

は 24 ± 2 時間となるようとする。

8 基長のとり方

脱型直後、番号を付けた後供試体が極力乾燥しないように直ちに基長を測定する。

9 貯蔵および測定

供試体は密封した容器に温度 40 ± 2 ℃、湿度95%以上で貯蔵する。

湿度95%以上確保するための手段として、供試体の表面を吸取紙でおおうのが望ましい。吸取紙には流れない程度の水分が常に保たれていなければならぬ。吸取紙でおおう場合には容器はビニール袋でもよい。

供試体の表面を吸取紙でおおわない場合には、容器底面に温度調節した水をはり、その上に供試体を直接水が接しないように1本1本立てて配置しなければならない。

供試体が所定の材令に達したならば供試体を容器ごと少なくとも16時間、 20 ± 3 ℃に保ったのち容器を開いてその材令の測定を行う。測定の間は極力、供試体が乾燥しないようとする。

測定後は直ちに $40^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 、RH $\geq 95\%$ にもどす。

最初の 24 ± 2 時間の長さの測定の後に1つの容器に入る全ての供試体は、すべて同時に測定がくるように同じ日につくり、同時に容器に入る。

供試体は測定後、前の期間とは上下逆の位置にして容器の中に置き直す。

10 測定方法

10. 1 長さ変化の測定

測定はJIS A 1129ダイヤルゲージ法による。

測長わくは、供試体を測定する時と同じ状態に置く。

標準尺の一方のプラグの測長わくの接点を接触させ、ダイヤルゲージの先端が標準尺の軸に一致して動くようにし、スピンドルを徐々に出して、標準尺のもう一方のプラグに接触させダイヤルゲージの目盛を読む。目盛は $1/1000\text{mm}$ まで読む。スピンドルを引き、再び上記の操作を繰り返し、数値がおちついた後の目盛の読みから平均値を求め、 sX_i とする。

供試体について、上記の作業を行い X_i を求める。

供試体は常に同じ端を上にし同じ面を手前にする。ゲージと供試体の位置関係が常に同一となるようとする。

測定器、標準尺、供試体は、測定前3時間、その試験毎に定めた温度に保つ。

10. 2 外観観察

長さ変化の測定時に供試体のそりやポップアウト等の変状、表面のひびわ

れや水ガラスのゲル等の浸出物、よごれ等を観察する。

11 長さ変化率の算出

供試体の最初の長さと、測定の各材令における長さとの差を有効ゲージ長さで除し0.001%まで計算し、この期間における供試体の長さ変化率として記録する。

長さ変化率は次の式で求める。

$$\text{長さ変化率}(\%) = \frac{(X_i - sX_i) - (X_{ini} - sX_{ini})}{L} \times 100$$

ここに X_i : 材令*i*における供試体のダイヤルゲージの読み

sX_i : 材令*i*における標準尺のダイヤルゲージの読み

X_{ini} : 供試体脱型時のダイヤルゲージの読み

sX_{ini} : 同時に測定した標準尺のダイヤルゲージの読み

L : 有効ゲージ長 (ゲージプラグ内側端面間の距離)

注) X_i 、 sX_i 、 X_{ini} 、 sX_{ini} 、 L の単位は同一とする。

有効ゲージ長はゲージプラグによって長さが異なるので注意を要する。

12 測定材令

測定の材令は次のとおりとする。

脱型時 2 週

4 週 8 週

3 ヶ月 6 ヶ月

13 判 定

判定については、3本の平均値が、6ヶ月に0.100%以上の膨脹を生じた骨材は有害であるとする。なお、3ヶ月で0.050%以上の膨脹を生じたものを有害としてもよいが、3ヶ月で0.050%未満のものは6ヶ月まで試験を続けた後に判定しなければならない。

14 精 度

同一バッチから成形した全部の供試体の平均膨脹量と、個々の供試体の膨脹量との絶対値の差が0.010%以下であれば、精度は満たされていると考えてよい。

但し、平均膨脹量が0.050%を超える場合は、個々の供試体の膨脹量が平均膨脹量と±20%以上の相対差がなければ精度は満たされていると考えてよい。また個々の供試体の膨脹量がすべて0.100%以上の膨脹を示したものは精度に関係なく有害と判定してよい。なお、精度が上記のいずれにも適合しないときは、最も膨脹量の小さい供試体1本を除いた、残りの2本の供試体の平均膨脹量で判定してもよい。

