

論文 活性化した下水汚泥焼却灰のコンクリートへの適用に関する一考察

藤原 颯*1・福永 晃久*2・鶴澤 正美*3・井川 秀樹*4

要旨：活性化した下水汚泥焼却灰がコンクリートに適用可能か判断することを目的とした。活性化処理方法は、ステンレス製ボールを使用したボールミル混合で活性化スラリーを作製した。それをコンクリートに混和し、フレッシュ性状の確認および圧縮強度試験を実施した。また供試体の成形は振動成形と遠心力成形とし、蒸気養生によりコンクリート二次製品を想定した実験とした。その結果、活性化した下水汚泥焼却灰の混合によるフレッシュ性状への影響はほとんどなく、圧縮強度は増加した。遠心成形でも通常通り成形でき圧縮強度もより増強した。よって活性化した下水汚泥焼却灰はコンクリートへ適用可能であると結論付けた。

キーワード：コンクリート, 下水汚泥焼却灰, ボールミル混合, 遠心成形

1. はじめに

下水汚泥とは、下水処理の過程で処理場の沈殿池や反応タンクで生じる汚泥であり、減容化のために脱水・焼却したものが下水汚泥焼却灰である。国内の産業廃棄物排出量 3.8 億トンのうち、約 2 割を下水汚泥が占める¹⁾。東日本大震災の影響により、下水汚泥のリサイクル率は 78% から 55% まで低下したが、2016 年には 73% まで回復した²⁾。リサイクルされている用途は主に 3 つあり、1) セメント原料や骨材、ブロック、レンガなどの建築資材としての利用、2) コンポスト化し、肥料や地力増進資材としての緑地・農地利用、3) 自動車燃料や都市ガス、消化ガスとしてのエネルギー利用である²⁾。しかし、いまだ下水汚泥の約 3 割はリサイクルできずに埋め立て処分されている²⁾。そのため、下水汚泥焼却灰の資源としての価値を高めることにより、利用用途の拡大および利用量の増大を促進させることが重要である。

下水汚泥焼却灰を粒度調整した粒度調整灰³⁾ (以下 SA と略記) はシリカやカルシウムを多く含んでいるため、セメント混和材として利用できる可能性がある³⁾。SA のシリカ成分には非晶質状のものも含まれていることを粉末 X 線回折のハローの回折で確認しているため、このシリカ成分に注目して研究を進めている。SA をコンクリート混和材として使用するうえでメリットが 3 つある。1) セメントの水和によって生成した水酸化カルシウムと SA 中の非晶質シリカが再結合し、ポゾラン反応を起こし強度増進を起こすことである。2) 都市部への人口集中、下水道の普及により下水汚泥が多く発生するため、安定した供給が可能である。3) 年間を通して含有成分のばらつきが少ない⁴⁾ため、強度など諸物性に影響が出にくい

ことである。しかし SA には課題もある。1) リン成分がセメントの構成鉱物であるエーライトおよびビーライトに作用することで、セメントの硬化を遅らせる凝結遅延現象を引き起こすこと、2) 多孔質性であるため吸水性が高く⁵⁾、コンクリートのワーカビリティに悪影響を与えることがあること、3) ヒューム管の製造時に、SA の密度が小さく微粒子であることから、スラッジ排出量が増えたり内面の仕上がりに悪影響が出たりする懸念があること、などである。そのため、コンクリート用混和材として利用可能な新たな技術開発が必要である。著者ら研究チームは SA をはじめとした各種コンクリート混和材の有効利用を促進させるため、高付加価値なコンクリート混和材に改質する手法を検討している。これまでの研究成果として、SA のボールミル混合条件の最適化を行った⁶⁾。詳細は後述の 2. SA スラリーの作製方法に示す。

