

論文 再生粗骨材Mの凍結融解試験（簡易法）のラウンドロビン試験

片平博*1・古賀裕久*2・濱口智喜*3・加保進一*4

要旨：再生粗骨材 M の凍結融解試験方法は JIS A 5022 附属書 D に示されているが、試験の実施に約 2 週間を要し、試験の簡素化が望まれていた。そこで、試験に用いる溶液を水道水から塩水に変更することで、試験期間を 2~3 日間に短縮できる簡易法が提案されている。この簡易法について 3 機関によるラウンドロビン試験を実施し、試験結果の再現性を確認するとともに、試験実施上の留意点を検討した。

キーワード：再生粗骨材, 凍結融解試験方法, 簡易法, ラウンドロビン試験

1. はじめに

JIS A 5022 (再生骨材Mを用いたコンクリート) は、主に乾燥収縮や凍結融解の影響を受けにくい地下構造物等に適用することを前提として 2007 年に制定された。その後、筆者らが提案した再生粗骨材の凍結融解試験方法¹⁾が 2012 年に附属書 D として導入されたことで、凍結融解の影響を受ける部位にも適用が可能となった。

しかし、再生粗骨材の凍結融解試験には約 2 週間の試験期間が必要であり、品質管理に用いるには負担が大きい。そこで、試験に用いる試料や試験回数を簡略化する方法について検討がなされ、簡易法が提案されている²⁾。

今回、この簡易法について、3 機関によるラウンドロビン試験を実施し、試験結果の再現性を確認するとともに、試験条件の一部について、試験結果に与える影響を検討した。この内容を報告する。

2. JIS A 5022 附属書 D の試験方法

JIS A 5022 に示されている再生粗骨材の凍結融解試験方法 (以降、JIS 法と呼ぶ) の概要を述べる (図-1 参照)。この試験では、特殊な冷凍装置を必要とせず、食品用の冷凍庫を用いることもできる。

- (1) 試験前の再生粗骨材の試料を気乾状態として、ふるい分けにより粗粒率 ($FM.a$) を求める。粗粒率とは骨材粒子の大きさを表す指標で、ふるいの呼び寸法が 80, 40, 20, 10, 5, 2.5, 1.2, 0.6, 0.3, 0.15mm の各ふるいとどまる質量分率 (%) の和を 100 で除した値と定義されるが、JIS 法では作業の簡略化の観点から 5mm を通過した粒子は全て 2.5mm ふるい上にとどまると考えて粗粒率を計算している。
- (2) 再生粗骨材の試料をプラスチック製円筒容器に入れ、試料が完全に水没する量の水を入れ、蓋をする。

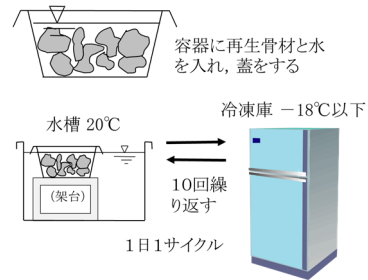


図-1 再生骨材の凍結融解試験方法 (JIS 法)²⁾

- (3) 容器を冷凍庫に入れ、容器中の水が-18℃以下となるまで冷凍する。
- (4) 容器を冷凍庫から取り出し、20℃程度の水槽に入れ、中の水が完全に融解するまで水中に置く。
- (5) 1日1サイクルで (3)と(4)を交互に繰り返す。
- (6) 10 サイクル終了後に容器から再生粗骨材試料を取り出し、気乾状態とし、(1)と同様の方法でふるい分け、粗粒率 ($FM.b$) を求める。
- (7) 試験前後の粗粒率から式 (1) によって FM 凍害指数を求める (耐凍害品の規格値は 0.08 以下)。

$$FM \text{ 凍害指数} = FM.a - FM.b \quad (1)$$

再生粗骨材中の原骨材が良質ならば、再生粗骨材の耐凍害性は主に付着モルタルの品質に依存する。本試験方法は、凍結融解作用によって主に耐凍害性の劣る付着モルタルを劣化させる試験方法と考えることができる。

3. 簡易法の特徴と既往の検討状況

3.1 簡易法の特徴

簡易法の特徴は、(1)試験の粒度範囲を 10~20mm の範囲のみとして良いことと、(2)塩水を使用することで試験サイクルを 1 サイクルに短縮することである。

*1 国立研究開発法人土木研究所 先端材料資源研究センター 材料資源研究グループ 特任研究員 (正会員)

