

コンクリート中の塩化物イオン濃度の測定(Ⅱ) —PIXE 法の適用—

住重試験検査 正会員 ○諸隈成幸 坂根仁 永野章 西原善明
広島大学工学研究科 西山文隆

1. はじめに

コンクリート建造物の塩害とは、様々な要因でコンクリート中に混入した塩化物イオン(Cl^-)によって構造物中の鋼材が腐食し、体積変化が生じた結果、コンクリートにひび割れ、剥落が発生し、部分耐力が低下する現象である。

コンクリート中の塩化物イオン測定には、一般的に電位差滴定法が用いられているが、試料調製・分析に手間がかかり、分析コストが高い等の課題がある。筆者らはこれまで測定が簡便な即発ガンマ線分析法(Prompt Gamma-ray Analysis: PGA)により同分析を行い、適応可能であることを確認している¹⁾。しかし、現在国内で PGA が実施可能な施設は、日本原子力開発機構の研究用原子炉のみであり、汎用性に乏しい。荷電粒子励起 X 線 (Particle Induced X-ray Emission: PIXE) 分析法は、バンデグラフ加速器やサイクロトロン等の比較的小型の加速器で発生させた数 MeV オーダーのイオンビームを試料に照射し、放出される特性 X 線から元素の定性・定量を行う分析方法である。本研究では、コンクリート中の塩化物イオン濃度を PIXE 法により測定し、その適応可能性を検討することを目的とする。

2. 荷電粒子励起 X 線分析法 (PIXE 法)

PIXE 法とは、MeV オーダーに加速した水素イオン(H^+)やヘリウムイオン(He^{2+})などを試料に照射し、内殻電離の結果放出される特性 X 線のエネルギー・強度から元素の定性・定量を行う分析手法である。特性 X 線のエネルギーは元素固有であるために多元素定性分析が、X 線強度は元素量に比例するため定量分析が同時に行える。PIXE では Na から U までの元素を数 ppm レベルで分析可能とされている。特性 X 線による元素分析手法として、電子線マイクロアナライザ分析 (Electron Probe Micro Analysis: EPMA) や蛍光 X 線分析 (X-Ray Fluorescence: XRF) があるが、PIXE は制動放射によるバックグラウンド X 線の発生が少ないため、SN 比が非常によく、数百 μg ～数 mg 程度の微量試料で分析可能である。医学・生物・環境試料・考古学等の分野で主に用いられている。

3. 塩化物イオン濃度測定実験

実験は広島大学工学研究科の AN-2500 型バンデグラフ加速器を用いて行った。1.25MeV の水素イオン(H^+)を真空チャンバー内に入れた試料に照射し、試料から発生する塩素の K-X 線 (2.62keV) とカルシウムの K-X 線 (3.69keV) を Si(Li)X 線検出器で測定した。

ポルトランドセメントに既知量の塩化アンモニウム (NH_4Cl) を塩化物イオン濃度 0.1～8wt% の範囲で添加した標準試料を調製し、カルシウムに対する塩化物イオン濃度の関係を表す検量線を作成した。さらに、長年海岸沿いにさらされて飛来塩分の浸透が予想されるコンクリートをコア抜きし、表面から深さ方向に 1cm 刻みで採取した試料を準備した。コンクリート試料は乳鉢でセメントと骨材を細かく磨り潰して微粉末にし、写真 1 のように少量の試料を電頭用カーボンテープの上に薄く塗布した。試料を塗布したターゲットは縦に 12 個並べて測定チャンバーに挿入する。サンプリングによるばらつきも考慮し、同一試料につき 3 個のター