本研究では、SA の課題であるリンやワーカビリティへの影響を改善する目的で、活性化処理してスラリー化した粒度調整灰 (以下 SA スラリーと称する) をコンクリートに混和する実験を行った。評価項目はフレッシュ性状および圧縮強度を主として行い、コンクリートに使用可能であることを確認した。また、供試体の成形は振動成形と遠心成形とし、蒸気養生を施すことでよりプレキャストコンクリートの製造を想定した実験とした。

2. SA スラリーの作製方法

既往の研究⁷⁾では、水酸化カルシウム溶液で SA を活性化処理することで、約 40 分の凝結遅延改善効果を確認している。活性化処理の手順は、セラミックスボールと樹脂製ポットを使用したモルタル実験⁶⁾を参考にした。

*1 日本大学 大学院生産工学部研究科 (正会員)

*2 日本大学 大学院生産工学部研究科

*3 日本大学 生産工学部環境安全工学科教授 博士 (工学) (正会員)

*4 日本ヒューム (株) 技術開発センター 博士 (工学) (正会員)

SA スラリーのボールミル混合による活性化処理のイメージを図-1 に示す。本実験においては量産を見据えボールとポットをステンレス製に変えて最適条件を探索した。その結果、モルタル実験の範囲では、ステンレスポットミル(内径 84mm, 高さ 70mm, 内容量 420ml)に SA, 飽和水酸化カルシウム溶液, 水, 標準砂とステンレス製ボール(密度 7.93g/cm³) を 15.875mm10 個と 9.525mm5 個を加え, 2 段階式ボールミル回転架台を使用し, 回転混合を行うこと, さらにボールミル混合の条件は, 回転架台の回転数 20rpm, 混合時間 35 分, SA 重量に対して水酸化カルシウム溶液量 40%, 水量 180%, 砂量 60%が最適であった。ボールミルの材質を変更することにより, 60 分を要したセラミックスボール⁹⁾に比して 35 分と, 25 分間混合時間を短縮することが可能となった。以上からコンクリートへの供試スラリーの各条件も同様とし, 後述する多バッチで必要量を確保した。また, 作製からの保管時期は SA スラリーが安定な 14 日以内⁹⁾とし, 混練する 7 日前に作製しコンクリート試験に供した。

なお念のためにコンクリート試験の前にコンクリート用細骨材を使用した実験を行い, 圧縮強度発現性について確認を行った。すなわちステンレスポットミルで SA スラリーを作製し使用する細骨材のみコンクリート用細骨材に変更し, 水セメント比を 0.5 のままとした。その結果, JIS 標準砂を用いたモルタルとコンクリート用細骨材を使用した場合とで, 圧縮強度ではほぼ同様の傾向が得られることを確認している。

2.1 ボールミル混合の配合

ボールミル混合の配合を表-1 に示す。ポットミル 1 つに対し作製可能な SA スラリー量は 342g である。合計 35 バッチを混合し, 本実験に必要な SA スラリー量である 11,940g を 1 週間で作製し 1 週間以内に実験に供した。

2.2 ボールミル混合後の SA 形態観察

ボールミル混合の有効性を確認するため, 走査型電子顕微鏡観察による SA の形態観察を行った。ボールミル混合後の SA スラリーを採取し 20℃の室内で自然乾燥後, D-dry を行ったものと, 未処理の SA について比較検討した。観察には走査型電子顕微鏡(日立ハイテク社製: SU5000, 以下 SEM と略記)を使用し, 観察する際は導電性を持たすために Pt+Pd 蒸着を行った。

SEM により観察した未処理の SA の画像を写真-1 に, SA スラリーの SA の画像を写真-2 に示す。写真-2 から, SA 粒子が粉砕され, 粒径が 5μm 程度に小さく変化していることが確認できた。また, 写真-2 より, 写真-1 では観察されなかった層状の結晶が表面に付着している様子も確認できた。既往の研究⁷⁾⁸⁾から SA 表面には層状のリン酸塩があること, また水酸化カルシウム処理により水溶性リンの不溶化による凝結遅延が減少することが明らか

