

論文 硫酸ナトリウムによる骨材の安定性試験の不確かさに影響する因子について

手代木 賢治*1・高野 智宏*2・寺田 哲美*3・山中 誠*4

要旨：一般に試験結果には試験器具精度および試験者等のばらつきが包含されている。そこで、国際標準化機構では測定結果の表現のルールを示す国際文書(GUM)を出版し、測定のばらつきを測定の不確かさとし試験結果と共に試験報告書に表記し信頼性を示すこととしている。本論文では骨材試験のうち硫酸ナトリウムによる骨材の安定性試験結果に影響(ばらつき)を与える因子(不確かさの因子)の中で大きく影響を及ぼす因子を明確にした。その結果、試料の準備(ふるい分け作業)が測定の不確かさに大きく影響することが判明した。

キーワード：JIS A 1122, 試料の準備, 乾燥温度履歴, 硫酸ナトリウム飽和溶液, 不確かさ

1. はじめに

コンクリート製品の製造過程で実施されている、各試験の試験結果に対する信頼性が厳しく求められている。この信頼性は、試験結果の測定の不確かさで示される。一般的に機器類では±誤差として機器性能表などに記載されている。誤差とは「真の値」が求められることを前提に「誤差」=「測定値」-「真の値」と定義されるが、現実には真の値を求めることは難しい¹⁾。そこで、GUM に掲示されたルールでは測定のばらつきのパラメータとして測定の不確かさ(標準誤差)を用いて測定結果とともに示し、試験結果の信頼性を表している²⁾。

この不確かさは機器類が持つ器差(ばらつき)や試験者が持つ測定のばらつきを合成して示される。機器類が持つばらつきは制御することは難しい。しかし、試験者が持つばらつきは、制御可能である。例えば試験の再現性ならびに試験者の違いなどがそれである。この試験者に関するばらつきは試験工程中に発生する。よって、試験工程を標準化および経験を重ねることでばらつきを小さくすることができる。

本論文では数ある骨材試験の内、JIS A 1122 硫酸ナトリウムによる骨材の安定性試験に着目し、試験工程中に起こりうる不確かさ因子の中で最終的な試験結果に大きく影響を及ぼす(ばらつきを与えるか)因子を明確にする。

2. 骨材の選定

使用する骨材は比較試験を行うため、できるだけ岩質を均質とする。よって、細骨材は表乾密度 2.66g/cm³、吸水率 2.19%の川砂を用い、粗骨材は安山岩質砕石 5～

20mm を用い、表乾密度は 2.61g/cm³、吸水率 2.77%である。また、各試料共に試験ロットを統一し、四分法を用いて使用する分だけ採取し、試験を行っている。

3. JIS A 1122 による試験手順概要

JIS A 1122 硫酸ナトリウムによる骨材の安定性試験の概要を示す³⁾。

1) 試料は細骨材は代表的な物を約 3kg、粗骨材(粗骨材最大寸法 20mm)の場合、代表的な物を 8kg 以上採取する。

2) 細骨材の場合、表-1 に示す区分にふるい分け、粗骨材の場合、5mm ふるいでふるい、ふるいにとどまったものについて表-2 に示す粒径による群に分け、各群の質量分率を求め、質量分率が 5%以上となった群について安定性試験を実施する。

3) 水をかけてよく洗った骨材(細骨材の場合は 0.3mm のふるいを用いて洗い、ふるいにとどまる粒を試料とする。)を、105±5℃の温度で一定量となるまで乾燥した後、各群ごとに規定する試料の質量をはかりとって各群の試料とし、個別に保存する。

4) 硫酸ナトリウム飽和溶液は、試験に用いる前に、温度 20±2℃であることを温度計を使い確認した後、比重計を使い 1.151～1.174g/cm³ の範囲であることを確認する。