15 報 告

報告は次の項目を記載する。

- (1) 骨材の産地、種別および粒度などの特記事項
- (2) セメントの種類および銘柄
- (3) セメントのアルカリ量、酸化カリウム (K_2O)、酸化ナトリウム (Na_2O) および酸化ナトリウム等量 (Na_2Oeq) 等の数値
- (4) 供試体の平均長さ変化の百分率、各測定時材令
- (5) 試験に混和材料を用いた場合には、その種類、使用量、化学分析結果等
- (6) その他試験中および試験後の供試体検査によって発見された重要な事項等の必要事項

3 骨材のアルカリシリカ反応性試験（化学法）国土交通省法

1 総 則

1.1 一 般

本試験方法は、未使用骨材およびフレッシュコンクリート中の骨材について、化学的な方法により、骨材のアルカリシリカ反応性を比較的迅速に判定する方法である。

1.2 適用範囲

本規定は、試験溶液中のアルカリ濃度減少量（Rc）および溶解シリカ量（Sc）を測定し、判定式から骨材のアルカリシリカ反応性を判定する試験方法（化学法）に適用する。

1.3 用 語

- (1) アルカリシリカ反応（ASR）：骨材中の反応性を有するシリカとコンクリートに含まれるアルカリが反応することにより生じた生成物が吸水して膨脹し、コンクリートにひびわれ等を生じさせる現象
- (2) アルカリ濃度減少量（Rc）：骨材との反応によって消費されたアルカリの量
- (3) 溶解シリカ量（Sc）：骨材とアルカリの反応によって溶出したシリカの量

1.4 関連規格

本試験方法に記述されていない事項は下記の関連規格によるものとする。

JIS A 1102	骨材ふるい分析試験方法
JIS A 5004	コンクリート用碎砂
JIS A 5005	コンクリート用碎石
JIS B 7413	浸没線付ガラス製水銀棒状温度計
JIS K 0050	化学分析方法通則
JIS K 0115	吸光光度分析のための通則
JIS K 0121	原子吸光分析のための通則
JIS K 8001	試薬試験方法通則
JIS K 8005	容量分析用標準試薬
JIS R 3503	化学分析用ガラス器具
JIS Z 8401	数値の丸め方
JIS Z 8801	標準ふるい

2 試料採取

2.1 試料採取

試料は約40kgを採取する。レデーミクストコンクリート工場において試料採取を行う場合は、粗骨材、細骨材のそれぞれについて約40kgを採取する。

3 使用装置・器具および試薬

3.1 試料調整用装置および器具

- (1) 粉碎装置 粗骨材を約5mm以下の粒度に粉碎することができるジョークラッシャー
- (2) 微粉碎装置 5mm以下の骨材を300μm以下の粒度に粉碎することができる円盤型粉碎機又はその他適当な装置。
- (3) ふるい JIS Z 8801に規定された300μmおよび150μmの網ふるい。
- (4) 乾燥器 105°Cに調節し、長時間連続使用し得る乾燥器。

3.2 アルカリシリカ反応性試験用装置および器具

- (1) 化学はかり ひょう量150g程度で感量10mgのもの、およびひょう量80g程度で感量0.1mgのもの。
- (2) 反応容器 ステンレス鋼又は適当な耐食性材料で製作された容量50～60mlの容器。気密にふたをすることができるもので、空試験時にシリカの溶出がなく、アルカリ濃度減少量10mmol/l未満のもの。
- (3) 恒温水槽 反応容器全体を沈めて静置させた状態で、80±1.0°Cに24時間以上保持することができるもの。
- (4) 水浴
- (5) 砂浴
- (6) 光電分光光度計又は光電光度計測定波長410nm付近における透過光量を十分な精度で測定できる装置。
- (7) 原子吸光光度計 高温バーナーを有し、アセチレン・酸化二窒素ガスによる測定が出来る装置。
- (8) 電気炉 最高温度1100°Cを長時間保持することができるもの。
- (9) 分析用器具類
 - (a) ホールピペット (5ml、10ml、20ml、25ml)
 - (b) ブフナー漏斗 (内径約80mm)
 - (c) ビュレット (25ml)
 - (d) メスフラスコ (100ml、1ℓ)
 - (e) 三角フラスコ (100ml)

