

参考資料 4.コンクリート構造物の主要な機能診断調査方法  
**コンクリート構造物 試験方法**

		整理番号
検査・試験方法	走査型電子顕微鏡観察 (SEM-EDXA)	Ⅲ-3-1
検査・試験項目	アルカリシリカゲルの判定	
調査内容	アルカリシリカ反応	
調査の目的	コンクリートに生じているアルカリシリカゲルを、遊離石灰やエフロレッセンスと識別する。	
対象施設		
引用文献等	社) 日本コンクリート工学協会 コンクリート診断技術 (03)	

**【原理】**

写真 3. 10. 4-1 はアルカリシリカ反応が発生した構造物より採取したコンクリートの安山岩粒子の周囲に生成したアルカリシリカゲルの走査型電子顕微鏡による観察結果である(試料作製時の真空乾燥の過程で、ゲルの水分が失われるので、ゲルには微細なひび割れが多数発生している)。実際の構造物より採取したコアにおいて分析されたアルカリシリカゲルの化学組成は、図 3. 10. 4-1 に示すように大きく変動するのが特徴であり、アルカリシリカゲルとアルカリカルシウム珪酸化合物の混合したものとなる。アルカリシリカゲルの化学組成とコンクリートの膨張性に関して、アルカリ ( $\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}$ ) の含有量が増加するとゲルの流動性が増し、カルシウム ( $\text{CaO}$ ) の含有量が増加するとゲルの剛性が増すことが知られている。

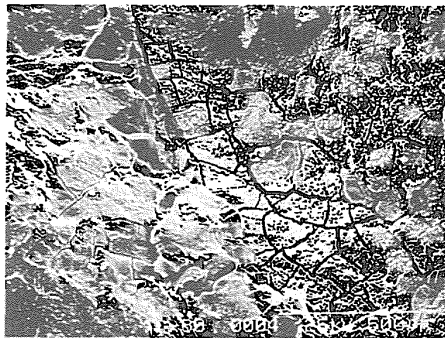


写真 3. 10. 4-1 安山岩粒子の周囲に生成したアルカリシリカゲルの走査型電子顕微鏡による観察結果

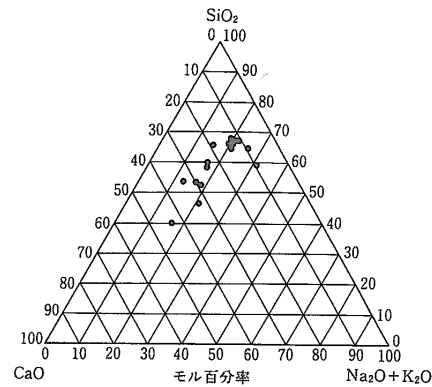


図 3. 10. 4-1 アルカリシリカゲルの化学組成 (EDXA 点分析)

**【機器・装置・試薬】**

本質的には透過型電子顕微鏡(TEM)と同様であるが、結像部は試料表面から出る二次電子を検出する検出器と増幅器、走査コイルと同期させて像を画面に再現する CRT の各部分からできている。

【試験方法】

SEMの分解能は電子ビームをどれほど細くしぼり、また高い輝度で試料に照射できるかによって決まる。この結像原理を図2・21に示す。

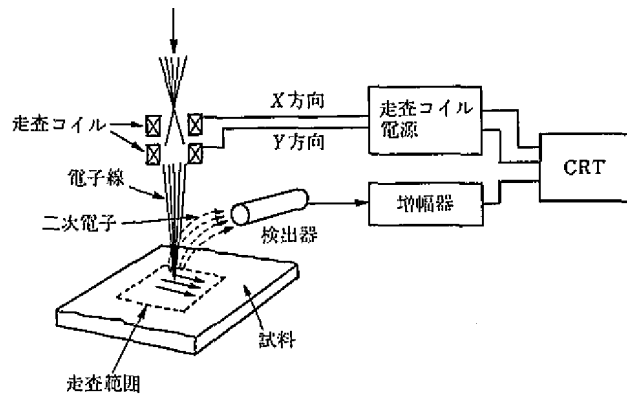


図 2.21 走査型電子顕微鏡 (SEM) 結像光学系

SEMの場合試料に電単性を与えるため、その表面に電導性物質のコーティングを行う。なお試料面は、コンクリート組織や水和組織に対しては自由な破断面でよく、適当に平坦であればよい。これを観察用の試料台上に接着剤や両面テープなどで固定し、その表面に金、炭素、金-パラジウムなどをイオンコーターなどのスパッタ装置により蒸着させる。SEM視察はコーティング試料を $10^{-5}$ ~ $10^{-6}$ torrの真空度において行うので、接着剤や両面テープからの揮発性成分をなるべく少なくするよう注意せねばならないし、また試料も水和初期のセメントペーストやコロイド質の物質を扱うときは充分注意しなければならない。脱水により形態が変わることもあり得る。物質中の生成組織の自然の形態を観察できる点で重要な役割を果す。

【結果の整理方法】

生成した白色物質がアルカリシリカゲルであるか否かの判定をシリカゲル判定表により行い、アルカリ骨材反応による劣化が生じるか否かの判定を行う。

判定基準	試料量			
	50mg 以上	10~50mg	10mg 未満	数 mg
SiO <sub>2</sub> 30%以上	シリカゲルである			判定不可
SiO <sub>2</sub> 10~30%以上	シリカゲルの可能性が大きい		判定不可	判定不可
SiO <sub>2</sub> 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
ケイ酸イオンの定性	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	参考値

参考資料 4.コンクリート構造物の主要な機能診断調査方法  
コンクリート構造物 試験方法

		整理番号
検査・試験方法	JCI-DD2 法	III-4-1
検査・試験項目	残存膨張量（コアの促進養生試験）	
調査内容	アルカリシリカ反応	
調査の目的	解放膨張率および残存膨張率を測定する。	
対象施設		
引用文献等	JCI-DD2	
<p><b>【原理】</b></p> <p>アルカリ骨材反応を生じたコンクリート構造物の反応性膨張量を、その構造物から採取したコアの膨張率、すなわち解放膨張率および残存膨張率の測定によって推定する。外観上はアルカリ骨材反応を生じた兆候は認められないが、骨材中に有害鉱物を有害量含んでいることが明らかになったコンクリート構造物の潜在的な反応性膨張量の推定にも適用することができる。</p>		
<p><b>【機器・装置・試薬】</b></p> <p>①長さ変化測定器具</p> <p>長さ変化の測定は、JIS A 1129に規定するコンタクトゲージ方法による。付属のダイヤルゲージは、JIS B 7509(0.001mm目盛ダイヤルゲージ)の規定に合格するものを使用するものとする。ゲージプラグは試験中にさびを生じない金属製のものとし、ステンレス製バンドに接着できるものとする。</p> <p>②密閉容器、温度計</p> <p>コアを保存する容器は、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。温度計は、基長測定時に外気温を計測できるものとする。</p>		
<p><b>【試験方法】</b></p> <p><b>○コアの採取と保存</b></p> <p>①コアの採取位置および数量</p> <p>コア採取位置および数量は、損傷程度、鉄筋量、採取する方向、環境の相違等を考慮して選定する。</p> <p>②径、長さ</p> <p>コアは原則として直径100mm、長さ約250mmとする。</p> <p>③コアの保存</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・コアは基長測定後、できるだけ速やかに20±2℃、相対湿度95%以上で保存する。</li> <li>・解放膨張率の測定終了後、原則として、40±2℃、相対湿度95%以上で保存する。</li> </ul> <p><b>○基長および膨張率測定</b></p> <p>①基長は、原則として100mmとし、コア採取直後に測定するものとする。</p> <p>②膨張率は、コア採取後1週間は24時間ごとに測定し、それ以降は3日ないし1週間の間隔で測定する。解放膨張の終了後、残存膨張率を測定する。</p> <p>③測定にあたっては、コアのそりやポップアウトなどの変状、表面のひびわれや水ガラスのゲル等の浸出物、よごれなどを観察する。</p> <p><b>○膨張率の算定</b></p> <p>膨張率の算定には、必要な温度補正を施すものとする。</p> <p>コンクリートおよび標準尺(Invar 鋼)の線膨張係数は、それぞれ<math>\alpha_c=7\sim 13\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}</math>および<math>\alpha_i=0.9\sim 1.5\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}</math>であり、一般に<math>\alpha_c=10\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}</math>および<math>\alpha_i=1.2\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}</math>が用いられている。膨張率測定時の温度および標準温度を、それぞれ<math>t</math>および<math>t_0</math>℃とすると、膨張率の標準温度に対する温度補正量<math>\Delta\varepsilon</math>は次式となる。</p> $\Delta\varepsilon=(\alpha_c-\alpha_i)\cdot(t-t_0)\times 100(\%)$ <p>ここで、標準温度は、一般に20℃である。残存膨張率測定における基長測定はコア採取時に行うために、基長に対しても温度補正が必要であるが、基長の温度変化が膨張率に及ぼす影響は少ないので、ここでは基長の温度変化は考慮しないこととする。</p>		

【結果の整理方法】

下記の事項のうち必要なものを記載する。

- ①構造物の概要(種類、名称など)
- ②構造物の置かれている環境
- ③構造物の外観(ひびわれ、ポップアウト、析出物、剥離などの変状の有無)
- ④コア採取年月日
- ⑤コア採取位置(部位、地表面からの位置など)とコアの番号
- ⑥コアの径および長さ
- ⑦コア採取方法(冷却水使用の有無、採取時間など)
- ⑧かぶり厚さ
- ⑨基長位置(かぶり部分あるいは鉄筋かご内部)と基長測定時の温度
- ⑩コア採取から基長測定までの時間
- ⑪測定において基準とした時点までの時間および養生方法
- ⑫保存期間中の環境条件(温度、湿度、風向き、日射など)
- ⑬膨張率測定時の温度および湿度
- ⑭各測定時の膨張率、解放膨張率、残存膨張率および全膨張率
- ⑮コアの観察結果
- ⑯その他

○判定基準

促進膨張試験の判定基準値は、表 3.10.5-1 に示すように、骨材のアルカリシリカ反応性の試験に準拠したものが使用されることが多い。しかし、コアの促進膨張試験における残留膨張性の「あり」、「なし」を判定する基準値は、十分な研究調査に基づいたものとはいえず、現状では実構造物の将来の膨張挙動との対応関係も必ずしも明確ではないことに留意すべきである。

表 3.10.5-1 コアの促進養生試験における判定基準

	促進養生の条件	判定基準
JCI-DD 2 法	温度 40℃, 湿度 100% の条件下にて養生	阪神高速道路公団 全膨張量が 0.1% を超える場合、有害と判定する。
		建設省 建設省総合プロジェクト「コンクリートの耐久性向上技術の開発」では 40℃, 100% R.H. の条件下に 13 週間養生し, 0.05% 以上の膨張量を示すものを有害または潜在的有害と判定する。
デンマーク法	温度 50℃ の飽和 NaCl 溶液中に浸漬	試験材齡 3 箇月での膨張量で以下のように判定する。 0.4% 以上：膨張性あり 0.1~0.4%：不明確 0.1% 未満：膨張性なし
カナダ法 (NBRI 法)	温度 80℃ の 1N の NaOH 溶液中に浸漬	ASTM C 1260-94 の判定基準：試験開始後 14 日間での膨張量で以下のように判定する。 0.1% 以下の場合：無害 0.10~0.20% の場合：有害と無害な骨材が含まれる。 (この場合, 14 日以降も更に試験を継続する) 0.20% 以上の場合：潜在的に有害な膨張率

参考資料 4.コンクリート構造物の主要な機能診断調査方法  
**コンクリート構造物 試験方法**

		整理番号																																																
検査・試験方法	デンマーク法	III-4-2																																																
検査・試験項目	残存膨張量 (コアの促進養生試験)																																																	
調査内容	アルカリシリカ反応																																																	
調査の目的	解放膨張率および残存膨張率を測定する。																																																	
対象施設																																																		
引用文献等	社) 日本コンクリート工学協会 コンクリート診断技術 (03)																																																	
<p><b>【原理】</b></p> <p>コアの促進養生試験法の一つであり、採取したコアを 50℃の飽和塩化ナトリウム水溶液に浸漬し、試験開始後 3 ヶ月後の膨張量にて判定を行う。</p> <p>湿気槽にて実施する方法 (JCI-DD2) では、コアの直径や長さが小さくなると、コアからのアルカリの溶出の影響で、膨張量の測定結果が小さくなり、誤った評価をすることがある。それに対して、外部から NaOH や NaCl が供給される条件下で試験する方法では、図 3.10.5-1 に示すように、コアの大きさによる影響を受けず、膨張量が全体に大きくなるので、残存膨張性の評価が容易となる利点がある。</p>																																																		
<table border="1"> <caption>図 3.10.5-1 促進養生試験におけるコアの残存膨張量の比較</caption> <thead> <tr> <th>材 齢 (日)</th> <th>JCI-DD2 法 (%)</th> <th>カナダ法 (%)</th> <th>デンマーク法 (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>0</td><td>0.00</td><td>0.00</td><td>0.00</td></tr> <tr><td>10</td><td>0.02</td><td>0.05</td><td>0.05</td></tr> <tr><td>20</td><td>0.03</td><td>0.15</td><td>0.10</td></tr> <tr><td>30</td><td>0.04</td><td>0.25</td><td>0.12</td></tr> <tr><td>40</td><td>0.05</td><td>0.10</td><td>0.15</td></tr> <tr><td>50</td><td>0.06</td><td>0.12</td><td>0.18</td></tr> <tr><td>60</td><td>0.07</td><td>0.15</td><td>0.20</td></tr> <tr><td>70</td><td>0.08</td><td>0.18</td><td>0.22</td></tr> <tr><td>80</td><td>0.09</td><td>0.20</td><td>0.25</td></tr> <tr><td>90</td><td>0.10</td><td>0.22</td><td>0.28</td></tr> <tr><td>100</td><td>0.10</td><td>0.25</td><td>0.30</td></tr> </tbody> </table> <p>図 3.10.5-1 促進養生試験におけるコアの残存膨張量の比較</p>			材 齢 (日)	JCI-DD2 法 (%)	カナダ法 (%)	デンマーク法 (%)	0	0.00	0.00	0.00	10	0.02	0.05	0.05	20	0.03	0.15	0.10	30	0.04	0.25	0.12	40	0.05	0.10	0.15	50	0.06	0.12	0.18	60	0.07	0.15	0.20	70	0.08	0.18	0.22	80	0.09	0.20	0.25	90	0.10	0.22	0.28	100	0.10	0.25	0.30
材 齢 (日)	JCI-DD2 法 (%)	カナダ法 (%)	デンマーク法 (%)																																															
0	0.00	0.00	0.00																																															
10	0.02	0.05	0.05																																															
20	0.03	0.15	0.10																																															
30	0.04	0.25	0.12																																															
40	0.05	0.10	0.15																																															
50	0.06	0.12	0.18																																															
60	0.07	0.15	0.20																																															
70	0.08	0.18	0.22																																															
80	0.09	0.20	0.25																																															
90	0.10	0.22	0.28																																															
100	0.10	0.25	0.30																																															
<p><b>【機器・装置・試薬】</b></p> <p>①長さ変化測定器具</p> <p>長さ変化の測定は、JIS A 1129に規定するコンタクトゲージ方法による。付属のダイヤルゲージは、JIS B 7509 (0.001mm目盛ダイヤルゲージ)の規定に合格するものを使用するものとする。ゲージプラグは試験中にさびを生じない金属製のものとし、ステンレス製バンドに接着できるものとする。</p> <p>②容器、飽和塩化ナトリウム水溶液</p>																																																		
<p><b>【試験方法】</b></p> <p>《コアの採取と保存》</p> <p>①コアの採取位置および数量</p> <p>コア採取位置および数量は、損傷程度、鉄筋量、採取する方向、環境の相違等を考慮して選定する。</p> <p>②径、長さ</p> <p>コアは原則として直径100mm、長さ約250mmとする。</p> <p>③コアの保存</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・乾燥や炭酸化の影響を受けないように、現地で直ちに厳重に密閉する。</li> <li>・解放膨張率の測定終了後、50℃の飽和塩化ナトリウム水溶液に浸漬する。</li> </ul> <p>《基長および膨張率測定》</p> <p>①基長は、原則として100mmとし、コア採取直後に測定するものとする。</p> <p>②膨張率は、コア採取後1週間は24時間ごとに測定し、それ以降は1週間程度の間隔で測定する。91日後に残存膨張率を測定する。</p>																																																		