*2 国立研究開発法人土木研究所 先端材料資源研究センター 材料資源研究グループ 上席研究員 (正会員)

*3 一般財団法人 日本建築総合試験所 試験研究センター 建材部 工事用試験室 (正会員)

*4 星揮株式会社 業務部

3.2 試験の対象とする粒度範囲の簡略化

JIS 法では、試験する骨材の粒度分布に合致するように試料を準備する必要があり、その作業はやや煩雑である。これに対し、試験する試料の粒度範囲を限定することができれば、試験の労力軽減が期待できる。

流通する再生粗骨材は粒子の大きさが 20~5mm (2005) のものがほとんどであり、この粒度分布の骨材では一般的に 10~5mm の粒度 (1005) に比較して 20~10mm の粒度 (2010) の占める割合が多い。そこで、2010 の粒度の試験のみで、全粒度である 2005 を対象とした結果を代表することが可能かについて検討が行われた²⁾。この検討には原骨材の種類や原コンクリートの配合、破碎方法を種々に設定した 12 種類の再生粗骨材 (M: 5 種類, L: 7 種類) を用い、2010 と 1005 の粒度ごとに JIS 法に従って FM 凍害指数を算出した結果が整理されている。

12 種類の再生粗骨材について、粗骨材全体に占める 2010 の粒度の質量割合を図-2 に示す。この図から、2010 の占める割合が 6~8 割程度と多い傾向が確認された。

FM 凍害指数を 2010 と 2005 (全粒度) で求めた結果を比較して図-3 に示す。両者は、高い相関性を示し、また 2010 のほうがやや安全側の値を示していた。これより、簡易法では、2010 の粒度の割合が概ね 6 割以上ある場合には、2010 の粒度のみの試験結果で評価できることが提案されている。

3.3 試験サイクルの短縮

JIS 法では 10 サイクルの凍結融解を行うため、試験全体で 2 週間程度の期間を必要としていた。これを短縮することができれば、1 回当たりの評価に要するコストが低減し、試験を高頻度で実施することも期待される。そこで、容器に入れる溶液を一般的な上水道水 (NaCl 濃度の基準 0.033% 以下) から塩水 (NaCl 濃度 3%) に変えることで劣化を促進させ、試験期間の短縮が検討された²³⁾。

JIS 法 (水道水 10 サイクル) の結果と簡易法 (塩水 1 サイクル) の結果 (試験前後の F.M. の変化量) の比較を図-4 に示す。双方の間には比較的良好な相関関係が得られた。なお、簡易法の F.M. の変化量は JIS 法の FM 凍害指数の約 2 倍の値を示すことが報告されている。

図-5 は再生粗骨材の FM 凍害指数とコンクリートの耐久性指数 (配合条件としては粗骨材にのみ再生骨材を使用し、W/C55%, Air4.5±1.5%) との関係であり、JIS 法の FM 凍害指数に比較して、決定係数 R² はやや劣るものの、簡易法の F.M. 変化量も、耐久性指数との間に対応関係が得られている。

