# 論文 コンクリート断面に現れる ASR ゲルの観察における二重着色法 (ゲルステイン法) とゲルフルオレッセンス法との比較

五十嵐 豪\*1・山田 一夫\*2・村上 光樹\*3・佐川 康貴\*4

要旨:本検討では、促進コンクリートプリズム試験(CPT)を終え、保管されていたコンクリート断面に対して、アルカリシリカゲル(ASR ゲル)の観察方法として知られる二重着色法(ゲルステイン法)およびゲルフルオレッセンス法を適用し、両手法から得られる観察結果および CPT 試験における最大膨張量との比較を行った。その結果、ゲルステイン法とゲルフルオレッセンス法による呈色位置が異なること、ゲルステイン法は、最大膨張量とは明確な相関がないことが明らかになった。

キーワード: アルカリシリカ反応 (ASR), 二重着色法 (ゲルステイン法), ゲルフルオレッセンス法

#### 1. はじめに

コンクリートの劣化現象の一つであるアルカリシリカ 反応 (ASR) は構造物にひび割れ等を発生し、ASR による膨張が大きい場合には構造物中の鉄筋が破断することも指摘されている。JIS では、化学法やモルタルバー法による骨材のアルカリ骨材反応性の判定が行われてきた。しかし、ASR は非常に複雑な反応であるため、上記手法では判定が困難な場合がある。加えて、ペシマム現象、遅延膨張性骨材の反応性、骨材の寸法効果、混和材のASR 抑制効果などを検討するために、佐川らは、モルタルによる骨材試験ではなく、アルカリ溶液を含浸させた不織布によるラッピングを施したコンクリート角柱試験体(コンクリートプリズム)を用いた配(調)合試験(AW-CPT)を提案し1,2 JCIで規準化の活動もある。

上記の試験法により、ASR に及ぼす種々の影響を検出 できることが示されたが、試験における膨張の原因であ る CPT 中のアルカリシリカゲル(以下, ASR ゲルと表 記する。)の量およびその性質が高温促進環境によってど のような影響を受けているかは明らかにされていない。 このとき、コンクリート中の ASR ゲルの観察手法として は、コンクリート切断面の観察、コンクリート薄片の観 察などが挙げられる3)。両手法の特徴について触れると、 切断面の観察においては ASR ゲルの吸水性によるコン クリート中の水分の蒸発速度の差を利用して, 適切な乾 燥状態において断面内で濡れたように見える部分を ASR ゲルと簡易に判定できる。また、切断面を湿潤に保 持することで、骨材およびその周辺に透明な ASR ゲルの 染みだしも認められる。コンクリート薄片の観察におい ては, 薄片作製の技術が求められ, かつ, 24 mm×36 mm 程度の局所的な部分の情報しか得られないものの、反応 性骨材から周囲のペーストマトリクスに生じた膨張ひび 割れへの ASR ゲルの進展や反応性鉱物の特定, ASR ゲ ルの化学組成の分布の同定が可能である。しかし、どち らの観察手法も ASR ゲルの定量という観点では, 使用性, 定量感度が不十分である。近年、参納らによって提案さ れたゲルフルオレッセンス法による ASR ゲルの蛍光観 察法 4)は、簡易な手順であり、かつ ASR ゲルの分布が簡 易に判別できる画像の取得が可能である。また、同観察 法に用いる ASR ゲル呈色試薬は,既往の蛍光観察法に用 いられていた酢酸ウラニル試薬とは異なり 5,6, 国際規 制物資に該当せず、汎用性が高い。このことから、著者 らは、同手法を用いて、ASR ゲルの分布の観察および定 量化する手法の実用化に向けた基礎的検討として, CPT 後のコンクリートプリズムを用いて、ゲルフルオレッセ ンス法による ASR ゲルの観察条件に及ぼすいくつかの 因子の影響について検討を行ってきたり。

一方で、近年、嶋瀬らが、Guthrie and Carey が提唱した二重着色法(ゲルステイン法)<sup>8)</sup>をコンクリートの破断面に適用して、ASR の判定および進行程度の推定に有用であることを報告している<sup>9)</sup>。

