

論文 塩化物イオン濃度プロファイル測定への小径コア試験とEPMA法の適用について

水田 真紀^{*1}・岡本 享久^{*2}・小川 彰一^{*3}・森 寛晃^{*4}

要旨：本研究は、EPMA法で塩化物イオン濃度プロファイルを測定する場合に、ある一定の精度を保證することのできるコア径を決定するための方法について示したものである。まず、粗骨材分布を考慮したコンクリートのモデル化を行い、測定データへの影響因子とその範囲について検討した。次に、統計的検定における検定力に基づき、EPMA法による測定に必要なセメントペースト幅の設計を行った。その結果、粗骨材の最大寸法と、コンクリートとセメントペーストの測定データの分散を求めることによって、EPMA法を適用した小径コア試験に最適なコア径が決定されることを示した。

キーワード：小径コア、EPMA法、粗骨材分布、最大粗骨材寸法、統計的検定、検定力

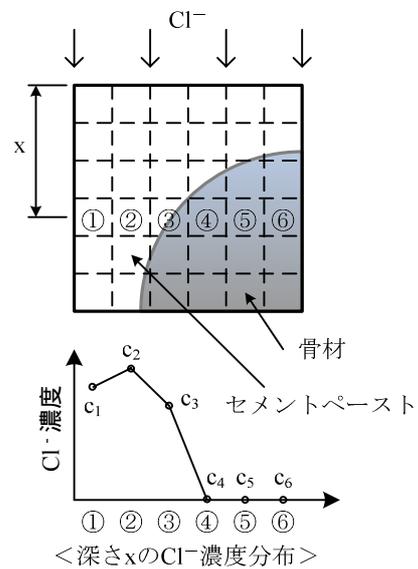
1. はじめに

公共施設や高速道路などの社会基盤に利用されることの多いコンクリート構造は、その巨大な風貌から、将来へと続いていく安定した印象を人々に与えてきたのではないだろうか。しかし、世界各国で起こる自然災害での甚大な被害に、偽装という人災までも加わり、コンクリート構造物の安全性に対して、人々は疑心を抱くようになってきた。

このような現況を鑑みれば、十分な安全性が確保された構造物を建設するだけでなく、現存する構造物を適切に維持管理していくことが求められていると言える。そして、構造物を安全に維持管理していくためには、信頼のおける診断技術と補修や補強の技術の開発・発展が不可欠である。

災害によって損傷を受ける場合だけではなく、置かれる環境や使用状況などにより、コンクリート構造物は時が経つにつれて劣化する。劣化とは、時間とともに進行していく現象であるため、建設時から経た時間毎の劣化状況を明確に把握し、その後の劣化の進行を精度良く推定することが重要である。そして、それを達成するためには、診断結果の精度を十分に理解した上で、劣化要因に適した診断方法を選定しなければならない。

近年、診断技術の進歩は著しく、多種多様な方法を劣化の診断に適用した研究が報告されている。特に、画像解析の発展にともない、ビジュアルで直感的な情報を与える診断方法が脚光を浴びている。例えば、JCI九州支部でまとめられた「コンクリートの劣化・硬化過程の非接触全視野ひずみ計測」委員会研究成果報告書¹⁾などが参考として挙げられる。



$$\begin{aligned} \text{コンクリート部分} &= (c_1 + c_2 + \dots + c_6) / 6 \\ \text{セメントペースト部分} &= (c_1 + c_2) / 2 \end{aligned}$$

図-1 EPMA法による測定データの概略図

2次元・面的情報が得られる診断方法の1つに、電子プローブマイクロアナライザ(以下、EPMA)法がある(概念図を図-1に示す)。塩化物イオンは主にセメントペーストに浸透するため、測定範囲に占める骨材の割合が塩化物イオン濃度の結果を左右する。つまり、コンクリートとセメントペーストの塩化物イオン濃度プロファイルの形状は大きく異なる。したがって、不均質なコンクリートに適用する場合には材料的なバラツキの取り扱いに注意が必要で、現在では図-1に示す骨材の

*1 立命館大学 理工学部都市システム工学科助教 工博 (正会員)