- (f) ビーカー (100ml、200ml)
- (g) 時計皿
- (h) 共栓付ポリエチレン製容器 (30～50ml)
- (i) ポリエチレン瓶 (100ml、1ℓ)
- (j) テフロンシリンダー又はポリエチレンシリンダー (10ml)
- (k) 白金皿 (75ml又は100ml)
- (l) 白金るつぼ (30ml)
- (m) デシケーター
- (n) 吸引ろ過装置
- (o) 駒込ピペット

3.3 水および試薬

3.3.1 水

蒸留水又は同程度以上の純度を有する水を用いる。

3.3.2 試薬

試薬は、JIS規格の試薬特級又はそれと同等以上のものを使用する。

- (1) 1N水酸化ナトリウム標準液 1.000 ± 0.010 規定で、 ± 0.001 規定まで標定したもの
- (2) 0.05N塩酸標準液 0.05 規定で、 ± 0.001 規定まで標定したもの
- (3) 過塩素酸 (60または70%)
- (4) 塩酸 (1 - 1)
- (5) ふっ化水素酸 (約47%)
- (6) 硫酸 (1 + 1)
- (7) 硫酸 (1 + 10)
- (8) フェノールフタレイン指示薬 (1%エタノール溶液) フェノールフタレイン1gをエタノール (1 + 1) 100mlに溶解し、滴瓶に入れて保存する。
- (9) モリブデン酸アンモニウム溶液 (10W/V%) モリブデン酸アンモニウム [(NH_4)₆ Mo_7O_{24} · 4H₂O] 10gを水に溶かして100mlとする。溶液が透明でない場合はろ紙 (5種C) を用いてろ過する。この溶液はポリエチレン瓶に保存する。白色沈殿が生じたら新たに作り直す。
- (10) しゅう酸溶液 (10W/V%) しゅう酸2水和物10gを水に溶かして100mlとする。この溶液はポリエチレン瓶に保存する。
- (11) シリカ標準原液 (10mmol SiO₂/ℓ) 二酸化けい素 (純度99.9%以上) を磁器るつぼに入れて、1000℃で約1時間強熱後、デシケーター中で放冷する。冷却した二酸化けい素0.601gを白金るつぼ (30ml) に

はかり取り、炭酸ナトリウム（無水）を3.0g 加えてよく混合する。徐熱してから1000℃の電気炉に入れて二酸化けい素を融解する。冷却後、温水100mlを入れたビーカー（200ml）に入れ融成物をよく溶かす。白金るっぽはよく洗净して二酸化けい素を取り出す。溶液は1ℓのメスフラスコに移し、水を加えて定容とした後ポリエチレン瓶に入れて保存する。この標準液は検量線作成のたびに調整する。

4 試料の調整

4. 1 試料の縮分

採取した骨材をよく混合し、約10kgの代表骨材を採る。

4. 2 粗粉碎

代表骨材を粉碎装置で約5mm以下に粗粉碎する。これをよく混合した後、縮分して約1kgの代表試料を採る。

4. 3 代表試料の調整

- (1) 代表試料から300～150μmの粒群をふるい分ける。150μm以下の微粉は廃棄する。
- (2) 300μm以上の粗粒部分は、微粉碎装置で、少量ずつ粉碎する。この時、150μm以下の微粉部分の割合ができるだけ少なくなるように十分に注意する。
- (3) 粉碎した代表試料は、300～150μm粒群にふるい分け、150μm以下の微粉は廃棄する。300μm以上の粗粒部分は、4. 3(2)、(3)の操作を繰り返して、300～150μmの粒群を集め。
- (4) 300μm以上の粗粒部分がなくなったら、300～150μmの粒群を混合し、150μmふるいを用いて少量ずつ流水下で水洗する。水洗により微粉を除去した試料は、約1ℓの蒸留水を用いてすすぎ洗いを行う。
- (5) 水洗試料は、ステンレス鋼製バット等の適当な容器に移し、余分の水を除去した後、105±5℃に調節した乾燥器で20±4時間乾燥する。
- (6) 冷却後、再び150μmふるいにより微粉部分を除去し、300～150μmの粒群をよく混合して試験用試料とする。

