品質評価を目的とした コンクリート微細構造観察の試み

株式会社大林組 東京本社 技術本部 技術研究所 生産技術研究部 人見尚



コンクリートとは?

- ・骨材 : 砂と石(細骨材と粗骨材)
- ・接着剤 : セメント 石灰石を焼成

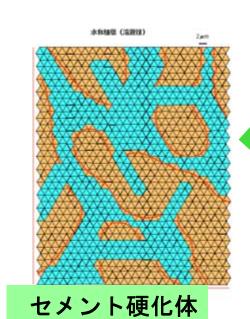
これらを練混ぜて自然硬化させる

コンクリート

- コンクリートは様々な材料を混ぜ合わせることが できる → 工業材料としては異質
- 誰が作っても(一応は)できる → 自由度の多さ



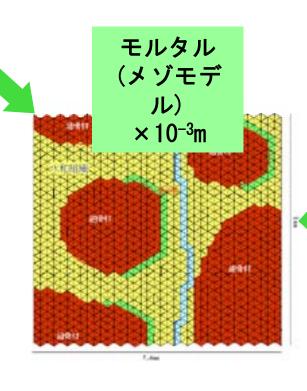
コンクリートは階層構造をもつ



(ミクロモデル)

 $\times 10^{-6}$ m

マルチスケールアナリシスが必要



力学性能と 拡散性能との 関係は?

コンクリート (マクロモデル)

・劣化した領域

コンクリート内 細孔構造・ひび割れ を捉える

この部分の 何がどのように 変化したか?



コンクリートはどのような材料か?

セメント+水+砂(細骨材)+岩石(粗骨材)

セメント+水=セメント硬化体 砂+岩石で7割程度の容積!

セメント中のカルシウム-シリカ系化合物と反応して

CH (Ca (OH)₂) と CSH (3CaO - 2SiO₂ - 3H₂O)

水酸化カルシウム:水溶性

なる化合物を作る

セメント硬化体

- セメント硬化体はポーラス
- 骨材との接着はあまりよくな'、



セメントに使われるもの

コンクリートの性質を支配するのはセメント硬化体

セメント硬化体 → 結合材+水+粘度調整剤

結合材

- 1) 普通ポルトランドセメント
 - ← 石灰石の焼成
- 2) フライアッシュ
 - ← 火力発電所の石炭灰
- 3) シリカフューム
 - ← 電解
- 4) 高炉スラグ微粉末

 \leftarrow

副産物がコンクリートとして再生されている



セメントに使われるもの

コンクリートの性質を支配するのはセメント硬化体

セメント硬化体に副産物を使う理由

- → 大きな恩恵がある
- 1)流動性の改善(FA)
 - → 充填性など施工性が良くなる
- 2)強度の向上(SF)
 - → 高強度コンクリート
- 3) 耐久性の向上
 - → コンクリートは化学反応で劣化
- 4) アルカリ性の低下
 - → 他の資材への悪影響を抑える



セメントペーストの化学構成

```
水酸化カルシウム CH: Ca(OH)_2 強アルカリ:水溶性 カルシウムシリケート化合物 C-S-H: CaO \cdot SiO_2 \cdot H2O 弱アルカリ 難溶性 モノサルフェート AFm: 3CaO \cdot AI_2O_3 \cdot CaSO_4 \cdot 12H_2O エトリンガイド AFt: 3CaO \cdot AI_2O_3 \cdot 3CaSO_4 \cdot 32H_2O 膨張性
```

化学的に安定なセメントペーストは

- 1. ち密であるもの
- C-S-Hを主成分とするもの ケイ素+CHの反応を促進(ポゾラン反応)



コンクリートの品質を評価する

コンクリートの性質を支配するのはセメント硬化体

評価の指標;

- 1)空隙構造
- 2) 応力に対する応答(弾性・破壊挙動)
- 3) ひび割れの形状と長期的な変化(自己治癒)



コンクリートの内部構造を見る

1. 輪切りにして観察する

微小厚さを研磨除去し、平滑面を出し、表面観察を行う. この繰り返し

問題点:像からどうやって空隙を判別するか?