5) 各群の試料をそれぞれ別の金網かごに入れ、硫酸ナトリウム飽和溶液の中に浸す。このとき硫酸ナトリウム飽和溶液の表面は、試料の上面から 15mm 以上高くなるようにする。硫酸ナトリウム飽和溶液は蒸発及び異物の混入を防ぐため、適切なふたをする。硫酸ナトリウム飽和溶液温度は 20±2℃ に保ち、試料を 16～18 時

*1 共和コンクリート工業株式会社 技術研究所 試験グループ (正会員)

*2 共和コンクリート工業株式会社 技術研究所 試験グループ 博士 (正会員)

*3 共和コンクリート工業株式会社 技術研究所 試験グループ 試験リーダー

*4 共和コンクリート工業株式会社 技術研究所 試験所所長 (正会員)

間、硫酸ナトリウム飽和溶液に浸しておく。

6) 試料を硫酸ナトリウム飽和溶液から取りだして、液がしたたらなくなった後、試料を乾燥機に入れる。乾燥機内の温度は1時間に40±10℃の割合で上げ、105±5℃の温度で4～6時間乾燥する。

7) 乾燥した試料を室温まで冷やす。

8) 5)～7)の操作を5回繰り返す。

9) 5回の操作を終えた試料を清浄な水で洗う。洗いに塩化バリウム(BaCl₂)溶液を加えても白く濁らないようになるまで洗う。洗った試料を105±5℃の温度で一定質量となるまで乾燥する。

10) 乾燥した各群の試料を、試験を行う前に使用したふるいでふるい、ふるいにとどまった試料の質量を粗骨材は1gまで又はこれより良い精度まではかる。

表-1 ふるいによる区分(細骨材)

ふるいで区分した各群の粒径の範囲
0.6mmふるいを通し0.3mmふるいにとどまる
1.2mmふるいを通し0.6mmふるいにとどまる
2.5mmふるいを通し1.2mmふるいにとどまる
5mmふるいを通し2.5mmふるいにとどまる
10mmふるいを通し5mmふるいにとどまる

表-2 ふるいによる区分と採取する試料の最小質量(粗骨材)

ふるいで区分した各群の粒径の範囲	試料の最小質量(g)
10mmふるいを通し5mmふるいにとどまる	300
15mmふるいを通し10mmふるいにとどまる	500
20mmふるいを通し15mmふるいにとどまる	750
25mmふるいを通し20mmふるいにとどまる	1000

4. 試験手順の中で考えられる影響因子

4.1 試験に関する特性因子

不確かさを評価する方法にはAタイプ評価とBタイプ評価の2つの方法があり、それぞれ測定データ、使用する装置・器具の器差など考えられ、不確かさの因子の分布(ばらつき)について検討し、評価する。Aタイプ評価は実際の測定データを統計的に解析し不確かさを推定する方法で、Bタイプ評価は校正証明書や仕様書等に記載された数値データを参照または引用し、確率分布を仮定し、不確かさを算出する。一連の試験を行う場合、これらの不確かさを合成し、試験結果の不確かさとして試験結果と共に表記を行う²⁾。

JIS A 1122 硫酸ナトリウムによる骨材の安定性試験における測定の不確かさの因子は、先に示した試験手順概要から図-1に示すような大まかな特性因子図が考えられる⁴⁾。

装置・器具ではふるい、比重計、タイマー、乾燥機およびはかりが不確かさの因子として考えられる。試験環境条件では大気圧、温度および湿度があげられる。試

料状況では試料の乾燥状況が考えられる。試験者に関して試験者の違いおよび装置・器具の取り扱いの因子があげられる。さらに、試験は繰り返し行っていることから、繰返しに関する繰返し誤差による因子の不確かさも考えられる。ここで挙げた不確かさの因子は大きく区分けしたもので、この因子の中にさらに細かい不確かさの因子があると考えられる。

