では、最大の直線連続性は数 $10\mu\text{m}$ 程度相違する。
- 8) セメント粒子と粗大毛細管空隙のクロス相関関数における負の相関距離は水セメント比により相違し、 $20\mu\text{m}\sim 50\mu\text{m}$ 程度の値を示すが、これらはPowersモデルから推定される反応生成物厚さと対応する。
- 9) 2点相関関数により示される不均質組織を代表する領域の大きさと観察に必要な倍率は、従来、経験的に定められてきた値や、代表体積要素の寸法とほぼ対応する。低水セメント比では $100\mu\text{m}\times 100\mu\text{m}$ 程度、高水セメント比の場合でも $200\mu\text{m}\times 200\mu\text{m}$ 程度の領域を観察すれば、不均質な微視的構造の幾何学的特徴を把握できる。

(2) 若材齢のセメントペーストの組織と増粘剤、高性能AE減水剤の効果に関する研究

- 1) ブリーディングを生じた水セメント比0.60の供試体では、供試体部位で材齢初期の組織は異なり、下部ほど実質的な水セメント比は低い。
- 2) ブリーディングを生じた供試体の高さの中央部は、増粘剤を添加してブリーディングを抑制した供試体と同様の組織を有し、水セメント比0.60の組織を代表しうる。
- 3) ブリーディングを抑制するために練り返しを行った供試体の組織の特徴は、通常の練混ぜによるものとは異なる。特に、初期材齢にてその差は顕著であり、高水セメント比の組織を必ずしも再現しない。
- 4) 高性能AE減水剤の添加により、セメントペーストの凝結時間は増大する。しかし、凝結時間に対応して、終結時の水和度は無添加の場合より高くなり、水和反応が著しく遅延するわけではない。

- 5) 高性能 AE 減水剤を添加することによる凝結時のセメント粒子分布状態の変化は、2 点相関関数の分布の変化として現れるが、構造距離の差は小さい。
- 6) 高性能 AE 減水剤添加により終結時の水和度が相違しても、固体相の直線的な連続性は一致する。すなわち、セメントペーストの終結は、2 点相関関数におけるある一定の連続性の発現に対応する。

(3) 実組織とシミュレーション組織の比較に関する研究

CEMHYD3D -UT version を用いたシミュレーションに再現されたセメントペーストの幾何学的特徴と、反射電子像の画像解析において観察される実際の組織の特徴の相違を、2 点相関関数を用いて定量的に評価した。本研究にて得られた主な結果をまとめると、以下の通りである。

- 1) いずれの水セメント比においても、若材齢における水和度はシミュレーションの方が低く計算されるが、材齢 7 日以降の水和度の変化の傾向は概ね一致する。
- 2) 低水セメント比の場合、シミュレーションにより再現された未水和セメント粒子の幾何学的特徴は実際の組織と類似している。毛細管空隙に関しても、反射電子像の分解能以下の微細な空隙はほとんど存在していないため、シミュレーションによって再現された空隙の空間構造は実組織と類似しているが、空隙が直線的に連続しうる距離の確率分布は異なり、空隙の最大寸法も異なると考えられる。
- 3) 高水セメント比の場合、シミュレーションにより再現された未水和セメント粒子の幾何学的特徴は実際の組織と異なる。毛細管空隙に関しても、反射電子像にて検出される全空隙中の一部の粗大な空隙とシミュレーションにより再現された全空隙構造を比較しているため、両者の幾何学的特徴は全く異なり、シミュレーションでは空隙構造は上手く再現できていない。
- 4) 画素依存性を持つシミュレーションの結果と電子顕微鏡観察では、比較対象の相の量と範囲が大きく異なる。よって、両者の一致性を論ずる場合は、このことに十分な注意が必要である。

(4) 2 次ステレオロジーパラメーターとセメントペーストの透水性の関係に関する研究

- 1) 画像解析により求めた粗大毛細管空隙量、およびその直線的な連続性の反映した 2 点直線経路相関関数が 0 に収束する距離とセメントペーストの透水係数の間には、良好な相関性が認められた。
- 2) 粗大毛細管空隙の比表面積とセメントペーストの透水係数との間には相関性は認められず、必ずしも粗大な毛細管空隙の比表面積が物質移動の評価パラメーターとなり得るわけではないことが示された。
- 3) セメントペースト中の粗大な空隙だけに着目しても、一般的な多孔質材料に適用される物質透過性の関係式は成立するようである。したがって、毛細管空隙の一部を定量評価することでセメントペーストの透水性が推定できる可能性が示唆された。また微細な空隙が物質移動に及ぼす影響は相対的に小さいものと考えられる。