5 アルカリシリカ反応性試験

5. 1 アルカリと骨材の反応操作

5. 1. 1 要 旨

試料に1N水酸化ナトリウム標準液を加え、80℃に調節した恒温水槽で24時間反応させる。

これを吸引ろ過して試料原液を得る。なお、ろ過操作は反応容器1個ずつ順次行った方が誤差は小さくなる。

5.1.2 操作

- (1) 1試料につき $25.00 \pm 0.05\text{g}$ ずつを3個はかり取り、それぞれ3個の反応容器に入れる。次いで1N水酸化ナトリウム標準液25mlをホールピペットを用いて加え、直ちにふたをする。なお、空試験用反応容器1個も同様に操作する。
- (2) 反応容器は実験台上で交互に3回ゆっくり水平に回し、試料に付着した気泡を分離する。
- (3) 反応容器のふたをよく締め、直ちに $80 \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ の恒温水槽に完全に沈めて24時間 ± 15 分間そのまま静置する。
- (4) 所定時間に達したら、恒温水槽中から反応容器を取り出し、流水で 15 ± 2 分間冷却する。
- (5) 密閉したままの容器を上下に2回転倒させ、5分間静置した後ふたを開ける。ブフナー漏斗にろ紙（5種B5.5cm）を置き先ず上澄液を静かに吸引ろ過する。次いで容器中の残分はステンレス製スプンなどでブフナー漏斗に移し入れ、残分を軽く押して平らにし4分間吸引を続ける。ろ液は80～50mlの共栓付ポリエチレン製容器に受ける。この時の吸引ろ過時間はすべて一定にする。
- (6) ろ液の入ったポリエチレン製容器を密栓し、混合した後試料原液とする。

5.2 アルカリ濃度減少量の定量方法

5.2.1 要旨

試料原液を分取し、水を加えて希釀試料溶液とする。この一部を分取し、フェノールフタレイン指示薬を用いて0.05N塩酸標準液で滴定する。

5.2.2 操作

- (1) 5.1.2(6)の試料原液5mlをホールピペットで分取し、直ちに100mlのメスフラスコに移して水で定容とする。よく混合した後、この希釀溶液20mlをホールピペットで分取し、三角フラスコ(100ml)に移す。
- (2) フェノールフタレイン指示薬（1%エタノール溶液）2～3滴を加え、0.05N塩酸標準液で少量ずつ滴定して、最後の1滴でかすかな紅色が無色となったときを終点とする。
- (3) 次に、希釀試料溶液20mlを再び分取し、1回目に滴定値を参考値として、慎重に滴定を行い、ここで得た値を正式滴定値とする。

5.2.3 計算

アルカリ濃度減少量は、次式により算出する。

$$Rc = \frac{20 \times 0.05 \times F}{V_1} (V_3 - V_2) \times 1000$$

ここに、 Rc = アルカリ濃度減少量 (mmol/l)

V_1 = 5.2.2(1)で希釈試料溶液からの分取量 (ml)

V_2 = 希釈試料溶液の滴定に要した0.05N塩酸標準液量 (ml)

V_3 = 希釈した空試験溶液の滴定に要した0.05N塩酸標準液量 (ml)

