

論文

[1056] 高性能 AE 減水剤の迅速定量方法の提案

鈴木 一雄^{*1}・伊藤 康司^{*2}・斉藤 達夫^{*3}

1. はじめに

近年開発された高性能 AE 減水剤は減水率が約20%と高いので、生コンクリートの製造工程における添加量の管理を従来以上に厳密に行なうことが必要である。

本研究は、コンクリートに含まれる高性能 AE 減水剤を定量する方法として、混和剤それぞれに特有なニオイがあることに着目し、ニオイの強さの測定値から剤の添加量を簡易迅速に定量する専用のセンサ（自動混和剤量測定装置、ADチェッカと呼ぶ）及び試験方法を提案しようとするものであって、当該コンクリートの製造時における管理試験方法として活用するために行った室内実験及び現場実験の結果を取りまとめたものである。

2. 室内実験の概要

2. 1 使用材料および配合

実験に用いたセメントは0社製普通ポルトランドセメント(比重=3.16、粉末度=3300cm²/g)、細骨材は鹿島産陸砂(比重=2.59、吸水率1.54%、F.M.=2.51)、

粗骨材は葛生産石灰碎石(比重=2.74、吸水率0.87%、Gmax=20mm)、混和剤は主成分を異にする高性能 AE 減水剤7種と通常の AE 減水剤1種の計8種類である(表-1 参照)。

コンクリートの配合は、セメント量を250kg/m³と一定にし、混和剤を標準使用量の上下限および中央値に変化させ水量及び細骨材率を調整してスランプ18cm、空気量4.5%としたものである。

2. 2 実験方法

(1) 試料容器およびプローブの材質の選定

試作したADチェッカはニオイセンサ、電磁弁、活性炭フィルタ、プローブ(蓋)および試料容器からなっている(写真-1 参照)。試料容器は、試験の省力化を図る目的でJIS A 1128に規定された空気量試験容器を使用した。また、容器を密閉して試料上面にニオイを集積するプローブの材質を選定するため、金属(ジュラルミン)、アクリル、ガラス、ポリエチレンおよびポリ塩化ビニルをサンプルとして容量780mlの容器に入れ、上面をポリ塩化ビニリデン製の無臭ラップシートで密閉した後、サンプルのニオイの強さを循環方式[1],[2]によって繰り返し測定した。

(2) プローブ容積の選定

表-1 混和剤の主成分

| 混和剤 | 主成分 | 標準使用量 |
|-----|-----------------------------|-----------|
| F | 芳香族アミノスルホン酸系高分子化合物 | 1.5~2.0 |
| M | ホリカルボン酸塩と反応性高分子 | 1.0~2.0 |
| S | 変性メタロールメラミン縮合物と水溶性特殊高分子化合物 | 0.7~1.6 |
| K | アルキルアリスルホン酸塩と変性リグニン | 1.0~2.5 |
| Q | 変性リグニン、アルキルアリスルホン酸と活性持続ホリマー | 1.0~2.5 |
| D | アルキルナフタリスルホン酸塩と特殊界面活性剤 | 1.0~2.5 |
| E | ホリカルボン酸系化合物 | 0.25~0.65 |
| P | リグニンスルホン酸化合物とホリオール複合体 | 0.2~0.35 |

※混和剤の標準使用量はセメント重量に対する百分率で表示した。
Pは通常のAE減水剤、それ以外は高性能AE減水剤である。

*1 全国生コンクリート工業組合連合会中央技術研究所 所長、工博(正会員)

*2 同 研究員(正会員) *3 (株)新コスモス 商品開発部 課長

試料上面とプローブ内面との間隔を5、10および20mmに変化させ、これによってできる空間容積を157、314および628mℓとしてニオイの測定精度および試験時間を検討した。実験には高性能A E減水剤Qをセメント量に対して1.5%添加したコンクリートを用い、条件ごとに3回繰り返して試験を行った。