③測定にあたっては、コアのそりやポップアウトなどの変状、表面のひびわれや水ガラスのゲル等の浸出物、よごれなどを観察する。

**【結果の整理方法】**

下記の事項のうち必要なものを記載する。

- ①構造物の概要(種類、名称など)
- ②構造物の置かれている環境
- ③構造物の外観(ひびわれ、ポップアウト、析出物、剥離などの変状の有無)
- ④コア採取年月日
- ⑤コア採取位置(部位、地表面からの位置など)とコアの番号
- ⑥コアの径および長さ
- ⑦コア採取方法(冷却水使用の有無、採取時間など)
- ⑧かぶり厚さ
- ⑨基長位置(かぶり部分あるいは鉄筋かご内部)と基長測定時の温度
- ⑩コア採取から基長測定までの時間
- ⑪測定において基準とした時点までの時間および養生方法
- ⑫保存期間中の環境条件(温度、湿度、風向き、日射など)
- ⑬膨張率測定時の温度および湿度
- ⑭各測定時の膨張率、解放膨張率、残存膨張率および全膨張率
- ⑮コアの観察結果
- ⑯その他

**《判定基準》**

促進膨張試験の判定基準値は、表 3.10.5-1 に示すように、骨材のアルカリシリカ反応性の試験に準拠したものが使用されることが多い。しかし、コアの促進膨張試験における残留膨張性の「あり」、「なし」を判定する基準値は、十分な研究調査に基づいたものとはいえず、現状では実構造物の将来の膨張挙動との対応関係も必ずしも明確ではないことに留意すべきである。

表 3.10.5-1 コアの促進養生試験における判定基準

	促進養生の条件	判定基準	
JCI-DD 2 法	温度 40℃、湿度 100% の条件下にて養生	阪神高速道路公団 建設省	全膨張量が 0.1% を超える場合、有害と判定する。  建設省総合プロジェクト「コンクリートの耐久性向上技術の開発」では 40℃、100% R.H. の条件下に 13 週間養生し、0.05% 以上の膨張量を示すものを有害または潜在的有害と判定する。
デンマーク法	温度 50℃ の飽和 NaCl 溶液中に浸漬	試験材齢 3 箇月での膨張量で以下のように判定する。 0.4% 以上：膨張性あり 0.1~0.4%：不明確 0.1% 未満：膨張性なし	
カナダ法 (NBRI 法)	温度 80℃ の 1N の NaOH 溶液中に浸漬	ASTM C 1260-94 の判定基準：試験開始後 14 日間での膨張量で以下のように判定する。 0.1% 以下の場合：無害 0.10~0.20% の場合：有害と無害な骨材が含まれる。 (この場合、14 日以降も更に試験を継続する) 0.20% 以上の場合：潜在的に有害な膨張率	

参考資料 4.コンクリート構造物の主要な機能診断調査方法  
**コンクリート構造物 試験方法**

検査・試験方法	カナダ法 (NBRI 法)	整理番号
検査・試験項目	残存膨張量 (コアの促進養生試験)	III-4-3
調査内容	アルカリシリカ反応	
調査の目的	解放膨張率および残存膨張率を測定する。	
対象施設		
引用文献等	ASTM C 1260 社) 日本コンクリート工学協会 コンクリート診断技術 (03)	

**【原理】**

コアの促進養生試験法の一つであり、採取したコアを 50℃の飽和塩化ナトリウム水溶液に浸漬し、試験開始後 3 ヶ月後の膨張量にて判定を行う。

湿気槽にて実施する方法 (JCI-DD2) では、コアの直径や長さが小さくなると、コアからのアルカリの溶出の影響で、膨張量の測定結果が小さくなり、誤った評価をすることがある。それに対して、外部から NaOH や NaCl が供給される条件下で試験する方法では、図 3.10.5-1 に示すように、コアの大きさによる影響を受けず、膨張量が全体に大きくなるので、残存膨張性の評価が容易となる利点がある。

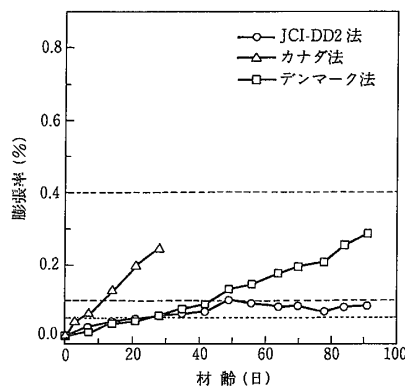


図 3.10.5-1 促進養生試験におけるコアの残存膨張量の比較

**【機器・装置・試薬】**

①長さ変化測定器具

長さ変化の測定は、JIS A 1129に規定するコンタクトゲージ方法による。付属のダイヤルゲージは、JIS B 7509 (0.001mm目盛ダイヤルゲージ)の規定に合格するものを使用するものとする。ゲージプラグは試験中にさびを生じない金属製のものとし、ステンレス製バンドに接着できるものとする。

②容器、水酸化ナトリウム水溶液 (1N)

**【試験方法】**

《コアの採取と保存》

①コアの採取位置および数量

コア採取位置および数量は、損傷程度、鉄筋量、採取する方向、環境の相違等を考慮して選定する。

②径、長さ

コアは原則として直径100mm、長さ約250mmとする。

③コアの保存

- ・乾燥や炭酸化の影響を受けないように、現地で直ちに厳重に密閉する。
- ・解放膨張率の測定終了後、80℃の水酸化ナトリウム水溶液 (1N) に浸漬する。

《基長および膨張率測定》

①基長は、原則として 100mm とし、コア採取直後に測定するものとする。

- ②膨張率は、コア採取後1週間は24時間ごとに測定し、14日後に残存膨張率を測定する。
- ③測定にあたっては、コアのそりやポップアウトなどの変状、表面のひびわれや水ガラスのゲル等の浸出物、よごれなどを観察する。

**【結果の整理方法】**

下記の事項のうち必要なものを記載する。

- ①構造物の概要(種類、名称など)
- ②構造物の置かれている環境
- ③構造物の外観(ひびわれ、ポップアウト、析出物、剥離などの変状の有無)
- ④コア採取年月日
- ⑤コア採取位置(部位、地表面からの位置など)とコアの番号
- ⑥コアの径および長さ
- ⑦コア採取方法(冷却水使用の有無、採取時間など)
- ⑧かぶり厚さ
- ⑨基長位置(かぶり部分あるいは鉄筋かご内部)と基長測定時の温度
- ⑩コア採取から基長測定までの時間
- ⑪測定において基準とした時点までの時間および養生方法
- ⑫保存期間中の環境条件(温度、湿度、風向き、日射など)
- ⑬膨張率測定時の温度および湿度
- ⑭各測定時の膨張率、解放膨張率、残存膨張率および全膨張率
- ⑮コアの観察結果
- ⑯その他

**○判定基準**

促進膨張試験の判定基準値は、表 3.10.5-1 に示すように、骨材のアルカリシリカ反応性の試験に準拠したものが使用されることが多い。しかし、コアの促進膨張試験における残留膨張性の「あり」、「なし」を判定する基準値は、十分な研究調査に基づいたものとはいえず、現状では実構造物の将来の膨張挙動との対応関係も必ずしも明確ではないことに留意すべきである。

表 3.10.5-1 コアの促進養生試験における判定基準

	促進養生の条件	判定基準
JCI-DD2法	温度 40℃, 湿度 100% の条件下にて養生	阪神高速道路公団 全膨張量が 0.1% を超える場合、有害と判定する。
		建設省 建設省総合プロジェクト「コンクリートの耐久性向上技術の開発」では 40℃, 100% R.H. の条件下に 13 週間養生し、0.05% 以上の膨張量を示すものを有害または潜在的有害と判定する。
デンマーク法	温度 50℃ の飽和 NaCl 溶液中に浸漬	試験材齢 3 箇月での膨張量で以下のように判定する。 0.4% 以上：膨張性あり 0.1~0.4%：不明確 0.1% 未満：膨張性なし
カナダ法 (NBRI 法)	温度 80℃ の 1N の NaOH 溶液中に浸漬	ASTM C 1260-94 の判定基準：試験開始後 14 日間での膨張量で以下のように判定する。 0.1% 以下の場合：無害 0.10~0.20% の場合：有害と無害な骨材が含まれる。 (この場合、14 日以降も更に試験を継続する) 0.20% 以上の場合：潜在的に有害な膨張率

コンクリート構造物 試験方法

検査・試験方法	セメント協会法	整理番号 IV-1-1
検査・試験項目		
調査内容	コンクリートの配合	
調査の目的		
対象施設	一般的には、コンクリート試料であれば分析操作そのものは問題なく実施できる。ただし、分析精度確保の問題から、試料のサイズ、特に粗骨材の最大寸法に留意する必要がある。	
引用文献等	JIS A 1107「コンクリートからのコアおよびはりの切り取り方法並びに強度試験方法」 社) 日本コンクリート工学協会 コンクリート診断技術 (03)	

【原理】

105 $\mu$ mふるい全通程度に微粉碎した試料を塩酸(約N/10程度)で処理した後、不溶残分および酸化カルシウムを定量し、これらの値からそれぞれ骨材量およびセメント量を推定する方法である。試験装置等は通常の化学分析に用いられる程度のものであるため、設備上の制約は少ない。ただし、試験実施にあたっては、習熟を要する方法である。

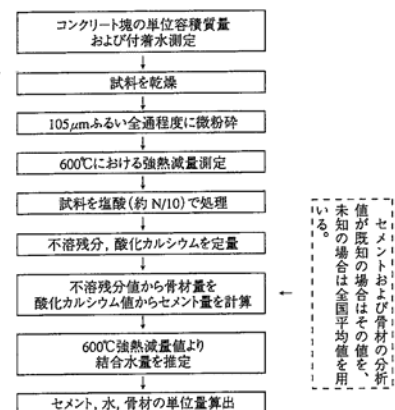
- ①セメント協会法をはじめとして、各方法に共通の問題として、試験に供したコンクリート試料が構造物全体を代表するものであるのか否かという問題がある。配(調)合どおりに製造されたコンクリートであっても、部材中に打ち込まれると、ブリージングや粗骨材の分離沈降によりコンクリートの断面における水セメント比の分布状態が変化する。スラブおよび柱を対象に実施された実験結果によると、いずれの場合も上層部のW/Cは配(調)合値よりも増加し、中間部および下層では減少する傾向を示している。更にこれらの現象は、一般に水セメント比が大きいほど顕著になることも報告されている。試料採取位置選定にあたってはこれらの点に十分配慮すべきであるし、考察にあたってはこれらの傾向を加味する必要がある。
- ②前項とも関連するが、ブリージング水の影響を含めて単位水量の推定精度に問題があることが指摘されており、適用にあたっては十分に注意する必要がある。
- ③セメント協会法は、セメントが普通ポルトランドセメントで、骨材があまり特殊なものでない限り適用する。
- ④また、セメント協会法において、使用セメント・骨材が入手できないため、骨材およびセメントの分析値として全国平均値を用いて計算を行うと、単位セメント量・骨材量に誤差が生じるケースがあるので、十分な留意が必要である。
- ⑤貝殻を含んだ海砂や石灰石骨材を使用した場合には、前述のとおり主成分がセメントと同様、酸化カルシウムであるため補正が必要であるが、分析操作上、区分することができないため、一般にはセメント協会法は適用不可とされている。

【機器・装置・試薬】

セメント協会法を用いる方法は、通常の化学分析を行えるレベルの機器・試薬で行うことができる。

【試験方法】

一般には(社)セメント協会が定めた「硬化コンクリートの配合推定のための化学分析方法」を用いる。同法の試験手順を以下に示す。  
(a)試料当該コンクリートの配(調)合を把握することが目的であるので、粗骨材最大寸法に配慮して試料サイズを決定する必要がある。コア試料を用いる場合には、一般には JIS A 1107「コンクリートからのコアおよびはりの切り取り方法並びに強度試験方法」の考え方を準用し、鉄筋配置等の構造物の実情を踏まえ、コア直径の最小寸法が粗骨材最大寸法の3倍以上であること、また、長さがコア直径以上であることを目安とすることが多い。はつり片等を用いる場合には、粗骨材あるいはモルタル分の偏在に十分注意し、適切な縮分操作により当該コンクリートの代表試料が得られるようにすべきである。



セメントおよび骨材の分析値が既知の場合はその値を用いる。未知の場合は全国平均値を用いる。

図 3.8.1-1 硬化コンクリートの配合推定法(セメント協会法)のフロー<sup>1)</sup>

【結果の整理方法】

セメント協会が試験方法制定時に実施した試験結果を表3.8.1-1に示す。同表は、室内でポリエチレン製広ロビンを用いて試験体を作成し、所定材齢まで密封養生後、分析に供した場合の試験結果であるσブリージング水を含めて、計量材料が外部に逸散しないよう配慮されたものである。各材料とも、実用上十分な精度を有する試験結果が得られており、試験方法としては一定の水準に達している方法であることが分かる。次に、実構造物における調査例として、鉄道橋を対象に実施された測定結果を表3.8.1-2に示す。同一配(調)合のコンクリートが打設されているにもかかわらず、高架橋・部材により測定結果がかなり変動していることが読み取れる。試験結果と実構造物の損傷状況の整合性に関しては、「鉄筋発錆の特に著しいB高架橋の水セメント比は70%程度であり、腐食がそれほど著しくないD,E高架橋の水セメント比は比較的小さい」とのコメントがなされている。

