化学混和剤の品質管理のための試験方法の研究*

岸 谷 孝 一**

Study on the Method of Testing Chemical Admixtures for Quality Control

by

Koichi KISHITANI

(Faculty of Engineering, University of Tokyo, Tokyo)

In establishing JIS for chemical admixtures it is required to carry out quality control over admixtures (Air entraining and water reducing agents) now on the market. To that end we should:

- 1) Determine such specific values as will constitute the properties of admixtures to ensure production of high quality concrete;
- 2) Establish the method of testing the values of the properties.
- 3) Establish the standard for controlling the values of the properties.

For the purpose of meeting the above mentioned requirements the writer picked up 2 lot each of various specimens of Chemical admixtures now on sale to test their specific gravity, solid content, PH value, foaming capability, relative surface tension and suspension value for the purpose of checking the variation of these specimens.

The test was conducted successfully and I hope to explain in detail the testing method and publish the results later on. (Received Apr. 17, 1967)

1 ま え が き

化学混和剤に関する JIS 制定は、各方面から強く要望されているところであるが、日本材料学会コンクリート混和剤研究委員会では、これの早期実現を図るべく、特に AE 剤および減水剤の品質規定のための基礎研究が続けられている。JIS 制定をみれば、現在市販の化学混和剤は品質管理を実施しなければならない。そのためには、最終的にはこれを使用して製造されるコンクリートの品質が保証されるような特性値を選び、この特性値の試験方法の確立、および、その特性値の管理限界の設定が必要である。化学混和剤研究委員会においては、特に AE 剤および減水剤についての品質管理のための試験方法粗案が作成されたが、筆者は現在市販されている化学混和剤各銘柄を 2 ロットずつ選び出し、上記粗案に基づく試験を行なって、市販品の品質のばらつきを調べるとともに、上記粗案の品質管理のための試験方法としての適否、および、管理限界について研究した。

2 研究の目的

化学混和剤(本論文では AE 剤および減水剤に限る)

の品質管理のための試験方法およびその管理限界については、日本材料学会コンクリート混和剤研究委員会において立案された「コンクリート用化学混和剤規準(粗案)」の中に示されている方法以外には、いまのところ簡便な品質管理試験方法は発表されていない。この方法は筆者提案になるもので、比重、含量、pH、起泡力、比表面張力および懸濁量の 6 項目につき、化学混和剤製造者が一定量の製品ごと、または、一定の期間ごとに試験を行ない、管理図を描いて品質のばらつきが定められた管理限界以内にあることを常に検査することになっている。これら 6 項目の試験は後述のように、主として JIS に規定されている各項目に関する試験方法をそのまま適用または応用するのを原則としているが、必ずしも品質管理のための試験方法として適しているとは限らないし、また、管理限界をいかにすべきかについては十分な研究資料がない。本研究はこれら 6 項目の試験を現在市販の化学混和剤について行ない、市販品の品質のばらつきを調べ、日本材料学会粗案による品質管理試験の適否を考察し、あわせてその管理限界を確立することを目的とする。

3 供 試 剤

試験に用いた化学混和剤は、Table I に示すように

* 原稿受理 昭和42年4月17日

** 東京大学工学部 東京都文京区本郷7丁目

Table I. Kinds of specimen.

AE agent				Water-reducing agent			
Liquid		Powder		Liquid		Powder	
Admixture	Lot	Admixture	Lot	Admixture	Lot	Admixture	Lot
Chupol C	41 46	Pozzoloth 114	—	Plastocrete	8007 8082	Pozzoloth No. 5	FL 20 GA 6
Vinsol	6 L 22 6 L 24	Dresinate X	18 GY 5 E	Lignar	061912 02612	Pozzoloth No. 8	FL 10 GA 5
Darex AC	—	—	—	Paric S	0030020 AZAY 0030010 AZAY	Pozzoloth No. 10	FL 23 GA 10
Lignar AE	—	—	—	—	—	Maginon 100N	606 607
—	—	—	—	—	—	Sunflo 70-S	356 382

