

# 報告 気泡組織計測に関わるラウンドロビン試験

谷口 円<sup>\*1</sup>・齊藤 和秀<sup>\*2</sup>・作樂 二郎<sup>\*3</sup>, 西 祐宜<sup>\*4</sup>

**要旨:** コンクリート工学会研究委員会「コンクリート中の気泡の役割・制御に関する研究委員会 TC141A (委員長: 濱幸雄室蘭工業大学教授, 以下, 気泡委員会と記す)」評価 WG ではコンクリート中の気泡の挙動を制御・管理するための基本となる硬化コンクリートの気泡組織の試験方法であるリニアトラバース法について, 同一サンプルを用いたラウンドロビン試験を行った。その結果, 気泡間隔係数は個人差等の影響を受け, 変動が大きいことが分かった。また, 本報告の範囲では, コンクリートの種類によっては自動計測と手動計測で差が認められる場合があった。

**キーワード:** 硬化コンクリート, 気泡組織, ラウンドロビン試験, ASTM C457, 空気量, 気泡間隔係数

## 1. はじめに

硬化コンクリートの気泡組織の計測手法は, ASTM C457「Standard Test Method for Microscopical Determination of Parameters of the Air-Void System in Hardened Concrete」<sup>1)</sup>に規格化され, 準拠した測定が広く行われている。規格において, 計測手順が必ずしも詳細に決められているものではなく, 研磨方法, 測線のピッチ, 観察の倍率等個々の実績にゆだねられる部分が多い。さらには, 人的計測であるため, 気泡認識の個人差(熟練度等)の影響等が指摘されている。一方, 近年では, 測定手間の軽減を図るため, 計測装置の一部自動化なども進み, 各所で導入される事例も増えている。

海外においては, 手動計測や自動計測装置等を用いた

ラウンドロビン試験が実施され, 結果が報告されている<sup>2)</sup>。しかしながら, 我が国内の現在利用されている装置を用いて, 測定結果のばらつき, 差について検討された例はほとんどみあたらない。

以上を踏まえ, コンクリート工学会研究委員会「コンクリート中の気泡の役割・制御に関する研究委員会 TC141A (委員長: 濱幸雄室蘭工業大学教授, 以下, 気泡委員会と記す)」評価 WG では硬化コンクリートの気泡組織の試験方法であるリニアトラバース法について, 国内の機関での同一サンプルを用いたラウンドロビン試験を行い, 計測条件の相違による結果のばらつきについて検討を行うこととした。その結果を以下に報告する。

表-1 使用材料一覧

材料名	記号	適用
水	W	上澄水, 密度: 1.0g/cm <sup>3</sup>
セメント	C	普通ポルトランドセメント, 密度: 3.16g/cm <sup>3</sup>
細骨材	S1	砕砂 奥多摩町産 表乾密度2.65g/cm <sup>3</sup> (2.5mm以下), 粗粒率: 3.00
	S2	山砂 万田野産, 表乾密度2.58g/cm <sup>3</sup> (2.5mm以下), 粗粒率: 2.00
	S3	砕砂 秩父郡横瀬町産 表乾密度2.65g/cm <sup>3</sup> (2.5mm以下), 粗粒率: 3.00
粗骨材	G	砕石 奥多摩町産: 20mm~5mm, 表乾密度: 2.65g/cm <sup>3</sup> , 実積率: 60.0
混和剤	Ad1	AE減水剤(標準形), (主成分: リグニンスルホン酸塩とオキシカルボン酸塩)
	Ad2	AE剤, (主成分: 変性ロジン酸化合物系陰イオン界面活性剤)