微小研磨や観察面を精度良くそろえられるか?

2. 非破壊で観察する

試験体にCT撮影を施す

問題点:線源に何を使うか

試験体の大きさは?

そもそもそのような装置はどこに

X線CT撮影 - SPring-8

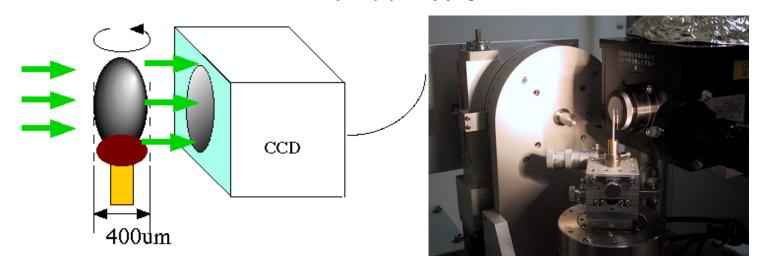


X線CT撮影の実施

SPring-8で実験を行うことの利点

- 1. 最適なエネルギーを選択できる
- 2. 高分解能である

試料の撮影



0°~180°まで, 1500枚の透過像 (レントゲン写真)を撮影し, そこから断面図を再構成する



X線CT撮影での工夫・問題点

1) 試料作成

初期は幅0.5mm以下, 現在は1mm以下 CO2による炭酸化を避けるため, 現地生産(ビームライン横) 人工が必要(単純作業に・・・) → パッケージ化

2) 位置決め

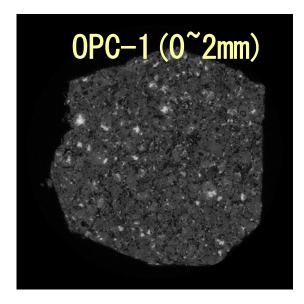
個別に治具に → 個別に中心決定 時間のロス(パッケージ化,支持台などの作製)

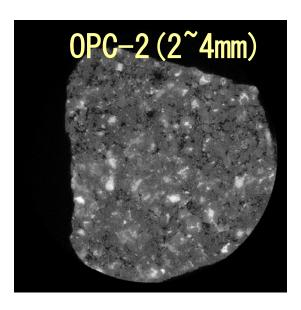
3) 撮影シーケンスの長さ・タイミング

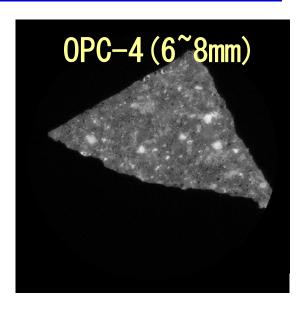
初期の撮像時間(3時間) → 現在(20分:20XU, 3時間:20B2) ビームのドリフト(冷却系に起因)



Cross Sections of X-ray Absorption

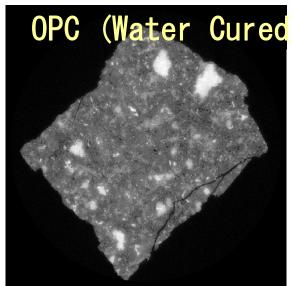






Dark : Low-density

Bright:
Highdensity



Leached Cement Hardenings

- → Darker
- → Supposed to be porous



X線CT撮影の結果をどうするか

1) 断面図作成

専用の処理ソフト利用可能 → 再構成中心を探す 1000〜2000枚程度作成 10時間程度 CUDAを使うと数分 ← プログラミングスキルを要する

2) どのような知見を得るか

非常に有用なデータ → 空隙のみならず水和物の情報 2Dで考えるか、3Dで考えるか

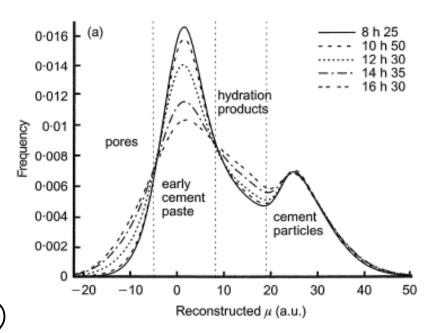


注目領域の抽出

注目領域の水和物を抽出

手順)

