

論文 フレッシュコンクリートの塩化物イオン濃度試験における試料ろ液の採取方法に関する研究

齊藤 丈士*¹・中田 善久*²・長井 義徳*³・棚野 博之*⁴

要旨：高強度コンクリートなどの粘性が高くブリーディング量が著しく少ないコンクリートは、塩化物イオン濃度試験に供する試料ろ液の採取に多大な労力及び時間を要するため、試料ろ液の採取をできるだけ容易にするフレッシュコンクリート試料の水による希釈方法を提案し、この希釈方法における各種要因の変化が塩化物イオン濃度試験結果に与える影響を検討した。この結果、希釈に用いるフレッシュコンクリート試料の量および希釈後試料からの試料ろ液の抽出方法が試験結果に及ぼす影響は小さいことを示した。

キーワード：塩化物イオン濃度、希釈方法、試料ろ液、希釈倍率、吸引ろ過、加圧ろ過

1. はじめに

RC構造物中の鉄筋は、塩分が一定量以上存在するとコンクリートが中性化していない場合でも腐食することがあるため、JIS A 5308やJASS5ではコンクリートの塩化物含有量の上限を規定^{1),2)}している。これに対し、生コンの生産者は、コンクリートに含まれる塩分の総量がJISの規定を満足するように原材料の塩化物含有量を管理しており、施工者は、生コンの受入検査においてコンクリートの塩化物含有量を測定し、規定を満足するコンクリートを構造物に打ち込んでいる。一方、近年、高性能AE減水剤を用いた低水粉体比で粘性の高いコンクリートが普及してきたが、塩化物イオン濃度試験に供する試料ろ液の採取に多大な時間および労力を要する場合や必要量の試料ろ液が採取できず生コンの受入検査において塩化物含有量を測定できない場合がある。このため、粘性の高いコンクリートから試料ろ液を容易に採取できる方法が必要であるが、現状では、迅速に試料ろ液を採取できる標準的な方法は存在しない。

そこで、本研究は、粘性の高いコンクリート

からの試料ろ液の採取を極力容易にする方法（フレッシュコンクリートに水を添加してかくはん・静置した試料の上部の懸濁水から試料ろ液を抽出する方法。以下、希釈方法と称する）を提案し、この方法における各種の要因が試験結果に与える影響を明らかにするために、実験的な検討を行ったものである。

ここでは、希釈方法により作業時間を短縮するとともに、希釈方法において変化するコンクリート試料の量、希釈倍率、試料ろ液の抽出方法ならびに塩化物イオン濃度試験方法の違いが試験結果に与える影響について述べる。

2. 希釈方法の概要

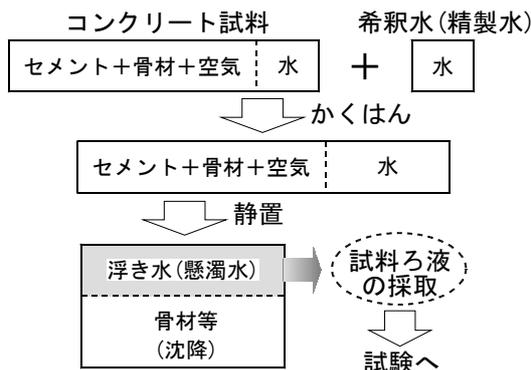
提案する希釈方法は、計画配合(調合)からコンクリート試料に含まれている水の量を計算によって求め、これを所定の倍率に希釈するために必要な量の精製水(Clイオンを含まない水)を添加してかくはんし、静置した後に希釈されたコンクリート試料の上部の懸濁水より塩化物イオン濃度測定のための試料ろ液を抽出するものである。希釈方法の概要を図-1に示す。

*1 (株)内山アドバンス 中央技術研究所 研究員 博士(工学) (正会員)

*2 日本大学 理工学部 建築学科 准教授 博士(工学) (正会員)