表-2 配(調)合表およびコンクリートのフレッシュ性状

配合名	水セメント (%)	細骨材率 (%)	目標スランプ (cm)	空気量 (%)	単位量 (kg/m <sup>3</sup> )								フレッシュ性状		
					W	C	S1	S2	S3	G2	Ad1 C×%	Ad2 <sup>*1</sup> (A)	スランプ (cm)	空気量 (%)	温度 (°C)
SL18	55	49.3	18±2.5	4.5以上	185	337	258	301	301	894	1.1	2A	19.5	6.3	25
SL8	55	48.4	8±2.5	4.5以上	167	304	264	308	309	950	1.1	2A	10.0	6.7	25

\*1 1A=C×0.001%

\*1 地独) 北海道立総合研究機構 建築研究本部 北方建築総合研究所 博士(工学) (正会員)

\*2 竹本油脂(株)第三事業部 営業技術グループ (正会員)

\*3 BASF ジャパン(株) 機能性材料統括本部 建設化学品事業部 修士(工学) (正会員)

\*4 株式会社フローリック技術本部 コンクリート研究所 博士(工学) (正会員)

表－3 計測者と計測諸言

計測者	記号	A	B	C	D	E	F	F'	G
	熟練度	3	2	1	1	2	2	2	1
計測諸言	手動・自動	手動	自動+手動	手動	自動+手動	自動+手動	手動	手動	自動+手動
	計測時間	3時間	3~4時間	4時間	30分	60分	4時間	3時間	60分
	観察面	円形	矩形	矩形	矩形	矩形	矩形	矩形	矩形
	面数	1	2	2	2	2	1	1	2
	計測法	リニア	リニア	リニア	リニア	リニア	リニア	リニア	リニア
	計測線の間隔	3	2	2.5	2.5	1.4	2	2	1.4
	倍率	通常	150	120	400	120	120	40	40
	拡大	300	-	400	-	-			-
備考							SL18	SL8	

2. 試験計画

2.1 試験体

試験体は、気泡委員会評価 WG で実施した模擬構造体実験時に同時に作製したものであり、JIS 認可工場から出荷されたレディーミクストコンクリートを使用した。コンクリートは呼び強度 27 のスランプ 8, 18 cm, 目標空気量 4.5% とした。使用材料一覧を表－1 に示す。配(調)合表および使用したコンクリートの試験体採取時のフレッシュ性状を表－2 に示す。

コンクリートの配(調)合は生コンプラント保有の JIS 規格適合の配(調)合を参考として定めた。配(調)合は土木用 SL8 と建築用 SL18 の 2 種類の配合にて試験を行った。スランプについて、土木用配合は 8±2.5cm とし、建築用配合では 18±2.5cm とした。空気量については、施工による空気量の減少に着目していることから、4.5% 以上を確保することとした。

試験体は、100φ×200mm の円柱とし、スランプの異なるコンクリートから、現場到着時に 1 本ずつ採取した。試験体は翌日脱型し、14 日間 20℃水中養生を行った。気泡計測用の試験体は、試験体の高さ方向中央部分から、厚さ 20mm 程度でスライスし採取した 1 枚とした。試験体は上下面とも研磨した。研磨は、水磨きとし、荒いものから順に#100→#200→#600→#800→#1800 の研磨砂を使用した。研磨後は都度超音波洗浄による洗浄を行い、常温で乾燥した。試験体の作製、切断、研磨は、計測者 B の属する機関において実施した。同一サンプルでの計測としたため、前処理を行ったサンプルは、計測終了後、順に次の機関に送付し、それぞれ計測を実施した。

2.2 参加機関

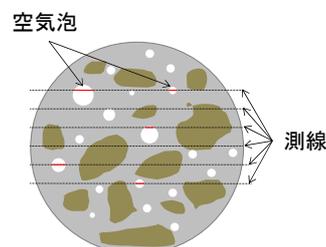
表－3 に計測者と計測諸言を示す。

計測者は 5 機関に属する 8 名であった。計測者の熟練度は、計測経験枚数で分類し、10 枚以下で 1, 10~100 枚で 2, 100~1000 枚で 3, それ以上を 4 とした。装置は、手動と自動+手動の 2 種類に分けられた。手動計測装置は、古くから実施されている光学顕微鏡とステージを組み合わせ、目視で画面を確認しながら計測する装置を示

