

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 6 月 7 日現在

機関番号：10101

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2014～2015

課題番号：26630200

研究課題名(和文)非破壊CT-XRD連成法の開発とセメント硬化体研究への応用

研究課題名(英文)Development of Non-destructive Integrated CT-XRD Method and its application for the study of deteriorating cementitious materials

研究代表者

杉山 隆文(Sugiyama, Takafumi)

北海道大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：70261865

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 3,000,000円

研究成果の概要(和文): X線CT法は、幾何学的空間分布を可視化する手法であり、XRDは結晶性物質を同定する分析手法である。これらCTとXRDを連成させた「非破壊CT-XRD連成法」を開発して、セメント硬化体への適用性を研究した。装置は、大型放射光施設(Spring 8)のビームライン28B2で開発した。白色X線を用いることで、低エネルギー領域の物質同定も可能であり、短時間測定により有効な手法であることを明らかにした。セメント硬化体内部のひび割れ状況、骨材分布と骨材種、セメント水和物の溶脱を微小領域で調べることができることを明らかにした。

研究成果の概要(英文): X-ray CT method allows to visualize the geometrical spatial distribution in a given material. X-ray Diffraction, XRD is an analytical technique for identifying the crystalline material. A new technique to have these CT and XRD measurements as single unit has been developed in the beam line 28B2 of large-scale synchrotron radiation facility (Spring 8), Japan. It is named "Non-destructive Integrated CT-XRD method". This new technique has been applied to study hardened cementitious material. By using white X-rays, substance identification of low energy region unique to cementitious materials is possible and it is revealed to be an effective method by short time measurement. Distributions of cracking in cementitious material and aggregate can be visualized and the leaching of cement hydration products can be examined in a micrometer area.

研究分野：コンクリート工学

キーワード：建設材料 X線CT X線回折 非破壊検査

1. 研究開始当初の背景

社会基盤施設として多用されているコンクリート構造物の中には、建設後の経年劣化が顕在化しているものが多数存在する。特に、地下構造物や水利施設では、長期間水と接することでセメント水和物が溶脱し、空隙の粗大化や強度低下が生じる。この劣化現象は、他の劣化と比較して長い時間を要して進行する。コンクリート構造物の中でも放射性核廃棄物の処分施設では、数万年の超長期耐久性が要求されており、この溶脱現象の解明が特に求められている。しかし、自然状態で実験を行うと膨大な試験時間を要するため、室内実験では極端に大きな水セメント比で作製されたコンクリートを試験したり、酸性溶液を用いた促進試験が行われる。この理由のもう一つの側面は、溶脱の深さを検出できる測定法の精度によるためであり、従来法では溶脱の進行方向へ劣化供試体をスライスして各種分析試料を取得する方法が採用される。したがって、この場合の測定精度は数 mm 程度であり、十分な劣化範囲を示す実験が必要である。また、従来法は破壊試験であり、同一供試体による経時的な測定が不可能である。このため、非破壊でしかもマイクロメートルオーダーで分析が可能な新しい測定方法の開発が必要である。溶脱現象が詳細に分析できると、コンピュータシミュレーションで劣化予測する際の入力情報の精度向上および計算結果の検証に必要な実験データを取得できることになるかと期待される。

最近、我々は、コンクリート内部構造を透視できる X 線 CT 法の開発を進めている。CT 法によると、非破壊で繰り返し同一供試体の内部構造が可視化できるので、変質過程を時間的に調べることができる。また、大型放射光施設 (SPring 8) での実験では、 $0.5\mu\text{m}$ の解像度でセメントペーストの空隙構造を透視する事に成功している。

2. 研究の目的

セメント系硬化材料の溶脱現象を詳細に調べるために、新しい測定手法である、非破壊 CT - XRD 連成法の開発を目的とする。そして、この非破壊 CT - XRD 連成法を用いて、自然状態で溶脱試験を実施したセメント系硬化体の内部構造および結晶物質の検出を行う。高輝度で高い平行性を有する大型放射光施設 (SPring 8) を利用する非破壊 CT-XRD 連成法は、マイクロメートルオーダーでの CT 画像によって、局部的な変質箇所を観察し、さらに関心領域に対する X 線回折で変質にかかわる結晶物質を同定する。

3. 研究の方法

(1) 非破壊 CT - XRD 連成法

本手法は大型放射光施設 SPring-8 の白色 X 線回折ビームライン 28B2 で行った。本手法の手順として、まず X 線 CT を用いて供試体内部の透過像と断面画像を求め、得られた断面画像より X 線回折測定位置を決め、その微小領域に対して測定を行った。本手法の特徴は広い波長帯を持った白色 X 線を用いているため角度走査が不要であること、また非破壊であるため同一試料での測定が継続的に可能であることである。