表 3.8.1-1 試験結果の一例 (室内で試験体作成→分析)<sup>1)</sup>

	A配合 単位セメント量：約250 kg/m <sup>3</sup> スランブ18.1 cm, 28日強度197 kgf/cm <sup>2</sup>				B配合 単位セメント量：約350 kg/m <sup>3</sup> スランブ10.9 cm, 28日強度416 kgf/cm <sup>2</sup>			
	セメント量C	水量W	骨材量A	A/C	セメント量C	水量W	骨材量A	A/C
原配合	11.0	9.0	80.0	7.3	15.0	8.0	77.0	5.1
材料分析値 既知	10.8	8.9	80.4	7.4	14.5	7.9	77.6	5.3
材料分析値 未知	10.7	8.8	80.5	7.5	14.4	7.7	77.9	5.4

表 3.8.1-2 鉄道橋を対象に実施された調査結果<sup>2)</sup>

高架橋	コア採取 位置	粗骨材 乾燥重量 (kg)	細骨材 乾燥重量 (kg)	セメント 重量 (kg)	水 量 (kg)	水セメン ト比(%)	水セメン ト比の平 均値(%)
A	スラブ	629	896	345	219	63.5	55
	スラブ	828	823	312	162	51.9	
	梁	836	795	307	188	61.2	
	梁	759	865	337	187	55.5	
	梁	966	878	266	119	44.7	
B	スラブ	918	823	232	165	71.1	71
	スラブ	908	808	236	176	74.6	
	梁	935	748	236	187	79.2	
	梁	554	1020	314	215	68.5	
	梁	931	824	249	156	62.7	
C	スラブ	959	751	241	166	68.9	61
	スラブ	897	840	253	152	60.0	
	梁	873	863	258	160	62.0	
	梁	1070	738	238	140	58.8	
	梁	1035	771	240	131	52.8	
D	スラブ	586	778	413	266	64.4	62
	スラブ	915	774	334	166	49.7	
	スラブ	653	744	398	259	65.1	
	スラブ	648	771	385	257	66.8	
	梁	743	818	343	208	60.6	
	梁	758	806	336	210	62.5	
	梁	719	779	367	226	61.5	
E	スラブ	969	782	302	141	46.7	45
	スラブ	1316	640	246	79	32.1	
	スラブ	944	767	325	150	46.2	
	スラブ	983	748	302	151	50.0	
	梁	981	795	306	136	44.4	
	梁	989	763	317	140	44.2	
	梁	1095	740	260	124	47.7	

(注) 空気量を5%と仮定

参考資料 4.コンクリート構造物の主要な機能診断調査方法  
**コンクリート構造物 試験方法**

		整理番号 IV-1-2
検査・試験方法	ICP を用いる方法	
検査・試験項目		
調査内容	コンクリートの配合	
調査の目的		
対象施設	一般的には、コンクリート試料であれば分析操作そのものは問題なく実施できる。ただし、分析精度確保の問題から、試料のサイズ、特に粗骨材の最大寸法に留意する必要がある。	
引用文献等	JISA 1107「コンクリートからのコアおよびはりの切り取り方法並びに強度試験方法」社) 日本コンクリート工学協会 コンクリート診断技術 (03)	

**【原理】**

セメント協会法は、石灰石骨材や貝殻が混入した海砂を使用したコンクリートに適用すると、セメント水和物中のカルシウムと骨材中のカルシウムを区分できないため、単位セメント量の推定値に誤差を生じる。本 ICP を用いる方法は、セメント構成成分中、酸化カルシウムに次いで量が多く、変動の少ない酸可溶性シリカに着目し、誘導結合プラズマ発光分光分析装置(ICP)により測定を行うものである。ただし、キー技術である ICP による分析に関しては、ICP 装置はごく限られた機関しか所有していないため、汎用性に欠ける。

- ① 試験に供したコンクリート試料が構造物全体を代表するものであるのか否かという問題がある。配(調)合どおりに製造されたコンクリートであっても部材中に打ち込まれると、ブリージングや粗骨材の分離沈降によりコンクリートの断面における水セメント比の分布状態が変化する。スラブおよび柱を対象に実施された実験結果によると、いずれの場合も上層部の W/C は配(調)合値よりも増加し、中間部および下層では減少する傾向を示している。更にこれらの現象は、一般に水セメント比が大きいほど顕著になることも報告されている。試料採取位置選定にあたってはこれらの点に十分配慮すべきであるし、考察にあたってはこれらの傾向を加味する必要がある。
- ② 前項とも関連するが、ブリージング水の影響を含めて単位水量の推定精度に問題があることが指摘されており、適用にあたっては十分に注意する必要がある。

**【機器・装置・試薬】**

ICPを用いる方法では写真3.8.1-1に示した装置が不可欠である。



写真 3.8.1-1 ICP 装置の例

【試験方法】

一般には(社)セメント協会が定めた「硬化コンクリートの配合推定のための化学分析方法」を用いる。同法の試験手順を以下に示す。(a)試料当該コンクリートの配(調)合を把握することが目的であるので、粗骨材最大寸法に配慮して試料サイズを決定する必要がある。コア試料を用いる場合には、一般にはJIS A 1107「コンクリートからのコアおよびよりの切り取り方法並びに強度試験方法」の考え方を準用し、鉄筋配置等の構造物の実情を踏まえ、コア直径の最小寸法が粗骨材最大寸法の3倍以上であること、また、長さがコア直径以上であることを目安とすることが多い。はつり片等を用いる場合には、粗骨材あるいはモルタル分の偏在に十分注意し、適切な縮分操作により当該コンクリートの代表試料が得られるようにすべきである。

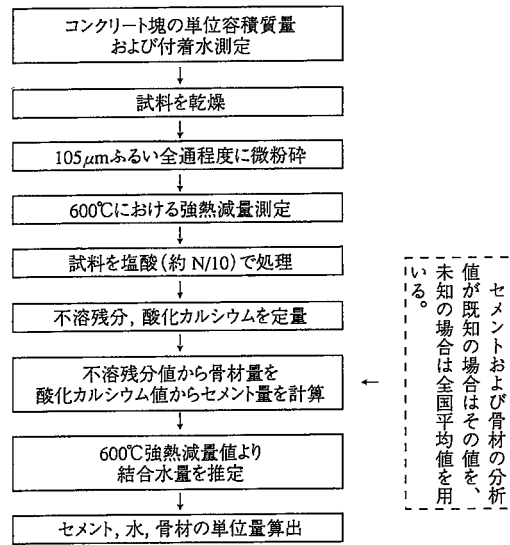


図 3.8.1-1 硬化コンクリートの配合推定法(セメント協会法)のフロー<sup>1)</sup>

【結果の整理方法】

セメント協会が試験方法制定時に実施した試験結果を表3.8.1-1に示す。同表は、室内でポリエチレン製広口ビンを用いて試験体を作成し、所定材齢まで密封養生後、分析に供した場合の試験結果であるσブリージング水を含めて、計量材料が外部に逸散しないよう配慮されたものである。各材料とも、実用上十分な精度を有する試験結果が得られており、試験方法としては一定の水準に達している方法であることが分かる。次に、実構造物における調査例として、鉄道橋を対象に実施された測定結果を表3.8.1-2に示す。同一配(調)合のコンクリートが打設されているにもかかわらず、高架橋・部材により測定結果がかなり変動していることが読み取れる。試験結果と実構造物の損傷状況の整合性に関しては、「鉄筋発錆の特に著しいB高架橋の水セメント比は70%程度であり、腐食がそれほど著しくないDE高架橋の水セメント比は比較的小さい」とのコメントがなされている。

表 3.8.1-1 試験結果の一例(室内で試験体作成→分析)<sup>1)</sup>

	A 配合 単位セメント量: 約 250 kg/m <sup>3</sup> スランプ 18.1 cm, 28 日強度 197 kgf/cm <sup>2</sup>				B 配合 単位セメント量: 約 350 kg/m <sup>3</sup> スランプ 10.9 cm, 28 日強度 416 kgf/cm <sup>2</sup>			
	セメント量 C	水量 W	骨材量 A	A/C	セメント量 C	水量 W	骨材量 A	A/C
原配合	11.0	9.0	80.0	7.3	15.0	8.0	77.0	5.1
材料分析値 既知	10.8	8.9	80.4	7.4	14.5	7.9	77.6	5.3
材料分析値 未知	10.7	8.8	80.5	7.5	14.4	7.7	77.9	5.4

表 3.8.1-2 鉄道橋を対象に実施された調査結果<sup>5)</sup>

高架橋	コア採取位置	粗骨材 乾燥重量 (kg)	細骨材 乾燥重量 (kg)	セメント 重量 (kg)	水 量 (kg)	水セメン ト比(%)	水セメン ト比の平 均値(%)
A	スラブ	629	896	345	219	63.5	55
	スラブ	828	823	312	162	51.9	
	梁	836	795	307	188	61.2	
	梁	759	865	337	187	55.5	
	梁	966	878	266	119	44.7	
B	スラブ	918	823	232	165	71.1	71
	スラブ	908	808	236	176	74.6	
	梁	935	748	236	187	79.2	
	梁	554	1 020	314	215	68.5	
	梁	931	824	249	156	62.7	
C	スラブ	959	751	241	166	68.9	61
	スラブ	897	840	253	152	60.0	
	梁	873	863	258	160	62.0	
	梁	1 070	738	238	140	58.8	
	梁	1 035	771	240	131	52.8	
D	スラブ	586	778	413	266	64.4	62
	スラブ	915	774	334	166	49.7	
	スラブ	653	744	398	259	65.1	
	スラブ	648	771	385	257	66.8	
	梁	743	818	343	208	60.6	
	梁	758	806	336	210	62.5	
	梁	719	779	367	226	61.5	
E	スラブ	969	782	302	141	46.7	45
	スラブ	1 316	640	246	79	32.1	
	スラブ	944	767	325	150	46.2	
	スラブ	983	748	302	151	50.0	
	梁	981	795	306	136	44.4	
	梁	989	763	317	140	44.2	
	梁	1 095	740	260	124	47.7	

(注) 空気量を5%と仮定

参考資料 4.コンクリート構造物の主要な機能診断調査方法  
**コンクリート構造物 試験方法**

		整理番号 V-1-1
検査・試験方法	偏光顕微鏡観察	
検査・試験項目	骨材の岩種および反応性鉱物の種類	
調査内容	コンクリートの微細構造	
調査の目的		
対象施設	<p>本来岩石や鉱物、さらには金属などのミクロ的組織の観察をはじめその生成過程の探索や、夾雑物の同定など、偏光顕微鏡をはじめ金属顕微鏡、反射顕微鏡などの役割はきわめて大きいものがある。コンクリートの劣化に関する骨材の観察や、また使用セメントとくにクリンカーの鉱物学的検討では、電子顕微鏡では得られない数多くの物性を調べることができる。とくに近年アルカリ骨材反応に関連する骨材の含有鉱物の検討では、X線回折で判定が不可能な、例えば火山ガラスなどの非晶質物質の判別も可能でありX線回折とともに欠くことのできない検討手段である。</p>	
引用文献等	社) 日本コンクリート工学協会 コンクリート診断技術 (03)	

**【原理】**

偏光顕微鏡の構造偏光顕微鏡の外観は写真 2.4 のようであり、その光学系は図 2.11 に示す。

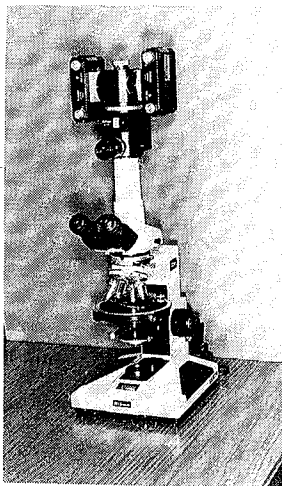


写真 2.4 偏光顕微鏡

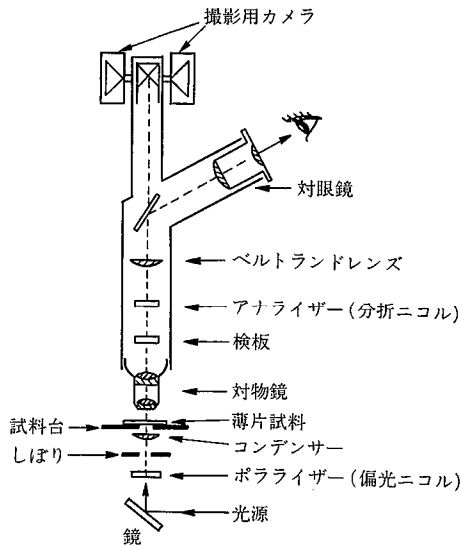


図 2.11 偏光顕微鏡光学系

眼に接する対眼鏡、観察試料に接する対物鏡のほかにアナライザー、ポラライザーの二つの組合せがある。この組合せは光の振動方向を特定するための系で、ポラライザーを通過する偏光の振動方向は顕微鏡に向って前後方向に、またアナライザーを通過したものは左右方向になるようにしてある、またこれらはそのレンズ系を光学系から除いて偏光でない光を通すこともできるようになっている。

以上の四つのレンズ系を用いて観察する方法をオルソスコープ(ortho scope)観察という。またこの中でアナライザーを除いた状態を開放ニボル(open nicol)といいアナライザーを使用した状態は直交ニボル(crossed nicol)という。前者では岩石などの大きさ、透光性、組成鉱物の定量、形、角測定、へき開、屈折率などが観察され、後者では、干渉色、消光角、複屈折、伸長性の正負、等方性、異方性の区別、双晶や累帯結晶構造さらには非晶質相の存在などを調べる。また対眼鏡、対物鏡の間にあるベルトランドレンズは、対眼鏡と組み合わせて使用され、これとコンデンサーレンズにより、いわゆるコンスコープ(conoscope)観察ができるようになっている。観察像は小さくなるため、ベルトランドレンズと対眼鏡により拡大して観察する。この方法は、検板の併用により結晶の光軸の方向の探索、一軸性、二軸性結晶の区別、また光学性の正負、光学的弾性軸、光学的方位、光軸角などの検討に用いる。

【機器・装置・試薬】

【試験方法】

○薄片の作成

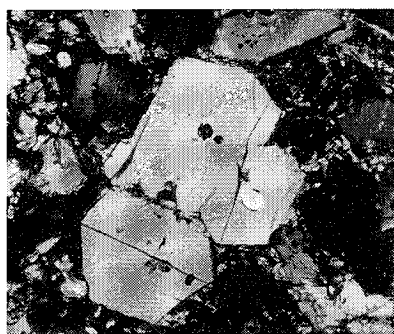
偏光顕微鏡では、透過光の回折や干渉などを観察するのであるから岩石や鉱物であっても透光性をもつまでの薄い板状に研磨する必要がある。薄片作成に手頃な大きさに破碎するかさらにはダイヤモンドカッターを用いてカットし平滑面をつくり出す。これをさらに研磨紙、研磨粉などを用いて光沢性の平滑面としていく。研磨材の粗さはその番号により各種段階のものがあるので試料の固さにより必要なものを任意に選ぶ。水和物系では骨材のような硬い組織と水和組織のような柔らかい部分とがあるので、研磨中に後者が失われないうち注意する。研磨には水を用いるが水和性試料、例えばクリンカーなどでは灯油などを使用した方がよい。さらに最終段階ではクロスなどにより鏡面に近い状態まで仕上げる。仕上面はカナダバルサムなどの透明な接着剤を用いてデッキガラスに接着する、充分固着したのち他面をも同様に研磨するが、このさいは充分注意しつつ均一に透光性をもつ厚さまで丁寧に研磨していく、そして最後にカバーガラスを接着する。