す。自動+手動装置は、近年市販される CCD カメラと自動ステージからなり、拡大画像を撮影し、画像解析ソフトにより自動で気泡を判別し、計測される装置である。ただし、自動装置による気泡の認識が不十分である場合があり、所有する機関すべてで、自動での認識後に手動(目視)での気泡の判別が行われていたことから、自動+手動装置とした。手動、手動+自動の両方の装置を有するのは、A,G および C,D の属する機関、自動+手動計測装置のみを所有するのは B および D の属する機関、手動計測装置のみは F の属する機関であった。今回参加した機関の自動+手動計測装置はすべて同一メーカーの製造であった。F については、同一機関内で、2 名のオペレーターがスランプ 8cm, 18cm のそれぞれ 1 枚ずつ計測した。

2.3 計測方法

硬化コンクリートの気泡組織の計測は、ASTM C457 リニアトラバース法に準じて行った<sup>1)</sup>。図－1 に計測の概要を示す。計測は、最大骨材寸法から決定される必要最小測線について、拡大観察し、測線を横切る気泡部分の長さ(図赤線の部分の合計、 $T_a$ )を得、総測線長( $T_t$ )と配(調)合から計算されるペースト率から、以下の式により、硬化空気量および気泡間隔係数を求める。



図－1 リニアトラバース法計測概要

・硬化空気量 (%)

$$A = \frac{T_a \cdot 100}{T_t} \tag{1}$$

ここに、A: 空気量 (%),  $T_a$ : 測線が横切った総気泡弦長,  $T_t$ : 総トラバース(測線)長

・気泡間隔係数(mm)

$p/A \leq 4.342$  のとき

$$\bar{L} = \frac{T_p}{4N} \quad (2)$$

$p/A > 4.342$  のとき

$$\bar{L} = \frac{3}{\alpha} \left[ 1.4 \left( 1 + \frac{p}{A} \right)^{1/3} - 1 \right] \quad (3)$$

ここに、 $p$ ：ペースト率(%),  $L$ ：気泡間隔係数,  $N$ ：総気泡個数,  $\alpha$ ：比表面積 (mm<sup>2</sup>/mm<sup>3</sup>)

計測は、測線長の下限值およびパラメーターの算出式は ASTM C457 リニアトラバース法に準拠したが、計測線のピッチ、倍率、照明等の設定は各機関の判断とした。

なお、各種パラメーターの算出に必要なペースト率は同一試験体であるため、配(調)合からの計算値を採用した。

### 3. 結果

#### 3.1 計測条件の比較

計測条件は、前述の表-3に示した通りであった。計測時間は手動で3~5時間、自動+手動においても、装置を所有するすべての機関で機械による自動計測の後、認識された気泡をすべて手動、肉眼で確認を行い、パラメーターを算出しているため、一部例外はあるものの概ね自動装置で30~60分であった。自動計測の場合は、手動による確認を含めても、計測時間が短縮されていた。

観察面は、円柱の供試体の全断面を用いた計測は1機関であり、この場合1面のみで計測していた。他の機関は矩形で観察しており、大半の機関が規定される面積と側線長の確保のため、スライスしたコアの上下2面用いた計測を行っていた。自動計測装置では、矩形画像を取り込んだ計測となるため、このような対応が必要となった。また、計測線の間隔は、1.4~3mmの間であった。計測時の顕微鏡の倍率は、自動計測装置では固定倍率となり120倍となるが、手動では最大では400倍まで拡大して計測することが可能であった。

