

非破壊 CT-XRD 法連成法補完のための高分解能 X 線 CT 法の開発 Development of High Precision X-ray Computed Tomography for Non-Destructive Integrated CT-XRD Method

人見 尚
Takashi Hitomi

(株)大林組
Obayashi Co. Ltd.

非破壊 CT-XRD 連成法は、高分解能 CT による材料の幾何学情報と、局所的な結晶の情報を結びつけて取り出すことのできる、それぞれの利点を生かす優れた観察法である。しかしながら、装置の配置の制約のためカメラ長を短くすることが困難で、X 線 CT の分解能に難を抱えていた。本課題では、装置全体の配置を見直すことで、エッジ効果を抑制することが可能になり、結果として高分解能での観察が可能になった。例として、普通ポルトランドセメントペースト硬化体の急速溶出試験に伴う変化の事例で検証した。

キーワード： コンクリート変質, X 線 CT, 白色 X 線回折, 連成法

背景と研究目的：

コンクリートは熱や地下水などの周辺環境影響を受け作用部から劣化を受けやすい。多くの場合、劣化はセメント硬化組織の粗化や新生鉱物の生成といった形で顕在化し、単年で数 mm 程度である。X 線 CT においては、CT 像が得られるものの、XRD と装置の共有のために試料に白色 X 線を照射し、下流に設置したコリメーターで関心のあるエネルギーのみを取り出している。このため、試料を透過した白色 X 線の散乱によって透過した X 線のエネルギーの乱れによるノイズの発生と、カメラ長を長く取らざるを得ない設定のためエッジ効果が強く効くために、S/N 比の低い CT 像しか得られなかった。このため、CT 像はあくまでも、XRD の関心領域を決めるための手段という位置付けになっていた。また、画素寸法 $5.7 \mu\text{m}$ は、最大 $20 \mu\text{m}$ といわれるセメント粒子とその反応から析出するセメント水和鉱物の直接観察には、分解能として粗く、可能であれば半分程度より小さい画素寸法での観察が望ましい。

実験：

本課題では、X 線 CT の解像度の向上に主眼を置いて、装置配置を変更することでその改善を図った。これまで試料に白色 X 線を照射し、下流側に結晶設置して CCD カメラに到達するエネルギーを絞っていた。このため、カメラ長が数十 mm と非常に長く、CCD カメラにはその他のエネルギーの X 線の到達する可能性が避けられない。改善策として、X 線 CT の場合には、試料の上流側に分光結晶を配置し、試料と CCD カメラの間の障害物を排し、試料に CCD カメラを可能な限り近づけた。X 線回折の場合と X 線 CT の場合で、試料の光路が異なるため切り替え時にこれらの移動も行うようにした。

装置配置変更後に、試料の観察を行なった。X 線 CT のエネルギーは 25 keV とした、試料と CCD カメラとのカメラ長は、 30 mm (改良前は、 300 mm) とした。投影数は 1500 とした、露光時間は 0.4 秒 とした。画素長は、 $2.44 \mu\text{m}$ である。

試料は、普通ポルトランドセメントを用いて、水セメント比 50% で、材齢が 28 日のセメント硬化体を用いた。試料サイズは横幅が 2.94 mm 、縦幅が 3.70 mm のもので、いったん X 線 CT 撮影後に 6 時間の硝酸アンモニウム水溶液に浸漬した。硝酸アンモニウム水溶液は強力な還元作用を持ち、カルシウムをセメント硬化体より取り去る。このため、長期間の水への浸漬試験の加速試験に用いられる。

結果および考察：

普通ポルトランドセメントに重量比で 50%の細砂を加えたモルタル供試体を、観察システム変更前後に観察した結果を図 1 と図 2 に示す。細砂は 0.5 mm のふるい通過分をもちいた。白色の部分が、未水和のセメント粒子、灰色の部分が細砂に相当する。