供試体に白色 X 線を照射し、通過した X 線を供試体の下流にあるシリコン結晶を用いて最適値になるように単色化し、X 線カメラで透過像を得る。測定の際に供試体を回転

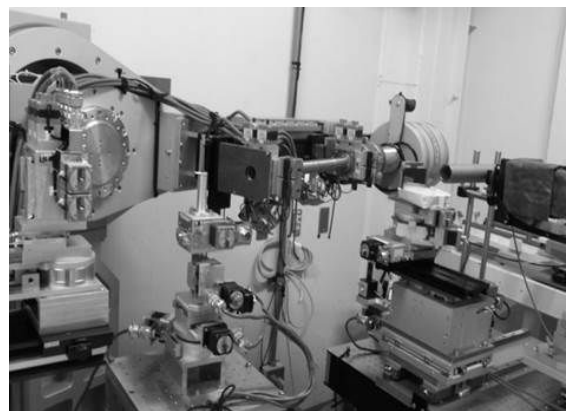


図-1 非破壊 CT - XRD 連成法の周辺装置

させながら X 線を照射しているため、あらゆる方位の X 線透過像が得られる。これら測定された透過像から供試体の断面画像を再構成する。

CT 測定で得られた断面画像から関心領域を決め、その座標に対して X 線回折測定を行う。関心領域のみから X 線回折信号を得るために供試体を乗せたステージの平進移動とスリット操作を実施した。スリット操作によって、供試体の上流に設置したスリット(S1)と下流に設置したスリット(S2)と(S3)が見込む領域から X 線回折信号を取得できる。本研究では回折 X 線のエネルギーと回折 X 線強度が得られる。回折 X 線のエネルギーは波長と面間隔の関係である Bragg の関係式を用いて、回折角度へ変換した。

(2) 変質方法

供試体は普通ポルトランドセメントを使用し、W/C=0.5 の硬化セメントペーストである。養生後、直径 5mm、高さ 5mm の円柱形に加工し、割裂試験でひび割れを導入した。そしてアルミテープで周囲を巻き供試体の上下端面に CO₂ ガス注入と通水用のチューブを接着した。その後、測定用の台座設置用治具に接着剤で固定した。炭酸化試験を実施した供試体、していない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、その一端はチュービングポンプヘッドを介して、純水タンクに取り付けた。液速度は 30ml/h とした。また排出水の pH と Ca²⁺濃度を測定した。供試体ひび割れ部に通水した排出水は外部チューブを通じて空タンクに排出させ、排出水と純水のそれぞれの値が等しくなり次第、一つのタンクで排出水を循環させた。

4. 研究成果

(1) 非破壊 CT - XRD 連成法の測定条件

最適な測定条件として、CT 測定条件はエネルギーを 25keV、投影数を 1500 枚、露光時間は 200~300ms とした。画素寸法は 0.00714mm

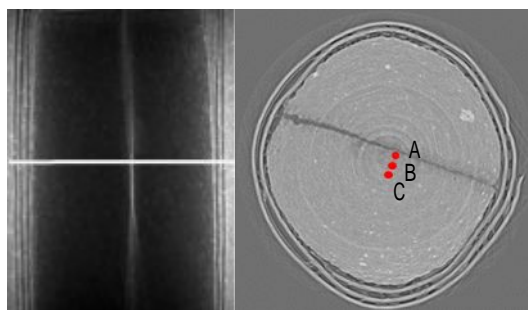


図-2 透過像(左)と CT 断面画像(右)

で、画素数は 767×767、766×768、768×768 であり、全体視野は全て約 5mm である。次いで XRD 測定条件はビームサイズを水平方向 0.15mm×高さ方向 0.05mm とし、回折角度(2θ)を 20°とした。照射時間は 5 分とした。

(2) セメント系硬化体への適用性

図-2 は通水試験のみを実施した供試体の通水試験前後の供試体の高さ方向の透過像、高さが 1.95mm の位置の CT 断面画像である。透過像の白線は CT 断面画像の位置である。透過像よりひび割れが鉛直方向に発生している。通水試験後の透過像からはひび割れ幅が大きくなったことがわかる。通水試験後の断面画像からはひび割れ境界から 0.4mm 程度までが内部の健全な領域と異なっている。これは通水による溶脱によって密度が小さくなり、X 線が吸収されにくくなったためと考えられる。

