

混和材として用いた高炉スラグ微粉末の 練混ぜ均質性の簡易確認試験方法

ZKT-113:2000 (制定)

2007 (改正)

[全生工組連試験方法]

1. 適用範囲 この規格は、高炉スラグ微粉末を混和材として用いた場合に、練り混ぜ後2時間以内のフレッシュコンクリート中の高炉スラグ微粉末の練混ぜ均質性の確認に適用する⁽¹⁾。

注⁽¹⁾ セメントの種類及び混合材の種類とその含有率、高炉スラグ微粉末の種類及び石膏添加の有無とその含有率、骨材の種類及びその組合せは問わない。

2. 引用規格 次に掲げる規格は、この規格に引用されることによって、この規格の一部を構成する。これらの引用規格は、その最新版（追補を含む。）を適用する。

JIS A 1119 ミキサで練り混ぜたコンクリート中のモルタルの差及び粗骨材量の差の試験方法

JIS K 8034 アセトン（試薬）

JIS K 8101 エタノール（99.5）（試薬）

JIS K 8180 塩酸（試薬）

JIS K 8230 過酸化水素（試薬）

JIS K 8576 水酸化ナトリウム（試薬）

JIS K 8799 フェノールフタレイン（試薬）

JIS P 3801 ろ紙（化学分析用）

JIS R 3505 ガラス製体積計

JIS Z 8801-1 試験用ふるい - 第1部：金属製網ふるい

3. 試験器具及び試薬

3.1 網ふるい 網ふるいは、JIS Z 8801-1 に規定される公称目開き 4.75mm 及び 75 μ m のものとする。

3.2 ゴムベラ ゴムベラは、試験用ふるいを傷つけない程度の弾力を有するものとする。

3.3 はかり はかりは、ひょう量 300g 以上で、目量が 1mg 又はこれより小さいものとする。

3.4 噴霧器 噴霧器は、ポリエチレン製で、容量 50mL 以上のものとする。

3.5 ビーカ ビーカは、ガラス製で、容量 30mL のものとする。

3.6 洗浄瓶 洗浄瓶は、ポリエチレン製で、容量 500mL のものとする。

3.7 ろ紙 ろ紙は、JIS P 3801 に規定する直径が 110mm の 5A のものとする。

3.8 乾燥機 乾燥機は、105 \pm 5 に調節可能なものとする。

3.9 マグネティックスターラ マグネティックスターラは、回転数が任意に設定できるものとする。

3.10 時計皿 時計皿は、直径 70mm 程度のものとする。

3.11 駒込ピペット 駒込ピペットは、容量 1mL 程度のものとする。

3.12 電熱器 電熱器は、出力が 500W+500W 程度の出力切換式のものとする。

3.13 ビュレット ビュレットは、JIS R 3505 に規定する容量 5mL のものとする。

3.14 全量フラスコ 全量フラスコは、JIS R 3505 に規定する容量 1000mL のものを 2 個とする。

3.15 塩酸（試薬） 塩酸（試薬）は、JIS K 8180 に示される 1 級とする。

3.16 水酸化ナトリウム（試薬） 水酸化ナトリウム（試薬）は、JIS K 8576 に示される 1 級とする。

3.17 過酸化水素（試薬） 過酸化水素（試薬）は、JIS K 8230 に示される 1 級とする。

3.18 フェノールフタレイン（試薬） フェノールフタレイン（試薬）は、JIS K 8799 に示される 1 級とする。

3.19 エチルアルコール（試薬） エタノール（99.5）（試薬）は、JIS K 8101 に示される 1 級とする。

3.20 アセトン（試薬） アセトン（試薬）は、JIS K 8034 に示される 1 級とする。

4. 試料の調製 試料の調整は次による。

- 1) JIS A 1119 に従ってミキサの 2 箇所から採取したコンクリートを公称目開き 4.75mm の網ふるいで粗骨材を除去して、それぞれ約 100g のモルタルを分取する。
- 2) 得られた各モルタルから約 20g を、受皿をセットした公称目開き 75 μ m の網ふるいにあけ、ゴムベラでかき混ぜながらアセトンを噴霧して、結合材をふるい下に通過させる。
- 3) 呼び寸法 75 μ m の網ふるいを取り外し、網ふるいとどまった細骨材を廃棄する。
- 4) 受皿内の懸濁液の全量を 500mL ビーカーに移し、5A ろ紙を用いてろ過する。
- 5) ろ紙上の残留物（結合材）をアセトンで 2~3 回洗浄する。ろ液は、300mL ビーカーに受けて廃棄する。
- 6) ろ紙上の残留物（結合材）をろ紙とともに時計皿に乗せ、105 \pm 5 に調節した乾燥器で約 1 時間乾燥する。
- 7) ろ紙上の残留物（結合材）を乳鉢に移し、軽く粉碎しながら混合して試料とする。

