



土木研究所資料

アルカリシリカ反応の調査と 対応に関する建設省暫定案

昭和61年4月

建設省土木研究所
地質化学部

Copyright © 1987 by P.W.R.I.

All rights reserved, No part of this book may be reproduced by any means, nor transmitted, nor translated into a machine language without the written permission of the Director General of P.W.R.I.

この報告書は、土木研究所長の承認を得て刊行したものである。したがって、本報告書の全部又は一部の転載、複製は土木研究所長の承認を得ずしてこれを行ってはならない。

アルカリシリカ反応の調査と 対応に関する建設省暫定案

次長	成田信之
地質化学部部長	蒔田 実
橋梁計画官	中野正則
地質研究室室長	桑原啓三
主任研究員	平野 勇
研究員	脇坂安彦
化学研究室室長	片脇 清
研究員	守屋 進
コンクリート研究室室長	小林茂敏
主任研究員	河野広隆
	石井良美

要旨 日本各地でアルカリシリカ反応が認められるようになってきた現在、その調査・試験法や対応策の確立が急がれている。そこで本資料では次の3項目からなる暫定案を示した。

- 1) コンクリート構造物の実態調査法
- 2) 骨材の反応性試験法
- 3) 発生抑制対策

キーワード：コンクリート構造物・アルカリシリカ反応・骨材・化学法・モルタルバー法・低アルカリセメント

は　じ　め　に

昭和57年頃、主に関西地方を中心に見られたコンクリートの異常なひびわれは、その原因を究明の結果、アルカリ骨材反応（アルカリシリカ反応）であることがわかり、さらにアルカリ骨材反応を生じる原因となっている骨材の岩種は安山岩の1種であることがわかった。

日本は火山国であり、安山岩は日本各地に分布し、コンクリート用骨材としても、従来良質な骨材として多く用いられてきた。また安山岩に限らず、アルカリ骨材反応を生じる鉱物は、他の岩種にも含まれており、安山岩以外にもアルカリ骨材反応を生じる恐れのある岩石は存在し、かつアルカリ骨材反応を生じている構造物は存するものと考えられる。

このようなことから、建設省では総合技術開発プロジェクトとしてアルカリ骨材反応に関する研究をとり上げ、全省的に問題の解決を行う調査研究を開始した。昭和60年度は本プロジェクトの初年度に当たるため、アルカリ骨材反応の実態調査、骨材のアルカリ反応性を調べるための試験法、アルカリ骨材反応を抑制する方法等について検討した。

本報告書は、このような研究の成果を踏え、当面の対応を図るための暫定案を定めたので、これを示したものである。

従来アルカリ骨材反応は日本には存在しないといわれていたため、この反応に関する研究は緒についたばかりであり、今後の調査研究に待つところが多い。このようなことから本報告書が一里塚となることを期待するものである。

昭和61年4月

目 次

はじめに

1. コンクリート構造物におけるアルカリシリカ反応の実態調査法建設省暫定案	1
1. 調査方法概要	7
2. 現地調査法	9
3. 採取コアの調査方法	16
4. コンクリート中の骨材の試験方法	31
5. 判定方法	42
2. コンクリート構造物におけるアルカリシリカ反応の実態調査法建設省暫定案付属資料 ...	55
2-1 現地調査記入様式	57
2-2 コア抜き取り記録用紙	69
2-3 コアの化学的試験方法建設省暫定案	71
2-3-1 ゲル成分の分析方法(案)	73
2-3-2 コンクリート中の塩分の分析方法(案)	89
2-3-3 コンクリート中の水溶性アルカリ金属元素の分析方法(案)	97
2-4 骨材のアルカリシリカ反応性試験(モルタルバー法)建設省暫定案	113
2-5 骨材のアルカリシリカ反応性試験(化学法)建設省暫定案	131
2-6 A S R判定シート様式	103
3. 骨材のアルカリシリカ反応性試験方法建設省暫定案	105
3-1 総 論	107
3-2 骨材のアルカリシリカ反応性試験方法(モルタルバー法)建設省暫定案	113
3-3 骨材のアルカリシリカ反応性試験方法(化学法)建設省暫定案	131
4. コンクリートのアルカリ骨材反応発生抑制対策建設省暫定案	161

1. コンクリート構造物におけるアルカリシリカ 反応の実態調査法建設省暫定案

まえがき

近年、コンクリート構造物に従来見られなかった異常なひびわれが主に関西地区に見られるようになった。このコンクリート構造物のひびわれの原因は、従来日本にはないといわれていたアルカリ骨材反応（主としてアルカリシリカ反応，以下ASRという）であることがわかった。また，ASRを生じている骨材の岩種は安山岩の一種であった。

日本は火山国であるため，外国の文献に述べられているようなクリストバライト，火山ガラス等を含む岩石は，関西地区の安山岩のみならず，日本全国に分布している可能性がある。このようなことから，全国の公共土木施設等のコンクリート構造物のアンケート調査を行った結果，関西地区以外にも同様の被害を生じている構造物があることがわかり，そのうちのいくつかの構造物について調査の結果，ASRである疑いが極めて高くなった。このようにASRの被害は全国に広がっている懸念がある。

このようなことから，コンクリート構造物に異常なひびわれが入っていた場合，その原因を明確にし，ASRの原因となっている骨材を明らかにし，適正な使用方法を図り，さらに適切な対応策をたてるために，コンクリート構造物の暫定的な調査方法を定めた。この暫定調査法は，現在までの知見をとりまとめたものであり，現在行っている系統的な研究の一助とするために定めたものである。

目 次

ま え が き	3
1. 調査方法概要	7
1-1 適 用 範 囲	7
1-2 調査法の選択	7
2. 現地調査法	9
2-1 適 用 範 囲	9
2-2 構 成	10
2-3 資 料 調 査	10
2-4 環 境 調 査	11
2-5 目 視 調 査	12
2-6 ひびわれ計測	12
2-7 超音波伝播速度測定	13
2-8 シュミットハンマー反発度試験	14
2-9 は つ り 調 査	15
3. 採取コアの調査方法	16
3-1 適 用 範 囲	16
3-2 コアの採取・調整・保存方法	17
3-3 コアの外觀観察方法	19
3-4 コアの顕微鏡観察方法	23
3-5 コアの化学的試験方法	24
3-6 コアの物理試験方法	26
3-7 コアの膨張量測定方法	28
3-8 コアの反応促進試験方法	29
4. コンクリート中の骨材の試験方法	31
4-1 適 用 範 囲	31
4-2 骨材の分離および観察方法	32
4-3 骨材の物理試験方法	35
4-4 骨材粉末の調製方法	36
4-5 骨材のアルカリ反応性試験方法	38
4-6 骨材の粉末X線回折試験	40

5. 判 定 方 法	42
5-1 総 則	42
5-2 現地調査による判定（主として目視による場合）	42
5-3 採取コアの調査およびコンクリート中の骨材の試験による判定	47
5-4 総 合 判 定	52

1. 調査方法概要

1-1 適用範囲

本調査方法は、アルカリシリカ反応（以下ASRと略す）によると考えられる劣化を生じた既存コンクリート構造物を対象として次の項目を調査する場合を想定して定めるものである。

- ① 構造物の劣化がASRによるかどうかを判定する。
- ② ASRを生じている場合、反応性の骨材を特定する。
また、反応性骨材の特性を調査する。
- ③ 構造物の劣化度判定、補修等の要否の判定、あるいは今後の劣化進行推定のための資料を得る。
- ④ その他

解説

コンクリートの化学的あるいは物理的劣化の原因は数多く、それらは結果としてコンクリートにひびわれ等の表面異常を生じることが多い。また、劣化の原因を1つの調査から推定することは非常にむずかしい。ASRによって劣化した構造物は表面の亀甲状のひびわれ、あるいは鉄筋方向の幅広いひびわれが特徴であるが、このひびわれは乾燥収縮、凍結融解等によって生じるひびわれと類似している。このためASRによる劣化か否かを判定するためにはいくつかの試験を適切に組合わせて試験する必要がある。本調査ではASRで劣化したと考えられる既存構造物から得られる情報をもとに劣化の原因を判定することを第一の目的としている。また、ASRは特定の構造物に生じるのではなく、同一の骨材を用いたコンクリートでは同様の劣化を生じる可能性がある。このため骨材の特定は非常に重要であるため、骨材に関する調査を第二の目的とした。

劣化した構造物の劣化度の判定等は現在の技術では非常にむずかしいものであるが、劣化度判定の資料とする、あるいは、今後劣化度判定の規準を作成するための資料を得ることを目的として③の項目も適用の範囲とした。

1-2 調査方法の選択

1-2-1 調査方法概要

調査方法は現場で行う現地調査、実験室で行う採取コア調査と骨材試験で構成する。

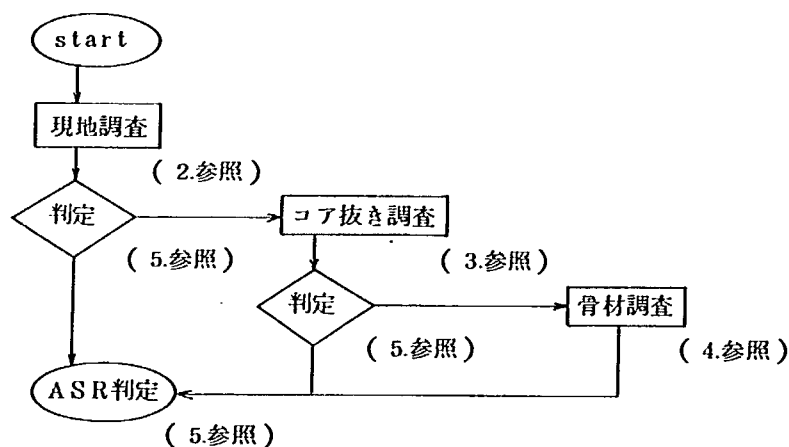
1-2-2 調査法の選択

調査は1-2-1に示す3調査法を単独あるいは組合わせて行うものとする。調査は調査の目的、構造物の重要度、要求される精度、期間等に応じて、また、他から得られる資料等を考慮して定めるものとする。

1-2-1に示す各調査を構成する試験項目については2, 3, 4に示すものから調査の目的, 構造物の重要度, 要求される精度, 期間等に応じて, また, 他から得られる資料等を考慮して適切に選定するものとする。

解説

現在, 1つの調査でASRかどうかの判定を下す方法はない。このため, 構造物の状況や構造物から得られるデータを総合的に判定してASRかどうかを判定する必要がある。このため, 条件に応じて行う試験の種類と項目を適切に選定するようにした。調査項目は多いほど得られる情報量は多くなるが, 期間や経費も多大となるため, 現地の目視調査等をまず行い, 構造物の重要性や位置, 他から得られる資料等を加味して, その結果を判定し必要に応じてより詳細な試験を実施するのがよい。目的別のフローの例を図1-2-1に示す。



劣化原因の判定

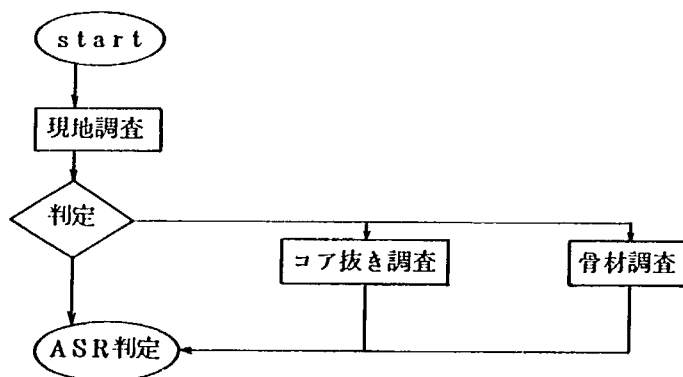
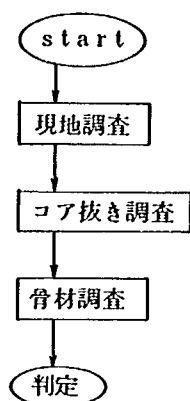


図1-2-1 ASRの調査のフロー

骨材の特定



劣化度判定，劣化進行推定，補修の要否判定のための資料収集

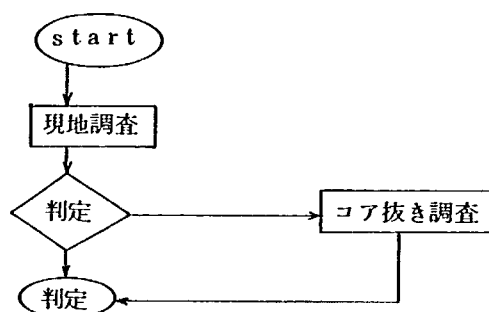


図 1 - 2 - 1 ASR の調査のフロー（続き）

2. 現地調査法

2 - 1 適用範囲

ASR による劣化の疑いのあるコンクリート構造物の現地調査に適用し，ASR による劣化の疑いの有無の現地確認と劣化状況の把握を目的として実施する。

解説

現地調査は，維持管理時の巡回点検調査等によって認められたコンクリートの変状について，温度応力，乾燥収縮，塩害，凍害等によるものとして説明できないひびわれを生じた構造物を対象に，構造物の設計施工条件，立地環境条件ならびに被害状況について調査するもので，ASR による劣化の疑いの有無の現地確認と劣化の状況の把握を目的とする。

2-2 構成

現地調査は、資料調査、目視調査、超音波伝播速度、シュミットハンマー反発度試験およびはつり調査より構成される。

解説

調査の構成は、図2-2-1のようになる。原則として2-3～2-5の調査を行い、2-6～2-9は現地状況に応じて実施する。

調査結果については、付属資料2-1の現地調査記入様式にとりまとめる。

2. 現地調査法

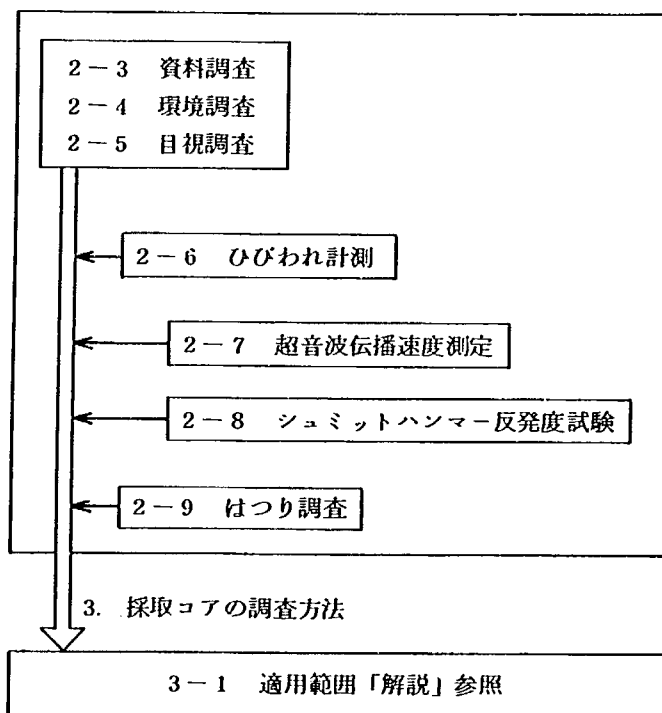


図2-2-1 現地調査のフロー

2-3 資料調査

2-3-1 構造物設計資料

コンクリート構造物の構造図、一般図および配筋図等の構造物設計資料の収集を行う。

2-3-2 コンクリート配合資料

打設コンクリートの水セメント比、セメント量、 s/a 、空気量、スランプ、セメントの種類、セメントメーカーおよび工場名、混和剤、粗骨材の種類と産地、細骨材の種類と産地等、

コンクリート配合材料とコンクリートの性質について資料を収集する。

2-3-3 施工に関する資料

施工時期、生コン工場名、施工業者名について調査する。

2-3-4 変状の経緯等に関する資料

構造物の変状の発生の時期、程度および進行状況ならびに対策等の経緯について調査する。

解説

資料調査は、構造物の設計、コンクリート配合、骨材および施工に関する資料を収集するものである。

- ① 設計資料については、ひびわれの発生している構造物、例えば橋梁の橋台の場合はその橋台の、小構造物については全体の資料を収集する。
- ② コンクリート配合および骨材については、建設時の資料等をもとに可能な限り調査する。粗骨材の種類については、山砂利、川砂利、海砂利、砕石および混合（混合の種類を調査する）の別および岩種について調査する。細骨材の種類は山砂、川砂、海砂、砕砂および混合（混合の種類を調査する）の別を調査する。
- ③ 施工に関する資料については、施工時期、業者等を調査する。
- ④ 変状の経緯等に関する資料については、変状が発見された時期、変状の程度、特徴、その後の進行状況および実施された調査ならびに対策を調査する。

2-4 環境調査

2-4-1 構造物の立地条件調査

構造物の立地する環境条件について立地する位置、標高と海岸からの距離を調査する。

2-4-2 気象条件調査

構造物の立地する地域における年最高および最低気温、年降水量について調査する。

2-4-3 日射、降雨条件調査

被害部位の方位および日射、水の条件についての調査を行う。

解説

コンクリート構造物の劣化は環境が重要な要因となっている。海上、海岸、平野、丘陵地および山間地等のマクロな構造物の立地条件とともに、気象および日射、降雨等の条件について調査するものである。標高は被害部のおおよその標高とし、気象条件については最寄りの観測点における過去の平均値を示す。日射は良好、やや良好、やや不良、不良に、水の条件は常時乾燥、降雨時湿潤、

常時湿潤にそれぞれ区分する。

2-5 目視調査

2-5-1 構造物全体

構造物全体につき目視調査および写真撮影を行い、被害箇所の把握を行う。

2-5-2 被害箇所

- ① 被害箇所について、ひびわれ、ポップアウト、はくり、浸出物、さび汁、色調等の変状の観察とスケッチおよび写真撮影を行う。
- ② 代表的なタイプの浸出物それぞれを採取し、塩酸との反応による発泡の有無を確認するとともに、室内分析に供するための試料を採取する。
- ③ 3-2におけるコア採取を必要とする場合に備えて、コア抜きのための予備的な位置選定を行う。

解説

構造物全体について目視によって被害の分布状況の把握を行うものである。

- ① ひびわれの分布、浸出物、さび汁の有無・量、色、コンクリートのポップアウト、はくり、変色状況等についてその詳細な調査を行う。写真はできるだけコンクリート面の正面を撮影する。このとき望遠カメラ等を使用するとよい。なお、鮮明な写真をトレースし現地観察の結果と合わせてスケッチ図としてまとめると、比較的容易に詳細な観察図を作成することができる。
- ② 析出物の種類を判定するために、採取した浸出物に希塩酸をかける。発泡すれば浸出物は炭酸カルシウム等の炭酸塩であり、反応しなければASRによる生成物である可能性がある。後者の場合については、化学分析等による詳細調査(3-5)に供するための試料の採取を行う。採取試料は試料びん、チャック付ポリ袋等に入れておく。
- ③ 5におけるASRによる劣化の疑いの現地確認の判定結果によっては、3-2におけるコア採取が必要となるので、抜き取り位置の予備的な選定を行っておく。また、足場等の段取りについても検討しておくとい。

2-6 ひびわれ計測

2-6-1 測 線

ひびわれの発達に方向性がみられるものは卓越方向とその直交方向について、方向性のないものについては構造物の形状に合わせて水平または水平と直交方向に、被害部位の代表部分を通る測線を設定する。測線長は構造物の形状、被害部の広さに合わせ、1m単位を原則

とする。

2-6-2 測定および観察

- ① 測線を横断するひびわれについて、測線上における割れ目の位置を測定する。
- ② 測線上の各ひびわれについてひびわれの幅を測定する。浸出物の沈着がみられるものについてはコンクリート表面を削り浸出物を除去した後ひびわれ幅を測定する。
- ③ 測線上の各ひびわれについて、割れ目の両側で段差が認められるものについては、その段差を測定する。
- ④ 測線上のひびわれについて、浸出物およびさび汁の有無・量と色を調べる。
- ⑤ 測線沿いのひびわれ、浸出物、さび汁、色調等の状況についてスケッチおよび写真撮影を行う。スケッチの縮尺は1/10または1/20とする。

解説

ひびわれ計測は劣化の程度を定量的に把握しようとするものであるが、被害部位まで踏み込んでの調査となるため、構造物によっては足場を必要とする。したがって概略的な調査の場合はひびわれ計測は省略することもある。

- ① ASRによるひびわれは無筋コンクリートは亀甲状で、特定の方向に卓越することは少ないが、構造物の形状、荷重および鉄筋コンクリートにおける主鉄筋の方向等の影響により特定の方向にひびわれが発達することが多い。ひびわれの発達に方向性がみられるものは、それを考慮して測線を設定する。測線の位置は2-5における観察図に示す。
- ② 測線を横断するひびわれについて、測線上における位置、浸出物の有無、量、さび汁、色調、ひびわれ幅、段差等を調査するものである。浸出物が沈着している場合はひびわれ幅が測定できないので、それをヤスリ等で除去した後ひびわれ幅を測定する。
- ③ ひびわれ密度を測線1m区間ごとのひびわれ数より求め、区間ひびわれ密度および被害部平均ひびわれ密度として求める。単位は本/mで表す。
- ④ ひびわれ幅については、測線1m区間ごとの区間平均ひびわれ幅、および被害部平均ひびわれ幅としてまとめる。

2-7 超音波伝播速度測定

超音波伝播速度測定は、コンクリートのひびわれ等による劣化度を定量的に把握するために用いられる。

2-7-1 測線

測線は原則としてひびわれ計測測線沿いとする。測線、発振・受振点の配置状況については、測線図を作成して記録し、写真撮影を行っておく。

2-7-2 測定器

パルス型超音波測定器を用い、測定に用いるに十分な精度とパルスエネルギーを持つものとする。

2-7-3 測定および整理

- ① 測定間隔は1 m程度がよいが、現場状況に適した方法を選択しなければならない。
- ② 析出物、粉末等を除去し、平滑とした後、コンクリート面との接触をよくするために適当な接触媒質を用い受振器を設置し、測定しなければならない。
- ③ 速度は次式で計算する。

$$V = L / T$$

ただし、 V : パルス速度 (m/sec)

L : 測定間隔 (m)

T : 有効時間 (sec)

(これは、測定時間より零補正時間を差し引いたものである)

解説

この試験方法は、コンクリートの品質の相対的変化を調べるために、コンクリートの粗密波の伝播速度を求めるものである。正常なコンクリートは3.5~4.0 km/sec以上の超音波伝播速度を示すが、ひびわれ等を生じると伝播速度が低下することを利用して劣化度を定量的に測定し、劣化度の診断を行い、補修計画立案のための資料とするものである。本調査の適用は、現場状況と必要性を考慮して決定するものとする。

測線は、ひびわれ等の劣化状況との対比のため、ひびわれ計測測線沿いを原則とする。なお、構造物に健全部が存在すれば、比較のためこれについてもひびわれ部と同様な測定を行う。この場合、可能であれば、ひびわれ計測測線の延長の健全部で実施するのが望ましい。

2-8 シュミットハンマー反発度試験

シュミットハンマー反発度試験は、ひびわれ等による劣化度を健全部との比較により相対的に評価するために行う。

2-8-1 試験位置

- ① ひびわれ計測測線およびその延長の健全部の測線沿いで試験を行うことを原則とし、測線1 m区間当たり、20点打撃する。打撃点間隔は5 cmとする。
- ② 打撃面は、浸出物、粉末、その他の付着物があれば除去し平滑とする。ただし、打撃点にひびわれは存在してもよいこととする。

2-8-2 測定および計算

測線1 m区間当たりの全測定値の算術平均値をその区間の反発硬度Rとし、かつ標準偏差を求める。

解説

シュミットハンマー反発硬度は、劣化原因の判定および劣化度の絶対的な指標に用いることはむずかしい。

しかしながら、被害部と健全部との相対比較による劣化度把握等のため、現場状況を考慮して用いるとよい。

- ① シュミットハンマーには、打撃方式、打撃部の形状、打撃エネルギーによっていくつかの種類があるが、コンクリート用を使用する。
- ② 試験位置は、被害部と健全部との比較、被害部におけるひびわれ等の発達状況との対比を行うために、ひびわれ計測測線沿いとする。なお、構造物に健全部が存在すればこれについても測定し、この場合可能であれば、ひびわれ計測測線の延長の健全部で実施するのが望ましい。
- ③ 打撃面は、平滑でなければならない。打撃面に大きな凹凸や浸出物等があるとすべりや局部的な破壊等を生じるために打撃エネルギーの一部が吸収されて硬度値が小さくなる。ただし、ひびわれについてはコンクリートの劣化の1つとして評価するために、これを避けて打撃することとした。
- ④ 打撃方向が測定面に直角でないと打撃力がそれるので、ハンマーを押し進め打撃する瞬間の方向は、測定面に直角になっていなければならない。

2-9 はつり調査

被害構造物よりコンクリートの不定形試料を採取し、骨材および反応・劣化状況等を調査するものである。

2-9-1 採取

被害の代表箇所でかつ構造的に有害とならない部分から粗骨材を含むコンクリートの小片を、ノミ、ハンマー等を使って採取する。採取位置は目視調査における観察図に示す。

2-9-2 試料現地観察

- ① 採取した試料および採取跡の色調、含水状況、浸出物等およびひびわれの幅・深さ等について観察する。
- ② 採取試料および採取跡について、スケールを入れて写真撮影を行う。

2-9-3 試料の取扱い

コンクリート片および採取跡に析出物等がみられるものについては、ピンセット、ナイフ等を用いて採取し、試料びんやチャック付ポリ袋等に入れる。コンクリート片はポリ袋等に入れる。

2-9-4 採取跡処理

採取跡はポリマーセメント等を使って丁寧に処理する。

解説

はつり調査は 3-2 におけるコア採取を実施しないとき、または未定のとき行うもので、簡易に骨材および反応・劣化状況を把握しようとするものである。なお、はつり跡においてフェノールフタレイン溶液塗布による中性化深度の判定を行っておくとよい。

採取した試料についての詳細な検討は、必要に応じて、3、4 における実施可能な調査を選択して行うこととする。

3. 採取コアの調査法

3-1 概要および適用の範囲

- ① 本章は ASR による劣化を生じたとみなされるコンクリート構造物を対象として、対象構造物より採取したコアの調査により、劣化が ASR によるものか、あるいは対象構造物がどの程度劣化しているか等を判定しようとするものである。
- ② 現存コンクリート構造物より採取したコアの本数、量、状況および調査の目的、要求される精度等を勘案して、3-2 から 3-7 に示す試験を適宜組合わせて行う。
- ③ コアは現場より抜き、その後の試験は実験室で行う場合を対象とする。

解説

コア抜取り調査の目的は、構造物の劣化が ASR によるものかどうかを判定することや、反応性骨材を特定すること、あるいは、構造物の耐力を判定することなどが考えられる。試験の種類および組合わせは、これらの目的に応じて、変わってくる。また、構造物の状況によってはコアの採取が容易でなく、十分な量のコアが採取できないこともあり、こうした場合には試験の組合わせと実施順序が、よい結果を得るための重要な要素となる。

図 3-1-1 に代表的なコア分析試験のフローを示す。ここに示す試験は、目的等に応じて適宜選択しなければならない。

2. 現地調査

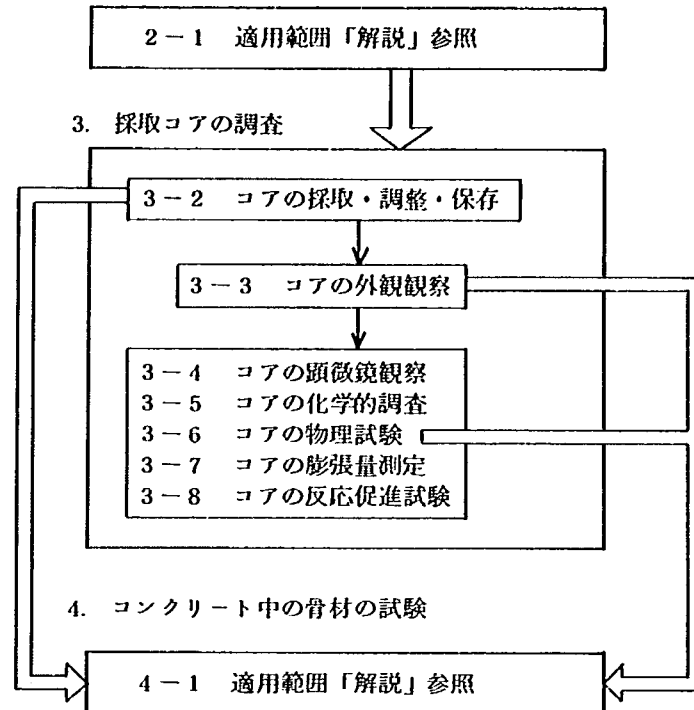


図 3-1-1 採取コアの試験のフロー

3-2 コアの採取・調整・保存

3-2-1 コア抜き

- ① 調査に用いるコア試料の径や長さ、採取位置は調査の目的や精度、構造物の種類、現場の状況に応じて決定しなければならない。
- ② コアの採取を行う構造物については、あらかじめ 2-4 による調査を行わなければならない。
- ③ コアの採取方法は径や長さに応じて適宜選択してよい。
- ④ 抜取したコアは、ただちに切粉をなるべく少量の水で洗い流し、表面の水をふき取り、気中で乾燥させ、採取位置・方向の対応等を明らかにし、ナンバー等を記入する。
- ⑤ コアの採取跡は必要に応じ、構造物に影響を及ぼさないように適切に補修をしておく。
- ⑥ 輸送はなるべく乾燥した状態で行う。

3-2-2 コアの調整

- ① 試験室へ搬入したコアは、必要に応じてネーミング、ナンバリングを行う。
- ② 写真撮影（全面）および予備スケッチ（ひびわれ、分割状況、反応リム、反応生成物等）を行う。（3-3-3 参照）
- ③ 試験の種類、コアの状況に応じてコアの割り振りをを行い、ダイヤモンドカッター等を用いて、カットマークに沿ってコアを切断する。分割したものにナンバリングする。

3-2-3 保 存

- ① 試験に供しないコアおよび試験開始まで時間間隔のある試料は、ネーミング、ナンバリングを確実にし、乾燥状態で保存する。

解説

3-2-1 コア抜き

図2-2-1, 図3-1-1, 図4-1-1を参考に, 調査の目的や精度に応じたコアの量や骨材量を検討し, コアの採取位置と採取長さを決定する。コアの径は一般には骨材の採取や, 構造物への影響を考慮して直径10cm程度のものが望ましい。

また, コアの採取長さについては劣化したコアの歩止まり等を考慮して, 決定する必要がある。

採取位置は, ①表面にひびわれのある部分でコアにひびわれを含むもの, ②表面にひびわれのある部分でコアにひびわれを含まないもの, ③ひびわれを生じているコンクリートと明らかに同一のコンクリートでひびわれを生じていないもの, の3点が考えられる。たとえばひびわれの深さを調べるためには, ①の位置になるが, その他の調査項目については, 目的に応じて適切に選択しなければならない。また, 鉄筋コンクリート構造物では, コア抜きにより鉄筋を切断するかどうか, また, 切断した場合の構造物への影響はどうか, など位置決定の要素として考慮する必要がある。

コアの採取時には切削水によるコアの濡れは避けられないが, 多量の水で洗われるとコア表面のイオン等の流出が懸念される。このためコアの採取時にはなるべく使用する水を少なくする方がよいと考えられる。

また, ナンバリング等に白墨等後の試験に影響を及ぼすものは用いない。白墨等を用いると, 肉眼観察でまぎらわしく, 化学分析時にCaを検出してしまうため, 影響を及ぼさないものを用いる。

コアの輸送にあたっては, コアを湿潤状態に長時間置くと, その間にコアが物理的, 化学的に変化する可能性があるため, 乾燥状態にして, コアが破損しないように, また, 実験室に搬入後, すぐに試験できるよう梱包する。

3-2-2 コアの調整

コアの分割は後の試験を行うための重要な準備となるため, 十分検討し決定しなければならない。分割の一例を図3-2-1に示す。作業上はコアを, まず大割りにし, その後, 必要に応じて細分割するほうが容易となる。

3-2-3 保 存

コアは湿潤状態で保存すると, ASRが進行する可能性が高くなる。また, 高温になればなるほど化学反応は促進される。このためコアを保存する際はなるべく乾燥状態で, 日光等に当たらず, あまり気温の高くないところにビニール袋等に入れ保存するのがよい。

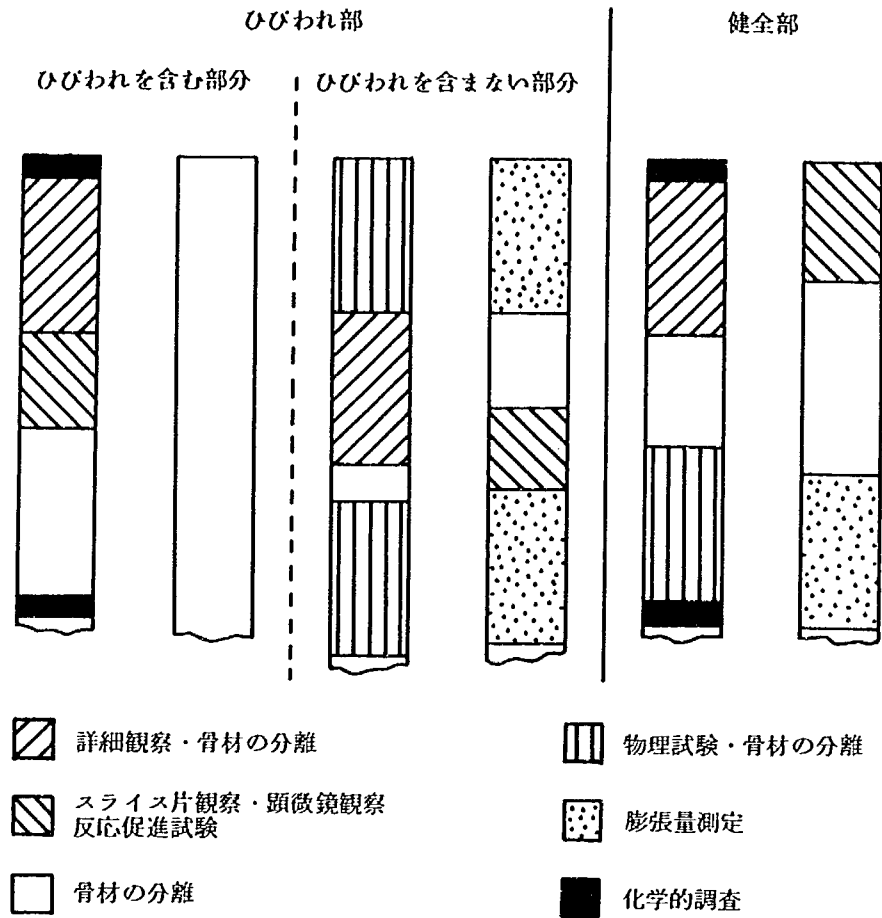


図 3 - 2 - 1 コアの分割の一例

3-3 コアの外観観察

3-3-1 構成

外観観察は予備観察、詳細観察、スライス片観察および反応生成物の採取から構成される。

3-3-2 予備観察

- ① 搬入された状態で搬入後すみやかに行い、コアの分割の状況、おおまかなひびわれの分布を1/2程度のスケールでスケッチする。
- ② 側面（3分割）および両端面の写真撮影を行う。