AE剤6 銘柄(液体4, 粉体2)および減水剤8 銘柄(液体3, 粉体5)である。各供試剤は品質のばらつきを調べる目的でそれぞれロット番号の異なるもの2種について実験した。ただし、AE 剤のうち Darex AE, Lignar AE および Pozzoloth 114については、都合により1ロットの供試剤だけである。

4 試験方法

各供試剤につき比重, 含量, pH, 起泡力, 比表面積および懸濁量を測定する。試験方法の概要は以下のとおりである。JIS 規格による試験方法を適用または応用するので, いずれの場合も規格番号および適用項目だけを示し, 詳細は省略してある。

4・1 比重試験

JIS Z-8804「液体比重測定方法」3. 浮ひょうによる比重測定方法を適用して行なう。試験温度は20℃, 液体混和剤原液について測定する。粉体混和剤はコンクリートに使用する場合, 水溶液として混練水に混和されるが, 水溶液比重を測定しても品質管理のめやすとはなりがたいので, 本研究では粉体混和剤についての比重試験は行なわなかった。

4・2 含量試験

粉体混和剤に適用される試験で, 試料3 gを計り, 恒温乾燥器中で105~110℃で恒量になるまで乾燥し, 乾燥用シリカゲルを入れたデシケータ中で放冷後その重量を測定する。含量は以下の計算式で求める。

$$\text{含量}(\%) = \frac{W_2}{W_1} \times 100$$

W_1 : 乾燥前重量 (= 3 g)

W_2 : 乾燥後重量

4・3 pH 測定

JIS Z-8802「pH測定方法」(7), ガラス電極によるpH測定方法による。液体および粉体混和剤とも5%/wt および10%/wt水溶液を使用し, 試験温度20℃±1℃で行なう。

4・4 起泡力試験

JIS K-3362「合成洗剤試験方法」に準じて行なう。試料は Table IIに示すように原液または希釈溶液を用いた。試験温度は20℃である。

Table II. Test specimen.

Admixture	Type	Concentration %/wt
AE agent	Liquid Powder	Undiluted solution & 10%/wt 10%/wt & 1%/wt
Water-reducing agent	Liquid Powder	10%/wt 10%/wt

4・5 比表面張力試験

JIS K-3362「合成洗剤試験方法」に準じて行なう。試料はAE剤では粉体および液体ともに1%/wt水溶液を, 減水剤ではお1%/wt よび水10%/wt水溶液を用いた。試験温度は20℃である。

4・6 懸濁量測定

適当な濃度の試料水溶液 100 ccをとり, これに市販普通ポルトランドセメントを10 g 添加し, 5 分間かくはん後 100 ccメスシリンダ中に流し込み, 経過時間と懸濁量(cc)の関係を観察する。試験温度は20℃である。懸濁量は水溶液の濃度によって異なることはいうまでもないが, 品質管理の目的からは30分~1時間程度の際に水溶液懸濁量が少なくとも80%以下に変化するような濃度を選ぶことがたいせつである。本研究に用いた試料について筆者の選んだ水溶液濃度は Table VI (後述)に示してある。なお, 懸濁量測定は減水剤についてのみ行なえばよいのであるが, 本研究では参考のために AE 剤についても実施した。

5 実験結果と考察

以上に述べた各試験を行なった結果を Table III~VI に示す。

比重試験結果 (Table III) は本研究の範囲においては各供試剤ロット間のばらつきはきわめて少なく, ば

Table III. Test results on specific gravity, content and pH.