5. 中和滴定の方法

5.1 試料の計量 試料は、1g を 1mg まで正しくはかりとる。

5.2 操作 滴定操作は、次の手順によって行う。

- 1) 300mL ビーカーに 1mol/L の塩酸⁽²⁾60.00g を正しくはかりとる。
- 2) 時計皿にはかり採った試料に水約 1mL を加え、ガラス棒で攪拌して試料を十分に分散させる。ガラス棒に付着した試料は、ビーカー内の塩酸で洗浄し、ガラス棒に付着した塩酸は洗浄ピンでビーカー内に洗い流す。
- 3) 溶解液をマグネティックスターラで攪拌しながら試料をビーカー内に徐々に流し込み、引き続き 30 秒間攪拌して試料を溶解させる⁽³⁾。
- 4) 水でビーカー内側を洗浄しながら液量を約 100mL にした後、電熱器で加熱し約 30 秒間煮沸して試料を溶解させる⁽³⁾。未溶解の塊はガラス棒の先でよくつぶし可溶分を完全に溶かす。
- 5) フェノールフタレイン指示薬を 4~5 滴加えて、マグネティックスターラで攪拌しながら 1mol/L の水酸化ナトリウム溶液⁽⁴⁾で滴定する⁽⁵⁾。
- 6) 中和点に達して試料溶液が赤変したのちに約 30 秒間煮沸すると、赤色が消える場合があるので、さらに赤変するまで滴定する。この操作を繰り返し、約 30 秒間の煮沸を行っても赤色が消えなくなったときを終点とする。

注⁽²⁾ 塩酸 1mol/L とは、36.5g/L の溶液をいう。

⁽³⁾ この際にシリカゲルが生成してもよい。

⁽⁴⁾ 水酸化ナトリウム 1mol/L とは、40.0g/L の溶液をいう。

⁽⁵⁾ 終点の直前になると白色沈殿が黒変することがあるので、3%過酸化水素水を数滴加えて沈殿物を脱色する。沈殿物が黒変しない場合は、この操作を省略してよい。

6. 練混ぜ均質性の評価 2 個の試料の滴定量の絶対値が 0.4mL 以内であれば、コンクリートは均質に練り混ぜられていると評価する。

7. 報告 報告は次の項目を記載する。

- 1) 高炉スラグ微粉末の設定置換率（%）
- 2) 高炉スラグ微粉末の種類及び三酸化硫黄含有率（%）
- 3) セメントの種類及び混和材の種類とその含有率（%）
- 4) 骨材の種類及び粒度
- 5) ミキサの形式、容量、バッチの大きさ及び練混ぜ時間
- 6) コンクリートの現場配合及び呼び強度