3-3-3 詳細観察

- ① 詳細観察に用いるコアは3-2（コアの採取・調整・保存方法）により約20 cm以内の長さに切断されたものとする。
- ② コア全体の反応状況、粗骨材の形状・種類・反応状況、モルタル部の反応状況、ひびわれの状況を観察し、スケッチするとともに細部について記述する。
- ③ 写真撮影は3-3-2（予備観察）に準じる。

3-3-4 スライス片観察

- ① コアは3-2（コアの採取・調整・保存方法）により約1～2 cmの長さに切断されたものとする。
- ② 観察・記載は3-3-3（詳細観察）に準じる。
- ③ 両端面の写真撮影を行う。

3-3-5 反応生成物の採取と分析

- ① 観察中に発見された反応生成物の採取をピンセット等を用いて行い、試料びんやチャック付ポリ袋等に保存する。
- ② 分析は3-5（コアの化学的調査方法）に従って行う。

解説

試料の観察の目的は、各種試験に用いる試料の初期の状態を記録しておくこと、骨材と劣化との関係をつかむ（反応性骨材のおおまかな特定など）ことにある。そのためこの項ではボーリングコア状の試料の外観観察法について規定する。

なお、不定形の試料についても本節に準拠して観察を行う。

3-3-1 構成

採取されたままのコンクリートコアの詳細な観察を行うことは、コアの重量、大きさ等を考えると困難である。そこで観察を3段階に区分した。これらは3段階とも実施することが好ましい（3-3-2（予備観察）のみの実施では十分な情報を得ることはできない）。

3-3-2 予備観察

予備観察では採取されたコアの分割の状況（バラバラになって採取された場合の前後関係）やおおまかなひびわれの分布をスケッチし、図3-3-1のような展開図とする。スケールは原寸ではスケッチの保存等に不便であるので1/2程度とする。

このスケッチ上に各種試験に用いるために切断した箇所を記入しておくとい。

写真撮影は側面を3枚に分けて撮り、両端面の写真と合わせてスケッチと対照できるよう展開図としておくこと。撮影の際にはスケールを入れておく。

3-3-3 詳細観察

詳細観察は反応状況の確認、粗骨材の岩種判定を目的として行う。この観察は代表的な部分（例えば反応が著しい部分および反応が認められない部分）のみについて行えばよ

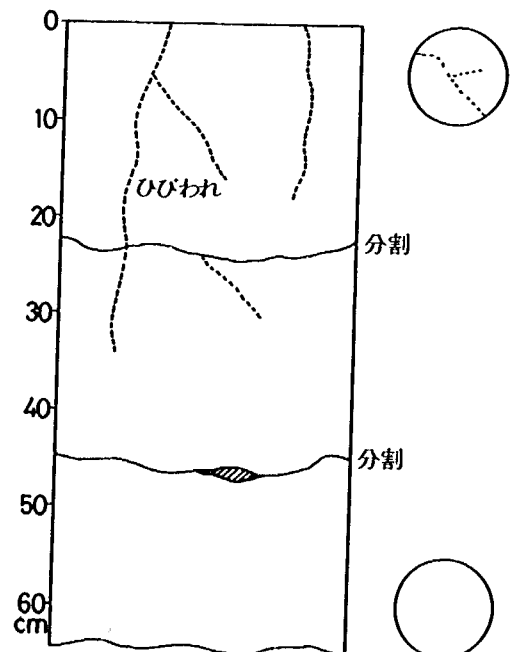


図3-3-1 スケッチ展開図

い。

- ① コアはスケッチや電子複写が可能のように（通常の複写機のガラス面は約5 kgまでの荷重に耐えうる）長さ20 cm以下に切断されたものを使用する。
- ② 粗骨材のスケッチは電子複写によるのが最も正確かつ容易に行える。その際、複写機のコピーランプの走査速度が遅い機種が便利である。なお、複写機が使用できない場合は、直接フィルム、トレーシングペーパーをコアに巻き付けてスケッチする。この時、粗骨材の外形、ひびわれ等を記入する。粗骨材の外形は円磨された砂利、角のない碎石の区別に注意してトレースしなければならない。電子複写を行った場合は、複写された用紙にトレーシングペーパーを重ね、上記のようにしておく。

観察は次の点に注意する。

i) 白色の反応性生成物の有無

骨材そのものに生じている場合、骨材の周囲に生じている場合、モルタル部に生じている場合、モルタル中の空隙を充填したスポット状の場合等の区別を観察する。

ii) 透明な粘りのある浸出物の有無

一見、コンクリートが濡れているようであるが、時間が経過してもなかなか乾かず粘着力があるようなものがあるかどうか。また、i) で述べた産状について観察する。浸出物が乾燥して白色となるかどうかASR判定の重要なポイントとなる。

iii) 上記白色反応生成物および粘りのある浸出物が特定の箇所や骨材から生じていないかどうか。

特定の骨材から浸出している場合、その骨材がアルカリシリカ反応を起こして生じたものと考えられるので、骨材の周辺を観察を入念に行う。また、その発生源となっている骨材を確認することは最も重要である。モルタル部についても特定の細骨材から生じていないかどうか注意する必要がある。

iv) ひびわれの分布と形態

ひびわれが粗骨材を横断したり、粗骨材からひびわれが始まっているか。また、ひびわれから反応生成物が浸出していないか、ひびわれが生成物によって充填されていないかを観察する。

v) 粗骨材の形状

円磨されているか否かによって産状を岩種別に推定する。

vi) 粗骨材の岩種区分

肉眼観察により岩種区分を行う。これは4-2（骨材の分離および観察方法）を実施した後の方がより正確に行えるので、4-2実施後に行ってもよい。また、3-4（コアの顕微鏡観察方法）および4-6（骨材のX線分析方法）を行った場合はその結果を吟味して、肉眼観察の結果をより正確なものに修正する必要がある。

vii) 粗骨材の反応状況

粗骨材の周縁に反応リム（粗骨材の周縁に中心よりも暗色のリムが生じる。これはアルカリシリカ反応と関係のないこともある）が生じていないか、骨材にひびわれが生じていないか。ⅰ）、ⅱ）の生成物が生じていないかを観察する。

観察の結果、反応生成物の分布、粗骨材の岩種等はトレース図に図示する（例えば色鉛筆を用いて塗り分ける）。その他、図示できない事項は記述する。

③ 写真撮影は 3-3-2（予備観察）の②の（写真撮影）に準じる。

3-3-4 スライス片観察

スライス片観察は 3-4（コアの顕微鏡観察）および 3-8（反応促進試験）を行うために薄くスライス（約 1～2 cm の厚さが適当である）されたコンクリートコアについて行う。岩石用顕微鏡で反応状況や岩種の観察をするに当たっては、それらが肉眼でどのように見え鑑定されていたかを知る必要がある。反応促進試験を行う場合も初期の状態を知っておくことが必要である。また、以下に述べるように 3-4、3-8 を実施しない場合でも、コアをスライスし観察することは非常に有意義である。

コンクリートコアを薄くスライスした場合、コア採取後には反応生成物が認められなかった場合でも、スライス断面から透明な粘りのある反応生成物が浸出して、この発生源となっている骨材が特定できることが多い。（表 3-3-1 に示す例のように火山岩類で、アルカリシリカ反応性試験（化学法）で有害なものからの生成物の浸出の割合が高く、チャート類からはほとんど浸出が認められない。また、無害のものからは 1 例を除くと全く浸出していないことが注目される。）

表 3-3-1 コアスライス後に反応生成物が認められた割合（例）

岩石	反応性	ゾル状物質生成率		
		有害	潜在的有害	無害
花崗岩類		—(%)	—(%)	0(%)
輝緑岩類		—	—	0
ひん岩類		—	—	0
花崗斑岩類		—	—	0
安山岩類		50	28	0
サヌカイト質安山岩類		100	100	—
石英安山岩類		0	—	—
流紋岩類		67	100	0
凝灰岩類		0	—	0
砂岩類		0	—	0
頁岩類		14	—	0
珪質頁岩類		0	—	—
チャート類		0	—	—
その他		—	—	0

（桑原ほか，1986）

3-3-5 反応生成物の採取と分析

反応生成物を採取しその成分を求めることは、構造物がASRを生じているかどうかを知る重要な鍵となる。そのため各段階での観察中に発見された生成物はできるだけ多く採取しておく必要がある。

採取に当たっては洗浄した鋭利なピンセットや小型の鋸サジを用いる。この際生成物を手指等で触れないこと、骨材・セメントペースト等と混合しないこと等に注意せねばならない。また、形態や色調の異なる生成物は成分が異なっていることが考えられるので混合しないことも必要である。

3-4 コアの顕微鏡観察

3-4-1 試料

3-2（コアの採取・調整・保存方法）により切断された厚さ約1～2cmのスライス片とする。

3-4-2 観察箇所の選定および肉眼観察

目的に応じ、観察箇所をスライス片上で選定する。薄片製作に先立ち、観察箇所の詳細観察を3-3-4（スライス片観察）に準じて行う。

3-4-3 薄片の顕微鏡観察

観察箇所から製作した薄片を偏光顕微鏡を使って観察する。

観察結果を以下のような項目別に記載する。

- ① 全体の反応の状況
- ② 粗骨材の岩種と岩種別の記載（反応性鉱物の記載）
- ③ 細骨材の岩種と岩種別の記載（反応性鉱物の記載）

必要に応じ、反応箇所、骨材等の顕微鏡写真を撮影する。

解説

3-4-1 試料

顕微鏡観察の主な目的は、コンクリート中に含まれている骨材の岩種を鑑定することにある。

試料はコアを薄く（厚さ約1～2cm）スライスしたものが、観察や薄片製作に便利である。

3-4-2 観察箇所の選定および肉眼観察

観察箇所は次のような目的によって異なる。

- ① 反応状況の観察
- ② 反応に関与している骨材の岩種判定
- ③ コンクリート中に含まれている骨材の岩種判定

反応状況の観察にはスライス片上で反応生成物が多量に生じている箇所やひびわれの多い所を選

ぶ。しかし、一般に反応生成物は非常にもろいため薄片製作の段階で消失してしまうことがほとんどである。

反応に関与している骨材の岩種判定を行うには、反応生成物を生じている骨材、または、4-5（骨材のアルカリ反応性試験方法）で疑いのあるとされた骨材を選定すればよい。

コンクリート中に含まれている骨材の岩種判定を行うには、肉眼観察で区分されただけの骨材を選定する。この目的のためには4-2（骨材の分離および観察方法）で分離された骨材について薄片を製作してもよい。

選定された観察箇所、その箇所を中心に24mm×32mm（通常のカバーガラスの大きさ）の枠を油性マジック等で記入する。なお、これ以上の大きさの薄片も製作可能である。この場合はその大きさの枠を記入しておくこと。

一般に薄片の製作枚数は限られるため、顕微鏡観察による結果と肉眼観察による結果を対応させておくことが必要である。肉眼観察は3-3-5（スライス片観察）に従って行う。不定形の試料であっても記載と写真撮影をしておく必要がある。

コンクリートは骨材部分とモルタル部分の硬度が異なるために、薄片製作時に両部分が分離することがある。そのため製作部分をあらかじめ樹脂等で固めておく必要がある。その他は通常の岩石薄片の製作法に従う。

3-4-3 薄片の顕微鏡観察

観察に当たっては、次の諸点に注意をする。

1) 非晶質な反応生成物や炭酸塩鉱物（方解石など）の有無とその存在形態。

（ひびわれや空隙を充填しているのか、骨材の周辺に分布しているのか等。）

2) 粗骨材の岩種。岩種別の構成鉱物と組織。反応リムがどのように見えるか。

3) 細骨材の構成岩種および鉱物。

4) 貝殻片や有孔虫などの有無。

5) 反応性鉱物の同定。従来、反応性があるといわれている鉱物等には、クリストバライト（クリストバル石）、トリディマイト（鱗珪石）、玉ずい、オパール、火山ガラスなどがある。

1枚の薄片ごとに記載および代表箇所をスケッチしておく他、構造物単位で反応状況、粗骨材・細骨材の岩石記載をまとめておくことよい。また、肉眼観察により判定していた岩石名を、顕微鏡観察結果により、より正確なものに修正しておく必要がある。

必要に応じ反応箇所、骨材等の写真を開放ニコル、直交ニコルの両条件下で撮影する。

3-5 コアの化学的試験方法

3-5-1 適用範囲

構造物より採取したコンクリートコアの化学的な調査に適用する。

3-5-2 構成

化学的調査はゲル成分調査，含有塩分量調査，および水溶性アルカリ量調査よりなる。

3-5-3 ゲル成分調査

コンクリート表面等に生成している反応生成物が珪酸ゲルであるかどうかは，「ゲル成分の分析方法(案)」に基づいて判定する。

3-5-4 含有塩分量調査

コンクリート中に含まれている含有塩分量の測定は，「コンクリート中の塩分の分析方法(案)」に基づいて行う。

3-5-5 水溶性アルカリ量調査

コンクリート中の水溶性アルカリ量の測定は，「コンクリート中の水溶性アルカリ金属元素の分析方法(案)」に基づいて行う。

解説

3-5-1 適用範囲

コンクリート構造物にASRが生じているかどうかを判定するために行う，コンクリートコアの化学的な調査に適用する。

3-5-2 構成

採取されたコアの化学的な調査として，ゲル成分調査，含有塩分量調査，および水溶性アルカリ量調査を行うことが望ましいが，調査目的およびコアの数量等を勘案して調査項目を選択してもよい。

3-5-3 ゲル成分調査

コンクリート表面に生じている反応生成物が珪酸ゲルであれば，ASRが生じている可能性が非常に高いので，反応生成物の成分を調査する方法である。

ゲル成分の分析方法として定まった方法がないので，JIS R 5202（ポルトランドセメントの化学的分析方法）を参考に分析項目を選定した。ただし，コンクリート表面に生成するものとして炭酸カルシウムなどが考えられるので，新たに炭酸を分析項目に加えることとした。

分析方法は二酸化珪素と酸化カルシウムおよび酸化マグネシウムを除く他の項目はすべて原子吸光度法とした。また，一般に採取される試料が少量であることを考慮して，不溶残分は二酸化珪素測定時に同時に測定することとした。炭酸は，二酸化珪素測定前に塩酸で処理し，その前後の質量の差と定義した。

コンクリート表面の生成物を採取するとき，コンクリートをかきとらないようにしなければならない。コンクリート中のセメントおよび骨材には，もともと多量の珪素が含まれているので，特に試料量が少ない時に，コンクリートが混入するとシリカゲルか否かの判定に及ぼす影響が大きいので注意が必要である。

調査目的と試料の量によって試験項目を選択することが望ましい。

一例を下記に示す。

調査目的 \ 試料量	5 0mg以上	10～50 mg	1 0mg未満	数 mg
シリカゲルか否かの判定	7-3	7-3	7-3	—
生成物の組成分析	7-1～7-7	7-1～7-7	—	—
参考としての判定	—	—	—	8

注) 表中の番号は付属資料2-3-1「ゲル成分の分析方法(案)」の節番号である。

シリカゲルか否かの判定は、とりあえず付属資料2-3-1「ゲル成分の分析方法(案)」の判定表にもとづいて判定することとした。

3-5-4 含有塩分量調査

海砂を使用していたり、波しぶきを受けるようなコンクリート構造物においては塩害を受けている可能性があると共に、塩分のナトリウムがASRに寄与することとも考えられるので、コア中の含有塩分量を調査するものである。

しかしながら、コンクリート中の塩分量の分析方法はいくつか提案されているが、いずれの方法も一長一短があるため、とりあえずJCIコンクリート構造物の腐食・防食に関する試験方法案のうち、「硬化コンクリート中に含まれる塩分の分析方法」に準拠して定めた。

3-5-5 水溶性アルカリ量調査

コンクリート中のアルカリと水がある種の骨材に作用することによってASRが生じると考えられている。このため、コンクリート中の水溶性アルカリ量を調査する方法である。

しかしながら、コンクリート中のアルカリ量を測定する方法は確立されていないので、実験的な検討を行いとりあえず作成したものであり、必ずしも十分な検討がなされていないので、今後さらに検討を加え、改善する予定である。

3-6 コア物理試験

3-6-1 吸水率試験および動弾性率の測定

- ① 3-6-2に示す圧縮強度試験および3-7に示すコア膨張量測定試験に用いるコアについて、吸水率および動弾性率を測定する。
- ② 3-6-2に示す方法および3-7に示す方法で調整したコアを110℃で48時間乾燥させる。
- ③ 乾燥したコアを $20 \pm 2^\circ\text{C}$ にもどし、供試体の高さの中央および両端面の直交する2つの直径(計6箇所)を0.2mmまで測定する。コアの高さを直交する2つの直径の端部(計4箇所)で測定する。測定点の平均をコアの直径および高さとする。
- ④ コアの絶乾重量 W_{cd} を0.1gまで測定する。
- ⑤ コアの動弾性率をJIS A 1127の縦振動測定による方法で測定、計算し、これを絶乾

時の動弾性率 E_{Dd} とする。

- ⑥ ③④⑤の測定後、直ちにコアを $20 \pm 2^\circ\text{C}$ の水中に入れ、 24 ± 2 時間吸水させる。
- ⑦ 吸水後、 $20 \pm 2^\circ\text{C}$ の状態でコアの表面に付着した水をふきとり、ただちにコアの湿潤重量 W_{cw} を 0.1 g まで測定する。
- ⑧ ⑤と同様にコアの湿潤時の動弾性率 E_{Dw} を測定する。
- ⑨ ④⑦よりコアの吸水率 A_b (%) を次式で 0.01% まで計算する。

$$A_b = (W_{cw} - W_{cd}) / W_{cd} \times 100 (\%)$$

3-6-2 コアの圧縮強度試験

- ① コンクリートの圧縮強度を確認する必要がある場合や、ASRによる劣化度判定の資料とする場合には、コアの圧縮強度試験を行う。
- ② コアは直径に対して高さが2倍となるように両端をカットする。両端面はなるべくコアの軸に直角となるようにする。高さが十分にとれないような場合でも、極力直径の1.5倍以上となるようにする。直径に対して高さが2倍とれないときには、適切な補正を行う。
- ③ 3-6-1の②から⑧までの試験を行った後、JIS A 1132 に準じてコアの両端をキャッピングする。
- ④ JIS A 1108 のコンクリートの圧縮強度試験方法に準じて圧縮強度試験を行う。

解説

コンクリート構造物の劣化の原因がASRによるものかどうかを判定するのには、吸水率や圧縮強度試験等の物理試験は直接には役立たない。しかしながら、これらは劣化要因の推定や劣化進行度の推定に役立つものである。

ASRを生じたコンクリートでは一般に弾性率が極端に低下するといわれており、動弾性率の測定はASR判定の一資料となろう。

圧縮強度試験についてはASRの判定というよりも、むしろ構造物が所要の耐力を有しているかどうかの判定の材料となるものである。しかしながらこの試験では3-7とは別に十分な長さのコアが必要となるため、コアの数が少ない場合にはむずかしくなる。コアの長さが十分とれず、直径の2倍以下となるときには、状況に応じて、例えばJIS A 1107に示される強度の補正を行う。この試験で生じた残砕は、4.に示す骨材試験に用いるのがよい。

なお、一般のコアについてもコアによる圧縮強度試験では別途製作した圧縮強度試験用供試体で得られた強度より低い強度となる場合が多い。構造物の耐力等を考察する場合はこの点を考慮する必要がある。

また、非常に高強度 (500 kgf/cm^2 を越えるもの) のコンクリートの場合にはキャッピングはイオウキャッピングとすると不適切な場合があるので注意を要する。

3-7 コア膨張量測定

- ① コンクリートの劣化がASRによるものか否か、また該当構造物のASRによる今後の劣化可能性をみるため、コアの膨張量を測定する。
- ② コアは直径に対し、高さが約2倍となるように両端をカットする。十分な長さがとれない場合でも少なくとも直径の1.5倍となるようにする。
- ③ 3-6-1②-⑧の試験を行った後、ただちにコアに長さ変化測定のための測定点を固定する。

長さ変化の測定は、コアの両端中央に測定点を固定する方法、または、コアの側面に2箇所の測線を設定する方法による。

なお、測定点の固定にコアの加工が必要な場合は、3-6-1②を行う前に加工を行うべく。

測定に用いるチップ等は測定中腐食を生じない材質のものとする。

- ④ $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ の状態で測定点間の距離を測定し、これを基長とする。
- ⑤ 骨材のアルカリシリカ反応性試験モルタルバー法建設省暫定案（別添）の9.に示す方法でコアを養生し、同法の10.～12.に示す方法で長さ変化を測定する。2測線で測定を行う場合は、コアの長さ変化率は、2箇所の測定点間の長さ変化率の平均とする。

解説

ASRを生じたコンクリート構造物から採取したコアはある条件のもとでは、さらに膨張を生じるとされている。このためこの膨張量を測定すれば、構造物の劣化がASRによるものかどうかの判定の材料となり、また、今後の構造物劣化進行推定の資料となる。

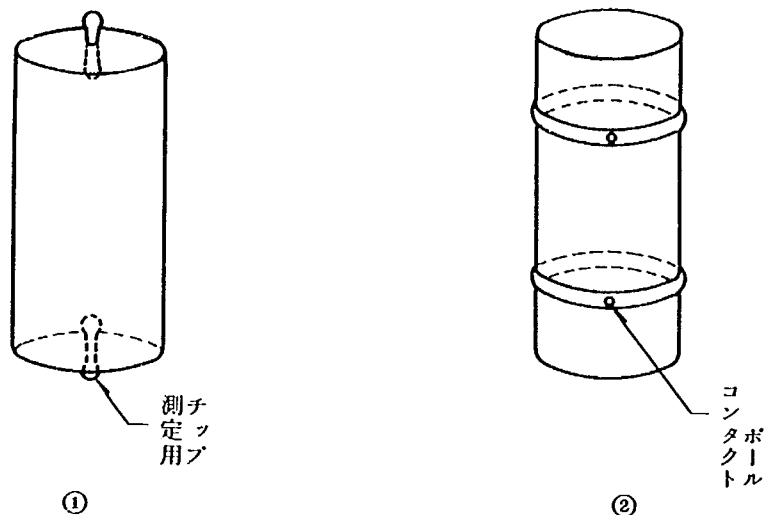
コアの膨張量の測定法は種々のものが提案されているが、コアの状態が現場ごとに異なること、現場から試験所へ輸送して試験を行うことを想定して手順を定めた。また養生条件は結果がある程度早期に得られるよう、骨材のアルカリシリカ反応性試験（モルタルバー法）建設省暫定案（別添）と同様のものとするに決した。

コアの膨張量試験は養生方法、測定時期等を骨材のアルカリシリカ反応性試験（モルタルバー法）建設省暫定案（別添）に準じて行う。ただし、ここでは搬入されたコアの搬入までの状態が一率でないので、いったんコアを乾燥させ、その後吸水させた状態を基準とすることにした。

コアの長さ変化を測定する方法についてはいくつかあるが、そのうち代表的なものは次の2つの方法である。十分な精度が得られればどちらの方法を選択してもよい。後者の場合、コアの一直径の両端にあたる部分に2つの測線を設定し、測線上に直径に相当する間隔の測定点を設定する。

- ① 両端に測定用チップを固定するもの
- ② 両側線に測定線を設定するもの

測定点を固定するものとしては現在は下図に示すようにステンレス製リングにステンレス製コンタクトボールを固定したものが主に用いられている。



養生や測定材令については骨材のアルカリシリカ反応性試験（モルタルバー法）建設省暫定案（別添）と同様に考えて、条項のように定めた。最終測定材令は、調査の目的やコアの膨張特性等を考慮して決めるのがよいが、一般には6ヶ月以上測定するのがよい。

3-8 コアの反応促進試験方法

3-8-1 適用範囲

構造物より採取されたコンクリートコアの反応性を確認するために、反応促進試験方法の1つであるゲルバット法を準用する。

3-8-2 試料

3-2（コアの採取・調整・保存方法）により切断された厚さ約1～2cmのスライス片とする。

3-8-3 使用機器と試薬

① 使用機器

プラスチック製容器、ビニール袋、上皿天秤、メスシリンダーを用意する。

② 試薬

飽和水酸化カルシウム溶液中に水酸化ナトリウムと水酸化カリウムを加え、それぞれの濃度を0.5Nとする。

3-8-4 初期観察

3-3-4（スライス片観察）に従い溶液浸漬前の観察を行う。

3-8-5 溶液浸漬

プラスチック製容器に試料が重ならないように並べ、試料の上面が溶液に漬からないように混液を注ぐ。蓋、ビニール袋等で容器を密閉し、室温に保つ。

3-8-6 経時観察

- ① 観察前に試料を溶液から取り出し、水道水で2～3時間水洗する。水洗後の試料を風乾させる。
- ② 新たに発生した反応生成物に注意しながら3-3-5（スライス片観察）に従って観察をする。
- ③ ピンセット等を用いて反応生成物を採取する。分析は3-5（コアの化学的調査）に従って行う。

解説

3-8-1 適用範囲

本試験法は反応促進試験方法の1つであるゲルバット法を構造物から採取されたコンクリートコアに適用したものである。本来のゲルバット法は、骨材を水セメント比0.4のセメントペースト中に埋め込み、アルカリ混液中に漬け反応生成物の発生をみるものである。

3-8-2 試料

試料は平坦な面のあるスライス片が、3-3-4（スライス片観察）による観察ができ、便利である。厚さは扱い易さと、できるだけ多くの断面で観察できることを考え合わせ約1～2cmとした。その他、不定形の試料でも試験の実施は可能である。試料には上下がわかるよう印をつけておく。試料は粗骨材の全岩種が網羅されるよう用意する。

3-8-3 使用機器と試薬

- ① 使用機器 容器はアルカリ性溶液を入れるのでこれに侵されないような材質のものでなければならない（ガラス製品およびホーロー製品はアルカリに溶けるので不可）。さらに、容器はアルカリ溶液が空気中の炭酸ガスと反応するのを避けるため、密閉できるふた付のものがよい。ふたがない場合はビニール袋等を容器の口に密着させ、空気の入りを止める。上皿天秤は試薬を秤量するのに用い、感量は0.1gで十分である。メスシリンダーは1000mlまたは500mlでよい。
- ② 試薬 試薬は分析に用いる訳ではないので1級でよい。また水も蒸留水で十分である。しかし、水道水には塩素等のイオンが含まれているため、水道水は使用しない方がよい。

アルカリの混液はまず水酸化カルシウムの飽和溶液（水酸化カルシウムは1000mlの水に1.292gしか溶けない。すなわちこれ以上の量を入れると飽和溶液ができる）。次に水1000mlに対して20.0gの水酸化ナトリウムと28.1gの水酸化カリウムを加えればそれぞれ0.5Nの溶液となる（20.0gと28.1gはそれぞれ純度100%のときの値である。実際には試薬の純度で換算しなければならない）。

3-8-4 初期観察

本法によって新たに生成された反応生成物を発見するため、またどのような骨材に反応生成物が生じるかを確認するためには、溶液浸漬前の観察が必要である。

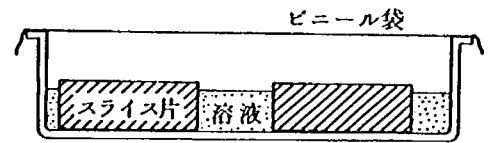


図3-8-1 スライス片の浸漬法(断面)

3-8-5 溶液浸漬

図3-8-1のように試料の上面が溶液に漬からないようにする。これはたえず溶液と接している面で生成した反応物が溶液中に再溶解する恐れがあるためである。すなわち後の観察では主にこの面を注目する。

試験温度は高い方が反応が促進されと考えられるが、高温では反応生成物の再溶解の恐れがあるので、室温で試験することとした。

3-8-6 経時観察

- ① アルカリ溶液は皮膚を侵すので、試料を洗浄する必要がある。また、洗浄せずに乾燥させるとアルカリ溶液中の成分が晶出し、反応生成物との区別がつかなくなる。よって試料を流水で2～3時間洗浄し、アルカリ溶液を洗い落とす。この時、流水を直接試料に当てないように注意すること。
- ② 溶液浸漬後どの位時間が経過したところで観察するかは、コンクリートの性状などによって異なる。反応の早いもので約10日で反応生成物が生じるようである。また1回目の観察で反応生成物が見つからなかった場合は、再度溶液に入れる必要がある。新たに生じた生成物は微細であることが多いので、ルーペ等を用いるとよい。
- ③ 新たに生じた生成物ともともとあった生成物とを、採取後に混合してはならない。それは両方で成分が異なっていることが考えられるからである。必要に応じて、3-5(コアの化学的試験)に従って成分分析を行う(3-3-5(反応生成物の採取と分析)解説参照)。

参考文献

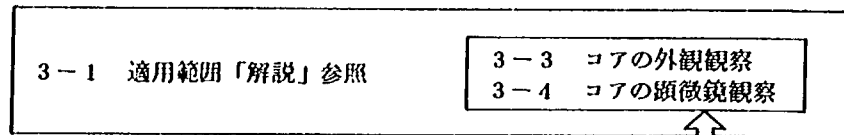
桑原啓三・平野 勇・脇坂安彦・阿部昌彦・長沢政和・守屋 進・西崎 到・小林茂敏・小野金造
・河野広隆・窪田洋司(1986)コンクリートの劣化実態調査報告(1), 土木研究所資料,
№2369, 建設省土木研究所。

4. コンクリート中の骨材の試験方法

4-1 適用範囲

本試験は現存コンクリート構造物中の骨材に適用し、採取したコアの本数、量、状況および調査の目的、要求される精度等を勘案して、4-2から4-5に示す試験を適宜組合わせ、試験を行う。

3. 採取コアの調査



4. コンクリート中の骨材の試験

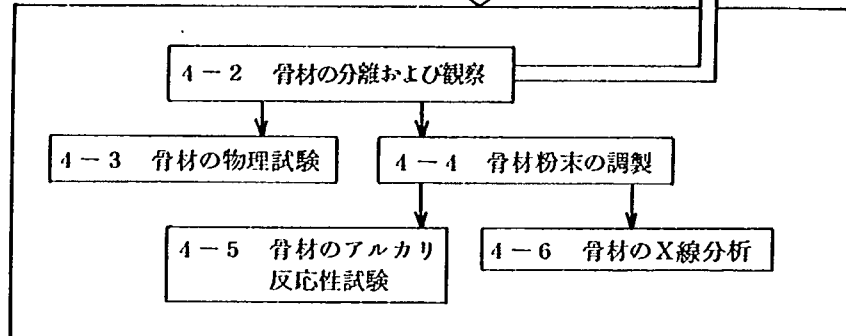


図 4-1-1 骨材の試験のフロー

解説

コンクリート中の骨材試験の目的は、反応性骨材を特定し、さらにその骨材によって構造物が ASR による劣化を起しているかどうかを判断することにある。試験に当たっては、採取されたコンクリートの量、劣化の程度、含まれている粗骨材の岩種と岩種数などによって 4-2 から 4-6 の試験を適宜組合わせて実施すればよい。

なお、図 4-1-1 に代表的な試験のフローを示す。

4-2 骨材分離および観察

4-2-1 適用範囲

コンクリート構造物から採取されたコンクリート片からの骨材の分離方法、分離された骨材の観察方法および反応生成物の採取法について規定する。

4-2-2 試料

ボーリングコア状の採取試料あるいは不定形のもの約 5 ～ 15 kg を用意する。

4-2-3 分離前のコンクリートの観察

試料がボーリングコア状の場合は 3-3-4 (詳細観察) に従って分離前の観察をしておく。

4-2-4 粗骨材とモルタル部との分離および反応生成物の採取

- ① 鉄板の上にコンクリートを置き、できるだけモルタル部と粗骨材が分離するよう注意しながらハンマーにて粉碎する。この時に反応生成物があった場合は、ピンセットを用い採取する。

ある程度分離された粗骨材に付着しているモルタルを、鋭利なハンマーを使用してたた

き落とす。

- ② ハンマーでたたき落とせなかったモルタルを塩酸（１＋１）を使用して洗い落とす。プラスチック容器に粗骨材を入れ、これらがすべて浸漬するまで塩酸を注ぎ、１時間浸漬する。塩酸から取り出した粗骨材の付着物を水中で歯ブラシ等を用いて落とす。その後流水にて１昼夜洗浄する。流水洗浄後、超音波洗浄器にて洗浄水が透明になるまで洗う。最後に約５０℃にセットした乾燥機にて乾燥させる。

４－２－５ 細骨材とセメントペーストとの分離および反応生成物の採取

- ① 粗骨材から分離されたモルタル約３００ｇをジョークラッシャーあるいは鉄乳鉢で粉砕する（約２～３mmの粒度まで）。この際、気がついた反応生成物をピンセットを用いて採取する。
- ② ２～３mmの粒度になったモルタルを円盤型粉砕機あるいは鉄乳鉢で粉砕し、全量が３００μmのふるいを通過するようにする。ふるいを用いて１５０～３００μmに粒度調整をする。
- ③ 塩酸（１＋１）で５～１０分間（炭酸ガスの発泡がなくなるまで）洗浄する。さらに流水にて数時間洗浄する。流水洗浄後、超音波洗浄器にて洗浄水が透明になるまで洗う。最後に約５０℃にセットした乾燥機にて乾燥させる。

４－２－６ 粗骨材の観察

分離された粗骨材を肉眼観察によって岩種区分し、岩種ごとに組織、構成鉱物などについて記載する。

解説

４－２－１、２ 適用範囲、試料

ここではコンクリート中の骨材の分離方法および観察方法について規定する。反応性骨材の特定を行うことのみが目的である場合は、不定形の試料でもよいが、反応性骨材と構造物の劣化との関係を考察する場合には、ボーリングコア状の試料の方が好ましい。