【結果の整理方法】

○ 観察例

①クリンカーの観察

まずクリンカー鉱物の観察を一例として示す。写真 2.5 のようにアリット、ベリットはそれぞれ六角形自形、および黒っぽい球形粒子として生成する。



直交ニコル (×400) 0 0.05 mm

写真 2.5 ポルトランドセメントクリンカーの偏光顕微鏡写真 (×400) (名古屋工業大学 牧巖教授提供)

後者は複屈折が大きいのでクロスニコルでははっきりとみえる。アリット中にはその生成過程から理解できるようにベリットが残っているのがみえるが、これも同様にクロスニコル下ではっきりみられる。また free CaO がやはりアリット中にみえるものがある。これは等軸晶系のためクロスニコルでつねに暗くみえる。

②骨材の観察

アルカリ骨材反応に関連して骨材の品質を判定する方法が各種あるが、顕微鏡による骨材が含有する鉱物の定性、定量法は、骨材の品位を短時間にみわける方法として有用である。一例として写真 2.6 に安山岩質骨材の写真をあげるが 2)、このように爽雑物として存在する長石、石英、雲母などの判別ができる。

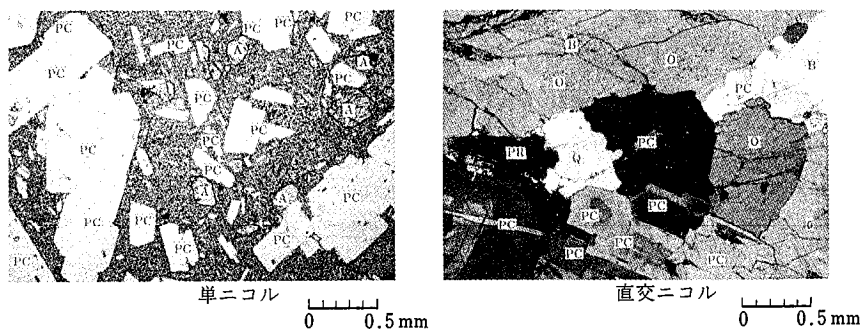


写真 2.6 安岩山および石英質骨材の偏光顕微鏡写真<sup>2)</sup>  
 左：ガラス質安山岩 (PC：斜長石, A：普通輝石, 茶色部は火山ガラス)  
 右：石英 (PC：斜長石, O：正長石, Q：石英, B：黒雲母)

しかしこのためにはかなり経験的な熟練が必要である。一般にこの観察では次の鉱物判別ができることが望ましい。

石英 正長石 斜長石 普通輝石 紫蘇輝石 普通角閃石  
 白雲母 黒雲母 橄欖石 緑泥石 方解石 ガラス(玻璃)  
 玉髓 モンモロロナイト ローモンタイト ドロマイト 黄鉄鉱

また、岩石としては次のものの判別ができる。

流紋岩 石英安山岩 安山岩 玄武岩 凝灰岩  
 花崗岩 閃緑岩 斑禰岩 橄欖岩 蛇紋岩  
 砂岩 粘板岩 珪化粘板岩  
 ホルンフェルス 片岩 片麻岩

③ 骨材中またはコンクリート中の粗骨材中の含有鉱物の定量

まず前記の方法により薄片を作製する。

- ・顕微鏡下で、多色性、干渉色、複屈折その他の光学的特徴を調べて含有鉱物の同定を行う。
- ・次に線積分法によりその定量を行う。
- ・更にポイントカウンター法により定量を行う。

④ 屈折率

屈折率は、各鉱物によりそれぞれ固有の値をもつ。例えば光学的等方体は各単色光についてそれぞれ一定の値をもつが、光学的異方体では結晶に光が入射する方向によって各単色光について二つの屈折率をもつ。その間の関係は一軸性の正、負結晶や二軸性結晶によりそれぞれ異なるが、これからそれらの結晶系の判別と、関連する物性を調べることができる。屈折率の測定は、粉碎により個々の結晶粒子として分割したものをを用い、これを屈折率の少しずつ異なるいくつかの薬品液に順次浸漬し、そのときの Becke ラインの移動を観察して行う。ゆえに必要な屈折率をもつ薬品液をいくつかとり揃える必要がある。コンクリート用骨材には数多くの異なった岩石、鉱物が含まれるため、それらの同定を行うには一つ一つそれらの屈折率を求めていく必要がある。

⑤ 反射顕微鏡による観察

偏光顕微鏡と異なり、研磨試料面に強い光を当て、その面の結晶の状態を拡大観察する方法で、セメントクリンカー鉱物の結晶形態やへき開、C2S 結晶中の β-C2S の Lamella 組織観察等、薄片作成より簡単に生成形態の観察ができる利点がある。

⑥ コノスコープによる干渉像観察

光学的に一軸性結晶か二軸性結晶か、一軸性でも正か負かなどの光学的特性の判定にはコノスコープによる干渉像の観察とさらに検板差し込みにより検討する手法が確立されている。この場合、光軸が光学系よりかたよっている場合それを光学系と一致させるためにユニバーサルステージを用いて軸方向の補正を行う必要がある。結晶の本質的な光学物性を検討する高度な手法であり、骨材中の石英結晶などに試みることができる。

⑦ 画像解析

画像解析は、医学化学工学をはじめさまざまな産業分野に普及しており、今後ますます発展していくことが期待されている。コンクリートの分野においても、硬化コンクリート中の気泡組織、中性化深さ、粗骨材の量あるいは鉄筋の腐食面積などを測定する手法として最近急速に普及してきている。とくに気泡組織は、コンクリートの透気性、透水性中性化、凍結融解に対する抵抗性など、コンクリートの耐久性を評価するための有効な指標である。

○画像解析の原理-----画像解析の基本構成は図 2.12 に示すようであり、テレビカメラ(光学顕微鏡、マクロ撮影装置)や電子顕微鏡などの画像入力装置により撮影し、その画像の面積、長さ、形状などを画像処理装置により定量解析し、出力装置により出力するものである。入力画像は、濃淡画像処理あるいは2値画像処理をへて特徴値計測処理や統計処理が行われる。特徴値計測処理は、指定された長方形の範囲の物体すべてを計測するもの、閉曲線の範囲を計測するもの、点を指定してその点を含む物体の求めるものなどがある。特徴値の代表的なものをあげると、外部長方形、面積、周囲長、重心、中心、形状係数、2点間距離、重心間距離、面積率などがある。統計処理は、統計値の処理や計測データを表やグラフにして分析することである。画像解析装置を写真 2.7 に示す。

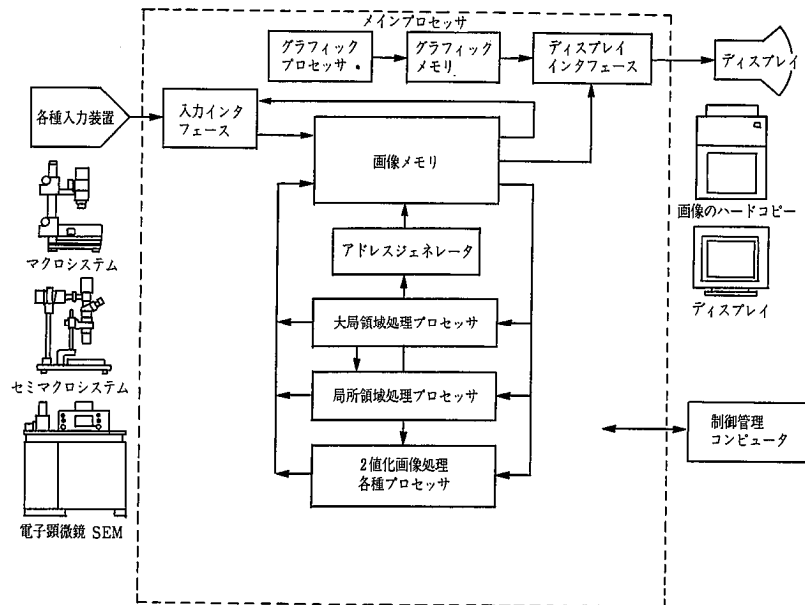


図 2.12 画像解析の基本構成

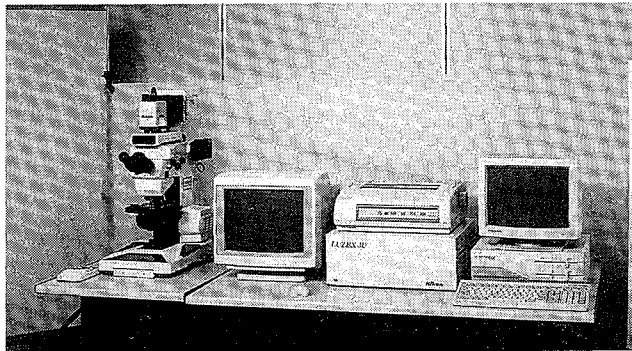


写真 2.7 画像解析装置（ルーゼック写真）

○画像解析のコンクリートへの適用

画像解析は硬化コンクリートの気泡組織の測定に多く用いられているが、硬化コンクリートの配合分析にも適用されている。その他には鉄筋の腐食面積率、中性化深さ、内部空隙の有無、ひび割れの位置などの測定にも適用可能である。

ここでは、事例の多い硬化コンクリートの気泡組織の測定例を示す。画像解析装置は、試料表面の濃淡を選別計測するものであるため、対象物に対して明確な濃淡の対比を与えることが必要である。気泡組織の測定フローは図 2.13 に示すとおりであり、試料表面を ASTM C-457 に準じて研磨したのち、水洗などにより気泡部に詰まったゴミを除去、乾燥させて水性の黒色スタンプ液で着色する。次に気泡部に酸化亜鉛を混合したパラフィンを充填し、充填材が冷却、固化したのち試料表面の上削りを行い気泡部とそれ以外の部分との間に白黒の濃淡が生じるようにする。測定領域は基本的には ASTM C-457 に規定されている最小トラバース長によればよい。測定視野については、コンクリート中の骨材や気泡分布の不均一性を考慮して、1 視野の大きさ 4×4mm に対して 100 視野以上とするのがよい。

画像解析と従来から行われている修正ポイントカウント法による空気量の測定結果を図 2.14 に示す。

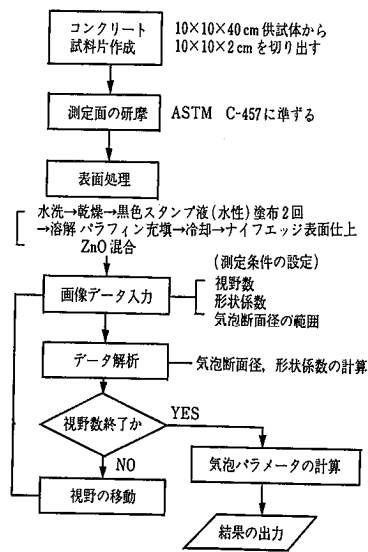


図 2.13 気泡パラメーター測定のプロフローチャート<sup>4)</sup>

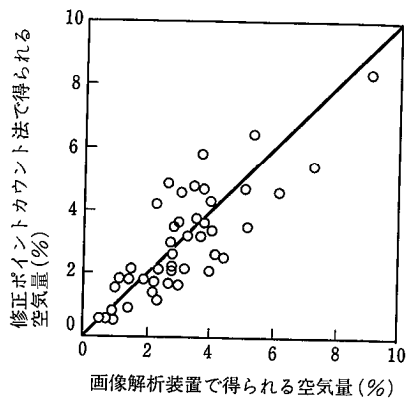


図 2.14 画像解析装置と修正ポイントカウント法の空気量との関係<sup>5)</sup>

参考資料 4.コンクリート構造物の主要な機能診断調査方法  
**コンクリート構造物 試験方法**

		整理番号 V-1-2
検査・試験方法	粉末 X 線回折	
検査・試験項目	骨材の岩種および反応性鋳物の種類	
調査内容	コンクリートの微細構造	
調査の目的		
対象施設	水和物、骨材などを問わず、その含有鋳物の定性、定量を簡単に行う一般的な方法として最も普及した測定手法である。未知試料の ASTM カードなどを用いた同定法や、結晶への他成分の固溶などによる格子の大きさの変化や歪みの状態の定量的扱いなど応用範囲は広い。さらには結晶構造の解析のように、単結晶についての検討から始まる高度な解析に至る手法が確立されている。	
引用文献等	社) 日本コンクリート工学協会 コンクリート診断技術 (03)	

**【原理】**

X 線は可視光線と同じ電磁波であるが、波長が短く 0.01~100 Å 程度である。それは高真空中で金属に熱電子を当て、そこから熱エネルギーとともに X 線エネルギーとして放射される。その波長はその金属に特有の波長をもった特性 X 線と、それとは関係のない連続 X 線として出るが、そのうち特性 X 線のみを調べようとする物質に当ててその物質の同定を行うのが X 線回折である。結晶に特性 X 線を照射すると、図 2.3 のようにその格子面を構成する各原子から X 線が散乱し、そのうち干渉によって強めあつたものが反射 X 線としてとくに強く放出される。そのときの入射または反射角 ( $\theta$ ) と格子面間隔 ( $d$ ) および X 線の波長 ( $\lambda$ ) とは下のようなブラッグ(Bragg)の式の関係をもつ。

$$2d \sin \theta = n\lambda$$

n:整数

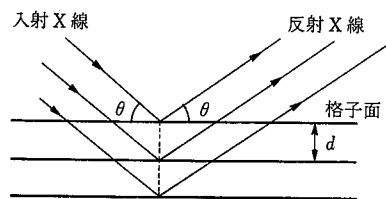


図 2.3 結晶格子面からのブラッグ反射

結晶中に存在するさまざまな格子面に対しこの回折がそれぞれ行われる。これらの回折(反射)X 線の強さは、各格子面を構成する原子の種類や面の対称性によって異なるので、これらを各回折角( $2\theta$ )に対し自動記録していくと、後述の図 2.6 のようないわゆる回折図形が得られる。なお、特性 X 線としては  $K\alpha 1$ 、 $K\alpha 2$ 、 $K\beta$  線等があるが、回折角の定量扱いには  $K\alpha 1$  線を、また生成物の定性的な同定や含有量の定量測定には  $K\alpha 1$ 、 $K\alpha 2$  を加重平均した  $K\alpha$  線を使用する。 $K\beta$  線はフィルターにより除去する。

