

## 非破壊 CT-XRD 連成法によるセメント硬化体の細孔構造観察 A Non-destructive Technique of Combined CT and XRD to Study Microstructure in Cement Based Materials

杉山 隆文<sup>a</sup>, 人見 尚<sup>b</sup>, 梶原 聖太郎<sup>c</sup>, 池田 昇平<sup>a</sup>  
Takafumi Sugiyama<sup>a</sup>, Takashi Hitomi<sup>b</sup>, Kentaro Kajiwara<sup>c</sup>, Shohei Ikeda<sup>a</sup>

<sup>a</sup>北海道大学, <sup>b</sup>(株)大林組, <sup>c</sup>(公財)高輝度光科学研究センター  
<sup>a</sup>Hokkaido Univ., <sup>b</sup>Obayashi Co. Ltd., <sup>c</sup>JASRI

大規模放射光施設の X 線源を用い、非破壊で、供試体内部の状況を X 線 CT で把握した上で、注目する微小領域の白色 X 線回折を行う、非破壊 CT-XRD 連成観察法を開発した。そして、ひび割れをあらかじめ発生させた硬化セメントペーストに対して本観察法を適用した。ひび割れ中への通水作用の前後で、その内部構造の変化を直接観察した。通水作用によって、ひび割れ近傍の微小領域における時空間の組織構造の変化を直接調べることが可能であることを明らかにした。

**キーワード：** セメント硬化体、非破壊 CT-XRD、微細組織構造、鉱物分布、変質

### 背景と研究目的：

社会基盤施設の建設に用いられるコンクリートは、長期間にわたり気象作用や周辺環境からの影響を受け徐々に変質する。コンクリートの微細組織構造は、セメントと水の水和反応で生成された水和物、未反応セメント粒子、空隙、骨材などから構成されており、長期に及ぶ安定性については未解明な点が数多く存在する。これらを一つでも解明するには、最新の測定技術を用いて、この微細組織の挙動を研究する必要がある。そこで、今回、非破壊 CT-XRD 連成法を研究開発して、ひび割れを有するセメント硬化体の通水による変質状況観察への適用性を研究した[1,2,3]。

導水路トンネルやダムなどの水理構造物、浄水施設、地下構造物に施工されたコンクリートは、周辺の地下水や湧水、処理水などの影響を長期間受けると変質する。長期間淡水と接した構造物の実態調査では、表面近くでの水和物の溶脱、空隙率の増加が報告されている[4]。最近では、放射性廃棄物の処分施設建設に関連して、その超長期にわたる挙動推定に必要なデータを取得するための研究が行われている。このような水和物の溶脱に伴う変質は、侵食物質の含有により影響を受けるものの、比較的長期間を要する劣化現象である。しかし、構造物にひび割れが生じて、そのひび割れが水道として作用した場合、所要の機能を失う速度は高まる。防水性や水密性を必要とするコンクリートでは、ひび割れ幅の規準が設定されている[5]。一方で、ひび割れが水道となった場合、当初の規準を満足していても、やがてひび割れ面からの水和物の溶脱が起こり経時的な機能低下は避けられず、力学性能も減少してコンクリート片の剥離や剥落が生じることが考えられる。

これまでひび割れを生じたコンクリートの透水性に関する研究は多く行われてきた[5]。ひび割れ幅が比較的小さければ、目詰まりや水和により、透水性が減少することも報告されている。しかし、ひび割れが発生した硬化体の通水による変質機構を、ひび割れ面近傍に着目して直接調べた研究は見当たらない。水和物の溶脱による劣化に関しては、構造体表面コンクリートを参照することである程度推定は可能であるが、水和組織が直接露出するひび割れ表面では変質の度合いが異なると考えられる

### 実験：

実験は、まずセメントペーストに対して割裂で貫通のひび割れを導入した。供試体は、普通ポルトランドセメントを使用して、水セメント比は 0.3 である。ひび割れ導入時に破壊しないようにあらかじめ熱収縮チューブを用いて供試体を拘束した。供試体の直径が 4mm で高さが 10mm である。次に CT を用いてひび割れを含む供試体内部の断面画像を取得して、ひび割れの発生状況を確認した。CT は、エネルギーを 20keV、投影数を 1800 枚、露光時間を 120ms.とした。画素寸