Admixture	Lot No.	Type	Specific gravity		Content (%)		pH(5%)		pH (10%)	
			$\bar{x}$	$R\bar{x}$	$\bar{x}$	$R\bar{x}$	$\bar{x}$	$R\bar{x}$	$\bar{x}$	$R\bar{x}$
Vinsol	6L 22 6L 24	L *	1.061 1.061	0	— —	—	10.83 10.90	0.07	11.40 11.40	0.00
Darex AE	—	L	1.072 —	—	— —	—	11.30 —	—	11.60 —	—
Dresinate X	18GY55	P *	— —	—	96.4 —	—	10.08 —	—	10.00 —	—
Lignar AE	—	L	1.020 —	—	— —	—	6.50 —	—	6.70 —	—
Pozzoloth 114	—	P	— —	—	96.4 —	—	10.88 —	—	11.28 —	—
Chupol C	41-500 46-500	L	1.270 1.260	0.01	— —	—	6.60 6.69	0.09	6.64 6.75	0.11
Lignar	02612 061912	L	1.222 1.222	0	— —	—	5.60 5.59	0.01	5.53 5.56	0.03
Paric S	003020 AZAY 003010 AZAY	L	1.113 1.114	0.001	— —	—	6.55 6.40	0.15	6.57 6.50	0.07
Plastocrete	8007 8082	L	1.356 1.356	0	— —	—	6.10 5.60	0.50	5.90 5.50	0.40
Sanflo S	356 382	P	— —	—	94.5 94.2	0.3	5.67 5.55	0.12	5.50 5.40	0.10
Magnon 100N	606 607	P	— —	—	93.2 94.8	1.6	6.70 6.75	0.05	6.63 6.03	0.00
Pozzoloth No. 8	GA 5 FL 10	P	— —	—	94.6 95.1	0.5	6.10 6.12	0.02	6.15 6.07	0.08
Pozzoloth No. 5	GA 6 FL 20	P	— —	—	86.9 87.7	0.8	5.95 5.97	0.02	5.82 5.84	0.02
Pozzoloth No. 10	GA 10 FL 23	P	— —	—	83.2 84.5	1.3	5.90 5.92	0.02	5.82 5.84	0.02

* L Liquid

P Powder

The values : Average of two tests. Value of $R\bar{x}$ shows difference in each lot.

Table IV. Foaming capability test results at 1min after dropping.

Type	Admixture	Concentration (%/wt)	A			B			$\bar{x}_A/\bar{x}_B$
			$\bar{x}_A$	R_A	$R_A/\bar{x}_A \times 100$	$\bar{x}_B$	R_B	$R_B/\bar{x}_B \times 100$	
AE agent (Liquid)	Chupol C	U.s * 10%/wt	61 178	5 2	8.2 1.1	5 177	1 2	20.0 1.3	12.20 1.01
	Vinsol	U.s 10	151 160	16 4	10.6 2.5	138 159	5 4	3.6 2.5	1.09 1.01
	Darex AE	U.s 10	125 160	4 4	3.2 2.5	— —	— —	— —	— —
	Lignar AE	U.s 10	— 184	— 1	— 0.5	— —	— —	— —	— —
AE agent (Powder)	Pozzoloth 114	10 1	95 192	11 4	11.6 2.1	— —	— —	— —	— —
	Dresinate	10 1	183 161	3 2	1.6 1.2	— —	— —	— —	— —
Water-reducing agent (Liquid)	Plastocrete	10	93	7	7.5	75	2	2.7	1.24
	Lignar	10	70	3	4.3	68	2	2.9	1.03
	Paric S	10	101	1	1.0	89	21	23.6	1.13
Water-reducing agent (Powder)	Pozzoloth No.5	10	15	1	6.7	13	1	7.7	1.15
	Pozzoloth No.8	10	33	2	6.1	26	1	3.8	1.27
	Pozzoloth No.10	10	14	1	7.1	13	2	15.3	1.08
	Magnon 100 S	10	38	30	78.9	26	6	2.3	1.46
	Sunflo S	10	129	1	0.8	124	4	3.2	1.04
Average			8.3			6.7			1.14

Table V. Test results of relative surface tension.