*2 立命館大学 理工学部環境システム工学科教授 工博 (正会員)

*3 太平洋セメント株式会社 中央研究所補修診断チーム 薬修 (正会員)

*4 太平洋セメント株式会社 中央研究所補修診断チーム 工修 (正会員)

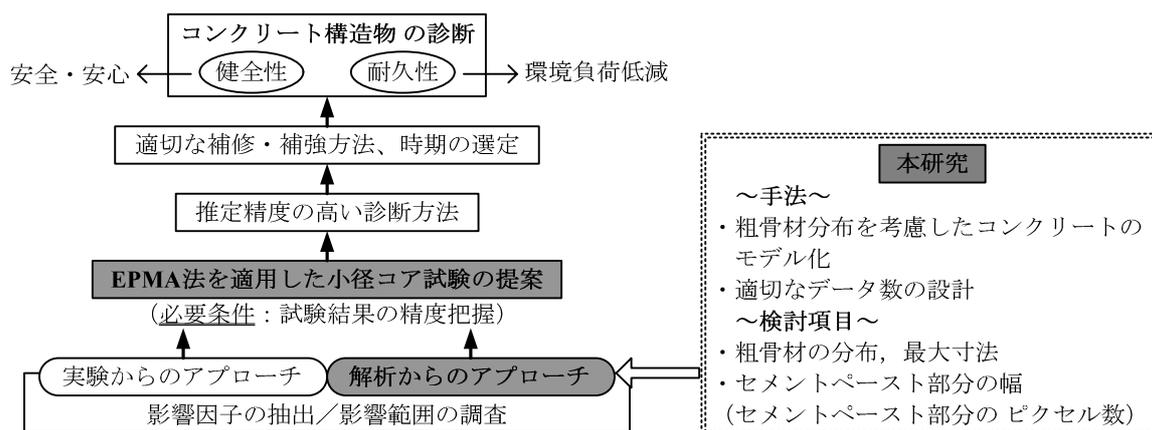


図-2 本研究の意義と位置付け

影響を排除し、セメントペースト部分の塩化物イオン濃度で評価する方法^{9),10)}が提案されている。しかしながら、一定の精度を確保された塩化物イオン濃度プロファイルを得るために必要なセメントペースト部分の幅(ピクセル数)について定量的な検討がなされていないのが現状である。

そこで本研究では、塩害によるコンクリート構造物の劣化状況を診断する方法として、EPMAを適用した小径コア試験を提案する。ビジュアルな2次元情報が得られるEPMA法と測定範囲が限られている小径コア試験体を組み合わせ、塩化物イオン濃度プロファイルを測定する際の診断結果への影響因子を抽出し、統計的検定における検定力に基づくデータ数の設計から、本研究で提案する診断方法に適したコア径について検討を行う。

2. 本研究の意義と位置付け

図-2に示すように本研究の最終目標は、コンクリート構造物の健全性と耐久性を保証できる診断方法として、EPMA法を適用した小径コア試験法を提案することである。ここでは直径30mm以下の小径コアを想定しており、劣化診断の試験法中の微破壊試験²⁾に属するものである。

EPMA法、小径コア試験法、各々の試験方法の利点を挙げると以下のようなものである。

<EPMA法>

- ・面分析が可能である。
- ・分析で得られるデータの数、種類ともに豊富である。
- ・微小な領域のデータを得ることができる。

<小径コア試験法>

- ・構造物の所有者、管理者の心理的抵抗を和らげる。
- ・構造物に与える影響を低減できる。
- ・部材厚の小さい上部工などにも適用が可能である。

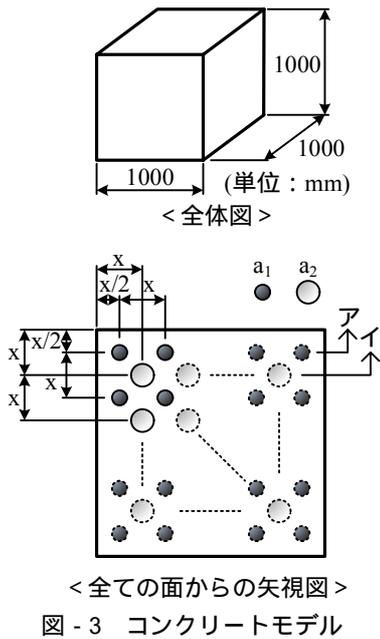
このような特長を持つ2つの試験法を併せて実施することで、小径コアから得られる限られた測定範囲内でも、

