

2020年8月27日

## 近未来コンクリート研究会 2020年度 第1回協議会

### 「RC構造物の診断に必要な各種分析技術」

11:45~12:45

茨木 柚季

住友大阪セメントグループ



株式会社中研コンサルタント

ISO/IEC17025適合試験所 JNLA登録認定取得



建設コンサルタント  
株式会社 中研コンサルタント



WE ARE PROFESSIONALS.  
SO WE CHALLENGE.

私たちは、世界は社会資本の  
設備・維持管理のために  
事業の発展の両方を求める業務を実施し、  
社会に貢献しています。

当社は住友セメント（株）グループの  
建設コンサルタントです。

ホームページより

**構造物調査**



**材料試験・分析**



**コンクリート試験**



**土質・地盤調査**



**詳しい内容はこちら**

既存のコンクリート構造物や鋼構造物の健全度調査・診断を実施し、材料面および構造面での健全性を評価し、必要な場合には補修および設計を実施します。

**詳しい内容はこちら**

建設材料、粉体物の物性調査ならびに建設材料、コンクリート、土壌、改良土、水などの化学分析により劣化原因調査、配合推定など現象の解明のための調査・試験業務を実施します。

**詳しい内容はこちら**

コンクリート材料試験、配合設計、フレッシュコンクリートの特性試験ならびに硬化コンクリートの各種の物性・耐久性・熱特性試験を実施します。鉄筋コンクリートや各種の補強材を用いた部材の耐力試験を実施します。マスコンクリートの温度応力解析などを実施します。

**詳しい内容はこちら**

土の物理的・化学的・力学特性やその他の試験を実施し、土や地盤材料を評価します。また、各種地盤改良工法の配合選定のための計画ならびに試験を実施します。

Chuken Consultant Co.Ltd.

1



## 株式会社中研コンサルタント

### JIS Q 17025適合試験所



- ・ 本 社・大阪技術センター（大阪市）
- ・ 東京事務所（千代田区）
- ・ 船橋技術センター（船橋市）
- ・ 栃木技術センター（佐野市）
- ・ 名古屋技術センター（北名古屋市）
- ・ 高知技術センター（高知・須崎市）
- ・ 東北試験所（宮城・仙台市）（2013年9月10日開所）

コンクリート・セメントに関して、ぜひ弊社に気軽にご相談ください。

2

## 講演項目

### 試験紹介

1. 岩種判定
2. 粉末X線回折
3. SEM-EDS
4. EPMA
5. 塩化物イオン濃度測定  
(電位差滴定法)
6. 塩化物イオン量の簡易試験方法(迅速法)

Chuken Consultant Co.Ltd.

3

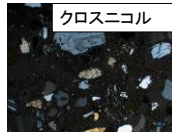
## 1. 骨材の岩種判定

- ASR発生状況の確認
- 有害鉱物の有無を確認(ASRやポップアウトの原因となる鉱物)

### 偏光顕微鏡観察



偏光顕微鏡

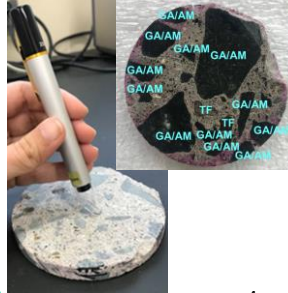


クロスニコル



オープンニコル

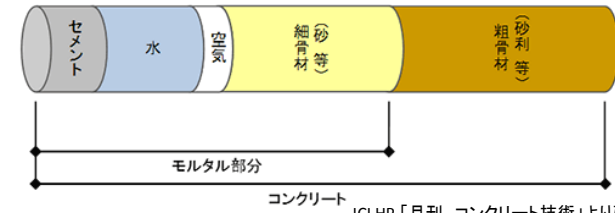
### 目視観察



Chuken Consultant Co.Ltd.

4

## 一般的なコンクリートの材料構成 (体積割合)の概要

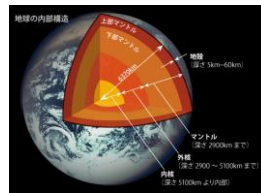


- 粗骨材の物性  
JIS A 5308「レディーミクストコンクリート」  
JIS A 5005「コンクリート用砕石及び砕砂」などで規定  
→打設する前の骨材
- 岩種判定は、コンクリートコアに含まれる骨材を調査

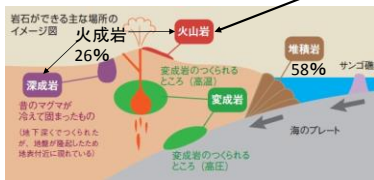
Chuken Consultant Co.Ltd.

5

## 岩石と鉱物



ENGADGET HPより



日本自然保護協会HPより

Chuken Consultant Co.Ltd.