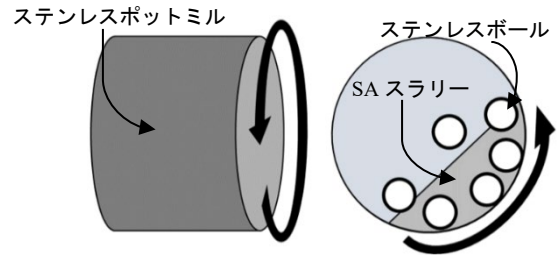


図-1 ボールミル混合による活性化のイメージ

表-1 ボールミル混合の配合

SA (g)	Ca(OH) ₂ (g)	W (g)	S (g)	合計 (g)
90	36	162	54	342

(Ca(OH)₂: 水酸化カルシウム飽和水溶液, W: 水道水, S:モルタル用 JIS 標準砂)

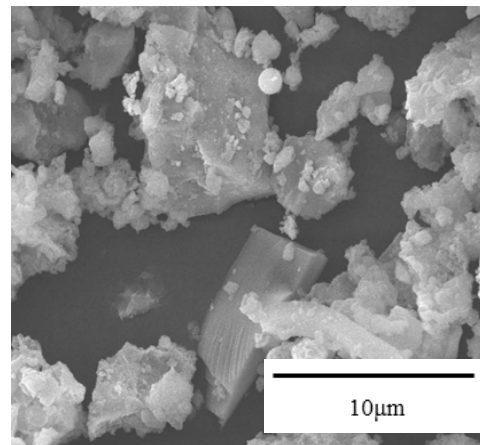


写真-1 未処理の SA の SEM 画像

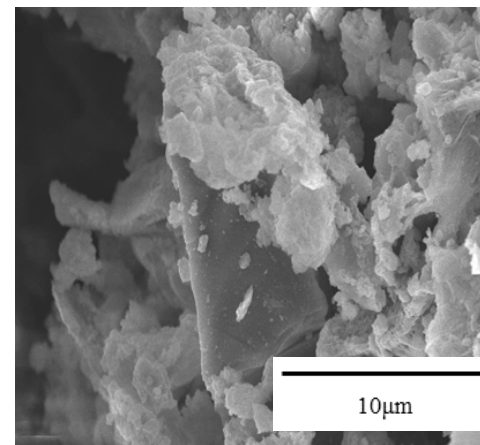


写真-2 ボールミル混合後の SA の SEM 画像

かとなっている。このことから、SEM 観察からは、付着していた層状結晶は SA 表面に付着したリン酸塩が水酸化カルシウムと反応し生成したリン酸カルシウム塩であると推定される。また、SA 粒子が粉碎されることによる表面積増加効果がセラミックスボールよりも短時間で成し得るため、ステンレス製ボールを使用したボールミル混合の有効性も確認できた。

3. 実験概要

3.1 使用材料と配合

実験に使用する材料を表-2 に示す。セメントには普通ポルトランドセメントを、骨材には洗砂および砕石を用いた。SA₂ は東京都下水道サービス株式会社より提供頂いた。SA₂ と C の主要化学成分値を表-3 に示す。

コンクリートの配合を表-4 示す。コンクリートの設計基準強度は 40N/mm² とした。SA はセメントに対する重量比で示し、砂置換として配合した。すなわち SA スラリーの固形分濃度は表-1 から (SA+S) /合計により 42% と計算できるので、固形分を砂置換し、W/C が同じになるように単位水量で調整した。また SA スラリー中の SA 固形分は SA/合計により 26.3% となる。これをもとに SA スラリーの配合量を調整し、置換率 0~15% とした。

目標スランプは、固練りのプレキャストコンクリートを想定し、4.0 cm ± 1.0 cm とした。SP の調整は、事前の試験練りにより目標スランプを満足する添加率とした。