また、３－６－２（コアの圧縮強度試験）を行った場合には、試験後の試料を用いてもよい。

コア試料の必要量は、含まれている粗骨材の岩種数および実施する試験項目等によって異なってくる。一般にコンクリート中の粗骨材は、砕石で５～１０種、砂利で１０～３０種含まれているようである。このような場合、５～１０種の骨材について４－５（骨材のアルカリ反応性試験方法）を実施するには、約５～１５kgのコンクリートを粉砕しなければならない。

４－２－３ 分離前のコンクリートの観察

コンクリート中にある粗骨材を分離せずに岩種区分した場合と分離後に区分した場合では区分が異なることが多く、分離の前後に骨材の観察をしておくことが必要である。なお、分離前の観察は同一構造物の骨材分離を行わない試料について同様な観察が実施されている場合は、分離試料について改めて行う必要はない（ただし、両試料が同種の骨材を含んでいる場合のみ）。

4-2-4 組骨材とモルタル部との分離及び生成物の採取

- ① コンクリートを粉砕するにはクラッシャーを使用することも考えられるが、これを使用すると粗骨材までも破壊されてしまい骨材の分離には不適切である。そこでハンマーを用いて注意深くモルタル部と骨材とを分離するのが最も効率的である。採取した反応生成物は必要に応じて3-5(コアの化学的調査)によって分析する。ある程度モルタルから分離された粗骨材を、鋭利なハンマーを使って付着物をこまめに除去していく。この過程でできる限り付着物を除いておく。
- ② 上記の過程で除去できなかった付着物を化学的に取り除く。塩酸は濃塩酸を使用すると骨材に与える影響(後述のように骨材中の各種成分が溶出する)が大きい。逆に希釈しすぎると付着物を除去する効果が薄らぐ。そこでここでは(1+1)の塩酸を用いることとした。ハンマーで大半の付着物が除去されていれば、1時間程塩酸に浸漬すればほとんどの付着物が除去できる。それでも除去できない場合はさらに塩酸に漬け、物理的な方法(塩酸中でピンセット等を用いて落とす)を加える。この際、塩酸に長時間漬けすぎないように注意する。図4-2-1に示すように塩酸に長時間漬けると骨材中の成分が溶出し、4-5(骨材のアルカリ反応性試験)の結果

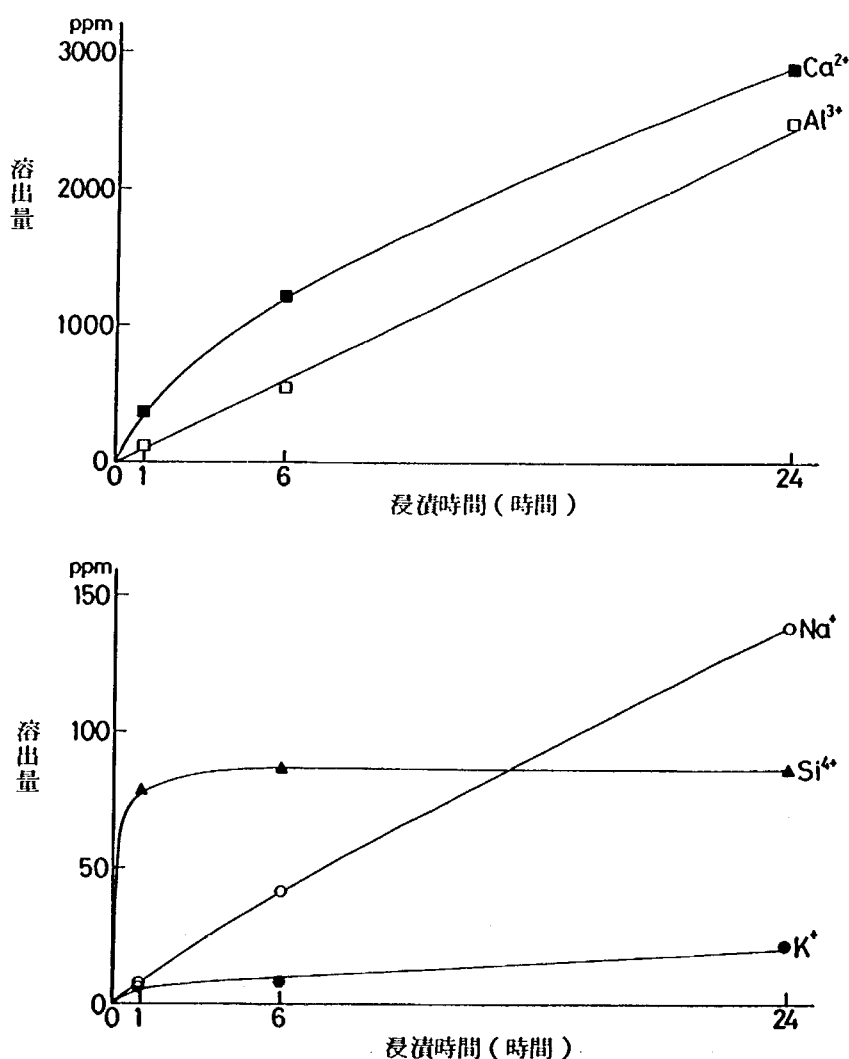


図4-2-1 塩酸(1+1)による安山岩からのイオンの溶出

に影響を及ぼす(4-5 解説参照)。

次に歯ブラシ等を用いて付着物を完全に除く。その後、流水にて塩酸を完全に除く。骨材中に吸着された塩酸を残しておくと、後の試験結果に影響を与える。塩酸が残っていると骨材から塩酸臭がし、乾燥後骨材表面が黄色くなる。洗浄はこれらがなくなるまで行う必要がある。

流水で洗浄できなかった微粒分を超音波洗浄器を用いて洗い落とす。流水で十分洗浄してある場合は、この過程は必ずしも必要ではない。

乾燥は絶乾(100~110℃)では骨材中の吸着水まで除去されてしまい、後に骨材の全岩化学分析(本調査法では扱っていない)を行う時の結果に影響を与える。このため乾燥温度は約50℃とした。また、3-6(コアの物理試験)を実施したコアから分離した骨材および3-4(骨材の物理試験)を実施した骨材は、全乾状態を経ているので、化学分析に用いるには好ましくない。

以上の方法で分離された粗骨材は、同一構造物であっても採取部位が異なる場合(例えば劣化の著しい部位およびそうでない部位から採取した場合)はそれらを混合しないようにする。

4-2-5 細骨材とセメントペーストとの分離および反応生成物の採取

細骨材とセメントペーストは密に付着しており、粗骨材と同様な方法では分離をすることが不可能である。そこで、ここでは4-5(骨材のアルカリ反応性試験)および4-6(骨材のX線分析)に用いる細骨材試料を作製することを目的にした。本法は基本的には、モルタル部を粉砕して4-5に用いる粒度に調整した後に塩酸処理を行い、細骨材とセメントペーストの分離を行うものである。本法で注意すべき点は次の点である。その他は4-2-4に従うこと。

全量が300μmのふるいを通過するようにするが、この時全量を1度に300μm以下にしようとすると、微粒分が多くなり過ぎ効率が悪い。そこで全量を10~20等分位にしたものを粉砕し、ふるいにかけるとよい。

4-2-6 粗骨材の観察

3-3(コアの外観観察)でコア中の粗骨材を岩種区分した際よりも、分離された粗骨材の方が観察が容易かつ正確に行える。このため、分離された粗骨材の岩種区分をし岩石記載を行うことは重要である。また、ここで行われた岩種区分と3-3で行った岩種区分の結果とを対応づけておく必要がある。

時々、反応生成物が骨材に付着していることがある。この場合は、生成物が骨材のどの部分から析出しているか観察をしておく。

4-3 骨材の物理試験

4-3-1 適用範囲

コンクリート中から分離された粗骨材の比重および吸水率試験方法を規定する。

4-3-2 試験方法

試験方法は、試料の必要量以外は JIS A 1110-1976 (粗骨材の比重および吸水率試験方法) に準拠する。

解説

4-3-1 適用範囲

コンクリート中にある粗骨材はアルカリ環境下にあるため、その物理的、化学的性質が原石と異なっていると考えられる。さらに、ASRに関与している粗骨材では反応のために物理・化学的性質が、同一構造物であっても劣化の著しい部位のものとそうでない部位からのものでは異なっていると考えられる (現在までに得られたデータによると、ASRに関与している粗骨材の吸水率は、劣化の著しい部位のものの値の方が、劣化をしていない部位のものの値よりも大きい傾向にある。一方、ASRに関与していない粗骨材の値は劣化の程度によらず一定の傾向にある)。すなわち、劣化程度の異なる部位から採取された同一種類の骨材の物理量を比較することにより、反応性骨材が特定できる可能性がある。そこで、ここではコンクリートから分離された粗骨材の比重および吸水率の試験方法について規定する。

4-3-2 試験方法

JIS A 1110-1976 (粗骨材の比重及び吸水率試験方法) では、試料の必要量が粗骨材最大寸法 25 mm 以下のときは約 2 kg、25 mm 以上のときは約 5 kg となっている。しかし、コンクリートから分離した粗骨材をこれだけの量用意するのは不可能である。よってここでは 4-2 (骨材の分離および観察方法) で岩種区分された岩種ごとに、40 g 以上の量で試験を実施することとする。また、試料は二分しないで用いる。よって JIS の精度の項は除外する。

反応性骨材を特定するためのデータを得るためには、劣化程度の異なる部位からの粗骨材の岩種ごとに試験を実施する必要がある。

本試験に使用した骨材を全岩化学分析に使用するのは好ましくない (4-2-4 「解説」 参照)。

4-4 骨材粉末の調製方法

4-4-1 適用範囲

コンクリート中から分離された粗骨材から、4-5 (骨材のアルカリ反応性試験) および 4-6 (骨材の X 線分析) に用いる粉末試料を調製する方法、同じく分離された細骨材から 4-6 に用いる粉末試料を調製する方法について規定する。

4-4-2 粉末試料の調製 (粗骨材のアルカリシリカ反応性試験 (化学法) 用)

粗骨材約 200 g を約 10~20 g 位ずつ鉄乳鉢へ入れ粉砕する。粉砕した試料をふるいにかけ 150 μ m 以上 300 μ m 以下のものを採取し、4-5 に用いる。150 μ m 以下のものも採取しておく。また、300 μ m 以上の試料は再度粉砕し、すべての試料が 300 μ m 以下になるよ

うにする。

4-4-3 粉末試料の調製（粗・細骨材のX線分析用-1）

4-4-2 で調製された $150\ \mu\text{m}$ 以下の試料あるいは $150\sim 300\ \mu\text{m}$ の試料および 4-2-5 で調製された $150\sim 300\ \mu\text{m}$ の試料約 $2\ \text{g}$ を鉄乳鉢で肉眼により粒が見えなくなるまで粉砕する。

上記試料および $150\ \mu\text{m}$ 以下の試料をメノウ乳鉢で $40\sim 10\ \mu\text{m}$ 程度（指先でつまんで粒を感じなくなる程度）まで粉砕する。

4-4-4 粉末試料の調製（粗骨材のX線分析用-2）

粗骨材約 $10\ \text{g}$ を鉄乳鉢にて $2\sim 3\ \text{mm}$ の粒度になるまで粉砕する。上記試料から四分法によって約 $2\ \text{g}$ を取り、4-4-3 と同様に微粉砕する。

解説

4-4-1 適用範囲

コンクリート中から分離された粗骨材、細骨材からそれぞれ 4-5（骨材のアルカリ反応性試験）および 4-6（骨材のX線分析）に用いる粉末試料を調製する方法について規定する。ただし 4-5 に用いる細骨材の調製法は、4-2（骨材の分離および観察）で規定してある。

4-4-2 粉末試料の調製（粗骨材のアルカリ反応性試験用）

この方法で粉末試料を調製した場合は、元の試料重量の約 $1/2$ が、4-5 に用いる $150\sim 300\ \mu\text{m}$ となる。4-5 では理想的には $75\ \text{g}$ の試料を必要とするので、必要最低限の原試料は約 $150\ \text{g}$ となる。ここでは余裕をみて約 $200\ \text{g}$ とした。なお、これ以下の量しか得られない場合でも約 $50\ \text{g}$ 以上あれば 4-5 の試験を実施できる（4-5「解説」参照）。

用いる試料が kg 単位であればクラッシャーを使用した方が容易に粉末試料ができるが、コンクリート中から分離された試料の場合は量が少なくクラッシャーを用いると目的外の粒度の粉末が多量にでき効率が悪い。そこで、ここでは効率よく目的粒度の粉末が得られる鉄乳鉢を使用することとする。

全試料を一度に粉砕すると粒度が細くなりすぎるので、少量ずつを粉砕しそのつどふるい分けをすることが必要である。

$150\ \mu\text{m}$ 以下の試料は 4-6 に供するためにとっておく。

4-4-3 粉末試料の調製（粗・細骨材のX線分析用-1）

ここでは 4-6 用の粉末を調製する。4-5 に使用した試料の鉱物組成を知りたい場合は $150\sim 300\ \mu\text{m}$ のものを試料とすればよい。細骨材ではこの粒度の粉末は多量に得られるが、粗骨材では 4-5 のみで使い切ってしまうことが多い。その場合は $150\ \mu\text{m}$ 以下のものを試料とする。粒度によって鉱物組成が多少異なっている恐れがあるが、半定量分析であれば問題はない（定性分析であれば全く問題はない）。

4-4-4 粉末試料の調製（粗骨材のX線分析用-2）

4-5を実施しない粗骨材を試料とする。試料の均一性を図るため実際に必要な量よりも多い量をあらかじめ粉碎しておき、四分法で縮分する。この時、粒度の粗い試料ほどより多く用い、細かくしておくことが必要である。

4-5 骨材のアルカリシリカ反応性試験方法（化学法）

4-5-1 適用範囲

コンクリートより取り出した骨材のアルカリシリカ反応性を、化学的方法で判定するための試験方法について規定する。

4-5-2 試験方法

骨材のアルカリシリカ反応性試験は、「骨材のアルカリシリカ反応性試験（化学法）建設省暫定案」に基づいて行う。

解説

4-5-1 適用範囲

コンクリートコアより4-2-5, 6で取り出した骨材の、アルカリ反応性を調べるための試験方法である。

4-5-2 試験方法

コンクリートより取り出した骨材は、すでに長期間にわたってアルカリ環境下にあったため、そのアルカリ反応性はコンクリートに使用される前とは異なることが考えられる。また、コンクリートから骨材を取り出す時、4-2-5, 6において塩酸でペースト部分を除いているが、塩酸で処理する時間が長くなると図4-5-1に示すように骨材のアルカリ濃度減少量と溶解シリカ量は、岩種に差はあるものの増加の傾向にある。これをASTMの判定図にプロットすると、図4-5-2に示すように塩酸処理時間が長くなると無害から有害へ変わるものもでてくる。このように岩種によって塩酸による影響に差はあるものの、境界線付近の骨材は塩酸処理時間が長いと有害と判定されることもあるので判定には十分な注意が必要である。（塩酸処理の影響については4-2-5「解説」も参照。）

「骨材のアルカリシリカ反応性試験（化学法）建設省暫定案」のうち、4.試料の調整は4-2（骨材の分離および観察方法）、4-4（骨材の粉末調整方法）に従う。

また、5.アルカリシリカ反応性試験においては試料25gを繰り返し3回で計75gの試料が必要となるが、試料が75gに満たない場合には、60g以上75g未満のときは20gで繰り返し3回で、40g以上60g未満のときは20gで繰り返し2回、50g以上60g未満のときは25gで繰り返し2回で行ってもよい。ただし、繰り返し2回の値がその平均値より10%以上ずれているときにはその

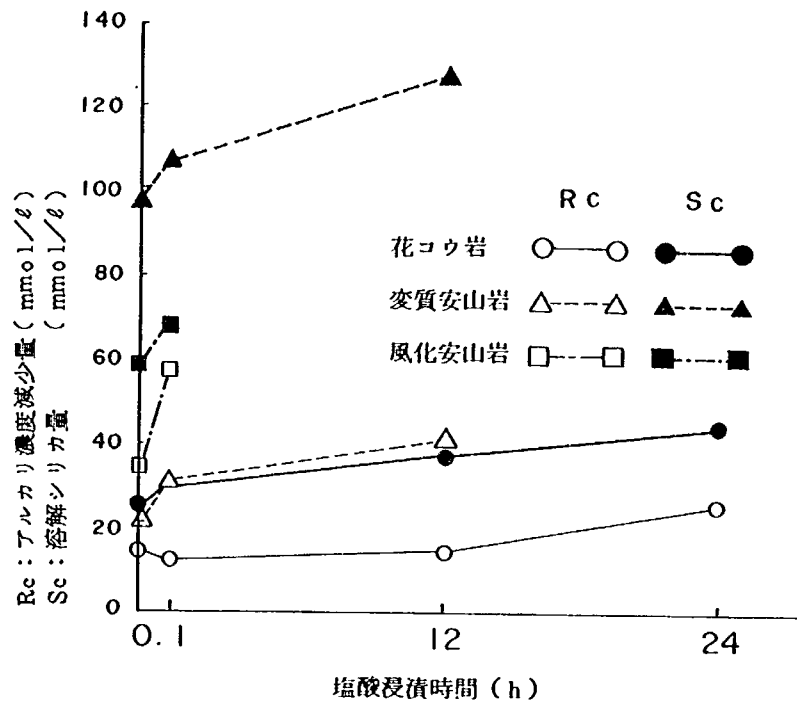


図 4 - 5 - 1 塩酸処理時間の影響

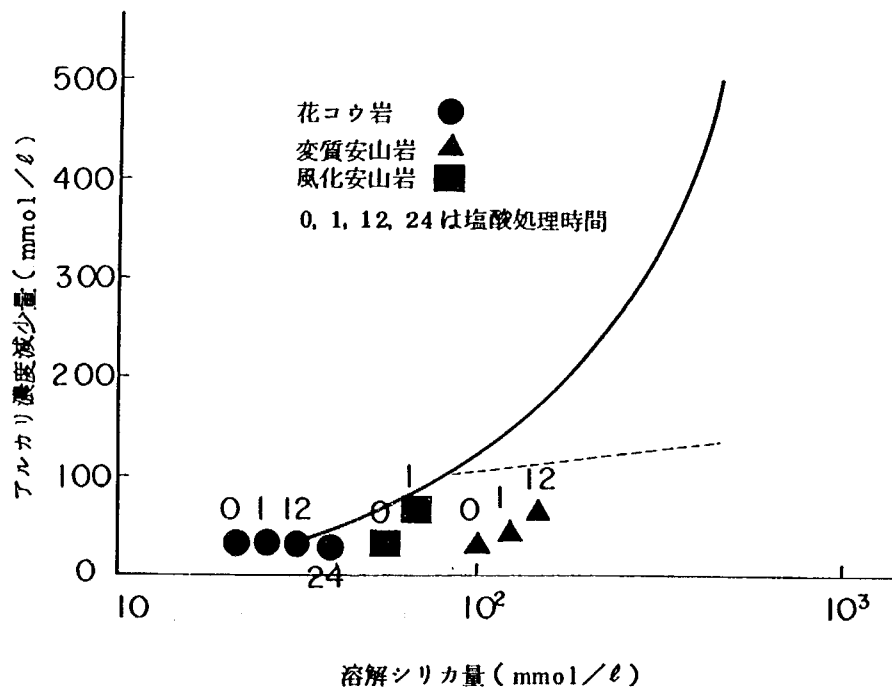


図 4 - 5 - 2 塩酸処理時間の影響

値は参考値とする。さらに、試料が少ないときは、25gか20gで繰り返し1回で行い、この値は参考とする。

4-6 骨材の粉末X線回折試験

4-6-1 適用範囲

コンクリート中から分離された粗骨材、細骨材の粉末X線回折試験方法について規定する。

4-6-2 X線回折

- ① 4-4（骨材粉末の調製方法）により粉末X線回折試験用に調製された粗骨材、細骨材を用いて粉末X線回折を行う。
- ② 回折チャートのピークの 2θ を読み、それを面間隔に換算し、面間隔とピークの相対強度をASTMカード等と対照して含有鉱物を同定する。

解説

4-6-1 適用範囲

コンクリート中から分離された粗骨材・細骨材を構成している鉱物の粉末X線回折定性分析方法について規定する。本法によって3-4（コアの顕微鏡観察）で同定不能であった鉱物（例えば粘土鉱物等）も同定することもできる。しかし、玉ずいのようにX線的には同定ができなくても、顕微鏡では同定できるものもある。このように、骨材を構成している鉱物を同定するためには両法を併用することが望ましい。

4-6-2 X線回折

- ① 走査範囲(2θ)は 60° あるいは 40° から 4° 位まででよい(Cu管球の場合)。その他の測定条件は要求される精度、含有鉱物の種類・量比などから適宜決定する。

- ② 鉱物の同定 反応性のある鉱物等として従来次のようなものがあげられている。

- i) クリストバライト 安山岩、流紋岩などの火山岩に含まれている場合、高温型斜長石と共存していることが多い。両者が共存しているとき少量のクリストバライトをX線回折パターンから同定することは困難である。

それはクリストバライトの(101)面の位置(21.98°)と高温型斜長石の(201)面の位置(22.04°)が接近しており分解できないからである(図4-6-1)。そこで斜長石の(201)面と(130)面の強度比が理想的には、(130)面のピークに他のピークが重複していない時は80:58であるので、この比以上に(201)面の強度がある場合はクリストバライトの存在が考えられる。

- ii) トリディマイト 安山岩、流紋岩に含まれている。クリストバライトと伴って産することもある。

iii) 玉ずい 細いせんい状の石英と微量のオパール
の集合体である。このためX線分析では石英の
回折パターンが現れる。熱水変質を受けた火山岩
やチャートなどの堆積岩中に含まれる。

iv) オパール いろいろな岩石中に他の鉱物から
の分解物として微量に含まれている。非晶質であ
るのでX線回折では同定できない。

v) 火山ガラス 火山岩や凝灰岩中に含まれてい
る。非晶質であるのでX線回折では同定できない
が、ある程度以上含まれていれば、X線回折パタ
ーンのバックグラウンドが高くなり存在がわかる。

クリストバライト・トリディマイト等の反応性シリ
カ鉱物が水酸化ナトリウム溶液に可溶であるので、水
酸化ナトリウム溶液処理前後のX線回折強度を比較し、
これらの反応性鉱物を確認する方法がある(中野ら、
1985)。

また逆に反応性シリカ鉱物以外の鉱物をリン酸法を
用いて溶解する方法もある(安・丸嶋, 1985)。

参考文献

Borg, I. Y. and Smith, D. K. (1969) Calculated X-ray
powder patterns for silicate minerals.

Geological Society of America Memoir, 122,
896 pp.

中野錦一・小林茂広・長岡誠一・新井川敏一(1985)
粉末X線回折法を用いた反応性骨材の一判定方法,
大阪セメント技報, No 52, 1-6。

安 伸二・丸嶋紀夫(1985) リン酸法を応用したア
ルカリ骨材反応に関する2, 3の検討, 第39回セ
メント技術大会講演要旨, 184-185。

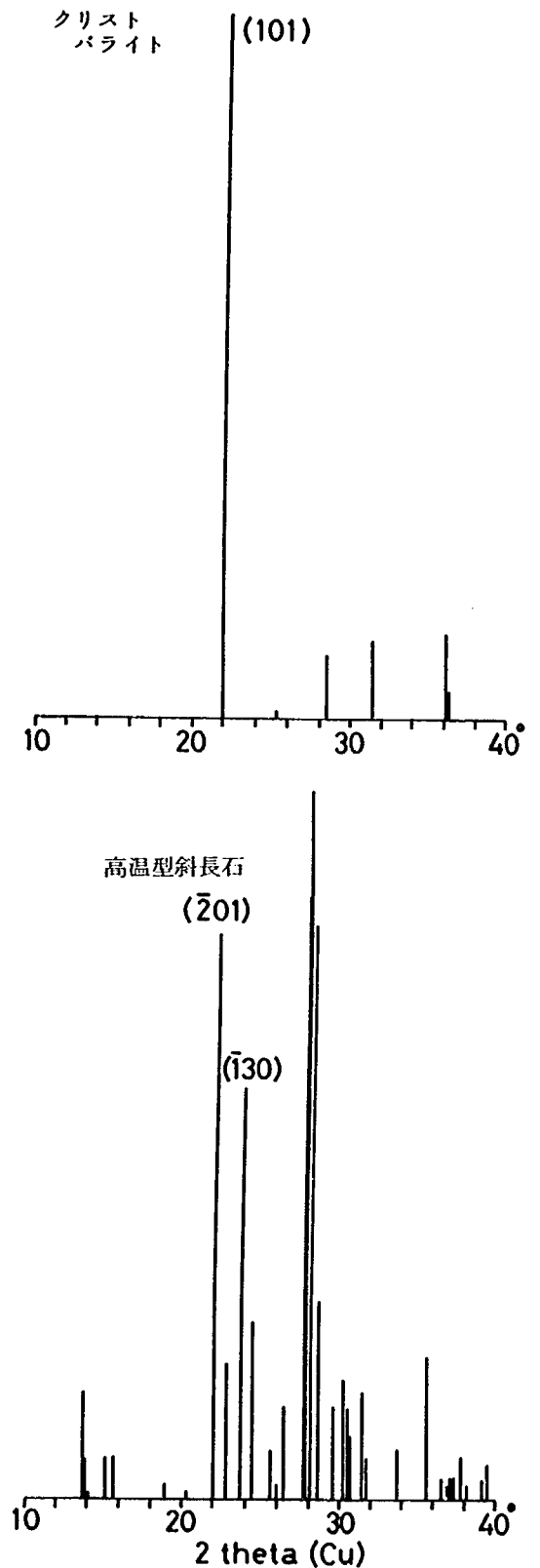


図4-6-1 クリストバライトと高温
型斜長石のX線回折パターン
(Brog & Smith (1969) のデー
タから作図)

5. 判定方法

5-1 総 則

この判定は、原因不明の異常なひびわれ等の構造物の劣化の原因がASRによるものであるか否かの判定を調査、試験によって行うのに適用する。

解説

建設後、数年を経過したコンクリート構造物に、乾燥収縮、凍結融解等の原因以外の、原因不明の異常なひびわれ等の劣化を生じている場合、その劣化の原因がASRであるか否かの判定は、次の2つの場合がある。

- ① 構造物の現地調査（主として目視調査）による場合。
- ② 当該構造物からの採取コアを用いた調査による場合。

第一段階としての判定は、当該構造物の現地調査（主として2-5 目視調査）により主にひびわれ状態によってASRの疑いがあるか否かを判定（5-2）する。第二段階として当該構造物からコアを採取し、調査、試験（3および4）を実施し、個々の試験結果でまずASRの現象を生じているかを判断（5-3）するが、当該構造物がASRを生じているか否かの判定（5-4）は、単一の調査、試験結果でなく、複数の試験結果を総合的に判断して行う。

5-2 現地調査による判定（主として目視による場合）

現地調査によって当該構造物にASRの疑いがあるか否かの判定は、現地調査結果を総合的に判断して行う。

解説

構造物の目視によってASRの疑いがあるか否かを判定するために、2に述べた方法で観察し、次のような現象（特に①～④の現象）が複合して生じていれば、ASRである疑いが高い。またこのような現象が見られる構造物の近隣の構造物がASRと判定されていれば、当該構造物はASRであると判断してもよい（写真5-2-1参照）。

- ① 無筋コンクリートで表面に間隔5～30cm程度の亀甲状のひびわれがあり、ひびわれ幅が0.5mm以上に達する。
- ② 鉄筋コンクリートで主鉄筋方向にのびる幅の広いひびわれ、あるいは亀甲状のひびわれがあり、ひびわれは特に乾湿の繰り返しを受ける所や鉄筋のない隅角部に多い。

- ③ 目地のふさがり，目地材のはみ出し，隣接間の競り合い。
- ④ 反応性骨材の回りあるいはひびわれからの浸出物（珪酸ゲル）があり濡れ色に見える，あるいは乾燥して白濁色になっていることが多い。
- ⑤ コンクリート中の骨材に反応リングの存在。
- ⑥ 超音波伝播速度が相対的に異常に遅い。
- ⑦ シュミットハンマーによる反発度が相対的に異常に小さい。

コンクリートの劣化原因は数多いが，その多くはコンクリート表面にひびわれを生じさせる。ASRによるものは比較的広い範囲に幅の広いひびわれが生じることが特徴であるが，類似したひびわれには塩害，凍結融解，乾燥収縮（特にモルタル仕上げのもの），温度応力等によるものがある。

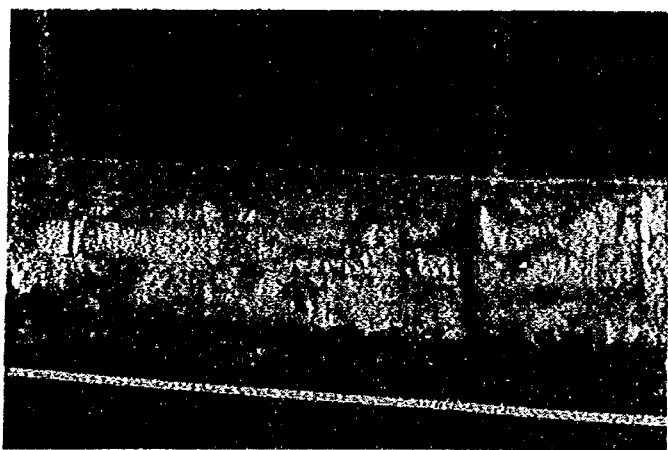


現象①
(④もみられる)



現象②
(④も認められる)

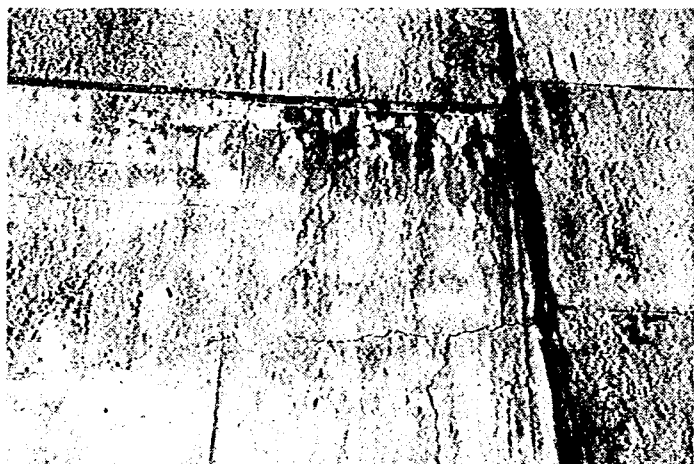
写真 5 - 2 - 1 ASRの外見的特徴



現象③



現象④



現象②③④の
合併したもの

写真 5 - 2 - 1 (つづき) ASR の外見的特徴

表 5 - 2 - 1 ひびわれの成因と特徴

成 因	ひびわれ幅	外 見	位 置	そ の 他
A S R	広い 進行性あり	亀甲状あるいは鉄筋に沿う	無筋や配筋量の少ない所に多い	水分の供給のあるところに発生しやすい
塩 害	広い 進行性あり	錆汁を伴うことが多い	かぶりの薄い構造物に多い	海岸部が多い
乾燥収縮	進行性ほとんどなし	部材では方向性があることが多いがモルタル仕上げ等で亀甲状		鉄筋の拘束によって生じる場合は鉄筋と直角方向でひびわれ幅は比較的小さい
温 度	進行性なし	方向性あり、拘束面と直角方向	マスコン等で生じ易い	発生位置が予測可能な場合が多い
凍結融解	冬期に進行	亀甲状、表面劣化を伴う	場所によって異なるが日射のある所等凍結融解が繰り返される所	寒冷地、水の供給のある所
外 力		方向性あり	位置に限られる	
化学作用		表面劣化を伴う	有害物質の作用する位置	特殊環境下、海洋部等要因が明瞭である
A S R 以外の有害骨材による劣化		ポップアウト等を伴うことが多い		有害骨材の影響は必ずしも明確になってないものもあるが特徴的な様相を伴うものあり

ASRは、反応によって生じたゲルの膨張によってコンクリートが膨張するという現象で特徴づけられ、このため、ASRによって生じたひびわれは膨張性のひびわれであり、反応が進行している間は拡大するのが特徴である。しかし、塩害や凍結融解によるものも進行性があるなど、一つの特徴では容易に見分けがつかない。表 5 - 2 - 1 に代表的なひびわれの成因とその特徴を示す。

ひびわれの成因は単独のこともあるが、一つの成因が引き金になって他の成因によるものを合併することも多い。このため外見だけから一つの成因を特定することが困難な場合も多い。したがって、亀甲状の特徴あるひびわれが発見された場合は、ひびわれ幅の継続的な観察が原因推定のための大きな手がかりとなる。ASRの場合はひびわれの進展性があることが多いが、逆に拡大しないからといってASRでないと断定できない。

ポップアウトは、骨材から析出したゲルの膨張によって剝離するものである。しかし、この現象は他の原因、例えばローモンタイト、軟質不良骨材等によっても生じる。

ひびわれあるいはコンクリート表面に半透明または白色の析出物がある場合、はつり調査によって骨材に反応リングが見られる場合、骨材が特定のある岩種の場合等は、ASRの可能性もある。この詳細については 5 - 3 (I) を参照されたい。

その他、超音波伝播速度の測定結果では、図 5 - 2 - 1 に示す例のように、健全部とひびわれ部を比較するとひびわれ部が著しく低下している場合が多い。同様にシュミットハンマーによる強度

の測定でも、図5-2-2に示されるように、施工時における現場採取の供試体の圧縮強度(σ_{28} = 332 kgf/cm²)から30%程度低い値になっている例があった。

なお、骨材が砂利の場合にはASRを生じないという見解もあるが、調査結果によると河川砂利を使用した構造物にもASRが生じており、ASRを生じる骨材は砕石に限るとはいえない。

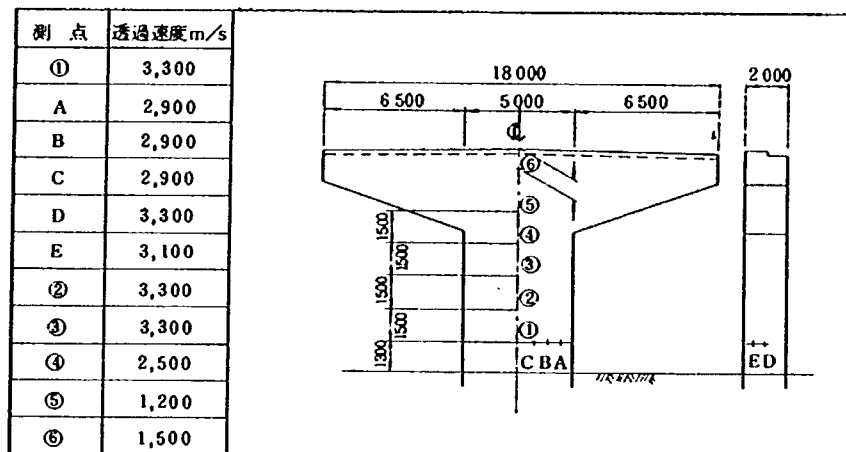


図5-2-1 超音波伝播速度測定結果
(阪神高速道路公団ほか, 1986)