F = 0.05N塩酸標準液のファクター

5.3 溶解シリカ量の定量方法

溶解シリカの定量は、次の3方法がある。

- (1) 重量法
- (2) 原子吸光光度法
- (3) 吸光光度法

5.3.1 重量法

5.3.1.1 要旨

試料原液を分取し、塩酸を加えて蒸発乾固した後、過塩素酸処理を行う。沈殿物は強熱後、ふつ化水素酸処理をする。

5.3.1.2 操作

- (1) 5.1.2(6)の試料原液5mlをホールピペットで分取し、白金皿(75ml)又はビーカー(100ml)に移す。
- (2) 塩酸(1+1)5mlを加えて混合し、ドラフト内の水浴上で蒸発乾固する。
- (3) 乾固したら過塩素酸(60または70%)8mlを加え、砂浴上で加熱し、内容物がはね飛ばないように注意して蒸発させ、過塩素酸の濃い白煙が出始めたら、時計皿でふたをし、容器の底を少し砂の中に埋えるようにして10分間加熱を続ける。
- (4) 白金皿又はビーカーを砂浴から降ろして放冷した後、時計皿に付いた内容物を水洗して回収し、塩酸(1+1)5mlおよび温水約20mlを加えてガラス棒でかき混ぜ、ゼリー状の塊をよくつぶしてから、ろ紙(5種B、11.0cm)でろ過し、温水で10回洗浄する。
- (5) 沈殿を白金るっぽ(30ml)に入れ、ろ紙上に硫酸(1+10)2、3滴を滴加してから乾燥し、炎を出さないように徐々に加熱してろ紙を炭化した後、さらに灰化する。次いで、 $1000 \pm 50^{\circ}\text{C}$ に調節した電気炉で1時間強熱し、デシケーター内で放冷した後、質量をはかる。
- (6) 白金るっぽ内を少量の水で湿し、硫酸(1+1)2、3滴および

ふつ化水素酸（約47%）10mlを加える。これをドラフト内の砂浴上で静かに加熱する。次いで、徐々に加熱して $1000 \pm 50^{\circ}\text{C}$ で5分間強熱し、デシケーター中で放冷した後質量をはかる。

5.3.1.3 計 算

溶解シリカ量は次式により算出する。

$$Sc = 3330 \times W$$

ここに、 Sc =溶解二酸化けい素 (mmol/ℓ)

W =空試験による補正を行った試料原液5ml中の二酸化けい素の質量 (g)

5.3.2 原子吸光光度法

5.3.2.1 要 旨

希釈試料溶液をアセチレン・酸化二窒素の高温フレーム中に噴霧させ、251.6nmにおける吸光度を測定してシリカ量を定量する。

5.3.2.2 標準液の作成

- (1) 3.3.2(1)のシリカ標準原液 (SiO_2 10mmol/ ℓ) から0、10、20、30、40mlを正しく分取して100mlのメスフラスコに入れ、それぞれ水を標線まで加えて振り混ぜ、ポリエチレン製容器に移す。
(SiO_2 として0、1.0、2.0、3.0、4.0mmol/ ℓ)
- (2) 市販のシリカ標準液 (Si 1000ppm) を用いる場合は、シリカ標準液を0、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0mlを正しく分取して100mlのメスフラスコに入れそれぞれ水を標線まで加えて振り混ぜ、ポリエチレン製容器に移す。(Siとして0、10、20、40、60、80、100mg/ ℓ)

5.3.2.3 検量線の作成

- (1) 原子吸光光度計のけい素用中空陰極ランプを点灯し、輝度を安定させるための最適条件に設定する。アセチレン・空気を用いてバーナーに点火した後、アセチレン酸化二窒素の高温フレームに切り換える。
- (2) 最も高濃度のシリカ標準液を噴霧させ、アセチレン・酸化二窒素の流量比、バーナーヘッドの位置等の最適条件を設定する。
- (3) 続いて各標準液の吸光度を測定し、シリカ濃度との関係線を作成して検量線とする。

5.3.2.4 操 作

5.2.2(1)で調製した希釈試料溶液の吸光度を検量線作成と同じ条件下測定する。

試料溶液の吸光度が、最も高濃度のシリカ標準液の吸光度を超えるときは、希釈試料溶液をさらに適宜正確に希釈（希釈率n）して測定する。

5. 3. 2. 5

溶液シリカ量は、シリカ標準原液 (SiO_2 10mmol/l) を用いた場合は(1)式より市販のシリカ標準液 (Si 1000ppm) を用いた場合は(2)式により計算する。

$$Sc = 20 \times n \times A \times \frac{1}{28.09} \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

ここに、 S_c = 溶解シリ力量 (mmol/l)

n = 希积倍率

C = 検量線から求めたシリカ量 (SiO₂ mmol/l)

A = 検量線から求めたシリカ量 (Si mg/ℓ)

