

舗装用瀝青乳劑の規格並に試験法の比較

西 川 榮 三

I. 緒 言

1933年ロンドンに於て開催せられた、世界石油會議の議題中、瀝青乳劑の試験に關する問題が取り扱はれて居るが、此の際各國の試験方法が集められ、種々の議論が行はれた。

瀝青乳劑の性質及試験法に關する各國の發表せる規定を逆覽すると、其の様式形態は種々雜多で、頗る簡單なるものもあり、又多項について考慮せるものもある。

其の項目を列擧すると凡そ次の如くである。

1. 瀝青含有量
2. 乳化劑含有量
3. 原料瀝青及回收瀝青質殘留物の性質
4. 安定度
5. 乳劑の分解に關する性質
6. 粘度
7. 分散度
8. 低温安定度

II. 瀝青乳劑の各國の規格並に試験法

各國に於て瀝青乳劑の規格並に試験法に關して定むる所を見るに次の如きものがある。

1. ドイツ *DIN* (規格及試験法) ドイツ道路協會規格及試験法。
2. 英國 規格及試験法。
3. 歐洲各國 規格及試験法。
4. 米國 *A. S. T. M.* 規格、並にアブラハム氏の規格及試験法。
5. 日本 内務省土木試験所規格案及標準試験法、道路研究會規格。

これ等の規格及試験法について比較研究することは、道路用乳劑の使用が益盛ならんとする折柄興味ある事柄である。以下頁を厭はず、各項目毎に其の規定する所を比較し、且つ筆者の意見をも書き添へて見ようと思ふ。

III. 試料採取方法

1. ドイツ (*DIN* 及 *Stufa*)

方法。 容器中の乳劑を充分攪拌混合し、均等なるものとなしたる後、試料容器 (錫力角罐) 中に一定量を取る。試料は毎 150g 或は一車毎に一個を取り納入後直ちに試験するものとす。試料の容器は、豫めよく洗滌し、脱脂し且つ試料乳劑にて洗滌しおくものとす。

2. 英國

容器中の乳劑を充分攪拌混合し、均等なるものとなしたる後、容器がドラム罐の場合には 15cm 中より 5% (即ち 0.75cm) 毎に 1 個の試料を抜き取り、之を合して 1 試料となし、15cm 容れのタンクカーにありては、5 個の試料を抜き取り、之を合して 1 試料となす。

3. 瑞 西

乳劑使用の現場に於て採取するもので、試料採取前容器内の乳劑を充分攪拌混合して均等のものとなしおくものとす。

4. 日 本

試料を採取するには材料をよく混合し、全材料を代表する部分を得るに努むるものとす。1 個の試料は 10kg 以上とし、試料の容器は清淨にして乾燥せる鍍力罐或は硝子壺等とす。

乳劑の試料採取に關しては、充分なる注意を要するもので、試料採取の方法を誤る時は、如何に入念に行つた試験も何の價値もないものとなる。乳劑試料採取の要件としては次の如き項目を考慮しなければならない。

1. 材料何噸 (何ドラム) 毎を 1 口とすべきや。
2. 1 口の材料より如何なる方法にて試料を採取すべきや。
3. 試料容器は如何にすべきや。
4. いづこに於て試料を抜き取るべきや。

本邦に於ては、クランクカーにて乳割を運搬することは行はれて居ないので主として、フレームより試料を採取する場合が多い。又場合によつては、工場内の貯蔵槽より試料を採取する場合も生ずるかも知れないが、これは特別の場合として、必要ある場合に特別の考慮をめぐらすこととし、多くの場合はフレームより試料を採取することを考ふれば足りる。

フレームより試料を採取する場合には、幾フレームを以つて1口とすべきかを定めなければならぬ。1口の數量を定むるに當りては、種々の方法が考へられる。即ち

1. 常に一定數を以つて1口とする方法。(例へば100フレームを1口とするが如し)
2. 全フレーム數の多寡に應じて1口のフレーム數を定むる方法。
3. 運搬の一車分或は一船分を1口(或は數口)とする方法。

常に一定數を以つて1口とする方法は、フレーム數の多き場合には、甚しく多數の試料を取り扱はざるを得ない事となつて、試験に要する日數があまり長かゝりすぎる難がある。全フレーム數の多少に應じて口數を定むる方法は、この缺點を除去することが出来るし、又大量取引の場合には、工場に於ても多量を一時に生産する關係上、同時に生産せるものは比較的類似の性質を持ちうる便利あるを以つて1口のフレーム數を多く取るも、不合理でないから、この方法は比較的實際的な方法の様に思はれる。ことに本邦の如く、試験所の數も少く、試験に従事する人員の比較的少い國にありては、便宜な方法の意思はれる。例へば次の如し。

全フレーム數	口數	1口のフレーム數
0 ~ 100	1	100 或は 100 以下

100 ~ 200	2	同	上
200 ~ 300	2	150 或は 150 以下	
300 ~ 500	3	167 或は 167 以下	
500 ~ 700	4	175 或は 175 以下	
700 ~ 1000	5	200 或は 200 以下	
1000 ~ 1500	6	250 或は 250 以下	
1500 ~ 3000	7	288 或は 288 以下	

註 前表の数字は、前後多少の不合理を生ずる處はあるが、大局に於て便利が多い。

試料の採取方法は 1 口のドラム中より、3~5 個を選び、其の各の内容物を充分攪拌混合して均等のものとなしたる後、各より等量づつを抜き取りこれを合して 1 口の試料とすべきもので、其の要は 1 口の材料全部の平均性質を代表する様な試料を得るにある。試料容器の清浄なることの必要は乳劑の如く、他物の混入により變化し易いものにあつては一層必要なる條件たることは言ふを俟たない。