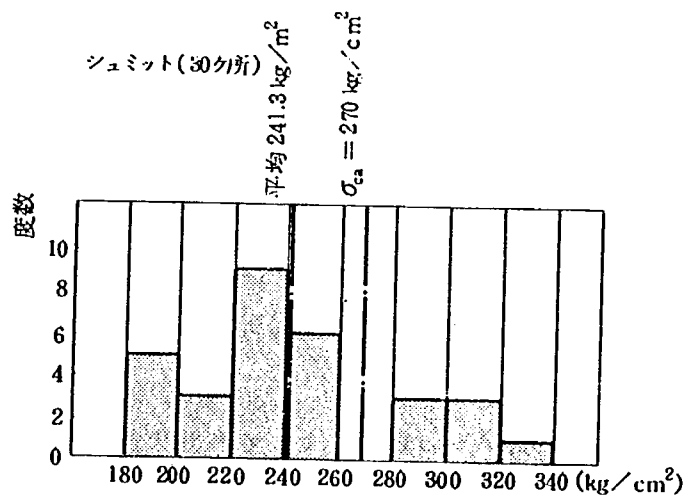


図5-2-2 シュミットハンマーによる強度分布
(阪神高速道路公団ほか, 1986)

5-3 採取コアを用いた調査による判定

採取コアにASRの現象を生じているか否かの判定は、調査・試験結果を判断して行う。

解説

コンクリート構造物がASRを生じているか否か、および骨材がASRを生じているかを採取コアによって判定するには、3および4で述べた方法で調査試験を行う。

(1) コアの観察

採取コアの観察を行い次の現象があればASRの可能性がある。

- ① 白色の反応生成物がある。
- ② 骨材が濡れ色になっている。なかなか乾燥しない。
- ③ 骨材にひびわれがある。
- ④ 骨材にリムが見られる。
- ⑤ 半透明なゲルが見られる。

これらの現象が複合してある場合は、そのコアはASRを生じている可能性が高い。

ひびわれあるいはコンクリート表面に半透明または白色の浸出物がある場合がある。これが珪酸ゲルである場合にはASRによって生じたものと考えてよいが、白色の浸出物は炭酸カルシウムである場合が多い。これを簡単に見分けるには、浸出物に塩酸をかけて見るとよい。泡を出しながら溶けるものは炭酸カルシウム、溶けないものはシリカを主体にしたもの、すなわちASRによって生じた珪酸ゲルである可能性が高い。

ASRを生じている骨材には反応リムがあることが1つの特徴であるといわれているが、リムは使用骨材の風化したものにも見られる。両者を見分けるのは困難ではあるが、ASRによるリムは骨材の中心部分の色より濃くなっているが、風化によるものは成分溶脱によって薄くなっていることが多い。

また、コアを抜き取った直後あるいはカッターでスライスした後、コンクリート中に存在していた反応生成物が、写真5-3-1に示すように、表面に出てきたり、骨材が濡れ色になっていることが多く、また容易に乾燥しない特徴がある。また、コアの観察によると②の現象が現われる場合は①、③、④の現象が生じている。

骨材の岩種によってもある程度見分けができるが、図5-3-1に示すように、同じ安山岩類や流紋岩類でも反応するものとしらないものがあり、反応性岩種と非反応性岩種との量比の関係もあり、岩種のみで判断するのは危険である。

(2) 顕微鏡観察

顕微鏡観察によってコンクリート中の骨材に、図5-3-1に示すような有害または潜在的有害を示す岩種が含まれている場合はASRの可能性はある。

また骨材中に、クリストパライト（クリストバル石）、トリディマイト（鱗珪石）、玉ずい、オパール、火山ガラス等の鉱物が含まれている場合はASRの可能性はある。

しかしながら、反応機構が明確でなく、反応に寄与している鉱物も現段階では特定できないので、岩石種、鉱物種のみによって判断するのは危険である。

(3) コアの反応促進試験

反応促進試験により新たに反応生成物（塩酸で溶けない）が発生した場合はASRの可能性はある。

3-5により反応生成物の発生を見るが、特に初期観察の状態では反応生成物や濡れが見られた骨

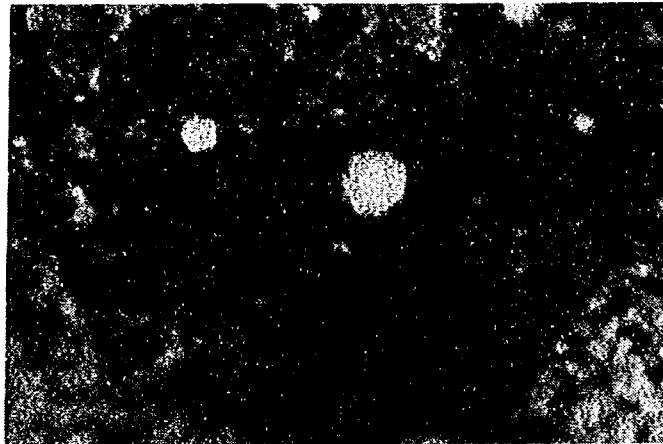


写真5-3-1 骨材より浸出してきたゲル表面がやや白くなっている

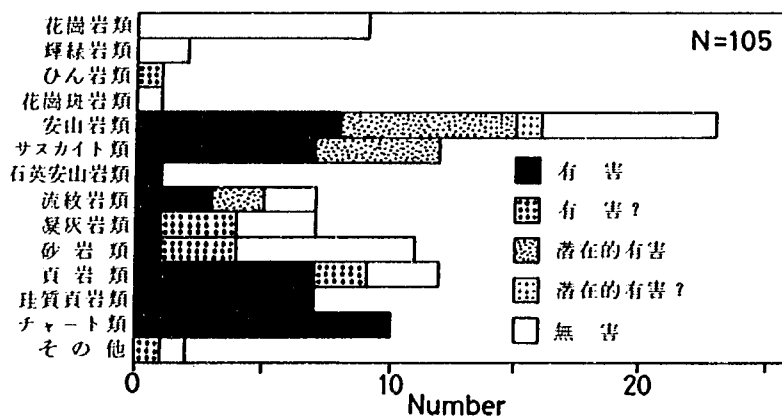


図5-3-1 岩種別にみた化学反応性試験の結果
(桑原ほか, 1986)

表 5 - 3 - 1 ゲル分析判定表

SiO ₂ 量	判 定
30 % 以上	シリカゲルである
10 ~ 30 %	シリカゲルの可能性が大きい
10 % 未満	シリカゲルの可能性がある

表 5 - 3 - 2 ゲル分析の精度

反応生成物量	判 定 精 度
50 mg 以上	精度の高い判定
10 ~ 50 mg	やや精度の低い判定
10 mg 未満	参考としての判定
数 mg	参考

材とその周辺に注意する。なお、溶液が乾燥固化したものを反応生成物と間違えることがあるので注意が必要である。

(4) コアの化学的試験方法

i) ゲル成分分析

析出物のゲル成分分析によるシリカゲルであるか否かの判定は表 5 - 3 - 2 によって行う。

分析に用いた反応生成物の量によって分析の精度が異なるので、その判定精度も異なってくる。
(表 5 - 3 - 2)。

ii) 塩分量調査

全塩分量が NaCl でコンクリート重量の 0.04 % 以上のときは、塩害を伴っている可能性がある。

iii) アルカリ量の測定

水溶性アルカリ量の測定結果より次式を用いて構造物中のアルカリ量を推定する。

$$Na_2O = A Na_2O / 0.6$$

$$K_2O = A K_2O / 0.8$$

$A Na_2O$, $A K_2O$ は水溶性アルカリ量の推定値

0.6, 0.8 はアルカリの回収率 (実験値)

(5) コアの物理試験

コアの物理試験による ASR の判定は直接できない。

表 5 - 3 - 3 に各項ごとの着眼点と注意点を示す。

表 5 - 3 - 3 コアの物理試験と特徴

試験の種類	着 眼 点	注 意 点
吸 水 率	ASR 劣化度と物理量の関連は明らかでないが、吸水率が大きくなる傾向がある。	コンクリート配合によるところが大きい。
弾 性 率	ASR が進行すると弾性率が著しく低下することがあると言われている。	同上。一般のものより大きく劣る場合は要注意。
強 度	弾性率と共に劣化度、耐力の判定材料となる。	同上。

(参考)

コアの超音波伝播速度が相対的に異常に遅くなっている場合は ASR であるといわれている。

(6) 膨張量の測定

3-7によるコアの膨張率が、 $0.05\%/3$ ヶ月以上の場合にはASRである可能性が高い。

コアの膨張量は、

- ① 採取時の応力開放
- ② 採取時の水による反応の促進
- ③ 運搬、保管
- ④ 促進養生するまでの初期養生
- ⑤ 促進養生時の湿潤の与え方

等の条件によって異なる。

採取後、ただちに膨張測定リングを固定して、直後のリング間距離を基長として測定すれば、①を除いては精度良く測定できるが、現場作業となるので、④の時点から測定することになっている。したがって、3-7で測定している膨張量は正確な残存膨張量を測定している訳ではない。

また膨張は、図5-3-2に示したように、反応の進行の程度、すなわち構造物での反応が進行していないものは膨張するが、すでに反応が進み、膨張が終了したものはあまり膨張しない結果になる。

コンクリートに対しては、モルタルバーにおける膨張量で判断するような基準はないが、採取りコアの膨張量の測定結果では、図5-3-3に示すように非反応性骨材の温度、吸水による膨張を除いても、異常な膨張を示すものがある。したがって、当面の判断は、上記のような問題点があることを認識して $0.05\%/3$ ヶ月を異常な膨張と判断する。

(7) 骨材の物理試験

骨材の物理試験によるASRの判定は直接できない。

ASRによってコンクリート中の骨材の物理的性質（比重、吸水率等）が変化していることが考えられるが、反応前の性質がわからないので、判定できない。

(8) 骨材のアルカリシリカ反応性試験（化学法）4-5

骨材のアルカリシリカ反応性試験（化学法）によって、その骨材の有害、潜在的有害、無害を判定する。

4-5に述べたように、化学法は本来未使用の骨材

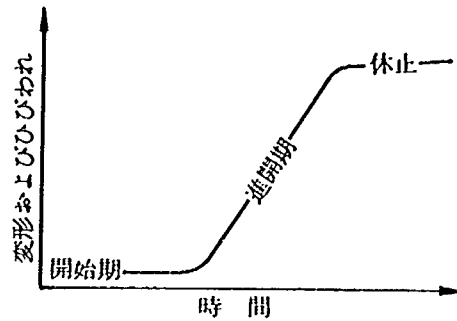


図5-3-2 アルカリシリカ反応によるコンクリートの変形およびひびわれの進展過程

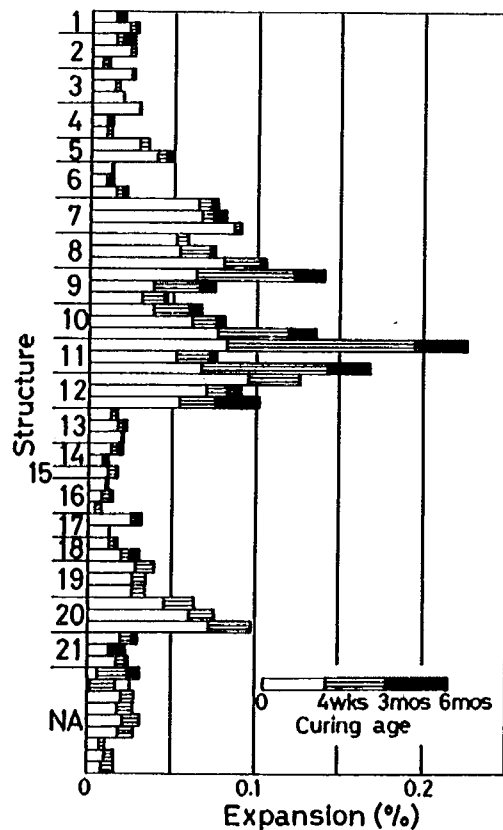


図5-3-3 コアの膨張量

NAは非反応性が確認されている骨材を使用したコア(桑原ほか,1986)

に対しての方法であり、コンクリート中の骨材は長期間アルカリ環境下にあったためすでに原性質を示さないと考えられる。また、コンクリート中の骨材を取り出す時、6規定程度の塩酸を用いている。これによっても骨材の化学的性質は変化しているものと思われる。図5-3-4は塩酸浸漬による化学法試験結果への影響を示している。

有害、潜在的有害、無害を判定する判定図は、ASTM化学法の判定図を準用しているが、前述のような問題があり、厳密にはそのまま適用できる訳ではない。しかし、これに代わる方法が現段階では存在しないので、当面ASTM判定図を用いることとする。

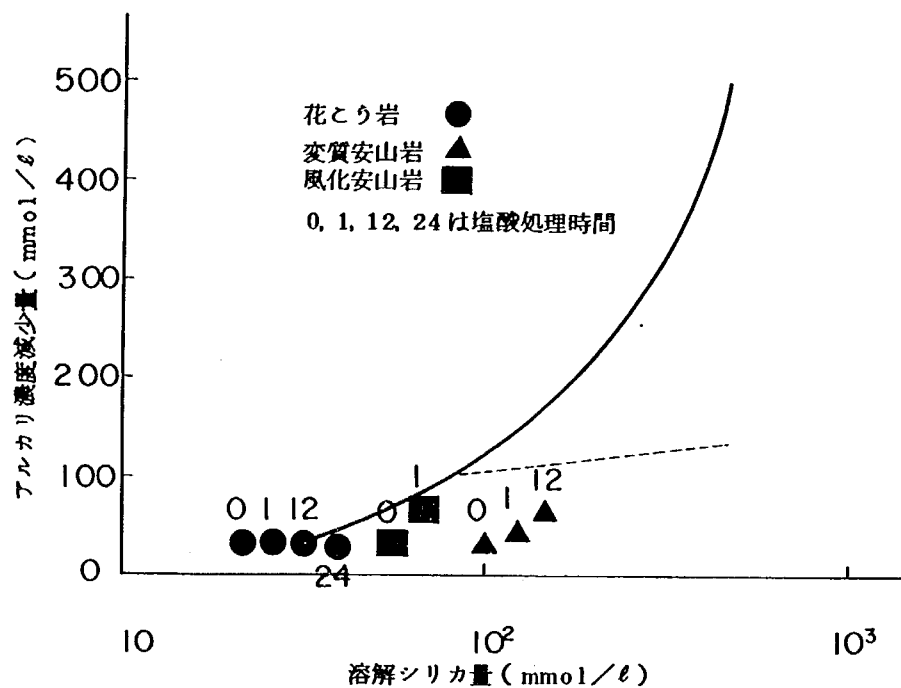


図5-3-4 塩酸処理時間の影響

(9) 骨材の粉末X線回折試験

粉末X線回折試験の結果、骨材中にクリストバライト、トリディマイト、火山ガラス等が含まれていれば、その骨材がASRに関与している可能性がある。

(2)で述べたように、反応性鉱物にはオパールや火山ガラスのような非晶質のものがあり、これらは粉末X線では検出できない（火山ガラスは多量に含まれている場合は、X線的に検出可能である）。また玉ずいのように反応性のない石英と区別ができない鉱物がある。

さらに鉱物が少量の場合は検出できない等の問題がある。

5-4 総合判定

当該構造物の劣化がASRによるものであるか否かの判定は、観察、調査、試験結果を総合的に判断して行う。

解説

目視調査によって、乾燥収縮、凍結融解等のASR以外の原因では考えられない異常なひびわれ等の劣化の見られる構造物の調査、試験を行った場合、ASRであるか否かの判定は、表5-4-1による。

表5-4-1(1) コアおよび骨材の総合判定

試 験		試 験 結 果	点 数	
			コンクリート	骨 材
コ ア 観 察		ゲル状物質*	2	1
		反応リム	1	1
コア膨張試験		膨張量>0.05%	3	—
骨材試験	化 学 法	有害、潜在的有害	2	3
	岩石の種類	図5-3-1による	1	1
反応促進試験		ゲル状物質*	2	2
ゲ ル 分 析		シリカゲル	3	4

*ゲル状物質は一方しか加算しない

総合判定は、各欄の点数を加算し、その合計点を下表に照らし、判定する。

表5-4-1(2) 総合判定表

判 定	合 計 点 数	
	コンクリート	骨 材
ASRである	6以上	5以上
ASRの疑いが強い	4～5	4
ASRの疑いが弱い	2～3	2～3
ASRではない	1	1

構造物の目視調査によって、5-2に述べたような現象を生じている構造物の調査、試験を行い、その結果により当該構造物がASRであるか否かを判定するが、総合的な判定は、

- ① 各試験法には、解説で述べたような問題がある
- ② 骨材の分離による問題、例えば岩種の分け方、反応性岩種と非反応性岩種の量比、化学法に用いたサンプルの存在状態
- ③ 試験機関、試験者の違い
- ④ セメントの種類、配合条件の違い
- ⑤ 構造物の置かれた環境条件の違い
- ⑥ ASRは同じ骨材でもわずかな条件の違いによって現われる場合、現われない場合がある

等のことを考慮し、1つの現象ではASRであるか否かの判定はしないことを原則とし、表5-4-1のように判定する。

3、4に述べたすべての試験を行って判定するのが望ましいが、実際にはすべての試験は試験期間、費用等の点から行われぬ場合が多い。この場合は簡易な判定を行うことができる。すなわち、コアの観察、膨張量の測定、化学法の結果により表5-4-2に示すように判定する。

この簡易判定による方法は、3条件が揃っていないとASRの疑いがあることになる。特に、膨張量が0.05%以下の場合には、判定は“ASRの疑いがある”となるが、この場合すでに反応が完了していることも考えられるので注意が必要である。また、アルカリシリカ反応性試験結果によって1骨材でも有害または潜在的有害と判定されれば、ASRの疑いがあることになる。したがって、厳密な判定をするには反応促進試験、ゲル分析等を行い、表5-4-1によって判定することが望ましい。

表5-4-2 ASR簡易判定表

ゾル・ゲルの有無	有	3つのうち、いずれかが有害と判定された場合	無
骨材の化学反応性試験結果	有害 潜在的有害		無害
3ヶ月時におけるコアの膨張率	>0.05%		<0.05%
判定	ASR	ASRの疑い	非ASR

参考文献

阪神高速道路公団・(財)阪神高速道路管理技術センター(1986)アルカリ骨材反応に関する調査研究委員会報告、pp 339。

桑原啓三・平野 勇・勝坂安彦・阿部昌彦・長沢政和・守屋 進・西崎 到・小林茂敏・小野金造・河野広隆・窪田洋司(1986)コンクリートの劣化実態調査報告(1)、土木研究所資料、№2369、建設省土木研究所。

2. コンクリート構造物におけるアルカリシリカ 反応の実態調査法建設省暫定案

— 付属資料 —

- | | | |
|-----|---------------------------------------|--------------------------|
| 2-1 | 現地調査記入様式 | |
| 2-2 | コア抜取り記録様式 | |
| 2-3 | コアの化学的試験方法建設省暫定案 | |
| 2-4 | 骨材のアルカリシリカ反応性試験方法
(モルタルバー法) 建設省暫定案 | 「3. 骨材のアルカリシリカ反応性試験方法」参照 |
| 2-5 | 骨材のアルカリシリカ反応性試験方法
(化学法) 建設省暫定案 | |
| 2-6 | A S R判定シート様式 | |

THE UNIVERSITY OF CHICAGO

DEPARTMENT OF CHEMISTRY

PHYSICAL CHEMISTRY

LECTURE NOTES

BY

PROFESSOR

JOHN H. VAN VAN NEST

CHICAGO, ILL.

1954

2 - 1 現地調査記入様式

現地調査記入様式 - 1

(1) 構造物全体

構造物名		路線名 又は河川名		担当事務所		調査 年月日	
位置				1/5万図幅名		調査者	
構造物 被災部位				完成年月			
全体スケッチ（縮尺 V = H = 方位 ）又は一般図							
構造物全景写真							
記 事							

(2) ひびわれ発生部位

構造物名		発生部位名	
担当事務所		調査年月日	調査者
スケッチ (縮尺 V = H = 方位)			
コ ン ク リ ト	水・セメント比	%	詳細写真
	セメント量	kg/m³	
	s / a	%	
	空気量	%	
	スランプ	cm	
	設計基準強度	kgf/cm²	
	28日試験強度	kgf/cm²	
	セメントの種類		
	セメントメーカー工場名		
	混和剤種類 (名柄)		
	混和剤混入率	(セメントに対する重量%)	
	粗骨材の種類		記 事
	粗骨材最大寸法	mm	
	粗骨材の産地		
	細骨材の種類		
	細骨材の産地		
	施工時期	年 月	
	生コン工場名		
施工業者名			
発生部位の日射条件	良好, やや良好, やや不良, 不良	浸出物の採取	有, 無
発生部位の水の条件	常時乾燥, 降雨時湿潤, 常時湿潤	浸出物の塩酸による発泡	有, 無

(3) ひびわれ計測

構造物名		発生部位名	
------	--	-------	--

(1) 測定位置図および写真

① 測定位置図

② 写真

(2) 結果

測 線		ひびわれ				
		1	2	3	4	
	幅 					
	段差 					
	析出物等の有無					

(5) シュミットハンマー反発度試験

構造物名						発生部位名			
(1)測定位置図および写真									
①測定位置図				②写真					
(2)結果									
測定位置	打 撃 反 発 度					平 均	標準偏差		
	1	2	3	4	5 . . .				
1									
2									
3									
4									

(6) はつり調査

構造物名		発生部位名	
①位置図	②写真		

2-2 コア採取記録様式

構造物名				担当事務所			
採取年月日		年 月 日		調査者			
発送年月日		年 月 日		受領年月日		年 月 日	
コア識別記号				採取部位名			
採取種類		被害発生部位(ひびわれ含む, ひびわれ含まない), ひびわれ未発生箇所					
スケッチ				写真			
環	日射	良好, やや良好, やや不良, 不良					
境	水	常時乾燥, 降雨時湿潤, 常時湿潤					
コアの色調							
コア径		cm	コア長さ		cm		
コア処理							
コア識別記号				採取部位名			
採取種類		被害発生部位(ひびわれ含む, ひびわれ含まない), ひびわれ未発生箇所					
スケッチ				写真			
環	日射	良好, やや良好, やや不良, 不良					
境	水	常時乾燥, 降雨時湿潤, 常時湿潤					
コアの色調							
コア径		cm	コア長さ		cm		
コア処理							

2-3 コアの化学的試験方法建設省暫定案

2-3-1 ゲル成分の分析方法（案）

2-3-2 コンクリート中の塩分の分析方法（案）

2-3-3 コンクリート中の水溶性アルカリ金属元素の分析方法（案）

2-3-1 ゲル成分の分析方法（案）

目 次

1. 適 用 範 囲	77
2. 一 般 事 項	77
3. 試 験 項 目	77
3-1 ゲルの組成分析	77
3-2 珪酸イオンの定性	77
4. 試 料 採 取	77
5. 使 用 機 器	77
6. 試 薬	78
7. 分 析 方 法	79
7-1 含 水 比	79
7-2 炭 酸	79
7-3 二酸化珪素及び不溶残分	80
7-4 酸化ナトリウム及び酸化カリウム	80
7-5 酸化カルシウム及び酸化マグネシウム	81
7-6 酸化アルミニウム	83
7-7 酸 化 第 二 鉄	84
8. 珪酸イオンの定性	84
9. 結 果 の 表 示	85
10. 判 定	85

1. 適用範囲

本分析方法(案)は、コンクリート構造物の表面及び骨材表面に生成したゲル状物質が珪酸ゲルであるか否かを判定するときに適用する。

2. 一般事項

分析の共通事項は、JIS K 0050(化学分析通則)、JIS K 0115(吸光光度分析方法通則)及びJIS K 0121(原子吸光分析通則)による。

3. 試験項目

ゲル状物質が珪酸ゲルであるか否かは、目的により下記項目より選択する。

3-1 ゲルの組成分析

- (1) 含水比
- (2) 炭酸
- (3) 二酸化珪素(SiO_2)と不溶残分
- (4) 酸化ナトリウム(Na_2O)
- (5) 酸化カリウム(K_2O)
- (6) 酸化カルシウム(CaO)
- (7) 酸化マグネシウム(MgO)
- (8) 酸化アルミニウム(Al_2O_3)
- (9) 酸化第二鉄(Fe_2O_3)

3-2 珪酸イオンの定性

4. 試料採取

コンクリート表面のゲル状物質はミクロスパチュラ等でビニール袋等に採取する。このときモルタル分をかきとらないように注意する。

5. 使用機器

- (1) 天秤(感量0.1mg)
- (2) 乾燥器
- (3) デシケーター
- (4) メノウ乳針
- (5) ビーカー(50ml, 100ml, 200ml, 300ml)
- (6) ガラス棒
- (7) 時計ざら

- (8) 磁製るつぼ
- (9) 白金るつぼ
- (10) 電気炉
- (11) 砂浴
- (12) 水蒸気浴
- (13) 原子吸光光度計
- (14) 螢光光度計
- (15) メスフラスコ (100mℓ, 500mℓ)
- (16) メスシリンダー
- (17) ホールビベット
- (18) 駒込ビベット
- (19) ビュレット
- (20) タングステンランプ照明器
- (21) ミクロ遠心管
- (22) 遠心分離機

6. 試 薬

本分析方法(案)で使用する試薬は、すべて J I S 規格試薬特級又はそれと同等以上の純度のものとする。

また、使用する水は蒸留水又はそれと同等以上の純度のものとする。

- (1) 塩酸 (1 + 1)
- (2) 炭酸ナトリウム溶液 (5W/V%)
- (3) メチルレッド指示薬 (0.2 W/V%エチルアルコール溶液)
- (4) 過塩素酸 (60%)
- (5) フッ化水素酸 (47%)
- (6) ナトリウム標準溶液 (1000 ppm, 原子吸光分析用)
- (7) カリウム標準溶液 (")
- (8) アルミニウム標準溶液 (")
- (9) 鉄標準溶液 (")
- (10) 2-ヒドロキシ-1-(2'-ヒドロキシ-4'-スルホ-1'-ナフチルアゾ)-3-
ナフトエ酸
- (11) 硫酸カリウム
- (12) エリオクロムブラック T
- (13) トリエタノールアミン

- (14) 水酸化カリウム
- (15) 塩酸アンモニウム
- (16) 硫化ナトリウム
- (17) 亜鉛(標準試薬)
- (18) エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム
- (19) モリブデン酸アンモニウム溶液(5W/V%)
- (20) シュウ酸溶液(1W/V%)
- (21) ベンジジン溶液(0.05W/V%)
- (22) 飽和酢酸ナトリウム溶液

7. 分析方法

7-1 含水比

(1) 操作

試料を0.1mgまで正確にはかりとり、乾燥した秤量びん又はビーカーに入れ105~110℃乾燥器の中で5時間以上乾燥させ、デシケーター中で放冷したのち質量をはかる。

(2) 計算

含水比は次の式で算出する。

$$\text{含水比(\%)} = \frac{S - D}{D} \times 100$$

ここで、S：試料の質量(g)

D：乾燥後の質量(g)

含水比をはかり終った試料は均一にし、7-2~7-7の分析試料とする。

7-2 炭酸

(1) 操作

7-1で含水比をはかり終わった試料を0.1mgまで正確にはかり、乾燥した秤量びんに入れ塩酸(1+1)を5ml加え、ガラス棒でかきまぜ水浴上で加熱し、水分がほぼ蒸発し終わったら、105~110℃乾燥器の中で5時間以上乾燥させ、デシケーター中で放冷したのち質量(W)をはかる。

(2) 計算

炭酸の量は次の式で算出する。

$$\text{CO}_2(\%) = \frac{S - W}{W} \times 100$$

ここで、S：試料の質量(g)

W：乾燥後の質量(g)

7-3 二酸化珪素と不溶残分

(1) 操 作

試料を0.1mgまで正しくはかりとり、乾燥したビーカー(50mℓ)に入れ、過塩素酸(60%)5mℓを加え、ガラス棒でかきまぜて溶かす。砂浴上で加熱し、内容物がはね飛ばないように注意して蒸発させ、過塩素酸の白煙が出始めたなら時計ざらでふたをして、ビーカーの底を少し砂にうずめるようにして5分間加熱を続ける。

ビーカーを砂浴からおろして放冷したのち、時計ざらを水で洗って取り除き、塩酸(1+1)5mℓ及び温水20mℓを加えかきまぜ、ゼリー状の大きな塊をよくつぶしてから、ろ紙(5種B, 11.0cm)でろ過し、温水で10~12回洗浄する。ろ液はビーカー(500mℓ)に受け、そのまま保存して酸化ナトリウム、酸化カリウム、酸化カルシウム、酸化マグネシウム、酸化アルミニウム及び酸化鉄の定量に用いる。

沈澱はろ紙ごと白金るつぼに入れて乾燥し、徐々に加熱して炎の出ないように注意しながらろ紙を灰化したのち、1100℃に調節した電気炉で1時間強熱し、デシケーター中で放冷したのち質量(W_1)をはかる。

るつぼに水を2, 3滴と、10mℓのフッ化水素酸と硫酸を1滴加え水蒸気浴上で乾固させ、残渣を1100℃で1~2分焼きデシケーター中で放冷したのち質量(W_2)をはかる。

(2) 計 算

二酸化珪素の量は次の式で算出する。

$$\text{SiO}_2 = \frac{W_1 - W_2}{S} \times 100$$

ここで、 SiO_2 ：二酸化珪素の量(%)

S：試料の質量(g)

W_1 ：フッ化水素酸処理前のるつぼと二酸化珪素と残留物の質量(g)

W_2 ：フッ化水素酸処理後のるつぼと残留物の質量(g)

不溶残分は次の式で算出する。

$$\text{不溶残分}(\%) = \frac{W_2 - W}{S} \times 100$$

ここで、W：白金るつぼの質量(g)

7-4 酸化ナトリウム及び酸化カリウム

(1) 検量線の作成

炎光光度計にアセチレン-エアーを流してバーナーに点火し、波長をナトリウム測定波長589nmにセットする。ナトリウム標準液を希釈して25ppmとした溶液と、0ppmの水を使って0, 100合わせを行う。0, 100合わせが終わったら、20, 15, 10, 5ppmに希釈したナトリウム溶液を測定し、再度25ppmと0ppmで100と0の読みを確認する。このとき100及び

0の読みが1目盛以上の差を生じたら、前の読みは捨て、もう一度0、100合わせからやりなおす。方眼紙の縦軸にピーク高さ、横軸にナトリウム溶液の濃度(ppm)をとって、各濃度におけるピーク高さをプロットして検量線を作成する。

同様にカリウムも波長767nmで検量線を作成する。

(2) 操 作

7-3(1)で保存したろ液を室温まで冷却したのち200mLのメスフラスコに洗い移し、標線まで水を加えて振りまぜる。

検量線を作るときと同様にして波長589nmにセットし、試料溶液を発光させ、メーターの読みを記録する。次に試料溶液に最も近い濃度の標準液を選んで発光させ、そのメーターの読みを見る。この値は検量線を作るときに得た値と1目盛り以内で一致しなければならない。もし一致しない場合は、標準液で再調整を行う。引き続き試料溶液とそれに最も近い濃度の標準液とを交互に繰り返して発光させ、試料溶液の読みが1目盛り以内で一致し、また標準液の読みが検量線を作ったときの値と1目盛り以内で一致するようになったとき、試料溶液の最後の2回の読みの平均値を記録し、これを酸化ナトリウムに対する読みとする。

波長767nmに切りかえ、ナトリウムと同様に操作して試料溶液の酸化カリウムに対する読みを求め、これを記録する。

(3) 計 算

ピーク高さの読みから、それぞれの検量線でナトリウムとカリウムの濃度を求め、酸化ナトリウムと酸化カリウムの濃度を次の式によって算出する。

酸化ナトリウム、酸化カリウムの1ppmは試料の0.0001%に相当する。

$$\text{Na}_2\text{O} = 1.3480 \times \text{Na}$$

$$\text{K}_2\text{O} = 1.2046 \times \text{K}$$

ここで、 Na_2O ：酸化ナトリウムの濃度(ppm)

K_2O ：酸化カリウムの濃度(ppm)

Na：検量線からのNa濃度(ppm)

K：検量線からのK濃度(ppm)

7-5 酸化カルシウム及び酸化マグネシウム

(1) 試薬の調整

(a) カルシウム用指示薬 2-ヒドロナシ-1-(2'-ヒドロキシ-4'-スルホ-1'-ナフチルアゾ)-3-ナフトエ酸(NN指示薬)0.5gと硫酸カリウム50gとを混合して均一にすりまぜ、かっ色びんに保存する。

(b) EBT指示薬 エリオクロムブラックT 0.2gをトリエタノールアミン15mL及びエチルアルコール(95V/V%)5mLに溶かし、スポイト付かっ色滴びんに保存する。

(c) 水酸化カリウム溶液(約3N) 水酸化カリウム200gを水に溶かして1ℓとする。

(d) 緩衝液 (pH10) 塩化アンモニウム 70 g を適量の水に溶かし、アンモニア水 570 ml を加え、水を加えて 1 l にうすめる。

(e) 硫化ナトリウム溶液 硫化ナトリウム ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) 10 g を水に溶かして 100 ml とする。この溶液は長期間の保存に耐えないから、時々新しく作りなおす。

(f) M/50 亜鉛標準液 亜鉛 (標準試薬) 約 0.65 g を 0.1 mg まで正しくはかつてピーカー (200 ml) に入れ、塩酸 (1 + 1) 20 ml を加え、少し加熱し完全に溶解して 500 ml のメスフラスコに洗い移し、室温まで冷却したのち標線まで水を加えて振りまぜる。次の式によってファクターを算出し、小数点以下 4 けたに丸める。

$$F = \frac{W \times a}{0.6537 \times 100}$$

ここに、F : 亜鉛標準液のファクター

W : はかりとった亜鉛の量 (g)

a : 亜鉛 (標準試薬) に表示された含量 (%)

(g) M/50 EDTA 標準液 エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム 7.5 g を適量の水に溶かして 1 l のメスフラスコに入れ、標線まで水を加えて振りまぜ、ポリエチレンのびんに保存する。この標準液は、次のようにして標定する。