3.2 練り混ぜ方法および成形と養生条件

練り混ぜには強制二軸型ミキサを使用し、1 バッチの容量を 30L として、空練り 60 秒、注水後 90 秒の合計 120 秒間練り混ぜた。ミキサから排出後、振動成形では円柱供試体（内径 100mm、高さ 200mm）と遠心成形供試体（内径 120mm、外径 200mm、高さ 300mm）を作製した。円柱供試体では、各材齢の数量をテーブルバイブレーターに載せ、型枠容量の半分を詰めた後に 30 秒加振し、一旦停止してから型枠上部まで詰め、振動をかけながら上面を小手で仕上げた。使用した遠心成形機と遠心型枠を写真-3 に示す。遠心成形方法は、型枠内に 16 kg のコンクリートを投入し、表-5 に示す回転数と時間にて成形した。コンクリートの養生は、蒸気養生と封緘養生とした。

表-2 使用材料の種類と物性値

材料名	記号	種類および物性値
セメント	C	普通ポルトランドセメント 密度 3.16g/cm ³
細骨材	S	洗砂, 表乾密度 2.62g/cm ³ , 吸水率 1.51%, 粗粒率 2.97
粗骨材	G	砕石 1505, 表乾密度 2.67g/cm ³ , 吸水率 0.32%, 粗粒率 6.62
SA スラリー	SA ₁	SA ₂ を活性化処理した SA スラリー (SA 固形分 26.3% の液体)
粒度調整灰	SA ₂	東京都下水道サービス 密度 2.60g/cm ³
混和剤	SP	高性能 AE 減水剤 コンクリート製品用ポリカルボン酸系

表-3 SA₂ および C の主要化学成分値

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	P ₂ O ₅
SA ₂	33.33	13.43	6.10	12.76	4.00	1.92	22.06
C	23.00	3.80	3.60	65.00	2.30	—	—

表-5 遠心成形法の成形条件

		低速	中速	高速	合計
遠心力 (G)		5	15	35	
型枠回転数 (rpm)		236	409	625	
時間 (分)		2	1	7	10



写真-3 遠心供試体型枠と遠心成形

表-4 コンクリートの配合

配合 No.	SA 置換率 (%)	Gmax (mm)	SL (cm)	Air (%)	W/B (%)	s/a (%)	単位量 (kg/m ³)						
							W	C	SA ₁	SA ₂	S	G	SP
1	0	15	4 ± 1.0	2 ± 1.0	36.0	48.2	151	419	0	0	879	978	1.0%
2	10					47.0	59	419	159	0	812	978	1.0%
3	15					46.3	13	419	239	0	779	978	1.1%
4	10					47.0	151	419	0	41.9	838	978	1.2%

蒸気養生では SA に含まれるリン化合物による凝結遅延の影響を考慮し、前置き時間を長く設定し 24 時間とした。実験で用いた蒸気養生パターンを図-2 に示した。蒸気養生後脱型し、所定材齢まで恒温恒温室（室温 20°C ±1°C、湿度 60% ±5%）で気中養生した。封緘養生は、コンクリート打設後に上面をラッピングして所定の材齢まで恒温恒温室で養生し、所定材齢で脱型し圧縮試験を行った。

3.3 試験項目と試験方法

試験項目と試験方法を表-6 に示す。遠心成形時には、余剰水として脱水された遠心スラッジが排出される。採取方法を写真-4 に示す。採取したスラッジをカップに受け取り、質量と容積を測定し、排出量と密度を測定した。

4. 実験結果と考察

4.1 フレッシュコンクリートの性状

フレッシュコンクリートの性状を表-7 に示す。配合 No.1 は SA 無混和、No.2 と No.3 は SA スラリーを 10% と 15% 砂に置換したものである。SA を 10% 程度まで置換しても、SP 添加率は同じでスランプも規定値範囲内であった。未処理の SA を使用した配合 No.4 では、置換率が 10% でも SP 添加率は 1.2% 必要であった。このことから、SA スラリーを 15% まで置換しても、コンクリートのフレッシュ性状は良好であることを確認した。