6

### 岩石(玄武岩): 鉱物の集合体

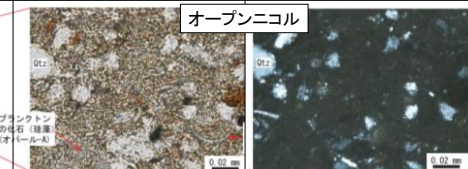


鉱物(長石): 規則正しい原子配列を持つ結晶

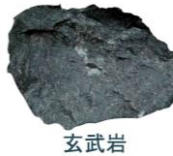
- 異なる岩種でも、外観が似ている場合がある。



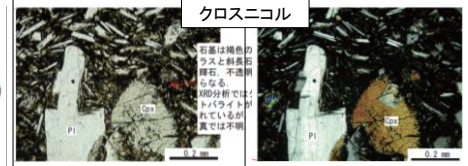
泥岩



オープンニコル



玄武岩



クロスニコル

岩石写真: 倉敷市立自然史博物館HP「岩石の肉眼での同定」より

偏光顕微鏡写真: コンクリート診断 アルカリシリカ反応性判定のための岩石試料の偏光顕微鏡写真集(鳥居 和之)

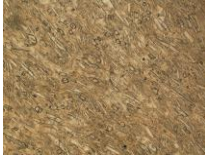
Chuken Consultant Co.Ltd.

7

## 輝石安山岩

- 同じ岩種でも、異なる見え方を示す

偏光顕微鏡画像



輝石安山岩



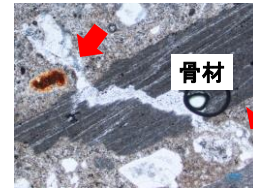
他の安山岩



Chuken Consultant Co.Ltd.

8

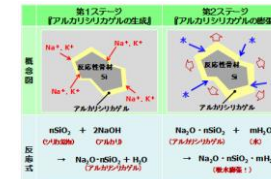
## アルカリシリカ反応 ASR (Alkali-Silica Reaction)



偏光顕微鏡画像



構造物

コンクリートメンテナンス  
協会HPより

Chuken Consultant Co.Ltd.

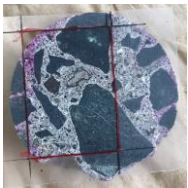
9

## 岩種判定(偏光顕微鏡観察)

- ASR発生状況の確認
- 有害鉱物の有無を確認  
(ASRやポップアウトの原因となる鉱物)

JCI-DD3「骨材に含まれる有害鉱物の判別(同定)方法(案)」

JCI-DD4「有害鉱物の定量方法(案)」に準拠



薄片



偏光顕微鏡

ごく小さな視野なので、コンクリート構造物全体を評価するとは限らない。

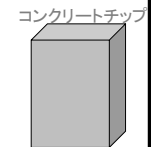
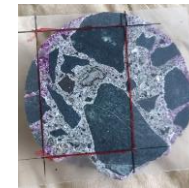
Chuken Consultant Co.Ltd.

10

## 作業手順(薄片作製)

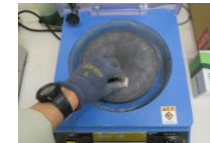
### 薄片作製位置の選定 観察箇所の切り出し

- コア中に普遍的に含まれる骨材
- 有害骨材を含める。

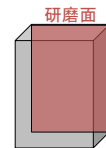


### 1次研磨

- 研磨紙カーボラダム  
#600(約20μm) → #800 → #1000 → #2000(約10μm) → #3000



卓上研磨機



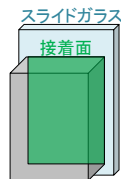
Chuken Consultant Co.Ltd.

11

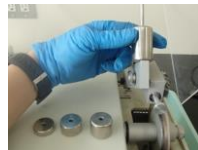
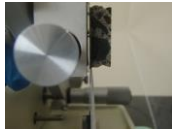
### スライドガラス貼り付け

・エポキシ樹脂系接着剤で研磨面に張り付ける。  
ボンドEセット

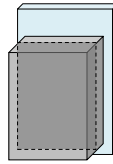
気泡が入らないよう注意する



### 薄く切断



精密切断機

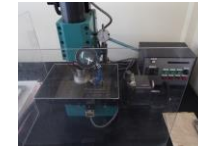


Chuken Consultant Co.Ltd.

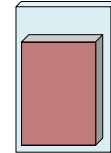
12

### 2次研磨

・半自動で機械研磨(約#600)  
→薄くする目的  
・マイクロメーターで厚さを調整する



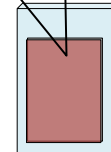
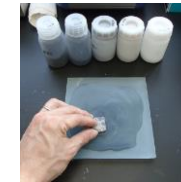
精密研磨機



試料の厚さ約30μm

### 手研磨

・ガラス板上で、研磨材と水を混ぜて研磨する。  
・研磨材(カーボランダム)  
#600(約20μm)→#800→#1000→  
#2000(約10μm)→#3000

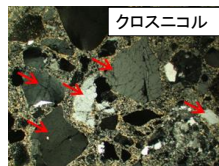


Chuken Consultant Co.Ltd.