(3) 試験時間、試料温度および剤の添加量の相違がニオイの強さに及ぼす影響

種々の配合のコンクリートを用い、ニオイの強さの推移を測定し各時刻における値とニオイの強さの最終値(OIと呼ぶ)との関係、

センサを設置してから測定を開始するまでの時間(前置き時間と呼ぶ)とOIとの関係を試験し、測定時間の短縮化と試験条件の検討を行った。また、ニオイの測定値に及ぼす要因として剤の添加量の他に試料温度を取り上げ、これを10、20および30℃としてニオイの強さを測定した。

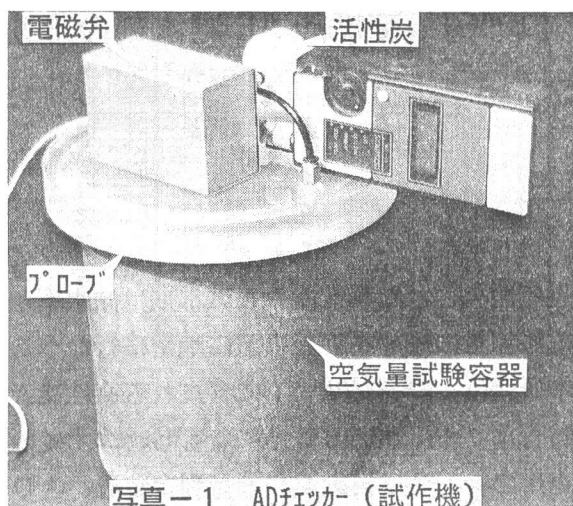


写真-1 ADチェッカー(試作機)

3 実験結果および考察

3.1 プローブの材質の選定

各素材のニオイの測定結果を表-2に示す。表-2において、ジュラルミン、アクリルおよびガラスの測定値は、5~8であって差異が認められない。これに比べポリエチレンおよびポリ塩化ビニルの場合、平均19および48とニオイは前者より強く、また測定値のばらつきも大となっている。このため、プローブの材質として取扱い易さを考慮し、アクリル樹脂を用いることとした。

3.2 プローブ容積の選定

プローブの容積を変化させた場合のニオイの強さと測定に要した時間とを表-3に示した。表-3において、プローブの容積が大きい程測定に要する時間が長くなるが、ニオイの最終値には一部の例外的な値を除いて大差は認められない。プローブの容積が628mℓの場合、最終値が得られるまでの時間が長く試験の迅速性を考慮すると不都合であって、反対に157mℓの場合早期に最終値が得られるが、試料表面とプローブ上面との間隔が5mmと狭く、取扱い上不都合が生じる恐れがあるので、プローブ容積314mℓのものを用いることとした。

3.3 測定の迅速化

ニオイの強さの推移は、試験開始初期の30秒間で急上昇し、以降暫増する傾向を示す。ニオイの強さの最終値が得られるまでの時間は、剤の主成分によって相違し7~12分となっている。そこで、試験の迅速化を図るため、測定開始から30秒におけるニオイの強さ(OI₃₀)とニオイの強さの

表-2 材質の相違によるニオイの強さ

| No. | 材 質 | | | | |
|-----|--------|-----|------|--------|---------|
| | ジュラルミン | ガラス | アクリル | ポリエチレン | ポリ塩化ビニル |
| 1 | 6 | 8 | 6 | 24 | 61 |
| 2 | 5 | 5 | 8 | 12 | 43 |
| 3 | 5 | 8 | 6 | 18 | 53 |
| 4 | 8 | 8 | 7 | 19 | 50 |
| 5 | 6 | 7 | 7 | 20 | 50 |
| 6 | 7 | 5 | 6 | 22 | 32 |
| 平均 | 6.2 | 6.8 | 6.7 | 19 | 48 |
| 最大 | 8 | 8 | 8 | 24 | 61 |
| 最小 | 5 | 5 | 6 | 12 | 32 |

表-3 プローブ内の空間容積の相違によるニオイの強さ

| 空間容積 (ml) | 混和剤の添加量 (CX%) | | |
|-----------|---------------|----------|----------|
| | 0.75 | 1.5 | 3.0 |
| 157 | 231(160) | 260(290) | 247(390) |
| 314 | 225(290) | 239(320) | 270(310) |
| 628 | 215(370) | 235(400) | 263(410) |