そこで、本検討では、CPT後のコンクリートプリズムに対して、二重着色法(ゲルステイン法)を適用し、ゲルフルオレッセンス法における観察結果および最大膨張量と比較、考察を試みた。

#### 2. 実験概要

# 2.1 CPT 試験の概要 10),11)

本検討に用いた試験体は、既報  $^{10),11)}$ の AW-CPT を行った後のコンクリートプリズムである。 AW-CPT における配(調)合のパラメータの概要、最大膨張量を表-1 に

<sup>\*1</sup> 東北大学 大学院工学研究科都市・建築学専攻 助教 博士(工学) (正会員)

<sup>\*2</sup> 国立環境研究所 資源循環・廃棄物研究センター 主任研究員 博士(工学) (正会員)

<sup>\*3</sup> 九州大学 大学院工学府建設システム工学専攻 (学生会員)

<sup>\*4</sup> 九州大学 大学院工学府建設システム工学専攻 准教授 博士(工学) (正会員)

示す。試験体のパラメータは、粗骨材種類、促進温度、アルカリ量である。試験体の表記は、粗骨材種類―促進温度―アルカリ量の順で示し、例えば、N30-60-550 は、粗骨材総重量に対して ASR 反応性の N 骨材を 30%、非反応性の L 骨材を 70%の割合のペシマム配合で用いた促進温度 60°C、アルカリ量 5.50kg/m³の試験体である。 N 骨材は、オパールを含む安山岩であり、 L 骨材は、石灰岩である。30%のペシマム配合で用いた。 T 骨材は、カルセドニーや隠微小質石英を含むチャートである。 細骨材は、ASR 非反応性の石灰石砕砂である。 本検討では、参納らの開発した ASR 蛍光試薬を用いて 4)、促進温度とアルカリ量が ASR に及ぼす影響について観察を試みた

試験体は,75×75×250 mm であり,打設後,20±2°C に 保たれた恒温室で24時間養生を行い、その後脱型を行っ た。脱型後, 20±2°C の水中に供試体を浸漬し, 30±5 分 間給水させた後、供試体長さを測定し、基長とした。測 定後にあらかじめ50gのアルカリ水溶液を含浸させた不 織布2枚で供試体を覆い、ラップフィルムおよびビニー ル袋で密閉した。アルカリ水溶液の濃度(NaOH 濃度) は、日本コンクリート工学会「ASR 診断の現状とあるべ き姿研究委員会」で示されている促進試験方法に準じて、 1.5mol/l とした 3)。測定の際は、底部に水を張った密閉 できるステンレス製の格納容器に立てて格納した。養生 は, 20, 40, または60℃の恒温槽にて行い, 促進期間2,5, 10, 15, 20, 26 週で格納容器を養生槽から取り出し、供試 体長さを測定した。また,長さ測定後も不織布は継続し て使用し、含浸量が 50g になるよう水道水を添加して調 節を行った。46週の促進後は、不織布、ラップフィルム を取り外し、ビニール袋に密封して 20±2℃ の恒温室で 保管した。

### 2.2 ゲルフルオレッセンス法による断面観察 11)

撮影は、ASR ゲル呈色試薬(FAST 製, 特許 5192432 号)を試験片表面に塗布してから 30 分後に、暗室内で高性能デジタルカメラ(SONY 製  $\alpha$ 7RII、4240 万画素 35mm フルサイズ CMOS センサー、レンズ: SEL30M35)を用いて行った。撮影条件は、波長 254nm の UV ランプ(8W  $\times$ 2 本)光源下で絞り値:f/22、 ISO 速度:ISO-1600、露出プログラム:絞り優先とした。

# (1) 前処理条件

CPT 後の 75×75×250 mm コンクリートプリズムから 水による湿式切断で厚さ約 2cm の平板を切り出し, 断面を水と研磨粉 (粒度#800) で湿式研磨を行った。その後, 速やかに研磨面を霧吹きで十分に濡らし, アクリル板を 押し当てた状態でアクリル板ごと平板を PVDC 製フィルムで密封し, 数日間静置した。

# (2) 蛍光観察

上述の前処理条件を行った後、研磨面をこすらないよ

うにフィルムとアクリル板を取り外し、ASR 蛍光試薬を塗布した。塗布から 10 分後、表面を軽く水洗し、ドライヤーで乾燥を行った後に観察を行った。観察は、波長 254 nm の UV 光源下で観察を行った 5).6)。ASR ゲルは緑色の蛍光発色を示す。