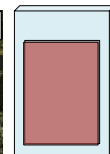
13

### 手研磨

・厚さを偏光顕微鏡で確認する  
→長石や石英が灰色になるまで研磨  
試料の厚さ 15~30μm



クロスニコル

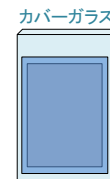


### カバーガラス

表面の乱反射を防ぐ



カバーガラス



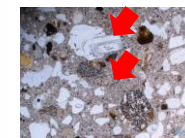
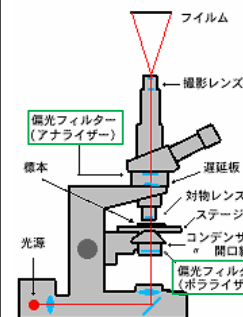
### 完成

Chuken Consultant Co.Ltd.

14

## 偏光顕微鏡

拡大機能+試料に偏光を当てて観察  
鉱物種(ミクロ)を特定→岩種(マクロ)を特定  
オープンニコル(ポライザーのみ挿入)



骨材

クロスニコル(ポライザーとアナライザー挿入)



日本自然科学写真協会HP  
「私の偏光顕微鏡写真撮影法」より

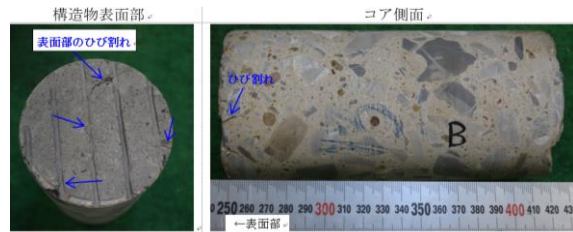
Chuken Consultant Co.Ltd.

15



## 事例紹介(ASR)

- 促進膨張試験(JCI-DD2法) ※一般的にはJCI-S-011法  
「アルカリ骨材反応を生じたコンクリート構造物のコア試料による膨張率の測定方法(案)」
- 岩種判定(偏光顕微鏡観察)



Chuken Consultant Co.Ltd.

16

## 促進膨張試験(JCI-DD2法)

JCI-DD2法 ※JCI-S-011法  
今後どの程度膨張するか、コアの膨張量を測定

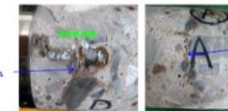
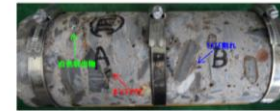
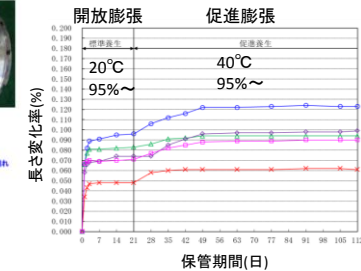


写真-2 開放膨張測定時に観察された変状



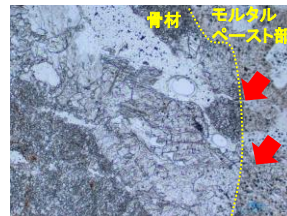
Chuken Consultant Co.Ltd.

17

## 偏光顕微鏡観察



細骨材



粗骨材

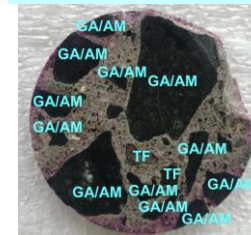
Chuken Consultant Co.Ltd.

18

## 岩種判定(目視判定)

### 試験目的

- ASR発生状況の確認
- 有害鉱物の有無を確認  
(ASRやポップアウトの原因となる鉱物)



GA/AM 変斑れい岩/角閃岩  
TF 凝灰岩

JCI-DD3「骨材に含まれる有害鉱物の判別(同定)方法(案)」  
JCI-DD4「有害鉱物の定量方法(案)」に準拠

Chuken Consultant Co.Ltd.

ルーペ観察



19

## 2. 粉末X線回折

### 試験目的

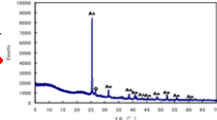
固体試料中の結晶学的構造を調べる

- 骨材中の有害鉱物の同定
- 水和物の同定(エトリンガイト、生石灰、C-S-Hなど)
- エフロレッセンスの同定



粉末にして分析

正体分かる  
・骨材(有害鉱物)  
・セメント水和物、セメント鉱物



Chuken Consultant Co.Ltd.

20

## 岩種判定との比較

### 共通点

- どちらも骨材中の鉱物の同定ができる

偏光顕微鏡でのASR評価基準

### 相違点

- 骨材だけでなく、セメント水和物なども同定できる  
(エトリンガイト、生石灰、C-S-Hなど)
- 偏光顕微鏡では判定できない、微量の有害鉱物を判定することができる。
- ASRの劣化状況は確認できない

| ステージ              | 劣化状況                          |
|-------------------|-------------------------------|
| I<br>(traceable)  | 反応リムの形成と反応性骨材粒子からのASRゲル・ゾルの析出 |
| II<br>(minor)     | 反応性骨材粒子からひび割れの発達              |
| III<br>(moderate) | 反応性骨材粒子からセメントペーストへひび割れの進展     |
| IV<br>(severe)    | 連続的なひび割れ網の形成とASRゲルの気泡への導入     |

Katayama, T., Oshiro, T., Sarai, Y., Zaha, K., and Yamato, T.: Late-expansive ASR due to imported sand and local aggregates in Okinawa Island, southwestern Japan, Proceedings of the 13th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, Trondheim, Norway, PP.862-873, 2008

Chuken Consultant Co.Ltd.