注) 括弧内は測定時間(秒)

最終値(OI)との関係を別途行った実験の結果も含めて検討し図-1に示した。図-1において、OI₃₀とOIとの関係を示す直線は、剤の主成分の相違に係わらず一直線で示されている(式1参照)。

$$OI = 174 + 0.887 \cdot OI_{30} \quad (1)$$

(r=0.996)

ここに、r；相関係数

したがって、測定時間を短縮するために、測定開始から30秒における試験値を用いてニオイの強さの最終値を推定できることが示された。次に、図-2は、試料容器にプローブを置き、前置き時間の適正值について検討した結果を示したものであって、ニオイの最終値は前置き時間の相違に係わらず423~428、平均426、変動係数0.22%と一定値を示している。これに比べ、OI₃₀の値は、前置き時間を30秒以上とした場合、ニオイの強さは318~322、平均320、変動係数0.11%と安定した試験値が得られている。このことから前置き時間は30秒間とすることとした。

3. 4 試料温度の影響

混和剤の添加量を標準範囲の中央値とした場合の試料温度に関する実験結果を図-3に示す。図-3において、混和剤のニオイの強さは、温度の上昇に伴って直線的に大となる傾向を示した。また、両者の関係を示す実験式は図中に併記したようであって、剤の主成分によって相違し、どの剤の場合も両者に高い相関性が認められ、ニオイの強さが温度に対して高い依存性を有していることが示されている。

3. 5 剤の添加量の影響

混和剤の添加量とニオイの強さとの関係を図-4に示す。図-4において、ニオイの強さは、それぞれの主成分毎に、添加量の増加に伴って直線的に大となる傾向を示している。両者の関係を示す実験式および相関係数は図-4に併記したようであって、両者に高い相関性が認められる。試料温度および剤の添加量とニオイの強さの実験値を整理し、これらの関係を式(2)のように仮定して、その実験定数を最小自乗法によって定め表-4に示した。

