

### (3) シリカ含有量試験方法<sup>6)</sup>

浸透固化処理工法において使用する薬液の固化成分は、シリカ ( $\text{SiO}_2$ ) ゲルである。このため、薬液により間隙を充填された土は、シリカ分が増加している。改良土に含まれるシリカ含有量の増加と一軸圧縮強さとの間に、相関関係があり、シリカ含有量試験することにより改良効果を判定することができる。

当工法におけるシリカ含有量試験は、土粒子間隙に充填されたシリカゲルを、高濃度のアルカリで溶出させ、その溶出量を測定するものであるが、多くの土粒子は構成成分としてシリカ分が含まれており、非結晶形態のシリカは薬液由来のシリカと同様にアルカリで溶出される。よって、当工法ではシリカ含有量を測定する場合は、薬液でのシリカ増量分を測定する意味で、施工前後の地盤に含まれるシリカの増量分を測定する。

溶性ケイ酸のうち、粒子の大きいコロイド状ケイ酸は比色法では呈色しないこともある。また、防錆剤としてのポリケイ酸は本法では測定されない。検液を、ICP-AES（上水試験方法）もしくは高温フレーム AAS にてシリカ濃度を測定する。なお、ICP を用いる場合、少なくとも 1 波長以上の測定波長以外の波長を計測し、妨害の有無を確認する。AAS を用いる場合、妨害が予測される場合には、標準添加法を用いて測定する。

(注)本試験法は希水酸化カリウムによるシリカの溶出量の測定であり、全量分析のように土試料を分解して測定する含有量ではない。

#### 1) 抽出分析のための溶出法（前処理）

前処理は、ICP 発光分光分析法および原子吸光光度法に共通の溶出法である。

- ① 試料の土粒子を壊さない程度に粉砕する。
- ② 乾燥試料を用いる場合、試料を  $20\text{g} \pm 0.2\text{g}$  PP 製容器に測りとり、これに 10(w/w)%水酸化カリウム溶液を 100ml 添加する。湿潤試料を用いる場合、含水比を測定し、乾燥試料として 20g となるように湿潤試料を PP 製容器に測り取る。試料に含まれる水と合算して 100ml となるように水酸化カリウム溶液を添加する。このとき、合算した水酸化カリウム溶液濃度が 8～12(w/w)%となるように添加する水酸化カリウム溶液濃度を調整する。
- ③ ②をオートクレーブを用いて、120℃、30 分加熱する。
- ④ ③を除冷後、遠心分離機で 3000G、15 分遠心分離し、上澄みをシリカ濃度測定検液とする。

(注) 試料に大きな礫、木片などが含まれる場合には、適宜除去する。また、試料中の礫分が多量の場合には、溶出操作を 5 倍スケールもしくは 10 倍スケールでおこなう。

#### 2) ICP 発光分光分析法（上水試験方法に準拠：公益社団法人 日本水道協会）

原理

本法は、試料中のケイ酸を ICP 発光分光分析法により波長 251.612nm の発光強度を測定し、ケイ酸濃度求める方法である。

本法の一般的な定量範囲<sup>注1</sup>は、ケイ酸として 0.1～10mg/L で、定量下限値 0.1mg/L 付近における測定精度は CV10%以下である。

(注) 濃度範囲は、その分析条件において、各標準液の変動係数及び誤差率を確認して設定する。本法では、溶液中のシリカ濃度が高いため、変動係数を確認した上で、定量上限値を上記範囲から逸脱してもよい。

#### 試薬

- ① 内部標準原液 (1mg/mL) : 酸化イットリウム ( $Y_2O_3$ ) 0.318g をビーカーに採り、硝酸 5mL と少量の精製水とを加えて加熱溶解し、冷後、250mL メスフラスコに移し、ビーカーは精製水で洗い、洗液もメスフラスコに合わせ、精製水を加えて全量 250mL とする。本溶液は、冷暗所に保存する。

(注) 精度面で有利な、より波長の近いインジウム(325.609nm)を内標に用いてもよい。

- ② 内部標準液 (0.005mg/mL) : 酸内部標準原液 5mL を正確に 1L メスフラスコに採り、精製水を加えて全量 1L とする。本溶液は、使用の都度調整する。

- ③ ケイ酸標準液(0.1mg  $SiO_2$ /ml) : ヘキサフルオロケイ酸ナトリウム (ケイフッ化ナトリウム) ( $Na_2SiF_6$ )0.313g をメスフラスコ 1L に採り、精製水で溶かして全量を 1L とする。

(注) 市販のケイ素標準液 (ケイ酸カリウム、ケイ酸ナトリウム) を用いてもよい。

#### 3) 器具及び装置

##### ICP 発光分光分析装置

#### 試験操作

- ① 前処理 : 検水 50mL (検水に含まれるケイ酸濃度が高濃度の場合は、精製水を加えて適宜希釈し調整したもの) を採り、内部標準液 5mL を加え、これを試験溶液とする。なお、内部標準液は前処理の任意の段階での添加又は分析装置の自動添加でもよい。

- ② 分析<sup>注1</sup> : (1)で得られた試験溶液を ICP 発光分光分析装置に導入し、ケイ酸の波長 251.612nm 及びイットリウムの波長 371.029nm の発光強度を測定して、イットリウムに対する対象金属の発光強度比を求める。