*3 太平洋マテリアル(株) 開発研究所 建築材料グループ サブリーダー (正会員)

*4 (独)建築研究所 材料研究グループ 上席研究員 博士(工学) (正会員)



図－1 希釈方法の概要

表－1 コンクリートの調合

| 水セメント比 (%) | スランプフロー (cm) | Cl ⁻ 濃度* (%) | 単位量 (kg/m ³) | | | | |
|------------|--------------|-------------------------|--------------------------|------|-----|-----|-------|
| | | | 水 | セメント | 細骨材 | 粗骨材 | 混和剤 |
| 40 | 50 ±7.5 | 0.064 | 170 | 425 | 881 | 822 | 6.375 |
| | | 0.218 | | | | | 6.800 |
| | | 0.373 | | | | | 6.800 |
| 30 | 60 ±10.0 | 0.066 | 170 | 567 | 765 | 822 | 9.639 |
| | | 0.220 | | | | | 9.923 |
| | | 0.375 | | | | | 9.923 |

*: 調合におけるコンクリート中の水の塩化物イオン濃度

表－2 試料ろ液の採取方法

| 従来の試料ろ液の採取方法 | 水により希釈したコンクリート試料からの試料ろ液の採取方法 | |
|--|---|--|
| | コンクリート試料の量: 約2kg | コンクリート試料の量: 約7ℓ および約30kg |
| JIS Z 8801-1に規定する呼び寸法4.75mmのふるいによってウェットスクリーニングを行って分離したモルタル分から、吸引ろ過によって試料ろ液を採取した。 | 容量2ℓの広ロビンにコンクリート試料約2kgと計算により求めた量の水(精製水)を入れ、ふたを密閉した。これを約1分間転倒震とうによりかくはんした後、約5分間静置した。粗骨材が沈降したコンクリート試料の上部の浮き水(懸濁水)から、吸引ろ過により試料ろ液を採取した。 | かくはんしても水が飛び散らない程度の大きさの容器(容量80ℓのポリ樽)に約7ℓまたは約30kgのコンクリート試料と計算により求めた量の水(精製水)を入れ、約1分間ハンドミキサーによりかくはんした後、約5分間静置した。粗骨材が沈降したコンクリート試料の上部の浮き水(懸濁水)から、吸引ろ過により試料ろ液を採取した。 |

3. 希釈方法による試料採取時間の低減とコンクリート試料の量が試験結果に与える影響

3.1 実験概要

希釈方法において調整が可能な項目のうち、希釈するコンクリート試料の量に着目し、コンクリート試料の量が試験結果に与える影響を明らかにするために、塩化物イオン濃度5%の塩化カルシウム水溶液を練混ぜ水の一部に使用して塩分含有量を調整したコンクリートにより実験を行った。また、提案している希釈方法が試料ろ液の採取を容易にすることを確認するために、試料ろ液の抽出に要する時間を調べた。

(1) 対象とした試料

希釈の対象とした試料は、水セメント比が40および30%でそれぞれ塩分量を調合によって変化させたコンクリートである。コンクリートの材料には、上水道水、普通ポルトランドセメント、砂(山砂:千葉県君津市産)、碎石2005(硬質砂岩:栃木県栃木市産)および高性能AE減水剤(ポリカルボン酸系)を使用した。対象としたコンクリートの調合を表－1に示す。

(2) コンクリート試料の量と試料ろ液の抽出方法

コンクリート試料の量を約2kg、約7ℓ (JIS A

1128の空気量試験に用いる定量容器)および約30kgと変化させ、希釈倍率を2倍として希釈を行い、静置後のコンクリート試料上部の浮き水(懸濁水)から吸引ろ過により試料ろ液を抽出し試験を行った。また、それぞれの方法において必要量の試料ろ液を抽出するための吸引ろ過に要する時間を計測した。なお、比較のために、従来の試料採取方法により採取した試料ろ液についても試験を行った。試料ろ液の採取方法を表－2に示す。