$$Dos = 10^a \cdot OI_{30}^b \cdot T^c \quad (2)$$

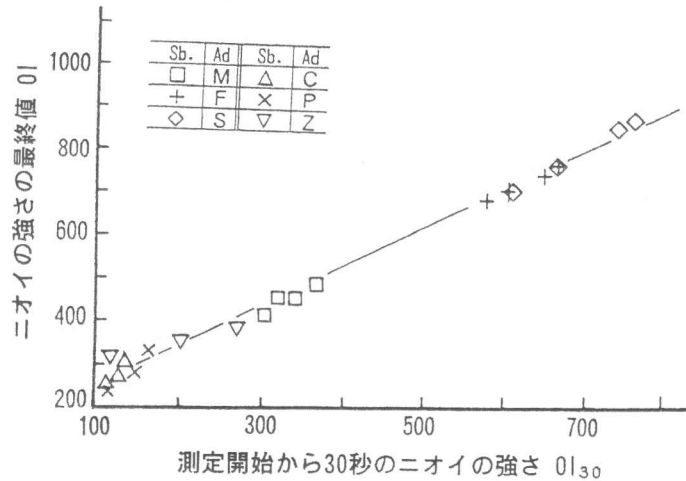


図-1 測定開始から30秒におけるニオイの強さ(OI₃₀)とニオイの強さの最終値(OI)との関係

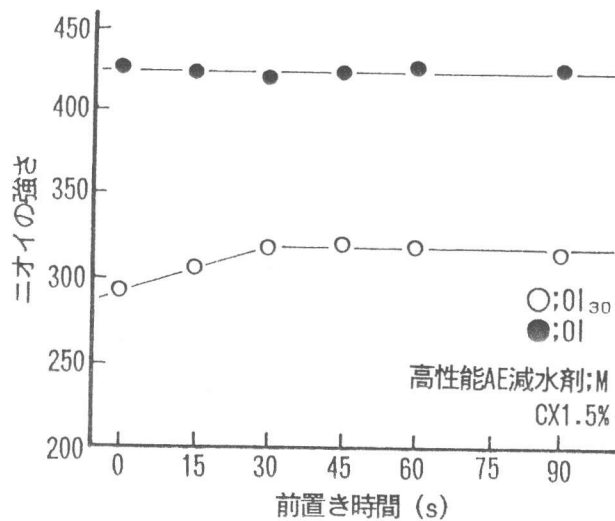


図-2 前置き時間とニオイの強さとの関係

ここに、Dos ; 混和剤の添加量 (kg/m³)、T ; 試料温度 (°C)、a、b、c ; 実験定数

また、表-4には、添加量を任意としたコンクリートについて、それぞれニオイの強さおよび試料温度の測定値から推定した剤の添加量と実添加量との関係の一例を併記した。表-4において剤の添加量とその推定値とはよく一致し両者の比は1.01となっている。

4. 生コンクリートプラントにおける

現場実験

室内実験によって定めた試験機の性能および実務における要求性能を検討して、写真-2に示すADチェッカ（自動混和剤量測定装置）の実用機を作製し、高性能AE減水剤コンクリートの工程管理試験への適用の可能性を検討するため、これを用いて実際に高性能AE減水剤コンクリートを出荷する生コンクリートプラントにおいて繰り返し試験を行った。

4.1 ADチェッカ

実用機として開発したADチェッカは、本体、活性炭フィルタおよびプローブから構成され、本体内部には、電磁弁、温度センサ、16ビットマイコンおよびプリンタが内蔵され、無注水で実施した空気量試験終了後のサンプルに全体を載せるだけで1分後に検量線を基にした剤の添加量がプリントアウトされるシステムとなっている。

4.2 予備実験

現場実験に先だて、添加量推定に用いる検量線を作成した。予備実験では、練混ぜ水以外現場実験に用いると同一の材料を用いた。すなわちセメントは、S社製の普通ポルトランドセメント（比重3.16、粉末度3350cm²/g）、細骨材は、長良川産川砂（比重2.60、粗粒率2.80）、粗骨材は最大寸法25mmの長良川産川砂利（比重2.61、実積率60.0%）、高性能AE減水剤は、変性リグニン、アルキルアリルスルホン酸および活性持続ポリマーの複合物を主成分とするN社製のRである。実験では剤の添加量を標準使用量、とその1/2および2倍とすると共に、練混ぜ水の温度を調整して、試料温度が約15、20および25°Cとなるように練り混ぜたコンクリートのOI₃₀を測定し、ADチェッカにデータを記録させて検量