#### 2.3 二重着色法 (ゲルステイン法) による断面観察

ゲルステイン法による断面観察は、嶋田らの手法に準じて行った %。試験片は、ゲルフルオレッセンス法による断面観察を行った後、密閉保管されていたものを用いた。まず、コバルチ亜硝酸ナトリウムを塗布し、十分に染色するのを待った。その後、水道水で十分にすすぎ、ローダミンB基を塗布し、十分に染色するのを待った後、再度、水道水で十分にすすいだ後、乾燥を行った。この一連の過程により、アルカリリッチなゲルは黄色に、カルシウムリッチなゲルは、桃色に着色される。なお、炭酸カルシウムやエトリンガイトについても桃色に着色されることがある 8。断面の撮影には、一般的なスキャナーを用いた。着色部は、ImageJにより、HSBスペクトルにおける Hue 値 0~63 の範囲を黄色部、Hue 値 208~255の範囲を桃色部として定量した。

#### 3. 実験結果および考察

ゲルフルオレッセンス法による観察結果については、 既報において詳細な報告をしているため III)、蛍光面積と 膨張量の関係のみを図ー1 に示し、本報告においては、 ゲルステイン法の観察結果を中心に記載する。ゲルステイン法による観察結果についてT骨材を用いたCPT供試 体の観察結果を図ー2、N骨材を用いたCPT供試体の観察結果をそれぞれ図ー3 に示す。得られた観察結果から 黄色に着色した部分または桃色に着色した部分の面積を 画像分析によって定量した結果を図ー4、図ー5 に示す。 なお、定量値の一覧については、表ー1 に併せて示す。

まず、図-2に示す T 骨材のシリーズのゲルステイン 法の画像に着目すると, 左上に示した着色前と比較して,

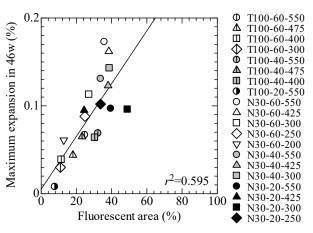


図-1 緑色蛍光部分の面積と最大膨張量の関係 11)

表-1 供試体の概要

供試体名	粗骨材 種類	促進 温度 (°C)	アルカリ量 (kg/m³)	最大膨張率 (length %)	切断から蛍光 試薬塗布まで の期間 (days)	蛍光面積 (square %)	黄色面積 (square %)	桃色面積 (square %)
T100-60-550	T	60	5.50	0.067	3	24.7	15.5	58.2
T100-60-475	T	60	4.75	0.044	4	18.0	19.0	58.1
T100-60-400	T	60	4.00	0.039	3	11.4	14.8	69.0
T100-60-300	T	60	3.00	0.030	4	10.9	27.0	53.0
T100-40-550	T	40	5.50	0.069	4	32.2	23.3	53.4
T100-40-475	T	40	4.75	0.065	4	23.2	20.0	54.0
T100-40-400	T	40	4.00	0.064	4	30.4	18.0	57.0
T100-20-550	T	20	5.50	0.008	3	7.7	27.0	38.5
N30-60-550	N: L = 3: 7	60	5.50	0.173	6	35.8	7.4	61.1
N30-60-425	N: L = 3: 7	60	4.25	0.162	6	38.4	8.0	56.7
N30-60-300	N: L = 3: 7	60	3.00	0.113	3	27.1	6.0	62.4
N30-60-250	N: L = 3: 7	60	2.50	0.088	4	24.8	7.5	74.8
N30-60-200	N: L = 3: 7	60	2.00	0.061	4	12.8	16.9	48.3
N30-40-550	N: L = 3: 7	40	5.50	0.131	3	33.7	15.1	63.8
N30-40-425	N: $L = 3: 7$	40	4.25	0.123	3	38.0	7.0	69.8
N30-40-300	N: L = 3: 7	40	3.00	0.143	8	38.7	16.7	69.8
N30-20-550	N: L = 3: 7	20	5.50	0.097	8	39.5	8.7	78.0
N30-20-425	N: L = 3: 7	20	4.25	0.095	4	24.4	15.1	62.4
N30-20-300	N: L = 3: 7	20	3.00	0.096	8	49.0	7.7	79.7
N30-20-250	N: L = 3: 7	20	2.50	0.102	8	33.7	23.4	58.5