弊社で事前調査を実施した結果、装置・器具に関する因子はBタイプ評価で行う因子であり、装置・器具を入れ替えないかぎり、極端に不確かさが変動することはない。しかし、試験環境条件、試料状況、試験者および繰返しに関する因子の不確かさはAタイプ評価で推定を行い、大きく不確かさが変動する因子であった。

そこで、Aタイプ評価で行う数有る不確かさ因子の中で、大きく変動する試験者に係わる因子に着目した。さらに、この因子の中の装置・器具の取り扱いにおいて、さらに因子を細分化し、ふるいの取り扱い、乾燥機の取り扱いおよび、試験用溶液の取り扱いが大きく変動する可能性があり、本論文では取りあげる。

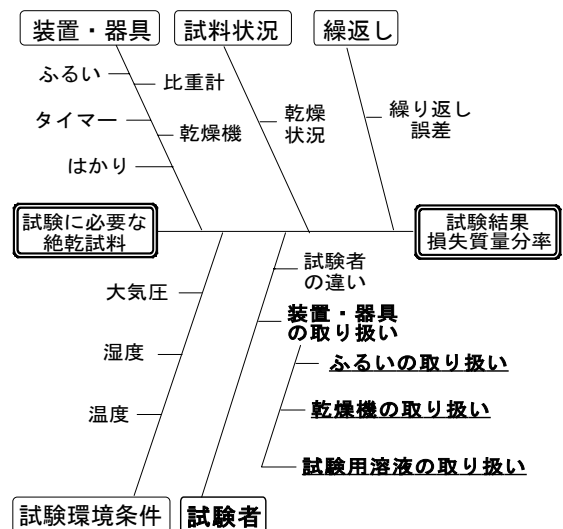


図-1 試験に関する不確かさの特性因子図

4.2 ふるいの取り扱いに関する因子

3.3)で示した試験手順の概要において、各群の試料の準備方法が影響因子として挙げられる。ここでは各群のふるいを用いて試料を準備するが、準備方法によって試験結果に影響を及ぼすことが示唆される。JIS A 1122 では詳細なことが記載されておらず、ふるい目に挟まった粒を試料に混ぜてはならないとしか記載はない³⁾。また、試験手順を説明した書籍ではふるい目につまった粒を試料にまぜてはいけないと記載したのものもある⁵⁾。この「挟まった」ならびに「つまった」の解釈として、ふるい目に挟まりふるいを返しても落ちない粒のことを指しているのか、挟まるがふるいを返すと

落ちる粒までを指しているのか、困惑する。さらに、ここでのふるい分け作業が不十分であると、安定性試験で壊れない試料も壊れたものに含まれるため、十分にふるい分け作業を行うと記載した書籍もある⁶⁾。一般的なふるい分け作業は、ふるい分け試験で行うふるい分けと解釈できる⁷⁾。その作業はふるいに上下動および水平動を与え、試料を揺り動かし、試料が絶えずふるい面を均等に運動するようにし、1分間に通過する試料が全試料質量の0.1%以下となるまで作業を行うとしている。よって、JIS A 1122 ならびに安定性試験について説明されている書籍等ではふるい分け作業に違いがあり、試験結果にばらつきを与える可能性がある。