遠心成形後に排出したスラッジ量を表-8 に示す。遠心力により排出するスラッジは、コンクリート配合物の中で最も密度が小さい水とセメントや砂などの微粒分で主に構成される。SA の混和の有無や混和量、活性化の有無に関わらず、スラッジ排出量に大きな差異は見られず、その密度もほぼ同様であった。表中のスラッジ発生率は、型枠に投入したコンクリート重量（本実験では 16 kg）に対しスラッジの重量を除いて百分率にしたものである。なお一般的な遠心力スラッジの排出量は、経験的に 3% 程度と言われている。写真-5 は各配合の遠心成形後の内面状況である。概ね仕上がり状態に変化は見られず良好であった。

4.2 圧縮強度

圧縮強度の結果を表-9 に示す。SA スラリーを混和したものは、無混和に比べると全ての材齢で圧縮強度が上昇し、特に材齢 14 日までの伸びが大きい。他方、未処理の SA では無混和に比べると材齢 14 日以降の伸びが僅かに見られるものの、3% 程度に留まった。SA には非晶質シリカが含まれているため、セメントと反応してポズラン反応による強度増進のポテンシャルはあるが、未処理の SA ではその効果は少ないものと考えられる。それに対し SA スラリーでは、強度発現性が高いことが確認された。図-3 は、No.1 の脱型時強度を 100 としたときの各

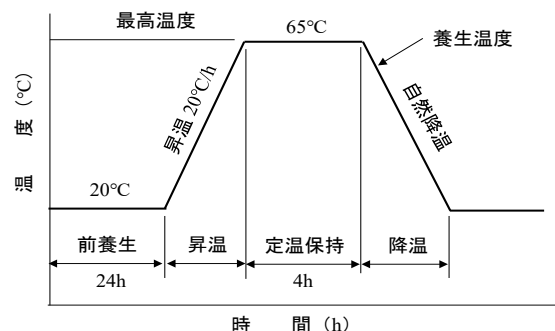


図-2 蒸気養生パターン

表-6 各試験項目と試験方法

試験項目	試験方法
スランプ試験	JIS A 1101 コンクリートのスランプ試験方法
スラッジ採取	遠心供試体から排出するスラッジを デイスボカップにて採取する。
圧縮強度試験	JIS A 1108 コンクリートの圧縮強度試験方法
遠心供試体 圧縮強度試験	JIS A 1136 遠心力締めコンクリートの 圧縮強度試験方法



写真-4 スラッジの採取状況

表-7 コンクリートのフレッシュ性状

配合 No.	SA置換率 (%)	スランプ (cm)	コンクリート温度 (°C)	SP添加率 (%)
1	0%	4.0	17.2	1.00
2	10%	3.0	18.7	1.00
3	15%	4.0	18.7	1.10
4	10%	4.0	17.8	1.20

配合, 各材齢の相対強度を示した。SA スラリー無混和では, 材齢 28 日の相対強度が 149 であるのに対し, SA スラリーを 15%混和したものは 179 となり 2 割の強度増進が認められた。SA には多くのリン成分が含まれており, セメントの凝結遅延を起こすことが報告されている⁷⁾。特に蒸気養生などの促進養生を行う場合には, SA に含まれるリン成分の影響で圧縮強度に影響を及ぼすとの報告⁹⁾もある。しかし SA スラリーでは, 作製過程で水酸化カルシウム水溶液を用いて活性化処理するため, SA 中のリン成分をリン酸カルシウムとして固定化できるため, 遅延作用は少なくなる⁷⁾ことによる成果である。このことがコンクリート実験でも今回初めて確認された。

封緘養生は, 蒸気養生と比較してコンクリートへの硬化初期における熱の影響について確認するために実施した。これは, SA スラリーの活性化時に用いた水酸化カルシウムが, SA 中のリンを固定化し, セメントの凝結阻害を防止できるのかの確認である。その結果, 配合 No.2 の封緘養生と蒸気養生では, 圧縮強度に大きな変化は見られなかったため, セメントの凝結阻害はなく, コンクリートへの硬化初期における熱の影響もほとんどなかったと推察される。