- 1. 注目領域の設定
- 2. 空隙の抽出(デジタル化)
- 3. 水和物の抽出(デジタル化)
- 4. 各構成材の合成
- 5. (アニメーションなどの加工)

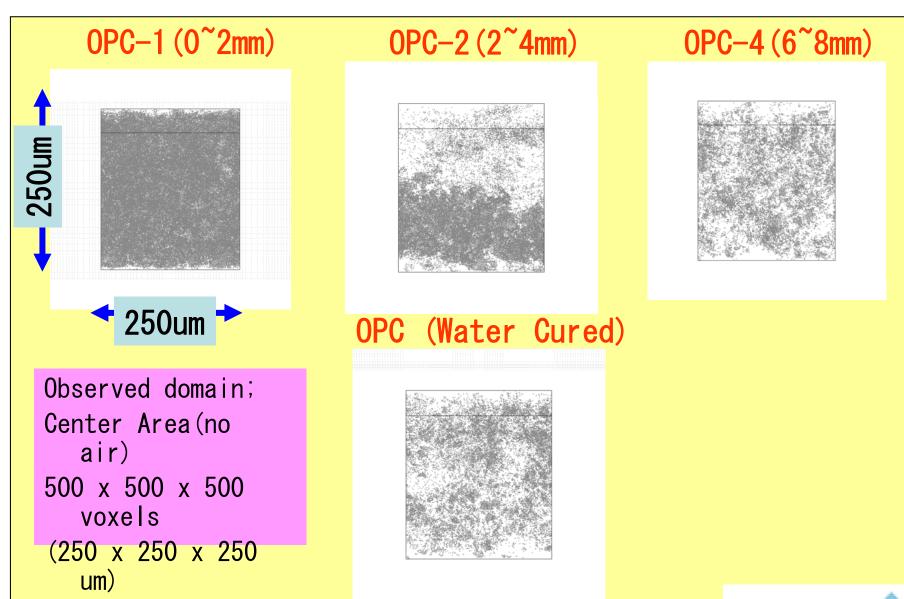


主として、Slice(産総研中野氏ら)、ImageJを使用 デジタル化に際してのしきい値

- 1)輝度の0~ピーク値の半分(産総研中野式:フィルター依存)
- 2) 輝度の立ち上がり部分の変曲点(ローザンヌエ科大式)