そこで、本報告ではふるい分け方法の違いによる試料の準備を不確かさの要因とし詳細を把握することとした。

4.3 乾燥機の取り扱いに関する因子

3.7)で示した試験手順の概要において、乾燥後の除冷速度の影響が示唆できる。105±5℃の試料を除冷する場合、長時間で室温(25℃程度)まで除冷する場合と短時間で室温(25℃程度)まで除冷させる場合では、骨材に及ぼす影響として熱ひずみによる微細なひび割れの発生が考えられる。既往の研究^{8),9)}などから安山岩および砂岩の物性を表-3に示す。この物性値の熱膨張率を用いて冷却時の温度差による熱歪みから熱応力を算出すると表-4に示す程度の引張応力が図-3に示すような骨材表面に発生していると考えられる。例えば、安山岩の場合、表-4より骨材粒表面温度と中心温度の温度差が10℃程度であれば発生する熱応力は引張強度で約4.384MPaであった。表-3の安山岩の引張強度は4.4MPa程度であるため、熱応力で発生する引張強度と同程度にあるため、図-2に示すように急冷の場合のように骨材粒表面温度と中心部温度差が10℃以上の温度差の場合は、表層部にひび割れが発生する可能性がある。さらに、熱ひずみで発生した微細なひび割れは浸せき-乾燥工程(乾燥工程の前には必ず16~18時間の硫酸ナトリウム水溶液に浸せきさせる工程が入り、浸せき-乾燥の回数は5回になる。)を繰り返すことで、硫酸ナトリウム水溶液がひび割れ先端部に侵入し、乾燥によりひび割れ先端部にある硫酸ナトリウム水溶液が結晶化し、ひび割れを拡大することが示唆され、試験結果に影響を及ぼすと考えられる。よって、除冷速度を不確かさの要因とし、除冷速度の影響を把握する。

表-3 骨材の物性値

	比重 (g/cm ³)	強度 (MPa)			弾性係数 GPa	熱膨張率 ×10 ⁻⁶ /°C
		圧縮	曲げ	引張		
安山岩	2.62	190	8.3	4.4	54.8	8
砂岩	2.65	315	6.9	2.5	58.8	8

表-4 温度差と熱応力

表面と中心 温度の差 (°C)	温度歪み	熱応力 安山岩 (MPa)	熱応力 砂岩 (MPa)
5	0.00004	2.192	2.352
10	0.00008	4.384	4.704
15	0.00012	6.576	7.056
20	0.00016	8.768	9.408

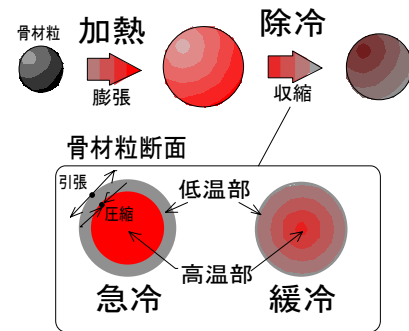


図-2 除冷時の骨材粒イメージ

4.4 試験用溶液の取り扱いに関する因子

3.9)で示した硫酸ナトリウム飽和溶液へ試料を浸せきする試験手順において硫酸ナトリウム飽和溶液の取り扱いに困惑する。硫酸ナトリウム飽和溶液はJIS A 1122に規定により作成し、容器の底の結晶生成ならびに、密度1.151~1.174g/cm³の範囲を比重計で確認し、使用する。しかし、結晶が生成された溶液に試料を浸すことまでは明記されておらず、溶液の移し替えが可能なかは不明である。図-3に示すA)は試験を行う容器で、容器の底に結晶が生じた硫酸ナトリウム飽和溶液ある。また、B)は容器の底に結晶が生じた硫酸ナトリウム飽和溶液を大量に作成し、小分けにした容器である。B)は試験を行う際、試験初期において結晶が容器の底に無い。しかし、A)およびB)は密度1.151~1.174g/cm³の範囲に入る溶液である。

