

亜臨界水抽出法による舗装用アスファルト混合物の品質管理試験

日大生産工(院) ○小花 将義 日大生産工 秋葉 正一
日大生産工 加納 陽輔 岩田工業所 岩田 幸浩

1. はじめに

アスファルト抽出試験(以下,抽出試験)は,アスファルト混合物あるいは再生骨材からアスファルトを抽出し,アスファルト量と骨材合成粒度を測定する品質管理試験である.すなわち,アスファルト合材プラントにおける品質管理試験として一般として最も基礎的な位置づけであり,測定精度とともに,日常業務としての安全性や簡便性が要求される.

従来,抽出試験用溶剤に用いられていた三塩化エタンは,1995年以降,オゾン層破壊物質として全廃止となった.これに伴い,溶剤は植物性や石油系などが代用され,人体や環境に配慮した代替試験が実施されている.しかしながら,ポリマー改質アスファルトへの適用性や溶剤コスト,廃液処理などの課題を残しており,今後も安全性と簡便性,さらには経済性を兼ね備えた抽出試験について一考を要する.

著者らは,これまで特に安全性と簡便性に配慮した抽出試験の開発に取り組んでおり,既報研究から超臨界水および亜臨界水のアスファルト抽出溶媒としての応用の可能性を明らかにしている.特に実用を視野とした場合,超臨界水に比べ,取り扱いが容易な臨界点(374℃・22Mpa)以下の亜臨界水に焦点を絞る必要があり,抽出したアスファルトを膜状で回収する亜臨界水式抽出試験法(以下,亜臨界水法)の開発を進めている.

これまで,図-1に示す装置を用いた亜臨界水法に関する基礎研究から,アスファルト量6.0%の供試体(約500g)に対して,ポリマー改質アスファルトH型(以下,Mod. H. As.)ではアスファルト量が5.8%の測定結果を確認している.しかしながら,同様の供試体及び方法でストレートアスファルト60-80(以下,St. As)を測定した場合,アスファルト量が2.8%と精度の低い結果となった.

ここで一般に溶剤による抽出が困難とされるMod. H. As.に比べ,St. As.の測定誤差が大

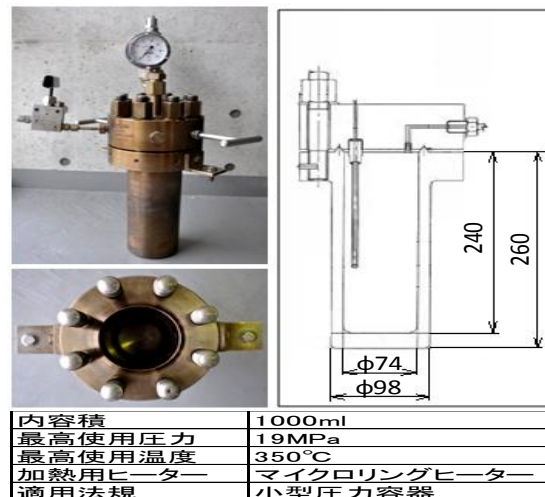


図-1 圧力容器

膜状 As.



粒状 As.

As. 片

図-2 各アスファルトの形状

きい原因については,図-2に示すような膜状で回収しきれなかった粒状のアスファルト(以下,粒状 As.)または,アスファルト片(以下,As. 片)が骨材中に残存していたためと考える.さらに,基礎研究からは,アスファルトを膜状で回収するために,特に容器上部から

Quality control testing of asphalt mixtures according to the subcritical water extraction method

Masayoshi KOHANA, Shouichi AKIBA, Yosuke KANOU and Yukihiro IWATA

表-1 密粒度アスファルト混合物の配合比

	6号碎石	7号碎石	砕砂	細砂	フィラー	As.量
配合比(%)	36.0	21.0	33.0	5.0	5.0	6.0

の冷却が重要であることを確認している。以上を踏まえて、本研究では骨材中に残存するアスファルトの解消と測定精度の向上を目標とし、実用化を視野とした試験方法の確立と装置の開発を試みた。

なお、本実験においては、一般に舗装用素材として最も多く用いられるストレートアスファルト 60-80、及び溶剤による抽出が困難とされるポリマー改質アスファルト H 型、II 型を対象に測定精度を検証した。