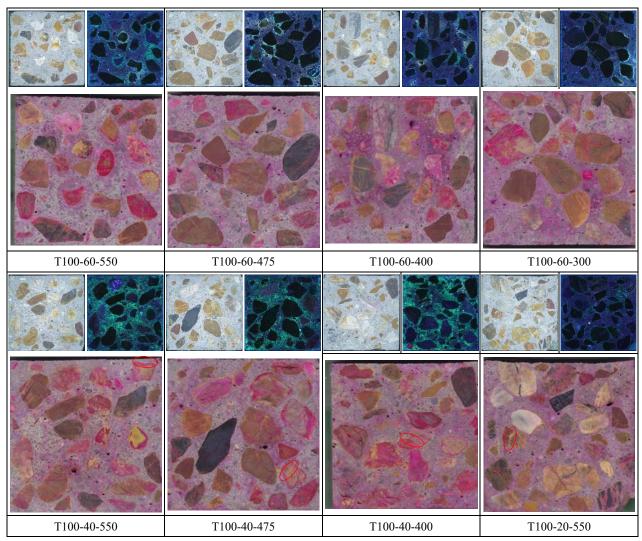


図-2 T骨材を用いた供試体の観察結果(左上:着色前,右上:蛍光法,下:着色法)

モルタル部が全体的に桃色に着色されていることと、桃色に色濃く着色されている骨材があることが確認できる。ほとんど膨張していない T100-20-550 の骨材が着色されていないことから判断して、着色された骨材には、Ca置換された ASR ゲルが生成しているといえる。黄色の着

色反応は、T 骨材が黄色がかった色相であることから判別が困難ではあるが、40°C または20°C 養生において赤丸で囲った部分などにみられるように、2 割程度の骨材の亀裂部分または骨材界面に確認された。これは、高温養生ほどASR ゲルの Ca 置換が進んでいたと考えると

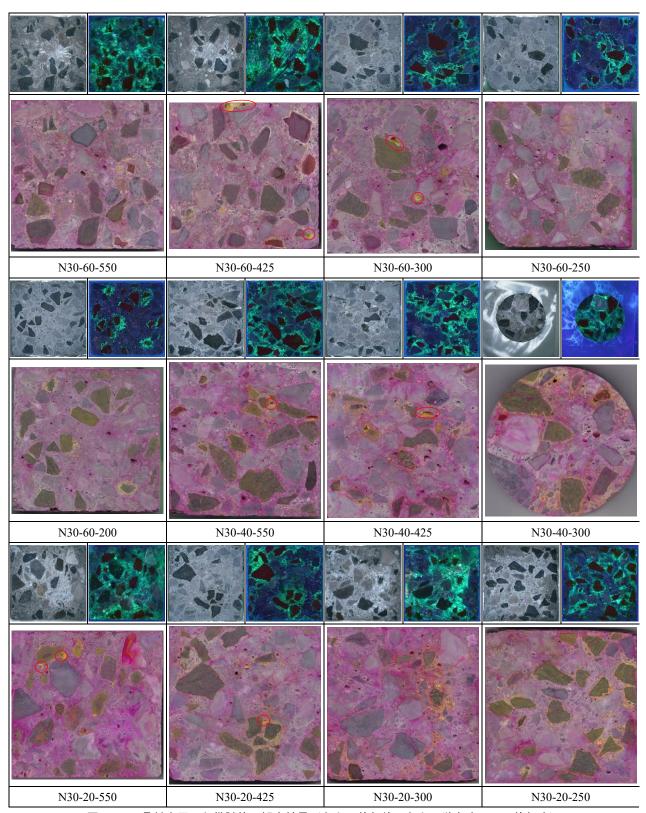


図-3 N 骨材を用いた供試体の観察結果(左上:着色前,右上:蛍光法,下:着色法)

