

コンクリート・モルタル試験体への EPMA の 面分析および塩分浸透濃度測定を試み

三重大学工学部工学研究科技術部

和藤 浩

watoh@arch.mie-u.ac.jp

1. はじめに

コンクリート構造物の耐久性および劣化診断の測定方法は数多くあるが、これらのなかの一つとして、近年、電子プローブを照射したときに得られる特性X線の情報から固体表面に存在する複数種類の元素の分析を行う EPMA(波長分散型電子プローブマイクロアナライザー、以下、EPMA)が注目されており、特にコンクリートの表層からの塩分浸透濃度を求める測定に用いられており、その研究成果も少なくはない。また、申請者が所属する三重大学工学研究科建築学専攻のコンクリート研究室においては、現在、EPMA を用いたコンクリートの塩分浸透濃度を測定する実験が進められつつある。そこで、筆者に研究室からこれらの測定・分析を行ってほしいとの要望があった。しかし、筆者は、これまで EPMA の講習会に参加した程度で、操作などほとんど経験したことがなかった。そこで、EPMA の管理者(工学部・工学研究科・技術部・技術職員)に、研究室からの EPMA の技術指導という依頼業務のかたちで、操作・技術指導を受け、基本的な操作方法を把握することとなった。

本報では、EPMA の操作方法を把握するまでの経過と実際にコンクリート・モルタル試験体を EPMA で面分析(6元素)および NaCl 標準試料を用いて塩分(Cl)の濃度換算を行った結果の一例について報告する。

2. 使用機器

本報で使用した機器を以下に示す。

- ・ EPMA : JEOL 製 JXA-8900R(写真 - 1)
- ・ カーボンコーティング装置 : メイワフォーシス製 CC-40F (写真 - 2)

3. 技術指導

操作技術の指導は、以下の日数で行って頂いた。

- ・ EPMA 技術操作指導 : 5 日 (EPMA 管理者 (工学部・工学研究科・技術部・技術長))
- ・ カーボンコーティング指導 : 2 日 (医学部・電顕室・技術専門員)

4. 測定方法

測定に用いた試料は、試験体表面だけを残し、5面をエポキシ樹脂で固め、塩素系溶液に溝漬けした 4cm × 4cm × 16cm の試験体を 1cm にカットした 4cm × 4cm × 1cm(厚さ)のものを用いた。なお、試料に用いた試験体は、シリコンカーボネートのペーパー(#400~2000)とケロシンを用いて研磨し、2プロパノール(イソプロピルアルコール)を用いて超音波洗浄を行った。その後、真空乾燥を行い。カーボンコーテ



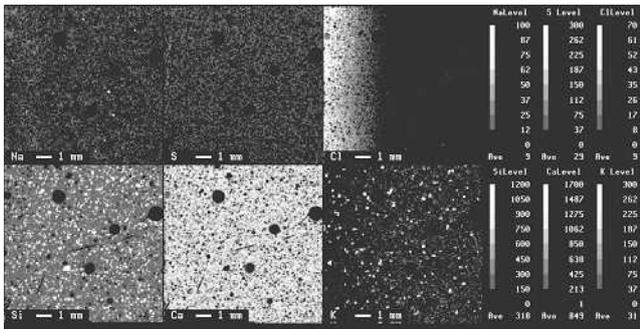
写真 - 1 EPMA の外観



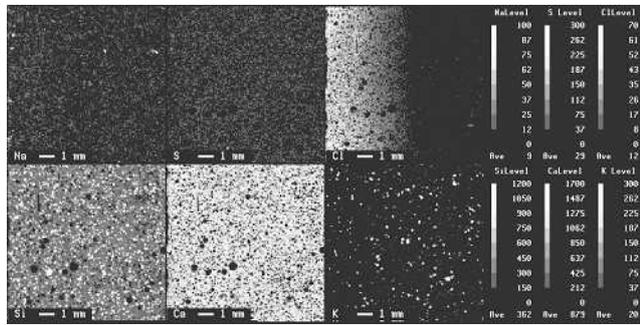
写真 - 2 カーボンコーティング装置の外観

表 - 1 EPMA の測定条件

試験体寸法	40 × 40mm
測定範囲	10 × 10mm
ピクセルサイズ	50 μm
加速電圧	15kV
照射電流	100nA
プローブ径	50 μm
単位測定時間	40ms
分析点の移動	試料台移動
ピクセル点数	200 × 200