21

## 作業手順

- JCI-DD3「骨材に含まれる有害鉱物の判別(同定)方法(案)」

### コア採取・粗粉碎

コアから粗骨材を取り出す

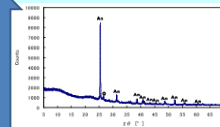


### 微粉碎・試料調整



・一般に、試料は数μm以下の粉末に調整。  
・耳かき1杯程度～小さじ1杯程度の量

### データ解析



### 測定



Chuken Consultant Co.Ltd.

22

## 測定装置

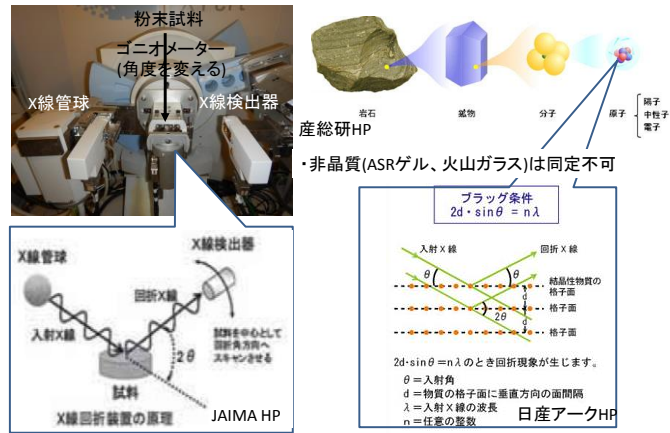


スペクトリス社製 X' Pert PRO MPD

Chuken Consultant Co.Ltd.

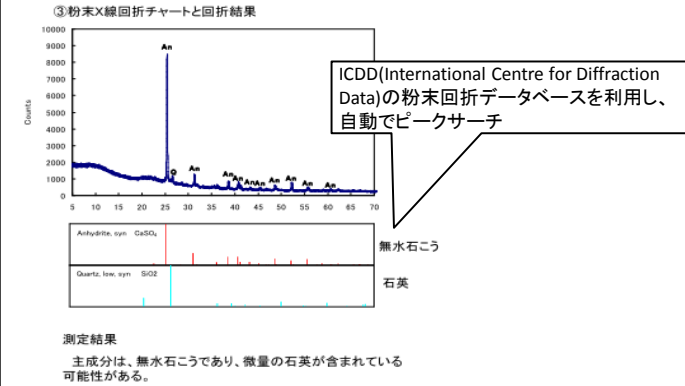
23

## 測定



Chuken Consultant Co.Ltd.

## データ解析



Chuken Consultant Co.Ltd.

25

## 骨材に起因する劣化(ポップアウト)

| 区分   | 鉱物名                            | 反応メカニズム   |
|------|--------------------------------|---|
| 硫酸塩  | 石膏、無水石膏、アルナイト                  | セメント中のC <sub>3</sub> Aと反応して、エトリンガイトを生成して膨張                            |
| 硫酸物  | 黄鉄鉱、磁硫鉄鉱、白鉄鉱、黄銅鉱               | セメント中のC <sub>3</sub> Aと反応して石膏をつくり、C <sub>3</sub> Aと反応してエトリンガイトを生成して膨張 |
| 沸石   | ローモンタイト、レオンハルダイト               | 乾燥繰り返しにより骨材自身が粉状化   |
| 粘土鉱物 | モンモリロナイト、サポナイト、イライト、蛭雲母、膨潤性緑泥石 | 乾燥による収縮と湿潤による膨張を繰り返す  |
| 酸化物  | 生石灰、ペリクレス、ウスタイト                | 水和により膨張、コンクリート打設早期にポップアウト   |
| その他  | 含鉄ブルーサイト、コーリンガイト               | 酸化、炭酸化により新鉱物の生成と膨張  |

コンクリート診断(鳥居和之)より



ポップアウト(生石灰CaO)

生石灰 (CaO) による反応  
 $\text{CaO} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ca(OH)}_2$   
 CaOがCa(OH)<sub>2</sub>に変化すると体積が約2倍

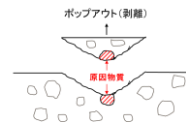


図1.1 反応性骨材によるポップアウトの模式図

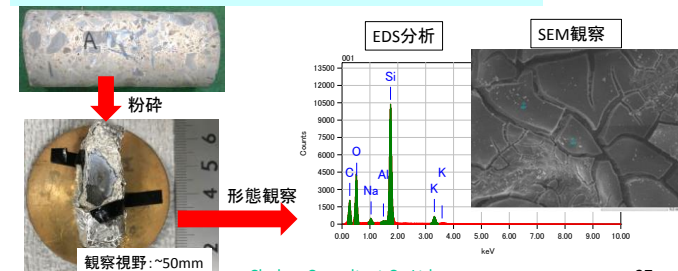
Chuken Consultant Co.Ltd.