#### 3.2 計測結果

表-4にそれぞれの機関の計測結果を示す。表-5に

表-4 計測結果表

装置手動・自動区分			手動	自動	手動	自動	自動	手動	自動
配合名	項目	単位	A	B	C	D	E	F	G
SL8	トラバースの全長	mm	2468	2657	2640	2616	2432	2450	2619
	空気泡の全長	mm	142.1	154.4	156.1	164.1	158.6	145.3	166.2
	合計気泡個数	個	935	946	980	914	895	1009	930
	ペースト率	%	26.3	26.3	26.3	26.3	26.3	26.3	26.3
	平均気泡弦長	mm	0.152	0.163	0.159	0.180	0.177	0.144	0.179
	単位長さ当り気泡個数	個/mm	0.38	0.36	0.37	0.35	0.37	0.41	0.36
	比表面積	mm <sup>2</sup> /mm <sup>3</sup>	24.5	24.5	25.1	22.3	22.6	27.8	22.4
	空気量	%	5.8	5.8	5.9	6.3	6.5	5.9	6.4
	気泡間隔係数	μm	181	181	175	188	179	158	185
空気ペースト比		4.5	4.5	4.5	4.2	4.0	4.4	4.1	
SL18	トラバースの全長	mm	2431	2657	2660	2616	2410	2450	2619
	空気泡の全長	mm	150.8	147.1	161.5	162.2	151.8	148.8	153.1
	合計気泡個数	個	778	700	903	765	699	882	698
	ペースト率	%	29.2	29.2	29.2	29.2	29.2	29.2	29.2
	平均気泡弦長	mm	0.194	0.210	0.179	0.212	0.217	0.169	0.219
	単位長さ当り気泡個数	個/mm	0.32	0.26	0.34	0.29	0.29	0.36	0.27
	比表面積	mm <sup>2</sup> /mm <sup>3</sup>	20.6	19.0	22.4	18.9	18.4	23.7	18.2
	空気量	%	6.2	5.5	6.1	6.2	6.3	6.1	5.85
	気泡間隔係数	μm	218	250	203	239	243	192	254
空気ペースト比		4.7	5.3	4.8	4.7	4.6	4.8	5.0	

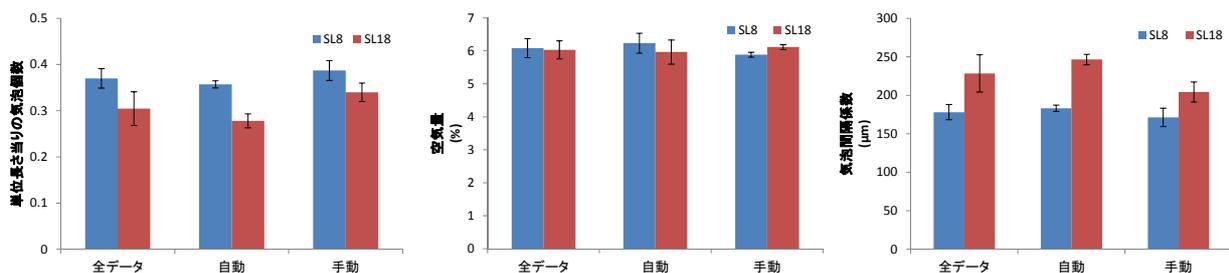


図-2 気泡計測結果 (単位長さあたりの気泡数, 空気量, 気泡間隔係数)