4. ラウンドロビン試験

4.1 ラウンドロビン試験の方法

簡易法の妥当性を確認するとともに、試験法の留意点

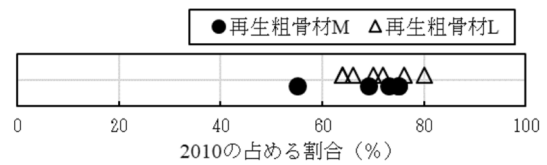


図-2 再生粗骨材 2005 中の 2010 の占める質量割合

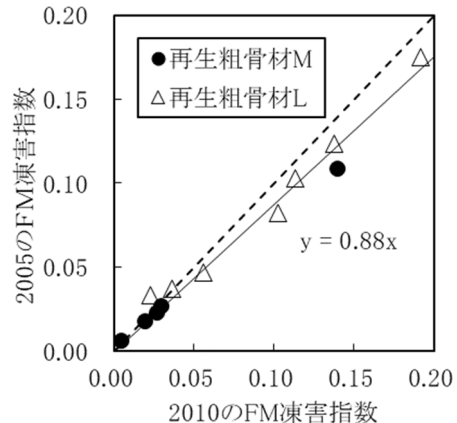


図-3 試験対象の粒度範囲と FM 凍害指数の関係²⁾

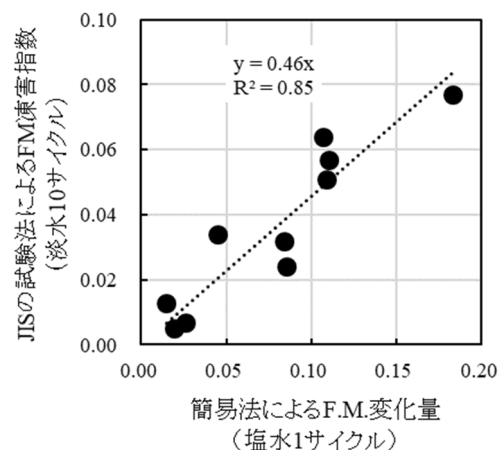


図-4 JIS 法と簡易法の試験結果の比較²⁾

(参考文献 2) のグラフの表記を一部修正)

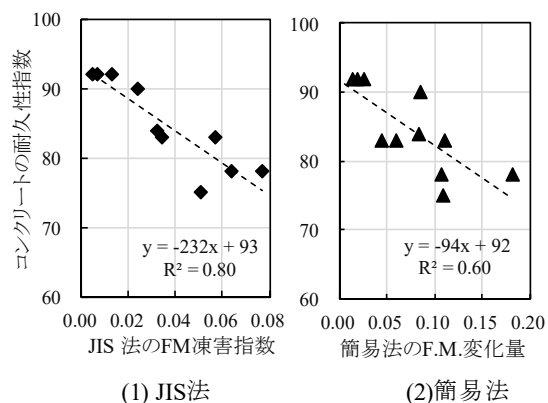
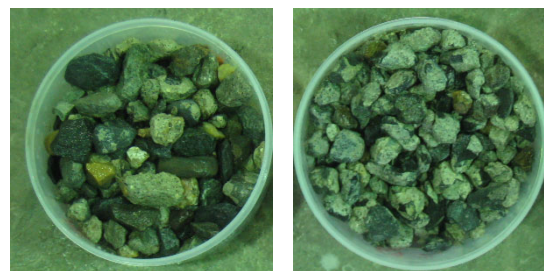


図-5 FM 凍害指数と耐久性指数の関係²⁾

(参考文献 2) のグラフの表記を一部修正)

表-1 ラウンドロビン試験に用いた再生粗骨材

試料 No.	試料 No.1	試料 No.2
粒度範囲	2010	2010
粒度分布	2015 : 51% , 1510 : 49%	2015 : 6% , 1510 : 94%
絶乾密度 (g/cm ³)	2.47	2.40
吸水率 (%)	3.07	4.75
ランク	M (Hに近い)	M (Lに近い)



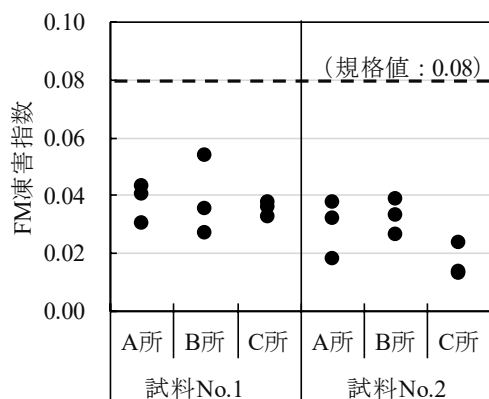
(1) 試料 No. 1

(2) 試料 No. 2

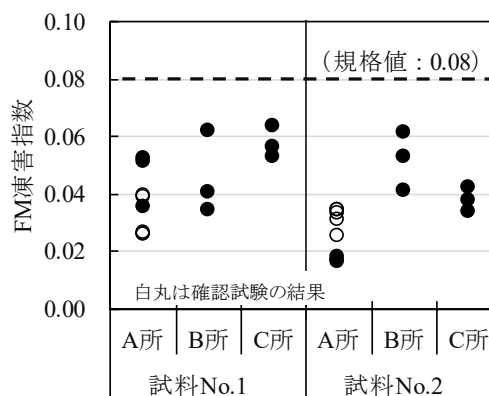
写真-1 試験に用いた再生粗骨材 (容器の直径 140mm)