キーワード コンクリート、塩化物イオン、PIXE、特性 X 線

連絡先 〒799-1393 愛媛県西条市今在家 1501 住重試験検査株式会社 TEL:0898-64-6949

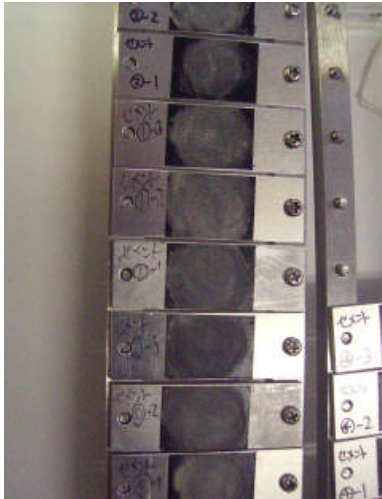


写真1 ターゲットホルダーの写真

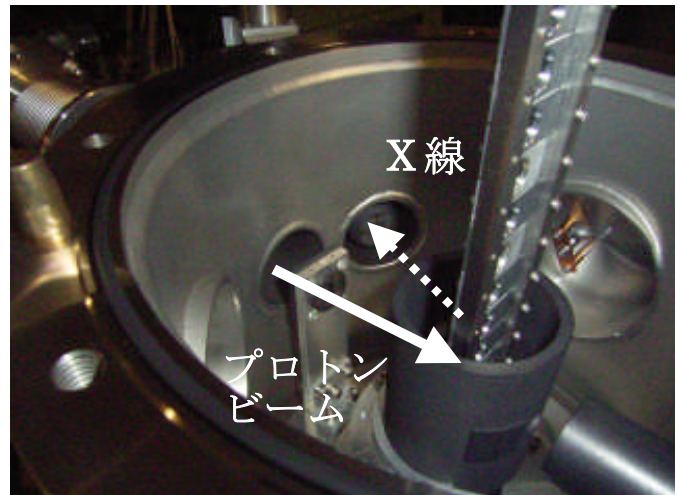


写真2 測定チャンバー内部の写真

ゲットを調製・分析した。測定結果の信頼性を確認するために、同じ試料を即発ガンマ線分析でも行っている。

写真2のように、ターゲットホルダーはプロトンビーム軸上に配置され、発生した X 線はビーム入射方向に対して 150 度の角度に設置した Si(Li) X 線検出器で測定する。ターゲットの交換はターゲットホルダーを遠隔操作により上下移動する事で行う。Si(Li) X 線検出器と試料間距離は、検出器の計数率を調整するために連続的に変えることができる。

4. 実験結果

塩化物イオン濃度と、塩素とカルシウムの X 線強度比の関係を表す検量線を作成した。これに基づいて、海岸沿いに放置されていたコンクリート体中に含まれる塩化物イオンの濃度分布を、表面から深さ方向に対して約 10cm まで調べた。その実験結果を図 1 に示す。同一試料につき、3 個のターゲットを調製して測定を行ったところ、結果に 10% 程度のばらつきが見られた。PIXE で得られた値の平均値は、即発ガンマ線分析で決定した値と 20% 程度の違いが見られたが、全体の傾向はよく一致することを確認した。

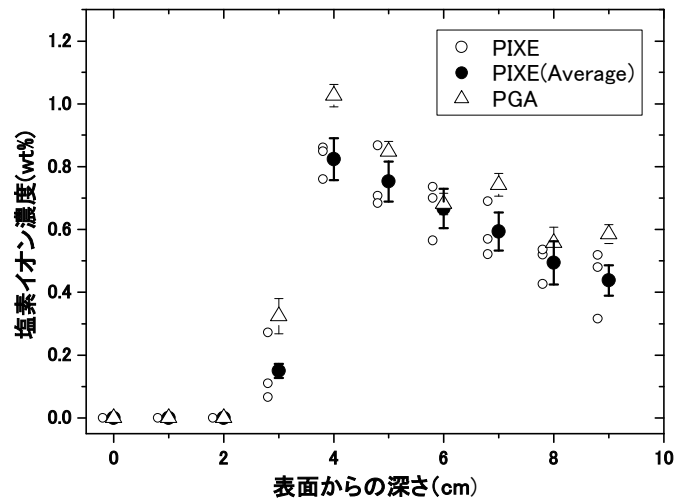


図1 飛来塩分が浸透したコンクリート体の塩化物イオンの深さ方向分布

5. まとめ

セメント中に含まれる 0.1wt% 程度までの塩化物イオン濃度の分析に、PIXE 法が適用可能であることを確認した。同一試料でのデータのばらつきは、試料の均一度を高める調製方法を採用する事で減少させることが可能であると予測している。

参考文献

- 1) 荒居祐基, 坂根仁, 永野章, 西原善明, 酒井陽一, 瀬川麻里子, 関谷祐二, 松江秀明: コンクリート中の塩化物イオン濃度の測定(I) —即発ガンマ線分析の適用—, 土木学会第 62 回年次学術講演会, 平成 19 年 9 月