EPMA法の適用により多数の詳細な情報を得ることが可能になる。したがって、小径コア試験法の簡便さとEPMA法の精密さを兼ね備えた劣化診断方法を確立できれば、診断回数を増やすことによる劣化の早期発見と劣化進行の推定精度の向上、診断部位を増やすことによる構造物全体の健全度の把握への貢献が期待できる。

2007年制定コンクリート標準示方書[規準編]³⁾で、EPMA法によるコンクリート中の元素の面分析方法(案)が示された。しかし、コンクリートの劣化診断へのEPMA法の適用はまだ研究進行段階にあり、例えば塩害劣化に関しては、塩化物イオン濃度の定量化に及ばず影響因子が明らかでない、従来の研削法と同様に骨材の影響を受けやすい(図-1参照)、などの問題が残されている。

採取箇所の制限を受けにくい小径コア試験法については、単位セメント量や圧縮強度の推定に適用された研究^{4),5),6)}が報告されている。どちらも実験データを統計処理し、結果の誤差を確認した上で、目的を達成することのできるコア径と個数を提案したものである。

以上のような研究の動向を鑑みれば、今後、本診断方法を確立するためには、EPMA法によるコンクリートの塩化物イオン濃度プロファイルの測定結果の一定の精度を確保するために必要最小限のコア径、コア本数を決定していかなければならない。そこで本研究では、まず影響因子の抽出とその影響範囲について検討し、何ほどのくらい測定データに影響を及ぼすのかを明確にすることを試みる。具体的には粗骨材径、粗骨材分布を考慮したコンクリートのモデル化を行い、コア採取に粗骨材分布が及ぼす影響に関して検討する。次に、統計解析によって、1本の小径コアから一定の精度を確保された塩化物イオン濃度プロファイルを作成するために必要なデータ数(セメントペースト部分のピクセル数)の設計を行う。これら2つの検討から、最終的に1本の小径コアから、信頼性の高い塩化物イオン濃度プロファイ



ルの測定が可能となるコア径の決定方法を示す。なお、コンクリートの特性や品質、構造物上の測定箇所、外部環境などが測定データの精度に与える影響については、今後実験的なアプローチと併せて明らかにしていくことを考えている。

3. 粗骨材分布を考慮したコンクリートによる検討

3.1 コンクリートのモデル化

これまでにコンクリートの不均質性を表現したモデルとして、粒子要素法により骨材分布をシミュレーションしたモデル⁷⁾やペースト内にランダムに骨材と空隙を配置した3次元モデル⁸⁾などが提案されている。本研究では、提案する診断方法で、EPMA法により精緻な2次元データが得られることを想定していること、今後実験アプローチも考慮に入れていること、コア径を決定する際に考慮すべき要因を限定したい、という理由から、粗骨材分布を単純に考慮し、コンクリートのモデル化を行うことにした。

図-3に本研究で用いた3次元コンクリートモデルを示す。粗骨材は全て球形で、直径が5, 10, 15, 20, 25mmのうち2種類(粗骨材 a_1 , a_2 の直径をそれぞれ $2r_1$, $2r_2$ とする)を組み合わせて、1辺1000mmの立方体内に分布させた。それぞれの粗骨材間の距離(粗骨材 a_1 - a_1 間, a_1 - a_2 間の距離をそれぞれ x , $x/\sqrt{2}$ とする)は図-3に示すとおりで、コンクリート立方体の全ての面からの粗骨材分布の矢視図が同じになるように設定した。したがって、コンクリート単位体積 1m^3 あたりの粗骨材容積 G が既知であれば、2種類の粗骨材の直径の組み合わせごとの粗骨材の個数、粗骨材間の距離が決定される。