2. 研究概要

これまでの研究成果から、亜臨界水法の課題として、測定精度に影響する粒状 As. や As. 片の回収、再現性に問題のある加熱・保温・冷却装置、及び骨材合成粒度に影響する細粒分の団粒化が挙げられる。

まず、測定誤差に影響する粒状 As. に関しては、形状が丸く、試験後の骨材上面に堆積していることから、膜状アスファルト（以下、膜状 As.）から垂れて形成したものと考えられる。

そこで、容器内部（蓋底面）に水冷管を設置し、冷却効率を向上させることで膜状 As. の形成を助け、粒状 As. の発生抑制を目的に冷却温度及び水仕込み量を検討した。

さらに、再現性に問題のある加熱・保温・冷却装置に関しては、温度むらが結果に影響したと考え、形式の異なる 3 種の電熱装置を比較・評価した。

次に、As. 片に関しては、形状が扁平であり、かつ容器底面付近の骨材間隙に混在することから、間隙に溜まった気泡の気液境界面に小さな膜状 As. として形成したものと考えられる。さらに、以上の検討で、解消に至らなかった場合を想定して、試験後にこれらを取り除くための湿式比重選別法の応用を検討した。

さらに、骨材合成粒度に影響する細粒分の団粒化に関しては、試料の観察から主に乾燥時に溶媒中の油分によって形成されたと考え、乾燥処理前に水ふるいを実施し、骨材の分級と乾燥を試みた。また、ここでは同時に、試験の簡略化を目的として、吸引ろ過を行い、骨材合成粒度に対する影響を確認した。

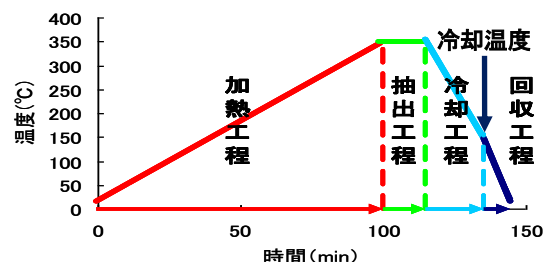


図-3 各工程の温度と時間

以上の検討から得られた試験の方法と装置に基づき、既存の抽出試験として一般的なソックスレー抽出法（以下、ソックスレー法）との比較を行った。

3. 試験方法

供試体は表-1 に示す密粒度アスファルト混合物（最大粒径：13mm）の骨材配合に対して St. As. を重量比で 6.0%被膜させたものを約 500 g 使用した。

亜臨界水法による試験方法の検討は、加熱・抽出・冷却・回収工程の4段階に大別し、以下の手順で実施した。

加熱工程：密閉容器に水と供試体を入れ、試験温度・圧力（350℃・16Mpa）となるまで一定時間で加熱する。

抽出工程：試験温度・圧力に到達後から15分間を抽出時間として保温する。

冷却工程：アスファルトを膜状に固化して回収するため、容器内部の温度が150℃以下となるまで上部の水冷管によって冷却（以下、内部冷却）する。

回収工程：容器外部から水冷して、（以下、外部冷却）常温・常圧となったら内容物を回収する。

各工程における温度と時間を図-3に示す。

4. 試験結果

4.1. 試験方法の検討

4.1.1. 冷却温度について

粒状As. の解消を目的に、外部冷却を開始する冷却温度を300～100℃に設定して検討した。測定結果は、式(1)よりアスファルト量を、式(2)より測定誤差を求めて評価した。

$$C_A' = \frac{M_s - M_s'}{M_s} \times 100 \quad \dots (1)$$

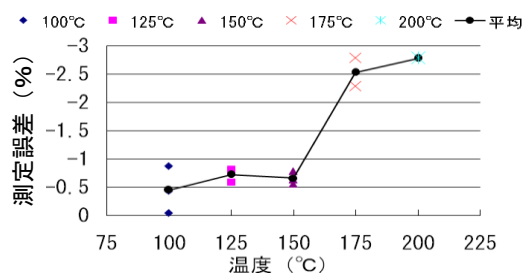


図-4 冷却温度と測定誤差の関係

表-2 測定誤差

水冷管 (5.3 cm)

冷却温度	150℃			125℃		
水仕込み量(g)	488	362	235	488	362	235
水冷管～水面	3cm	6cm	9cm	3cm	6cm	9cm
測定誤差(%)	-0.7	-0.5	-1.0	-0.7	-0.5	-0.8
結果	粒As.無	粒As.無	粒As.有	粒As.無	粒As.無	粒As.有