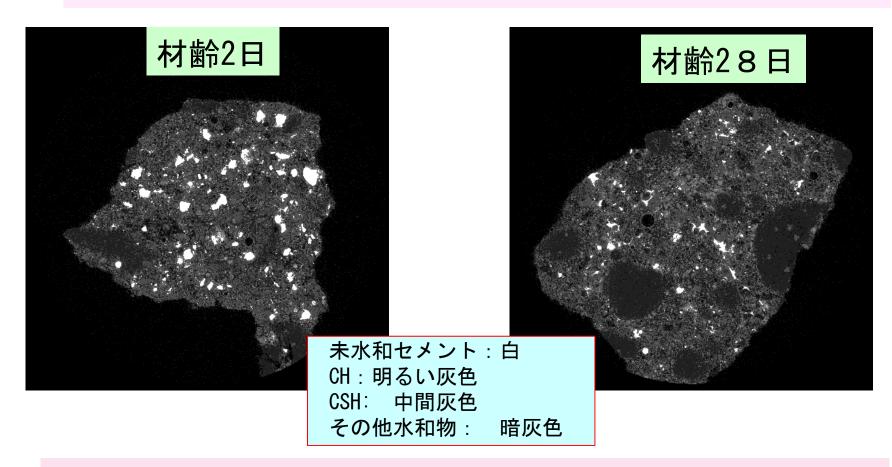
Pore 3D imaging





セメント硬化体の断面

普通ポルトランドセメント硬化体の初期材齢試料の観察

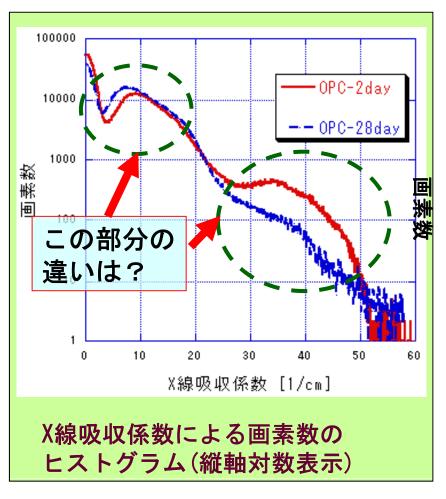


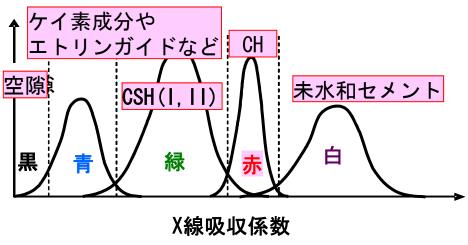
材齢の進行により構成材の割合の変化が見られる



セメント水和物成分の空間分布

セメントの硬化過程で成分が変わる





これらの構成物割合の差が ピークとなって現れるのでは?



X線CT撮影の結果をどうするか

1) 空隙の構造をどう解釈するか

3D空隙は抽出できた → 独立・連結がありそうだ これらをどう分類するか → 形の科学の領域へ 最終的には物質移行経路 → 分解能以下の空隙の解釈 既存測定法の再評価 → 水銀圧入法などは何を測定?

2) 水和物の分布をどう解釈するか

精度に欠ける → 分布にはオーバラップ:工学的割り切り配合(調合)設計へ → 順列組合せ,材齢:X線回折と連結 劣化の進行 → 材齢,同一領域,空隙:劣化促進法 応力に対する応答 → その場試験装置,同一領域



大きな問題:コンクリートのひび割れ

初期のひび割れ

水和固化時の発熱と冷却における 各材料の膨張収縮比の差

中長期的なひび割れ

CO2による炭酸化:

コンクリートのアルカリ度を減らす

→ 腐食による鉄筋の膨張

根本的な性質

コンクリートは高脆材料である

ひび割れの防止は、コンクリートの最重要課題



加力によるセメント硬化体の挙動

ミッション: 1. セメント硬化体の変形挙動の把握

- → 構成材で伸び挙動をするもの?
- 2. セメント硬化体の破壊の初期過程の把握
 - → 破壊はどこから発生するか?