図-2 の CT 断面画像には XRD 測定対象点(赤丸 A~C)も示した。そして、図-3 に各測定点の回折スペクトルと ICSD データベースである portlandite との比較を示す。portlandite とピークが一致している箇所を P と示す。ひび割れ近傍の溶脱現象を観察するため、初期値はひび割れ面のすぐ内側の A 点を、通水試験後はひび割れ面から徐々に内部への溶脱が進むと予想して A~C 点を測定箇所として選択した。ひび割れ付近の A 点では通水前で一致していた portlandite のピークは通水後ほとんど認められない。ひび割れから

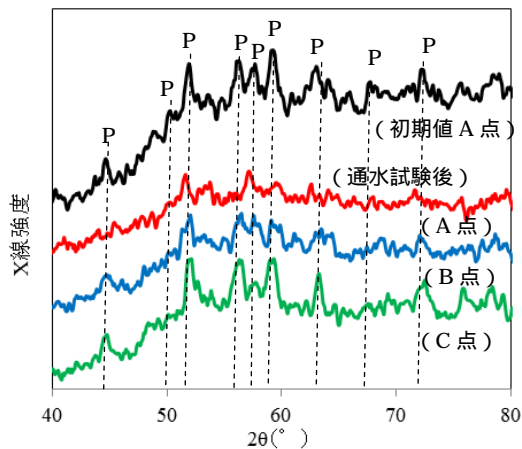


図-3 関心領域の XRD 結果

0.4mm離れたB点ではピークは認められるが、回折強度は低下している。0.8mm離れたC点では通水前のA点と同様である。B点とC点を比較すると、C点では64°付近に目立つピークがあるがB点には見られない。これは4日間の短期間通水でひび割れ近傍0.2mmの範囲ではportlanditeが溶脱し、0.4mmの範囲まで溶脱が進行、それよりひび割れから離れた範囲では溶脱しなかったと考えられる。

このように本研究で開発した非破壊CT-XRD連成法は、セメント系硬化体材料への適用も可能であり、マイクロメートルオーダーでの溶脱現象が調べることができる。また、3次元空間での内部組織の変質を非破壊で分析できる画期的な手法である。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計3件)

- (1) 菊池玲子、高橋駿人、杉山隆文、非破壊CT-XRD連成法を用いた流水によるセメント硬化体ひび割れ近傍の溶脱現象の考察、日本コンクリート工学会年次論文集、Vol.38、2016(査読有)(印刷中)
- (2) T. Sugiyama, T.Hitomi, K.Kajiwara, Non-destructive Integrated CT-XRD Method Developed for Hardened Cementitious Material, Proceedings of 2nd International Conference on Tomography of Materials and Structures (ICTMS2015), pp.560-564, 2015(査読無)
- (3) J. C. Kuri, T. Sugiyama, T. Hitomi, K. Kajiwara, Investigation of Cracked Cement Paste Subjected to

Water Flow by Non-destructive Integrated CT-XRD Method, International Conference on the Regeneration and Conservation of Concrete Structures (RCCS), 2015(査読有)

〔学会発表〕(計5件)

- (1) 高橋駿人、セメントペースト中の鋼材腐食観察における非破壊CT-XRD連成法の適用について、第70回セメント技術大会、2016年5月12日、ホテルメトロポリタン(東京都)
- (2) 高橋駿人、非破壊CT-XRD連成法を用いたモルタルの変質観察、土木学会北海道支部平成27年度年次技術研究発表会、2016年1月31日、北海道大学(札幌)
- (3) J.C. Kuri, Investigation on the Effect of Water Flow on Cement Paste Microstructure Using Non-destructive Integrated CT-XRD Method, 70th Annual Conference of the Japan Society of Civil Engineers, 2015年9月15日、岡山大学(岡山)
- (4) T. Sugiyama, Non-destructive Integrated CT-XRD Method Developed for Hardened Cementitious Material, 2nd International Conference on Tomography of Materials and Structures, 2015年6月30日、Hilton Hotel, Quebec, Canada
- (5) 菊池玲子、非破壊CT-XRD連成法を用いた流水によるひび割れ中の溶脱現象の考察、第69回セメント技術大会、2015年5月14日、ホテルメトロポリタン(東京都)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

杉山 隆文 (SUGIYAMA Takafumi)
北海道大学・大学院工学研究院・教授
研究者番号：70261865

(2) 研究分担者

梶原 堅太郎 (KAJIWARA Kentaro)
公益財団法人高輝度光科学研究センター・産業利用推進室・副主幹研究員
研究者番号：40443551

人見 尚 (HITOMI Takashi)
株式会社大林組技術研究所・生産技術研究部・課長
研究者番号：80421931

Michael Ward Henry (ヘンリー・マイケル・ワード)
北海道大学・大学院工学研究院・助教
研究者番号：80586371 (2014年度まで)