- ③ 検量線の作成 : ケイ酸標準液 0、0.05～5mL を段階的に数個のメスフラスコ 50mL メスフラスコに採り、各々に精製水を加えて 50mL とする。以下、(2)と同様に操作してケイ酸の濃度 (mg/L) と発光強度比との関係を求める。なお、内部標準液の添加は、試験溶液と同様とする。

- ④ 濃度の計算 : (2)で求めた検液の発光強度比を(3)の検量線に照らしてケイ酸の濃度(a mg/L)を求め、次式によって試料 1L 中の溶性ケイ酸の mg 量を算出する。

$$\text{ケイ酸 (SiO}_2 \text{ mg/L)} = a(\text{mg/L}) \times \text{希釈倍率}$$

市販のケイ素標準液を使用した場合は、

$$\text{ケイ酸 (SiO}_2 \text{ mg/L)} = a(\text{mg/L}) \times \text{希釈倍率} \times 60.1/28.1$$

- ⑤ 含有量への換算 : 土壌の含有量試験法では、試料の乾燥重量当りの濃度 (mg/g) に換算した値を「含有量」と定義されている。

$$\text{ケイ酸 (SiO}_2 \text{ mg/g)} = \text{ケイ酸 (SiO}_2 \text{ mg/L)} / (20 \times (1000/100))$$

(注) 測定の条件及び手順は装置によって差があるので、その装置にあった条件を設定する。

### 3) 原子吸光光度法「JISA1145：骨材のアルカリシリカ反応性試験方法（化学法）に準拠」

#### 原理

原子吸光光度法本法は、希釈試料溶液をアセチレン・酸化二窒素の高温フラーム中に噴霧させ、波長 251.6nm における吸光度を測定し、シリカ量を定量する。そのための準備、操作及び計算は次のとおりとする。

#### ① 検量線用溶液の調整、

検量線用溶液の調整は、次による。

市販ケイ素標準液(Si 1000mg/L)を、0mL、1.0mL、2.0mL、3.0mL、4.0mL、6.0mL、8mL、及び 10mL を正しく分採りして 100mL の全量フラスコに入れ、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 0mg/L、10mg/L、20mg/L、40mg/L、60mg/L、80mg/L、及び 100mg/L)。

#### ② 検量線の作成

検量線の作成は、次による。

ア 原子吸光光度計のケイ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に点火した後、アセチレン・酸化二窒素の高温フラームに切り替える。

イ 最も高濃度の検量線溶液を噴霧させ、アセチレン・酸化二窒素の流動比、バーナーヘッドの位置などの最適条件を設定する。

ウ 次いで各検量線用溶液の吸光度を測定し、シリカ濃度又はケイ素濃度との関係線を作成して検量線とする。

③ (前処理④) で調整した希釈資料溶液の吸光度を検量線作成と同じ条件で測定する。試料溶液の吸光度が、高濃度の検量線用溶液の吸高度を超えるときは、希釈試料溶液を更に適宜正確に希釈(希釈倍率  $\eta$ ) して測定する。

#### ④ 濃度の計算

$$\text{ケイ酸 (SiO}_2 \text{ mg/L)} = a(\text{mg/L}) \times \text{希釈倍率} \times (60.1/28.1)$$

⑤ 含有量への換算：土壌の含有量試験法では、試料の乾燥重量当りの濃度 (mg/g) に換算した値を「含有量」と定義されている。

$$\text{ケイ酸 (SiO}_2 \text{ mg/g)} = \text{ケイ酸 (SiO}_2 \text{ mg/L)} / (20 \times (1000/100))$$

4) 試験状況



写真-1 溶出加熱① (前処理)



写真-2 溶出加熱② (前処理)



写真-3 加熱後 (前処理)

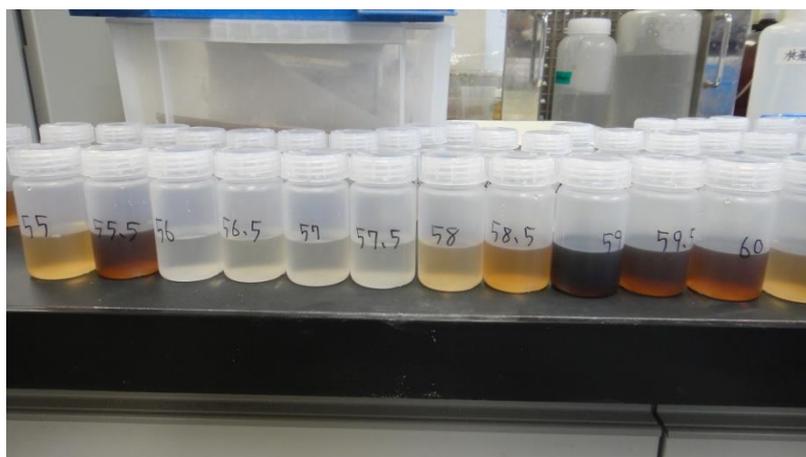


写真-4 検液① (前処理)



写真-5 ICP 測定



写真-6 原子吸光光度測定