そこで、硫酸ナトリウム飽和溶液の取り扱いを不確かさの要因とし、この両者の溶液を用いて細骨材の試験を実施し、比較検討した。

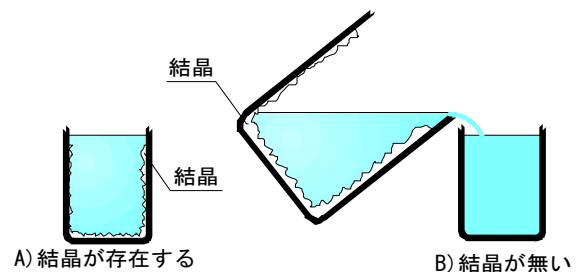


図-3 硫酸ナトリウム飽和溶液の結晶の有無

5. 試験結果と考察

5.1 ふるいの取り扱いの違い

ふるいを用いて各群の試料を準備する場合、JIS A 1122の注記に記載されている、ふるい目に挟まった粒

を試料に混ぜてはならないとの文面の解釈に困惑する。粗骨材の場合を例に挙げると図-4 に示すように、試料をふるった場合、ふるい目に挟まり、ふるいを逆さにしても落ちない粒がある。また、図-5 にしめすようにふるい作業中に金網に挟まり、網の上を動かない粒(図中矢印：ふるいを逆さにすると落ちる粒)がある。

そこで粗骨材を用いて図-4 に示すふるい目に挟まり逆さにしても落ちない試料を除いた試料(以後、A 採取法と称す。)とふるい目に挟まり逆さにしても落ちない試料を除くことは基よりふるい作業中に金網に挟まり、動かない粒を除いた試料、つまり各ふるいの区分内で比較的粒度の大きい粒のみを試料としたもの(以後、B 採取法と称す。)を比較検討した。



図-4 ふるい目に挟まり逆さにしても落ちない粒
(図中矢印)

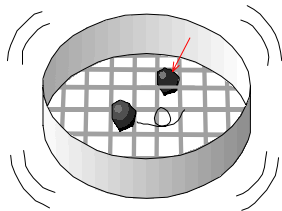


図-5 ふるい目に挟まり動かない粒(図中矢印)

表-5 に試験結果を示す。A・B 採取法共に 9 回の試験を実施した。その結果、A 採取法の平均値は 8.0%、標準偏差 1.428%、不確かさは標準偏差を試験回数の平方根で除した 0.48%であった^{1),2)}。B 採取法の平均値は 2.8%、標準偏差 0.501%、不確かさは 0.17%であった。この値を基に図-6 に正規分布図を示す。

図-6 に示すように B 採取法の平均値は A 採取法の平均値の 1/3 程度の値を示し、A ならびに B 採取法の 2σ の範囲に関して重なりが見られず、準備方法の違いで大きく異なる結果が得られた。標準偏差でも示されるように A 採取法(標準偏差 1.428%)は B 採取法(標準偏差 0.501%)よりばらつきが大きく、結果、確立密度も小さくなる傾向が見られた。つまり、A 採取法を採用した場合は B 採取法をより試験結果の再現性が不安定であることを示しており、試料の準備方法の違いは試験結果に大きく影響を及ぼすことが示された。当然、不確かさは標準偏差(実験標準偏差)を用いて示すことから^{1),2)}、大きく変動することが示唆される。

表-5 試料の準備方法の違いによる試験結果

	A採取法	B採取法
No. 1	6.2	3.0
No. 2	8.0	3.0
No. 3	7.2	3.5
No. 4	8.5	2.2
No. 5	8.4	2.8
No. 6	9.9	2.5
No. 7	6.9	2.4
No. 8	10.7	3.7
No. 9	6.6	2.3
Av.	8.0	2.8
標準偏差:s	1.428	0.501
不確かさ:s/√9	0.48	0.17

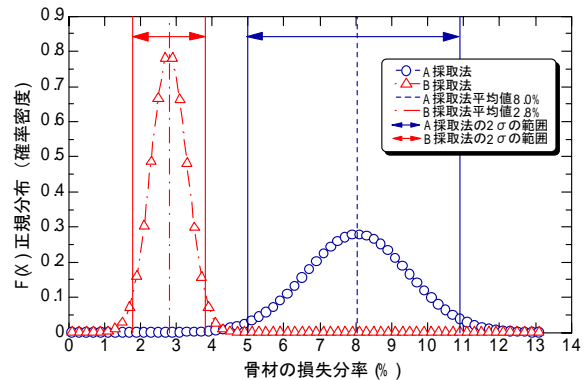


図-6 正規分布(試料の準備方法の違い)