水冷管 (8.3 cm)

冷却温度	150℃			125℃		
水仕込み量(g)	488	362	235	488	362	235
水冷管～水面	0cm	3cm	6cm	0cm	3cm	6cm
測定誤差(%)	-1.4	-0.5	-0.2	1.1	-0.5	-0.3
結果	粒As.有	粒As.無	粒As.有	粒As.有	粒As.無	粒As.有

$$E_A = C_A' - C_A \quad \cdots (2)$$

ここに、 C_A' : アスファルト量 (%)

M_S : 実験前の供試体質量 (g)

M_S' : 実験後の供試体質量 (g)

E_A : 測定誤差 (%)

C_A : 配合アスファルト量 (%)

冷却温度と測定誤差の関係を図-4に示す。150℃を境に、それ以下の温度では粒状As.は確認されず、比較的高い精度が得られた。さらに、150℃および125℃では測定値のばらつきも小さい。これらを踏まえ、以降の実験ではこの2条件で検討を進める。

4.1.2. 水仕込み量について

より強固な膜状As.の形成を目的とし、長さの異なる水冷管(長さ5.3cmおよび8.3cm)2種と水仕込み量3種の組合せから、水冷管と水面の距離が精度に与える影響を検討した。

各水冷管の測定誤差を表-2に示す。

水冷管と水面の距離が3～6cmの範囲で、かつ水仕込み量が少ないほど精度は高い傾向が見てとれる。ただし、水仕込み量が供試体質量の1/2以下では、粒状As.が見られたため、以降は冷却温度は150℃、水冷管(8.3cm)、水冷管から水面の距離3cmを基本条件とする。

表-3 ヒーター検討結果

ヒーター名	マイクロリング	バンド	アルミブロック
測定誤差(%)	-0.45	-0.45	-0.37
標準偏差	6.1×10^{-2}	6.9×10^{-2}	4.5×10^{-2}

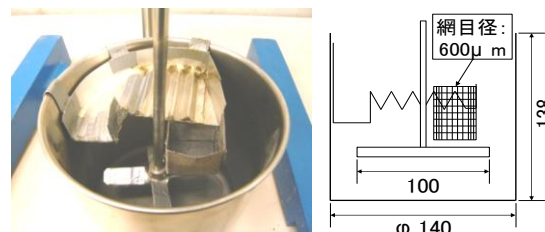


図-5 装置の外観図および概略図

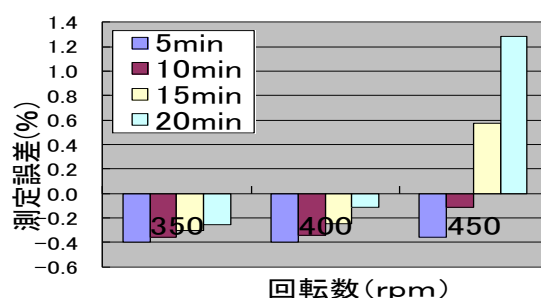


図-6 回転数および時間における測定誤差

4.2. 試験装置の検討

加熱装置が与える試験の再現性への影響を確認するため、これまで使用してきたマイクロリングヒーターに加え、バンドヒーターとアルミブロックヒーターを用いて、同条件による精度を比較検討した。ヒーターごとの測定誤差および標準偏差を表-3に示す。

アルミブロックヒーターによる結果が最も高精度であり、測定値のばらつきも小さい。要因としては、電熱部からアルミブロックを介して、加熱するため、均一な加熱が可能ためと考える。以後、加熱装置はこれを用いる。

4.3. 試験後の試料の分取・分級方法の検討

残存するAs.片を600 μmで区分し、湿式比重選別法による段階的な分取を検討する。

まず、600 μm以上のAs.片の除去については、攪拌機を用いて、任意の攪拌速度で浮遊したAs.片を網で分取し、除去する方法を採用した。装置の外観図および概略図を図-5に示す。

この検討は回転数350～450rpm、5～20分において行い、その関係を図-6に示す。結果は回転数400rpm、時間20分が最も高精度であるが、回収したAs.片の中に細骨材が混入していたため、