**【機器・装置・試薬】**

装置写真 2.2 にまたその回折記録の測定系を図 2.4 に示す。X 線管球は、その発生 X 線が特定の波長をもつように、それに対応した金属を用いてつくられている。一般には銅金属によるものが最もよく使用されるが、例えば鉄やクロムなどの成分を多く含む試料とか、その他特殊な含有成分をもつ試料には、それぞれそれらに対応した対陰極金属による X 線を照射する必要がある。

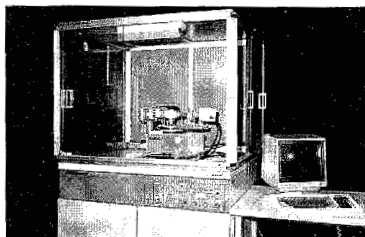


写真 2.2 X 線回折装置

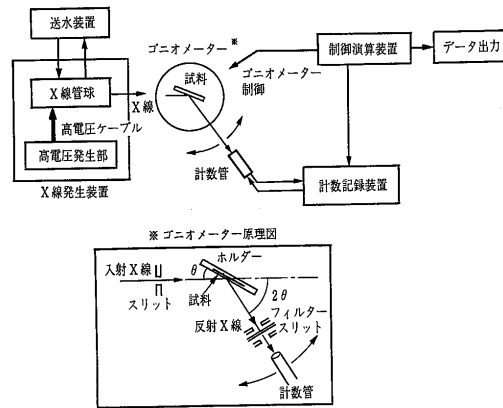


図 2.4 回折記録測定系

試料は一般には微粉碎したものをを用い、測定用ホルダーに圧縮して平板状につめる。水和物関連では、粉碎前のものを乾燥器等で強く乾燥させたり、摩擦熱を生ずるような強力な粉碎を行うことはさげなければならない。結合水の中には、たとえばアルミネート関連の水和物のように 100°C以下でも脱水するようなものもあるからである。回折記録に当たっては、データの処理、検討の目的により、走査速度(scanning speed)、発生 X 線の強さ、回折角度範囲その他の条件をそのつど設定する。とくに回折角度の精密測定をはじめ、回折パターンの重なり、 $K\alpha 1$ 、 $K\alpha 2$ の波長による重なりなどに対してはその分解能を向上させるための最適条件を設定することが必要である。

【試験方法】

試験試料から得られた回折パターンの回折角度から格子面間隔を求めるが、これは X 線波長に対応する  $2\theta$ -d 表がつけられており、それから簡単に読み取ることができる。これを回折角度のある範囲内において各パターンについて求め、同時にそれらの回折強度を定性または定量的に算出してその間の表をつくる。高度な装置では、自動的にここまでが検出表示される。この得られたデータを基準となる ASTM カードと比較することによりその試料の構成化合物の同定をすることができる。この ASTM(American Society for Testing Materials)から発行されている X 線回折のための集録カードは有機、無機、鉱物などにわたり約 3 万種類に及び、その同定の仕方も化学成分のわかっているものやそれが全く不明なものに対する検討の方法などがあり、きわめて有効な手法となっている。参考に ASTM カードの一例を図 2.5 に示す。

カードの右側は回折角から求められた格子面間隔  $d$ (Å)とその回折強度  $I/I_1$ (最強回折パターンのそれを 100 とする)、およびその各回折を行った結晶の格子面を表すミラー指数(Miller index)hkl が示され、また左側は回折強度の大きい四つの回折線の  $d$  と  $I/I_1$  値、その下段は順に X 線回折の条件、測定者、この鉱物のその他の結晶学的データ、主な物理的性質、引用文献、著者などが示されている。セメント、コンクリート関連の用途としては、次のような一、二の例をあげることができる。すなわち、セメントのクリンカー鉱物の検討では、焼成製造されたものに最適な水硬性をもつ結晶または多形が、どのように生成されているか、またそれらがどのような割合でできているかなどを調べることができる。また石こうをクリンカーに混合して粉碎する場合のように、結晶性の他の原料を調合するときのその割合や、さらにはやや正確さは劣るもののセメントに含まれる石こうの結晶形態なども X 線回折から求めることができる。一方、骨材についての検討では、その含有岩石やそれを構成する鉱物について、定性、定量的に広く測定分析することができ、その品質判定には、偏光顕微鏡による検討とともに最も重要でかつ手軽な手法と考えてよい。とくにアルカリ骨材反応による劣化が目立ち始めた頃を契機としてこれによる情報が注目されるようになってきた。ただし全般的に非晶質または低結晶性物質の混合量の判定などには難点があるので、他の方法により検討する必要がある。

【結果の整理方法】

回折例を図 2.6 に示す。これらの図からもわかるように、複数の鉱物や化合物が混在するときのその定量法は、たとえば定量の基準となる他の物質を一定量混合したものの回折記録を行い、それらの相対強度比から求めていく方法や、生成物どうしの回折強度比の比較から求める方法など、目的により種々の方法がある。

20-1

d	2.93	2.67	3.09	6.87	(Fe <sub>0.86</sub> Ca <sub>0.14</sub> )SiO <sub>3</sub>	★
I/I <sub>1</sub>	100	60	45	20	Iron Calcium Silicate	Pyroxferroite
FeKa	1.9373					
Rad. CrKa	λ 2.2909	Filter Mn,V	Dia. 114.6mm			
I/I <sub>1</sub>	Microdensitometer, Visual and Calibrated strips				d Å	I/I <sub>1</sub>
Ref. J.V. Smith, University of Chicago on behalf of five groups of investigators.				6.87	20	010
				6.55	25	100
				5.56	5?	011
				4.93	5?	112
				4.68	40	110
Sys. Triclinic		S.G. P1 (1) or P1 (2)		4.20	15	111
a <sub>0</sub> 6.62	b <sub>0</sub> 7.54	c <sub>0</sub> 17.35	A 0.8780 C 2.3011	3.76	8	022
α 114.4°	β 82.7°	γ 94.5°	Z 14 Dx 3.82	3.68	6	021
Ref. Ibid.				3.53	8	013
				3.44	15	020
εα 1.753	nωβ 1.755	εγ 1.766	Sign +	3.32	10	123
2V 35°	D 3.8	mp	Color Yellow	3.28	12	200,201
Ref. Ibid.				3.19	5	113
				3.14	15	202,201
From Apollo 11 mission to Tranquillity Base, Moon. Iron analog of pyroxmangite. Indexed using single crystal data. Averaged data from five groups of investigators. See Geochim. Cosmochim. Acta for special issue on Moon, about April 1970; this lists all investigators. See following card				3.09	45	021,211+
				2.973	20	213
				2.934	100	014,210
				2.838	10	211,124
				2.805	8	211,121
						d Å
						I/I <sub>1</sub>
						hkl
						d Å
						I/I <sub>1</sub>
						hkl
						026
						114
						222
						035
						032
						214
						132
						216
						133,030
						036
						8
						226,224
						024
						206,312
						303,124
						232,136
						032
						322
						207
						215+

図 2.5 ASTM カードの一例：月の石

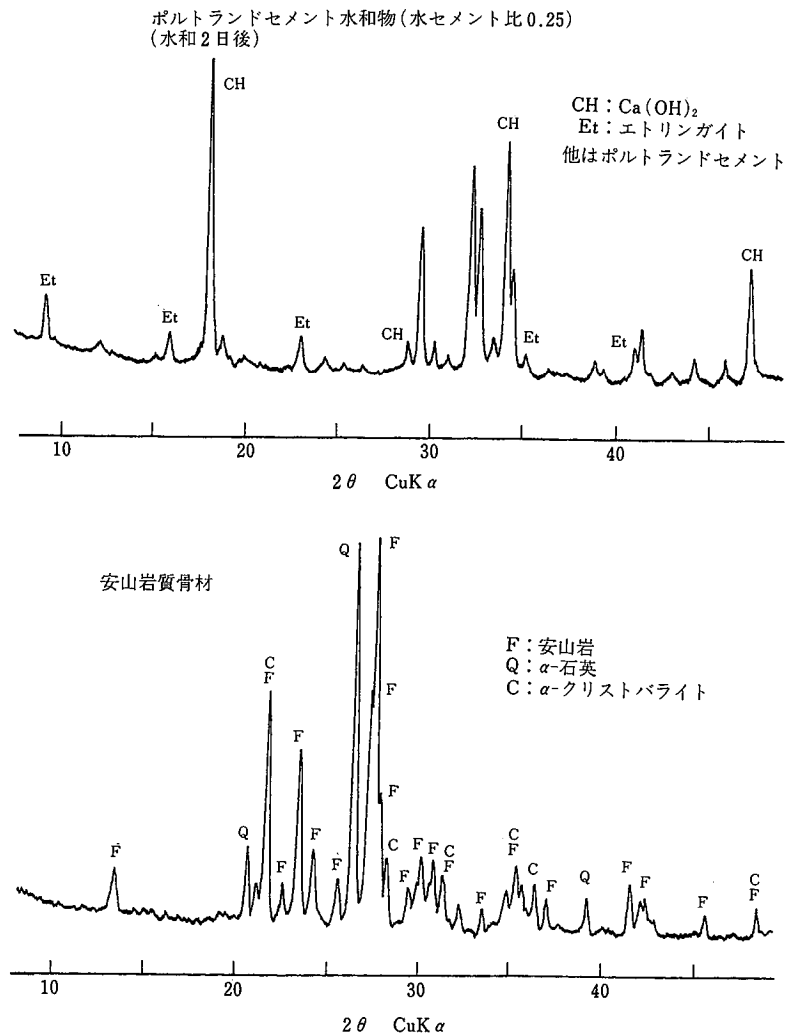


図 2.6 セメント水和物, 安山岩質骨材の粉末 X 線回折図

コンクリート構造物 試験方法

		整理番号 V-1-3
検査・試験方法	赤外線吸収スペクトル分析	
検査・試験項目	骨材の岩種および反応性鉱物の種類	
調査内容	コンクリートの微細構造	
調査の目的	各種結晶における原子団の存在や、構成原子間の相互の結合状態を確認検討するためのものである。セメント水和物の水酸イオンの存在や、また C-S-H 系水和物結晶中の SiO <sub>4</sub> の構造上の状態の確認や、さらには配位結合の強さの比較などいずれも学術的検討を目的とする場合が多い。	
対象施設	この分析法は、各種結晶における原子団の存在や、構成原子間の相互の結合状態を確認検討するためのものである。セメント水和物の水酸イオンの存在や、また C-S-H 系水和物結晶中の SiO <sub>4</sub> の構造上の状態の確認や、さらには配位結合の強さの比較などいずれも学術的検討を目的とする場合が多い。	
引用文献等	社) 日本コンクリート工学協会 コンクリート診断技術 (03)	

【原理】

赤外線(infra-red ray)は可視光線よりも長波長の電磁波であるが、分子がそれを吸収すると、その構成原子間の振動(vibration)と回転(rotation)のエネルギーに変わることが分子構造論から明らかにされている。赤外線はおよそ 0.8~200 μm の波長をもっているが、分子の振動エネルギーに変換できる波長は大体 2~20 μm 前後である。炭素原子および水素原子がそれぞれ図 2.7 のように互いに伸縮しやすいバネで結合され、酸素原子と水素原子は定常状態においてバネにより伸び縮みの振動(伸縮振動, stretching vibration)を繰り返しているとする。これに赤外線が放射されると、その振動波長に等しい波長の赤外線からエネルギーを吸収してこの伸縮振動が活発になる。また炭素原子と酸素原子の伸縮振動エネルギーは、炭素質量が大きいため、先のエネルギーよりもはるかに少ない。振動エネルギーにはこのような伸縮によるエネルギーのみでなく、図中の矢印のような C-O-H の単一平面内での変角振動(面内変角 deformation of in-plane)と平面外での変角振動(面外変角 deformation of out-of-plane)がある。このように赤外振動には、結合している原子やその結合様式などによって異なったエネルギーをもつため、単色化した赤外線の波長を順次変えつつ試料に放射すると、そのエネルギーに対応する赤外線を吸収する。したがって、その吸光度または透過率を測定すれば、吸光スペクトルが得られる。

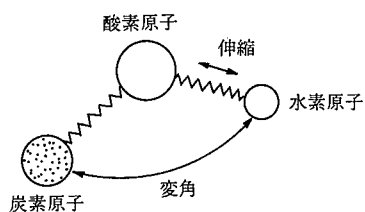


図 2.7 酸素-水素-炭素原子間の振動モデル

【機器・装置・試薬】

①装置

分光光度計には単光束赤外分光器と、複光束赤外分光器と2種類の構造をもつものがあるが、ここでは後者につき説明する。写真 2.3 に装置を、また図 2.8 に原理図を示す。図のように赤外線光源を入射スリットに集める光源部分、入射スリットを通った赤外線を分光して単色光を出射スリットからとり出すモノクロメーター、出射スリットから出た単色光を検出器に集める検知器、これを増幅して記録計に伝達する記録計の各部分より構成される。

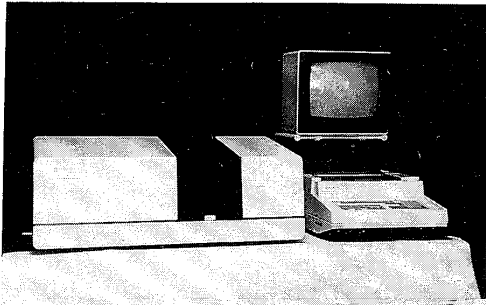


写真 2.3 赤外線分光器 (double beam)

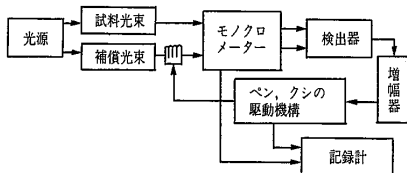


図 2.8 複光束型赤外分光光度計の原理図

いま、試料によってある波長の光が吸収されたとする。試料中を通過した赤外光は補償側光束よりも弱くなって検出器に到達する。検出器からは電気的な信号として減少した光を補うように補償光路中におかれたクシ(comb)が働き、面光束のバランスをとる。クシの移動にペン駆動を連動させれば、試料中で吸収された赤外線が検出できる。

②試料調製

気体、液体、固体に対しそれぞれ調製法がある。本項では、固体または溶液試料についての方法、特に KBr 錠剤法、ペースト法、および溶液法について述べる。粉末試料は X 線回折の場合と同様の方法でつくるが、水和物のように結合水をもったものでは、結晶の構成要素である水分子による吸収も調べる必要があり、ゆえに前処理の乾燥、粉碎には注意を要する。

【試験方法】

① KBr 錠剤法：KBr 粉末を溶媒のようにして測定する。

試料 1mg 程度とその 100~1000 倍の KBr 粉末(200mesh 以下)を混合して微粉碎し、数 mmHg の真空中で 10000~30000 lb/inch<sup>2</sup> の圧力で圧搾し錠剤として測定する。真空にするのは空気が残っているとこれが吸蔵されてこわれやすくなり、また光が散乱してバックグラウンドが大きくなるためである。全波長域にわたり試料の吸収のみが得られるし、すべての試料に使用できる利点があるが、錠剤作成装置が必要であり、作成に手間がかかる欠点がある。