齟齬がない。ゲルフルオレッセンス法の観察結果と比較してみると、ゲルステイン法では骨材断面内のASRゲルの有無、Ca置換の進行程度をよく観察できると考えられた。

次に、図-3に示すN骨材のシリーズの画像に着目す ると, T 骨材同様にモルタル部が全体的に桃色に着色さ れていた。N 骨材は、T 骨材の場合とは異なり、すべて が黄色に色濃く着色されており、桃色に着色された個体 はあまり確認されなかった。Guthrie and Carey は、黄色 に着色されたゲルをアルカリリッチ、桃色に着色された ゲルをアルカリプアと考察していることから 8, N 骨材 の内部には T 骨材と比較して ASR ゲルがアルカリリッ チな状態で拘束されていたと推察された。加えて、赤丸 で囲った部分などにみられるように、一部の気泡が黄色 に色濃く着色していることが確認された。ゲルフルオレ ッセンス法の観察結果と比較してみると, T 骨材と同様 に、緑色蛍光がよくみられる領域と一致している部分も あるが、必ずしも一致していないことが確認できる。以 上, T 骨材と N 骨材の観察結果をまとめると, ゲルフル オレッセンス法と比較して, 骨材内部におけるゲルの存 在がより明確に観察できることが確認された。一方で, モルタル部表面においては、ゲルフルオレッセンス法の ほうが明確にゲルの存在を観察できるため、どちらか一 方の観察法に頼るよりも, 両観察法を併せて実施するこ とで、ASR ゲルの観察の手助けになるといえる。

図-4 に示すように、画像分析から定量した黄色部面積に着目すると、T 骨材のシリーズの値が、N 骨材のシリーズと比較して、大きいことがわかる。これは、前述のように、T 骨材がもともと黄色がかった色相であったためと考えられる。一方で、促進温度やアルカリ量との相関は明確には確認できなかった。図-5 に示すように、画像分析から定量した桃色部面積に着目すると、黄色部面積に比べてかなり大きな値であることが確認できる。これは、モルタル部が全体的に桃色に着色されたことによると考えられるが、ゲルフルオレッセンス法と比較してみたときに、必ずしも ASR ゲルによる染色ではないと推察された。促進温度やアルカリ量との相関は、黄色部面積同様に明確な相関は確認できなかった。

次に、得られた面積を最大膨張量と比較したものをそれぞれ、図-6、図-7に示す。図-6に示されるように、 黄色部面積は、決定係数は低いものの最大膨張量と負の 相関があることが確認された。これは、T 骨材の黄色が かった色相の範囲がほぼ重なっていることにより T 骨材 のシリーズでは、黄色部を過剰に定量してしまう画像分 析におけるアーティファクトだと考えられた。一方、図 -7に示されるように桃色部面積と最大膨張量の間には 相関関係は見られなかった。これは、モルタル部全体が

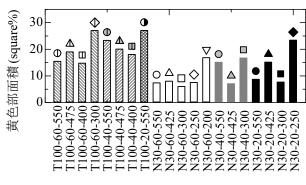
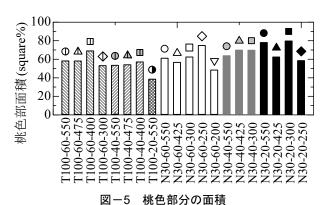


図-4 黄色部分の面積



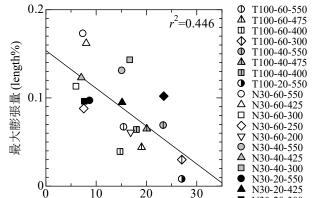


図-6 黄色部分の面積と最大膨張量の関係

黄色部面積 (area%)

N30-20-300

N30-20-250

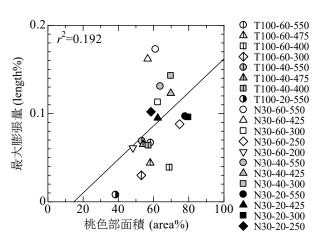


図-7 桃色部分の面積と最大膨張量の関係

桃色に着色されていたことによるものと考えられる。

以上の結果を踏まえると、二重着色法は、骨材内部および界面の ASR ゲルの観察には一定の有効性があるが、ASR 膨張量の推定にはあまり有効性がないといえる。既報におけるゲルフルオレッセンス法による蛍光面積と最大膨張量との関係を鑑みると、今回の検討の範囲内ではゲルフルオレッセンス法による蛍光面積が ASR 膨張量には有用である可能性が示唆されたが、構造物から採取したコアの簡易な ASR ゲルの観察から、コンクリート膨張量を予測する手法の模索に努めたい。