(3) 塩化物イオン濃度の試験方法

塩化物イオン濃度の試験方法は、JIS A 1144に従い、JIS K 0101に規定されるチオシアン酸水銀(II)吸光光度法とした。

3.2 試験結果および考察

(1) 試料ろ液の抽出に要した時間

試験に必要な量の試料ろ液を採取するために吸引ろ過に要した時間を図－2に示す。ただし、水セメント比やコンクリート試料の量ごとに測定回数は異なっている。希釈したコンクリート試料の上部の浮き水(懸濁水)から試料ろ液の吸引ろ過に要した時間は、従来の試料採取方法による吸引ろ過に要した時間に対し、水セメント

比40%では若干短縮し、水セメント比30%においては大幅に短縮した。また、希釈方法による吸引ろ過に要した時間は、コンクリートの種類(水セメント比)および希釈に用いるコンクリートの量にかかわらず概ね一定の範囲にあった。これより、希釈した試料上部の浮き水(懸濁水)からの試料ろ液の抽出に要する時間は、水セメント比やコンクリートの量の影響を受けにくいと考えられる。したがって、コンクリートの粘性が大きく、従来の試料採取方法に多くの時間を要する場合ほど、希釈方法により試料採取時間を短縮する効果は大きいと考えられる。

(2) コンクリート試料の量と試験結果の関係

調査によるコンクリート中の塩化物イオン濃度と試験結果の関係を図-3に示す。ここで示している試験結果は、吸光光度法により求められた試料ろ液の試験結果に希釈倍率を乗じ希釈前のコンクリート試料の試験結果に換算したものである。試験結果には全体に若干のばらつきが見られたが、希釈法による試料ろ液の塩化物イオン濃度は、全て調査によるコンクリート中の水の塩化物イオン濃度に対して±0.1%の範囲にあった。また、希釈法による試料ろ液の試験結果は、従来の試料採取方法による試料ろ液よりも若干ばらつきが大きく、このばらつきは、希釈に用いるコンクリートの量が少なくなると幾分大きくなるようであった。しかし、本検討の結果からは、希釈に用いるコンクリート試料の量と塩化物イオン濃度試験結果の関係に明確な傾向は見られなかった。したがって、希釈に用いるコンクリート試料の量が試験結果に与える影響は小さいものと思われるが、コンクリート試料の量が著しく少ない場合にはコンクリート試料のばらつきや希釈の各操作におけるばらつきが大きくなる可能性がある。