以後、一般的な値として $G=0.35\text{m}^3/\text{m}^3$ とした場合につ

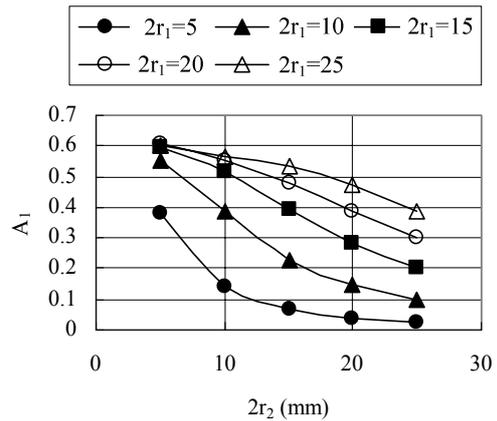


図-4 粗骨材占有面積割合 A_1

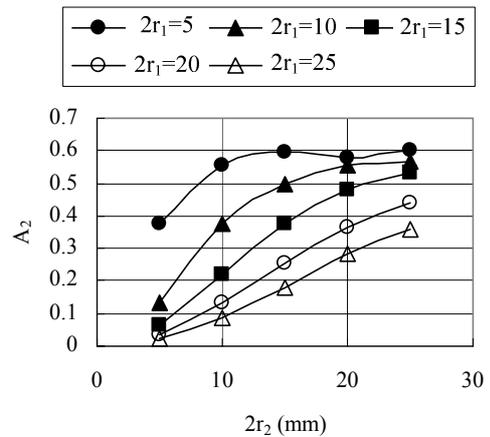


図-5 粗骨材占有面積割合 A_2

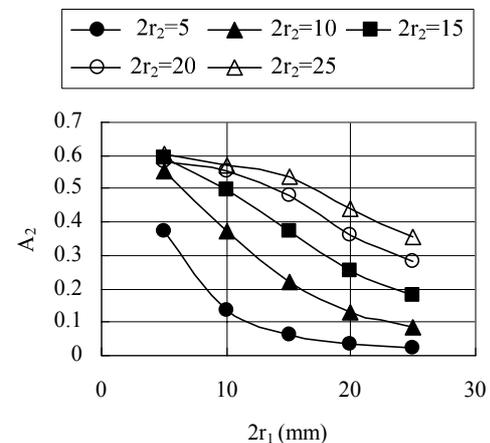


図-6 粗骨材占有面積割合 A_2

いて検討する。ただし、粗骨材の個数は整数であるため、実際の検討に用いたコンクリートモデルの粗骨材容積は $G=0.34 \sim 0.36\text{m}^3/\text{m}^3$ 程度となった。

3.2 粗骨材分布が及ぼす2次元的な影響因子

r_1 が一定の場合、コンクリート表面から距離 $x/2$ で切断した面(図-3のア面)に占める粗骨材の割合を図-4に示す。さらに、 r_1 が一定の場合の距離 x で切断した面(図-3のイ面)に占める粗骨材の割合を図-5に示す。すなわち、図-4、図-5はそれぞれの切断面に占める粗

骨材 a_1, a_2 の占有面積の最大の割合 A_1, A_2 を表していることになる。

図 - 4 について、例えば粗骨材 a_1 の直径 $2r_1=5\text{mm}$ の場合に着目すると、組み合わせる粗骨材 a_2 の直径 $2r_2$ が大きくなるほど粗骨材 a_1 の占有面積の割合 A_1 が減少した。この傾向はすべての粗骨材 a_1 (直径 $2r_1$) の場合で見られた。また、粗骨材 a_1 の直径 $2r_1$ の増加とともにその占有面積の割合も上昇した。さらに、粗骨材 a_1 と a_2 の直径が等しい ($2r_1=2r_2$) 場合、粗骨材 a_1 の占有面積の割合 A_1 はほぼ同じになった。

図 - 5 の粗骨材 a_1 の直径 $2r_1=25\text{mm}$ の場合、組み合わせる粗骨材 a_2 の直径 $2r_2$ が大きくなるほど粗骨材 a_2 の占有面積の割合 A_2 が増加した。すべての粗骨材 a_1 (直径 $2r_1$) の場合で同様の傾向が見られ、粗骨材 a_1 と a_2 の直径が等しい ($2r_1=2r_2$) 場合には、粗骨材 a_2 の占有面積の割合 A_2 は同程度になった。また、図 - 5 を粗骨材 a_2 の直径 $2r_2$ で整理してみると、図 - 6 が得られた。これは図 - 4 の形状とほぼ一致する結果であった。