26

## 3. SEM-EDS

## 試験目的

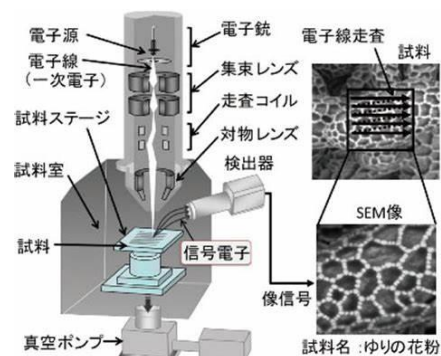
- ASRゲルの形態観察および元素分析
- フライアッシュの形態観察および元素分析
- セメント水和物の形態観察および元素分析



Chuken Consultant Co.Ltd.

27

## 走査型電子顕微鏡 SEM(Scanning Electron Microscope)

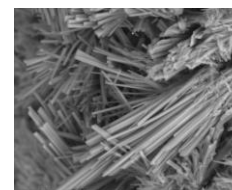


JAIMA HP「走査電子顕微鏡(SEM)の原理と応用」より

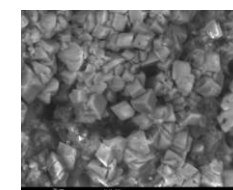
Chuken Consultant Co.Ltd.

28

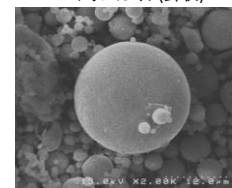
## SEM観察画像



エトリンガイト(針状)



エフロレッセンスの一例(さいころ状)



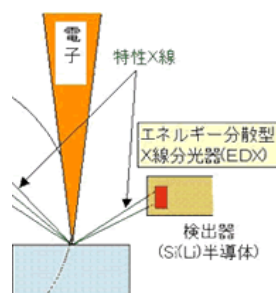
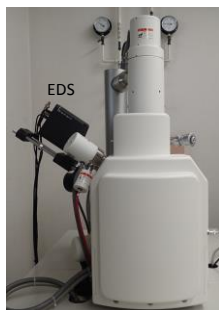
フライアッシュ(球状)

Chuken Consultant Co.Ltd.

29

## エネルギー分散型X線分析装置 EDS(Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)

- SEMに取り付けX線を検出し、元素情報を得る装置(検出器)
- 凹凸試料の分析が比較的容易

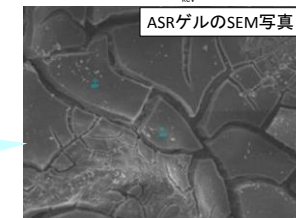
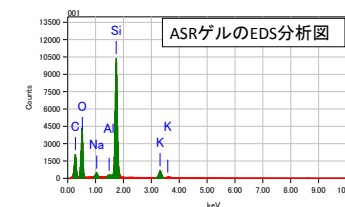


株式会社ツチヨシ産業HPより

Chuken Consultant Co.Ltd.

30

## SEM観察、EDS分析



乾燥による典型的なひび割れ  
SEM観察では真空雰囲気下に試料を設置するため、水分が飛ぶ

Chuken Consultant Co.Ltd.

31

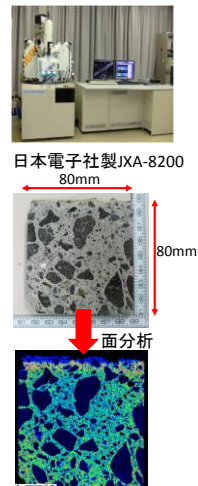


## 4. EPMA

- EPMA (Electron Probe Micro Analyzer)  
元素分析機能が付いた電子顕微鏡

### 試験目的

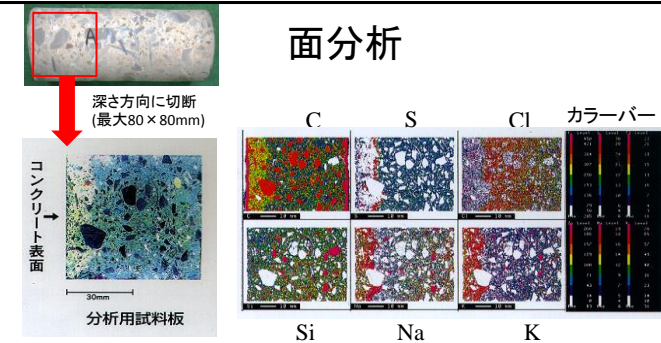
| 調査項目         | 分析元素                         |
|--------------|------------------------------|
| アルカリ骨材反応     | Na, K, Si, Ca                |
| 塩害           | Cl, Ca, Na, C                |
| 炭酸化          | C, Ca, Cl, S, Na, K          |
| 硫酸塩劣化        | S, Ca, Al                    |
| 複合劣化         | Na, K, Cl, C, S, Ca, Si      |
| 硬化体、クリンカ組成分析 | Si, Al, Fe, Ca, S, Mg, Na, K |



Chuken Consultant Co.Ltd.