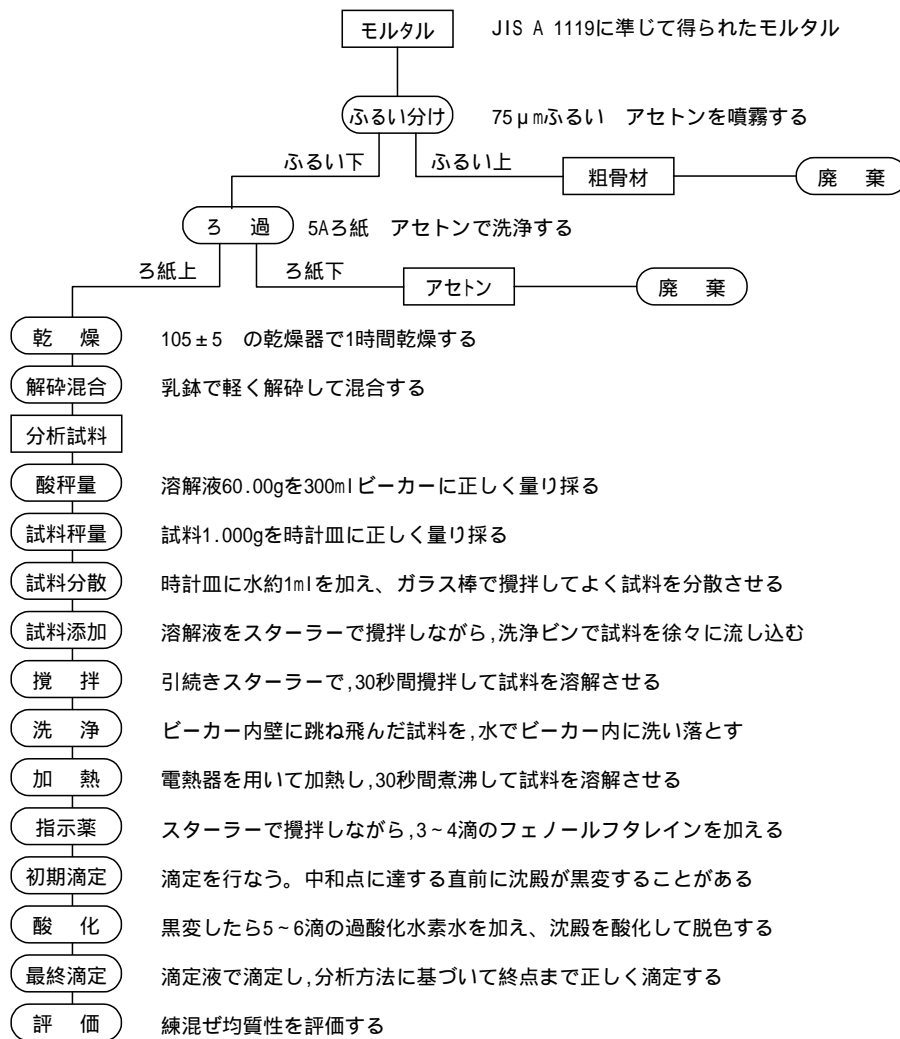
- 7) コンクリートの採取場所及び日時
- 8) 2個の試料の滴定量の差の絶対値
- 9) 分析場所の温度(), 湿度(%)
- 10) 練混ぜ均質性の評価

混和材として用いた高炉スラグ微粉末の 練混ぜ均質性の簡易確認試験方法 解 説

この解説は、本体に規定した事柄及びこれらに関連した事柄を説明するもので、規格の一部ではない。

1. はじめに 本確認試験方法は、フレッシュコンクリートから公称目開き 4.75mm 及び 75 μ m の網ふるいを用いて湿式ふるい分けした試料を、一定量の塩酸で溶解したときの残存塩酸量が、試料中の高炉スラグ微粉末量に比例することを利用した練混ぜ均質性の確認方法である。残存塩酸量は、一定濃度の水酸化ナトリウムで滴定することによって求めることができるので、試料中の高炉スラグ微粉末量は滴定量に比例することになる。すなわち、コンクリート中に高炉スラグ微粉末が均質に分散していれば、コンクリートの各所から採取した試料の塩酸消費量は、ほぼ一定になることを利用している。

本試験の手順を解説図 1 に示す。



解説図1 練混ぜ均質性の確認試験方法の手順

2. 注意事項

2.1 ふるい分け JIS A 1119 (ミキサで練り混ぜたコンクリート中のモルタルの差及び粗骨材量の差の試験方法) に準じて得られたモルタルから、ティースプーンで軽く一杯採取すると約 20g となる。粒子径が 75μm 以上のものを骨材とみなし、75μm 以下の粒子を結合材とみなして、骨材と結合材を分別するが、骨材には 75μm 以下の微砂が含まれており、これが試料に混入すると滴定量に影響を及ぼす。しかしながら、ミキサの部位によって 75μm 以下の微砂の含有量が偏る理由も見あたらないので、骨材からの微砂がコンクリート中に均質に分散していると仮定すれば、骨材から混入した 75μm 以下の微砂が、塩酸を消費するか否かにかかわらず、滴定量の平均値を移動させるだけであって、滴定量のばらつきは変化しないと考えられる。同様に、結合水の影響も滴定量の平均値を移動させるだけであるとされる。

これまで実施した試験結果からは、試料中に骨材からの微砂が混入していて、かつ、結合水も含まれているにもかかわらず、試料の滴定量の標準偏差及び変動係数が極めて小さいことが確かめられている。

2.2 アセトンの噴霧 アセトンは、結合材の水和の停止とその後の乾燥を容易にするために用いる。噴霧量を必要かつ最小限とすると、ろ過時間が短くなり 50mL 程度でふるい分けすることができる。アセトンは、結合材がふるい目を通しての助けを助けるために、かなり強く吹き付けた方が良く、ふるいとふるい受皿との間隔を時々変えて、ふるい受皿の内部を減圧すると結合材が通過しやすい。