表－5 計測結果の統計量

配合名	基本統計量	トラバースの全長 (mm)	空気泡の全長 (mm)	合計個数	平均弦長 (mm)	単位長さ当りの気泡個数	空気量 (%)	気泡間隔係数 ( $\mu\text{m}$ )	
SL8	全データ	n	7	7	7	7	7	7	
		平均	2555	155	944	0.165	0.37	6.1	178
		標準偏差	99.3	9	39	0.01	0.02	0.3	10
		最小値	2432	142	895	0.144	0.35	5.8	158
		最大値	2657	166	1009	0.180	0.41	6.5	188
		中央値	2616	156	935	0.163	0.37	5.9	181
	変動係数	0.04	0.06	0.04	0.09	0.06	0.05	0.06	
	自動	n	4	4	4	4	4	4	4
		平均	2581	161	921	0.175	0.36	6.2	183
		標準偏差	101	5	22	0.008	0.01	0.3	4
		最小値	2432	154	895	0.163	0.35	5.8	179
		最大値	2657	166	946	0.180	0.37	6.5	188
		中央値	2618	161	922	0.178	0.36	6.3	183
	変動係数	0.04	0.03	0.02	0.04	0.02	0.05	0.02	
	手動	n	3	3	3	3	3	3	3
		平均	2519	148	975	0.152	0.39	5.9	171
		標準偏差	105	7	37	0.008	0.02	0.1	12
		最小値	2450	142	935	0.144	0.37	5.8	158
最大値		2640	156	1009	0.159	0.41	5.9	181	
中央値		2468	145	980	0.152	0.38	5.9	175	
変動係数	0.04	0.05	0.04	0.05	0.06	0.01	0.07		
SL18	全データ	n	7	7	7	7	7	7	7
		平均	2549	154	775	0.200	0.30	6.0	228
		標準偏差	113	6	87	0.02	0.04	0.3	24
		最小値	2410	147	698	0.169	0.26	5.5	192
		最大値	2660	162	903	0.219	0.36	6.3	254
		中央値	2616	152	765	0.210	0.29	6.1	239
	変動係数	0.04	0.04	0.11	0.10	0.12	0.05	0.11	
	自動	n	4	4	4	4	4	4	4
		平均	2576	154	716	0.215	0.28	6.0	247
		標準偏差	112	6	33	0.004	0.02	0.4	7
		最小値	2410	147	698	0.210	0.26	5.5	239
		最大値	2657	162	765	0.219	0.29	6.3	254
		中央値	2618	152	700	0.215	0.28	6.0	246.5
	変動係数	0.04	0.04	0.05	0.02	0.05	0.06	0.03	
	手動	n	3	3	3	3	3	3	3
		平均	2514	154	854	0.180	0.34	6.1	204
		標準偏差	127	7	67	0.013	0.02	0.1	13
		最小値	2431	149	778	0.169	0.32	6.1	192
最大値		2660	161	903	0.194	0.36	6.2	218	
中央値		2450	151	882	0.179	0.34	6.1	203	
変動係数	0.05	0.04	0.08	0.07	0.06	0.01	0.06		