5.2.3 乾燥機の取り扱いの違い

JIS A 1122 では乾燥時間ならびに温度の規定として 1 時間に $40 \pm 10^\circ\text{C}$ の割合で上げ、 $105 \pm 5^\circ\text{C}$ の温度で 4~6 時間乾燥するとあるが、除冷に関する記載は乾燥した試料を室温まで冷ますとしかない。そこで、粗骨材を用いて除冷速度を変え、試験結果に及ぼす影響を検討した。図-7 に示すように試料周辺の除冷温度履歴を示す。緩冷の場合は温度勾配約 $-1^\circ\text{C}/\text{min}$ で除冷し、急冷の場合は温度勾配約 $-15^\circ\text{C}/\text{min}$ で除冷した。急冷では恒温槽を使用している。試料は乾燥終了後直ちに $25 \pm 2^\circ\text{C}$ 、湿度 $60 \pm 3\% \text{Rh}$ の設定済みの恒温槽に入れて除冷を行った。また、図-8 に示すように 20mm の粗骨材の中心部ならびに表面に熱電対を設置し、粗骨材が完全に冷却されたことを確認している。

図-9 は表面温度と中心温度の差を示しており、除冷時のみの結果である。この度計測した粗骨材では除冷温度が異なっても温度差が 10°C を超え無かった。

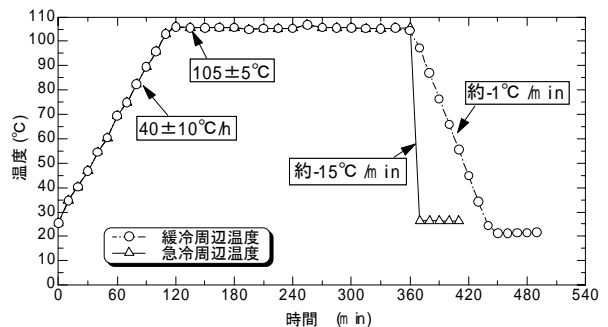


図-7 乾燥および除冷温度履歴

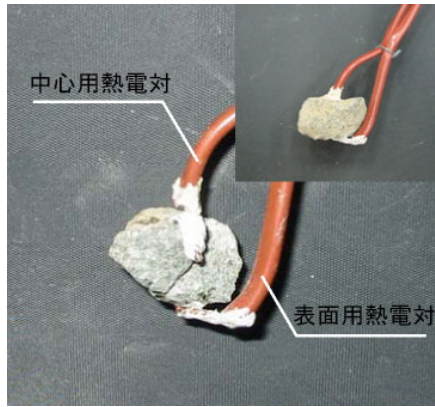


図-8 粗骨材に設置した熱電対

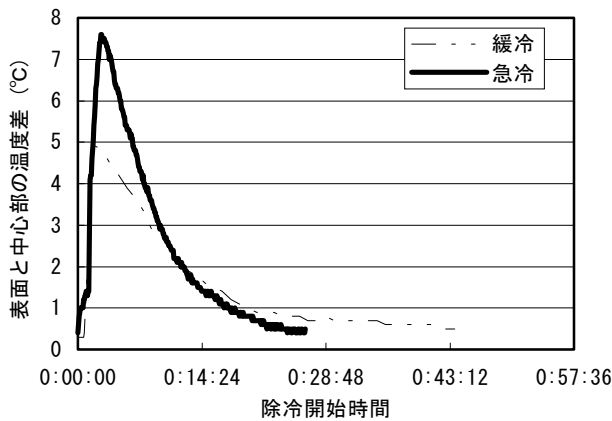


図-9 粗骨材粒の温度差

表-6 に試験結果を示す。緩冷ならびに急冷の場合も試料の準備方法は先に示した A 採取法を採用している。また、緩冷の場合の試験結果は先に準備方法の違いで示した試験において除冷方法として緩冷を採用していることから、試験結果は同じである。以上のことから緩冷の試験のばらつき(標準偏差)は、先に準備方法の違いで示した A 採取方法のばらつきと同値(標準偏差 $s: 1.428\%$)である。緩冷の平均値は 8.0%で急冷の平均値は 6.4%であった。これらを基に、図-10 に除冷速度の違いを図化した。