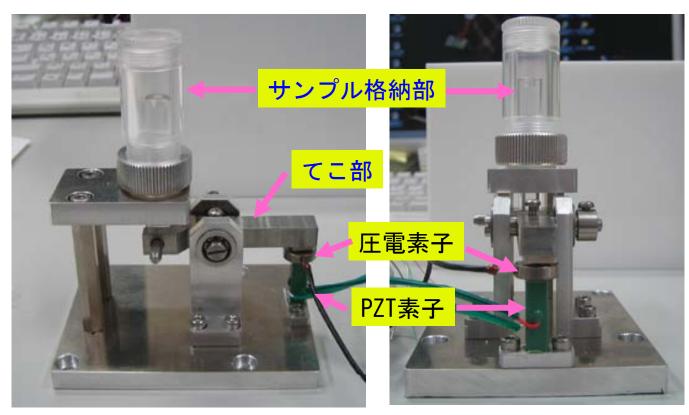


セメント硬化体変形挙動のその場観察



加力試験のX線CTによるその場観察:装置の製作

微小加力試験装置を製作 X線CT装置に収まる 引張り試験を行う ストロークは 10μ mもあれば十分と考えられた





加力試験のX線CTによるその場観察:試験体

- ・試験体はセメント硬化体
- CTの視野に収まるように
 - 1.0mm角の棒材に加工
- 端部はエポキシで接着





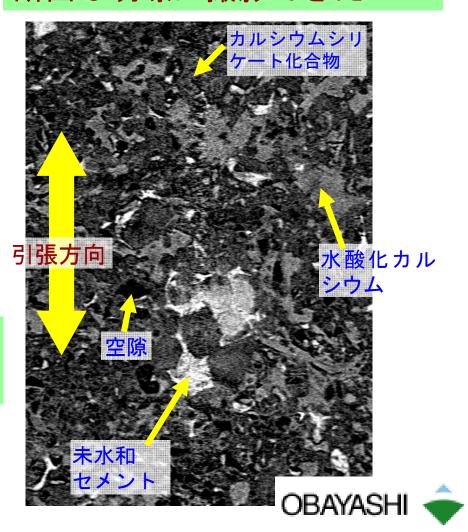


撮影結果の一例

- ・ 結果として… 試料が破断に至ら なかった。
- ・エポキシの弾性変形?
- ・ストローク不足?
- PZTの変形はあったはず だが。。

撮影した断面に対し 水和物の推定を行う

普通ポルトランドセメントの 断面は明瞭に撮影できた



画像の比較による変形状況の分析

- ・ 引張り試験によって、内部組織は変化したか?
- · 引張り試験前後の同一断面を抽出し、重ねあわせ を行うことで、変化を検出
- 幸い、試料の移動はほとんど無かった。

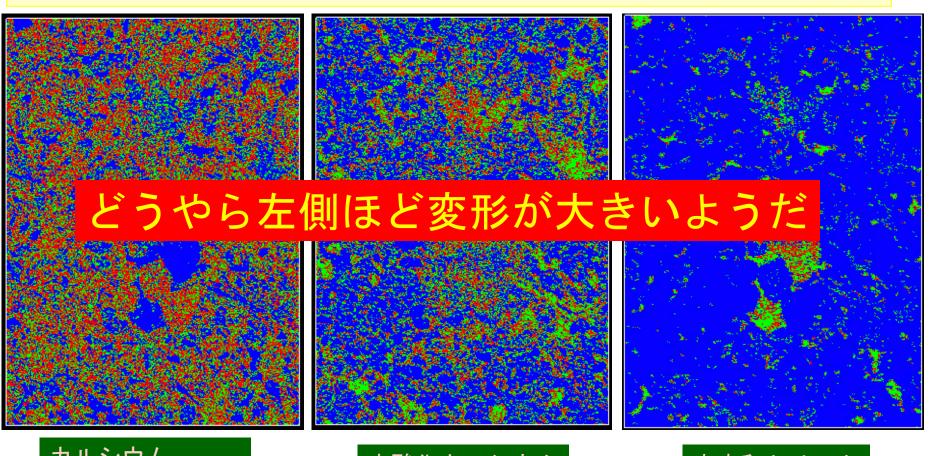
手順

- 1) 同一断面の特定
- 2) 多値化による各物質の抽出
- 3)数値データへの変換
- 4) 比較
- 5)可視化



画像の比較による変形状況の分析結果

• 変化の検出結果(青:別物質、緑:変形無、赤:変形)



カルシウム シリケート化合物

水酸化カルシウム

未水和セメント



浸漬によるモルタルの自己治癒

ひび割れが自動で治ることは無いのだろうか

モルタルを用いた試験(20B2)

ミッション:1. ひび割れ形状の把握

- → 構成材で変わるもの?
- 2. セメント硬化体の破壊の初期過程の把握
 - → 破壊はどこから発生するか?



