

## 超臨界水を用いた環境適合型アスファルト抽出

日大生産工(院) 土井 啓徳 日大生産工 秋葉 正一  
日大生産工(院) 加納 陽輔 日大生産工 栗谷川裕造

### 1. はじめに

表層・基層に用いるアスファルト混合物や上層路盤等に用いるアスファルト処理混合物については、新材あるいは再生材を問わず、その品質および出来方規格値としてアスファルト含有量と骨材合成粒度の規格値が設けられている。このため、アスファルトならびに再生アスファルト混合所においては、アスファルト混合物や再生骨材の品質管理を目的としたアスファルト抽出試験の実施が重要な管理項目として位置づけられている。

そこで、アスファルトの抽出及び回収の溶剤として、1,1,1-トリクロロ・エタン(以下、三塩化エタン)が多く使用されてきたが、オゾン層破壊物質として1995年末をもって製造禁止された。これを受けて、各機関では代替溶剤と試験装置の検討が急務となり、1-プロモプロパン、ナフテゾール、レモンの皮から採ったd-リモネン等の石油系・植物系の溶剤が試用されている。また、それらの溶剤に適応した自動化の試験装置が開発され、三塩化エタンを用いた従来の試験精度と同等の結果が確認されているものの、試験機・溶剤コスト、廃液処理・乾燥方法や改質アスファルトへの適用等、様々な課題を残している。

そこで本研究では、近年、新たな分離・抽出溶剤として期待される超臨界水の溶媒性能に着目し、改質アスファルトへの適用をはじめ、所要時間の短縮や簡便性及び経済性、人体や環境に対する安全性の向上を目標とし、環境適合型アスファルト抽出の検討を行った。

### 2. 超臨界水について

液体の水は、100 を超えると沸騰し気体となるが、密閉した容器内で加熱することで温度・圧力は上昇し続け、臨界温度(374.2 )・臨界圧力(22.1MPa)を超えると超臨界水となり気体と液体の区別がなくなる。超臨界状態では圧力上昇に伴う密度の増加によって液体同様に溶解力が向上し、高温下における激しい分子運動から気体に匹敵する拡散速度と粘性が得られる。

このように、超臨界水は温度・圧力操作による密度の増減をはじめ、イオン積や誘電率等の性状変化から通常の水では分離してしまう無極性の有機物を溶解することが可能となる。



写真 - 1 硝酸塩加熱装置(ソルトバス)

表 - 1 ソルトバス仕様

外形寸法	W550 × D550 × H850mm (液槽部590+攪拌部260mm)
槽内寸法	W200 × D200 × H450mm
温度範囲	+300 ~ +600
温度安定度	± 0.5
温度調節	デジタル式温度指示調節器 PID制御方式
ヒーター	シースイヤー式4kW
攪拌機	縦型攪拌方式 100Wスピードコントロール モーター(タイマー付き)

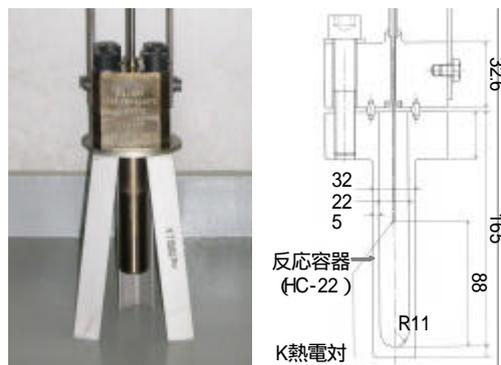


写真 - 2 反应用密閉容器(セル)

**Environmental agreement type asphalt extraction  
which uses super-critical water.**

**Hironori DOI, Shyoichi AKIBA, Yosuke KANO, Yuzo KURIYAGAWA**

以上のことから、人体や環境に対する負荷が極めて小さい溶媒であることを前提に、超臨界水のアスファルト抽出性能と骨材回収能力が期待される。

### 3. 高温・高圧水による反応試験方法

本研究では、超臨界水を用いたアスファルト抽出性能に関する基礎検討として、反応時間と溶解性の関係、反応条件がアスファルト抽出性能に与える影響について究明し、アスファルト混合物の微細粒分に対するアスファルト抽出性能及び骨材回収精度に関する検討を行った。

反応試験で使用した硝酸塩加熱装置（以下、ソルトバス）及び反应用密閉容器（以下、セル）を写真-1, 2, 表-1 に示す。試験は目標圧力が得られるように、水蒸気圧をもとに算出した仕込み量の純水と供試体をセルに投入し、試験温度に設定したソルトバスに沈めて加熱・反応を行った。

### 4. 反応時間と溶解性に関する検討

#### 4-1. 試験概要

超臨界水を用いたアスファルト抽出性能に関する基礎検討として、アスファルトを被膜した粗骨材供試体に対する高温・高圧水による反応試験を行い、反応時間がアスファルト抽出性能に与える影響について検討した。