表-2 ラウンドロビン試験の条件

	(参考) JIS A 5022 附属書 D の規定	A 所	B 所	C 所
1 容器あたりの試料量 (g)	750 以上	750	750	750
1 容器あたりの水量または 塩水の量 (g)	試料が水没する量	375	400	400
容器の形状寸法 (mm)	円筒容器	φ 140×h60 (円筒)	φ 110×h125 (円筒)	200×125×80 (箱型)
容器の材質	プラスチック製	ポリプロピレン	ポリプロピレン	ポリプロピレン
冷凍庫の容量 (リットル)	規定なし	25	121	64
冷凍庫の設定温度 (°C)	-18°C以下	-24	-23	-24
水槽の種類	規定なし	養生水槽	養生水槽	養生水槽
水槽の設定温度 (°C)	規定なし	20±2	20±2	20±2
凍結時間 (時間)	16±2	19±1	16±2	16±2
融解時間 (時間)	8±2	5±1	8±2	8±2
ふるいわけの回数	規定なし	3 回	4~5 回	2~3 回



(1) JIS法(水道水10サイクル)の結果



(2) 簡易法(塩水1サイクル)の結果

図-6 ラウンドロビン試験の結果

を抽出することを目的に同一の試料を用いて3つの機関で同時期に試験を実施した。

試験に用いた再生粗骨材は表-1 および写真-1 に示す試料 No.1 と No.2 の2種類とし、必要量を各機関に送付した。いずれも再生粗骨材 M の品質規格を満足しているが No.1 は H に近く、No.2 は L に近い品質であった。粒度範囲は 2010 のみを対象とした。なお、No.2 は 1510 の占める割合が大きかった。

試験を行った機関は A 所, B 所, C 所の3機関であり、JISA 5022 附属書 D の方法に従った JIS 法(水道水 10 サイクル)と、3. で述べた簡易法(塩水 1 サイクル)を試料 No.1, No.2 を対象にそれぞれ 3 回ずつ実施した。なお、3.3 で述べたように、簡易法で得られる試験前後の F.M. の変化量は JIS 法の約 2 倍の値を示すことから、簡易法では FM 凍害指数を式(2)で求めることとした。

簡易法から求める FM 凍害指数

$$= (FM.a - FM.b) / 2 \quad (2)$$

各所の試験条件を表-2 に示すが、容器の形状寸法や凍結融解の時間、ふるい分けの回数（試験後の試料を何回に分けてふるい分けするか）等には差が見られた。

4.2 ラウンドロビン試験の結果

ラウンドロビン試験の結果を図-6 に示す。なお、A 所ではラウンドロビン試験の後に、後述する確認試験も行っており、図-6 にはそのデータも併せて示した。

JIS 法の結果は、試料 No.1, No.2 ともに規格値を満足する結果であり、No.1 に比較して No.2 のほうがやや値が小さい傾向が認められた。この傾向は 3 機関とも同様であった。簡易法の結果については、複数回試験したうちの最大値と最小値の幅が JIS 法に比較してやや大きい傾向があるものの、JIS 法と同様にいずれの試験結果ともに規格値を満足する結果が得られた。

5. 確認試験

5.1 確認試験の概要

ラウンドロビン試験を実施した際に、表-2 に示すように試験機関によって試験条件に多少の差があることを確認した。また、JIS には詳細には規定されていない具体的な試験手順について議論し、それらの影響を確認するための確認試験を A 所で行った。試験は簡易法を対象に実施し、試験項目とその試験概要を以下に示す。また、試験ケースを表-3 に示す。なお、1 容器あたりの再生粗骨材の試料量は 750g、3%塩水の量は 400g で統一した。

(1) ふるい分けの方法

凍結融解試験後の試料のふるい分け作業について、激しくふるい分けると試料が破損するおそれがあるため、ラウンドロビン試験では、ふるいを静かに傾け、試料の重さでふるい上をすべらせるように 5 往復程度させることを定めていた。これに関し、1 回にふるいに載せる試料の量も定めたほうが良いとの意見があり、750g の試料を 3 回に分けてふるい分けする場合と、6 回に分けてふるい分けの場合を比較した。実際には、750g の試料を約 250g ずつ 3 回に分けてふるい分けを行った後、その試料を一旦容器に戻して、再度、同一の試料を約 125g ずつ 6 回に分けてふるい分けを行い、双方のふるい分け結果を比較した。