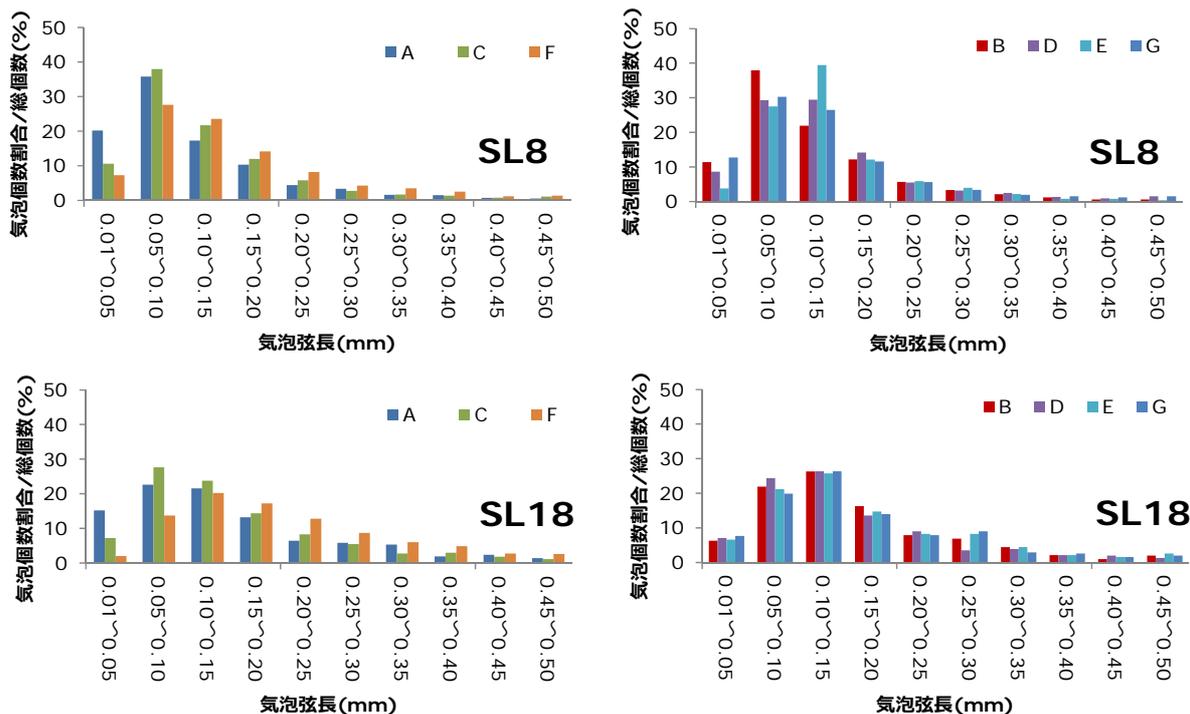
表－6 各機関の Z-score

装置手動・自動区分		手動	自動	手動	自動	自動	手動	自動
コンクリート種類	機関区分	A	B	C	D	E	F	G
SL8	気泡間隔係数	-0.2	-0.2	-0.9	0.6	-0.4	-2.9	0.3
	空気量	-0.9	-0.9	-0.5	1.0	2.0	-0.4	1.4
SL18	気泡間隔係数	-0.7	0.2	-1.1	-0.1	0.0	-1.4	0.3
	空気量	0.2	-1.8	-0.2	0.2	0.5	-0.2	-0.8

各コンクリートでの計測結果から算出した統計量を示す。ここで示す全データは取得されたデータ全体を標本としたもの、自動は自動+手動計測装置の計測結果、手動は手動計測装置の計測結果を標本の範囲としたものである。

図－2 に単位長さあたりの気泡個数、空気量、気泡間隔係数の結果について全データ、自動、手動について平

均値と標準偏差を示す。また、表－6 にそれぞれの機関の計測結果のうち、気泡間隔係数、空気量について Z-score を求めたものを示す。Z-score は JIS Z8405 において、試験所のかたよりの標準化された尺度とされる<sup>3)</sup>。Z-score は以下の式で算出される。



図—4 気泡弦長のヒストグラム

$$Z = \frac{x - X}{\sigma} \quad (4)$$

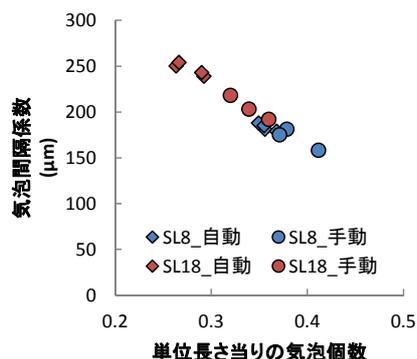
ここに、x：報告値、X：付与値、σ：標準偏差

Z-score 算出に必要な付与値および標準偏差は JISZ8405 付属書C（規定）C.1 アルゴリズム A により求めたロバストな推定値により求めた値（空気量：SL8 の付与値は 6.02、標準偏差は 0.24、SL18 の付与値 6.13、標準偏差は 0.35、気泡間隔係数：SL8 の付与値は 182、標準偏差は 8.45、SL18 の付与値 242、標準偏差は 36）を用いた。

Z-score は  $|Z| \leq 2$  で満足、 $|Z| > 2$  で疑わしい、 $|Z| \geq 3$  で不満足とされる。本試験の結果は、SL8 の手動計測を行った 1 機関で  $|Z|$  が -2.9 を示したが、大半の機関の結果が  $|Z| \leq 2$  であり、満足な結果となった。