図 - 4 から図 - 6 に示される粗骨材 a_1, a_2 の最大占有面積の割合 A_1, A_2 とは、コアを採取する場合のコア断面面積に占める粗骨材の占有面積の最大の割合と同じ意味を持つと考えることができる。例えば、直径 5mm から直径 20mm までの粗骨材を用いたコンクリートからコアを採取する場合を想定する。この場合、図 - 4 より粗骨材 a_1 (直径は $2r_1$) の占有面積割合 A_1 は約 0.6 、図 - 6 より粗骨材 a_2 (直径は $2r_2$) の占有面積割合 A_2 も約 0.6 であり、採取する方向に対して直角の断面には直径 20mm の粗骨材が約 6 割以下で分布している確率が最も高い。

図 - 7 に粗骨材 a_1 と a_2 の組み合わせごとの粗骨材間の距離 x を示す。組み合わせる粗骨材の最大寸法が大きくなるほど、粗骨材間隔も増加した。図 - 4、図 - 6 および図 - 7 から、単位体積に占める粗骨材容積が同じであるにも拘らず、直径の異なる粗骨材を組み合わせによる粗骨材の占有面積割合や粗骨材間距離の変化は、実績率の変化を表しているものと推察される。Stroeven らは、骨材の粗粒率によって実績率が変化することを解析的に示している¹¹⁾が、本研究で理想化した簡易なコンクリートモデルによっても、骨材の径の相違による実績率の変化を示すことができた。

以上より、粗骨材の最大寸法、実績率によってコアに占める粗骨材の面積が異なり、また、粗骨材容積が一般的な値 ($G=0.35\text{m}^3/\text{m}^3$)、最大粗骨材寸法が 25mm 以下の場合、コアの最大 6 割程度を粗骨材が占めることを示した。したがって、一定精度を確保できるモルタル部分の幅を実験的に示すことができれば、EPMA 法を適用した小径コア試験 (コア採取本数=1 本) に必要なコア径はモルタル部分の幅 $\div 0.4$ として算出することができる。