(2) 冷凍条件の比較

冷凍の条件としては、JIS 法では、最低温度は -18℃ 以下、凍結時間は 16±2 時間としている。一般に市販されている冷凍庫、または冷凍冷蔵庫であれば、最低温度の条件は満足できる。ただし、-18℃ に達するまでの時間の調整に関しては、使用する冷凍庫の性能（容量）に合わ

表-3 確認試験の試験ケース

試験 No.	対象粒度	ふるい (回数)	冷凍条件 ^{※1}	容器の種類 ^{※2}	対象試料
1	2010	3および6	a) 11-13	A	表-1中の No.1 および No.2
2		3および6	b) 11-19	A	
3		6	c) 16-19	A	
4				B	
5				C	
6 ^{※3}	2520	6	c) 16-19	A	No.1

※1: -18℃ までの降温時間 - 取り出し時間

※2: 形状寸法は表-2 参照

※3: 試験 No.6 のみ 2 回実施 (他は 1 回)

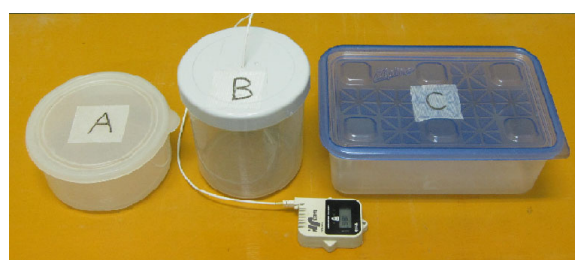


写真-2 試験容器と温度計

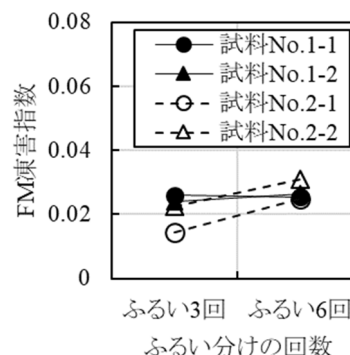


図-6 ふるい分け方法の比較

せて、一度に冷凍庫で凍結させる試料と水（または塩水）の量（試料容器の個数）を調整する必要があります。

ラウンドロビン試験ではこの凍結時間の範囲を僅かだが満足していない試験機関もあった。また、凍結時間終了時の温度のみの確認で、凍結中の試料の温度履歴を測定していない試験機関もあった。

このため、冷凍庫に入れてから -18℃ に達するまでの時間（以下、降温時間）と、冷凍庫から取り出すまでの時間を表-3 に示すように種々に設定して、比較試験を実施した。なお、A 所が行ったラウンドロビン試験の結果（冷凍条件 d）、降温時間と取出し時間は 19-19）も含めて検討した。

容器内の塩水の温度の測定は写真-2 に示す温度計の

測温部を容器内の溶液のほぼ中央部に挿入して、10分間隔で自動測定した。

(3) 容器の比較

ラウンドロビン試験では、表-2 および写真-2 に示すように、各機関で異なる形状寸法の容器が使用されており、この違いが実験結果に与える影響について試験を行った。

(4) 2520 と 2010 の比較

3.2 で述べた簡易法に関する検討では、2005 の粒度の再生骨材を対象に、試験対象の粒度を2010に限定することについて検討されていた。一方、再生骨材Mの耐凍害品の粒度範囲には2505もあり、2520の粒度の影響は未確認であった。試料 No.1 に用いた再生粗骨材試料には2520の粒子も含まれており、2520と2010とで試験結果を比較した。

5.2 確認試験の結果

(1) ふるい分け方法の試験結果

ふるい分けの回数を3回とした場合と6回とした場合を比較して図-6に示す。試料 No.1 では両者の差が認められなかったが、ももとの粒度が細かい試料 No.2 では、3回でふるい分けるより6回でふるい分けるほうがFM凍害指数の値が大きくなった。この結果から、ふるい分けの回数を6回程度として、1回にふるい分ける量を少なくしたほうが、より適切な結果が得られることが分かった。このため、図-6以降のFM凍害指数を求めるときにあたっては、いずれも6回でふるった結果を示している。