# 4. まとめ

本検討では、促進コンクリートプリズム試験(CPT)を終え、保管されていた試験体に対して、断面を切り出し、アルカリシリカゲル(ASR ゲル)の観察方法として知られる二重着色法(ゲルステイン法)およびゲルフルオレッセンス法を適用し、両手法から得られる観察結果および CPT 試験における最大膨張量との比較を行った。得られた結果を以下に示す。

- 1) ゲルフルオレッセンス法における緑色蛍光部,二重 着色法 (ゲルステイン法) における黄色部, 桃色部 は,必ずしも一致しないことが確認された。
- 2) 二重着色法 (ゲルステイン法) は, ゲルフルオレッセンス法ではあまり蛍光が確認されなかった, 骨材断面の亀裂部と骨材界面の極近傍において黄色または桃色に染まることが確認された。
- 3) ゲルフルオレッセンス法(蛍光法)は、二重着色法 (ゲルステイン法)ではあまり染色が確認されなか った、モルタル断面上において緑色蛍光が確認され た。
- 4) ゲルフルオレッセンス法における蛍光部面積が、最大膨張量と決定係数は低いものの正の相関が確認できる。

#### 謝辞

本検討の一部は、JSPS 科研費基盤研究(B) 16H04389、および公益社団法人日本コンクリート工学会研究助成金を受けて実施したものです。また、本検討に用いた供試体の提供については、九州大学技術職員山本大介氏、大学院生(当時)田中暁大氏より多大なるご支援をいただきました。ここに記して深甚なる謝意を表します。

# 参考文献

- 1) 佐川康貴,山田一夫,鳥田慎也,小川彰一:コンク リートプリズムを用いた 60°C 加速養生によるアル カリシリカ反応性の評価に関する研究,コンクリー ト工学年次論文集, Vol.36, No.1, pp.1120-1125, 2014
- Yamada, K. et al.: CPT as an evaluation method of concrete mixture for ASR expansion, Construction and Building Materials, Vol.64, pp.184-191, 2014
- 3) 日本コンクリート工学会: ASR 診断の現状とあるべき姿研究委員会報告書, pp.1-482, 2014
- 4) 参納千夏男, 丸山達也, 山戸博晃, 鳥居和之: ゲルフル オレッセンス法による ASR 簡易診断手法の開発, コン クリート工学年次論文集, Vol.35, No.1, pp.973-978, 2013
- Natesaiyer, K., Hover, K.C.: Insitu identification of ASR products in concrete, Cement and Concrete Research, Vol.18, No.3, pp.455-463, 1988
- Natesaiyer, K.C., Hover, K.C.: Further study of an insitu identification method for alkali-silica reaction-products in concrete, Cement and Concrete Research, Vol.19, No.5, pp.770-778, 1989
- 7) 五十嵐豪,山田一夫,小川彰一:ゲルフルオレッセンス法による ASR ゲルの観察条件に関する一考察,コンクリート工学年次論文集,Vol.38,No.1,pp.1047-1052,2016
- Guthrie, G. D., Carey, J. W., A simple environmentally friendly, and chemically specific method for the identification and evaluation of the alkali-silica reaction, Cement and Concrete Research, Vol. 27, No.9, pp. 1407-1417, 1997
- 9) 嶋瀬敬祐,山川博樹,川村満紀:二重着色法(ゲルス テイン法)による ASR の判定および進行程度の推定, コンクリート工学, Vol.56, No.3, No.227-234, 2018
- Yamada, K. et al.: Importance of alkali-wrapping in concrete prism tests, Proceedings of 14th International conference on alkali aggregate reaction, No.84, 2015
- Igarashi, G. et al.: Image analysis of alkali-aggregate gel in concrete prism test with alkali-wrapping, Proceedings of 14th International conference on alkali aggregate reaction, No.85, 2015