Type	Admixture	Lot	Concentration (%/wt)	Number of drops				Relative surface tension
				1st	2nd	3rd	Av	
—	Distilled water	—	—	56.0	55.9	56.0	56.0	
AE agent (Liquid)	Chupol C	41 46	1	129.5 133.0	129.5 132.0	129.6 133.0	129.5 132.7	0.43 0.43
	Vinsol	6 L 22 6 L 24	1	74.6 75.3	75.0 75.5	74.3 75.5	74.6 75.4	0.75 0.74
	Darex AE	—	1	75.5	76.0	75.3	76.6	0.73
	Lignar AE	—	1	144.0	144.0	144.5	144.3	0.39
AE agent (Powder)	Pozzolith 114	—	1	139.5	140.0	139.8	139.8	0.40
	Dresinate X	18G Y 5E	1	105.0	106.0	105.0	105.3	0.53
Water-reducing agent (Liquid)	Plastocrete	8007 8082	1	58.2 58.0	58.0 57.6	58.2 58.4	58.1 58.0	0.96 0.96
	Lignar	061912 02612	1	90.3 90.9	89.7 89.7	90.0 90.0	90.0 90.2	0.62 0.62
	Paric S	0030020 AZAY 0030010 AZAY	1	70.0 72.2	70.2 72.0	70.0 72.0	70.1 72.1	0.80 0.78
	Pozzolith No. 5	F L 20 G A 6	1	60.4 60.3	60.2 60.3	60.2 60.8	60.3 60.5	0.93 0.93
Water-reducing agent (Powder)	Pozzolith No. 8	F L 10 G A 5	1	60.2 60.3	60.4 59.9	60.0 59.4	60.2 59.9	0.93 0.93
	Pozzolith No.10	F L 23 G A 10	1	57.2 57.0	57.2 57.0	57.1 57.5	57.1 57.1	0.98 0.98
	Maginon 100N	606 607	1	56.2 55.7	56.2 55.7	55.8 55.2	56.1 55.6	1.00 1.00
	Sunflo S	356 382	1	59.4 59.4	59.4 59.4	59.0 59.4	59.3 59.4	0.94 0.94
	Plastocrete	8007 8082	10	66.2 65.8	66.2 66.2	66.0 66.5	66.1 66.2	0.85 0.85
Water-reducing agent (Liquid)	Lignar	061912 02612	10	145.5 144.5	145.0 145.5	145.8 145.0	145.4 145.0	0.39 0.39
	Paric S	0030020 AZAY 0030010 AZAY	10	120.7 113.6	120.3 114.3	121.0 114.0	120.7 114.0	0.46 0.49
	Pozzolith No. 5	F L 20 G A 6	10	73.0 73.2	73.8 73.4	73.5 73.0	73.4 73.2	0.76 0.77
Water-reducing agent (Powder)	Pozzolith No. 8	F L 10 G A 5	10	76.2 77.5	76.8 78.5	76.2 77.8	76.4 78.9	0.73 0.71
	Pozzolith No.10	F L 23 G A 10	10	68.5 68.4	68.7 68.8	68.4 68.4	68.5 68.5	0.82 0.82
	Maginon 100N	606 607	10	61.0 61.0	60.8 60.8	61.0 61.4	60.9 61.1	0.92 0.92
	Sunflo S	356 382	10	68.8 69.0	68.6 68.6	69.0 68.0	68.8 68.5	0.81 0.82

Table VI. Test results of suspension value.