供試体は、粗骨材である6号砕石(粒径4.75~13.2mm)にストレートアスファルト60-80(以下、St.As.)を骨材重量比で1%程度被膜したものを使用した。反応条件は、臨界点に到達していない亜臨界状態である300・30MPa、および超臨界状態である450・45MPaにて反応試験を行った。反応時間は、目標温度・圧力到達後、30, 60, 180, 300, 600secの5通りで行った。検討方法として、アスファルトの被膜前後、反応後の供試体の質量変化より以下の式を用いてAs.抽出率を算出し、反応時間と溶解性の関係について比較検討を行った。

$$\text{As.抽出率(\%)} = \left( \frac{\text{被膜後質量} - \text{反応後質量}}{\text{被膜後質量} - \text{骨材質量}} \right) \times 100$$

#### 4-2. 試験結果

As.抽出率と反応時間の関係を図-1に示す。反応条件300・30MPaと450・45MPaのAs.抽出率に大きな差異が見られるが、双方とも反応時間60sec以降にAs.抽出率の向上は認められず、ほぼ一定の値となった。

以上から、高温・高圧水によるアスファルト抽出性能は、反応時間を60sec以上設けることで、各条件下における溶解作用は完了すると考えられる。また、300・30MPaでは、充分なAs.

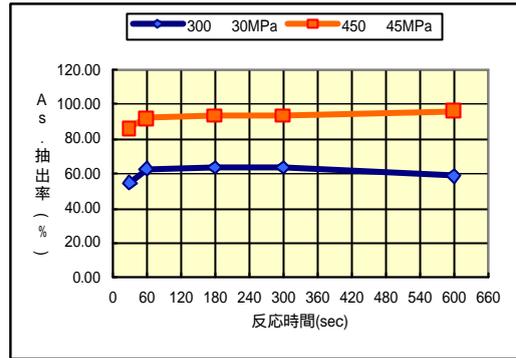


図-1 As.抽出率と反応時間の関係



写真-3 粗骨材(被膜前)



写真-4 粗骨材(被膜後)



写真-5 粗骨材(反応後)

表-2 配合比

	砕砂	粗砂	石粉	As.
配合比	62.7	19.0	12.3	6.0

抽出率が得られなかったことに対して、450・45MPaでは、90～100%程度のAs抽出率が確認され、写真-3～5に示すとおり被膜前・反応後骨材の区別が困難な程にアスファルト被膜が十分に抽出されている。

## 5. アスファルト抽出性能に関する検討

### 5-1. 試験概要

本項では、温度・圧力の異なる反応条件から、アスファルト抽出性能に与える影響について検討を行った。

前述の試験で使用した粗骨材供試体と、アスファルト混合物の細骨材部分を想定して配合した細骨材供試体（配合比を表-2に示す。）に対して、St.As.に加え、既存試験では抽出が困難とされている改質型アスファルト（以下、改

As.）を被膜させた、計4種類の供試体を使用した。反応条件は、温度を300～450の7通り、圧力を20～45MPaの6通りとし、計42通りの条件下で反応試験を行い比較検討した。また、反応時間は前述の試験結果を踏まえて、各条件下での反応作用が十分に完了すると思われる180secとした。検討方法としては、反応前後の供試体質量変化より以下の式に示した推定As.含有率を算出し、供試体作成時におけるAs.含有率との差（以下、推定誤差）により比較検討を行った。

$$\text{推定As.含有率(\%)} = \left( \frac{\text{被膜後質量} - \text{反応後質量}}{\text{被膜後質量}} \right) \times 100$$

### 5-2. 試験結果

表-3～6は、各供試体の推定誤差を示す。これより、粗・細骨材のSt.As.、改As.ともに、臨界点を境に、推定精度が大きく向上しているのがわかる。しかし、超臨界状態における条件下においても、25MPa付近では推定誤差が比較的大きい傾向にある。このことは抽出溶媒となる水の仕込み量が少ないため、溶解力不足になったと考えられる。

以上から、亜臨界状態に比べ、超臨界状態においては極めて高い推定精度が得られた。このことは、アスファルト抽出において、亜臨界領域内の高温・高圧状態ではなく、超臨界状態での反応試験の有意性が確認されたといえる。しかし、超臨界状態である条件下においても、圧力25MPa付近でみられるように、供試体質量と水の仕込み量の関係より、溶解力が低下すると考えられる。そのため、温度・圧力条件とアスファルト抽出性能との相関をより具体的に検討する必要があると考えられる。

表-3 St.As.推定誤差(粗骨材)

	20MPa	25MPa	30MPa	35MPa	40MPa	45MPa
300	0.59	0.65	0.74	0.70	0.97	0.98
325	0.45	0.38	0.40	0.45	0.51	0.70
350	0.22	0.18	0.20	0.12	0.17	0.08
375	0.16	0.13	0.13	0.03	0.05	0.08
400	0.21	0.12	0.03	0.04	0.03	0.10
425	0.25	0.14	0.06	0.04	0.04	0.05
450	0.27	0.20	0.03	0.10	0.04	0.11

単位(%)