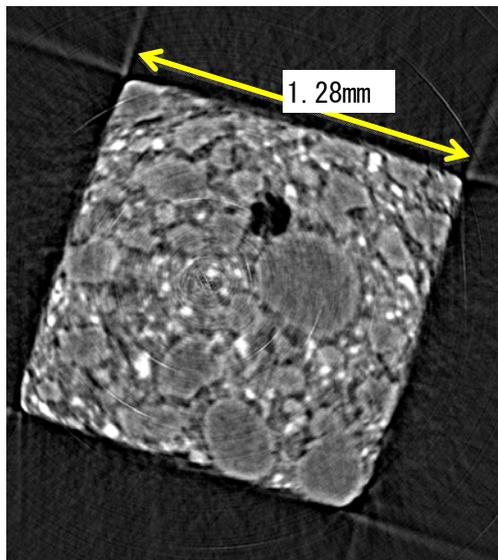


図 1. 改良前のモルタル供試体の断面

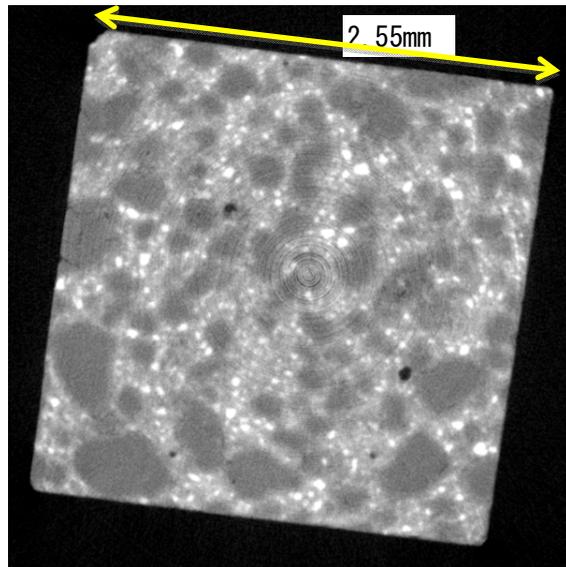


図 2. 改良後のモルタル供試体の断面

改良前は、供試体の幅が小さいにもかかわらず、細砂の断面が明瞭でなく、細かい空隙も判定が困難であった。改良後は、構成要素の境界が明瞭かつ細かい未水和のセメント粒子の分散状況も明瞭にわかり、装置構成の改良の効果が明瞭にわかる結果となった。

改良後の装置構成を用いて、急速溶脱試験の前後の普通ポルトランドセメントのペースト硬化体の測定を行なった。図 3 に浸漬前の試料、図 4 に浸漬後の試料を示す。浸漬後は端部からカルシウムが失われ、低密度になったことを示す暗色化の傾向を示した。また、成分を失ったことによりひび割れが発生し、そこを経路として内部からの成分の溶出の発生も確認できた。ひび割れ幅は、10 μm 程度で、これまで観察が困難であった構造の変化を捉えることが可能になり、目的としていた高分解能化に成功した。

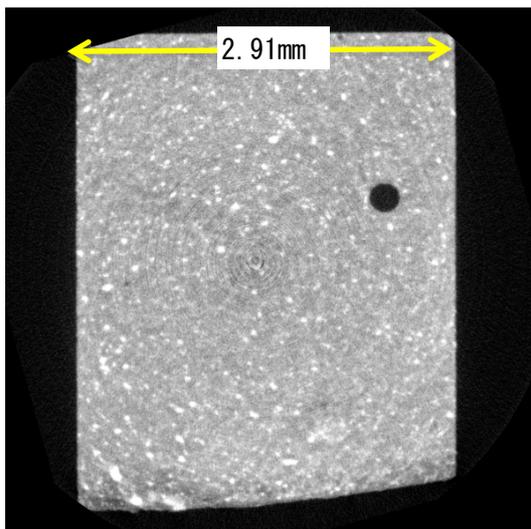


図 3. 初期状態のペースト供試体の断面

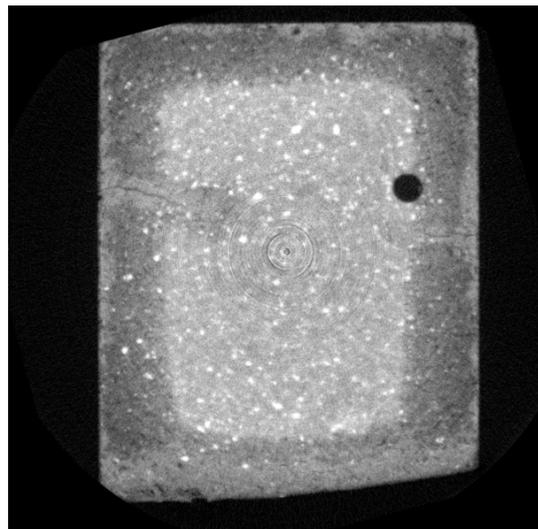


図 4. 試験 6 時間後のペースト供試体の断面

今後の課題：

CT では、劇的な改善を実現したが、XRD に関しては低エネルギー領域での吸収に起因するデータの不足などの課題が残されている。これらの課題にも取り組んでいく。