32

## 面分析

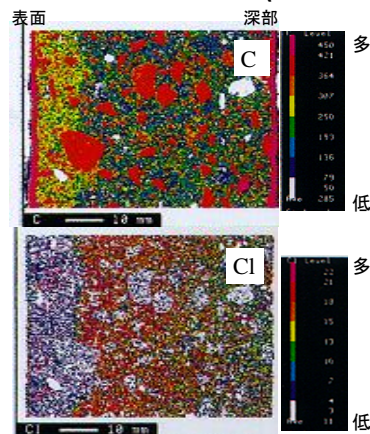


- 高分解能であり、ビジュアル的に把握することができる。
- 多元素の面分析が同時に可能
- ペースト部と骨材部の状況判別が可能  
→塩分分布を正確に知ることができる

Chuken Consultant Co.Ltd.

33

## 複合劣化(中性化と塩害)



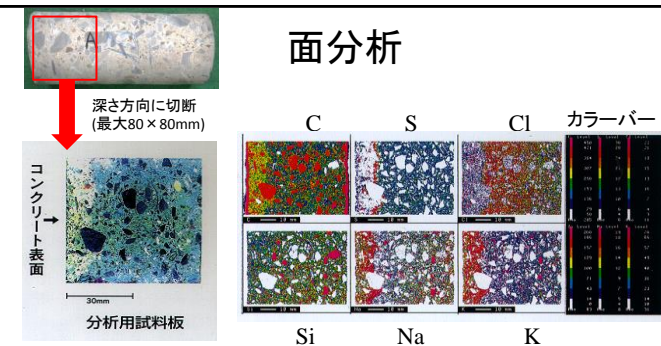
中性化(C)  
・試料表面がピーク

塩害(Cl)  
・中性化部分より深部に濃縮

Chuken Consultant Co.Ltd.

34

## 面分析



- 高分解能であり、ビジュアル的に把握することができる。
- 多元素の面分析が同時に可能
- セメントペースト部と骨材部の状況判別が可能  
→塩分分布を正確に知ることができる

Chuken Consultant Co.Ltd.

35

## 作業手順

土木学会(2006):コンクリート技術シリーズ69 硬化コンクリートのミクロの世界を拓く新しい土木学会規準の制定—EPMA法による面分析方法と微量成分溶出試験方法について—に準拠

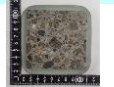
### サンプル採取・試料切断



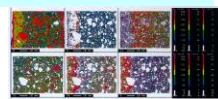
### 樹脂埋め込み



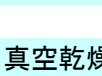
### 鏡面研磨



### 面分析



### 導電処理(蒸着)



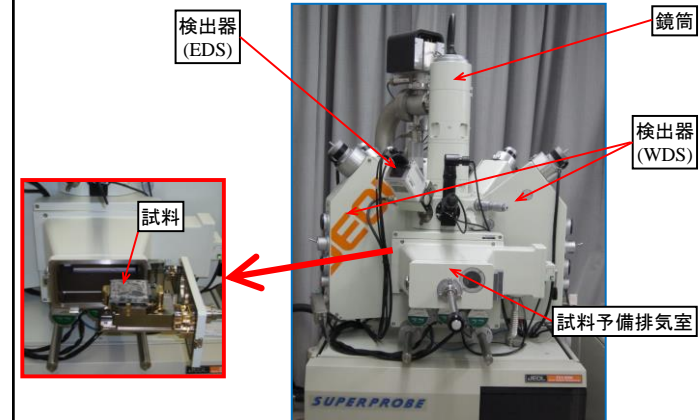
### 真空乾燥



Chuken Consultant Co.Ltd.

36

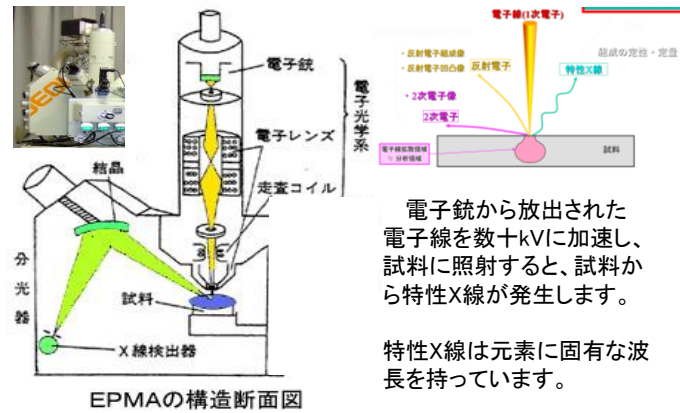
## EPMA装置



Chuken Consultant Co.Ltd.

37

## EPMA装置の原理



日本Chuken Consultant Co.Ltd.