[Unit : cc]

Admixture	Concentration (%/wt)	Time (min)						
		5	10	20	30	40	50	60
Pozzolith No.8	5	91	86	79	73	68	63	58
" No.5	5	94	88	76	64	54	43	33
" No.10	7	89	77	54	38	28	25	25
Maginon 100N	0.4	—	60±3	28	19	18	16	15
Plastocrete	2	90	81	61	47	34	29	27
Lignar	5	98	97	94	91	88	86	84
Sunflo S	2	100	99	96	93	91	89	87
Paric	5	38±5	12	11	11	11	11	11
Chupol	5	19	14	13	13	13	13	13
Vinsol	2	91	81	64	47	42	40	37

らつきの範囲±1%以内であった。

含量 (Table III) についてはいずれも90%前後の実測値が得られており、かつ、ロット間のばらつきは実測値の差で最大1.6%であった。すなわち、含量実測

値に対するばらつきの範囲は±2%以内である。

pH (Table III) については5%/wtおよび10%/wt水溶液について実験したが、両者の間に大差はみられず、ロット間ばらつきの最大値はpH値で±0.5、ほとんど大部分の供試剤がばらつき±0.15以下であった。品質管理のためには5%/wt水溶液を用い、ロット間ばらつきの範囲をpH値で±0.5におさえれば充分と思われる。

起泡力試験結果 (Table IV) によると、AE剤では液体品の場合は原液のままでも大部分のものが実測可能であるが、ロットおよびロット間のばらつきが大きくなって試験の再現性に乏しく、本研究の範囲では10%/wt溶液につき実験するほうが品質管理の点では有効のように思われる。AE剤粉体品および減水剤については、10%/wt水溶液で起泡力試験を行えば充分である。なお、ロット内およびロット間のばらつきは供試剤を起泡させた直後が最も小さく、以後時間の経過とともにあわの消失が進めば大となっていく。本実験では、起泡後1分におけるあわの量も実測した結果

Table VII. Test items and range of variation.

Test items	AE agent *		Water-reducing agent*		Range of variation**
	Liquid	Powder	Liquid	Powder	
1. Specific gravity	◎	—	◎	—	± 1 %
2. Content	—	◎	—	◎	±10 %
3. pH value	○	○	○	○	±0.5
4. Foaming capability	○	○	—	—	±10 %
5. Suspension value	—	—	○	○	±10 %
6. Relative surface tension	○	○	○	○	± 5 %

* ◎...Tested as is
○ Tested in solution

** Range of variation is indicated in percentage of test values except pH indicated test value

を示してあるが、起泡力を実測するには起泡後この程度の時間をおくのがよい。起泡力の管理限界としては±10%程度がよいと思われる。

比表面張力(Table V)についてはAE剤では1°/wt溶液、減水剤では1°/wtおよび10°/wt溶液で実験したが、いずれの場合もロット内およびロット間のばらつきは5%以内であった。減水剤10°/wt溶液のものは比表面張力は水とほとんど差がないものが多く、したがって、AE剤では1°/wt溶液、減水剤では10°/wt溶液を用いて実験するのがよい。

懸濁量 (Table VI) については実測に適した混和剤水溶液濃度を選ぶことがたいせつであるが、本研究の範囲内ではセメント10gを100cc水溶液に入れて5分間かくはん後に懸濁量を実測する方法で充分品質管理の目的を達するものと考えられる。なお、管理限界としては懸濁量がかくはん後10分間で50cc以上、1時間後で90cc以下とすればよいと思われる。

以上の実験結果から品質保証に必要とする測定項目および品質管理限界をばらつきの範囲で示すと Table VIIのようになる。表中の各項目および数値はなお検討の余地はあるが、混和剤製造者の品質管理の一応のめやすを示す意味でここに掲げるものである。なお、本表は日本材料学会「コンクリート用化学混和剤規準(粗案)」の中に取り入れられている。

6 結 語

市販化学混和剤14銘柄(AE剤6, 減水剤8)につき、比重、含量、pH、起泡力、比表面張力および懸濁量の実測を行ない、ロット間のばらつきの程度を調べるとともに、これら6項目の試験を品質管理のための試験として採用できるかどうかを研究した。その結果、いずれの試験も品質管理に利用できることが明らかであり、それぞれの試験値に対する管理限界推奨値を示した。