② ペースト法：溶媒に溶解できない試料に対して行う。

ペースト状に固体試料を練るための液体物質は、普通流動パラフィンを用いる。ほとんどすべての試料に用いられ、調製も簡単であるが調製条件の差で吸収帯の強度が変化する。

③ 溶液法：秤量試料を溶媒に溶解し、液体用のセルに注射器で注入してつくる。この方法は調製が容易であり、また吸収波形がシャープで分解能も向上し、定量扱いができるという利点があるが、一方水が溶媒として使えないこと(赤外線吸収力が強い)や、溶媒の選択が困難であるなどの欠点もある。

【結果の整理方法】

① Calcite, Aragonite の吸収

Calcite, Aragonite はいずれも  $\text{CaCO}_3$  としての同一組成をもつが、に赤外吸収は異なる。これは Calcite は六方晶系、Aragonite は斜方晶系に属し、両者における炭酸イオンの周囲の結晶場が異なるために起こる。なお、炭酸カルシウムの他の形態をも含めた炭酸イオンの吸収帯を表 2.3 に示す。

表 2.3  $\text{CaCO}_3$  における  $\text{CO}_3^{2-}$  吸収帯 ( $\text{cm}^{-1}$ )

	$\nu_1$	$\nu_2$	$\nu_4$
石灰石 Calcite	1 084 (微)	874	713
バテライト Vaterite	1 070	{ 879 859	{ 745 713
アラゴナイト Aragonite	1 080	{ 857 842	713, 698

② ケイ酸塩の分子構造とケイ酸イオンの赤外吸収

ケイ酸塩鉱物には、ケイ酸イオンのいろいろな連結形態をもつものがある。すなわち独立四面体  $\text{SiO}_4^{4-}$  のものから環状さらに一次元連結から二次元連結までであるが、セメント関連では独立四面体、またケイ酸カルシウム系水和化合物では一次元連結のものが主となる。それらの結晶中における  $\text{Si-O}$  の結合の形態はそれぞれ異なるうえに、その周囲に配位する陽イオン(アルカリやアルカリ土類)の種類、数配位位置により赤外吸収パターンも異なってくる。一例として  $\alpha$ -、d-  $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$  とケイ酸ゲルおよび C-S-H 系水和物の液相合成物のパターンを図 2.10 に示す。 $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$  の  $900\text{cm}^{-1}$  と  $500\text{cm}^{-1}$  付近の吸収は、それぞれ  $\text{SiO}_4$  四面体の非対称伸縮振動と面外変角振動に帰属されることがわかっている。とくに  $900\text{cm}^{-1}$  の吸収パターンの相違は、非対称伸縮振動によりそれらの対称性が変化するためであると考えられる。ケイ酸カルシウム水和物 C-S-H は、経年変化とくに炭酸化などの外的作用により炭酸カルシウムとケイ酸ゲルに分解していく。その過程の追求のために、標準的な C-S-H、ケイ酸ゲルとの比較によりその分解の過程がわかる。

図の Ca/Si 比 0.9 以上の C-S-H の  $\text{SiO}_4$  の伸縮振動は Ca/Si 比に関係なく  $980\text{cm}^{-1}$  に確認されるが、ケイ酸ゲルの吸収は  $1080\text{cm}^{-1}$  にみられ、その間の区別がつく。C-S-H では基本的に  $\text{SiO}_4$  は単鎖状構造をもち、 $\text{SiO}_4$  が同じような状態にあるため、この吸収は比較的シャープに表れるのに比べ、ケイ酸ゲルでは三次元の非晶質構造であるため種々の状態の  $\text{SiO}_4$  四面体が存在し、スペクトルも高波長側に肩をもつ二つ以上の吸収が重なった形が予想される。一方変角振動による  $470\text{cm}^{-1}$  の吸収は C-S-H では分離がみられるのに対し、ケイ酸ゲルでは分離しない吸収へと変化している。

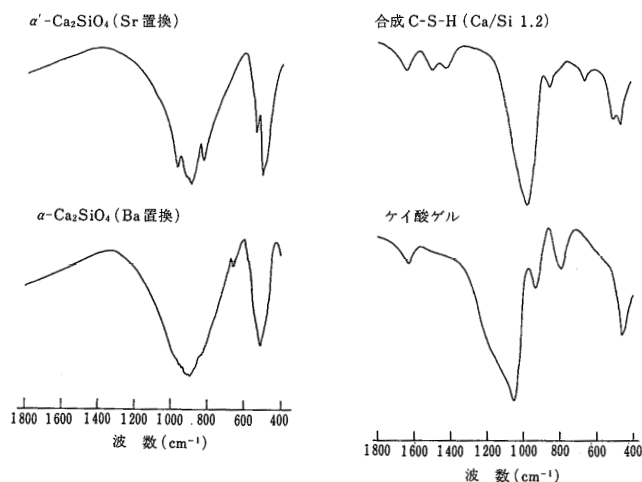


図 2.10 セメント鉱物、セメント水和物の赤外吸収スペクトル

コンクリート構造物 試験方法

		整理番号 V-1-4
検査・試験方法	走査電子顕微鏡 (SEM)	
検査・試験項目	骨材の岩種および反応性鉱物の種類	
調査内容	コンクリートの微細構造	
調査の目的		
対象施設	走査電子顕微鏡では、無機物、有機物を問わず、ほとんどの観察が可能である。硬化コンクリートに関して適用する場合、倍率を選定することによって様々な解析ができる。低倍率では空隙の形態・分布状況やアルカリシリカゲルの存在状態など、高倍率では骨材とセメントペーストの界面の状態やセメント硬化体の結晶の生成状態などと利用範囲が広い。	
引用文献等	社) 日本コンクリート工学協会 コンクリート診断技術 (03)	

【原理】

図 3.8.2-1 は、電子ビームがサンプルに照射された時に放出される主な情報をとりまとめたものである。

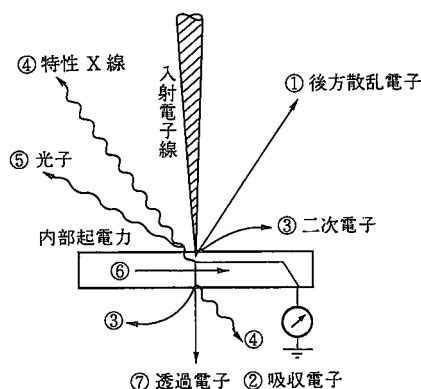


図 3.8.2-1 電子線照射時に放出される電子情報

これらのうち、二次電子、後方散乱電子(反射電子)を検出することによって SEM 画像が得られる。

まず、サンプルの直上に装備された電子銃から、加速電圧 10~20kV でサンプルに電子ビームが照射される。この際電子銃から試料部までの装置内部は脱気され、真空中に保たれており、電子ビームが空気に妨げられることなく効率的にサンプルに到達する。サンプルから跳ね返った二次電子、反射電子は、検出器でその量が計測され、電気信号に変換されて、CRT 上で映像化される。検出器に到達する二次電子の量は分析サンプル表面の凹凸に敏感に影響され、検出器方向に露出している部分では多く、陰になっている部分では少なくなる。CRT 上では、この量の大小がそのまま陰影となって表示される。したがって、SEM 二次電子像(SE 像)は分析サンプルの表面形態を捉えた像である。

一方、反射電子は、存在する元素によって強度が変化し、原子番号が大きくなるに従って増加する。反射電子像(BSE 像)では、この性質を利用して、分析面のまかな物質の分布状態を見ることができる。この両者の像を見比べながら、解析を行うことになる。

また、電子顕微鏡には、別途、X線分析装置(通常、エネルギー分光器(EDS))を取り付けることができ、ビーム照射部分の元素の組成分析ができる。この EDS は、X線情報を一括して検出した後に、エネルギーの大きさに応じて電氣的に各元素情報を分離する分光器である。比較的簡便に、かつ短時間に分析ができる反面、検出限界が後に示す EPMA の 1/100 であり、まかな分析や組成百分率のはっきりしているサンプルにおいて、効力を発揮する。

走査電子顕微鏡の能力によって分解能が異なり、分解能の低い走査電子顕微鏡では、当然、拡大倍率に限界が生じる。水を含んでいるサンプルを分析する場合、その程度にもよるが、装置に悪影響を与えると同時に、脱気に時間を要し、サンプルの形態も変化する。このようなサンプルを分析する場合には、低真空型の SEM を

用いたり、試料を凍結させて分析することになる。分析時には、高電圧の電子線が試料に照射されるため、試料がダメージを受ける。その結果、形態が変化するため、低倍率から分析を行う、有機物質を分析する場合は、1回の分析で照射部分が焦げつくなどの現象も観察されている。また、高倍率で結晶状態等を見ることになるので、物質の特定については専門技術者の判断を仰ぎ、解析を誤らないようにすることが望ましい。

【機器・装置・試薬】

電子顕微鏡用のサンプルについては、採取時や調整時に、特に用いる機器類はない。小豆大のサンプルがあれば分析できる。適宜、カッターやハンマー・たがねなどを用いてサンプルを採取する。分析を行う前処理として、必ず必要になる機器が金属蒸着装置である(写真3.8.2-1)。硬化コンクリートは絶縁体であるため、電子ビームを照射した場合、サンプルに電気が帯電して、コンクリートの配(調)合・微細構造・化学チャージアップという現象が起こり、分析が不可能となる。このために、サンプル表面に薄膜の金属を蒸着し、試料台と導通させて電気を逃がしてやる必要がある。金属としては、炭素、金などが一般的である。電子顕微鏡には、電子銃の種類によって、タングステンフィラメントを使用した汎用型(写真3.8.2-2)、特殊加工タングステンチップを用いて高分解能が得られるように改良した電解放射型(FE-SEM)がある。また、別途、装置内の真空度を高めずに分析のできる(真空による試料ダメージの少ない)低真空型がある。

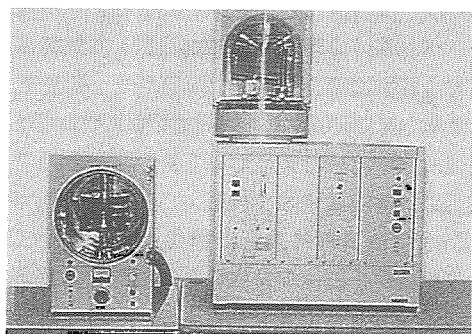


写真 3.8.2-1 金属蒸着装置

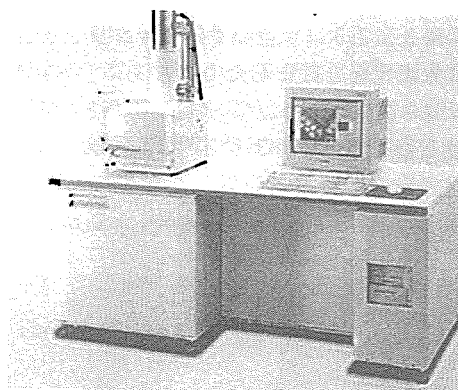


写真 3.8.2-2 電子顕微鏡 (汎用型)

【試験方法】

調査フローを図3.8.2-2に示す。まず、硬化コンクリートから分析用サンプルを採取する。走査電子顕微鏡は、表面の拡大観察を行う機器であり、観察対象物質が表面に現われていることが前提条件である。また、組織構造や結晶構造を観察するのが主な目的であるので、破面のままでよい。サンプルに水や揮発物質が含まれている場合には、デシケータ等で乾燥しておく。次に、金属蒸着装置を用いて観察面に金属を蒸着する。金属蒸着の目的は前に述べたとおりである。金属蒸着が終了したサンプルは、試料台に分析面が上になるように両面テープあるいは瞬間接着剤で固定し、試料台と蒸着金属を導電テープ等で導通させ、走査電子顕微鏡内部に装填する。顕微鏡観察については、機種・メーカーによってやり方が異なるので、ここでは詳細は述べない。CRTで観察の終了した画像は、通常、試料の分析条件を画像内に表示して、備え付けのポラロイドカメラで撮影する。

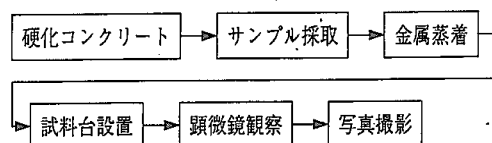


図 3.8.2-2 調査フロー

【結果の整理方法】

- ①<sub>Γ</sub> アルカリシリカゲルの分析結果写真3.8.2-3は、空隙中のアルカリシリカゲルの生成状態を撮影したものである(×40)。分析時の脱気により乾燥して、ひび割れが入っている。一方、写真3.8.2-4は、写真3.8.2-3の□部分を拡大して分析したものである(×5000)。粒状で非晶質のアルカリシリカゲルが存在しており、

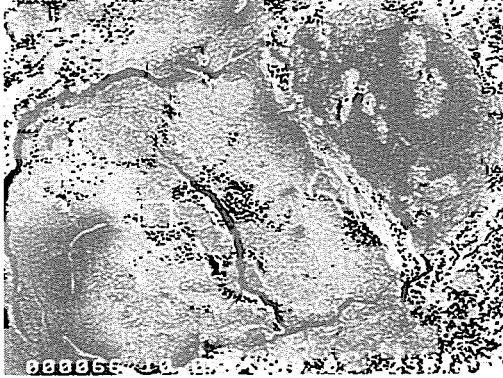


写真 3.8.2-3 空隙内のアルカリシリカゲル

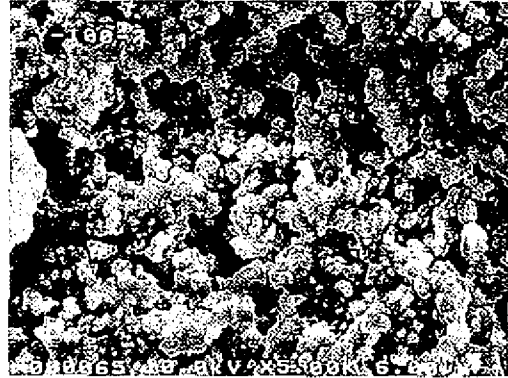


写真 3.8.2-4 写真 3.8.2-3 の□部分の拡大像

X線による組成分析から、アルカリシリカゲルであることが確認されている。エトリンタイトの分析結果写真3.8.2-5は、コンクリートの炭酸化によって、炭酸化のフロントにイオンが濃縮した部分のSEM像である(×1500)。この像の中で、全域にわたって存在する針状の結晶物がエトリンタイトである。

