

足利工業大学工学部 学生	○関田 英雄
足利工業大学工学部 正会員	黒井登起雄
足利工業大学工学部 正会員	松村 仁夫
足利工業大学工学部 学生	務台 和典

1. まえがき

海砂のコンクリート用細骨材としての使用は、ここ十数年来多くなり、特に西日本では、50%近くの割合に達している。これに伴いコンクリート中の塩化物イオンの総量規制が昭和61年から実施され、海砂の塩化物イオン含有率の管理試験が広く行われている。海砂の塩化物イオン含有率の許容限度は、海砂の絶乾質量に対して0.02% (NaCl換算で0.03%) に規定され（コンクリート標準示方書【平成3年版】）、また海砂の塩化物イオン含有率の試験は、『海砂の塩化物イオン含有率試験方法（滴定法）（案）』、および『同（簡易測定器法）（案）』(JSCE-1990)によって行なうことが明記されている。この海砂の塩化物イオン含有率の試験方法は、『一定量（200gまたは500g）の絶乾状態の海砂に含まれる塩化物イオンを一旦一定量（200cc）の水溶液中に抽出し、その水溶液の塩化物イオンの量を滴定、および簡易測定器で求める』もので、試験に際しては、海砂の塩化物イオンが完全に溶出しているか否かが塩化物含有率の測定結果に著しく影響し、重要な問題となる。

上記塩化物イオン含有率試験方法を海砂の管理試験に適用する場合、(1)0.02%近傍の低濃度領域の海砂が対象になること、(2)測定法が簡便で、精度の良い結果が短時間に得られること、等が要求される。前報¹⁾によれば、海砂の塩化物イオンを『常温のもとで静置した』場合、塩化物イオンの抽出に要する時間は0.10～0.20%の高濃度領域の砂では1～3時間である。0.02～0.07%の低濃度領域の砂では、もっと長い抽出時間が必要で、6～24時間である。砂の品質検査の試験に上記試験方法を適用する場合は、砂の塩化物イオンの抽出に時間を要しても差し支えないと考えられるが、現場における砂の管理試験に適用する場合は問題となる。そこで、本研究では、加熱法（電子レンジ）、遠心分離法（遠心分離器）、電気化学法（電気泳動の応用）、および振とう法（振とう器）による海砂の塩化物イオンの溶出率と抽出時間等との関係を検討した。本研究はその結果を取りまとめたものである。

2. 実験の概要

2.1 試料、抽出方法および測定方法 試料は、NaClを所定量混入して塩化物イオン含有率の濃度レベルを0.02%および0.06%に調整した川砂（粗粒率；2.83）、および水洗いによって塩化物イオンの濃度レベルを約0.07%に調整した海砂（粗粒率；1.45）を用いた。塩化物イオンの濃度を調整した川砂は、約1年間静置して貯蔵しておいたものを使用した。海砂の抽出方法は、次の5種類とした。

- (1) 加熱法（電子レンジ）；ビーカーにラップをしたのち電子レンジに入れて加熱する。加熱時間は1、2、3分および煮沸するまでの時間（5分程度）とした。
- (2) 遠心分離法（遠心分離器）；試料を遠心分離器用のサンプル瓶に移し、所定の回転数および時間で遠心分離する。回転数は1000rpmおよび3000rpmとし、時間は5、10、30、および60分とした。
- (3) 電気化学法（電気泳動の応用）；ビーカーに電極を挿入し、電圧30Vの直流電流を接続して電気分解する。電気分解の時間は、5、10、30、および60分とした。
- (4) 振とう法（振とう器）；ビーカーを振とう器に入れ、所定の温度および時間で振とうする。温度は20℃および50℃とし、振とう時間は10、30、60、および120分とした。
- (5) 常温静置法；常温で、48時間静置する。塩化物イオンの溶出率算定の基準とした。

抽出した水溶液の塩化物イオン量の測定は、卓上自動滴定装置（電気化学計器㈱製）を用い、電位差滴定法

によって行った。

2.2 実験方法 実験は次の手順で実施した。(1)試料約200gをビーカー(500ml)に採取して絶乾状態にしたのち、正確に質量を測定し、蒸留水を200ml加えて攪拌する。(2)それぞれの抽出方法を行ったのち、再度攪拌し、上澄液を25ml採取する。(3)水溶液中の塩化物イオン量を測定し、砂の塩化物イオン含有率を求める。

3. 実験結果及び考察

塩化物イオン量を0.02~0.06%程度に調整した川砂および海砂を試料として、上記4種類の方法で抽出したときの溶出率と抽出時間の関係を図1および図2に示した。塩化物イオンの溶出率は常温静置法で抽出したときの塩化物イオン含有率に対する値(%)である。図1より、粒径が大きい(川砂)場合、遠心分離法および振とう法は塩化物イオンをかなり迅速に、かつ安定して抽出されることができるようである。遠心分離法は、より低濃度ほど塩化物イオンの溶出率が低く、抽出するのに時間がかかるが、塩化物イオン含有率が0.02~0.06%のとき、抽出時間30~60分で100%程度の溶出率を示し、60分程度の抽出時間で塩化物イオンの抽出を完了させることができる。このとき回転数の影響は1000~3000rpmの範囲ではほとんど認められなかつた。振とう法は、水温が20°C程度の常温の場合、1~2時間で溶出率80~90%程度であるが、50°Cの水温で振とうすると1時間程度で溶出率100%に到達する。また、電気化学法は、抽出1時間で80%以上の溶出率を示すが、抽出時間に伴う値のバラツキが認められ、今後電極の工夫を含めた装置の改善が必要と思われる。

粒径の細かい海砂に適用した場合、図2より、振とう法は粒径の違いによる影響をほとんど受けられず、川砂の場合と同様で、50°Cの水温で振とうすると2時間程度で溶出がほとんど完了する。加熱法および遠心分離法は非常に効果的で、加熱法の場合、海砂の塩化物イオンの溶出率は、抽出時間1分で85%、2~3分で90~92%に達する。このときの試験溶液の温度はそれぞれ51°C、60~75°Cとかなり高温になる。この方法の場合、約5分で煮沸状態となり、溶出率が100%に達するが、煮沸による水蒸気の漏れも多少起こるようであり、この点に配慮する必要がある。また、遠心分離法は、海砂のように粒径が細かい場合、5~10分で塩化物イオンの溶出率が120%程度に達する。

以上より、加熱法、遠心分離法および振とう法などは、海砂の塩化物イオン含有率の管理試験における塩化物イオンの抽出方法として有効であると考えられる。しかし、加熱法および振とう法は試験溶液の温度が50°C以上にもなるので、溶液の塩化物イオン測定法によっては温度の影響に十分配慮する必要がある。

参考文献 1) 黒井、松村; 海砂の塩化物イオン含有率測定方法に関する諸問題、第18回関東支部技術研究発表会講演概要集、pp.248~pp.249、1991.3