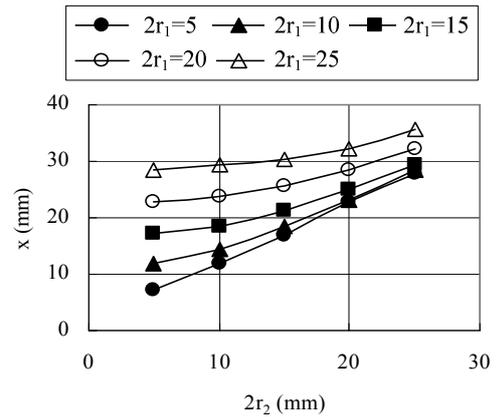


図-7 粗骨材間の距離

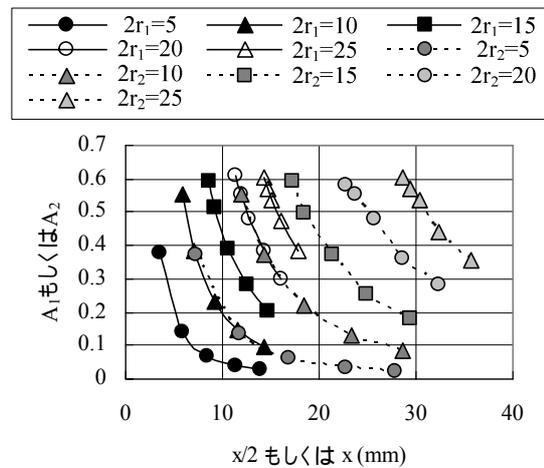


図-8 表面から粗骨材までの距離

3.3 粗骨材分布が及ぼす 3 次元的な影響因子

コンクリート表面から粗骨材 a_1, a_2 までの距離 $x/2, x$ と切断面ア、イ面 (図 - 2) での粗骨材の占有面積割合 A_1, A_2 の関係を図 - 8 に示す。図 - 8 より、組み合わせる粗骨材の直径が大きくなるほど、コンクリート表面から粗骨材までの距離、粗骨材の占有面積割合ともに増加した。そして、最大粗骨材寸法 25mm 以下の場合、最も表面に近い骨材 a_1 までの距離 $x/2$ が 20mm 程度以下となった。これまでに表層部のコンクリートについては、壁効果による骨材の偏在¹²⁾や圧縮強度の分布¹³⁾に関する報告がある。したがって、EPMA 法を適用した小径コア試験法を確立するためには、表層部のデータのバラつきについて実験的に確認する必要があるだろう。

4. 必要データ数の設計

直径 30mm 以下の小径コア 1 本について EPMA 法による面分析を行い、十分な精度を有した塩化物イオン濃度プロファイルを測定したい。ここで、塩化物イオン濃度は、既往の研究^{9), 10)}と同様、図 - 1 のようにセメントペースト部分のデータを用いて算出する。この場合、ある直径のコアのセメントペースト部分のデータ数 (ピクセ

ル数)について、次の仮説を設定する。

帰無仮説 H_0 : データは十分であるのに、2本目のコアを採取する。(正しい確率 $1-\beta$, 誤る確率 α)

対立仮説 H_1 : データが不十分なのに、1本しかコアを採取しない。(正しい確率 β , 誤る確率(検出力) $1-\beta$)

ここでは、対立仮説 H_1 の誤りが重大な問題になるため、対立仮説 H_1 の誤りを犯さない確率 $1-\beta$ (検出力)を高く設定した上で、帰無仮説 H_0 を棄却しなければならない。

EPMA法で測定されるコンクリート中セメントペースト部分の各ピクセルのデータ x_1, x_2, \dots, x_n が互いに独立に、正規分布 $N(\mu, \sigma^2)$ に従っているとす。母平均 μ および母分散 σ^2 のどちらも未知とする場合、1つの母分散の検定を次の手順に従って行う。ここでの母集団は、採取したコアと同一条件にあるコンクリート中の全セメントペースト部分を意味している。

仮説の設定

帰無仮説 $H_0: \sigma^2 = \sigma_0^2$

(σ_0^2 は採取したコアのセメントペースト部分の分散)

対立仮説 $H_1: \sigma^2 < \sigma_0^2$

つまり、母集団の分散 σ^2 が採取したコアから得られた分散 σ_0^2 よりも小さくなるようにデータ数を設計する。

有意水準 α の設定 $\alpha = 0.05$ (一般的な値を用いる)

棄却域 R の設定 $R: \chi_0^2 \leq \chi^2(\phi, 1-\alpha)$

データ x_1, x_2, \dots, x_n を取り、検定統計量 χ_0^2 を計算する。

$$\chi_0^2 = S/\sigma_0^2 \quad (1)$$

$$S = \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 = \sum_{i=1}^n x_i^2 - (\sum x_i)^2/n \quad (2)$$

$$\phi = n-1 \quad (3)$$

χ_0^2 が R の棄却域 R にあれば有意と判断し、 H_0 を棄却する。

有意水準 α を $H_0: \sigma^2 = \sigma_0^2$ の下で計算する。

$$\alpha = \Pr \{ \chi_0^2 \leq \chi^2(\phi, 1-\alpha) \} \quad (4)$$

次に、検出力 $1-\beta$ を次式のように求める。

$$\begin{aligned} 1-\beta &= \Pr \{ \chi^2 \leq \chi^2(\phi, 1-\alpha) \} \\ &= \Pr \{ S/\sigma_0^2 \leq \chi^2(n-1, 1-\alpha) \} \\ &= \Pr \{ S/\sigma^2 \times \sigma^2/\sigma_0^2 \leq \chi^2(n-1, 1-\alpha) \} \\ &= \Pr \{ \chi^2 \leq \chi^2(n-1, 1-\alpha)/\Delta^2 \} \end{aligned} \quad (5)$$