38

## X線検出器

- 電子線で励起された特性X線を検出
- EDS(Energy Dispersive Spectroscopy)エネルギー分散型
- WDS(Wave Dispersive Spectroscopy)波長分散型

|  | WDS(EPMA)          | EDS(SEM-EDS)                            |
|--|--------------------|---|
| 分析方式   | 分光結晶による経時的分析       | 半導体検出器による多元素同時分析                        |
| 分析対象元素   | $_{4}\text{Be}$ 以上 | $_{11}\text{Na}$ 以上( $_{5}\text{B}$ 以上) |
| 分析電流   | 多                  | 少                                       |
| 分析時間   | 遅                  | 速                                       |
| 分析時の試料損傷   | 大                  | 小                                       |
| 定量分析精度   | 高                  | 低                                       |
| 分析限界濃度   | 0.01~0.05wt%       | 1~10wt%                                 |
| $_{5}\text{B}\sim_{9}\text{F}$ $_{11}\text{Na}\sim_{92}\text{U}$ | 0.001~0.01wt%      | 0.1~0.5wt%                              |

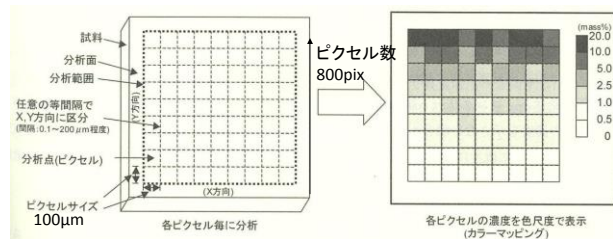
Chuken Consultant Co.Ltd.

39

## 試料条件

測定時間(8cm×8cmの試料面)

- 800×800(pixel)×50(msec/pixel)=32000sec≒9時間



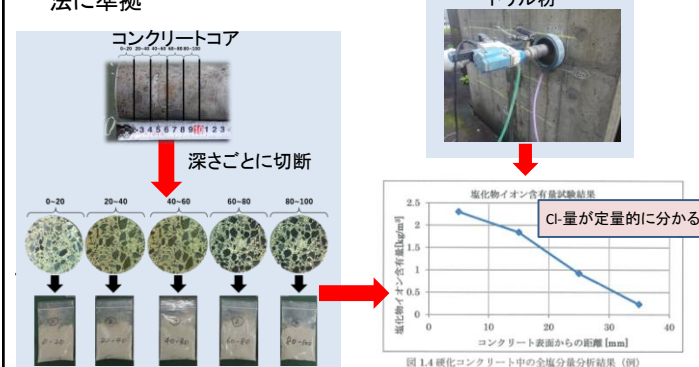
土木学会(2006):コンクリート技術シリーズ69 硬化コンクリートのミクロの世界を拓く新しい土木学会規準の制定—EPMA法による面分析方法と微量成分溶出試験方法について—より引用

Chuken Consultant Co.Ltd.

40

## 5. 全塩化物イオン測定(電位差滴定法)

- JIS A 1154 硬化コンクリート中に含まれる塩化物イオンの試験方法に準拠



Chuken Consultant Co.Ltd.

41

## 作業手順

- JIS A 1154 硬化コンクリート中に含まれる塩化物イオンの試験方法に準拠
- 抽出した溶液について塩化物イオン電極を用いた電位差滴定装置を用いて硝酸銀溶液(AgNO<sub>3</sub>)で滴定する。

### 1. 試料調製・切り出し

コンクリートコアまたは  
ドリル粉

### 2. 微粉砕(コンクリートコア)



### 3. 電位差滴定

硝酸(1+6)70mlでCl<sup>-</sup>抽出  
過酸化水素添加  
煮沸  
冷却  
電位差滴定測定

Chuken Consultant Co.Ltd.

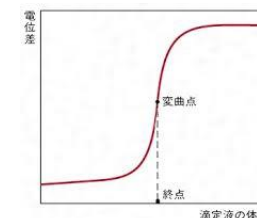
42

## 電位差滴定法

- 硝酸銀溶液を滴加→塩化銀が沈殿



- 電極間に生じる電位差を測定し、その変化率が最大になるところ(変曲点)を自動で検出



Chuken Consultant Co.Ltd.

43

## 結果

| 試料名 | 深度<br>[mm] | 全塩分量分析結果                                  |  |
|-----|------------|---|--|
|     |            | $E_1$ <sup>①</sup><br>[Cl <sup>-</sup> %] | $E_2$ <sup>②</sup><br>[Cl <sup>-</sup> kg/m <sup>3</sup> ] |
| 供試体 | 0~10       | 0.100                                     | 2.30   |
|     | 10~20      | 0.080                                     | 1.84   |
|     | 20~30      | 0.040                                     | 0.92   |
|     | 30~40      | 0.010                                     | 0.23   |

注 1)  $E_1$ : 全塩分量値 [Cl<sup>-</sup>%]

2)  $E_2$ :  $E_1$  を次式によりコンクリート 1 m<sup>3</sup> 中の全塩分量に換算した値 [Cl<sup>-</sup>kg/m<sup>3</sup>]  
 $E_2 = D \times E_1 / 100$  (式 1.1)

ここに、D: 硬化コンクリートの 単位容積質量 t [kg/m<sup>3</sup>]  
 (=2300kg/m<sup>3</sup> と仮定)

コンクリート供試体をNaCl溶液に一定期間浸漬  
 →新設構造物の**見かけの拡散係数**も算出可能

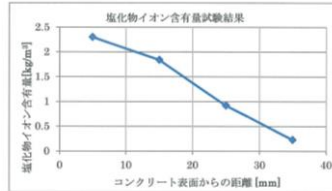


図 1.4 硬化コンクリート中の全塩分量分析結果 (例)

Chuken Consultant Co.Ltd.

