

## ハンドヘルド型蛍光 X 線分析計を用いたコンクリート中の塩分測定に関する検討

応用地質株式会社 正会員 ○辻下 真貴, 応用地質株式会社 正会員 土屋 秀二, 応用地質株式会社 柿原 芳彦

### 1. はじめに

近年、高度成長期に整備したインフラの老朽化が進み、その補修が喫緊の社会問題とされている。特に、海沿いや寒冷地の橋梁において塩害を要因とする劣化が約 17%確認<sup>1)</sup>されるなど、老朽化が加速している。一方、補修箇所選定の為の点検箇所も膨大で、調査方法を省力化・効率化する必要がある。そこで、コンクリート中の塩分の測定では、高コストで複雑な公定法に代わり、簡易な蛍光 X 線法が広く普及されつつある。しかし、蛍光 X 線法は簡易な故、分析計や測定対象物の特性が加味されない結果を得る可能性がある。本報告では、塩分を混入したコンクリート標準試料について、公定法、蛍光 X 線法等で塩分測定を行った。その結果、蛍光 X 線分析計の測定値と公定法の値には差が生じるが、補正を行うことで塩分評価を行うことが可能であり、蛍光 X 線法を用いた塩分の測定の「省力化・効率化」を確認した。

### 2. 目的

コンクリートの塩化物イオン量の測定（公定法）は、専門知識や専用の器具、化学薬品の使用、煩雑な作業により時間がかかるといった特徴がある。そこで、公定法に代わる効率的な手法として、ハンドヘルド型蛍光 X 線分析計が測定に利用されるようになってきたが、分析計に組み込まれたデータ処理システム（検量線など）がそのままコンクリート試料に使用できるとは限らない。本報では、公定法と蛍光 X 線法、そして現場簡易測定として広く使われるソルメイト法を比較し、蛍光 X 線法の適用性の検討を行った。

### 3. 実験方法

コンクリートの供試体を作成したのち、サンプルを採取・調整して各試験法で測定、比較した。各操作方法的詳細を以下に示す。

#### 1) コンクリート標準試料の作成方法

打設時に塩化ナトリウムを混入したコンクリート供試体（100×100×400mm）を表 1 に示す配合条件で作製した。塩化物イオン添加相当量は 0, 0.6, 1.2, 2.5, 5.0, 15 kg/m<sup>3</sup> の 6 種類とした。供試体は、1 ヶ月以上の材齢経過後の供試体の中心部より、φ20mm のドリルを用いて「JSCE-G 573-2003」に準じドリル粉を採取した。ただし、公定法用の試料はドリル粉を振動ミルで粉砕し、粒径 150 μm 以下とした。

#### 2) 測定方法

##### ①公定法

公定法は「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」

（JIS A 1154:2012）であり、コンクリート構造物の塩害調査において、鋼材の腐食限界値（1.2 kg/m<sup>3</sup>）<sup>2)</sup>と対比する上で標準的に実施される。試料 20g に 2 mol/L の硝酸を加え加熱・濾過後の溶出液の塩化物イオン量を硝酸銀滴定法で求めた。公定法は、低濃度（定量下限値の換算値として 0.023kg/m<sup>3</sup>）まで精度良く測定できるが、操作が煩雑で酸蒸気が発生する等、化学分析の力量や設備が必要である。試験時間は正味 3 日を要する。

##### ②蛍光 X 線法

蛍光 X 線法は、試料約 3g をマイラーカップに入れ、オリンパス（株）社製ハンドヘルド型蛍光 X 線分析装置（VANTA）を用いて測定した。測定・装置条件は、管球；銀、管電圧；50keV/40keV/15keV、X 線照射

表 1 コンクリート標準試料の配合条件

水セメント比 (W/C)	50 %
細骨材率 (s/a)	46 %
スランブ	12.0~13.5 cm
空気量	5.3 %
セメント (C)	320 kg/m <sup>3</sup>
水 (W)	160 kg/m <sup>3</sup>
細骨材 (S)	818 kg/m <sup>3</sup>
粗骨材 (G)	986 kg/m <sup>3</sup>
混和剤	250 mL/C=100kg
塩化物イオン添加相当量	0, 0.6, 1.2, 2.5, 5.0, 15 kg/m <sup>3</sup>

キーワード XRF, コンクリート, 簡易分析, 塩分

連絡先 〒331-0812 埼玉県さいたま市北区宮原町 1-66-2 応用地質(株) TEL:048-663-8612 E-mail:tsujishita-maki@oyonet.oyo.co.jp

時間（各管電圧）；30秒/45秒/30秒（計105秒）である。蛍光X線法は分析計内蔵の検量線を用いて、現場で結果（定量下限値； $0.12\text{kg/m}^3$ ）を得ることができる（単位；ppm又は%）。