ここで、 $\Delta = \sigma/\sigma_0$ である。また、

$$1-\beta = \Pr \{ \chi^2 \leq \chi^2(\phi, \beta) \}$$

であることから、次式が成立する。

$$\Delta^2 = \chi^2(\phi, 1-\alpha)/\chi^2(\phi, \beta) \quad (6)$$

表-1 検出力 $1-\beta$ の値 ($H_1: \sigma^2 < \sigma_0^2$)

	$1-\beta$		
	n=10	n=20	n=30
1/3	1.000	1.000	1.000
2/5	0.986	1.000	1.000
1/2	0.851	0.997	1.000
2/3	0.414	0.752	0.914
3/4	0.252	0.477	0.657
4/5	0.184	0.330	0.464
9/10	0.096	0.137	0.174
99/100	0.054	0.056	0.057
1	=0.050	=0.050	=0.050
100/99	0.047	0.045	0.044
10/9	0.025	0.015	0.011
5/4	0.011	0.003	0.001
4/3	0.007	0.001	0.000
3/2	0.003	0.000	0.000
2	0.000	0.000	0.000
5/2	0.000	0.000	0.000
3	0.000	0.000	0.000

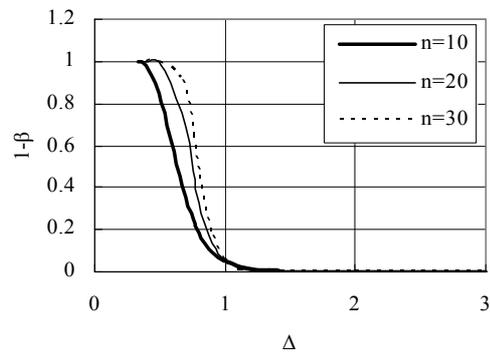


図-9 検出力曲線 ($H_1: \sigma^2 < \sigma_0^2$)

次に、データ数 $n=10, 20, 30$ とした場合、 Δ の値を変化させた結果を表-1に示し、図-9に検出力曲線として表す。

$\Delta \leq \Delta_0 (< 1)$ のとき、高い検出力 $1-\beta$ で H_0 を棄却したい場合、必要なデータ数 n の設計のための近似式は次のとおりである。

$$n \approx \frac{1}{2} \left(\frac{z_\alpha - \Delta_0 z_{1-\beta}}{\Delta_0 - 1} \right)^2 + \frac{3}{2} \quad (7)$$

ここで、 z_p は標準正規分布 $N(0, 1^2)$ に従う確率変数 u に対して次式を満たす。

$$\Pr(u \geq z_p) = \Pr(u \leq z_{1-p}) = P \quad (8)$$

例えば、 $\Delta = \sigma/\sigma_0 \leq 1/3$ のとき高い検出力 $1-\beta = 0.80$ で H_0 を棄却したい場合を考える。

$$n \approx \frac{1}{2} \left(\frac{Z_{\alpha} - \Delta_0 Z_{1-\beta}}{\Delta_0 - 1} \right)^2 + \frac{3}{2} = \frac{1}{2} \left(\frac{Z_{0.05} - \Delta_0 Z_{0.80}}{\Delta_0 - 1} \right)^2 + \frac{3}{2}$$

$$= \frac{1}{2} \left\{ \frac{1.645 - (1/3) \times (-0.842)}{(1/3) - 1} \right\}^2 + \frac{3}{2} = 5.67$$

n=6 のとき $1-\beta = 0.933$, n=5 のとき $1-\beta = 0.829$, n=4 のとき $1-\beta = 0.634$ となることから, 必要なデータ数は n=5 と決定される。

実験で採取したコアのセメントペーストの EPMA 測定データの分散 σ^2 が求めれば, 母集団 (採取したコアと同一条件にあるコンクリート中の全セメントペースト) の分散 σ^2 との比 σ_0^2 をある程度現実的な値 σ_0 に設定し, 上記の検定を行うことにより, 高い検出力を保證できるデータ数を設計することが可能である。そして, 最適なデータ数が決定されれば, EPMA 法による測定データのピクセルサイズ (参考文献³⁾より 100 μm 程度以下) から, 必要なセメントペースト部分の幅を決定することが可能になる。実際には, 骨材周辺の遷移帯やコンクリートの部位 (打設面, 型枠面など) によるデータのバラつきなども実験で確認する必要があるだろう。