円柱供試体 (振動成形) と遠心供試体 (遠心成形) での圧縮強度の違いを図-4 に示す。同一のコンクリートを用いても, 全てにおいて遠心成形の方が圧縮強度は大きくなっている。これは, 遠心成形時に混練に必要な余剰水が脱水され, 見かけの水セメント比が低下したためと考えられる。すなわち, SA スラリーをコンクリートに混和しても, 普通コンクリート (配合 No.1) と同様に遠心成形が可能で圧縮強度も増加することを確認した。

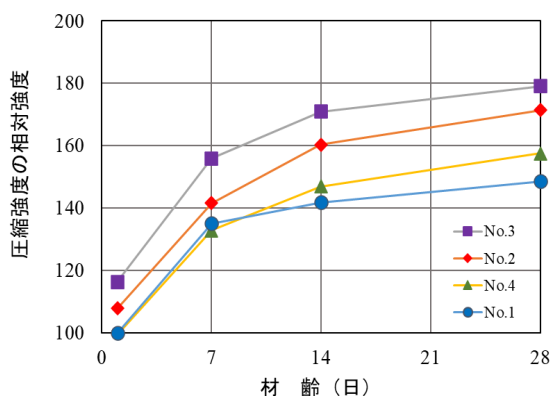


図-3 各材齢の圧縮強度の相対強度 (円柱供試体・蒸気養生)

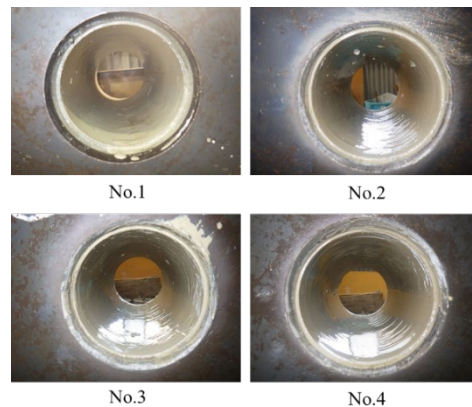


写真-5 遠心成形後の内面性状

表-8 遠心成形時に排出されたスラッジの物性

配合 No.	スラッジの重量 (g)	スラッジ発生率 (%)	スラッジの容積 (cc)	スラッジの密度 (g/cc)
1	220.2	1.4%	206.5	1.07
2	265.7	1.7%	240.6	1.10
3	228.2	1.4%	209.5	1.09
4	249.7	1.6%	226.9	1.10

表-9 各コンクリートの圧縮強度

配合 No.	材齢 (日)	円柱供試体 (振動成形)		遠心供試体 (遠心成形)
		蒸気養生 圧縮強度 (N/mm ²)	封緘養生 圧縮強度 (N/mm ²)	蒸気養生 圧縮強度 (N/mm ²)
1	脱型時	36.8	---	42.8
	7d	49.7	---	---
	14d	52.2	---	59.0
	28d	54.7	---	---
2	脱型時	39.7	---	49.0
	7d	52.1	53.8	---
	14d	59.0	60.3	68.1
	28d	63.1	65.5	---
3	脱型時	42.8	---	54.7
	7d	57.4	---	---
	14d	62.9	---	71.0
	28d	65.9	---	---
4	脱型時	36.6	---	44.3
	7d	48.9	---	---
	14d	54.1	---	62.2
	28d	58.0	---	---