(2) 冷凍条件の比較の試験結果

表-3に示す冷凍条件a), b), c)と表-2のA所で実施した試験(冷凍条件d))を対象に、冷凍時の容器内の塩水の温度履歴を比較した結果を図-7に示す。

水道水の場合は0°Cで降温が停滞するが、3%塩水の場合は凝固点降下の影響で-2°C付近で停滞し、その後は緩やかな温度低下を続け、-6°C程度から降温速度が増加し、冷凍庫の設定最低温度に達している。図中のa)とb)は同じ降温速度であり、冷凍庫からの取り出し時間を変えている。c)とd)は降温速度を変化させた条件である。

これらの温度条件で実施した簡易法によって得られるFM凍害指数の比較を図-8に示す。図には試験を行った容器一つごとの結果を示している。すなわち、試験個数は条件a)とb)は1個、c)とd)は3個のデータを示している。

これによれば条件a), b), c)では有意な差は認められなかった。条件d)では試料No.1ではやや大きめ、試料No.2では逆にやや小さめな値となり、今回の試験条件の範囲では、温度条件の違いに起因する一定の傾向は確認されなかった。なお、d)はA所に送られた試料を用いた試験結果であるのに対して、a)~c)はC所で試験した試料の

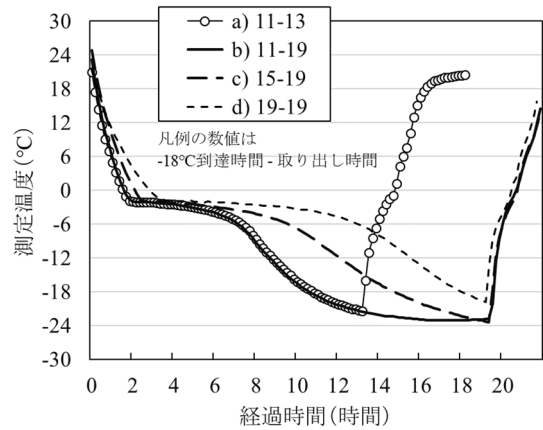


図-7 容器内塩水の温度履歴の比較
(冷凍条件の比較)

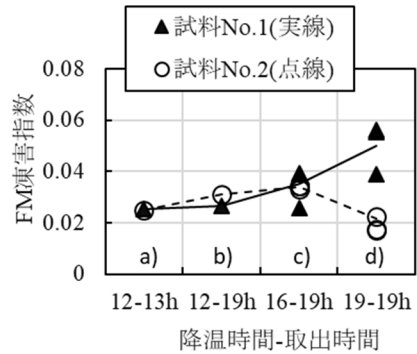


図-8 冷凍条件の比較の試験結果

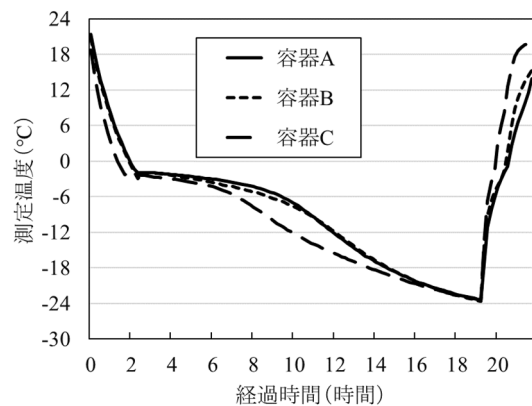


図-9 容器内塩水の温度履歴の比較
(容器の比較)

残部をA所に送り、これを用いた値であったことから、試料のサンプリングの影響も含まれた可能性がある。

(3) 容器の比較の試験結果

各容器内の塩水の温度履歴を図-9に示す。容器AとBはほぼ同じ温度履歴を示した。容器Cは温度降下および温度上昇がAやBに比較してやや早かった。写真-2に示すように容器の寸法形状が異なることから、再生粗骨