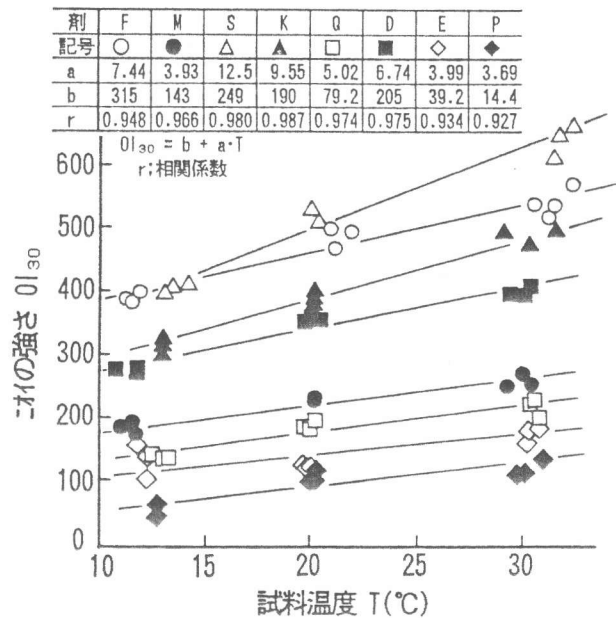


図-3 試料温度とニオイの強さとの関係

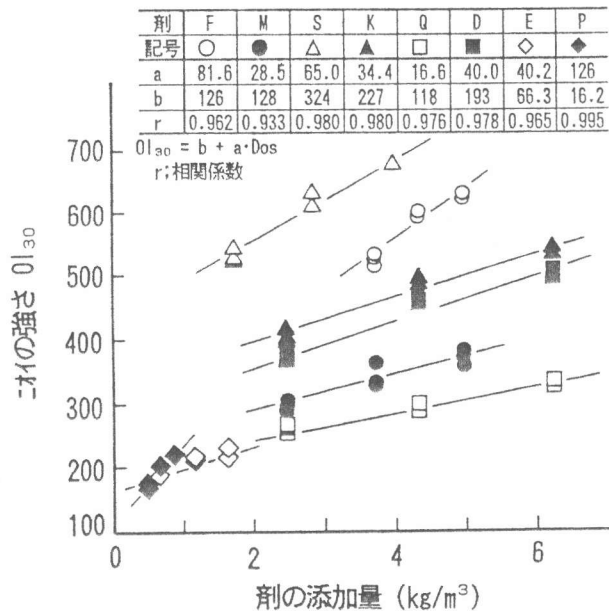


図-4 添加量とニオイの強さとの関係

線を求めた。

4. 3 現場実験

実験は、岐阜市内の生コンクリートプラントにおいて、容量2000ℓの二軸強制練りミキサを用いて1バッチの量を1670

ℓとして練混ぜた試料について行った。生コンクリートの配合は、水セメント比59.3%、細骨材率50.2%、単位セメント量297kg/m³、単位混和剤量は4.455kg/m³と一定としたもので、スランプ21±2.5cm、空気量4.5%を目標品質とした。現場実験は、2日間に分けて合計387m³について試験した。添加量の測定は、練混ぜ完了後の試料をウェットホップから採取して全バッチ(230回)に対して空気量測定容器にコンクリートを詰めADチェッカによって剤の添加量を求めた。

4. 4 実験結果および考察

予備実験によって求めた検量線は式(3)に示すようであって、表-4に示す室内実験結果と相違する。これは、骨材に含まれる有機物および生コンクリートプラントにおける各種油類等からの揮発成分の影響によるものと思われる。

$$\text{Dos} = 10^{-2.96} \cdot 0I_{30}^{1.70} \cdot T^{-0.61} \quad (3)$$

実機における試験結果の一部を図-5に示す。図-5において同一添加量の混和剤量に対して、ADチェッカにおける測定の変動は、+0.53~-0.66kg/m³の範囲にあり、高性能AE減水剤の配合値に対して12~14%の相違を示している。これら12~14%の変動は単位セメント量に対する添加率に換算すれば、1.27%(-0.2%)および1.67%(+0.17%)(基準は1.5%)となっている。

これらの添加量の推定誤差は、試験環境の影響および計量器の精度による影響も含まれており、室内実験結果より混和剤添加量の推定精度は低い値となっているが、生コンクリート製造時における大きな事故、すなわち、混和剤の選定ミスや計量器の故障による計量違いなどの検出に極め

表-4 検量線の照査

| 剤 | Dos(kg/m ³)=10 ^a ・0I ₃₀ ^b ・T ^c | | | 実験式の照査 | | | | |
|---|--|------|-------|--------------------|------------------|-------|--------------------|---------|
| | a | b | c | Dos ⁽¹⁾ | 0I ₃₀ | T(°C) | Dos ⁽²⁾ | (2)/(1) |
| M | -2.45 | 1.66 | -0.68 | 3.75 | 230 | 20.3 | 3.80 | 1.01 |
| S | -3.99 | 2.16 | -1.05 | 3.45 | 550 | 20.6 | 3.50 | 1.01 |
| K | -3.53 | 2.14 | -1.04 | 4.38 | 387 | 20.2 | 4.41 | 1.01 |
| Q | -2.61 | 1.80 | -0.92 | — | — | — | — | — |

※ Dos⁽¹⁾; 混和剤の実添加量 Dos⁽²⁾; 剤の添加量の試験値



写真-2 ADチェッカ (実用機)