亜鉛標準液 25 ml をビペットでとってピーカー (300 ml) に入れ、水を加えて約 100 ml とし、緩衝液を加えて pH を 9.5 ~ 10.0 に調整し、EBT 指示薬 2, 3 滴を加え、タングステンランプ照明器にのせて、EDTA 標準液で滴定する。赤紫色から赤みが全く消えて青色となったときを終点とする。この滴定値から次の式によって EDTA 標準液の酸化カルシウム相当量及び酸化マグネシウム相当量を算出し、小数点以下 7 けたに丸める。

$$E_1 = \frac{0.0011216 \times 25 \times f}{V}$$

$$E_2 = \frac{0.0008062 \times 25 \times f}{V}$$

ここに E_1 = EDTA 標準液 1 ml の酸化カルシウム相当量 (g)

E_2 = EDTA 標準液 1 ml の酸化マグネシウム相当量 (g)

V = EDTA 標準液使用量 (ml)

f = 亜鉛標準液のファクター

(2) 操 作

(a) 7-3 (I) で保存したろ液を用いてビペットで 25 ml ずつ 2 個のピーカー (300 ml) に分取し、それぞれに水を加えて約 100 ml とする。まずその一つにトリエタノールアミン (1 + 1) 2 ml 及び水酸化カリウム溶液を加えて pH を 12.7 ~ 13.2 に調節し、2 ~ 3 分間放置したのちカルシウム用指示薬 0.1 g を加え、タングステンランプ照明器にのせて EDTA 標準

液で滴定し、概略の標準液使用量を求める。次にもう一つのビーカーにトリエタノールアミン(1+1)2mℓを加えてよくかきませ、ビュレットからEDTA標準液を注加し、先に求めた概略の使用量よりも1～2mℓ少ないところで一度止める。これに前と同量の水酸化カリウム溶液を加えてよくかきませ、2～3分間放置したのちカルシウム用指示薬0.1gを加え、タングステンランプ照明器にのせて引き続きEDTA標準液を用いて滴定し、赤紫色から赤みが全く消えて青色となったときを終点とする。

- (b) メスフラスコに残っている溶液をビュレットで25mℓ分取してビーカー(300mℓ)に入れ、水を加えて約100mℓとする。これに硫化ナトリウム溶液2, 3滴及び緩衝液を加えてpHを9.5～10.0に調節し、EBT指示薬3, 4滴を加え、タングステンランプ照明器にのせてEDTA標準液で滴定し、赤紫色から赤みが全く消えて青色となったときを終点とする。

(3) 計 算

酸化カルシウム及び酸化マグネシウムの量は、次の式によって算出する。

$$CaO = \frac{V_1 \times E_1}{S} \times 10 \times 100$$

$$MgO = \frac{(V_2 - V_1) \times E_2}{S} \times 10 \times 100$$

ここに CaO : 酸化カルシウムの量(%)

MgO : 酸化マグネシウムの量(%)

S : 7-3(1)ではかりとった試料の質量(g)

V₁ : (2)(a)で求めたEDTA標準液使用量(mℓ)

V₂ : (2)(b)で求めたEDTA標準液使用量(mℓ)

E₁ : EDTA標準液1mℓの酸化カルシウム相当量(g)

E₂ : EDTA標準液1mℓの酸化マグネシウム相当量(g)

7-6 酸化アルミニウム

(1) 検量線の作成

7-4(1)と同様の操作を原子吸光光度計で、アルミニウムは波長309nmで行い、その検量線を求める。

(2) 操 作

7-3(1)で保存したろ液を用いて、検量線を作るときと同様にして波長309nmにセットし、試料溶液を発光させ、メーターの読みを記録する。次に試料溶液に最も近い濃度の標準液を選んで発光させ、そのメーターの読みを見る。この値は検量線を作るときに得た値と1目盛り以内で一致しなければならない。もし一致しない場合は標準液で再調整を行う。引き続き試料溶液とそれに最も近い濃度の標準液とを交互に繰り返して発光させ、試料溶液の読みが1目盛り以内で一致し、また標準液の読みが検量線を作ったときの値と1目盛り以内で一致するようにな

ったとき、試料溶液の最後の2回の読みの平均値を記録し、これを酸化アルミニウムに対する読みとする。

(3) 計 算

ピーク高さの読みから検量線でアルミニウムの濃度を求め、酸化アルミニウムの濃度を次の式によって算出する。

アルミニウムの1 ppmは試料の0.0001%に相当する。

$$Al_2O_3 = 1.8895 \times Al$$

ここで、 Al_2O_3 ：酸化アルミニウムの濃度 (ppm)

Al ：検量線からのアルミニウム濃度 (ppm)

7-7 酸化第二鉄

(1) 検量線の作成

7-4 (1)と同様の操作を原子吸光光度計で鉄標準溶液を希釈して波長248nmで行い、検量線を求める。

(2) 操 作

7-3 (1)で保存したろ液を用いて、検量線を作るときと同様にして波長248nmにセットし、試料溶液を発光させ、メーターの読みを記録する。次に試料溶液に最も近い濃度の標準液を選んで発光させ、そのメーターの読みを見る。この値は検量線を作るときに得た値と1目盛り以内で一致しなければならない。もし一致しない場合は標準液で再調整を行う。引き続き試料溶液とそれに最も近い濃度の標準液とを交互に繰り返して発光させ、試料溶液の読みが1目盛り以内で一致し、また標準液の読みが検量線を作ったときの値と1目盛り以内で一致するようになったとき、試料溶液の最後の2回の読みの平均値を記録し、これを酸化第二鉄に対する読みとする。

(3) 計 算

ピーク高さの読みから、検量線で鉄の濃度を求め、酸化第二鉄濃度を次の式によって算出する。

酸化第二鉄の1 ppmは試料の0.0001%に相当する。

$$Fe_2O_3 = 1.4297 \times Fe$$

ここで、 Fe_2O_3 ：酸化第二鉄の濃度 (ppm)

Fe ：検量線からの鉄濃度 (ppm)

8. 珪酸イオンの定性

珪酸イオンの定性は、化学便覧の方法に準拠する。

(1) 操 作

試料をマイクロ遠心管にいれ、(5%)モリブデン酸アンモニウム溶液2滴を加え、遠心分離機

にかけた後、上澄液1滴をろつぽにとり加温する。冷却後1%シュウ酸溶液1滴、0.05%ベンジジン溶液1滴と飽和酢酸ナトリウム溶液1滴を加える。

(2) 定 性

(1)の操作を行ったものが青色を呈するならば、珪酸イオン SiO_3^{2-} が存在する。この検出限界は120ppmである。

9. 結果の表示

試験結果は、付表-1に記入する。

10. 判 定

反応生成物が珪酸ゲルであるか否かは次表によって行う。

判 定 表

試料量 判定基準	50mg 以上	10 ~50 mg	10mg未満	数mg
SiO_2 30%以上	シリカゲルである			判定不可
// 10~30%	シリカゲルの可能性が大きい		判定不可	判定不可
// 10%未満	シリカゲルの可能性がある	判定不可	判定不可	判定不可
珪酸イオンの定性	判定不可	判定不可	判定不可	青色判定
判 定 精 度	高い	やや低い	参 考 値	参考

ゲル成分の分析結果

[illegible]

2-3-2 コンクリート中の塩分の分析方法（案）

目 次

1. 適 用 範 囲	93
2. 一 般 事 項	93
3. 分析試料の前処理方法	93
4. 使 用 器 具	93
5. 全塩分定量方法	93
5－1 方法の区分	93
5－2 塩素イオン選択性電極を用いた電位差滴定法	93
5－3 硝酸銀滴定法	95

1. 適用範囲

この分析方法(案)は、コンクリートに含まれる全塩分の分析方法について規定する。

2. 一般事項

分析方法に共通な一般事項は、JIS K 0050(化学分析通則)およびJIS K 0113(電位差, 電流, 電量滴定方法通則)による。

3. 分析試料の前処理方法

分析試料(以後, 試料という)は, ジョークラッシャーで約5 mm以下に粗砕し, 次いで円盤型粉碎機で149 μ mを全通させるように粉碎したもの約200 gをステンレスバットに広げて 一晚120℃の乾燥器の中に入れデシケーター中で放冷する。

4. 使用器具

- (1) 粉碎機(ジョークラッシャー, 盤型粉碎機)
- (2) 乾燥器
- (3) JIS標準ふるい(149 μ m)
- (4) ステンレスバット
- (5) 天秤(感量 0.1 g)
- (6) デシケーター

5. 全塩分定量方法

5-1 方法の区分

全塩分の定量方法は次のいずれかによる。

- (1) 塩素イオン選択性電極を用いた電位差滴定法
- (2) 硝酸銀滴定法(この方法は, 塩分含有率0.01%以上の試料に適用する。)

5-2 塩素イオン選択性電極を用いた電位差滴定法

5-2-1 概 要 試料に硝酸溶液(2 N)を加えて溶液のpHを3以下とし, 加熱煮沸して全塩分を溶解した後, 不溶分をろ過洗浄する。ろ液を分取し, 塩素イオン選択性電極を用いた電位差滴定装置にセットし, N/200 硝酸銀標準溶液で電位差滴定する。

5-2-2 試 薬

- (1) 硝酸溶液(2 N)
- (2) N/200塩化ナトリウム標準溶液(N/200 硝酸銀標準溶液のファクターを求める。)
- (3) N/200硝酸銀標準溶液(1mℓは0.000292g NaClに相当する。)

5-2-3 装置および器具

- (1) 塩素イオン選択性電極を用いた電位差滴定装置
- (2) 吸光ろ過装置一式
- (3) 水（使用する水は蒸留水またはイオン交換水）
- (4) ガラス漏斗
- (5) ビーカー
- (6) 時計ざら
- (7) ホールビベット
- (8) メスシリンダー
- (9) pH試験紙
- (10) メスフラスコ
- (11) マグネチックスターラー
- (12) 天秤（感量0.1g, 0.1mg）

5-2-4 操 作

- (1) 試料を乾いたビーカー（500mℓ）に40gはかり取り，硝酸溶液（2N）200mℓをビーカーの縁から徐々に加える。
- (2) 反応が終わったら，溶液を攪拌し溶液のpHが3以下であることを確かめる。pH3以上であれば，さらに硝酸溶液（2N）を加えて3以下にする。
- (3) 時計ざらで覆ったままビーカーを加熱し，5分間静かに煮沸した後，常温まで冷却する。このとき，時計ざらに付着している水滴はビーカーに戻す。
- (4) ガラス漏斗（内径75mm，ろ紙5種C15cm）を用いてビーカー（500mℓ）にろ過，またはブフナー漏斗およびろ紙（5種C7cm）を用いて吸引ろ過し，水でよく洗浄する。ろ液および洗液をメスフラスコ（500mℓ）に移し，水で定溶にする。
- (5) 試料溶液を表-1により，ホールビベットでビーカー（200mℓ）に分取し，水を加えて約100mℓに希釈して，塩素イオン選択性電極を用いて電位滴定装置にセットする。

表-1 試料溶液の分取量

全塩分含有率（％）	分取量（mℓ）
0.001～0.01未満	100
0.10～0.50 "	20
0.50～1.00 "	10
1.0～5.0 "	5

(6) 溶液をマグネチックスターラーで攪拌しながら、N/200硝酸銀標準溶液で電位差滴定する。

(7) 空試験として、試料を用いなしで(1)~(6)の操作を行って電位差滴定量を求め、試料について得た電位差滴定量を補正する。

5-2-5 計 算

$$S(\%) = \frac{V_0 \times 0.000292 \times F}{W} \times \frac{500}{X} \times I \times 100$$

ここに、S：塩分濃度（コンクリートに対するNaCl重量％）

V_0 ：N/200硝酸銀標準溶液の使用量（mℓ）

F：N/200硝酸銀標準溶液のファクター

W：試料のはかり取り量（g）

X：試料溶液の分取量（mℓ）

I：希釈倍率

5-3 硝酸銀滴定法

5-3-1 概 要 試料に硝酸溶液（2N）を加えて溶液のpHを3以下とし、加熱煮沸して溶解する。次いで炭酸カルシウムを少量ずつ加えて再び静かに煮沸し、冷却した後吸引ろ過洗浄する。ろ液の一部を分取しクロム酸カリウムを指示薬としてN/10硝酸銀標準溶液で滴定する。

5-3-2 試 薬

(1) 硝酸溶液（2N）

(2) 炭酸カルシウム

(3) クロム酸カリウム溶液（5W/V％）

(4) N/10塩化ナトリウム標準溶液

(5) N/10硝酸銀標準溶液

5-3-3 器 具

(1) 吸引ろ過装置一式

(2) ビーカー

(3) 時計ざら

(4) メスフラスコ

(5) ホールピペット

(6) ビュレット（褐色）

5-3-4 操 作

(1) 5-2-4(1)~(4)で得た試料溶液を表-3によりホールピペットを用いてビーカー

(200mℓ)に分取し、水で約100mℓに薄める。

表-3 試料溶液の分取量

全塩分含有率 (%)	分取量 (mℓ)
0.10~0.50 未満	100
0.50~2.5 "	50
2.5 ~5.0 "	10

(2) クロム酸カリウム溶液(5W/V%)1mℓを加え、N/10硝酸銀標準溶液を用いて、溶液の色が黄からわずかに赤味を呈するまで滴定する。

(3) 空試験として、5-2-4(1)~(4)により操作した空試験溶液を用いて同様の滴定操作を行って滴定量を求め、試料について得た滴定量を補正する。

5-3-5 計 算

$$S(\%) = \frac{V_0 \times 0.00584 \times F}{W} \times \frac{500}{X} \times 100$$

ここに、S：塩分濃度(コンクリートに対するNaCl重量%)

V_0 ：N/10硝酸銀標準溶液の使用量(mℓ)

F：N/10硝酸銀標準溶液のファクター

W：試料のはかり取り量(g)

X：試料溶液の分取量(mℓ)

2-3-3 コンクリート中の水溶性アルカリ 金属元素の分析方法（案）

目 次

1. 適 用 範 囲	101
2. 一 般 事 項	101
3. 器 具	101
4. 試料の調製, 粉碎	101
5. 抽 出 条 件	101
6. 分 析	102
7. 計 算	102
8. 結 果 の 表 示	102

1. 適用範囲

この方法は、コンクリート中に存在するアルカリ金属元素のうち、水によって比較的容易に抽出されるナトリウム、カリウムの量を測定するためのものである。

またこの方法はコンクリートの他に、モルタル、セメントペーストについてもそのまま適用が可能である。

2. 一般事項

分析事項に共通一般事項は、JIS K 0050（化学分析通則）、およびJIS K 0121（原子吸光分析通則）による。

3. 器 具

- (1) 乳鉢、粉碎機等
- (2) ふるい（50メッシュ）
- (3) 天秤（感量10mg）
- (4) 恒温水槽（攪拌可能なもの）
- (5) 原子吸光光度計
- (6) 200～250mℓ 三角フラスコ（ポリエチレン、テフロン樹脂製など）
- (7) ブフナー漏斗
- (8) ろ紙（5種B）
- (9) アスピレータ
- (10) ガラス器具

200mℓ 三角フラスコ，ホールビベット（5mℓ，10mℓ，25mℓ，50mℓ），メスシリンダ，メスフラスコ（1ℓ），等

4. 試料の粉碎，調製

コンクリート試料は粗骨材ごと粉碎する。ステンレス製乳鉢，ミル等を用いる。粒度は50メッシュ程になるようにする。50メッシュ以下になってしまった微粉も分離しないで，いっしょに試料として用いる。薬さじ等でよくかきまぜ，均一にまざった状態にあるようにする。

5. 抽出操作

200～250mℓのポリエチレン等でできた三角フラスコ，あるいは類似の，栓が確実にできるものを容器とする。この容器に前節で調製した試料を10.00g はかりとる。

次に水100mℓ（できれば40℃のもの）を容器にいっきに加え，すぐに栓をして40℃の恒温水槽に入れ攪拌を開始する。水を加えてから30分後にろ過が行われるように準備する。ろ過はブフナー漏斗を用いた

吸引ろ過によるが、ろ紙は5種Bを用い、ろ紙、ブフナー漏斗とも乾いたものを使う。ろ過の際にはアスピレータで吸引しながら最初に上澄液を少量ろ紙上に注ぎ、ろ紙を密着させてからろ過を行うようにする。ろ液は200ml三角フラスコで受け、試料液として次節で述べる方法で分析する。ろ過後はすぐに栓をする。残渣上に水は少し残るが、残渣は洗わない。これは、残渣上の水とろ液とのナトリウム、カリウム濃度が等しいと考えるためである。

6. 分 析

原子吸光度法により、5.の試料液のナトリウム及びカリウムについて定量を行う。原子吸光の標準液は、ナトリウム、カリウムについて、それぞれ1000mg/lのものを用意し、以下の表のようにホールビペットとメスフラスコを用いて用意する。

濃 度	必要な1000mg/l溶液の量	希釈後の液量
5 mg/l	5 ml	1 l
10 mg/l	10 ml	1 l
25 mg/l	25 ml	1 l
50 mg/l	50 ml	1 l
100 mg/l	100 ml	1 l

試料液が濃すぎる場合は適宜希釈し、試料液のナトリウム、カリウムの濃度(C_{Na} (mg/l), (C_K (mg/l))を測定する。

7. 計 算

試料液の濃度(C_{Na} (mg/l), C_K (mg/l))は、以下の式によりコンクリート1gあたりから抽出されたナトリウム、カリウムの質量(Z_{Na} (mg/g), Z_K (mg/g))に換算する。

$$Z_{Na} \text{ (mg/g)} = 0.01 \times C_{Na} \text{ (mg/l)}$$

$$Z_K \text{ (mg/g)} = 0.01 \times C_K \text{ (mg/l)}$$

8. 結果の表示

測定結果は試料名(採取位置等)、 Z_{Na} 、 Z_K と共に、本試験法(案)によることを明記するか、抽出条件を明記する必要がある。

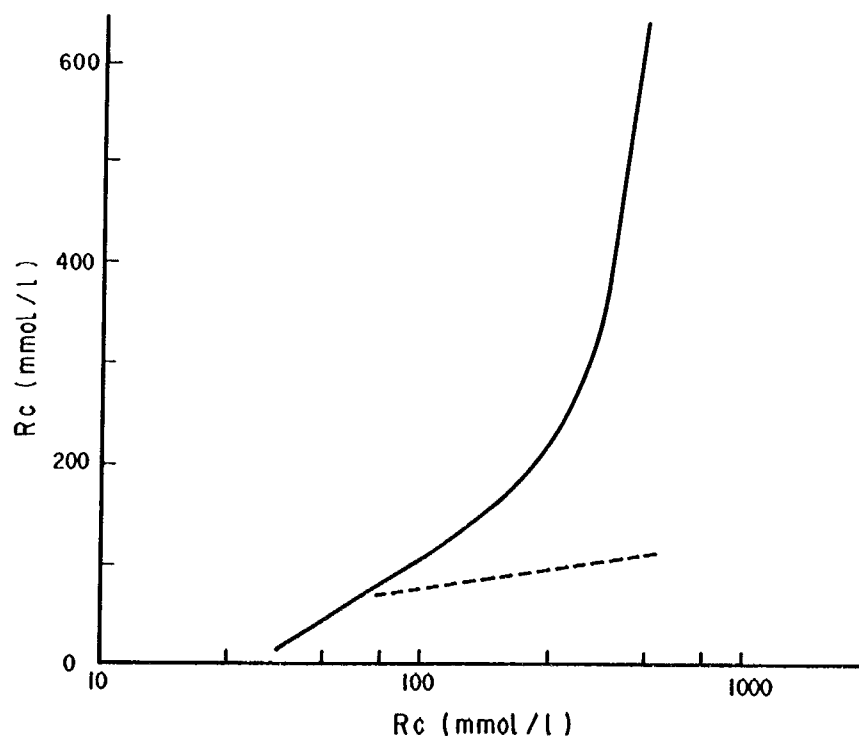
2-6 ASR判定シート

判 定

- | | | | |
|--------------------------|--|--|-------------|
| 1. コンクリートの膨張量(カ月) | クラック部 1): μ
2): μ | 健全部 1): μ
2): μ | 1 ASRである |
| 2. コンクリート中の塩分量 | クラック部 1): cm %
2): cm % | 健全部 1): cm %
2): cm % | 2 ASRの疑いがある |
| 3. コンクリート中のアルカリ量 | クラック部 1): cm %
2): cm % | 健全部 1): cm %
2): cm % | 3 ASRでない |

4. 骨材の種類およびASTM化学法の結果

	岩 石 名	産 状	初期状態の ゾル・ゲル	スライス後の ゾル・ゲル	A S T M 化学法 結 果		
					Sc (mmol/L)	Rc (mmol/L)	判 定
1							
2							
3							
4							
5							
6							
7							
8							
9							
10							
11							
12							
13							
14							
15							
16							
17							
18							
19							
20							



3. 骨材のアルカリシリカ反応性試験方法 建設省暫定案

3-1 総 論

3-2 骨材のアルカリシリカ反応性試験方法(モルタルバー法)

3-3 骨材のアルカリシリカ反応性試験方法(化学法)

3-1 総 論

まえがき

近年、コンクリート構造物に従来見られなかったような異常なひびわれが関西地区を中心にみられるようになった。このコンクリート構造物のひびわれの原因は、従来日本にはないといわれていたアルカリ骨材反応（主としてアルカリシリカ反応、以下A S Rという）であることが判り、その原因となっている骨材の岩種は安山岩の一種であることが判った。

文献によるとA S Rを生じる岩石は安山岩、チャート、フリント、オパール等といわれ、A S Rを生じる原因となっている鉱物はクリストパライト、トリジマイト、火山ガラス等とされている。これらの鉱物を含む岩石は、日本は火山国であるため、全国に分布している可能性がある。

すなわち、A S Rを生じる岩石は関西地区の安山岩だけでなく、全国に分布している可能性がある。

したがって、A S Rを生じる疑いのある骨材を使用する場合には、以下に示すような試験を行い、反応性を確認し、抑制対策を含む適切な処置をとるのが良いと思われる。しかし、わが国におけるA S Rに関する本格的な研究は、開始されてまもないために、この試験法も今後の研究によって確認すべきこと、あるいは変更すべき点があると思われる。このようなことから本案は当面A S Rを生じる疑いのある骨材を使用する場合の反応の確認を行うための当面の暫定案とする。

1. 適用範囲

本試験方法は、骨材がアルカリシリカ反応（以下A S Rという）を生じる恐れがあるかどうかを判定するために行う。

解 説

日本国内では多くの岩種の骨材が使用され、これらの岩種の中にはA S Rを生じるといわれる鉱物を含むものがある。この岩種をコンクリート用骨材として使用する場合コンクリート構造物にA S Rによる被害を生じる恐れがあるため、その反応性を確認し、適切な使用を図る必要がある。このようなことから本試験法は、使用しようとする骨材の反応性を確認するために行うものである。

2. 試験方法

骨材の試験方法は、アルカリ反応性試験（化学法およびモルタルバー試験法）によるものとする。

解 説

当該骨材にアルカリ反応性があるか否かを確認するためには、各試験法を適切に組合せて行う必要がある。しかし、A S Rは骨材の種類だけでなく、セメント中のアルカリ量、配合比、環境条件等によって複雑に変わるため、要求される精度、また他から得られる資料等を考慮して試験を行うのが良い。

鉱物学的方法是、A S T Mでは顕微鏡観察、X線等の試験方法を規定しているが反応を起す鉱物が明瞭でなく、また鉱物の賦存量、存在形態等によって反応性が変わるため、現在試験中であり、ここでは示していない。

化学法は、骨材の化学反応性を見る試験法であり、モルタルバー法に比べ短時間に判定できる方法である。

モルタルバー法は配合条件による反応性を判定する試験法であるが、化学法に比べ試験に長時間を要する。

コンクリートバー法は、A S R現象を最もよく再現できる試験法と思われるが、試験の方法、試験結果の評価方法等確立されていない。したがって、本暫定案では示さなかった。

3. 試 料

試験に用いる試料は、試験の目的に応じ適切に選定されたものを用いる。

解 説

骨材試験に用いる試料は、試験方法に応じて必要とされる量が異なるため適切に選定する必要がある。

原石山の採取条件から見ると、1つの原石山から数種の岩種を採取していたり、また同一岩種でも場所によって反応性が異なっていることが考えられる。したがって（化学法）では、1回に必要なとされる量が少ないこと、試験が短時間でできることを考慮し、できるだけ岩種区分を行って試験するのが望ましい。但し岩石学的判別が困難な場合や比較的均質な骨材の場合はそれらの条件を考慮して試料の種類、試料数を決定する。

（モルタルバー法）においては、一般に使用する骨材条件に合った試料状態で試験を行う。原石山において、骨材選択採取ができる場合、同一原石山で品質のばらつきが著しく大きい場合等では岩種に区分して行うのが望ましい。

3-2 骨材のアルカリシリカ反応性試験 (モルタルバー法) 建設省暫定案

目 次

I. 概 要	117
II. 主な改定点	117
III. 骨材のアルカリシリカ反応性試験方法（モルタルバー法）建設省暫定案	118
1. 適用範囲	118
2. 試験用器具	119
3. 温度および湿度	120
4. 材 料	120
5. 供試体（モルタルバー）の作り方	123
6. 初期養生	125
7. 脱 型	125
8. 基長のとり方	125
9. 貯蔵および測定	125
10. 測定方法	126
11. 長さ変化率の算出	127
12. 測定材令	127
13. 判 定	127
14. 精 度	128
15. 報 告	129

I. 概 要

通達の中で、骨材のアリカリシリカ反応性を試験するもうひとつの方法としてモルタルバー法を示している。ASRは骨材とセメントペーストとの境界面での反応であるから、本来ならば、骨材の試験もコンクリートとして反応性試験を行えばそれに越したことはないが、コンクリートとして試験するには試験の要因の複雑さ、スペース、設備、労力と言った点で種々の困難さがつきまとう。このため、より簡易な方法としてモルタルで行う方法が従来よりASTM基準等に表示されており、ASTM C 227 のモルタルバー法はこれまでも、世界各地で広く用いられてきている。ASTM C 227 の基準は、モルタルバー法を骨材の反応性をチェックする手法の他に、現場で用いるセメントとの組合せによる危険度判定にも用いることが可能になっている。

Ⅲに示す建設省暫定案では、ASTMのモルタルバー法に以下に示すような改定を行い、上述の後者の判定は行わず、骨材の反応性の判定のみを行う手法として位置づけている。

判定の位置づけとしては、用いるセメントのアルカリ量を高目に改定したり、40℃という比較的高い温度で養生したりして、判定がかなり安全側になるようになっているが、前述の化学法よりは厳密な判定が可能となる。

ただし、欠点としては化学法より多くの骨材サンプル量を要し、判定に6カ月という長期間を要する点があげられる。

Ⅱ. 主な改定点

モルタルバー法建設省暫定案は基本的には、ASTM C 227法を改良したものである。我が国でもアルカリシリカ反応が発見された当初には、骨材の反応性をASTM C 227 そのままの手法で判定していた。この手法ではあらたにASTM規格の用具をそろえることから始めなければならず、このためまず、JIS規格による用具を用いた試験法を設定することとした。

建設省では、用具はJIS規格のものをを用い、その他の手法はASTM法に準ずる実験を行い、試験法の改良を検討した。この実験からASTM法をそのまま用いた場合、次のような問題があることが判明した。

- a. 配合、特に単位体積モルタル当りのアルカリ量がモルタルバーの膨張量に大きく影響する。
- b. 等しいモル数のアルカリであっても K^+ と Na^+ では膨張量に与える影響が異なる。

したがって、等しいアルカリ量のセメントを用いても試験結果が異なる。

- c. 養生中の湿度のわずかな違いが膨張量に大きな影響を与える。
- d. 十分に管理された実験を行っても供試体間の測定値のばらつきをASTMに示されている精度内に納めることはむずかしい。

これらの結果からモルタルバーの手法を改定したが、ASTM法と大きく異なる点として次のような点がある。

- イ. この試験法は骨材のアルカリシリカ反応性を判定する手法であるとの位置付けを考えている。

ロ. 配合はフロー値を一定とするようになっていたが、配合を $W/C=50\%$ 、 $S/C=2.25$ に統一した。この配合では十分容易に供試体が製作できる。

ハ. モルタル中の単位アルカリ量を一定とした。 Na^+ と K^+ の影響の差をなくするため、なるべくアルカリ量の少ないセメントを用い、それに $NaOH$ を加え総アルカリ量がセメントの1.2重量%となるようにした。なお、1986年のJISには新たに $R_2O < 0.6$ 重量%の低アルカリ形セメントが規格化されているので、低いアルカリ量のセメントは比較的容易に入手できる。

ニ. 養生を相対湿度100%条件下で行うこととした。

ホ. 測定結果のばらつきに対する制限を多少緩めるとともに、明らかに膨張量の大きいモルタルバーについては、ばらつきに関係なく有害と判定することとした。

Ⅲ. 骨材のアルカリシリカ反応性試験方法（モルタルバー法）建設省暫定案

1. 適用範囲

本方法はモルタルバーの長さ変化を測定することにより、骨材のアルカリシリカ反応性を判定する試験について規定する。

解 説

現在、骨材のアルカリ骨材反応性を判定する方法は我が国独自のものはなく、米国のASTM規格の化学法とモルタルバー法を準用しているのが現状である。ASTM規格のモルタルバー法を行おうとすると、必要な機器をすべてあらたにそろえる必要が生じる。このため、ここでは我が国の実情に合った試験方法を検討した。判定法については、本方法によって試験した結果を検討し我が国の骨材に応じたものを策定していく必要があり、将来はさらに規定の内容の変更もあり得るため、暫定案とした。

アルカリ骨材反応にはアルカリシリカ反応だけでなく、いくつかのものがあるが、ここでは我が国で現在確認されているアルカリシリカ反応を生じる可能性のある骨材を対象とし、アルカリシリケート反応アルカリカーボネイド反応については、別途検討の必要がある。アルカリシリカ反応を試験する場合でも岩種によってはベシマムが存在するため、ベシマム配合試験を行う等して検討する必要があり、またセメントとの組合せ等を検討する場合は本試験に準じ必要な変更を行い試験を行うのがよい。なお、骨材のアルカリシリカ反応性試験（化学法）で無害と判定された骨材については、原則として本試験を適用する必要はない。

2. 試験用器具

2-1 はかり

骨材のふるい分けに用いるはかりは骨材質量の0.1%以上の精度を有するものとする。モルタルを作る際の材料の計量には秤量2kg、感量0.1gのものをを用いる。

2-2 型 枠

JIS R 5201 9.1.2 に規定される $40 \times 40 \times 160$ mmの3連型枠で、両端に長さ変化測定用のゲージプラグを埋め込めるよう、ゲージプラグ固定用の穴をあけたものとする。

2-3 長さ変化測定器具

長さ変化の測定は、JIS A 1129 (モルタルおよびコンクリートの長さ変化試験方法) に規定するダイヤルゲージ方法による。ダイヤルゲージはJIS B 7509の0.001mm精度のものを使用するものとする。ゲージプラグは試験中に錆を生じない金属製のものとする。

2-4 モルタル製作用器具

モルタルの練り混ぜ、成形、締固めに使用する器具は、JIS R 5201 (セメントの物理試験方法) 9.1.1 及び 9.1.2 に規定される練り混ぜ機、モルタル供試体成形用型および突き棒に規定するものを使用する。

2-5 ふるい

砂の粒度調整用のふるいは、JIS Z 8801 (標準ふるい) に規定する呼び寸法4.75mm, 2.36mm, 1.18mm, 600 μ m, 300 μ m, 150 μ mのものをを用いる。

2-6 貯蔵容器

供試体を貯蔵する容器は、気密なふたにより密閉ができ、湿気の損失がない構造のものとする。

2-7 製砂機

粗骨材から細骨材を製造する製砂機はジョークラッシャー、ディスク型製砂機、ロール型製砂機等を用いる。

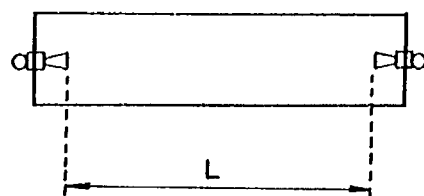
解説

ここでは、あらたに特殊な器具を準備することなく、一般的なJISの器具を活用できるようにした。なお、JIS規格の $40 \times 40 \times 160$ mm型枠を用いた場合にはASTM規格の $1 \times 1 \times 11 \cdot 1/4$ inに比べ、膨張量が大きく、安全サイドの判定になる。但し、すでにASTM規格で試験を実施されている状況を踏まえ、当面は供試体寸法 $1 \times 1 \times 11 \cdot 1/4$ inの結果も認めるが、あらたに始める実験はJIS型枠によるものとする。

$40 \times 40 \times 160$ mmの型枠はセメント試験用の型枠端板にプラグをセットする孔をあけることとなるが、モルタルの締固め時にプラグが脱落しないよう開放側に空気ぬきの小孔をあけておくのがよい。

市販のゲージプラグは、現状は長さ等の規格が統一していないのでゲージプラグの長さによって11に示す有効ゲージ長Lが異なることがある。したがって事前に有効ゲージ長を測定しておく必要が

ある。なお、有効ゲージ長は図－１に示すようにゲージプラグの内側端面間の距離とする。ゲージプラグの埋め込み部分は、きざみ等を入れておくとモルタルへの固定がより完全となる。



図－１ 有効ゲージ長

製砂機については、必要な粒度の細骨材を調整するためにいくつかの機械を組合せたほうがよい場合がある。なお、製砂の方法によってはモルタルバーの膨張量に差が生じるとの報告もあるが、実用上は問題ないようである。

3. 温度および湿度

3－１ 成形室および測定室

モルタルの成形室および測定室は、 $20 \pm 3^{\circ}\text{C}$ に保たなければならない。

3－２ 貯蔵容器

貯蔵容器内の温度は $40 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相対湿度は95%以上に保たなければならない。

解説

成形室と材料の温度および測定室は、一般のコンクリートの試験と同様に、 $20 \pm 3^{\circ}\text{C}$ に保たなければならない。貯蔵容器の相対湿度は、モルタルバーの膨張に大きな影響を与えるため、100%になるべく近くなるようにする。

供試体を入れた容器の貯蔵温度は、ASTM では $37.8 \pm 1.7^{\circ}\text{C}$ ($100 \pm 3^{\circ}\text{F}$) であるため、それに近い値として摂氏で $40 \pm 2^{\circ}\text{C}$ とした。