5.3.3 吸光光度法

5.3.3.1 要旨

希釈した試料溶液中のシリカとモリブデン酸アンモニウムとを反応させた後、硫酸を加える。これを410nm付近で吸光度を測定してシリカ量を定量する。

5. 3. 3. 2 検量線の作成

- (1) 3. 3. 2(11)のシリカ標準原液 (SiO_2 10mmol/l) から 0、1.0、2.0、3.0、4.0mlを正しく分取して100mlのメスフラスコに入れ、それぞれ約50mlとなるように水を加える。 $(\text{SiO}_2$ として 0、0.1、0.2、0.3、0.4mmol/l)
 - (2) モリブデン酸アンモニウム (10%) 2 mlおよび塩酸 (1 + 1) 1 mlを加えて振り混ぜる。15分間静置した後、しゅう酸溶液 (10%) 1.5mlを正しく加え、水を標線まで加え振り混ぜる。
 - (3) 市販のシリカ標準液 (Si 1000ppm) を用いる場合は、シリカ標準液10mlを正しくはかり取って100mlのメスフラスコに入れ、水を標線まで加えて振り混ぜる。この溶液から、0、2.0、4.0、6.0、10.0mlを正しく分取して100mlのメスフラスコに入れ、それぞれ約50mlとなるように水を加える。 $(\text{Si}$ として、0、2.0、4.0、6.0、10.0mg/l)
 - (4) 以下、5. 3. 3. 2(2)と同様に操作する。
 - (5) 各標準液は5分±10秒間静置し、水を対照液として、410nm付近

の波長で吸光度を測定し、シリカ濃度との関係より検量線を作成する。

5.3.3.3 操 作

- (1) 5.2.2(1)で調製した希釀試料溶液10mlをホールピペットで分取して100mlのメスフラスコに移す。
- (2) 約50mlとなるように水を加えた後、5.3.3.2(2)と同様に操作する。
- (3) 5分間±10秒間静置した後、検量線作成時と同じ条件で吸光度を測定する。吸光度が0.1～0.6の範囲を外れた場合には、試料溶液の濃度を適宜調整した上で改めて測定を行う。

5.3.3.4 計 算

溶解シリカ量は、シリカ標準原液 (SiO_2 10mmol/l) を用いた場合は(1)式より、市販のシリカ標準液 (Si 1000ppm) を用いた場合は(2)式により計算する。

$$Sc = 20 \times n \times C \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

$$Sc = 20 \times n \times A \times \frac{1}{28.09} \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

ここに、 Sc =溶解シリカ量 (mmol/l)

n =希釀倍率

C =検量線から求めたシリカ量 (SiO_2 mmol/l)

A =検量線から求めたシリカ量 (Si mg/l)

6 試験結果のまとめ

6.1 試験結果の表示

各測定値はmmol/l 単位で表わし、整数に丸める。

6.2 許容精度

アルカリ温度減少量及び溶解シリカ量のそれぞれ3個の測定値は、いずれもその平均値との差が10%以内でなければならない。ただし、Rc、Sc共100mmol/l 以下の場合には、平均値との差が10mmol/l 以内であればよい。

試験結果が上記の範囲をこえるときは、再試験を行う。

7 骨材のアルカリシリカ反応性の判定

7.1 骨材のアルカリシリカ反応性の判定

骨材のアルカリ反応性の判定は、 $Sc \geq 10\text{mmol/l}$ かつ $Rc < 700\text{mmol/l}$ のとき $Rc \leq Sc$ を有害とし、それ以外は無害とする。

別様式

コンクリート中の塩分測定表

工事名

請負者名

測定者氏名 立会者氏名 (監)	測定値 (%) 又は空欄 1	塩分量 (kg/m ³)	測定者氏名 立会者氏名 (監)	測定値 (%) 又は空欄 1	塩分量 (kg/m ³)
測定年月日 工種 コンクリートの 種類	測定番号 2		測定年月日 工種 コンクリートの 種類	測定番号 2	
コンクリートの 製造会社名	3		コンクリートの 製造会社名	3	
計	平均値		計	平均値	
混合剤の種類	m^3 当り m^3 使用量		セメントの種類	m^3 当り m^3 使用量	
セメントの種類			単位水量		
単位水量	kg/m ³		測定器名		
測定器名					

備考：測定結果に対する処置を講じた事項等を記入する。

備考：測定結果に対する処置を講じた事項等を記入する。

注 塩分濃度を(%)で測定した場合は、次式で塩分量を求める。
塩分量(kg/m³) = 単位水量(kg/m³) × 測定値 ÷ 100

(B-4)