5. まとめ

本研究では, EPMA 法で塩化物イオン濃度プロファイルを測定する場合に適したコア径を決定するための検討を行った。その結果を以下にまとめる。

- (1) 粗骨材分布を考慮したコンクリートモデルによる検討を行い, 最大粗骨材寸法から提案する診断方法に適したコア径を決定できることを示した。
- (2) 統計的検定における検定力に基づくデータ数の設計を行った。その結果, 母集団とそれに含まれるコアの各セメントペースト部分の測定データの分散を求めることにより, 必要なセメントペースト部分の幅を決定することができることを示した。
- (3) 上記(1), (2)の 2 つの検討を行うことにより, EPMA 法による塩化物イオン濃度プロファイルの測定に必要なコア径を決定することができる。

今後は実験的なアプローチも実施し, コンクリートの特性や品質, 構造物上の測定箇所, 外部環境の違いなど測定データの精度に与える影響についても検討し, 診断の時期, サイクル, 場所, 必要精度などとコア径の関係を系統立てて考えていきたい。

参考文献

- 1) (社)日本コンクリート工学協会九州支部:「コンクリートの劣化・硬化過程の非接触全視野ひずみ計測」委員会研究成果報告書, 2006.12

- 2) 湯浅 昇:鉄筋コンクリート構造物の劣化・耐久性診断方法,コンクリート工学,Vol.46, No.1, pp.23-30, 2008.1
- 3) (社)土木学会:コンクリート標準示方書 [標準編], pp.297-397, 2007
- 4) 中田善久, 笠井芳夫, 横山 滋, 西山直洋:コンクリートコアの直径が単位セメント量の判定試験結果に及ぼす影響, 非破壊検査, Vol.46, No.7, pp.511-519, 1997.7
- 5) 若林信太郎, 谷川恭雄, 中込 昭, 佐原晴也, 寺田謙一:小径コアによる構造体コンクリート強度の推定方法に関する研究 (その 1 小径コア供試体の圧縮強度試験結果), 日本建築学会構造系論文集, No.555, pp.1-8, 2002.5
- 6) 若林信太郎, 谷川恭雄, 中込 昭, 佐原晴也, 寺田謙一:小径コアによる構造体コンクリート強度の推定方法に関する研究 (その 2 構造体コンクリート強度推定式の設定), 日本建築学会構造系論文集, No.561, pp.9-16, 2002.11
- 7) 出雲健司:粒子要素法によるポーラスコンクリートの充填シミュレーションの検討, コンクリート工学年次論文集, Vol.24, No.1, pp.1167-1172, 2002
- 8) 岩永真弘, 武若耕司, 山口明伸, 前田 聡:鉄筋コンクリート構造物の塩害劣化三次元シミュレーションモデルの構築, コンクリート工学年次論文集, Vol.29, No.1, pp.1053-1058, 2007
- 9) 森 大介, 細川佳史, 山田一夫, 山本正義:コンクリート中の塩化物イオン濃度プロファイル測定への EPMA の適用, コンクリート工学年次論文集, Vol.26, No.1, pp.867-872, 2004
- 10) (社)土木学会:硬化コンクリートのミクロの世界を拓く新しい土木学会規準の制定 - EPMA 法による面分析方法と微量成分溶出試験方法について -, コンクリート技術シリーズ 69, 2006.4
- 11) Stroeven, P., Stroeven, M.: Assessment of packing characteristics by computer simulation, Cement and Concrete Research, Vol.29, pp.1201-1206, 1999
- 12) Zheng, J.J., Li, C.Q. and Jones, M.R.: Aggregate distribution in concrete with wall effect, Magazine of Concrete Research, 55, No.3, pp.257-265, 2003
- 13) 湯浅 昇, 笠井芳夫, 松井 勇:構造体コンクリートの表層から内部にいたる圧縮強度分布, セメント・コンクリート論文集, No.51, 1997