表-4 改As.推定誤差(粗骨材)

	20MPa	25MPa	30MPa	35MPa	40MPa	45MPa
300	1.33	1.35	0.93	0.78	0.56	0.78
325	0.83	1.20	0.57	0.41	0.24	0.28
350	0.35	0.36	0.11	0.14	0.10	0.03
375	0.23	0.25	0.09	0.02	0.08	0.09
400	0.18	0.24	0.03	0.02	0.10	0.05
425	0.25	0.25	0.04	0.04	0.03	0.10
450	0.31	0.23	0.10	0.06	0.05	0.04

単位(%)

表-5 St.As.推定誤差(細骨材)

	20MPa	25MPa	30MPa	35MPa	40MPa	45MPa
300	3.71	3.64	3.79	3.83	3.65	3.82
325	3.85	3.81	2.39	2.65	3.09	3.07
350	1.45	1.53	0.30	0.25	0.45	0.36
375	0.82	0.54	0.26	0.18	0.18	0.19
400	0.70	0.61	0.15	0.19	0.16	0.21
425	0.64	0.67	0.09	0.05	0.20	0.50
450	0.77	0.87	0.50	0.35	0.21	0.28

単位(%)

表-6 改As.推定誤差(細骨材)

	20MPa	25MPa	30MPa	35MPa	40MPa	45MPa
300	4.49	4.18	4.07	3.95	3.85	3.09
325	3.89	4.02	2.84	3.00	3.01	2.56
350	1.49	1.91	0.31	0.54	0.92	0.75
375	1.19	0.99	0.39	0.42	0.34	0.29
400	0.91	0.62	0.14	0.17	0.09	0.34
425	0.56	0.58	0.11	0.11	0.09	0.35
450	0.77	0.72	0.24	0.18	0.22	0.35

単位(%)

## 6. 抽出及び骨材回収精度に関する検討

### 6-1. 試験概要

前述までの検討より、超臨界水による高いアスファルト抽出性能に対して、アスファルト混合物の、特に石粉等の細骨材部分におけるアスファルト抽出性能及び骨材回収精度の検討が必要不可欠となる。

これらを受けて、本項では前述の細骨材供試体を用いて、超臨界状態での反応試験を行い、アスファルト抽出性能及び骨材回収精度に関する検討を行った。反応条件は、375・35MPa とし、反応時間は180sec とした。

また、試験反応後の回収骨材について 2.36, 0.6, 0.3, 0.15, 0.075 mm においてふるい分け試験（骨材洗い試験）を行い、試験反応前・反応後の骨材配合粒度の推定を行い、骨材回収精度の検討を行なった。

### 6-2. 試験結果

写真-6~8 は、改 As. 被膜前、被膜後、試験反応後の細骨材供試体の一例である。これより、試験反応後の試料からは被膜前と遜色なく白色の石粉分が確認され、アスファルトが十分に抽出されていることが分かる。

また、図-2 に被膜前、試験反応後の通過質量百分率を示した。被膜前である合成粒度と、回収骨材の推定粒度を比較した結果、同等の粒度曲線を示したことから、微細粒分のみを配合した供試体にも関わらず、高精度の粒度推定結果が得られた。

以上から、超臨界水はアスファルト混合物中の細骨材部分に対しても、優れたアスファルト抽出性能、骨材回収精度を有しているといえる。

## 7. まとめ

本研究で得られた知見をとりまとめる。

- ・ 反応時間を60sec 以上設けることで、高温・高圧水によるアスファルトの溶解作用は完了し、特に超臨界状態では90~100%程度と高いAs. 抽出率が確認された。
- ・ 高温・高圧水によるアスファルト抽出性能は、特に超臨界状態で顕著であり、改 As. に対しても、St.As. と同等以上の溶解性が認められた。
- ・ 超臨界水による推定 As. 含有率は、水の仕込み量不足となる条件を除き、粗・細骨材の St.As.・改 As. とともに極めて高い精度であるといえる。
- ・ 試験反応後の回収骨材に対して、ふるい分け試験を行った結果、高精度の粒度推定が可能であり、超臨界水によるアスファルト混合物の微細粒分に対するアスファルト抽出性能、骨材回収能力が確認された。



写真-6 細骨材(被膜前)



写真-7 細骨材(被膜後)



写真-8 細骨材(反応後)

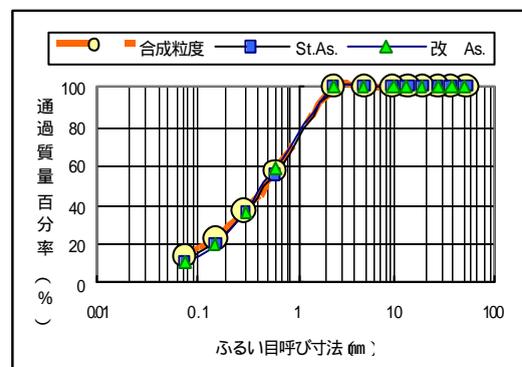


図-2 配合時と反応後の骨材粒度