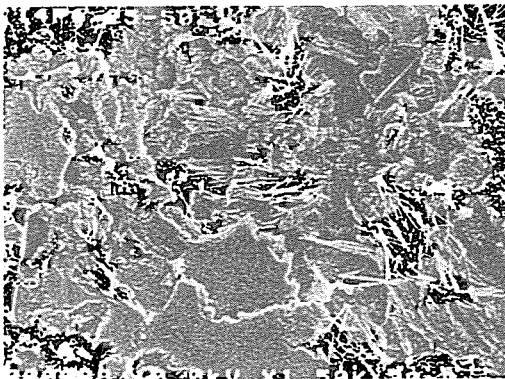


写真 3.8.2-5 炭酸化フロントに生成したエトリンタイト

このエトリンタイトは、移動濃縮で過飽和になった硫酸イオンがモノサルフェートと反応して、後から生成されたものと考えられている。

参考資料 4.コンクリート構造物の主要な機能診断調査方法  
コンクリート構造物 試験方法

		整理番号
検査・試験方法	電子線マイクロアナライザー (EPMA)	VI-1-1
検査・試験項目		
調査内容	コンクリートの化学成分	
調査の目的		
対象施設	<p>EPMAでは、固体物質であれば、無機物、有機物を問わず、ほとんどの分析が可能である。その特長は、X線分析装置の分解能が高く ppm オーダーの元素分析ができると同時に、広域マッピング機能を利用してマクロな面分析ができることにあり、硬化コンクリートの場合、微量の腐食物質の侵入状況分析等に活用されている。その用途は、炭酸化の進行状況、塩化物イオンの侵入状況、下水道劣化の進行状況解析など多岐にわたっており、最近では、補修材料の効果確認、防食材料の耐久性評価等にも活用されている。</p>	
引用文献等	社) 日本コンクリート工学協会 コンクリート診断技術 (03)	
	<p><b>【原理】</b></p> <p>電子線の照射装置はV-1-4「SEM」と同様である。EPMAは、図3.8.2-1で示した電子ビームがサンプルに照射されたときに放出される表面情報のうち、元素に特有の特性X線を検出する装置の代表的なものである。この特性X線は元素によって波長が異なるために、各元素の存在の有無を特定できると同時に、その強度から、存在量を調べることができる。跳ね返ったX線は、そこに存在しているすべての元素情報が混在しているため、EPMAでは、各元素の特性X線が分光器(結晶)に当たって回折分離できる性質を利用して、選り分けて分析する。この種の分光器を波長分散型分光器(WDS)と呼ぶ。このほかに、SEMにオプションとして装備できるエネルギー分散型分光器(EDS)があるが、これは源情報を一括して検出した後に、エネルギーの大きさに応じて電氣的に各元素情報を分離する分光器であり、簡便に、かつ短時間に分析ができる反面、検出限界がEPMAの1/100であり、コンクリート表面から侵入した微量成分を詳細分析しようとする場合には、EPMAが適している。</p> <p>EPMAの主な機能は、定性分析、定量分析、マッピングなどである。定性分析は、電子ビームが照射されたミクロな領域の元素の存在比率を分析するもので、全元素をスキャンするためには、通常、適用波長領域の異なる分光器が4台必要となる。定量分析は、一般的には、濃度の分かっている標準サンプルで検量線を作成しておき、測定サンプル中の微量領域の元素含有量を調べる。EPMAの機能のうち、コンクリート関連で最も活用頻度が高いのがマッピングである。最近では、20×20cmのサンプルの分析が可能な機種が市場に出回って、コンクリートの分析に利用されている。このような大面積の分析を行う際は、電子ビームがサンプル上を移動する方法では、分析ができないために、ビームを固定し、サンプルを相対的に動かす方法が採用されている。分析結果は、サンプルの微妙な上下動によって敏感に影響を受けるため、サンプル移動の際、上下動しないための配慮がなされている。</p> <p>マッピングでは、1分光器につき1元素の分析しかできないので、通常は複数の分光器を装備し、1回のマッピングで同時に数元素の分析を行う。ただし、同じ分光器を用いる必要のある元素が2種以上ある場合、同時に分析できない組合せがあり、同じ面のマッピングを複数回行うことになる。マッピング像では、通常、元素の量(跳ね返ってきた特性X線量)の大小に応じた色表示がなされる。色表示の尺度は、マッピング像の横のカラーバーで示され、機種によって、白色で量が多く、青色が少なく、その中間の量は、赤、黄、緑で表示されるものなどがある。</p> <p>面分析では、試料の大小に関わらず、便宜上、試料を縦512×横512等に分割して分析し、それぞれの分析結果をとりまとめて一つの絵として表示する。したがって、ステージを移動しては止め、分析をして、またステージが移動することを繰り返し、都合26万2144回の分析を行っていることになる。以上のように、EPMAは、あくまでX線分析を主眼に置いた装置であるが、SEMとしての機能をもっているため、汎用SEM程度の表面観察が可能である。</p> <p>EPMAの面分析結果は、微量元素の存在状態をマクロなマッピング像として連続的に捉えることに大きな特長がある。定量という観点からいえば、マッピング分析とは別に定量分析を別途、行う必要がある。湿式分析も含め、定量分析は、精度が高い反面、不連続点の分析であり、両者を必要に応じて使い分けることが望ましい。面分析の判定で注意を要する点は、サンプルの凹凸、研磨面の不均一、サンプルの設置不良などが、すべてマッピング結果に影響し、正しい分布状況と異なる表示が現われる場合があるということであり、マッピング像の解釈には、多少の経験と技術が、必要である。</p>	

**【機器・装置・試薬】**

EPMA分析を行うにあたって、マッピング分析を行うか否かでサンプルの前処理方法が大きく異なる。電子顕微鏡としてEPMAを用いる場合は、V-1-4「SEM」で示されている程度のサンプル調整でよいが、マッピング分析を行う場合には、必須な機器類がある。

以下に、マッピング分析の工程上、必要な機器・装置類を列挙する。

- ・精密カッター
- ・潤滑油
- ・自動研磨装置(写真3.8.3-1)
- ・耐水ペーパー#250～#1500までの段階的な粗さのもの
- ・研磨粉(アルミナ粉など)
- ・超音波洗浄機
- ・真空デシケータ
- ・金属蒸着装置(V-1-4 写真3.8.2-1)
- ・EPMA(写真3.8.3-2)

これら各々の、使用目的と使用上の注意点については、次の試験方法のところ述べる。

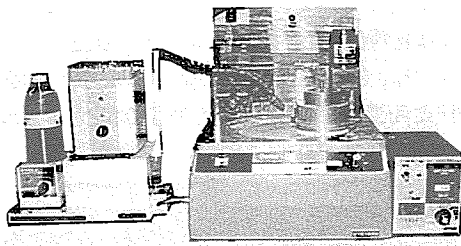


写真 3.8.3-1 自動研磨装置

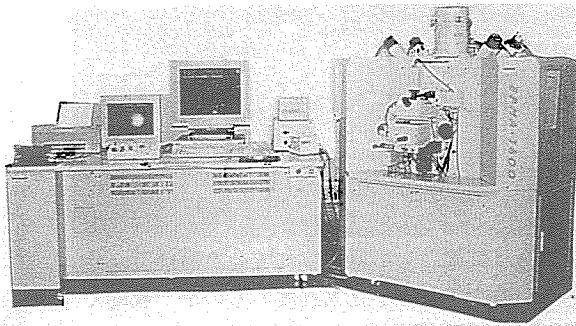


写真 3.8.3-2 電子線マイクロアナライザー (EPMA)

【試験方法】

図3.8.3-1に、マッピング分析の際の調査フローを示す。

まず、採取した硬化コンクリートから分析用試料を切り出す。EPMA面分析の場合、分析面の凹凸が分析結果に大きく影響を及ぼす。

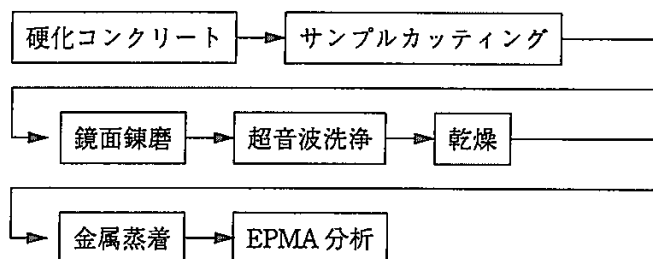


図 3.8.3-1 調査フロー

したがって、サンプル調整作業を通じて、分析面の平坦性には、十分注意を払う必要がある。カット作業においても、精密なカッターを用いて可能な限り平坦にカットする。これによって、次に行う研磨作業をより効率的に行うことができる。硬化コンクリート、とりわけ骨材は非常に硬いため、カット時の凹凸が大きいと、研磨作業に膨大な時間がかかると同時に、面の中央部分に比して外周部分が多く削れる現象が起きやすい。研磨作業は、#250～#1500まで、順次、ヤスリ目を細かくしていき、最終的にアルミナ粉等で仕上げを行って、鏡面になるまで行う。以上、サンプルカットから研磨までの一連の工程で、潤滑剤として水を使用することは厳禁である。これは、可溶性の微量元素が溶脱する可能性があるためである。研磨が終了したら、超音波洗浄機を用いて、アセトンにより、潤滑剤ならびに擦り込まれた研磨材を洗浄し、真空デシケータで乾燥保管する。

乾燥終了後のサンプルは、分析前に金属蒸着を行い、分析に供する。金属蒸着の目的は、SEMと同様であり、帯電によるチャージアップ現象を防止するために行う。次に、分析サンプルを試料台に電子線ができるだけ鉛直に当たるよう配慮して設置し、試料台と蒸着金属を導電テープ等で導通した後、EPMA内部に装填する。更に、分析開始前に、機械に常備されているあおり補正機能を使って、画出しを行う。コンクリートの場合の測定時加速電圧は、10～20kVで行うのが一般的である。サンプル電流は、試料台の移動スピードと目的元素の存在量に応じて、適宜選定する。0.1～0.5 $\mu$ Aの間で分析するのが一般的である。

【結果の整理方法】

塩害地域の塩化物の浸透状況写真3.8.3-3は、塩害地域の道路橋桁から採取したコア中の塩化物の分布状態を分析したものである(写真の上がコンクリート表面)。この写真より、表面に近い部分では塩化物が多く、内部にいくに従って、その濃度が徐々に減少していることが分かる。

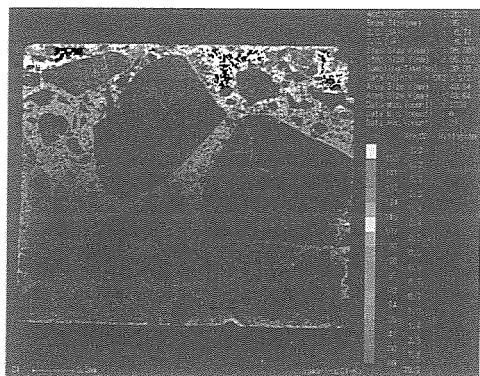


写真 3.8.3-3 塩害地域の道路橋桁から採取したコアの塩化物分布状況

炭酸化による物質移動写真3.8.3-4～写真3.8.3-6は、山間部に立地する道路橋床版下面から採取したコアの炭素、塩化物、イオウの分布状況を分析したものである(写真の上がコンクリート表面)。写真3.8.3-4の炭素の分析結果から、中性化が10mm程度進行していることが分かっている。

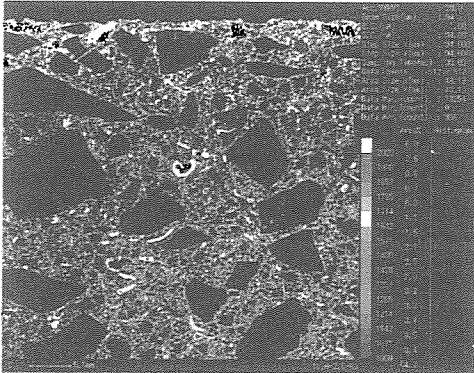


写真 3.8.3-4 山間部に立地する道路橋床版から採取したコアの炭素の分布状況

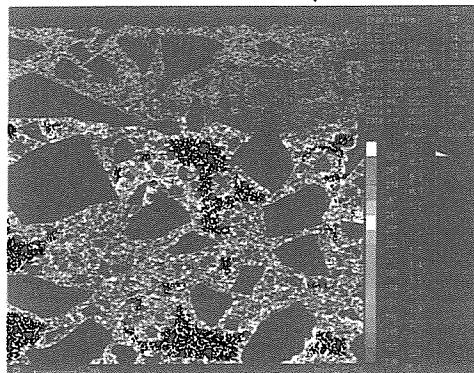


写真 3.8.3-5 写真 3.8.3-4 と同一面の塩化物の分布状況

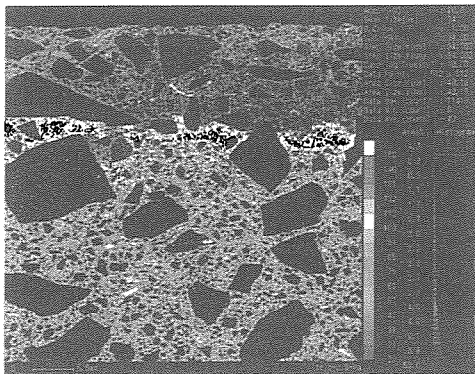


写真 3.8.3-6 写真 3.8.3-4 と同一面のイオウの分布状況

また、写真3.8.3-5と写真3.8.3-6の分析結果から、中性化の影響で未中性化領域のフロントに塩化物とイオウの濃縮現象が起こっていることも分かる。炭素の分析結果で白く表示されている中央付近の異様な形の物質は貝殻であり、この構造物が、海砂を使用して建造されていることは明らかである。

コンクリート構造物 試験方法

		整理番号 VII-1-1
検査・試験方法	サーモグラフィー	
検査・試験項目	赤外線法	
調査内容	ひび割れ・剥離・空洞	
調査の目的		
対象施設	<p>赤外線装置は、一言でいえば、物体の表面温度分布を映像として記録できる温度計であるといえるが、構造物の非破壊検査の分野は、非接触で高速に大面積の測定ができるという長所が活かせるため、注目されている分野であり、現在、主に下記の用途に利用されている。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>① 壁仕上げ材の浮き(剥離)調査</li> <li>② 吹付けのり面の老朽化調査</li> <li>③ 橋梁床版のコンクリート浮き(剥離)調査</li> <li>④ トンネル覆エコンクリートの浮き(剥離)調査</li> <li>⑤ 連続繊維補強材の施工不良調査</li> <li>⑥ 各種構造物の漏水調査</li> <li>⑦ 住宅の断熱性能の評価</li> </ul>	
引用文献等	社) 日本コンクリート工学協会 コンクリート診断技術 (03)	