4. 試料中の水の希釈倍率が試験結果に与える影響

4.1 実験概要

希釈方法において調整が可能な項目のうち、

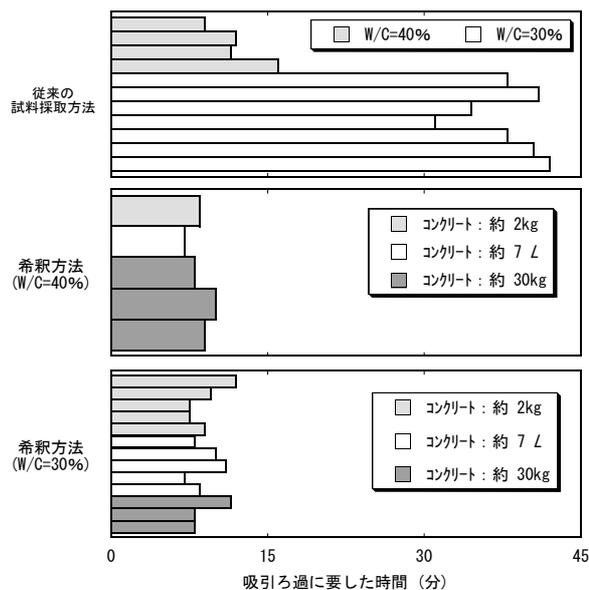


図-2 吸引ろ過に要した時間

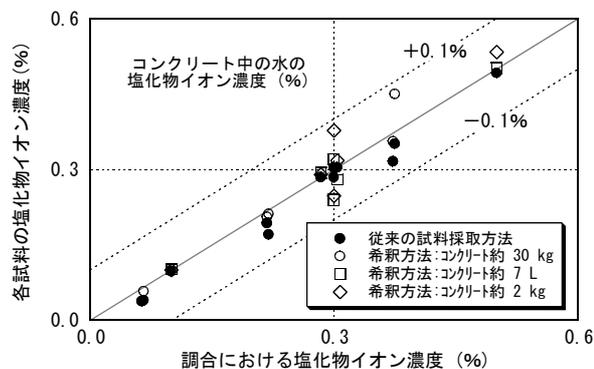


図-3 調査によるコンクリート中の水の塩化物イオン濃度と試験結果の関係

コンクリート中の水に対する希釈倍率に着目し、希釈倍率が試験結果に与える影響を明らかにするために、塩分含有量を調整したモルタルを試料として実験を行った。

(1) 対象とした試料

希釈の対象とした試料は、水セメント比が30%、砂セメント比が2で調査において塩分量を変化させたモルタルである。モルタルの材料は、普通ポルトランドセメント(研究用セメント)、精製水、砂(セメント強さ試験用標準砂)、高性能AE減水剤(ポリカルボン酸系)である。

(2) 希釈倍率と試料ろ液抽出方法

モルタル試料に含まれる水に対する希釈倍率を1(希釈なし)、1.5、2、3および5倍と変化させて希釈を行い、希釈した試料の浮き水(懸濁水)から吸引ろ過により試料ろ液を抽出し塩化

物イオン濃度試験を行った。なお、希釈に用いたモルタル試料の量は、約2kgとした。調合によるモルタル中の水の塩化物イオン濃度と希釈倍率の組合せを表-3に示す。

(3) 塩化物イオン濃度の試験方法

塩化物イオン濃度の試験方法は、前項と同様にチオシアン酸水銀(II)吸光光度法とした。また、一部の試料ろ液では、JIS K 0101に規定される電位差滴定法によって試験を行った。

4.2 結果および考察

モルタル試料中の水に対する希釈倍率と塩化物イオン濃度の関係を図-4に示す。ここで示している塩化物イオン濃度は、求められた試料ろ液の試験結果に希釈倍率を乗じ、希釈前のモルタル試料中の水の塩化物イオン濃度に換算したものである。

試験結果には若干のばらつきが見られるが、希釈倍率が1.5倍以上では希釈倍率が変化しても調合による塩化物イオン濃度を大きく逸脱する試験結果は見られなかった。また、試料中の水に対する希釈倍率と試験結果の関係には明確な傾向は見られなかった。ただし、希釈倍率が1倍の場合(希釈を行わないモルタル試料の場合)には、塩化物イオン濃度試験結果は大きくなる傾向を示した。これは、チオシアン酸水銀(II)吸光光度法および電位差滴定法の両試験に用いるのに十分な量の試料ろ液を抽出するために、希釈を行わないモルタル試料(希釈倍率1倍)では吸引ろ過に著しく長い時間を要した。このため、試料ろ液が長時間減圧環境にあったことにより蒸発が活発となり、試料ろ液が濃縮した可能性があると考えられる。

5. 試料ろ液の抽出方法および試験方法の違いが試験結果に与える影響

5.1 実験概要

希釈したコンクリート試料からの試料ろ液の抽出方法および塩化物イオン濃度試験方法の違いが試験結果に与える影響を明らかにするために、試料中の水の希釈倍率、試料ろ液の抽出方

表-3 調合によるモルタル中の塩化物イオン濃度と希釈倍率の組合せ

| 水セメント比(%) | 砂セメント比 | 調合によるモルタル中の水の塩化物イオン濃度(%) | モルタル中の水に対する希釈倍率(倍) |
|-----------|--------|--------------------------|--------------------|
| 30 | 1:1 | 0.037 | 2 |
| | | 0.136 | 2 |
| | | 0.337 | 1(希釈なし), 1.5, 2, 3 |
| | | 0.537 | 2, 3, 5 |

