

# FE-EPMA によるコンクリート試験体の分析 - 面分析、標準試料分析、定量分析 -

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(電子プローブマイクロアナライザー)が注目されており、EPMA を用いて測定した診断報告、研究成果なども少なくはない。筆者も数年前から三重大学社会連携研究センターに設置されている EPMA(以下、旧 EPMA)を用いてモルタルやコンクリートの分析を行ってきており、その操作方法、分析技術など、ようやく習得した段階であったが、この度、社会連携研究センターでは、これまでの旧 EPMA に替わり、FE(Field Emission)電子銃が搭載された FE-EPMA (JEOL 製 JXA-8530F : 写真 1)が設置された。今回その操作方法も新しくなったため、コンクリート試験体を用いてその分析の方法を習得したので、その紹介を行う。

## 2. 測定方法

測定に用いた試料は、A 用水路から採取した 100mm コアを用いた。そのコアを精密コンクリートカッター(丸東製 TS-45 : 写真 2)で写真 3 に示すように 20×20×2 (厚さ) mm にカットし、1500 耐水ペーパーを用いて表面を研磨し、超音波洗浄機(ASONE USK-1R : 写真 4)で洗浄を行い、真空チャンバーで真空乾燥を行った。その後、オートファインコーター(JEOL 製 JFC-1600 : 写真 5)で白金のコーティングを行った。FE-EPMA では、まず面分析を行った。

面分析の測定条件は、土木学会の規準(案)<sup>1)</sup>の測定条件値に基づいてその範囲内で表 1 に示す条件で行い、写真 6 に示すホルダーに試料を設置し測定を行った。なお、測定を行った元素は、コンクリートの劣化に関する Cl、Na、K、S、Si、Ca の 5 元素とした。その分析結果を図 1 に示す。



写真 1 FE-EPMA

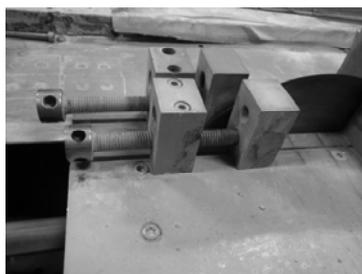


写真 2 精密コンクリートカッター

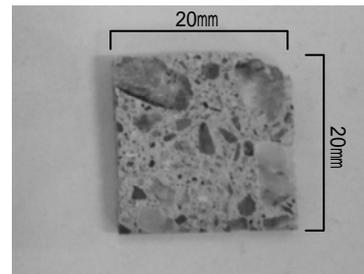


写真 3 試験体



写真 4 超音波洗浄機



写真 5 オートファインコーター

表 - 1 EPMA の測定条件

試験体寸法	20×20mm
測定範囲	10×20mm
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	200×400

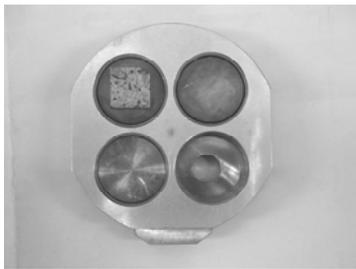


写真6 試料ホルダー



写真7 標準試料ホルダー

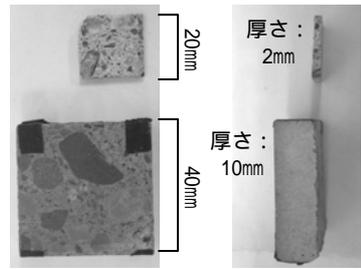


写真8 旧 EPMA の試料(下)

標準試料分析では、前述した5元素を分析できる以下の標準試料を用いた。

- C: Calcite(方解石)  $\text{CaCO}_3$ 、
- Cl: Halite(岩塩)  $\text{NaCl}$
- Ca, Si: Wollastonite(けい灰石)  $\text{CaSiO}_3$
- S: Anhydrite(アンハイドライト、無水石膏)  $\text{CaSO}_4$

それらを写真7に示すホルダーに設置させ分析し、5元素の質量パーセントのデータを得た。測定条件は、面分析を行った表1の条件と揃えた。

定量分析は、試料の任意の5点について標準試料分析で得られた各元素のデータより分析を行った。そして、以下に示す土木学会の規準(案)<sup>1)</sup>の式(1)により、濃度換算を行った。

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

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 $\cdot$   $\mu$ A))

B: 分析試料のバックグラウンド位置でのX線強度 (count/(ms $\cdot$   $\mu$ A))

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 $\cdot$  mass% $\cdot$   $\mu$ A))

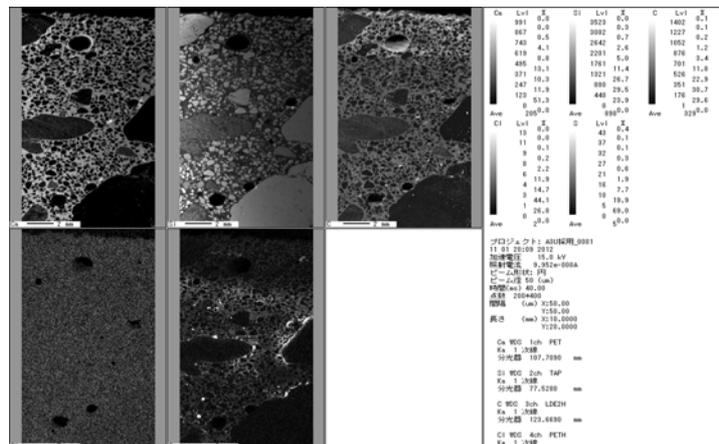


図1 面分析の結果

### 3. FE-EPMAによるコンクリート試験体分析の利点および問題点

FE-EPMAは、FE電子銃の搭載により、プローブ径を1/2~1/10に絞ることができ、低加速電圧、WDS分析電流範囲(10~100 nA)でも微小プローブが得られるため、低加速電圧を用いた高いX線空間分解能の分析が実現可能なことなどが利点である。また、鏡筒軸合わせも容易になった。さらに、これまで試験体の測定毎に行ってきた標準試料分析も測定条件が同一であれば、これまでに得られているデータを用いることで信頼性の高いデータも得られるようになった。このことは測定時間の短縮にもつながる。

しかし、上記の特徴などからFE-EPMAの試料室内は、旧EPMAより高真空に保たれており、特にコンクリート試験体は事前に真空乾燥を念入りにしても、ある程度のガスを発生しているため、旧EPMAでは、測定できた写真8に示すような40 $\times$ 40 $\times$ 10(厚さ)mmの大断面の試料もFE-EPMAでは測定が困難となってしまった。

### 4. 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、大断面の試験体の分析については、今後、検討していく必要がある。また、コンクリートの劣化現象について知識を得る必要がある。

#### [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-G574-2010)、pp. 333-343、2010。