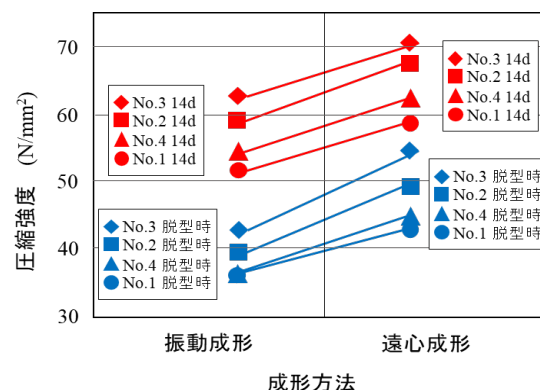


図-4 振動成形と遠心成形の圧縮強度の違い

5. まとめ

活性化した下水汚泥焼却灰である SA スラリーのコンクリートへの適用可能性の可否を判断することを目的とした実験を行った。その結果、本実験の範囲内では以下のことが判明し、プレキャストコンクリートへの適用が可能であると結論付けた。

- 1) SA を活性化処理することで、SA 添加率の増加に伴う SP 添加率の上昇が抑えられ、圧縮強度も増加することから、プレキャストコンクリートへの適用が可能であることが分かった。
- 2) 排出された遠心スラッジの量と密度は、SA スラリーの混和の有無に関わらず変化がないことから、SA スラリーが排出されることはないことを確認した。
- 3) SA スラリーを 10%混和した供試体の、蒸気養生と封緘養生を比較した結果、その強度発現性に大きな違いは見られなかった。そのことは、活性化が SA 中のリンを固定化しセメントの凝結遅延を防げたためと考えられる。
- 4) 遠心成形の場合 SA スラリー添加による成型時の影響は、成型体の内面性状やスラッジの状況から考察して少ないと評価され、圧縮強度は振動成形よりも高いことを確認した。

今後、蒸気養生時の前置き養生時間短縮が可能かなどの検討が実製造に向けては必要である。

謝辞

本研究の粒度調整灰の提供において、東京都下水道サービス株式会社に多大なるご協力を賜った。ここに感謝申し上げます。

参考文献

- 1) 国土交通省 水管理・国土保全局 下水道部：“下水汚泥エネルギー化技術ガイドライン”-平成 29 年度版, pp.1-4, 2018
- 2) 国土交通省 水管理・国土保全局 下水道部：“下水汚泥広域利活用検討マニュアル”, pp.4-6, 2019
- 3) 前田正博, 石井義章, 井川秀樹, 肥後康秀：改質した下水汚泥焼却灰のコンクリート利用の有効性について, コンクリート工学, Vol. 42, No.7, pp.15-23, 2004
- 4) 鶴田浩章, 木場宏：下水汚泥焼却灰の品質変動とモルタルの凝結及び強度への影響, コンクリート工学年次論文集, Vol. 31, No.1, pp.1897-1902, 2009
- 5) E. Sakai, et al.: Effect of Chemical and Mineral Compositions on the Pozzolanic Reactivity of Incineration Ash of Sewage Sludge, *J. Soc. Inorg. Mater., Japan*, Vol.10, pp.19-24, 2003
- 6) A. Fukunaga, et al.: Effect of Various Conditions on Compressive Strength Development of Mortar Using Highly Activated Sewage Sludge Burned Ash, *J. Soc. Inorg. Mater., Japan*, Vol. 29, pp.210-216, 2022
- 7) R. Ito, et al.: Setting Delay of Concrete by Phosphorus in Sewage Sludge Burned Ash Powder and Its Countermeasures, *J.Soc.Inorg. Mater., Japan*, Vol. 25, pp21-27, 2018
- 8) Y. Ibukuro, et al.: Investigation of Compressive Strength of Mortar with Sewage Sludge Burnt Ash and its Availability as Concrete Admixture, *J. Soc. Inorg. Mater., Japan*, Vol. 27, pp.3-8, 2020
- 9) T. Idenoshita, et al.: Compressive Strength Properties and Microstructure of Mortar Mixed with Sewage Sludge Burned Ash in Various Curing Conditions, *J. Soc. Inorg. Mater., Japan*, Vol. 66, pp.752-757, 2017