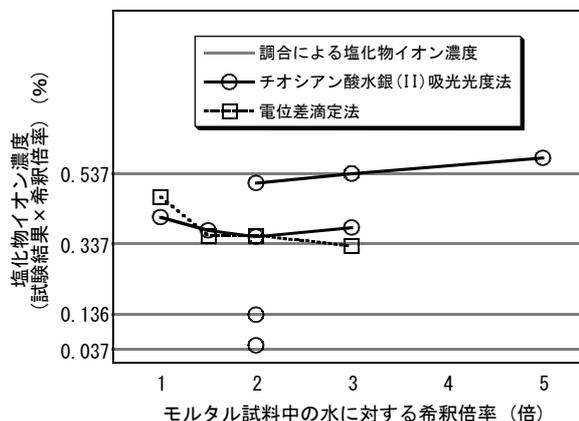


図-4 希釈倍率と塩化物イオン濃度の関係

法の違いおよび塩化物イオン濃度試験方法の違いを要因として実験を行った。

(1) 対象とした試料

希釈の対象とした試料は、水セメント比が30%、砂セメント比が2のモルタルと水セメント比が30%でスランプフローを60±10cmとしたコンクリートである。モルタルの材料は、前項と同様に普通ポルトランドセメント、精製水、砂および高性能AE減水剤であり、コンクリートの材料は、普通ポルトランドセメント、精製水、砂(山砂：千葉県君津市産)、砕石2005(石灰岩：高知県鳥形山産)および高性能AE減水剤(ポリカルボン酸系)である。対象としたモルタルおよびコンクリートの配合(調合)を表-4に示す。

(2) 希釈倍率と試料ろ液抽出方法

モルタル試料およびコンクリート試料に含まれる水に対する希釈倍率を変化させて希釈を行い、希釈した試料上部の浮き水(懸濁水)から試料ろ液を抽出し試験を行った。試料ろ液の抽出方法は、吸引ろ過および加圧ろ過(圧搾)とした。なお、希釈に用いた試料の量は、モルタルが約2kg、コンクリートが約7ℓとした。

表-4 モルタルおよびコンクリートの配合(調合)

| 試料 | 水セメント比 (%) | 単位量 (kg/m ³) | | | | |
|--------|------------|--------------------------|-----|-----|-----|------|
| | | セメント | 水 | 細骨材 | 粗骨材 | 混和剤 |
| モルタル | 30 | 984 | 295 | 984 | — | 6.89 |
| コンクリート | 30 | 567 | 170 | 767 | 840 | 9.07 |

表-5 試験方法の概要

| 試料の種類 | 調合による試料中の水の塩化物イオン濃度 (%) | 試料中の水に対する希釈倍率 (倍) | 試料ろ液の採取方法 | 試験方法 |
|--------|-------------------------|-------------------|--------------|-------------------------------|
| モルタル | 0.300 | 1(希釈なし), 2, 3 | 吸引ろ過 加圧ろ過 | 吸光度法 電位差滴定法 |
| コンクリート | 0.209 | 1(希釈なし), 2, 3, 5 | 吸引ろ過 加圧ろ過 | 吸光度法 電位差滴定法 イオンクロマトグラフ法 |

(3) 塩化物イオン濃度の試験方法

塩化物イオン濃度の試験方法は、モルタル試料では前項と同様にチオシアン酸水銀(II)吸光度法および電位差滴定法とし、コンクリート試料ではこれらの試験方法に加えてイオンクロマトグラフ法を用いた。希釈倍率、試料採取方法および塩化物イオン濃度試験方法などの試験方法の概要を表-5に示す。