4. 材 料

4－１ 骨材の準備および粒度調整

対象とする骨材が粗骨材の場合には、あらかじめ洗浄した後、クラッシャー等で粉碎した細骨材とする。細骨材は、気乾状態で表－１に示す粒度に調整する。

表－１ 細骨材の粒度分布

ふるい呼び寸法		質 量 百分率 (%)
通 過	残 留	
4.75 mm	2.36 mm	10
2.36 mm	1.18 mm	25
1.18 mm	600 μm	25
600 μm	300 μm	25
300 μm	150 μm	15

4-2 セメント

セメントは、JIS R 5210に規定される普通ポルトランドセメント低アルカリ形かつ、 Na_2Oeq が既知のものを用いる。 Na_2Oeq が不明の場合にはJIS R 5202(ポルトランドセメントの化学分析方法)により Na_2O および K_2O を事前に求めておく。

4-3 水酸化ナトリウム

水酸化ナトリウムは、JIS K 8576に規定する特級試薬を水酸化ナトリウム水溶液として用いる。また、市販されている1規定の水酸化ナトリウム水溶液を用いてもよい。

4-4 水

練り混ぜに用いる水は、上水道以上の清浄なものを用いる。

解説

4-1 骨材の準備および粒度調整

骨材の粒度および粒形は骨材の反応に影響するものと考えられるが、粉砕機はよって粒形を調整することは容易ではない。そこで粒度だけは表に示すものに規定した。しかしながらこれまで行った調査では、細骨材の粒度が、土木学会コンクリート標準示方書に示す細骨材の粒度分布内におさまるようにふるい分けられていれば、膨張にはそれほど差がでないことが確認されているため、材料の量等の関係で表に示す粒度が、どうしても得られない場合には、土木学会コンクリート標準示方書に示す細骨材の粒度分布内に納まるように調整し、その旨報告書に記すとよい。なお、ASTMの粒度分布に調整された砂と土木学会コンクリート標準示方書に示す細骨材の粒度分布の関係は図-2のような分布となる。

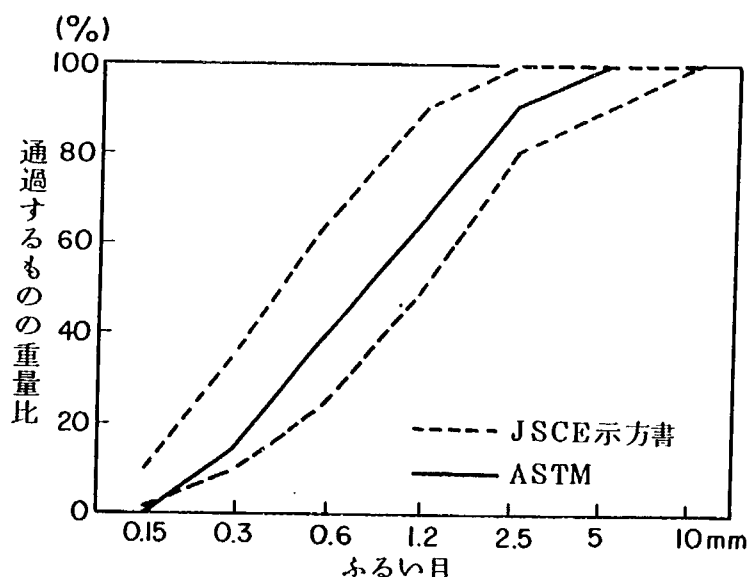


図-2 粒度分布

〔参考〕 骨材の調整方法の例

1. 粗骨材

- (1) 縮分した試料を4.75mmの網ふるいでふるい、通過分を除去する。
- (2) 縮分を小型ジョークラッシャーで破碎し、4.75mm網ふるいでふるう。残分はさらにジョークラッシャーで破碎してから、4.75mmの網ふるいでふるう。この操作を繰り返して4.75mmの網ふるいを全通させる。

- (3) この通過分を 2.36mm の網ふるいでふるい。残分の中から 4.75 mm ~ 2.36 mm 粒度試料を分取する。
- (4) 分取した残りの試料をさらに小型ジョークラッシャーや 2.7 に規定する粉砕機で破砕し、2.36 mm の網ふるいでふるう。この操作を繰り返して 2.36 mm の網ふるいを全通させる。
- (5) この通過分を 1.18mm の網ふるいでふるい、残分の中から 2.36 ~ 1.18 mm 粒度試料を分取する。
- (6) 分取した残りの試料は再び 2.7 に規定する粉砕機で破砕し、破砕とふるい分けを繰り返し、1.18mm 網ふるいを全通させる。この操作を 600 μ m, 300 μ m および 150 μ m の各網ふるいについて繰り返し、各々の粒度試料を分取する。
- (7) 粉砕機の刃先の間隔は各粒度に応じて調整し、必要以上に小さくしてはならない。また、粉砕機の連続した 2 度破砕、3 度破砕を行ってはならず、必ず、その間にふるい分けを行って残分だけを破砕する。
- (8) 分級した各粒度試料は、各寸法のふるいに入れ、水で十分に洗浄し、骨材に付着したごみや微細粒子を除去する。
- (9) 洗浄後の各粒度試料は水を切ってから空気中で乾燥させる。
- (10) 乾燥後の各粒度試料は、直ちに使用しない場合には、清潔な気密容器に入れて別々に保管する。

2. 細骨材

- (1) 縮分した試料を 4.75 mm の網ふるいでふるい、通過分を除去する。
- (2) この通過分を 2.36 mm の網ふるいでふるい、残分の中から 4.75 ~ 2.36 mm の粒度試料を分取する（余剰の残分は捨ててもよい）。
- (3) この通過分を 1.18mm の網ふるいでふるい、残分の中から 2.36 ~ 1.18 mm の粒度試料を分取する（余剰の残分は捨ててもよい）。
- (4) 以下同様にして、この操作を 600 μ m, 300 μ m および 150 μ m の各網ふるいについて繰り返し、それぞれの粒度試料を分取する。
- (5) 粗粒、例えば 4.75 ~ 2.36mm の粒度試料が不足するときは、4.75 mm の網ふるい残分を用いて粗骨材の調整方法によって粒度試料を作る。
- (6) 細粒が不足するときは、上位粒度試料の余剰残分を粗骨材の調整方法によって粉砕して作る。
- (7) 水洗い、乾燥及び保管は、粗骨材の場合と同様とする。

3. 粗骨材と細骨材とが同じ原産の碎石、砕砂の場合は、細骨材について試験を行うだけでよい。

4. 300 μ m および 150 μ m のふるい分けには、ロータップシェーカーを用いるのがよい。

各種の岩種から構成されている川砂利等の粗骨材は、できるだけ使用する時と同じ状態の混合比で破砕して試料の砂とすることが大切である。

4-2 セメント

セメント中のアルカリ量 Na_2Oeq % はセメント中の重量比である。セメント中にはアルカリ骨材反応に影響するイオンとして Na^+ と K^+ が存在するが、現在のところ、両者の評価方法が明らかになっていない。このため、条件をなるべく統一し、不確定な要素をなるべく排除するために、できるだけアルカリ量の少ないセメント ($\text{Na}_2\text{Oeq} < 0.5$ % が望ましい) を選び、 Na を添加することとした。

5. 供試体 (モルタルバー) の作り方

5-1 供試体の数

1 回の試験での供試体の数は 3 本を原則とする。また、1 バッチから 3 本を製作する。

5-2 モルタルの配合

モルタルの配合は質量比でセメント 1, 水 0.5, 砂 (表乾) 2.25 とする。

1 回に練り混ぜるセメント, 砂, 水の量は次を標準とする。

水 + NaOH 水溶液 : 300 ml

セメント : 600 g

砂 (表乾) : 1350 g

NaOH 水溶液の量はセメントのアルカリ量が Na_2Oeq で 1.2 ± 0.05 % となるように計算して定める。

5-3 材料の計量

重量で計量する材料は、4 ケタまではかる。砂はあらかじめ気乾状態としておき含水 (吸水) 率を測定し、水の計量の際に補正を行い、水セメント比が変化しないようにする。

5-4 練り混ぜ方法

モルタルの練り混ぜは、原則として次に示す方法による。

JIS R 5201 9.1.1 で規定される練り混ぜ機を使用する。練りはちおよびパドルを混合位置に固定し規定量のセメント, 砂を入れる。次に練り混ぜ機を始動させパドルを回転させながら 30 秒間混合する。次に練り混ぜ機を停止し、規定量の水を投入する。引きつづいて練り混ぜ機を 30 秒間始動させたのち 20 秒間休止する。休止の間にさじで練りはちおよびパドルに付着したモルタルをかき落す。さらに練りはちの底のモルタルをかき上げるよう 2 ないし 3 回かき混ぜる。休止が終わったら再び始動させ 120 秒間練り混ぜる。

5-5 成形

モルタルは直ちに型枠に 2 層に詰める。モルタルを型枠の高さの $1/2$ まで詰め、突き棒を用いてその先端が 5 mm 入る程度に、全面にわたって 1 層につき約 15 回ずつ突く。また、特にゲージプラグの周囲は十分にモルタルがいきわたるようにする。次にモルタルを型枠の上端まで詰め、前と同様に突き棒を用いて突き、最後に残りのモルタルを盛って約 5 mm 盛り上げを行う。打設後は湿気箱に入れ乾燥を極力減ずるようにモルタル表面にふれないようにぬれ布等でおおう。余盛部は打設後約 5 時間程度で供試体をいためないように注意して削りとり、上面を平滑にする。

解 説

5 - 1 供試体の数

供試体の本数は同一のバッチから3本を製作するようにする。ここで供試体の本数を3本としたのは、本試験は比較的结果のばらつきが大きくなりやすい傾向にあるため、本来であれば本数が多い方が精度等はよくなるが、型枠の制約やコンクリートの他の試験においても3本によるデータ処理手法が一般となっていることなどを考慮して、このように定めた。

5 - 2 モルタルの配合

5 - 2 に示した配合は示方配合であるから、骨材の水分の状態にあわせて、現場配合は決定しなければならない。量については3本の供試体を製作するのに十分な余裕を見込んでいる。このため、練混ぜや成形に支障がない場合には、ここに示した量より1割程度少ない量として、材料の節約を図ってもよい。また、ASTM法では水セメント比は決められておらず、フロー率で水量を決定しているが、ここで水セメント比50%としたのは、水セメント比の違いがモルタルの膨張量に影響を与えることを考慮し水セメント比一定とした。水セメント比を50%とすると一般に用いられているコンクリートの水セメント比に近いものとなる。また、ほとんどすべての骨材についてモルタルバーの製作が可能となる。参考までにフロー値が知りたいときは、JIS R 5201 に示すフロー試験を行うとよい。

セメント中のアルカリ量を1.2%としたのは、これまで我が国で使用されたセメント中のアルカリ量の最大値が約1.2%であったこと、およびこれまでのモルタル試験から、この程度のアルカリ量が骨材の反応性をチェックするのに適当と判断された。(図-3 参照)

セメント中のアルカリには Na_2O と K_2O があるがモル数をあわせることにより当量換算している。

Na_2O の分子量 30.99 K_2O の分子量 47.10

原子量 = Na: 22.99 K: 39.10 O: 16.00 H: 1.01

このため Na_2O と同重量の K_2O はモル数としては $30.99/47.10 = 0.658$ 倍となる。

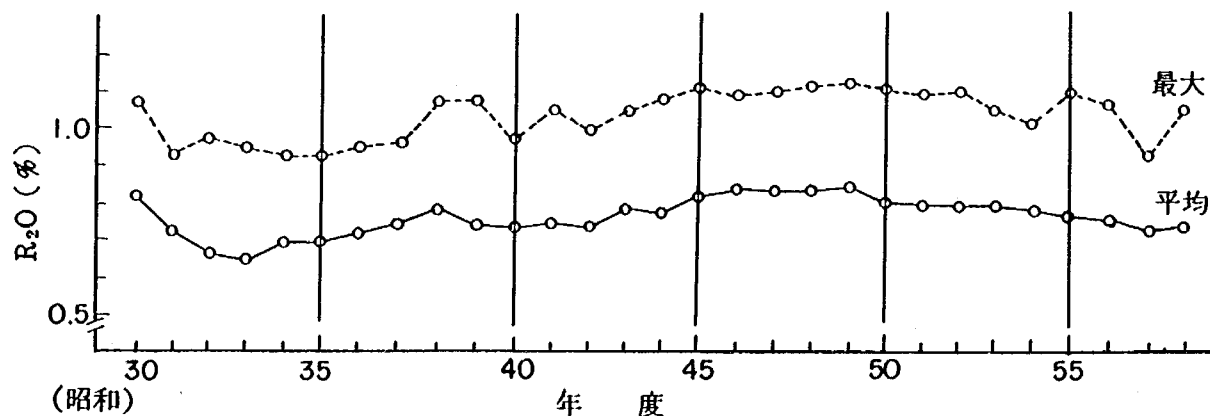


図-3 普通ポルトランドセメントのアルカリ量(R_2O)の推移

Na_2Oeq が 0.5 % のセメント 600g を Na_2Oeq が 1.2 % のセメントとするには

$600 \times (1.20 - 0.50) / 100 = 4.20 \text{ g}$ の Na_2O が必要

これと等量の NaOH は

$$4.20 \times \text{NaOH} / (\text{Na}_2\text{O} / 2) = 4.20 \times 40.00 / 30.99 = 5.42$$

5.42g の NaOH は 0.136 規定。よって 1 規定の NaOH 水溶液を用いるとすれば練り混ぜ水のうち 136ml を NaOH 水溶液に置き換えれば良い。

正確に NaOH を加えるには、あらかじめ NaOH 溶液を作り滴定により濃度を調べておき、練り混ぜ水に混合する量を計算するのがよい。

5 - 4 練り混ぜ方法

供試体の製作は JIS R 5201 に準じたものである。モルタルの練り混ぜは、水に添加した NaOH の影響等を考慮して 5 - 4 の順序とした。

6. 初期養生

打設後 24 時間 ± 2 時間までは型枠ごと湿気箱に入れて乾燥を極力減ずるようにモルタル表面にふれないようにぬれ布等でおおう。

7. 脱 型

初期養生完了後、脱型を行う。このとき湿気を失わないように番号および測定時の上下、測定時の方向を示す記号を明記する。打設から脱型までの時間は 24 ± 2 時間となるようにする。

8. 基長のとり方

脱型直後、番号等を付けた後供試体が極力乾燥しないように直ちに基長を測定する。

9. 貯蔵および測定

供試体は長手方向の端を下にして立てておき、下端は貯蔵容器の中の水と接触しないようにする。水中に没したり、供試体表面を水が流れることは、供試体からのイオン等の溶出があり望ましくない。

容器は密封し 40℃ ± 2℃, RH ≥ 95% で貯蔵する。

供試体が所定の材令に達したならば供試体を容器ごと貯蔵室または箱から取り出し、少なくとも

も16時間、 $20 \pm 3^{\circ}\text{C}$ に保ったのち容器を開いてその材令の測定を行う。測定の間は極力、供試体が乾燥しないようにする。

測定後は直ちに $40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、 $\text{RH} \geq 95\%$ にもどす。

最初の 24 ± 2 時間の長さの測定の後に1つの容器に入れる全ての供試体は、全て同時に測定がくるように同じ日に作り、同時に容器に入る。

供試体は測定後、前の期間とは上下逆の位置にして容器の中に置き直す。

解説

$\text{RH} \geq 95\%$ とするには、養生容器の下に水をはり水中に加熱機をおき、この加熱機によって生ずる水蒸気によって容器全体を加熱するようにするとよい。この方法をとる場合には測定時に供試体が乾燥しやすいので注意を要する。

この方法でも表面が乾燥する場合やこの方法が適当でない場合には、供試体を濡らしたろ紙等ですきまなく巻いて供試体を1本1本ビニール袋に入れて養生するとよい。この際、ろ紙が乾燥しないよう、また、水が流れ出るほどとならないように水を補給することが肝要である。この方法では供試体を立てておく必要はないが、クラックの発生等の外観の観察は困難となるので、注意が必要である。

10. 測定方法

10-1 長さ変化の測定

測定はJIS A 1129ダイヤルゲージ法による。

測定棒は、供試体を測定する時と同じ状態に置く。(鉛直度、温度)

標準尺の一方のプラグに測長棒の接点を接触させ、ダイヤルゲージの先端が、標準尺の軸に一致して動くようにし、スピンドルを徐々に出して、標準尺のもう一方のプラグに接触させダイヤルゲージの目盛を読む。目盛は $1/1000\text{mm}$ まで読む。スピンドルを引き、再び上記の操作を繰り返し、数値がおちついた後の目盛の読みから平均値を求め、 sX_i とする。

供試体について、上記の作業を行い X_i を求める。

供試体は常に同じ端を上にし同じ面を手前にする。ゲージと供試体の位置関係が常に同一となるようにする。

測定器、標準尺、供試体は、測定前3時間、その試験ごとに定めた温度に保つ。

10-2 外観観察

長さ変化の測定時に供試体のそりやポップアウト等の変状、表面のひびわれや水ガラスのゲル等の浸出物、よごれ等を観察する。

11. 長さ変化率の算出

供試体の最初の長さ、各測定材令における長さとの差を有効ゲージ長さで除し、0.001%まで計算し、その材令における供試体の長さ変化率として記録する。長さ変化率は次の式で求める。

$$\text{長さ変化率 (\%)} = \frac{(X_i - sX_i) - (X_{ini} - sX_{ini})}{L} \times 100$$

ここに、 X_i : 材令 i における供試体のダイヤルゲージの読み

sX_i : 材令 i における標準尺ダイヤルゲージの読み

X_{ini} : 供試体脱型時のダイヤルゲージの読み

sX_{ini} : 同時に測定した標準尺のダイヤルゲージの読み

L : 有効ゲージ長 (ゲージブラグ内側端面間の距離)

注) $X_i, sX_i, X_{ini}, sX_{ini}, L$ の単位は同一とする。

有効ゲージ長はゲージブラグによって長さが異なるので注意を要する。

12. 測定材令

測定材令は次のとおりとする。

脱型時 2 週間 4 週間 8 週間 3 カ月 6 カ月

解説

判定は 3 カ月、6 カ月の測定値で行うが、少なくとも上記材令で測定し必要に応じて回数や期間を増加させる。

伸びの傾向を詳細に検討したり、事故等への迅速な対応を行うには、より短い期間で判定を行うのがよいのは言うまでもない。

13. 判 定

判定については、3 本の平均値が、6 カ月後に 0.1 % 以上の膨張を生じた骨材は有害であるとする。なお、3 カ月で 0.05 % 以上の膨張を生じたものは有害としてもよいが、3 カ月で 0.05 % 未満のものは、6 カ月まで試験を続けた後に判定しなければならない。

解説

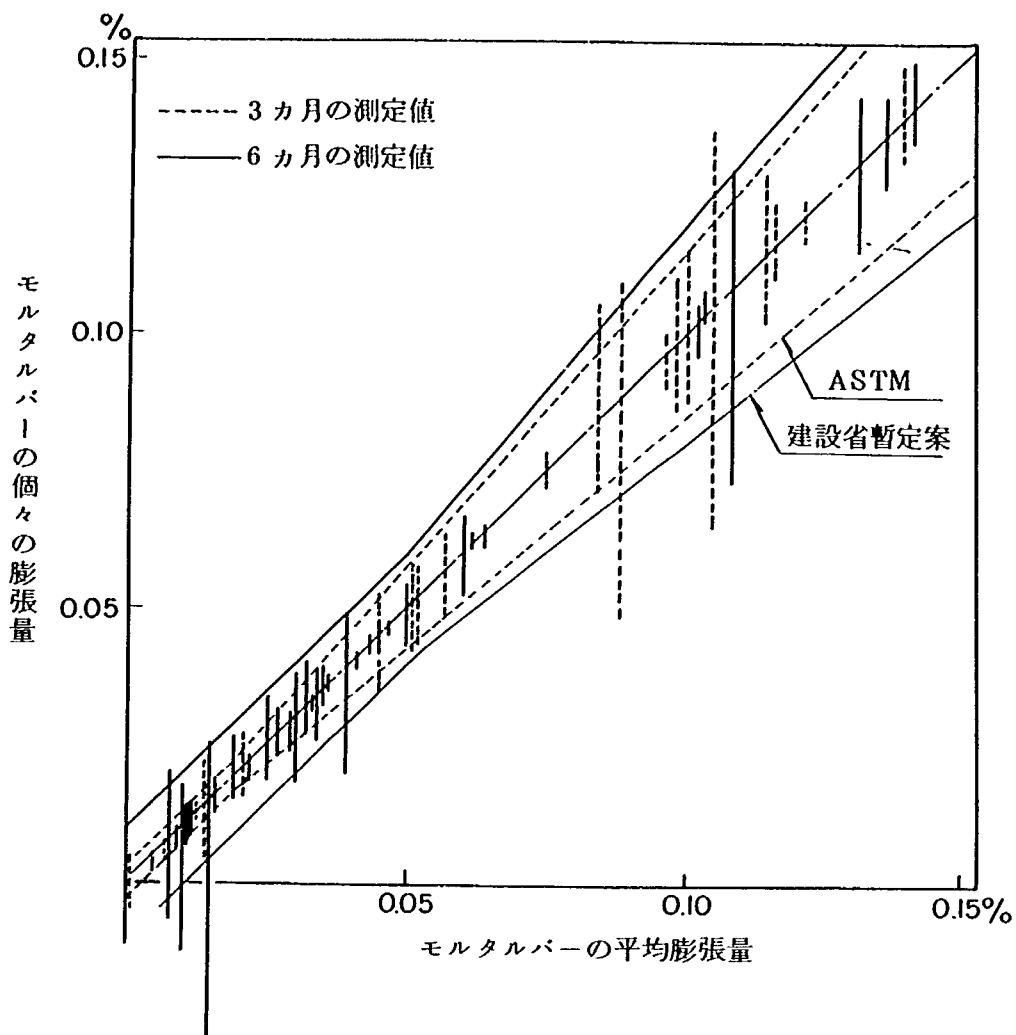
現在、ASTM法の判定法を参考に6カ月で0.1%を判定規準とした。なお、安全を見込むならば3カ月0.05%以上となったら有害と判断してもよい。なぜならば、3カ月で0.05%の膨張するもののうちかなりのものが6カ月で0.10%以上の膨張をするからである。ただし、3カ月の膨張が0.05%以下であるからといって6カ月で0.10%以下と推定するのは危険である。モルタルバーによる試験は岩種やアルカリ量によって膨張速度に大きな差が見られたり、また岩種によってはベシムムが存在するため反応性岩種と非反応性岩種との混合比によって膨張量が異なることもある。したがってモルタルバーの判定規準については多くの問題点が残っているが、暫定的に条文のとおりとした。判定の時期も6カ月後では早すぎるという考え方もあるが、これまでに土木研究所で行った試験では、問題があると考えられる国産の骨材は全て6カ月で0.10%以上の膨張を示したため、ここでは暫定的にこのように定めた。

14. 精 度

同一バッチから成形した全部の供試体の平均膨張量と、個々の供試体の膨張量との絶対値の差が0.010%以下であれば、精度は満たされていると考えてよい。ただし、平均膨張量が0.05%を超える場合は、個々の供試体の膨張量が平均膨張量との比で±20%以上の差がなければ、精度は満たされていると考えてよい。3本とも0.10%以上の膨張を示したものは精度に関係なく有害と判定してよい。

解説

現在、ASTM法では、ここに示した数値よりも小さい測定値で管理を行っている。図-4に土木研究所で行ったモルタルバーの結果を示すが、ASTM法での精度では満足しないものが多く、特に膨張量の小さいところで多くのものが精度を満足していない。このため、この暫定案ではASTM法の精度を緩和した精度を採用している。本来であればASTM法よりもより高い試験精度や再現性を有した方法を提案すべきであるが、現在これまでに行われた試験の状況を踏まえて、この精度とした。なお、将来的には、試験データを蓄積し、より試験精度の高い方法を提案したいと考えている。



図－4 モルタルバー膨張量の測定精度の範囲

15. 報 告

報告は、次の項目について記載する。

- (1) 骨材の産地および種別
- (2) セメントの種類および銘柄
- (3) セメントのアルカリ量、酸化カリウム (K_2O)、酸化ナトリウム (Na_2O) および酸化ナトリウム等量 (Na_2O_{eq}) 等の数値
- (4) 供試体の平均長さ変化の百分率、各測定材令
- (5) 試験に混和材料を用いた場合には、その種類、使用量、化学分析結果等
- (6) その他試験中および試験後の供試体の検査によって発見された重要な事項等の必要事項

3-3 骨材のアルカリシリカ反応性試験方法 (化学法) 建設省暫定案

現代學界對《孟子》之研究之綜覽
（上）

目 次

I. 概 要	135
II. A S T M (化学法) を改定した主な項目	135
III. 化学法の問題点	138
IV. 骨材のアルカリシリカ反応性試験方法 (化学法)	138
建設省暫定案	
1. 総 則	138
1－1 一 般	138
1－2 適用範囲	139
1－3 用 語	139
1－4 規 格 等	141
2. 試料採取	141
3. 使用装置・器具および試薬	142
3－1 試料調整用装置および器具	142
3－2 アルカリシリカ反応性試験用装置および器具	142
3－3 水および試薬	143
4. 試料の調整	145
4－1 試料の縮分	145
4－2 粗 粉 碎	145
4－3 代表試料の調整	145
5. アルカリシリカ反応性試験	146
5－1 アルカリと骨材試料との反応操作	146
5－2 アルカリ濃度減少量の定量方法	149
5－3 溶解シリカ量の定量方法	150
6. 試験結果のまとめ方	155
6－1 データシートへの記入	155
6－2 許 容 差	155
7. 骨材のアルカリシリカ反応性の判定	155
アルカリシリカ反応性試験結果データシート (様式 1)	157
骨材の有害度の判定図	159

I. 概 要

通達において、骨材のアルカリシリカ反応性を試験する方法の一つとして化学法が示されている。元来、ASRは骨材中のある種の非晶質（反応性）シリカとコンクリート中のアルカリ金属イオン（ Na^+ 、 K^+ ）との化学反応であるため、理論的には骨材のアルカリシリカ反応性を評価する最も適した方法であると考えられ、従来よりASTM C 289「骨材の潜在反応性試験方法(化学法)」として規定されている。

我が国においてもASTMの試験方法で骨材の試験が行われていたが、試験法に不明確な表現などがあるため試験所間において試験結果に差が生じることが問題となっていた。

建設省暫定案は、ASTM化学法の各試験項目について実験的な検討を行い、試験操作の明確化等の改定を行い、試験所間の差を少なくしたものである。

試験方法のフローを図－1に示す。

II. ASTM法（化学法）を改定した主な項目

(1) 試料の採取

ASTMでは「試料の採取は骨材の代表的な部分を選ぶ」と不明確であるが、採取した試料の均一化と、再試験や他の試験（モルタルバー法）を行うときの試料の同一性を保証することを考慮し、建設省暫定案では「採石場において試料採取を行う場合は約40kgを採取する。レデーミクスコンクリート工場において試料採取を行う場合は、粗骨材、細骨材のそれぞれについて約40kgを採取する。」と採取量を規定した。

(2) 試料の調整

ASTMでは特に採取した試料の取り扱いについて明示していないが、建設省暫定案では採取した試料の縮分を行うことを規定した。

また、ASTMでは「粉碎後試料を観察し、シルト分あるいは粘土分が付着した粒子があれば、水洗、乾燥の操作を繰り返す。」となっているが、試料の均一化と洗浄、乾燥は1回で十分であることが実験結果より明らかとなったため簡易化し、建設省暫定案では「試料の洗浄、乾燥は1回とし、純水による洗浄を行う。」こととした。

(3) 反応操作

ASTMでは「24時間反応をさせた後、30℃以下に冷却後直ちにふたを取り去り、骨材残分と溶液とをろ別する。」となっているが、容器のふたについた水滴を回収することを考慮し、建設省暫定案では「冷却後、密閉したまま容器を上下に2回転倒させ、5分間静置した後ふたを開ける。」と規定した。

(4) ろ過操作

ASTMでは「分析用ろ紙を密着させた磁器性グーチャーで吸引ろ過する。このとき少量の溶液をろ紙上に注いでろ紙を密着させ、容器の内容物を乱さないようにして溶液だけろ過する。溶液のろ過が終わったら、吸引をとめ、ステンレス製スパチュラで容器内の残分をろ紙上に移し、再

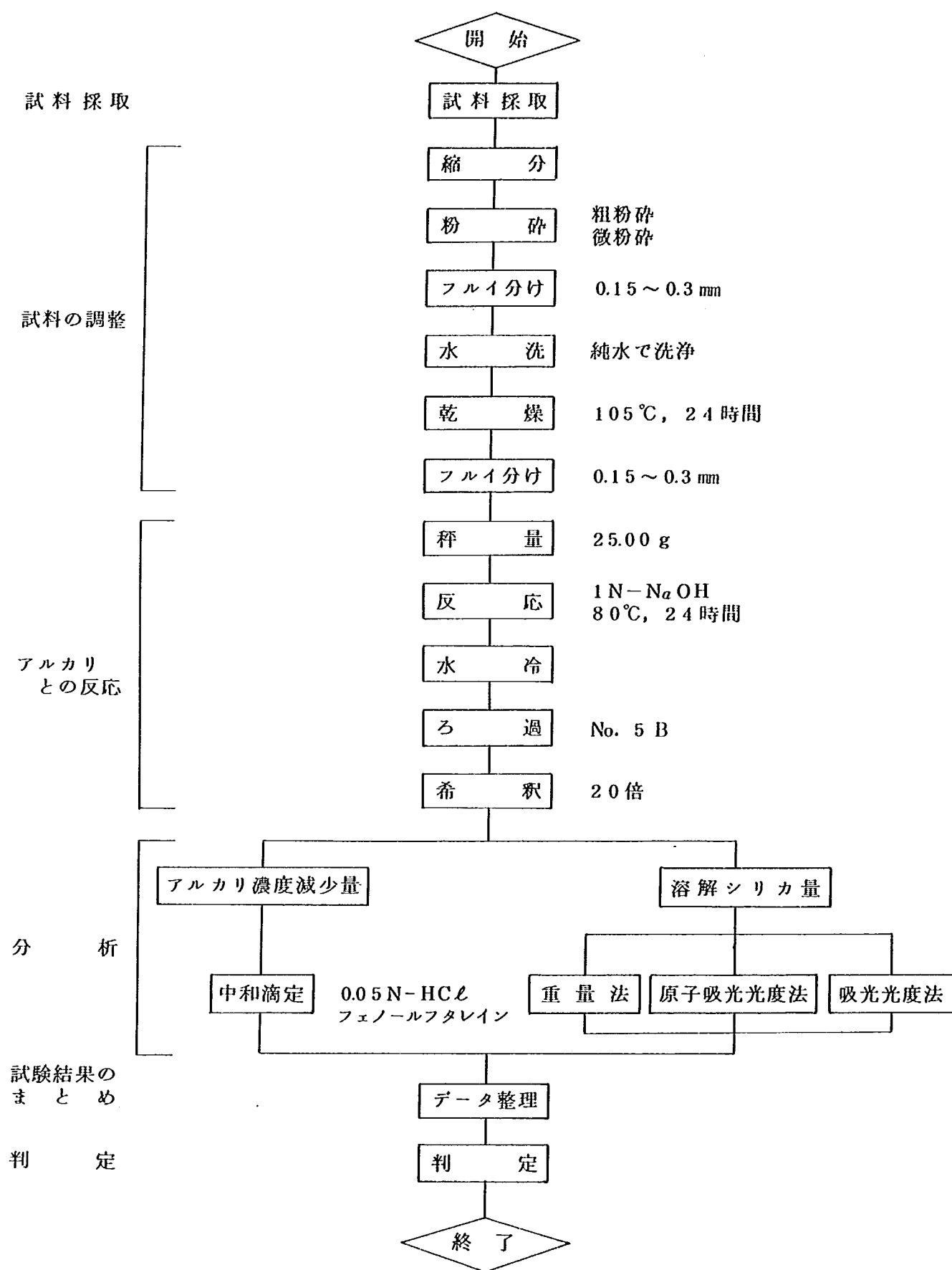


図-1 骨材のアルカリシリカ反応性試験方法（化学法）フロー

び約 51 kPa で吸引し、ろ液が 10 秒間に 1 滴ずつの滴下となるまで吸引ろ過を続ける。このとき、吸引に要した時間は記録しておき、同じ試料の他の容器についても同じ時間吸引ろ過を行う。」となっているが、グーチャーつぼより使い易いブフナー漏斗を使用し、約 51 kPa でろ液が 10 秒間に 1 滴ずつの滴下となるまで吸引することより、吸引ろ過時間を 4 分間に一定としたほうが、繰り返し精度が良くなることが実験結果より明らかとなったため、建設省暫定案では「ブフナー漏斗にろ紙（5 種 B）を置き、まず上澄液を静かに吸引ろ過する。次いで容器中の残分はステンレス製スプーンなどでブフナー漏斗に移し入れ、残分を軽くおして平らかにし 4 分間吸引を続ける。この時の吸引ろ過時間は、すべて一定にする。」と規定した。

(5) アルカリ濃度減少量の測定

ASTM では「希釈溶液を 0.05 N-HCl 標準液で滴定する。」となっているが、滴定時の空気中の炭酸ガスの影響を防ぐことを考慮し、建設省暫定案では「滴定は 2 回行うこととし、1 回目の滴定量を参考値として、慎重に滴定した 2 回目の値を採用する。」と規定した。

(6) 溶解シリカ量の測定

ASTM では溶解シリカ量の測定は重量法か吸光光度法のいずれかで行うことになっているが、重量法は高度の熟練が必要であり、個人差がはやり易く、時間も要するため多数の試料を一度に処理することは困難である。吸光光度法も熟練を必要とし、発色させた溶液の退色が早いため、多数の試料を一度に処理することは困難である。一方、原子吸光光度法は装置の操作に慣れれば短時間で測定ができ、多数の試料を一度に処理することができる。また、吸光光度法、原子吸光光度法とも個人差はほとんど入らない。さらに、3 つの方法による測定値に差がほとんどないことも実験的に確認されたので、建設省暫定案では溶解シリカ量の測定に原子吸光光度法も採用した。

(7) 重量法による溶解シリカ量の測定

ASTM では重量法による溶解シリカ量の測定は塩酸乾固法で行うこととしているが、塩酸乾固法はシリカの固定が完全でなく、ろ過操作にも時間を要するのに対し、過塩素酸法はシリカの固定がほぼ完全であるとともにろ過操作も容易であるため、建設省暫定案では過塩素酸法を採用した。

(8) シリカ標準液

ASTM では「吸光光度法のシリカ標準液は、メタけい酸ナトリウムを水に溶解して調整し、重量法で SiO_2 濃度を検定する」となっているが、シリカ標準液の調整を簡易にするとともに市販のシリカ標準液の精度が良いことが確認されたため、建設省暫定案では「吸光光度法および原子吸光光度法のシリカ標準液は、検量線作成のために二酸化けい素をアルカリで融解して調整するか、市販のシリカ標準液（ Si 1000 ppm）を使用する」とした。