浸漬試験によるモルタル自己治癒の観察



分析に用いた供試体

円筒状に加工、熱収縮チューブで固定、ひび割れ導入



幅5mm程度の 円筒形に加工



通水用のチューブとともに 熱収縮チューブで固定 割裂によりひび割れを導入



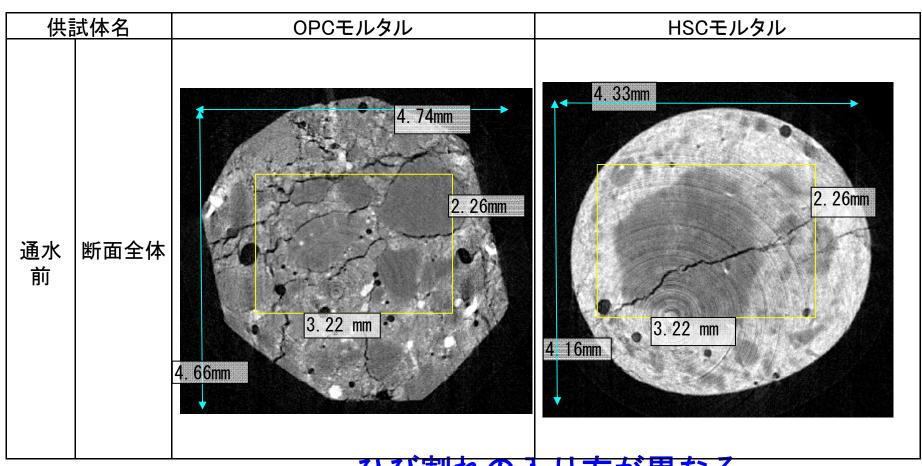
上から静水圧によって 通水を行**う**

通水期間:2日間



断面の観察結果

明るさに着目しそれぞれの材料を抽出:空気、細骨材、セメントペースト



ひび割れの入り方が異なる セメントペーストの強度の ** OBAYASHI



ひび割れの3次元構造

供試体名		OPCモルタル	HSCモルタル
通水前	空隙 (ひび割 れ)		
	空隙と 細骨材		

高さ方向に800枚の 断面を集積し立体像を 構成

OPCでは 細骨材の周囲に ひび割れが分布

HSCでは 平板状にひび割れが 存在する

骨材⇔セメントペースト 強度の差に起因する



前後というからには比較をしたい

撮影後、試料を取り外し、 通水試験を行い、再度観察

通水前後の画像を重ね合わせる

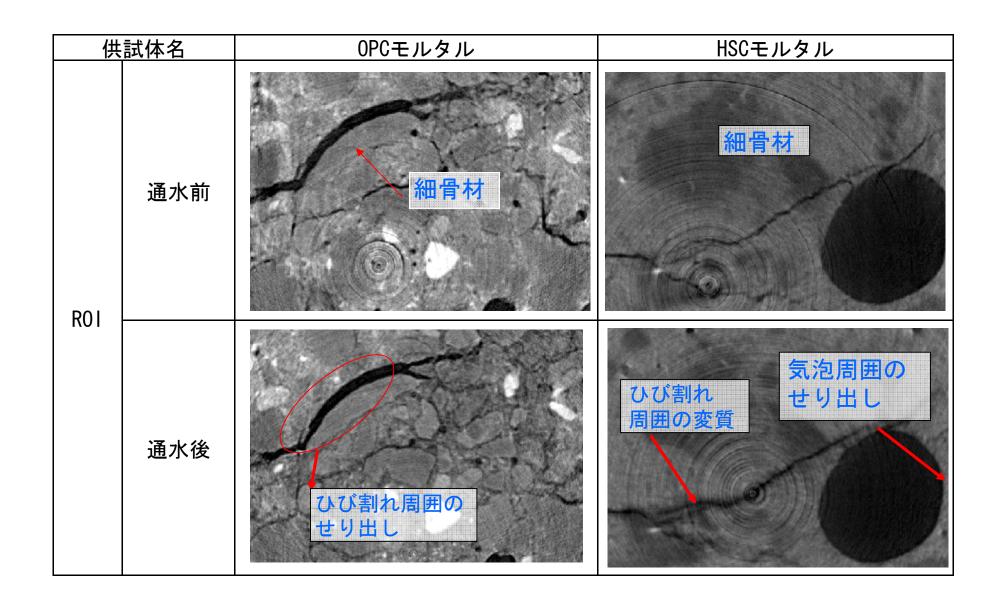
→ 位置合わせを行う必要1)撮影時, 2)画像処理時

試料を同じ位置に固定して撮影:限界が

→ 画像処理により位置合わせを 1枚ずつはできるのだけど・・



通水試験前後の変化



まとめ

SPring-8においてコンクリート要素のX線CT観察.

- 1. 観察を行う
- 2. 応用に拡張する。様々な開発改善要素
- 3. 少しずつできることは増えてきている。
- 4. 色々な知識の総動員(特に画像処理, PCによる)
- 5. その他の分析技術との連成