5.2 結果および考察

(1) モルタル試料

希釈したモルタル試料の上部の浮き水(懸濁水)から吸引ろ過により抽出した試料ろ液の試験結果と加圧ろ過(圧搾)により抽出した試料ろ液の試験結果の関係を図-5に示す。ここで示している試験結果は、試料ろ液の塩化物イオン濃度試験結果である。

試験結果に若干のばらつきが見られたものの、希釈倍率が1倍(希釈を行わない試料から試料ろ液を抽出)の場合は、試験方法にかかわらず吸引ろ過により抽出した試料ろ液の試験結果が、加圧ろ過(圧搾)により抽出した試料ろ液よりも大きくなる傾向にあった。これは、前項と同様に、希釈を行わない試料(希釈倍率1倍)は試料ろ液を抽出する吸引ろ過に要した時間が著しく長かったため、蒸発の影響で試料ろ液が濃縮した可能性が高いと考えられる。

(2) コンクリート試料

希釈したコンクリート試料の上部の浮き水

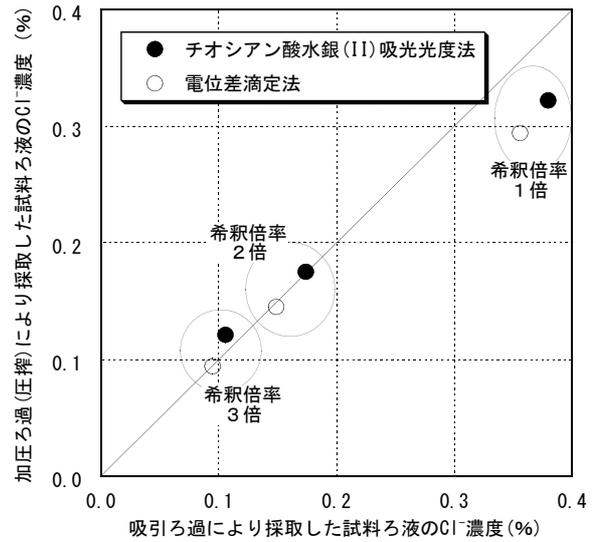


図-5 モルタル試料における吸引ろ過した試料ろ液の試験結果と加圧ろ過した試料ろ液の試験結果の関係

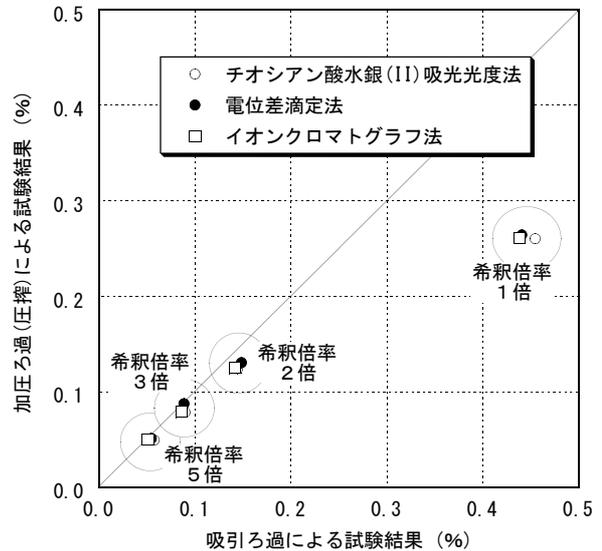


図-6 コンクリート試料における吸引ろ過した試料ろ液の試験結果と加圧ろ過した試料ろ液の試験結果の関係

(懸濁水)から吸引ろ過により抽出した試料ろ液の試験結果と加圧ろ過(圧搾)により抽出した試料ろ液の試験結果の関係を図-6に示す。ここで示している試験結果は、試料ろ液の塩化物イオン濃度試験結果である。