### ③ソルメイト法

ソルメイト法は電量滴定法を原理とする（株）中研コンサルタント社製塩分測定器（SALMATE-100）を用いて測定した。試料10gを樹脂製の瓶に測り取り、溶出助剤と $80^\circ\text{C}$ 以上の純水を加え、1分毎に5回ほど振って懸濁させる作業を10分間実施し、常温程度まで静置放冷後の上澄み液中の塩化物イオン量を測定した。ソルメイト法は現場で結果（定量下限値； $0.12\text{kg/m}^3$ ）を得ることができる（単位；%）。試料や加熱純水の計量、試薬の添加や電極の手入れなどの作業が必要だが、簡易な作業といえる。



図1 ハンドヘルド型蛍光X線分析計による測定状況

### 3) 試験方法の特色の比較

3つの試験方法の特色（精度、作業性）を比較した。

## 4. 実験結果と考察

表2 塩化物イオン量の測定結果

標準試料添加 塩分濃度 ( $\text{kg/m}^3$ )	測定値 ( $\text{kg/m}^3$ )		
	公定法	蛍光X線法 (N=3)	ソルメイト法 (N=3)
0	0.023未満	0.12未満	0.15
0.6	0.686	1.29	0.73
1.2	1.17	1.98	1.19
2.5	2.59	4.55	2.53
5.0	4.52	7.63	4.26
15	13.6	24.5	14.0

公定法と蛍光X線法、ソルメイト法による塩化物イオン量の測定結果を表2に、測定結果の対比を図2に示す。蛍光X線法、ソルメイト法ともに、公定法と良い相関性が確認できたが、蛍光X線法は公定法と一定の割合で異なる結果であった。この相違は分析計に内蔵された検量線と、測定対象物との相性によるものと考えられる。蛍光X線法と公定法で得られた結果による関係式（検量線）を用いることで、蛍光X線法でコンクリート中の塩分測定が適用できることが判明した。

また、表3に試験方法の特色比較の結果を示す。蛍光X線法は、公定法やソルメイト法に比べて必要とする試料量が少なく、単位時間当たりの測定可能数も多い。また、作業性も非常に良く、塩分測定省力化・効率化には有利である。

## 5. まとめ

蛍光X線法は効率的な手法であるが、分析計が表示した数値をそのまま使用すると、公定法との値が異なる可能性がある。一方で、公定法との相関性は良く、補正することで公定法やソルメイト法に代わる手法であり、現場でのドリル粉の測定に十分適用できると考えられる。今後、ハンドヘルド型蛍光X線分析計の利点を活かし、飛来塩分環境評価等を目的とするコンクリート構造物への直接測定による付着塩分測定についても検討していきたい。

## 6. 参考文献

- 1) 道路メンテナンス年報（平成30年度・一巡目）国土交通省道路局 令和元年8月  
[https://www.mlit.go.jp/road/sisaku/yobohozen/pdf/h30/R1\\_03maint.pdf](https://www.mlit.go.jp/road/sisaku/yobohozen/pdf/h30/R1_03maint.pdf)（2020年1月15日閲覧）
- 2) 2018年制定コンクリート標準示方書[維持管理編]，（公社）土木学会，2018年10月

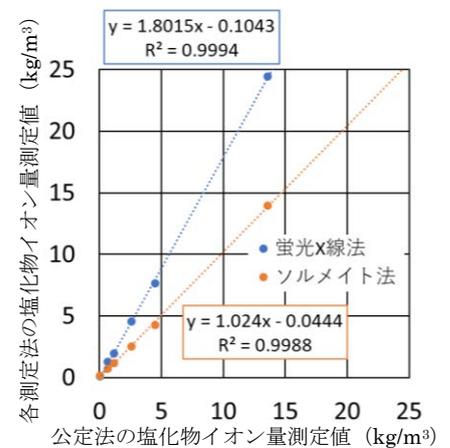


図2 異なる試験法による塩化物イオン量の測定結果の対比

表3 各試験方法の特色比較

項目		公定法	蛍光X線法	ソルメイト法
精度	定量下限値	0.001% ( $0.023\text{kg/m}^3$ )	0.005% ( $0.12\text{kg/m}^3$ )	0.005% ( $0.12\text{kg/m}^3$ )
	相関性	-	0.9999	0.9988
作業性	作業難易	難	易	やや易
	試料量	20g	3g	10g
	測定時間	3日（正味）	6分	15分
	測定可能数	20検体/10日	50検体/日	23検体/日
注意事項		-	被ばく管理	火傷



図3 直接測定イメージ