2.3 ろ過操作 受皿中の懸濁液を 300mL ビーカーに移す際に、結合材が受皿中に残らないようにアセトンを噴霧しながら移す。

2.4 試料の計量 試料の計量は、ひょう量 300g 程度のもので、目量が 1 mg の電子はかりを使用するとよい。滴定液は 10mg まで、試料は 1mg まで正しくはかりとる。塩酸の計量は、精度を向上させるために質量ではかりとる。水酸化ナトリウムの計量時の微調整には駒込ピペットを使用するとよい。

2.5 溶解操作 未溶解の塊を残さないためには、溶解液に試料を投入する前に、試料を水で十分に分散させたのち、徐々に流し込む。試料を分散するのに用いたガラス棒に付着した試料は、300mL ビーカー中の塩酸で洗浄し、さらに、付着している塩酸は洗浄瓶でビーカー内に洗い流す。

石灰石微粒砂を多量に含む試料を溶解する際には、発泡現象により試料及び塩酸が飛散するおそれがあるので徐々に流し込むようにする。

約 30 秒間の煮沸を行っても、未溶解の塊が残っている場合は、ガラス棒でよくつぶし可溶分を完全に溶かすことが肝要である。なお、上記の操作を行っても、溶解液が白濁したりゲル状物質が生成することがあるが、これは、試料が溶解した後に生成したシリカゲルなので、分析誤差の原因とはならない。溶解液の加熱には電熱器を使用するのが良く、ガスの使用は燃焼廃ガス中の二酸化炭素の影響が無視できない。

2.6 酸化操作 高炉スラグ微粉末を含む試料の場合は、中和点の直前に白色沈殿が黒変することがあるが、これはマンガン化合物の色であり、マグネティックスターラで攪拌しながら 3%過酸化水素水を 1 滴ずつ加えていくと、沈殿が白色に変わっていくので、最後に 1 滴を加えてもそれ以上の白色化が認められなくなったら滴下を中止する。過酸化水素水を過剰に添加すると、フェノールフタレインも酸化分解するので、脱色後滴定液を 1 滴加えて、滴下部分が赤色に呈色することを確かめてから中和滴定を続ける。呈色しない場合はフェノールフタレインを追加する。沈殿物を脱色化することで終点が見やすくなる。

なお、3%過酸化水素水は、30%過酸化水素水を水で 10 倍に希釈するか、市販のオキシドールを使用してもよい。沈殿物が黒変しない場合はこの操作を省略してよい。

2.7 マグネティックスターラの使用 攪拌しながら試料を徐々に流し込むためには、マグネティックスターラの使用は不可欠である。

2.8 滴定操作 シリカゲルが沈殿生成して、溶液が白濁するまでは急激に滴定してもよい。また、フェノールフタレインの発色が弱い場合には 2~3 滴追加すればよい。

中和点に達して赤変した後に、約 30 秒間の煮沸を行うと赤色が消える場合がある。この理由は、高炉スラグ微粉末中のシリカ及びアルミナの含有量が、ポルトランドセメントに比較して多いために、中和点における沈殿生成量が多くなり、塩酸の一部が、沈殿中に巻き込まれ、液相部分は中和点に達しても、沈殿内部は酸性のまま中和が未了となってしまうことによる。従って、再び約 30 秒間の煮沸を行って、沈殿中の塩酸を液相中に移行させ、滴定液で赤変するまで再度滴定する必要がある。この操作を繰り返して約 30 秒間の煮沸を行っても、赤色が消えなくなった時を終点としなければ滴定精度は得られない。

なお、中和終点の確認は、ビーカーを静置して沈殿物を沈降させた時、上澄み液が淡赤色であればよい。通常、溶解液の液相は透明で、フェノールフタレインのみが呈色物質なので、妨害色もなく比較的簡単に確認できる。

2.9 溶解液及び滴定液の調製方法 溶解液は、塩酸 100g または 85mL を水に溶解して 1,000mL にすると得られ、滴定液は、水酸化ナトリウム 40g を水に溶解して 1,000mL にすると得られる。溶解液及び滴定液の濃度は、同一バッチから採取した試料に同一の溶解液及び滴定液を使用する場合には、特別に精密でなくてもよく、力価を求める必要もない。また、これらの試薬は市販品もあり、購入して使用するのも便利である。