【原理】

絶対零度以上のすべての物体は、その表面から赤外線を放射している。この赤外線の量および波長は、物体の表面温度および放射率によって決まることから、赤外線センサを用いて物体の放射する赤外線を測定することで表面温度を知ることかできる。赤外線映像装置は赤外線センサを用いて物体表面を二次元的に走査し、表面温度分布を映像化する装置で、得られた熱画像をサーモグラフィーと呼んでいる。サーモグラフィー法による欠陥検出の原理図を図3.6.1-1に示す。同図から分かるように、サーモグラフィー法は、内部に生じた空隙が断熱層となり、日射や気温変化に起因して生じる表面温度の日変動の中で、図3.6.1-2に示すように欠陥部と健全部との間に表面温度差が生じる時間帯があることを利用して、内部欠陥を検知する手法である。ただし近年は構造物を人工的に加熱して強制的に欠陥部と健全部間の温度差を生じさせる手法も実用化されている。

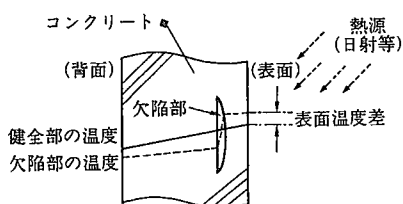


図 3.6.1-1 欠陥検出の原理図

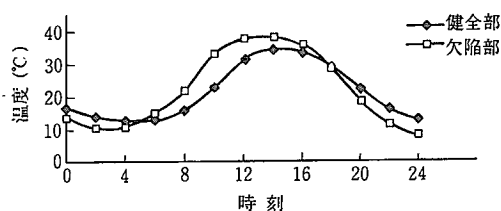


図 3.6.1-2 健全部と欠陥部の表面温度変化モデル

- ①測定精度および適用限界が気象条件に左右される(人工加熱を併用する場合を除く)。
- ②表面の光沢や汚れにより生じる温度差を欠陥と誤認することがある。
- ③窓枠や手すりなどの異種材料間の接触部あるいはベランダなどの凹凸部への適用が難しい。
- ④測定対象物の形状あるいは立地条件によっては、適切な距離あるいは角度からの測定が困難なことがある。
- ⑤検出深度は、構造物表面から5cm程度が限界である(検出対象欠陥の大きさによる)。
- ⑥欠陥の深さや空隙の厚さの推定は難しい。

【機器・装置・試薬】

赤外線映像装置は、光学系に走査機構を付加して二次元の温度パターンを得ることができるもので、最も基本的なものは図 3. 6. 1-3 に示すような、走査機構に鏡 2 枚(回転鏡と往復鏡の組合せ)を用いる機械式走査機構を用いている。しかしながらこのような方式では、画面の形成に時間がかかるため、最近では、可視ビデオカメラと同様に、二次元センサを使用するものが普及しつつある。また、従来の検出素子は、液体窒素やアルゴンガスで素子を冷却する必要があったが、現在では、電子冷却タイプや無冷却タイプが一般化しつつある。赤外線装置は、日々改良が進められており、高解像度タイプやハンディタイプ等用途に応じて様々なタイプの機種が開発されている。

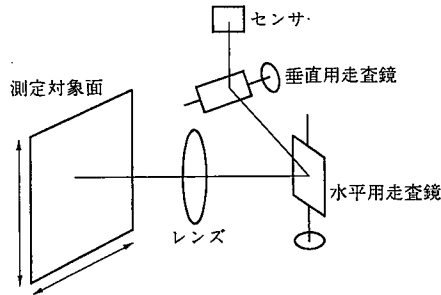


図 3. 6. 1-3 赤外線映像装置の構造 (シングルディテクタータイプの場合)

【試験方法】

サーモグラフィによる構造物診断のフローを図 3. 6. 1-4 に示す。

測定方法は、基本的に写真撮影に似ており、対象物にできるだけ正対した位置から、適切な距離をおいて測定する。写真撮影と大きく異なる点は、本法の測定精度が、測定時の気象条件に大きく左右されることであり、下記の条件が満たされなければ、精度の高い調査は期待できない(人工的加熱冷却を行う場合を除く)。

- ①晴天日に測定すること
- ②調査対象部分の日射受熱量が最大となる時間帯、あるいは最高気温、最低気温となる時間帯に測定する。

測定結果の評価方法は、対象構造物により異なる。外壁のタイル・モルタルや高架橋のコンクリート剥落事故防止のための防災点検手法としては、熱画像から検出した浮き部を図示するだけでも十分であるが、多くの場合、劣化の原因追求や補修設計の資料とするため、他の手法による調査結果を交えた総合的な評価が下される。

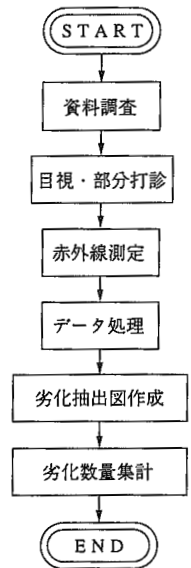
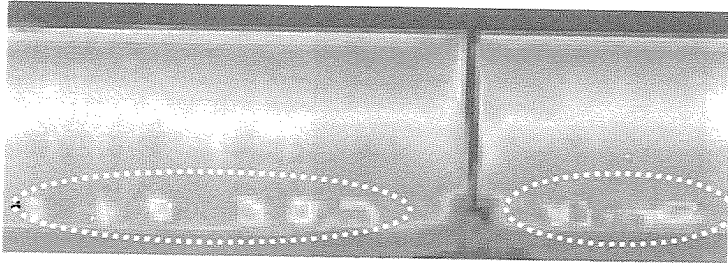


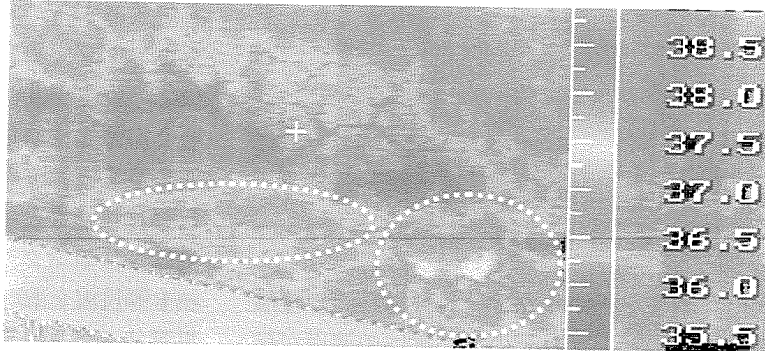
図 3. 6. 1-4 サーモグラフィによる構造物診断のフロー

【結果の整理方法】

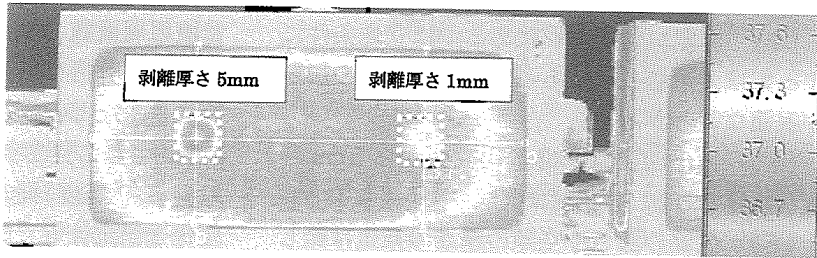
写真 3. 6. 1-1 および写真 3. 6. 1-2 は、それぞれ躯体表面部の剥離・浮きの調査事例および外壁モルタルの浮き探査事例である。いずれも暖色系で表示されている部分が変状部であり、剥離や浮き等が存在することを示している。



(地覆の剥離・浮き)



(補修箇所の浮き)



(50×50×5 mm の内部剥離を有する模擬試験体の調査例：(財)土木研究センター・コンクリートの剥落予知・防止技術研究会の試験データ)

写真 3.6.1-1 躯体表面部の剥離・浮きの調査事例



写真 3.6.1-2 モルタル浮き部の調査事例

参考資料 4.コンクリート構造物の主要な機能診断調査方法  
**コンクリート構造物 試験方法**

		整理番号 VII-2-1
検査・試験方法	超音波法	
検査・試験項目	弾性波法	
調査内容	ひび割れ・剥離・空洞	
調査の目的		
対象施設	ひび割れ、剥離、空洞(コンクリート内部および背面)を有するコンクリート構造物を対象とする。どのようなコンクリート構造物に対しても適用可能であるが、利用する周波数範囲が高いものはコンクリート中での減衰が大きいので、50kHz程度以上の高周波数を利用する場合は、部材寸法や欠陥深さが2~3m程度の範囲が限度となる。逆に数kHz程度以下の低周波数を用いる手法では伝播距離を10m以上とすることができるが、測定精度は低下し、検出可能な欠陥の寸法は大きくなる。	
引用文献等	社) 日本コンクリート工学協会 コンクリート診断技術 (03)	

**【原理】**

使用周波数が20kHz以上の超音波域と呼ばれる周波数帯を主に使用し、発振子からシリコングリスなどの接触剤を介してコンクリート中に発射された弾性波を受振子で測定する。到達時間、波形、周波数、位相などの変化を測定装置で読み取ることにより欠陥を検出する。これらはセンサの配置方法により表面法、透過法、反射法、斜角法に分類される。

加振点から発せられた弾性波は、コンクリート中を直進、反射、回折を繰り返しながら散乱、拡散していく。地震波と同じく弾性波には、縦波(P波)、横波(S波)、レーリー波等の表面波があり、同一物質内でもそれぞれ伝播速度が異なる。コンクリートにおける弾性波伝播速度は縦波が最も速く(通常コンクリートで4000~4500m/sec程度)、横波と表面波はほぼ同じ速度(2500~3000m/sec程度)である。このような、弾性波を用いてコンクリート中の欠陥を検知する方法は、基本的にはコンクリート中のひび割れ、剥離箇所、空洞などに存在する空気層との境界で弾性波のほとんどが反射してしまうことを利用している。弾性波は、物性の異なる媒質の境界面でそのエネルギーの一部が反射する性質を有している。このときの反射率は、それぞれの媒質の弾性波伝播速度および密度によって決まり、例えば、コンクリートと空気の間ではエネルギーの99.98%が反射する。図3.6.2-1は、弾性波法によるコンクリート中の欠陥の検知状況を概念的に示したものである。弾性波によって欠陥を検知する原理は、既に述べたとおり細かく分類すれば各種あるが、大まかには下記のように分類される。

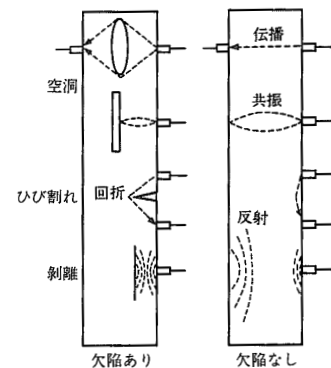


図3.6.2-1 コンクリート中の欠陥による弾性波の伝播状態の変化

○透過波や反射波、回折波の伝播時間測定による方法

図3.6.2-1の最上段あるいは3段目のように、内部に空洞がある場合やコンクリート表面に垂直にひび割れがあるような場合、発振子から発せられた弾性波は、空洞やひび割れを迂回せざるを得ず、健全な場合と比較して弾性波の到達時間が遅れることになる。したがって、伝播時間測定により弾性波の迂回が検知できれば、欠陥の検知が可能となる。

○共振周波数測定による方法

第2段目のようにコンクリート部材厚さ方向に共振が生じることがある。内部に空洞やコンクリート表面に水平なひび割れが存在する場合には、その間で共振が発生するために、共振周波数が変化する。この共振周波数の変化を捉えることができれば空洞などの存在を検知することができる。

○位相変化測定による方法

第3段目のように、コンクリート表面からひび割れが発生している場合に、ひび割れをはさんで弾性波を伝播させると、ひび割れ先端で回折が生じる。このとき回折角度90°を境に波の性質が変化し、受振点における

到達波の位相が変化する。センサの位置を変化させて、回折角度が90°となるセンサ位置を見つけることができれば、幾何学的にひび割れ深さを検知することができる。

#### ○振幅等の空間分布の測定による方法

コンクリート表面に剥離があるような場合には、剥離面での反射によって弾性波が逸散しにくい状態となっているために、その表面を打撃すると大きな振幅の波が得られる。これにより一定エネルギーでコンクリート表面を打撃してその表面振動の振幅分布を測定すれば、剥離位置を検知することができる。

弾性波の伝播速度を測定する手法では、精度は理論的には、測定機器の時間分解能、および受信波形の立ち上がり部の読取り精度に影響される。測定距離、伝播弾性波の減衰の程度によって精度は異なってくるが、弾性波速度4000m/secで読取り誤差2~3 $\mu$ secがあり得るとすれば、10mm前後の測定誤差は生じると思われる。一方、共振周波数測定においては、理論的には測定機器の周波数分解能に影響される。通常のFFT処理であれば、分解能は読取り周波数範囲の1/400~1/1600程度の周波数分解能になるので、周波数範囲を20kHzとして1/400の分解能とすれば、周波数分解能は50Hzとなる。弾性波速度4000m/secで深さ40cmの空洞を検出するとすれば5000Hzの共振周波数が得られるが、25Hzの誤差がこれに生じるとすれば $\pm$ 2mm程度の誤差となる。位相反転応答振幅に関しては理論的に誤差を論じるのは困難である。一方、実構造物への適用を考えると、上記の精度は測定条件によって大幅に低下する可能性がある。したがって、測定条件を考慮して必要に応じて削孔等を実施して確認試験を行うことが望ましい。実構造物への適用にあたって、誤差要因となる項目を以下に列挙する。

(推定精度に影響を及ぼす要因)

- ・コンクリートの品質の局部的なばらつき
- ・ひび割れ内の遊離石灰等の充填物
- ・コンクリート表面の劣化・ひび割れ深さ、空洞形状等が一樣でないこと
- ・コンクリートの含水状態
- ・コンクリート中の鉄筋や鉄骨の影響
- ・測定環境における振動や騒音等のノイズの影響

弾性波はすべての固体を伝播するので、理論的にはどのような構造物にも適用可能である。例えば、鋼板巻きによる補強を実施した柱の内部コンクリートの調査も可能である。ただし、現実的な適用限界としては、以下のような項目が考えられる。

- ①弾性波の減衰による限界周波数の高い弾性波ほどコンクリートの不均質性の影響を受け減衰が大きい。このため、超音波を用いた手法では伝播距離で2~3mが限界である。これ以上の伝播距離を必要とする測定は困難である。
- ②周波数による限界打音法では、測定周波数範囲が20kHzに限定されている。20kHzの波の半波長はおよそ10cmであり、これ以上短い共振が生じる場合には20kHz以上の波を発生、受信しなければならないので、通常のマイクロフォンでは測定不可能である。
- ③複数の欠陥が重層している場合コンクリートと空気の間ではそのエネルギーのほとんどが反射してしまうので、更にその背面に欠陥があったとしても、これを検知することはほとんど困難である。
- ④欠陥の寸法に関する限界振幅分布を測定して欠陥の有無を判断する場合、欠陥が小さいと評価不能になる。経験的には欠陥の深さと同等以下の寸法の欠陥の検出は困難である。
- ⑤欠陥の形状による限界欠陥の形状が複雑なために共振周波数が生じないようなことは多くある。このような場合には明確な卓越周波数が存在せず評価が困難になる。