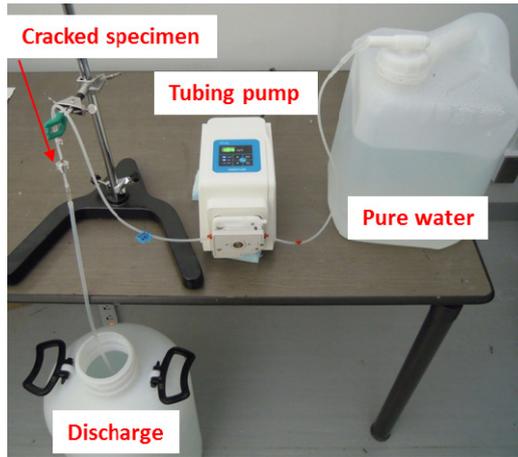


図 1. ひび割れ供試体への通水実験

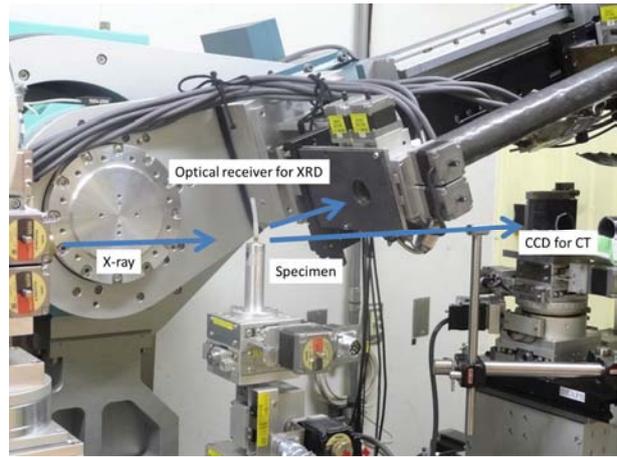


図 2. 測定装置の配置

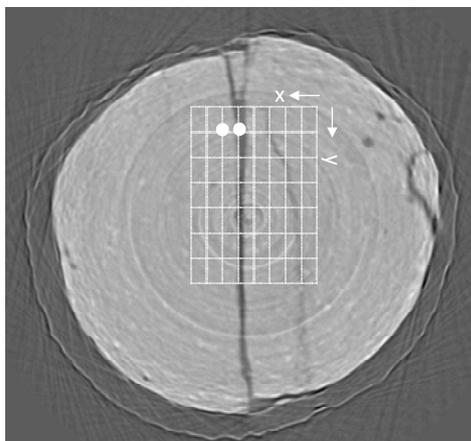


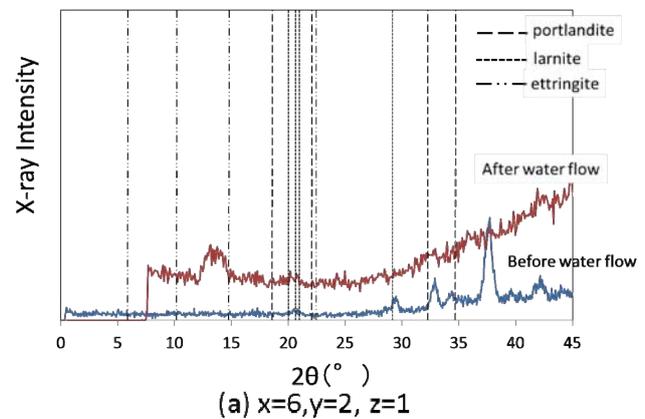
図 3 . CT 画像断面および回折対象領域(z=1)