44

## 6.迅速法

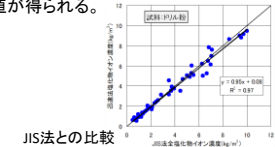
国土交通省「レディーミクストコンクリート単位水量測定要領(案)」掲載手法

### 特徴

- ① 現場での測定が可能
- ② 全塩化物イオン量の測定が可能
- ③ 測定時間が早い
- ④ JIS とほぼ同等の値が得られる

1試料あたり30~40分程度で測定できる

JIS A 1154「硬化コンクリート中に含まれる塩化物イオンの試験方法」の測定結果と同等の値が得られる。



JIS法との比較

電量測定式塩分計

**SALMATE-100 シリーズ**

【電量測定式塩分計】: SALMATE-100/μm<sup>5</sup>  
 【電量測定式塩分計/全塩分迅速法測定器】: SALMATE-100/H<sub>μm</sub><sup>5</sup>  
 【電量測定式塩分計/単位水量測定器】: SALMATE-100/W<sub>μm</sub><sup>5</sup>  
 【電量測定式塩分計/全塩分迅速法測定器/単位水量測定器】  
 全測定機能搭載モデル: SALMATE-100/M

主な特長  
 ・カラー液晶ディスプレイ採用(全角15桁×20行)  
 ・オートパワーオフ機能搭載(内部バッテリー使用時)  
 ・プリンター部の防塵機能性向上  
 ・外部データ出力機能(CSV形式、SDカード)他

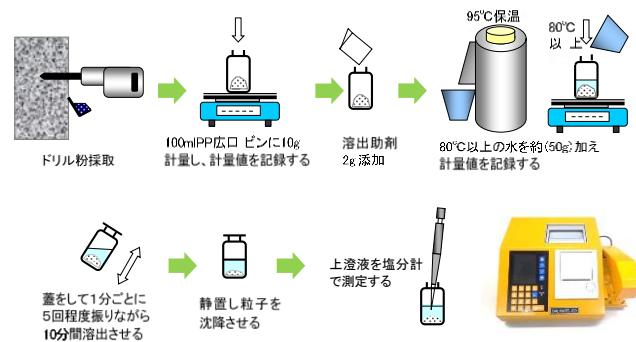


図 6.1 迅速法  
 レディーミクストコンクリート単位水量測定要領(案) 掲載手法

Chuken Consultant Co.Ltd.

45

## SALMATE-100 測定手順



Chuken Consultant Co.Ltd.

46

## 6.迅速法

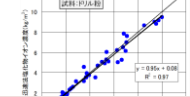
国土交通省「レディーミクストコンクリート単位水量測定要領(案)」掲載手法

### 特徴

- ① 現場での測定が可能
- ② 全塩化物イオン量の測定が可能
- ③ 測定時間が早い
- ④ JIS とほぼ同等の値が得られる

1試料あたり30~40分程度で測定できる

JIS A 1154「硬化コンクリート中に含まれる塩化物イオンの試験方法」の測定結果と同等の値が得られる。



現場で簡単に測定が可能

電量測定式塩分計

**SALMATE-100 シリーズ**

【電量測定式塩分計】: SALMATE-100/μm<sup>5</sup>  
 【電量測定式塩分計/全塩分迅速法測定器】: SALMATE-100/H<sub>μm</sub><sup>5</sup>  
 【電量測定式塩分計/単位水量測定器】: SALMATE-100/W<sub>μm</sub><sup>5</sup>  
 【電量測定式塩分計/全塩分迅速法測定器/単位水量測定器】  
 全測定機能搭載モデル: SALMATE-100/M

主な特長  
 ・カラー液晶ディスプレイ採用(全角15桁×20行)  
 ・オートパワーオフ機能搭載(内部バッテリー使用時)  
 ・プリンター部の防塵機能性向上  
 ・外部データ出力機能(CSV形式、SDカード)他



図 6.2 迅速法  
 レディーミクストコンクリート単位水量測定要領(案) 掲載手法

Chuken Consultant Co.Ltd.

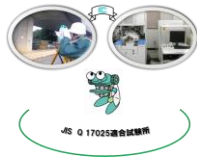
47



## 終わりに

近未来コンクリート研究会の皆様、  
お忙しいところお聞きくださりありがとうございました。

大切な未来を支える  
構造物を 診る技術



住友大阪セメントグループ



・ 株式会社中研コンサルタント

・ ISO/IEC17025適合試験所 JNLA登録認定取得

[Chuken Consultant Co.Ltd.](http://Chuken Consultant Co.Ltd.)

48