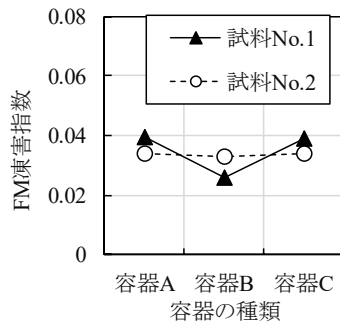


図-10 容器の比較の試験結果

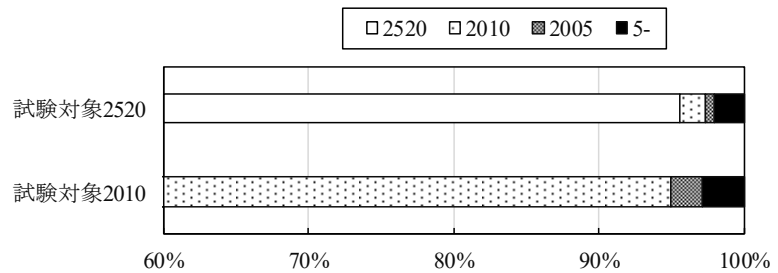


図-11 2520 と 2010 の試験後の粒度分布

材試料と塩水を入れた状態での塩水の水深が A で約 5cm, B で約 7.5cm に対して C は約 3cm と浅く, その分, 表面積が大きく, 冷凍庫内の冷氣や養生水槽の水温の影響をより受けやすかったためと考えられる。

しかし, 今回使用した 3 種類の容器で, 試験結果 (図-10) に有意な差は確認されなかった。

JIS A 5022 の附属書 D では, 容器の形状は円筒であることを規定しているが, 容器 C のように円形でなくても, 試験結果に影響はなかった。ただし, 容器 C のように水深が浅い場合には, 容器内の水温を測定する際に測温部が容器に接触しない工夫が必要である。

(4) 2520 と 2010 の比較の試験結果

簡易法を行った結果として, 試験後のふるい分けによる粒度の比較を図-11 に示す。2010 の試験結果では, 10mm 以下に砕けた粒子の質量割合は全体の 5.0% であった。これに対して 2520 の試験結果では, 20mm 以下に砕けた粒子の質量割合は 4.4% であり, ほぼ同程度であった。

簡易法は 3.2 で述べたように, 全体の粒度に対して 2010 の占める割合が概ね 6 割以上ある場合に, 2010 の粒度のみの試験結果で評価して良いことを提案しており, 2505 の粒度であっても, この条件を満足する場合には 2010 の粒度を対象にした試験結果で評価して良いと考えられる。

6. まとめ

JIS A 5022 附属書 D に規定される再生粗骨材 M を対象とした凍結融解試験方法について, 試験に用いる溶液を水道水から塩水 (3%NaCl 溶液) に変更し, 試験サイクルを 10 サイクルから 1 サイクルに短縮する簡易法が提案されている。

この簡易法の妥当性を検証することを目的としたラウンドロビン試験を 3 機関で実施した。また, 試験条件の詳細を確認するための確認試験を実施した。これらの試験から以下の結果を得た。

- (1) ラウンドロビン試験の結果から, 簡易法によって妥当な試験結果が得られることを確認した。
- (2) 凍結融解後のふるい分けは丁寧に行う必要があり, ふるいを静かに傾け, 試料の重さでふるい上をすべらせるように 5 往復程度させる条件で実験を行ったが, 1 回にふるい分ける試料の量の影響を検討した結果, 750g の試料を 3 回に分けてふるい分けるより, 6 回に分けてふるったほうが良い結果が得られた。
- (3) 凍結の条件として JIS 法では -18°C に到達する時間を 16±2 時間と規定されているが, その範囲を外れて 11 時間～19 時間となった場合も, 今回の実験結果では, 有意な差は確認されなかった。
- (4) 容器の形状の違いについて 3 種類の容器を比較したが, 有意な差は確認されなかった。
- (5) 2520 の粒子の影響について, 2010 と比較したが有意な差は確認されなかった。

なお, 本試験は, 再生骨材に関する JIS 改正原案作成委員会 (野口貴文委員長, 2021-2022) の活動の一環として実施したものである。簡易法は試験に係る時間と手間を大幅に改善した手法であり, この方法が活用されることで, 再生骨材コンクリートの普及の一助となれば幸いである。

参考文献

- 1) 片平博, 渡辺博志: 再生骨材の耐凍害性評価手法の研究, コンクリート工学論文集, Vol.21, No.1, pp. 25-33, 2010.1
- 2) 片平博, 古賀裕久: 再生粗骨材の凍結融解試験方法 (簡易法) の提案, 土木学会, 第 75 回年次学術講演会講演概要集, V-78, 2020.9
- 3) 片平博, 古賀裕久: 再生粗骨材の凍結融解試験方法 (簡易法) における試験条件の検討, 土木学会, 第 76 回年次学術講演会講演概要集, V-103, 2021.9