法は、0.0052mm で画素数は 886×886pixels、全体視野は約 5mm である。

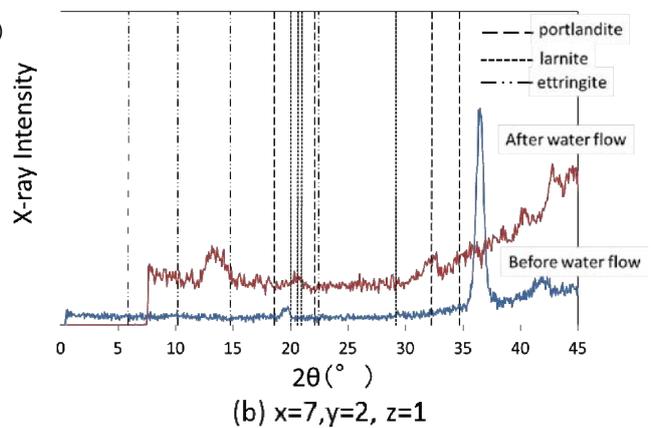
供試体の高さ方向で複数の CT 断面画像を選択して、各断面において回折の測定対象とする微小領域を特定した。一つの断面に対してひび割れ面を含む 72 ケースの微小領域を特定した。そして各領域に対し白色 X 線回折を行なった。回折では、ビームの大きさを 0.15mm×0.1mm とし、回折角度( $\theta$ )を 10°とした。照射時間は、予備実験の結果 5 分間とした。なお、非破壊 CT-XRD 連成測定は、次節で説明する通水の前後でそれぞれ実施した。

図 1 に、先行研究[6]を参照した通水試験の概要を示す。供試体に圧着したチューブの上下端部に外部チューブを接続して、その一端をチュービングポンプのポンプヘッドを介して、純水タンクに取り付けた。通水時の液速度は、300 cc/h.とした。ポンプを通じて供試体ひび割れ部に通水された排水は、外部チューブを通じて空タンクに排水された。排水は、定期的にイオンクロマトグラフィーを用いて成分分析を実施した。カルシウムイオンの濃度が顕著に増加していた。通水は、2 週間連続して実施した。

通水前後の供試体をハッチ内のステージ上に特別に設計されたアルミ製治具を用いて固定した。X 線照射、供試体の設置、CCD カメラ、受光器の配置状況を図 2 に示す。



(a) x=6,y=2, z=1



(b) x=7,y=2, z=1

図 4. X 線回折スペクトル

## 結果および考察：

CTによる観察位置の決定に関して述べる。図3は、供試体上面より0.52mmの高さの通水前のCT断面画像( $z=1$ )およびXRD測定対象領域(格子図)である。主ひび割れが図の天地方向に生じており、そこから派生したほぼ平行なひび割れおよび端部の独立したひび割れが観察できる。

次に白色X線による回折結果について説明する。図4は、図3の2つの格子点(白丸)で測定した回折スペクトルである(ひび割れ部の(a)およびその近傍の(b))。測定した回折スペクトルを $1\text{\AA}$ の回折スペクトルに変換したものである。(a)および(b)双方で、通水前後の回折スペクトルは明らかに異なり、通水による化学成分の変化が明確である。

図4には、ICSDの結晶データベースを参考に、portlandite、larnite、ettringiteの回折角も重ねて示した。ひび割れ部では近傍と比べて、通水前に比較的多数のピークが認められ、ひび割れ発生への鉱物の関与が推察される。ひび割れ部では、 $32.5^\circ$ 付近で通水前に認められた portlandite のピークが通水後では認められない。通水後に溶脱したと推察される。一方、その近傍では通水後にピークが認められる。また、 $29.2^\circ$ 付近では larnite のピークがみられるが、通水後は明確でない。ettringite は、(a)、(b)双方の通水後で $14.8^\circ$ 付近のピークがみられる。

今後は、本手法の妥当性を精査しながら、それぞれの空間における回折スペクトルを解析して、ひび割れ中の通水による変質機構を明らかにする。

以上のように、非破壊CT-XRD連成観察法を用いて、ひび割れ部およびその近傍の化学成分の変化を明らかにした。

本報告書は、参考文献[3]に基づいて作成した。

## 参考文献：

- [1] 梶原堅太郎、他、第67回セメント技術大会講演要旨、セメント協会、2013.5.
- [2] 人見尚、他、第67回セメント技術大会講演要旨、セメント協会、2013.5.
- [3] 池田昇平、他、第67回セメント技術大会講演要旨、セメント協会、2013.5.
- [4] 土木学会：コンクリートの化学的侵食・溶脱に関する研究の現状、コンクリート技術シリーズ53, (2003).
- [5] 日本コンクリート工学協会：コンクリートのひび割れ調査、補修・補強指針、(2009).
- [6] 人見尚、片岡弘安、コンクリート工学年次論文集、**33**, 1, 1427-1432(2011).