急冷の平均値は緩冷の平均値よりも小さく、また試験結果を含め緩冷の 2σ の範囲に入る結果が得られた。

実験当初は急冷することで骨材に損傷を与え、急冷の試験結果は緩冷の試験結果より大きくなると推察していたが、急冷の試験結果の平均値は緩冷の試験結果の平均値より小さくなる傾向を示し、2 回の試験データでしかないが、その値は緩冷の試験結果の 2σ の範囲内にほぼ収まることが示された。これは一つに中心温度と表面温度の差が急冷と緩冷では大きく変わらなかったことが上げられる。よって、この度の試験の範囲(安山岩質砕石 5~20mm を用いた場合)では急冷のばらつきは緩冷のばらつきの範囲内にあり除冷速度の影響は小さいと考えられる。

表-6 除冷速度の違いによる試験結果

	試験結果 (%)	平均値 (%)
緩冷	表-5 A採取 方法参照	8.0
急冷	5.0	6.4
	7.8	

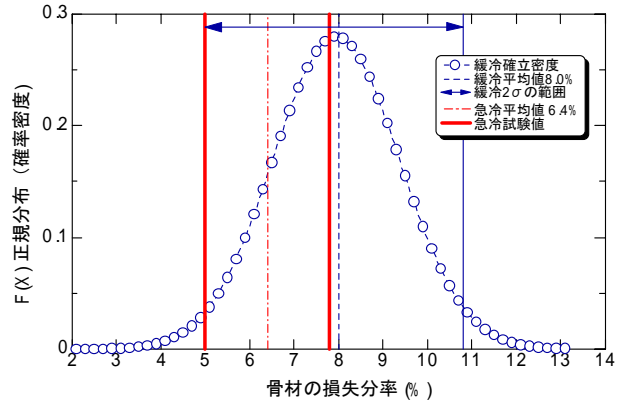


図-10 正規分布(除冷速度の違い)

5.3 試験用溶液の取り扱いの違い

硫酸ナトリウム飽和溶液の違いに関する試験について細骨材を用いて行うに当たり、すべての粒度に関して試験を行うと最終結果であるすべての粒度の損失質量分率で各ふるいの試験結果が合成され、違いが曖昧になることから、5mm ふるいを通過し 2.5mm ふるいとどまる区分ならびに 2.5mm ふるいを通過し 1.2mm ふるいとどまる区分について試験を実施し比較した。

図-11 ならびに図-12 に試料を金網かごに入れ、硫酸ナトリウム飽和水溶液への浸漬、乾燥および冷却の工程を 5 回行った状況を示す。

図-11 は容器の底に結晶が生じた硫酸ナトリウム飽和溶液を大量に作成し、小分けにした硫酸ナトリウム飽和水溶液で試験を行ったもので、金網かごの周りには硫酸ナトリウムの結晶が白く析出しているのが見て取れる。一方、図-12 は容器の底に結晶がある硫酸ナトリウム飽和水溶液で試験を行ったもので、金網かごの周りに結晶は見られなかった。

両者は飽和状態の硫酸ナトリウム溶液で試験を行ったことに違いが無いが、溶液の安定性が異なる可能性がある。容器の底に結晶がある硫酸ナトリウム飽和溶液は溶液の蒸発に伴い結晶が溶液温度 $20\pm 2^\circ\text{C}$ にあった飽和濃度を保とうと安定をはかるため、結晶の溶出や肥大化はあっても新たに金網かごに析出しない。しかし、容器の底に結晶が無い場合は溶液濃度の安定をはかるため、容器の底および金網かごに新たな結晶を析出させたとき示唆できる(当然、溶液の減少量も大きい)。なお、5 回の浸せき-乾燥を繰り返した後の両容器の硫酸ナトリウム飽和溶液密度は $1.151\sim 1.174\text{g/cm}^3$ の範囲にあった。