(9) 許容差

ASTM では「3 個の測定値の許容差は、平均値が 100 mmol/ℓ 未満のときは 12 mmol/ℓ 以内、平均値が 100 mmol/ℓ 以上のときは 12 % 以内とする。」となっているが、習熟した人が行えば、3 個の測定値のばらつきが平均値との差の 10 % 以内に入ることが確認されたため、建

設省暫定案では「3個の測定値は、いずれもその平均値との差が10%以内でなければならない。」と規定した。

Ⅲ. 化学法の問題点

(1) 判定

試験精度を向上させるため化学法を改良したが、反応性の判定はASTMの判定図を用いている。しかしながら、米国産骨材で作成された判定図が我が国骨材の判定に必ずしも適用できるとは限らない。

(2) 反応性

化学法は他のモルタルバー法などに比較して短時間で結果が得られるという利点はあるが、試験条件が過酷であり安全側になる傾向がある。

Ⅳ. 骨材のアルカリシリカ反応性試験方法（化学法）建設省暫定案

1. 総 則

1-1 一 般

(1) 試験方法

本試験方法は、骨材がコンクリート中でアルカリと共存する場合に、潜在的に有するシリカとアルカリとの反応性を化学的に判定する方法である。

試験溶液中のアルカリ濃度減少量（ R_c ）および溶解シリカ量（ S_c ）を測定することによって、判定図から骨材のアルカリシリカ反応性を推定しようとする比較的迅速な試験方法である。

(2) 暫定試験方法

本試験方法は暫定である。

解説

1-1 一 般

ある種の骨材は、コンクリート中で変化して、コンクリートの劣化原因となることがある。骨材のコンクリート中における変質には、アルカリシリカ反応、アルカリ炭酸塩反応やポップアウトがある。本試験方法はこのうち骨材のアルカリシリカ反応性を化学的な方法によって比較的迅速に判定するための試験方法である。

骨材のアルカリシリカ反応性を判定する試験方法としてASTM C 289があるが、この試験方法による測定値には試験所間にかなり大きな差が生じることが問題となっている。これは、この試験方法の分析操作に必ずしも明確でない部分や、適切でない部分があるためと考えられる。

このため、試験所間の測定値の差を小さくすることを目的として、ASTM C 289の分析操作

および誤差要因について実験的な検討を行った。

本試験方法は、これら検討結果を踏まえ、ASTM C 289 に準拠しつつ改良を加え、とりあえず決めた暫定試験方法である。

1-2 適用範囲

本試験方法の適用範囲は、未使用骨材およびフレッシュコンクリート中の骨材とする。ある種の骨材はこの方法による判定基準に適合しないので、あらかじめ岩石学的な調査を必要とする場合がある。

解説

1-2 適用範囲

本試験方法は、これからコンクリートに使用する骨材およびまだ硬まらないコンクリートより取り出した骨材に適用する。

硬化したコンクリートより取り出した骨材は、すでに長期間にわたってアルカリ環境下にあったため、そのアルカリ反応性はコンクリートに使用される前とは異なっていることが考えられる。また、コンクリートから骨材を取り出す時、塩酸でペースト部分を除いているが、塩酸で処理する時間が長くなると図-2に示すように骨材のアルカリ濃度減少量と溶解シリカ量は、岩種に差はあるものの増加の傾向にある。これをASTMの判定図にプロットすると、図-3に示すように塩酸処理時間が長くなると無害から有害へ変わるものもでてくる。このように、岩種によって塩酸による影響に差はあるものの、境界線付近の骨材は塩酸処理時間が長いと有害と判定されることもあるので判定には十分な注意が必要である。

また、本試験方法による判定基準に適合しない例として炭酸カルシウム、マグネシウム又は第一鉄を含む骨材、例えば方解石、ドロマイト、マグネサイト又は菱鉄鉱、アンチゴライト（蛇紋石）のように、マグネシウム含有けい酸塩などを含む骨材があるので、岩石学的な予備調査をすることが望ましい。

1-3 用語

- (1) アルカリシリカ反応 (ASR) : 骨材中の反応性を潜在的に有するシリカとコンクリートに含まれるアルカリが反応することにより生じた生成物が吸水して膨張し、コンクリートにひびわれ等を生じさせる現象
- (2) アルカリ濃度減少量 (Rc) : 骨材との反応によって消費されたアルカリの量
- (3) 溶解シリカ量 (Sc) : 骨材とアルカリの反応によって溶出したシリカの量

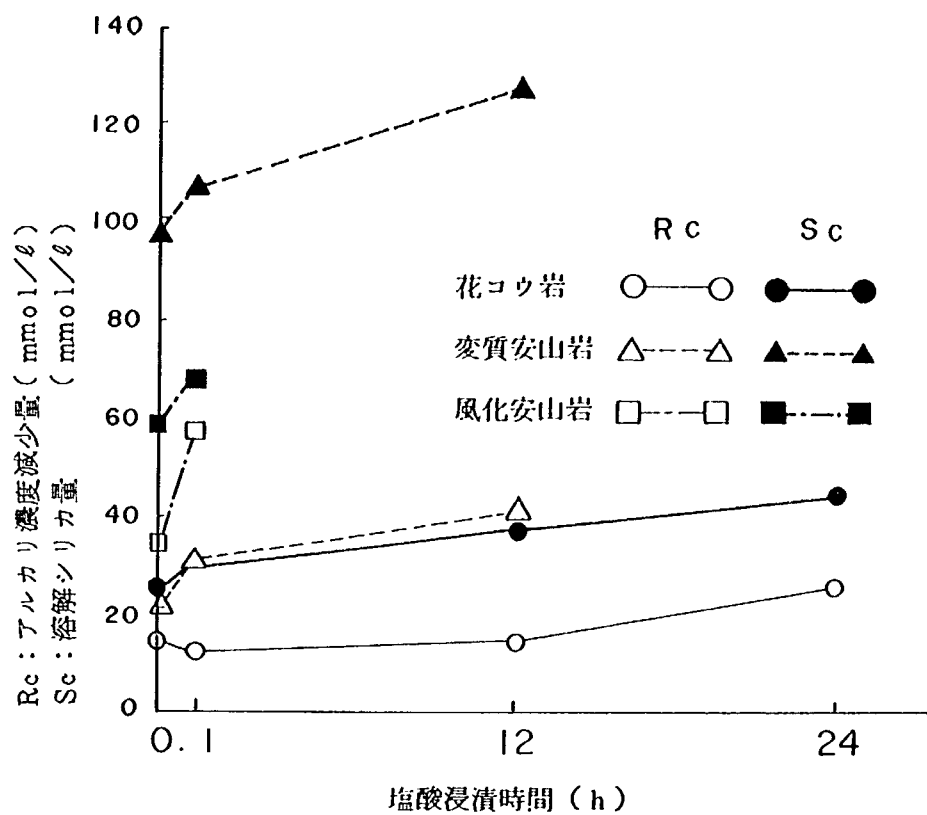


図-2 塩酸処理時間の影響

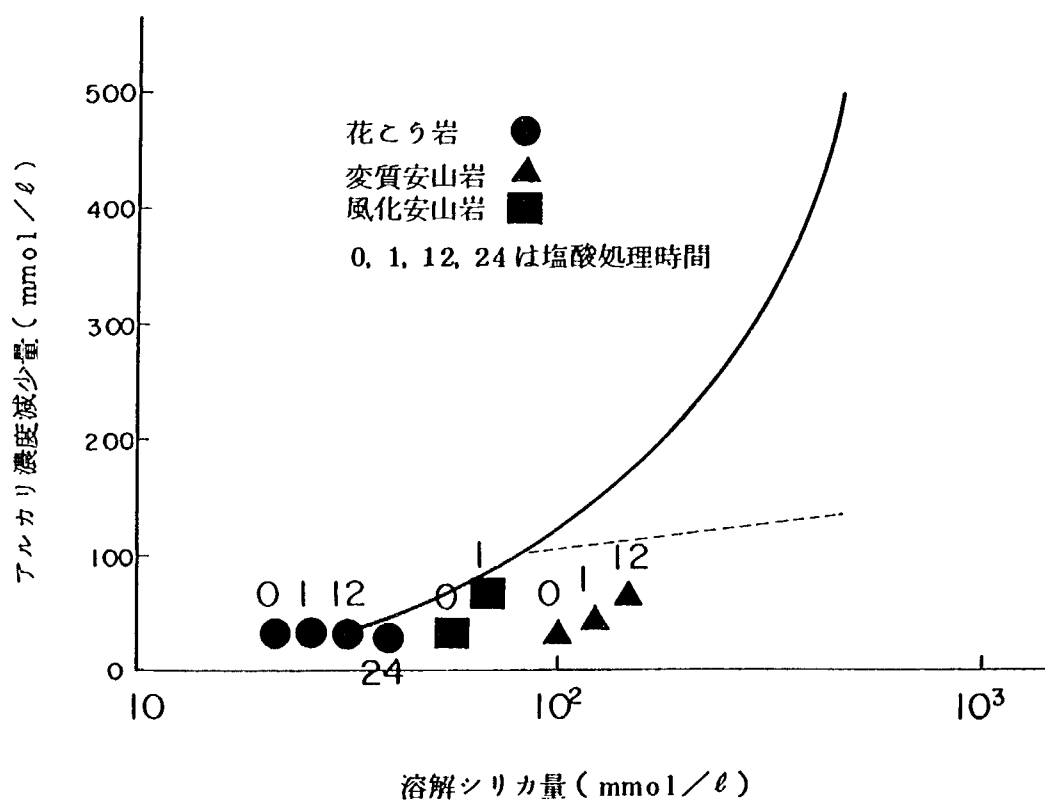


図-3 塩酸処理時間の影響

1-4 規格等

本試験方法に記述されていない事項は引用規格および関連規格によるものとする。

(1) 引用規格

ASTM C 289-81 Standard Test Method for Potential Reactivity of Aggregates (Chemical Method)

(2) 関連規格

JIS A 1102	骨材ふるい分け試験方法
JIS A 5004	コンクリート用砕砂
JIS A 5005	コンクリート用砕石
JIS B 7413	浸没線付ガラス製水銀棒状温度計
JIS K 0050	化学分析方法通則
JIS K 0115	吸光光度分析のための通則
JIS K 0121	原子吸光分析のための通則
JIS K 8001	試薬試験方法通則
JIS K 8005	容量分析用標準試薬
JIS R 3503	化学分析用ガラス器具
JIS Z 8401	数値の丸め方
JIS Z 8801	標準ふるい

2. 試料採取

採石場において試料採取を行う場合は約40kgを採取する。レデーミクストコンクリート工場において試料採取を行う場合は、粗骨材、細骨材のそれぞれについて約40kgを採取する。

解説

2. 試料採取

試験に供する試料は、約40kg採取することとした。これは本試験方法において有害度の判定が難しい場合、すなわち、繰返し測定数3のうち、1～2が有害もしくは無害と判定され、残りが逆の結果となったような場合、再試験を行うことを考慮している。

また、川砂利や混合砕石の場合には目的に応じて骨材を分類し、混合比を調べ、各々について試験を行い判定することが非常に参考となる。

3. 使用装置・器具および試薬

3-1 試料調整用装置および器具

- ① 粉碎装置 粗骨材を約5 mm以下の粒度に粉碎することができるジョークラッシャー
- ② 微粉碎装置 5 mm以下の骨材を300 μ m以下の粒度に粉碎することができる円盤型粉碎機又はその他適当な装置。
- ③ ふるい JIS Z 8801に規定された300 μ mおよび150 μ mの網ふるい。
- ④ 乾燥器 105℃に調節し、長時間連続使用し得る乾燥器。

3-2 アルカリシリカ反応性試験用装置および器具

- ① 化学はかり ひょう量150 g程度で感量10 mgのもの、およびひょう量80 g程度で感量0.1 mgのもの。
- ② 反応容器 ステンレス鋼又は適当な耐食性材料で製作された容量50～60 mLの容器。気密にふたをすることができるもので、空試験時にシリカの溶出がなく、アルカリ濃度減少量が10 mmol/L未満のもの。
- ③ 恒温水槽 反応容器全体を沈めて静置させた状態で、80±1.0℃に24時間以上保持することができるもの。
- ④ 水 浴
- ⑤ 砂 浴
- ⑥ 光電分光光度計又は光電光度計 測定波長410 nm付近における透過光量を十分な精度で測定できる装置。
- ⑦ 原子吸光光度計 高温バーナーを有し、アセチレン・酸化二窒素ガスによる測定が出来る装置。
- ⑧ 電気炉 最高温度1100℃を長時間保持することができるもの。
- ⑨ 分析用器具類
 - (a) ホールピペット(5 mL, 10 mL, 20 mL, 25 mL)
 - (b) ブフナー漏斗(内径約60 mm)
 - (c) ビュレット(25 mL)
 - (d) メスフラスコ(100 mL, 1 L)
 - (e) 三角フラスコ(100 mL)
 - (f) ビーカー(100 mL, 200 mL)
 - (g) 時計皿
 - (h) 共栓付ポリエチレン製容器(30～50 mL)
 - (i) ポリエチレン瓶(100 mL, 1 L)
 - (j) テフロンシリンダー又はポリエチレンシリンダー(10 mL)
 - (k) 白金皿(75 mL又は100 mL)

- (l) 白金るつぼ (30 ml)
- (m) デシケーター
- (n) 吸引ろ過装置
- (o) 駒込ビベット

3-3 水および試薬

3-3-1 水

蒸留水又は同程度以上の純度を有する水を用いる。

3-3-2 試薬

試薬は、JIS規格の試薬特級又はそれと同等以上のものを使用する。

- ① 1 N水酸化ナトリウム標準液 1.000 ± 0.010 規定で、± 0.001 規定まで標定する。
- ② 0.05 N塩酸標準液 0.05 規定で、± 0.001 規定まで標定する。
- ③ 過塩素酸 (70%)
- ④ 塩酸 (1 + 1)
- ⑤ ふっ化水素酸 (約 47%)
- ⑥ 硫酸 (1 + 1)
- ⑦ 硫酸 (1 + 10)
- ⑧ フェノールフタレイン指示薬 (1% エタノール溶液) フェノールフタレイン 1 g をエタノール (1 + 1) 100 ml に溶解し、滴瓶に入れて保存する。
- ⑨ モリブデン酸アンモニウム溶液 (10 W/V%) モリブデン酸アンモニウム $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 10 g を水に溶かして 100 ml とする。溶液が透明でない場合はろ紙 (5 種 C) を用いてろ過する。この溶液はポリエチレン瓶に保存する。白色沈澱が生じたら新たに作り直す。
- ⑩ しゅう酸溶液 (10 W/V%) しゅう酸 2 水和物 10 g を水に溶かして 100 ml とする。この溶液はポリエチレン瓶に保存する。
- ⑪ シリカ標準原液 (10 mmol SiO_2/l) 二酸化けい素 (純度 99.9% 以上) を磁器るつぼに入れて、1000 °C で約 1 時間加熱後、デシケーター中で放冷する。冷却した二酸化けい素 0.601 g を白金るつぼ (30 ml) にはかり取り、炭酸ナトリウム (無水) を 3.0 g 加えてよく混合する。徐熱してから 1000 °C の電気炉に入れて二酸化けい素を融解する。冷却後、温水 100 ml を入れたビーカー (200 ml) に入れ融成物をよく溶かす。白金るつぼはよく洗浄して取り出す。溶液は 1 l のメスフラスコに移し、水を加えて定容とした後ポリエチレン瓶に入れて保存する。この標準液は検量線作成のために調整する。

解説

3-3 水および試薬

＜1 N水酸化ナトリウム標準液は次のように調整する。＞

水酸化ナトリウム165 gをポリエチレン瓶(500 mL)にはかり取り炭酸ガスを含まない水150 mLを加えて溶解する。炭酸ガスを遮断し4～5日間放置する。上澄水54 mLをポリエチレン瓶に分取し、炭酸ガスを含まない水を加えて1 Lに希釈する。この溶液はポリエチレン瓶で密封して保存する。

過塩素酸マグネシウムデシケーター中で約48時間乾燥した*アミド硫酸(容量分析用標準試薬)2.4～2.6 gを0.1 mgまで正しくはかり取り、ビーカー(200 mL)に移し、水25 mLを加えて溶かし、ブロムチモールブルー指示薬(0.1%エタノール溶液)を加えて、水酸化ナトリウム標準液で滴定し、溶液が黄色から青色に変わったときを終点とする。

(*アミド硫酸→スルファミン酸)

次式より1 N水酸化ナトリウム標準液のファクター(F)を計算し、3-3-2の規定内であることを確認する。

$$F = \frac{\text{はかり取ったアミド硫酸の質量(g)}}{0.09709 \text{ (g/mL)} \times \text{滴定量(mL)}} \times \frac{\text{アミド硫酸の含量(\%)}}{100}$$

また、市販の容量分析用1 N水酸化ナトリウムも、正確な濃度を確認することができれば使用してもよい。この場合、開封後1週間経過したものは使用してはならない。

＜0.05 N塩酸標準液は次のように調整する。＞

塩酸90 mLに水を加えて1 Lとし、1 N塩酸とする。

白金るつぼに入れ、600℃で約1時間加熱した後、過塩素酸マグネシウムデシケーター中で放冷した炭酸ナトリウム(無水)(容量分析用標準試薬)1.3～1.4 gを0.1 mgまで正しくはかり取り、ビーカー(200 mL)に移し、水20 mLを加えて溶かし、ブロムフェノールブルー指示薬(0.1%エタノール溶液)を加えて、前調整した塩酸で滴定する。終点付近では煮沸して炭酸ガスを除去し、冷却後、更に滴定し、溶液が青色から黄色に変わったときを終点とする。

次式により1 N塩酸のファクター(F)を算出する。

$$F = \frac{\text{はかり取った炭酸ナトリウムの質量(g)}}{0.05299 \text{ (g/mL)} \times \text{滴定量(mL)}} \times \frac{\text{炭酸ナトリウムの含量(g)}}{100}$$

前調整した1 N塩酸50 mLをホールビペットで分取し、1000 mLのメスフラスコに移し、水を加えて定容とする。この標準液の標定は行わず、1 N塩酸のファクターを使用する。

また、市販の0.05 N塩酸も、正確な濃度を確認することができれば使用してもよい。

4. 試料の調整

試料は、次により調整する。

4 - 1 諸料の縮分

採取した骨材をよく混合し、約 10 kg の代表骨材を採る。

解説

4 - 1 試料の縮分

代表骨材の採取は 4 分法によることが望ましい。

4 - 2 粗粉碎

代表骨材を小型ジョークラッシャーにより約 5 mm 以下に粗粉碎する。これをよく混合した後、縮分して約 1 kg の代表試料を採る。

解説

4 - 2 粗粉砂

代表試料の縮分は 4 分法によることが望ましい。

4 - 3 代表試料の調整

- (1) 代表試料から 300 ~ 150 μm の粒群をふるい分ける。150 μm 以下の微粉は廃棄する。
- (2) 300 μm 以上の粗粒部分は、円盤型粉碎機などを用い、少量ずつ粉碎する。この時、150 μm 以下の微粉部分の割合をできるだけ少なくなるように十分に注意する。
- (3) 粉碎した代表試料は、300 ~ 150 μm 粒群にふるい分け、150 μm 以下の微粉は廃棄する。300 μm 以上の粗粒部分は、4 - 3 (2)(3) の操作を繰り返して、300 ~ 150 μm の粒群を集める。
- (4) 300 μm 以上の粗粒部分がなくなったら、300 ~ 150 μm の粒群を混合し、150 μm ふるいを用いて少量ずつ流水下で水洗する。水洗により微粉を除去した試料は、約 1 ℓ の蒸留水を用いてすすぎ洗いをを行う。
- (5) 水洗試料は、ステンレス鋼製バット等の適当な容器に移し、余分の水を除去した後、 105 ± 5 $^{\circ}\text{C}$ に調節した乾燥器で 20 ± 4 時間乾燥する。
- (6) 冷却後、再び 150 μm ふるいにより微粉部分を除去し、300 ~ 150 μm の粒群をよく混合して試験用試料とする。

解説

4-3 代表試料の調整

調整試料は、採取した骨材の代表成分であり、また、他からの混入物質が殆どないことが要求される。

そのためには、 $150\mu\text{m}$ 以下の微粉廃棄部分が少なくなる様な粉砕方法が望ましい。即ち、摩砕によるのではなく、衝撃粉砕が主になる粉砕方式がよい。一方、粉砕機はいずれも他の物質混入を避けるため、清掃が容易かつ完全に出来ることが望ましい。

しかしながら、ジョークラッシャーおよび円盤型粉砕機を完全に清掃し、前の試料とのコンタミネーションを防ぐことは非常に難しいので、適当量の試料を本粉砕の前にあらかじめ粉砕して清掃すると良い。

また、ふるいの目開きは狂いやすいので十分に注意して取り扱わねばならない。JIS Z 8801でふるいの目開きを適宜検査することが望ましい。

5. アルカリシリカ反応性試験

5-1 アルカリと骨材試料との反応操作

5-1-1 要 旨

試料に1N水酸化ナトリウム標準液を加え、 80°C に調節した恒温水槽で24時間反応させる。

これを吸引ろ過して試料原液を得る。なお、ろ過操作は反応容器1個ずつ順次行った方が誤差は小さくなる。

5-1-2 操 作

- ① 1試料につき $25.00 \pm 0.05\text{g}$ ずつを3個はかり取り、それぞれ3個の反応容器に入れる。次いで1N水酸化ナトリウム標準液25mLをホールピペットを用いて加え、直ちにふたをする。なお、空試験用反応容器1個も同様に操作する。
- ② 反応容器は実験台上で交互に3回ゆっくり水平に回し、試料に付着した気泡を分離する。
- ③ 反応容器のふたをよく締め、直ちに $80 \pm 1^{\circ}\text{C}$ の恒温水槽に完全に沈めて24時間 ± 15 分間そのまま静置する。
- ④ 所定時間に達したら、恒温水槽中から反応容器を取り出し、流水で 15 ± 2 分間冷却する。
- ⑤ 密閉したままの容器を上下に2回転倒させ、5分間静置した後ふたを開ける。ブフナー漏斗にろ紙(5種B 5.5cm)を置き、まず上澄液を静かに吸引ろ過する。次いで容器中の残分はステンレス製スポンなどでブフナー漏斗に移し入れ、残分を軽く押して平らにし4分間吸引を続ける。ろ液は30~50mLの共栓付ポリエチレン製容器に受ける。

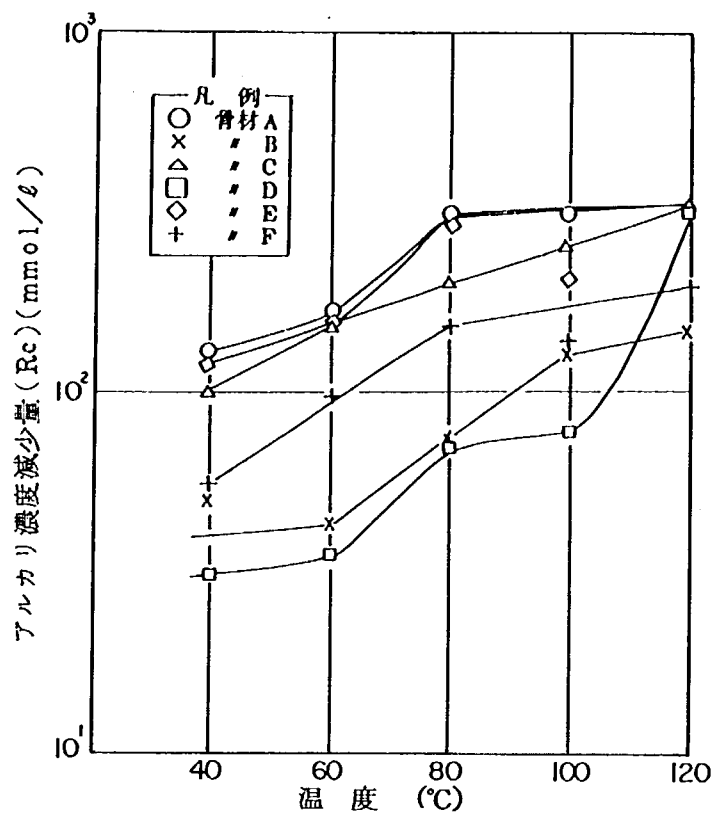


図-4 反応温度とアルカリ濃度減少量

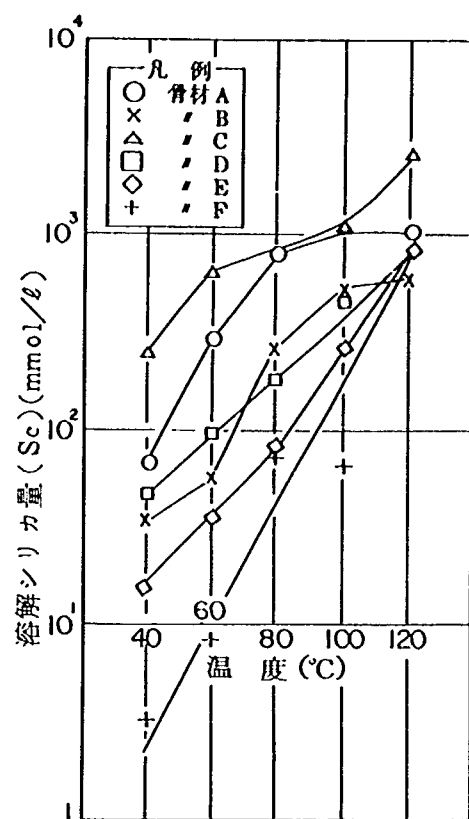


図-5 反応温度と溶解シリカ量

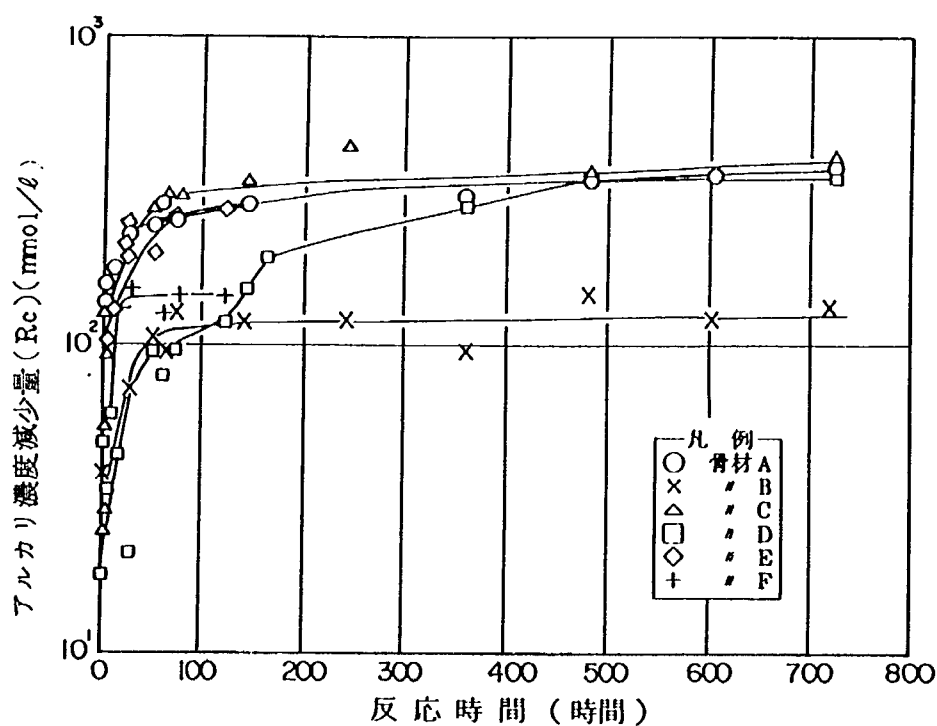


図-6 反応時間とアルカリ濃度減少量

この時の吸引ろ過時間はすべて一定にする。

⑥ ろ液の入ったポリエチレン製容器を密栓し、混合し試料原液とする。

解説

5-1 アルカリと骨材試料との反応操作

恒温水槽は温度を $80 \pm 1^\circ\text{C}$ に長時間維持できるものでなくてはならない。このため、恒温水槽の液温は正確な温度計を用いて $80 \pm 1^\circ\text{C}$ になっていることを適宜確認することが望ましい。この温度範囲が守られていないと R_c および S_c のかたよりが大きくなる。たとえば、骨材の岩種による違いはあるものの、図-4、図-5に示すように、反応温度により R_c, S_c 共に大きく変化することがある。

水酸化ナトリウム標準液の添加、反応容器のねじ締め、吸引ろ過、分取など一連の操作は、反応容器1個ずつ順次行った方が誤差は小さくなる。

また、図-6、-7に示すように、反応による R_c, S_c の変化は主に100時間以内に生じている。このため、再現性の良い試験結果を得るには、常に反応時間を一定にすることも重要である。

ろ過操作は、 R_c が大気中の炭酸ガス等の影響を受けなくするため、すばやく行う必要がある。このため、まず少量の液をろ紙上に注いでろ紙を密着させ、溶液のろ過をする。溶液のろ過は短時間で行い、吸引を止め、ステンレス製スプーンで反応容器中の残分をろ紙上に移す。再び吸引を開始し、ろ過液の滴下が10秒間に1滴ずつとなるまで吸引を続ける。

実験の結果によると、水流ポンプで4分間の吸引によって、10秒間に1滴の滴下割合となったので、吸引時間を4分間とした。

吸引ろ過時間を一定にそろえないと、アルカリ性の試験液が空気中の炭酸ガスを吸収する割合が異なり、 R_c のバラツキが大きくなる。

吸引ろ過時に、ろ過液残分をステンレス製スプーンで軽く平らにし、さらにブフナー漏斗の内径とほぼ同じ径のゴム栓(20番)で押すことが望ましい。

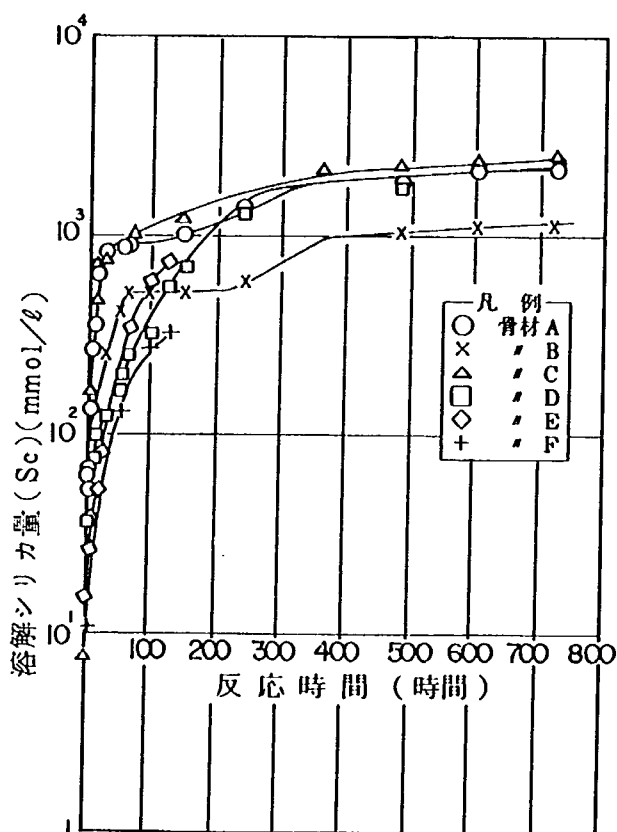


図-7 反応時間と溶解シリカ量

5-2 アルカリ濃度減少量の定量方法

5-2-1 要 旨

試料原液を分取し、水を加えて希釈試料溶液とする。この一部を分取し、フェノールフタレイン指示薬を用いて 0.05 N 塩酸標準液で滴定する。

5-2-2 操 作

① 5-1-2⑥の試料原液 5 mL をホールビペットで分取し、直ちに 100 mL のメスフラスコに移して水で定容とする。よく混合した後、この希釈試料溶液 20 mL をホールビペットで分取し、三角フラスコ (100 mL) に移す。

② フェノールフタレイン指示薬 (1 % エタノール溶液) 2 ~ 3 滴を加え、0.05 N 塩酸標準液で少量ずつ滴定して、最後の 1 滴でかすかな紅色が無色となったときを終点とする。

③ 次に、希釈試料溶液 20 mL を再び分取し、1 回目の滴定値を参考値として、慎重に滴定を行い、ここで得た値を正式滴定値とする。

5-2-3 計 算

アルカリ濃度減少量は、次により算出する。

$$R_c = \frac{20 \times 0.05 \times F}{V_1} (V_3 - V_2) \times 1000$$

ここに、 R_c = アルカリ濃度減少量 (mmol/L)

V_1 = 5-2-2 ① で希釈試料溶液からの分取量 (mL)

V_2 = 希釈試料溶液の滴定に要した 0.05 N 塩酸標準液量 (mL)

V_3 = 希釈した空試験溶液の滴定に要した 0.05 N 塩酸標準液量 (mL)

F = 0.05 N 塩酸標準液のファクター

解説

5-2 アルカリ濃度減少量の定量方法

R_c の滴定を行うとき、終点まで慎重にかくはんしながら行くと、空気中の炭酸ガスの混入が多くなり、 R_c の正確な値は測定できない。そこで、1 回目の滴定で終点の目安を知り、2 回目の滴定では 1 回目の滴定終点近くまでは一度に塩酸を入れ、以後慎重に滴定を行い、より正確な終点を求めることとした。このとき極端な濃度勾配を生じないように注意する必要がある。

R_c の測定は、原液を希釈後できるだけ速やかに行うことが望ましく、特に希釈試料溶液をフラスコに分取した後の滴定操作は、直ちに行わねばならない。多検体の試料を連続して定量する場合は、この点について十分注意する必要がある。

妨害イオン等の影響により終点が見分けにくいときは、自動滴定装置を用いてもよい。ただし、このときターンテーブルの使用は避け、一試料ごとに分取、滴定の操作を行わねばならない。

試料溶液は水酸化ナトリウムとけい酸ナトリウムが混在しているため、一度終点となっても再び紅色に着色することがある。従って、終点の待ち時間は5秒間とする。5秒経過した後、再び着色した場合は、けい酸ナトリウムの加水分解によると考えられるので無視してよい。