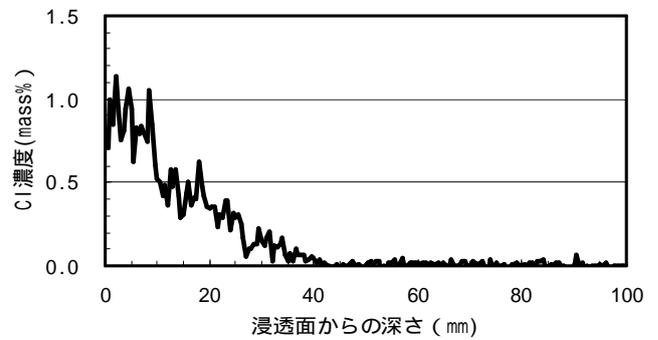
(a)材齢 3 ヶ月



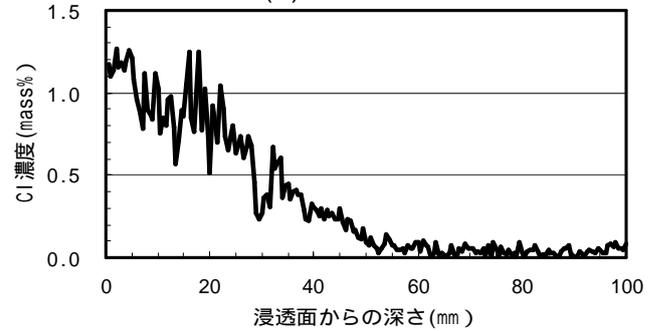
(b)材齢 1 年

注)各元素の左側が試験体の表面側となる。

図 - 1 面分析の結果の一例



(a)材齢 3 ヶ月



(b)材齢 1 年

図 - 2 塩分浸透濃度の結果の一例

イングを行った。なお、試験体の材齢は、28 日、3 ヶ月、6 ヶ月、1 年とした。

EPMA の測定条件設定は、土木学会の規準(案)¹⁾の測定条件値に基づいてその範囲内で表 - 1 のようにした。また、塩分浸透濃度の換算は、NaCl の標準試料を用いたスタンダード分析とその結果を用いた試料の定量分析の強度値より、塩分(Cl)濃度に換算した。

5 . 測定結果

図 - 1 に面分析(Cl、Na、K、S、Si、Ca)の分析結果を、図 - 2 に塩分浸透濃度の結果のそれぞれ一例を示す。なお、塩分(Cl)の元素の質量濃度(mass%)は、以下の式(1)で求めた。

$$C = (I \cdot B) / A \quad \text{-----} \quad (1)$$

ここに、C : 測定元素の質量濃度 (mass%)

I : 測定元素の特性 X 線の強度 (count/(ms・μA))

B : 分析試料のバックグラウンド位置での X 線強度 (count/(ms・μA))

A : 標準試料のピーク位置での特性 X 線の強度からバックグラウンド位置での X 線強度を引いた値を、標準試料中の測定元素の質量濃度で除したもの (count/(ms・mass%・μA))

図 - 1、2 によれば、塩分(Cl)浸透深さは、材齢が長い材齢 1 年の試験体の方が深くなり、塩分の濃度も表層部近くでは大きくなった。

6 . まとめおよび今後の課題

今回、測定で基本的な操作方法を習得することができた。しかし、前述した土木学会の規準(案)¹⁾の EPMA の測定条件の範囲は比較的広く、分析結果にも大きく影響を与えられられる。そのため、今後は、照射電流値、プローブ径、単位測定時間などの影響についても検討していく必要がある。また、その他にも、試料作製時にも影響すると考えられるコーティングの厚さ、端面処理の影響などについても検討していく必要がある。

[参考文献]

1)土木学会：コンクリート標準示方書(規準編) 土木学会規準および関連規準、EPMA 法によるコンクリート中の元素の面分析方(案)(JSCE-G574-2005)、pp. 297-307、2007。