試験結果に若干のばらつきが見られたものの、希釈倍率が1倍(希釈を行わない試料から試料ろ液を抽出)の場合は、モルタル試料と同様に、試験方法にかかわらず吸引ろ過により抽出した試料ろ液の試験結果が、加圧ろ過(圧搾)により抽出した試料ろ液よりも大きくなる傾向

にあり、また、この程度はモルタル試料よりも大きかった。これは、試料ろ液を3種類の試験方法に供するために比較的大量に抽出したため、吸引ろ過に要した時間がさらに長くなったことが影響していると考えられる。これらの結果より、吸引ろ過を用いて希釈した試料上部の浮き水(懸濁水)より試料ろ液を抽出する場合には、抽出に要する時間に注意が必要であり、この時間が著しく長くなる場合には、試料ろ液の抽出方法を変更する必要があると思われる。

なお、塩化物イオン濃度試験の方法が異なっても試験結果には差が見られなかったことから、希釈方法により抽出した試料ろ液の塩化物イオン濃度試験には、JIS A 1144に示されるいずれの方法を用いても同等の結果を得ることが可能と考えられる。

6. まとめ

本論文で提案した希釈方法において変化させることが可能な各種要因が試験結果に及ぼす影響を把握するために実験的検討を行い、次の知見を得た。

- (1) 本希釈方法は、高強度コンクリートなどのブリーディングの著しく少ないコンクリートから塩化物イオン濃度試験に供する試料ろ液を抽出するのに要する時間を短縮することが可能であり、この効果は、コンクリートの粘性が大きく従来の試料ろ液抽出方法に要する時間が長い場合ほど大きい。
- (2) 希釈する試料の量が2kg程度以上であれば、希釈に用いる試料の量が試験結果に与える影響は小さい。しかし、試料の量が極端に少ない場合、試料のばらつきや各操作におけるばらつきが大きくなる可能性がある。
- (3) 試料中の水の希釈倍率が2倍～5倍程度のとき、希釈倍率の違いが試験結果に与える影響は明確ではなく、いずれも概ね良好な精度で試料ろ液を抽出できると思われる。
- (4) 希釈した試料上部の浮き水(懸濁水)から試料ろ液を吸引ろ過により抽出する場合、抽

出に要する時間が著しく長い場合に試料ろ液の濃縮が起こる可能性が高い。本検討では特に、希釈しない試料(ここでは希釈倍率1倍と称している)から吸引ろ過により試料ろ液を抽出する場合、試料ろ液が濃縮している結果であった。

- (5) JIS A 1144に示される試験方法は、いずれの方法を用いた場合にも概ね同等の試験結果が得られた。

以上の検討の結果より、本希釈方法は、従来、塩化物イオン濃度試験に供する試料ろ液の採取が困難であった粘性の高いコンクリートからの試料ろ液の採取を容易にできる可能性が高い方法と考えられる。今後は、本希釈方法を種々の試験方法に適用してさらに検討を重ね、ブリーディングの著しく少ないコンクリートからの試料ろ液の採取方法として確立していきたいと考えている。

謝辞

本研究は、(社)日本コンクリート工学協会コンクリート試験方法JIS原案作成委員会(委員長：阿部道彦 工学院大学教授)フレッシュコンクリート試験方法WGの活動の一環として実施しているものであり、日頃より清水建設 栗田守朗氏、建材試験センター 鈴木澄江氏ならびに竹中工務店 瀬古繁喜氏の各委員よりご指導・ご協力を頂いております。なお、実験を行うにあたり、山宗化学(株)榎本哲也氏、(株)内山アドバンス中央技術研究所 白鳥秀幸所長、女屋英明課長、ものづくり大学大学院生 鈴木大介氏ならびにものづくり大学中田研究室および日本大学清水研究室の学生諸君よりご協力を頂きました。ここに付記し、感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 日本工業標準調査会：JIS A 5308(レディーミクストコンクリート)，2003.12
- 2) 日本建築学会：建築工事標準仕様書・同解説 JASS5(鉄筋コンクリート工事)，2003.2