5-3 溶解シリカ量の定量方法

溶解シリカの定量は、次の3方法がある。

- (1) 重量法
- (2) 原子吸光光度法
- (3) 吸光光度法

5-3-1 重量法

① 要 旨

試料原液を分取し、塩酸を加えて蒸発乾固した後、過塩素酸処理を行う。沈殿物は強熱後、ふっ化水素酸処理をする。

② 操 作

- i) 5-1-2⑥の試料原液5mlをホールビペットで分取し、白金皿(75ml)又はビーカー(100ml)に移す。
- ii) 塩酸(1+1)5mlを加えて混合し、ドラフト内の水浴上で蒸発乾固する。
- iii) 乾固したら過塩素酸(70%)8mlを加え、砂浴上で加熱し、内容物がはね飛ばないように注意して蒸発させ、過塩素酸の濃い白煙が出始めたら、時計皿でふたをし、容器の底を少し砂の中に埋めるようにして10分間加熱を続ける。
- iv) 白金皿又はビーカーを砂浴から降ろして放冷した後、時計皿に付いた内容物を水洗して回収し、塩酸(1+1)5mlおよび温水約20mlを加えてガラス棒でかき混ぜ、ゼリー状の塊をよくつぶしてから、ろ紙(5種B, 11.0cm)でろ過し、温水で10回洗浄する。
- v) 沈殿を白金るつぼ(30ml)に入れ、ろ紙上に硫酸(1+10)数滴を滴下してから乾燥し、炎を出さないように徐々に加熱してろ紙を炭化した後、さらに灰化する。次いで、 $1000 \pm 50^\circ\text{C}$ に調節した電気炉で1時間加熱し、デシケーターで放冷した後、質量をはかる。
- vi) 白金るつぼ内を少量の水で湿し、硫酸(1+1)2, 3滴およびふっ化水素酸(約47%)10mlを加える。これをドラフト内の砂浴上で静かに加熱する。次いで、徐々に加熱して $1000 \pm 50^\circ\text{C}$ に調節した電気炉で5分間強熱し、デシケーター中で放冷した後、質量をはかる。

③ 計 算

次式により溶解シリカ量を算出する。

$$Sc = 3330 \times W$$

ここに、Sc = 溶解二酸化けい素(mm_{ol}/ℓ)

W = 空試験による補正を行った試料原液 5 mL 中の二酸化けい素の質量 (g)

5-3-2 原子吸光光度法

① 要 旨

希釈試料溶液をアセチレン・酸化二窒素の高温フレイム中に噴霧させ、251.6 nm に
おける吸光度を測定してシリカ量を定量する。

② 標準液の作成

i) 3-3-2 ①のシリカ標準原液 (SiO_2 10 mmol/L) から 0, 10, 20, 30, 40 mL を正しく分取して 100 mL のメスフラスコに入れ、それぞれ水を標線まで加え
(SiO_2 として 0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 mmol/L) で振り混ぜ、ポリエチレン製容器に
移す。

ii) 市販のシリカ標準液 (Si 1000 ppm) を用いる場合は、シリカ標準液を 0, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 mL を正しく分取して 100 mL のメスフラスコに入れそれ
ぞれ水を標線まで加え (Si として 0, 10, 20, 40, 60, 80, 100 mg/L) で振り
混ぜ、ポリエチレン製容器に移す。

③ 検量線の作成

i) 原子吸光光度計のけい素用中空陰極ランプを点灯し、輝度を安定させるための最適
条件に設定する。アセチレン・空気を用いてバーナーに点火した後、アセチレン酸化二
窒素の高温フレイムに切り換える。

ii) 最も高濃度のシリカ標準液を噴霧させ、アセチレン・酸化二窒素の流量比、バー
ナーヘッドの位置等の最適条件を設定する。

iii) 続いて各標準液の吸光度を測定し、シリカ濃度との関係線を作成して検量線とする。

④ 操 作

5-2-2 (i) で調製した希釈試料溶液の吸光度を検量線作成と同じ条件で測定する。

試料溶液の吸光度が、最も高濃度のシリカ標準液の吸光度を超えるときは、希釈試料
溶液をさらに適宜正確に希釈 (希釈率 n) して測定する。

⑤ 計 算

溶解シリカ量は、シリカ標準原液 (SiO_2 10 mmol/L) を用いた場合は (1) 式より市
販のシリカ標準液 (Si 1000 ppm) を用いた場合は (2) 式により計算する。

$$S_c = 20 \times n \times C \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$S_c = 20 \times n \times A \times \frac{1}{28.09} \quad \dots\dots\dots (2)$$

ここに、 S_c = 溶解シリカ量 (mmol/L)

n = 希釈倍率

C = 検量線から求めたシリカ量 (SiO_2 mmol/L)

A = 検量線から求めたシリカ量 (Si mg/L)

5-3-3 吸光光度法

① 要 旨

希釈した試料溶液中のシリカとモリブデン酸アンモニウムとを反応させた後、しゅう酸を加える。これを410 nm付近で吸光度を測定する。

② 検量線の作成

- (1) 3-3-2①のシリカ標準原液(SiO_2 10 mmol/l)から0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 mlを正しく分取して100 mlのメスフラスコに入れ(SiO_2 として0, 0.1, 0.2, 0.4 mmol/l), それぞれ約50 mlとなるように水を加える。
- (2) モリブデン酸アンモニウム(10%) 2 mlおよび塩酸(1+1) 1 mlを加えて振り混ぜる。15分間静置した後、しゅう酸溶液(10%) 1.5 mlを正しく加え、水を標線まで加え振り混ぜる。
- (3) 市販のシリカ標準液(Si 1000 ppm)を用いる場合は、シリカ標準液10 mlを正しくはかり取って100 mlのメスフラスコに入れ、水を標線まで加えて振り混ぜる。この溶液から、0, 2.0, 4.0, 6.0, 10.0 mlを正しく分取して100 mlのメスフラスコに入れ(Si として0, 2.0, 4.0, 6.0, 10.0 mg/l), それぞれ約50 mlとなるように水を加える。
- (4) 続いて、5-3-3②(2)と同様に操作する。
- (5) 各標準液は5分±10秒間静置し、水を対照液として、410 nm 付近の波長で吸光度を測定し、シリカ濃度との関係線を作成して検量線とする。

③ 操 作

- i) 5-2-2①で調製した希釈試料溶液10 mlをホールビペットで分取して100 mlのメスフラスコに移す。
- ii) 約50 mlとなるように水を加えた後、5-3-3②(2)と同様に操作する。
- iii) 5分間±10秒間静置した後、検量線作成時と同じ条件で吸光度を測定する。吸光度が0.1~0.6の範囲を外れた場合には、試料溶液の濃度を適宜加減した上で改めて測定を行う。

④ 計 算

溶解シリカ量は、シリカ標準原液(SiO_2 10 mmol/l)を用いた場合は(1)式より、市販のシリカ標準液(Si 1000 ppm)を用いた場合は(2)式により計算する。

$$S_c = 20 \times n \times C \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$S_c = 20 \times n \times A \times \frac{1}{28.09} \quad \dots\dots\dots (2)$$

ここに、 S_c = 溶解シリカ量 (mmol/l)

n = 希釈倍率

C = 検量線から求めたシリカ量 (SiO_2 mmol/l)

A = 検量線から求めたシリカ量 (Si mg/l)

解説

5-3 溶解シリカ量の定量方法

Scの定量方法としてASTMでは重量法と吸光光度法が採用されているが、本試験方法では原子吸光光度法を追加した。これは、より多量の試料をより迅速に処理することを考慮したものである。

5-3-1 重量法

重量法によるシリカ定量方法には、過塩素酸法と塩酸乾固法がある。

ASTMによるScの定量方法は塩酸乾固法が規定されている。しかし、塩酸乾固法はシリカの固定が完全なく、かつ、ろ過操作に時間を要する。一方、過塩素酸法はシリカの固定がほぼ完全であり、ろ過操作も容易であるので、本試験方法では過塩素酸法を採用することとした。

蒸発乾固を砂浴上で行うと、けい酸の一部がピーカーの内壁に焼き付きポリスマンでこすり落とすことができなくなるので、蒸発乾固はかならず水浴上で行う。

砂浴の温度は砂の中ほどに温度計を差し込んで約200℃を示す程度に調整すればよい。

沈澱をろ過する時ゼリー状の大きな塊があると洗浄不足になるからろ過する前によくつぶして小さくしておく必要がある。洗浄不足では過塩素酸が残留するため、ろ紙を灰化する時に沈澱物が飛散する恐れがある。

ろ紙が十分に灰化しないうちに急いで強熱すると黒色の炭化けい素ができ、誤った測定値が得られる。

5-3-2 原子吸光光度法

原子吸光光度法によるシリカ定量方法には、アセチレン酸化二窒素フレイム法と電気加熱フレイムレス法がある。

ASTMには原子吸光光度法によるScの定量方法は規定されていない。しかし、本法は簡便かつ迅速性を有するため利用効率が極めて高いので今回新たに採用したものである。

アセチレン・酸化二窒素フレイム中で試験溶液中のけい素は原子状態になる。一方、けい素用中空陰極ランプより発生する輝線スペクトル(251.6 nm)は原子化状態のけい素に吸収される。輝線スペクトルの吸収はシリカ濃度に比例するので検量線を求め、これより定量が可能となる。

原子状態は通常試験溶液に含まれる他の成分に左右されるが、本法による試験溶液は比較的単純なため、妨害成分となるものは無視し得る程小さい。

電気加熱フレイムレス法は高感度であるが、安定性に欠ける面があるので、ここでの使用は適当でない。

原子吸光による検量線の直線性は一般に低濃度域で良好であるが、高濃度域では各種の原因によって曲がることが多い。したがって、けい素を正確に定量するためには検量線の特長を十分に把握する必要がある。試験溶液の吸収と最も近い上下2点の標準液を用いてはさむ形で定量するのも一つの方法である。

アセチレン・酸化二窒素フレイムを使用すると条件によっては高温バーナーのスロット付近に炭

素が付着してくる。この現象は測定誤差の一因になるので付着した炭素は付属器具等で手早くかき取るとよい。

また、連続して長時間使用すると機種によっては当初設定した最適条件が徐々に変化する場合がありますので、測定中に線量線を時々チェックする必要がある。

シリカ濃度が mg/ℓ 表示の標準液を用いた検量線からの数値を得た場合は、 mmol/ℓ に換算するため $1/28.09$ を乗ずる。

5-3-3 吸光光度法

吸光光度法によるシリカの定量方法には、シリカモリブデン酸黄法とシリカモリブデン酸青法である。

ASTMによるとシリカモリブデン酸黄法は、Scが10 ppm以下における定量方法であると限定している。

吸光光度法は重量法に比べると迅速性を有するため管理用分析方法として使用されている。

一般にシリカモリブデン酸黄法は、シリカとモリブデン酸アンモニウムが反応してシリカモリブデン酸黄錯体を生成する。その呈色は短波長側で強い吸収を示す。410 nm付近ではシリカ濃度に応じた直線性を有するので、検量線より定量が可能となる。

シリカモリブデン酸黄錯体はシリカがモノマー状態にある時生成するもので、ポリマー化状態になると生成され難い。このためシリカを含む試験溶液を長時間放置し、シリカがポリマー化した恐れのある場合は本法の適用は困難である。

また、試験溶液にりん酸が含まれる場合は、シリカと同様にモリブデン酸アンモニウムと反応してりんモリブデン酸黄錯体を生成する。しかし、この後に加えるしゅう酸溶液によって、りんモリブデン酸黄錯体は分解されるので、りん酸は含まれていても妨害することはない。

シリカモリブデン酸青法は、生成したシリカモリブデン酸黄錯体をアスコルビン酸などで還元すると生成する。この方法は一般に微量シリカを定量するためのものでここでの使用は適当でない。

410 nm付近における検量線の直線性は、シリカ濃度で $0.4 \text{ mmol}/\ell$ 又は、 $10 \text{ mg}/\ell$ 程度までは有している。それ以上の濃度になるとわずかながら曲がるため、定量の正確さを得るため検量線の範囲を限定した。

シリカ標準液中の溶解シリカは時間と共にポリマー化するため、長時間経過したものは使用しない。したがって吸光光度法の場合、シリカ標準液は検量線を作成する都度調製するよう規定している。

市販品の標準液を用いて検量線を作成する際は、予め製造年月日の新しいものを確認してから使用することが望まれる。

シリカとモリブデン酸アンモニウムによるシリカモリブデン酸黄錯体の呈色は比較的安定している。しかし、これにしゅう酸溶液を加えると徐々に退色するようになる。このため測定は検量線も試験溶液も定めた時間内で行うことが肝要である。

得られた検量線は安定しているが、使用する水、試薬又は気温等が著しく変わった時には検量線を作成しなおすことが望ましい。

6. 試験結果のまとめ方

6-1 データシートへの記入

各定量値は mmol/ℓ 単位で表わし、整数に丸めて様式 1 のデータシートに記入する。

6-2 許容差

アルカリ濃度減少量及び溶解シリカ量のそれぞれ 3 個の定量値は、いずれもその平均値との差が 10 % 以内でなければならない。

解説

6-2 許容差

R_c 、 S_c 共 $100 \text{ mmol}/\ell$ 以下の場合には、平均値との差が $10 \text{ mmol}/\ell$ 以下であればよい。

7. 骨材のアルカリシリカ反応性の判定

骨材のアルカリシリカ反応性の判定は、図-8を用いて、無害、潜在的有害、有害のいずれかに判定する。

解説

7 骨材のアルカリシリカ反応性の判定

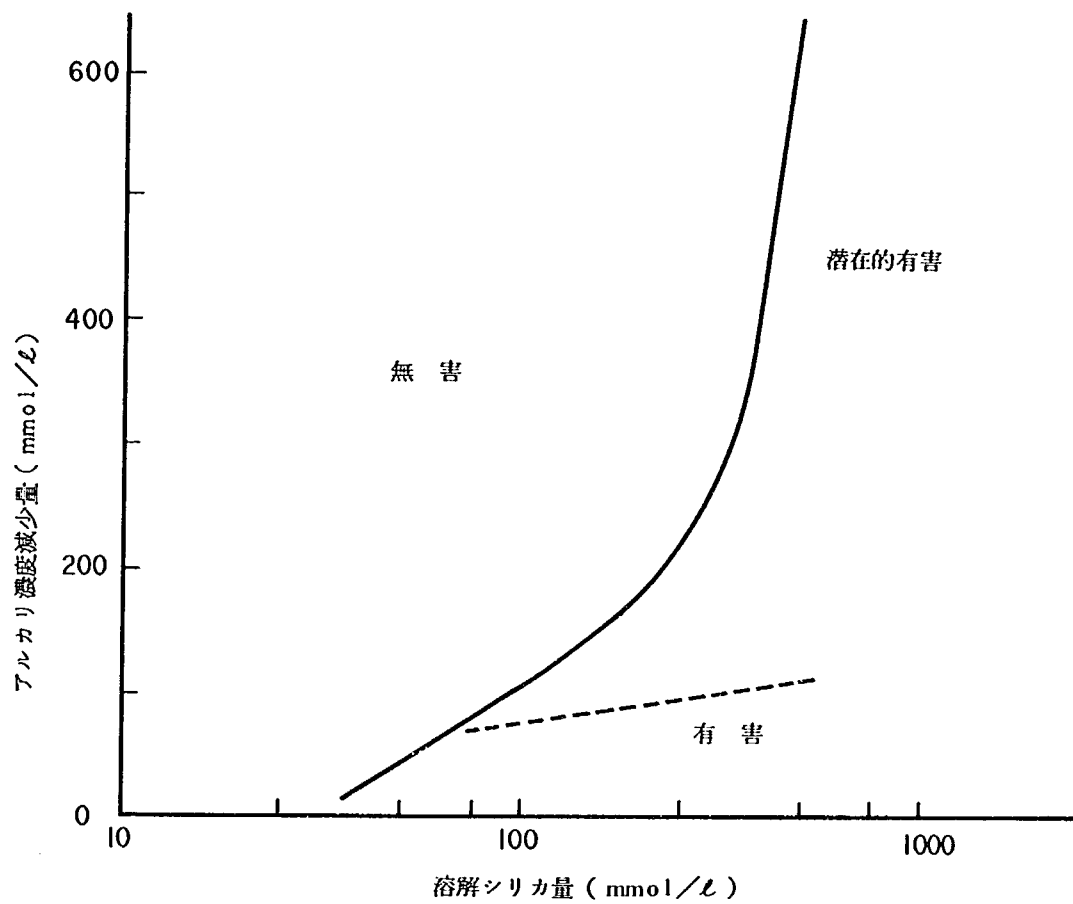
骨材のアルカリシリカ反応性の判定は、試験結果を図-8にプロットして行っているが、我が国のあらゆる骨材に適用できるか不明である。そのため、今後判定図の見直しを含め骨材の判定基準に関して検討を行う予定であるが、当面この図で骨材のアルカリシリカ反応性を判定することとした。

アルカリシリカ反応性試験結果データシート

様式 1

1. 試験実施日 昭和 年 月 日 ~ 月 日																			1 N-NaOHのファクター	
2. 試験実施者 所属 氏名																			0.05 N-HClのファクター	
骨材の 名 称	繰 返 し	試料量	反 時 間	アルカリ濃度減少量(Rc) (mmol/l)				溶 解 シ リ カ 量 (Sc) (mmol/l)										有害度 の判定		
								重 量 法			原子吸光度法			吸 光 光 度 法						
				V ₁ (ml)	V ₂ (ml)	Rc	平均値	W (g)	Sc	平均値	A (mg/l)	Sc	平均値	V (ml)	A (mg/l)	Sc	平均値			
	1																			
	2																			
	3																			
	ブ ラ ン ク																			
	1																			
	2																			
	3																			
	ブ ラ ン ク																			
	1																			
	2																			
	3																			
	ブ ラ ン ク																			





図－8 骨材の有害度の判定図

4. コンクリートのアルカリ骨材反応 発生抑制対策建設省暫定案

RECEIVED
JAN 11 1964
U.S. DEPARTMENT OF AGRICULTURE
WASHINGTON, D.C.

まえがき

アルカリ骨材反応を生じた構造物が各地で発見されている現状を鑑み、今後新たに建設されるコンクリート構造物に対しては何らかの対策が講じられるべきであると考えられるが、現在の調査研究の状況から下記のようなアルカリ骨材反応の抑制対策をとるのがよいと考えられる。ただし、我が国におけるアルカリ骨材反応に関する本格的な研究は開始されて間もないために、この対策法も今後の研究成果によって確認すべきことあるいは変更すべき点もあると考えられる。したがってこの対策は当面は暫定対策としておくのが適切と考えられる。

1. 適用範囲

今後、建設省が建設する土木構造物に使用されるコンクリート部材、コンクリート工場製品に用いるコンクリートに適用する。ただし、短期間に取壊される仮設構造物等コンクリートに長期の耐久性を期待しなくとも良いものは除く。

2. 適用区域

本対策は過去にアルカリ骨材反応を生じた構造物が発生したことがある地域および、アルカリ骨材反応を生じる骨材が流通すると予想される地域に適用する。

3. 抑制方法

アルカリ骨材反応を抑制するために、今後使用するコンクリートは次に述べる4種類の条件のうち1つ以上の条件を満足しなければならない。

3-1 安全と認められる骨材の使用

別途に定める骨材のアルカリシリカ反応性試験方法(化学法)による試験の結果か、あるいはまた、骨材のアルカリシリカ反応性試験方法(モルタルバー法)による試験のいずれかの結果から無害と認められた骨材(普通骨材、碎石、砕砂)のみを使用する。

3-2 低アルカリ形セメントの使用

セメントにJIS R 6501ポルトランドセメントに適合する低アルカリ形セメント($\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}} = 0.6\%$ 以下)を使用する。

3-3 アルカリ骨材反応抑制効果のある混合セメントまたは混和材の使用

セメントにJIS R 5211高炉セメントに適合する高炉セメントB種、またはC種を用いるかあるいはまた混和材を混合したセメントで抑制効果が確かめられたものを用いる。

3-4 コンクリート中のアルカリ総量の規制

コンクリート1立方米中の総アルカリ量を Na_2O 換算で3.00kg以下とする。

解 説

1. 適用範囲

コンクリート構造物にアルカリ骨材反応が生じるとコンクリートの体積が膨張し、コンクリート表面に多数の亀甲状のひびわれ(map crack)が発生する。このひびわれがコンクリー

ト構造物に与える影響は、ひびわれの程度、鉄筋量、構造物にかかる荷重条件や使用条件、環境条件によって様々であるが、いずれにせよ、コンクリート構造物や製品にこのような反応によるひびわれが発生することは好ましくなく、アルカリ骨材反応を抑制することが望ましいことは明らかである。このため建設省が建設する土木構造物に使用するコンクリート部材あるいは製品はアルカリ骨材反応の抑制対策をとることとした。

なお、構造物にアルカリ骨材反応が生じていることが発見されるのは、現在までの調査では構造物が完成してから数年後のことであり、かつ、また比較的短い間に構造物の供用が不可能になることはなかったので、短期間で取壊されたり、使用されなくなる仮設物のコンクリートには本対策は適用しなくともよいこととした。

2. 適用区域

現在建設省関係の構造物でアルカリ骨材反応の疑いのある構造物が発見されている地域は、近畿地区以外にも広がっており、今後も調査が進むと増えてくることも考えられる。

アルカリ骨材反応を生じる骨材の岩種は安山岩、チャート等が多いが、これらは全国いたるところに分布するし、また骨材の輸送距離も次第に長くなっているため、アルカリ骨材反応が発生する可能性のある地域はかなり広範囲になるものと考えられる。

以上のことより本対策は、当面、全国を対象に行うのがよいと考えられる。

3. 抑制方法

3-1 安全と認められる骨材の使用による抑制対策

アルカリ骨材反応は非晶質シリカあるいは微晶質シリカを含む骨材とセメント等に含まれる Na^+ 、 K^+ との反応によって生ずる。したがって反応性の骨材を使用しないことが抑制対策として最も効果があることは確かであるが、骨材の非反応性を簡単迅速にかつ確実に証明するような試験方法は、我が国はもちろん世界的にも確立されていない。

しかし、米国のASTM規格による化学法、およびモルタルバー法による骨材のアルカリシリカ反応性試験は米国では長い間使用されており、当面はこの方法に準ずる方法を試験方法として採用するのが良いと考えられたため、我が国でも比較的容易に試験が実施できるよう別途に示したような化学法及びモルタルバー法を定めた。

前者は試験方法および判定規準はASTMと基本的には同じものであるが試験方法の記述は建設省、セメント協会とが検討を行ない、わかり易いように改訂している。また、両者の研究成果に基づいて試験方法に対する解説も加えている。

この方法による骨材の判定結果は3～4日で得られるが、一方、安全を期しているため、潜在的に有害あるいは有害となる骨材がかなり多くなることが予想される。したがって、この試験結果から無害となった骨材は使用することは差しつかえないが、無害とならなかった場合で

も、後述のモルタルバー法によって無害であることが確かめられた場合には無害であると考えてよい。

モルタルバー法は試験する骨材が粗骨材の場合には砂にして、細骨材の場合はそのままモルタルを作り、その膨張量によって反応性を確かめるものであるが、ASTMの試験法通りに行なえば、試験用型枠その他の器具の規格をすべてASTM流に合わせなければならない。また、モルタルを作るのに使用するセメントのアルカリ量によって骨材の反応性の判定が変わるが、ASTM法ではアルカリ量を規定していないなどの問題点がある。

したがって、別途に示すモルタルバー法は建設省、日本コンクリート工学協会とが検討を行なうて、我が国で普及しているJIS規格の試験器具を使用する暫定的な試験規準を作成したものである。

なお、この試験方法の欠点は確実な結果が得られるまで6ヶ月以上を必要とすることである。このため、この試験を行なうのは、化学法によって無害とならなかった骨材あるいは判定値が疑わしかった骨材を長期の時間をかけて試験をしても、使用したい場合だけとなろう。

なお、アルカリ骨材反応を生じる骨材が粗骨材の場合でも細骨材の場合でも、反応を生じない他の骨材と混ぜて使用すれば、その分反応が生じにくくなるという保証はない。混合して使用すると、ベシマムを有する骨材ではかえってコンクリートの膨張が大きくなるという報告もある。したがって、反応性を示す骨材もしくは無害であることが確認されていない骨材が無害の骨材に一部混合した場合には、この骨材全体が無害であることが確かめられていない骨材とみなし、混合した状態の骨材について3.1の試験によって無害であることをたしかめるか、あるいはまた3-2、3-3あるいは3-4の対策のいずれかを採用しなければ使用してはならない。

骨材の試験は骨材の岩種、採取地が異なる毎に行なう必要がある。したがって、生コンクリート製造工場またはプラントでは骨材が納入される毎に試験を行なうか、あるいは試験データが添付されている骨材のみを購入しなければならない。

試験は試験技術の確実な中立機関で行うかあるいは信頼できる試験機関の管理のもとに行なうことが望ましい。

3-2 低アルカリ形セメントを使用する方法

昭和60年12月より Na_2O 換算アルカリ量が0.6%以下の低アルカリ形ポルトランドセメントが、我が国でもJIS製品として製造されるようになった。このタイプのセメントを使用すると反応性の骨材を用いてもコンクリートの劣化を生じないと言われている。事実、土木研究所、その他の我が国の試験ではセメントのアルカリ量を0.6%以下に行った天然骨材を用いたモルタルバー試験で有害と判定されるほど膨張したという例は報告されていない。アルカリの総量が反応に関係するとすればセメント量が著しく大きいものは低アルカリセメント使用で大丈夫かという問題や、外部から侵入する塩分等のアルカリの問題について検討の余地はあるが暫定対策としては低アルカリ形のセメントを使用するコンクリートはアルカリ骨材反応を生じる可能性は少

ないと考えることとした。

我が国ではアルカリ型セメントの規格は出来たものの、どの程度の量の生産が可能なのか、価格はどのようになるかは見通しがまだたっていない。したがって、当分の間は無害であることが確実でない骨材をコンクリートに使用する場合で、PCコンクリートのように単位セメント量が 300 kg/m^3 を越えるような場合や、高炉セメントを使用しない場合にのみ低アルカリ型のセメントを用いるのがよい。

3-3 アルカリ骨材反応抑制物質を使用する方法

高炉セメントB種には高炉スラグ粉末が30～60%混合されており、C種には60～70%混合されている。高炉スラグ粉末のようなボゾランが大量にコンクリートに混入されると、反応性の骨材を使用してもコンクリートが膨張をしなくなることは土木研究所でも実験的に確かめられている(図-1)。高炉セメントが確実に反応性を抑制するのはスラグ含有率が50%以上の場合だとする考え方が外国ではあ

るようであるが、我が国の骨材を用いた実験では1.2%程度のアルカリ含有量のセメントを使用した場合であればスラグ含有率が30%程度でもモルタルバーの膨張量は半年で0.1%以下になっている。高炉セメントは、スラグ量を指定して購入することは出来ないでB種またはC種を使うものとした。ただし、スラグ含有量が50%もあればセメントのアルカリ量が2%という著しく高アルカリの場合にも膨張がほとんどなくなるので、可能であれば高炉スラグの混合率はB種でも50%程度のものが望ましい。

なお、高炉セメントを使用しないPC構造物、比較的高強度のRC構造物、工場製品等には本対策方法を適用することはできない。フライアッシュセメント等もフライアッシュの品質によっては高炉

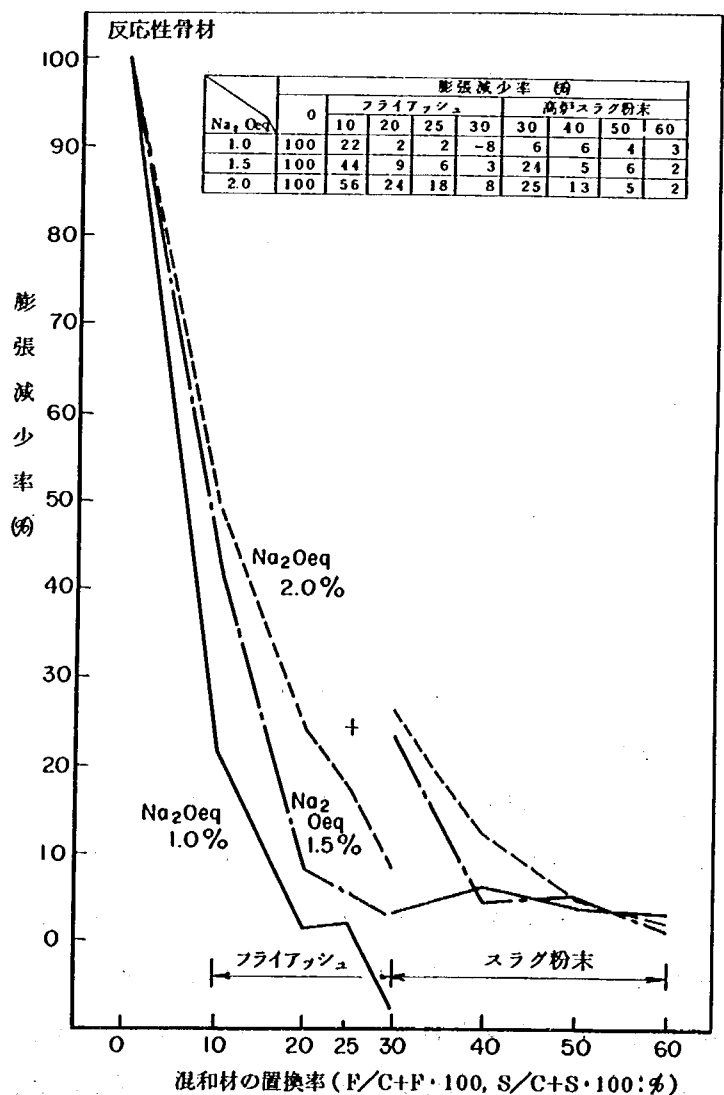


図-1 混和材の置換率と膨張減少率の関係

セメントと同じような効果があるものもあると考えられるが、まだ、十分に調査が進んでいないので、当面はフライアッシュのようなスラグ以外の混和材を混合したセメントを抑制対策として使用する場合には反応抑制効果を確認して使用するものとした。

3-4 コンクリート中のアルカリ総量を規制する方法

コンクリート中のアルカリ総量 (Na_2O 換算) が 3 kg/m^3 以下となるとアルカリ骨材反応による劣化を生じないとする考え方あるいは抑制対策がドイツ、英国等では提案されており、我が国でも大部分の実験は総アルカリ量が $4 \sim 5 \text{ kg/m}^3$ 以下 (モルタルバー法におけるセメントのアルカリ濃度 $0.7 \sim 0.8 \%$ 程度以下) になるとモルタルバーが膨張しなくなっている (図-2)。従

ってアルカリ総量を 3 kg/m^3 とすれば反応性骨材を用いてもアルカリ反応による劣化は生じる恐れがないと考えられる。ただし、アルカリ骨材反応に寄与するアルカリは単にセメントだけではなく、海砂中に含まれる NaCl や、混和剤中の Na^+ や K^+ から供給されることも実験的に明らかとなっている。コンクリート中に混合される NaCl 量が塩分の規制値の最大値である 1.0 kg/m^3 であるとすれば、 Na_2O は 0.53 kg/m^3 含まれることとなる。(NaCl の Na_2O 換算当量は

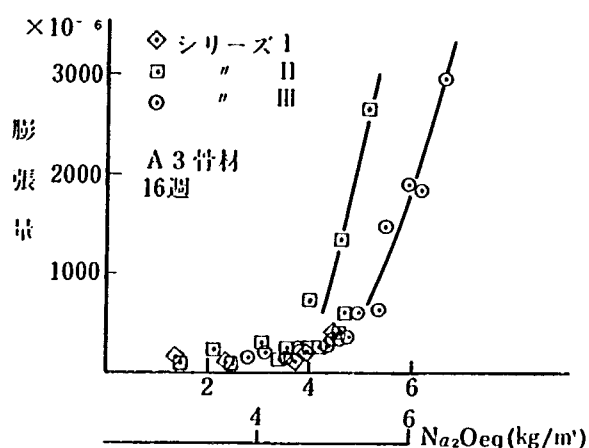


図-2 モルタル中の単位アルカリ量と膨張量

アルカリ総量の最大値を 3 kg/m^3 、そのう

ち NaCl として 0.5 kg/m^3 入ってくるものと仮定し、かつ、混和剤から入ってくるものは微量であるために無視するものとする、セメントからの許容アルカリ量を 2.5 kg/m^3 以下におさえておけば一般には安全であるとしてよい。(コンクリート中の塩分含有量を Cl^- で測定する場合は $3.0 - 0.9 \times \text{Cl}^- (\text{kg})$, (Cl^- は kg/m^3) がさらに厳密なセメントからのアルカリの許容値となる。)

この方法で抑制を行なう場合、セメントからくるコンクリート中に含まれるアルカリ総量を計算する方法は次式によればよい。

セメントからくるアルカリ総量 = セメントのアルカリ含有率 × 単位セメント量

我が国のセメントのアルカリ含有率の平均値は $0.7 \sim 0.8 \%$ と言われている。従って、仮にアルカリ量が 0.8% であるときには単位セメント量が 300 kg/m^3 であってもアルカリ総量は 2.4 kg/m^3 で安全となると考えられる。建設省関係で使用頻度の多い設計基準強度が 210 kg/cm^2 以下のレデーミンクストコンクリートの単位セメント量はほとんどが 300 kg/m^3 以下であるから、こうしたコンクリートでは平均的なアルカリ量のセメントを用いれば、それだけで特別な骨材試験も行なわなくとも、抑制対策が出来ることになる。ただし、セメント中のアルカリ量は製造工場

によって異なるが表示されていないのが現状であるので、ミルシートにこれを表示することについて業界の協力を得るか、JIS R 5202によってセメントのアルカリ量を試験してからコンクリートの製造に使用する体制を整えないとこの対策を実施することはできない。

アルカリシリカ反応の調査と
対応に関する建設省暫定案

ISSN 0386-5878
土研資料 第2375号
昭和61年4月(1986年)

成田信之・蒔田 実・中野正則・桑原啓三・平野 勇・脇坂安彦
片脇清士・守屋 進・小林茂敏・河野広隆・石井良美

要 旨

アルカリシリカ反応に関して、1)コンクリート構造物の
実態調査法、2)骨材の反応性試験法、3)発生抑制対策の建
設省暫定案を示した。

キーワード：コンクリート構造物・アルカリシリカ反応・骨
材・化学法・モルタルバー法・低アルカリセメント

郵便はがき

305-□□

40円切手
をはいて
下さい。

茨城県筑波郡豊里町大字旭一番地

建設省土木研究所

地質研究室 行

No.105

No. _____

配布先氏名

配布先住所



土木研究所資料第 2375 号 部

上記のとおり受領しました。

所 属 (住所)

氏 名