測定誤差が減ったと考えられる。なお、450rpmにおける10分の結果も同様である。

これらを考慮した結果、350rpm・20分、400rpm・15分が最も測定誤差が小さく、目視から細粒分の損失も最小限であることを確認し、この2条件を用い、次の検討を行う。

次に600 μ m以下のAs.片除去については、先の条件を行った後、上澄みのみを75 μ mふるいで受け、As片を分取し、除去する。この作業を3回繰り返した後、水洗いおよび吸引ろ過を行い、測定誤差を求めた。結果を表-4に示す。

結果から、回転数400rpm・15分において、誤差がないことが確認された。

なお、これを基本条件として次章に移る。

5. 既存の抽出試験との比較

アスファルトの混合物に対して、既往試験であるソックスレー法との比較を行った。なお、供試体は表-1に示す密粒度アスファルト混合物(13)に、St.As.、ポリマー改質アスファルトII型(Mod. II As.)、Mod. H As.、ならびにMod. H As.を6.0%被膜した計3種類、約500g使用した。各アスファルト混合物に対する測定誤差と優れた溶媒性能により試験時間を表-5に示す。

結果から、全てのアスファルト混合物において、亜臨界水法では測定誤差はほとんどなく、ソックスレー法に比べ高い精度で測定が可能であることを確認した。なお、試験時間の比較から、ソックスレー法では半日から数日を要するのに対し、亜臨界水法においては優れた溶媒性能により、試験時間を大幅に削減することが可能である。

さらに、それらの供試体を用い、ふるい分け試験から骨材合成粒度を測定した。3種とも同程度であったため、St.As.のみの結果を図-7に示す。亜臨界水法による結果は、配合粒度と概ね一致しており、骨材合成粒度に関して、ソックスレー法と同程度の試験精度を有していることを確認した。

6. まとめ

本研究から得られた知見を以下に示す。

- 1) 冷却温度は、150℃～125℃において最も高い抽出精度が得られた。
- 2) 水仕込み量は、水冷管と水面の距離が3～6cm程度で、かつ供試体質量の1/2以上を必要とする。
- 3) ヒーターは部分的な温度差がなく、均一に

表-4 As.片除去後の結果

回転数(rpm)	350	400
時間(min)	20	15
測定誤差(%)	+0.1	0.0

表-5 測定誤差と試験時間

アスファルト種類	測定誤差(%)		試験時間(h)	
	試験方法		試験方法	
	亜臨界水抽出法	ソックスレー抽出法	亜臨界水抽出法	ソックスレー抽出法
St.As.	0.0	+0.4	2.5	20.5
Mod. II As.	0.0	+0.5	2.5	28.0
Mod.HAs.	+0.1	+0.2	2.5	22.0

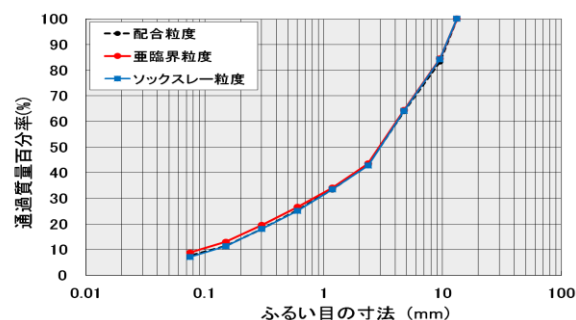


図-7 骨材合成粒度 (St. As.)

加熱できるアルミブロックヒーターが適する。

1)～3)の条件を満たし、湿式比重選別法および水ふるいを行った亜臨界水法は、ソックスレー抽出法に勝る試験精度を有し、試験時間を大幅に削減できる。

以上の結果から、本研究が提案する亜臨界水法は一切の溶剤を用いない、簡便性と経済性を兼ね備えた品質管理試験として実用の可能性を示唆した。

7. 今後の課題

亜臨界水法は、抽出段階でAs.片を解消できれば、試験方法のさらなる簡略化に繋がる。そこで、As.片の形成は骨材の堆積高に依存すると考えられることから、容器を縦長から横広な形状に変更し、検討を行いたいと考えている。

参考文献

- 1) 土井啓徳：超臨界水を用いた環境適合型アスファルト抽出試験，修士論文，2006
- 2) 秋葉正一，加納陽輔：亜臨界水を用いた環境調和型アスファルト抽出試験に関する実験的検討，2010