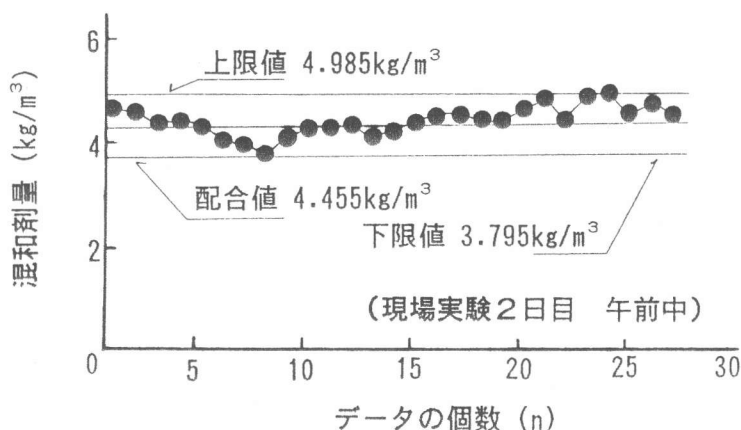


図-5 実験結果の一例

て有効と考えられるので、ADチェッカを当該コンクリートの製造工程の管理試験機として有効利用できるものと思われる。

4. 5 試験手順

ADチェッカを用いて混和剤を定量するには、予め式(2)における実験定数を混和剤毎に定めることが必要である。試験の手順は、空気量測定後の試料（無注水による空気量の測定）にADチェッカを載せ、始動スイッチを押すだけでよく、30秒の前置き時間の経過後センサが自動的に作動し、更に30秒後にニオイの強さと試料温度とを自動計測し、式(2)を用いて添加量を計算しプリントアウトする。試験所要時間は約1分間で、測定者による個人誤差が排除され剤の添加量が簡易に推定できる。

5. まとめ

熱線半導体式ガスセンサを用いて、コンクリートに含まれる高性能AE減水剤の量を自動的に迅速に測定できるADチェッカを開発し、室内実験および現場実験を行って、製造工程における管理試験方法としての適用について検討した。

この実験の範囲で得られた成果を要約すれば以下の通りである。

- (1) ADチェッカのプロブの材質は、測定値の安定度および取扱いの容易さからアクリル樹脂とし、試料との間隔を10mm（容積314ml）とすれば、良好な作業性および安定した試験値が得られる。
- (2) ニオイの強さの最終値と測定開始から30秒におけるニオイの強さとの関係は、剤の種類や添加量の相違に係わらず一直線で示される。
- (3) 前置き時間は30秒とすれば試験時間が約1分間に短縮できる。
- (4) ニオイの強さは、試料温度に比例して増加する。また、ニオイの強さと混和剤の添加量との関係は、直線関係にあるので、予め対象となる剤について検量線を定め、測定開始から30秒におけるニオイの強さ（ OI_{30} ）と試料温度（ T ）を正確に測定して、 $Dos = 10^a \cdot OI_{30}^b \cdot T^c$ （ a, b, c ; 実験定数）の実験定数を定めて用いれば混和剤の添加量が簡易に推定できる。
- (5) ADチェッカを用いて、現場実験を行った結果、混和剤の添加量の測定誤差は、配合値に対して12～14%であって、混和剤の添加量に関する大きな事故を未然に防ぐ可能性が見いだされ、高性能AE減水剤コンクリートの製造工程の管理試験として活用できる。また、ADチェッカは、測定作業の一部を自動化し、測定の無人化と所要時間の短縮化が図られた。

謝 辞

本研究における現場実験においては、岐阜県生コンクリート工業組合技術センターの浅野幸男所長に多大なご協力を賜りました。ここに記して感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 鈴木 一雄・伊藤 康司・斉藤 達夫：高性能AE減水剤の迅速定量法に関する研究、セメント・コンクリート論文集、No. 46、pp. 274-279、1992
- 2) Takeyama, M., Suzuki, K. and Ito, Y.: Proposal on Rapid Measurement Method for Superplasticizer, Proc. Joint International Ready Mixed Concrete Congress, June. 1992