単位長さあたりの気泡個数は、手動で多い傾向となった。空気量の結果は全データの変動係数が 5%程度で、自動、手動で大差ない結果となった。気泡間隔係数は手動の方が小さい値でありばらつきが大きかった。そのため、全体で見るとばらつきが大きく、変動係数で 10%程度となった。データ数は少ないが、それぞれのコンクリートの空気量、気泡間隔係数の結果について、手動、自動の結果をデータ群とし、両者の平均値の差について t 検定により検定すると、SL18 の気泡間隔係数でのみ  $p=0.001 < 0.1$  となり有意差が認められた。

図—4 に気泡弦長のヒストグラムを示す。ここでは、



図—5 単位長さ当たりの気泡個数と気泡間隔係数の関係

計測結果のうち、差が認められていた弦長 0.5mm 以下の範囲について示した。気泡弦長のヒストグラムは、コンクリートごとに左側に手動の結果、右側に自動の結果を示した。

全体的にみると SL8 と SL18 では気泡弦長の分布は異なる傾向が認められ、SL8 では 0.05~0.10 の弦長の気泡の割合が 30%以上となり、最も高いピークとなっていた。SL18 では 30%を超える区間はなく、なだらかな分布となっていた。手動と自動でくらべると弦長 0.05mm 以下の気泡が占める割合が手動で若干多くなる傾向があった。また、手動の範囲では、F、F'は他の 2 者と異なりピークの位置が大きい方へずれるなど分布に相違が認められた。自動の範囲では、ピークとなる弦長が多少の相違はあるものの、0.15mm 以上の分布に大差は認められなかった。

空気量については、式(1)に示す通り、総気泡弦長と総トラバース長の比であり、0.05mm以下の微細気泡数が変動しても、総気泡弦長に大きな影響を与えないと考えられる。

図-5に単位長さあたりの気泡個数と気泡間隔係数の関係を示す。

SL8, SL18のいずれでも、同じコンクリートの測定結果では、自動の結果で単位長さあたりの気泡個数が少なく、気泡間隔係数が大きい結果となっていた。SL8では1点を除き、ほぼ同じような位置にプロットされていた。SL18では自動の結果も若干のばらつきが認められ、手動の結果はさらにばらついていた。特に手動では、気泡の認識に個人差等の影響によるばらつきが大きいと考えられる。また、スランプの大きいコンクリートではばらつきが大きくなる傾向であったが、本検討の範囲では要因については明らかにはできなかった。

#### 4.まとめ

気泡組織計測にかかわるラウンドロビン試験を行い、以下の結果を得た。

・硬化コンクリートの空気量は、計測手法による相違は大きくなかった。

・硬化コンクリートの気泡分布は、手動計測と自動+手動計測では微細な気泡の認識に差が認められ、手動計測

では機関により差が認められた。

・硬化コンクリートの気泡間隔係数は、変動係数10%程度のばらつきがあった。

・本報告の範囲では、コンクリートの種類によっては自動計測と手動+自動計測で差が認められる場合があった。

#### 謝辞

本実験を実施するに当たり、コンクリート工学会研究委員会「コンクリート中の気泡の役割・制御に関する研究委員会 TC141A（委員長濱幸雄室蘭工業大学教授）」の関係各位ならびに鹿島建設株式会社をはじめとする各社の皆様にご協力いただいた。ここに記して謝意を表す。

#### 参考文献

- 1) ASTM C457/C457M-10a: Standard Test Method for Microscopical Determination of Parameters of the Air-Void System in Hardened Concrete
- 2) たとえば U.H. Jakobsen, C. Pade, N. Thaulow, D. Brown, S. Sahu, O. Magnusson, S. De Buck, G. De Schutter : Automated air void analysis of hardened concrete -a Round Robin study, pp.1444-1452, Cement and Concrete Research 36 (2006)
- 3) JIS Z8405-2008 試験所間比較による技能試験のための統計的方法