図-11 結晶が無い容器の試料



図-12 底に結晶がある容器の試料

表-7 に試験結果を示す。試験結果は一回づつの結果でしかないが、1.2mm ならびに 2.5mm のふるいに残る試料で同様の傾向が示された。容器の底に結晶が無い硫酸ナトリウム飽和溶液を用いた試験結果は容器の底に結晶が有る硫酸ナトリウム飽和溶液を用いた試験結果より小さくなる結果が得られた。損失質量分率では 1.4～2.0%の違いが、また、損失分率で 0.2～0.4%の違いが見られた。損失質量分率において 100g 中 1.4～2.0%の違いは大きいと思われるが、損失分率では質量分率の関係から小さく見積もられる。よって、質量分率では差が見られるものの損失分率では有意な差とは考えられない。

表-7 溶液の違いによる試験結果

	ふるい寸法 (mm)	質量分率 (%)	試験前試料質量 (g)	試験後試料質量 (g)	損失質量分率 (%)	損失分率 (%)
結晶が無い飽和溶液	1.2	23	100	96.6	3.4	0.8
	2.5	14		92.6	7.4	1.0
結晶が有る飽和溶液	1.2	23		94.6	5.4	1.2
	2.5	14		91.2	8.8	1.2

6. まとめ

本研究の範囲では次のことが言えると考えられる。

乾燥後の冷却では除冷速度が変化しても試験結果に大きく影響はしない。硫酸ナトリウム飽和溶液を移し替えて使用した場合、試験結果は小さくなる傾向が示されたが、大きく試験結果に影響を及ぼさないと考えられる。

大きく影響した因子は各群の試料の準備方法であり、入念にふるい分けし、そのふるいの範囲の中で比較的粒度の大きい試料を用いた試験結果は、ふるい分け試験程度のふるいを行った試料の試験結果の 1/3 程度になり、ばらつきに関しても小さくなる傾向が示された。つまり、試料の準備方法が不確かさに大きく影響を及ぼすと考えられる。

今後はこの違いがその他の試料でも言えるのか、また、温度が $20 \pm 2^\circ\text{C}$ の硫酸ナトリウム飽和水溶液に入れる試料の温度差の影響など、他に大きく影響する試験因子は無いのか研究を継続する。さらにこの結果が骨材の風化にどの程度影響するかを明確にしたいと思う。

参考文献

- 1) (独)製品評価技術基盤機構:不確かさ入門ガイド, (独)製品評価技術基盤機構認定センター, 認定-部門-ASG104-04, 2007.8
<http://www.iajapan.nite.go.jp/jnla/> にて公開文書
- 2) 飯塚幸三 監修:計測における不確かさの表現ガイド, (財)日本規格協会, 2003.10
- 3) 板倉省吾編集: JIS A 1122 硫酸ナトリウムによる骨材の安定性試験方法, (財)日本規格協会, 2005
- 4) 磯部邦夫: 実験計画法入門, 日刊工業新聞社, 1967.1
- 5) 國分正胤: 最新 土木材料実験, 技報堂出版株式会社, pp58-64, 1978
- 6) (財)建材試験センター: コンクリート骨材試験のみどころ・おさえどころ<改訂版>, (株)工文社, pp101-111, 2001.1
- 7) 島 弘志編集: JIS A 1102 骨材のふるい分け試験方法, (財)日本規格協会, 2006
- 8) 岡田 清編: 改訂新版コンクリート工学ハンドブック, 株式会社 朝倉書店, 1981.11
- 9) 渡辺悟士ほか: 粗骨材物性を評価指標とした高強度コンクリートの品質管理手法の開発, 大成建設技術センター報, 第 38 号, pp25-1 - 25-8