IV. 瀝青質残留物, 水分

1. ドイツ

瀝青質材料含有量は、水分及灰分含有%を 100% より減じたるものに示して居る。その量は 50% 以上を要するものとし、水分の量は乳劑 300g とキッロール (水分飽和) 150cc とを共に蒸溜して測定するものとして居る。

この表示の方法では、瀝青質材料中には灰分以外の乳化剤、タール中の遊離炭素等を含むものである。

又素焼皿上に乳劑をひろげ、水分を蒸發或吸收せしめ瀝青質殘留物を分離する方法を規定して居る。この方法で得らる瀝青質殘留物は、水分及常溫で揮發する揮發油分以外の部分、即ち通常乳劑分解後鋪裝中に殘る部分で、其の軟化點を測定することとして居る、もしこの瀝青質殘留物の軟化點が、原料瀝青の軟化點の10%以上高き所にある時は、更に其の Brechpunkt 及延性を測定する。

乳劑中の純瀝青分離の方法としては、アルコールに依りて瀝青を沈澱せしむる Marousson 法に依るものとして居る。

(土木試驗所報告土木工事用材料標準試驗方法 96頁、第二法參照)

2. 英國

英國の方法も水分を測定し、水分 50%以下として居る。而して乳化劑は 2%以下を要求して居るから、結局瀝青質殘留物 50%以上、純瀝青は 48%以上を要求して居る。

水分測定法には、キッロール蒸留法を用ひ、乳劑 30-40g にキッロール 150g を加へ、更に NaHSO_4 0.5g を添加して行ふものとして居る。

3. 伊太利

米國 (A. S. T. M.) の方法に準じ、水分を定量し、瀝青質殘留物を收得する。この瀝青質殘留物は瀝青質材料、乳化劑其他の不純物等より成るものである。試験に用ゐる加熱器は深 100mm、上部の徑 21mm で、其の 1/4 程乳劑を充し、その上部を加熱し泡起を防ぐものとす。(加熱器の寸法稍大に失する疑あるも暫くこのまゝ記し置くものとし、後考を俟ちて

訂正するものとす。）

水分はキシロール蒸溜法によりて測定する。

純瀝青の分離は Marcusson 法に依る。

4. 瑞 西

瀝青質残留物の量は水分及灰分の量より求める。水分定量はキシロール法による。水分は 50%以下、灰分は 1%以下として居る。

5. 和 蘭

安定度弱き乳劑に對しては、水分 32~40%、安定度強きものに對しては 50%以下とし、誤差の範圍 3%内外として居る。

6. 米 國 (A.S.T.M)

水分蒸發により残れる瀝青質残留物 50g を 163° に 5 時間加熱し、その残留物をベソソールに溶解し、濾過し、溶液を 105° にて蒸發し、最後に 121° に 30 分加熱攪拌し、ベソソールを驅逐し、かくして得たる部分につき、針度、延性等の試験を行ふ。瀝青質残留物を得、水分を定量するには 200g の乳劑を高 6" 徑 3.5" の蒸溜器にて蒸溜するもので蒸溜時間は $1 \sim 1\frac{1}{4}$ 時間とする。(土木工事用材料標準試驗方法 67 頁、第三法参照)

7. 日 本

内務省土木試験所規格案に於ては、水分を驅逐せるものを瀝青質残留物とし、其の量は A 種乳劑 50%以上、B 種乳

上記の乳劑水分の定量法は大體蒸溜法、蒸發法、キッロール蒸溜法の三者が用ゐられて居るが、精密なる測定には乳劑の質を考慮することを要するものである。キッロール法を用ゐる時は滲青質殘留物の性質に變化を及ぼすので、單に水分の量を見るにとどまる。蒸發法はタール乳劑其の他揮發性滲青分を含む乳劑には不適當である。

滲青質殘留物收得法は、蒸發法、蒸溜法、素燒法等があり、又米國式のベンゾール法は其の收得物は單なる滲青質殘留物と異り、むしろ純滲青に近きものを得んとするものである。

水分の量のみを目的とする蒸溜法については、泡起現象を防ぐために、キッロール、 $NaHSO_4$ の添加の他、Koppeler 及 Ohse 氏は $NaCl$ (乳劑 10g に對し $NaCl$ 5g) 又は、パラフィン油 20cc を加へることが便利であると言ふて居る。

V. 乳 化 劑

1. 獨逸 乳化劑の種類含有量等に定めなければ、其の測定法は Marcousson 法に依るものとして居る。

2. 英國 乳化劑の分離法には規定がないが、其の量は 2% 以下として居る。尙乳劑使用后、滲青質被膜の再乳化を起さざること、並に植物魚類等に無害なるものなること等が規定せられて居る。

3. 伊太利 分離法は Marcousson 法に依る。

4. 瑞西 同上。

5. 和蘭 一定方法なし。

6. 米國 A. S. T. M. 中には規定はないが、Abrahams は其の著書 (833頁) 中に Marcousson 氏法を記載して居る。

7. 日本 直接に乳劑の量を規定せず、瀝青質殘留物の% (乳化劑を含むもの) 及瀝青物質 (乳化劑を含まざるもの) %を規定して居る。

尚 Karl Neubronner 氏は Asphalt u Teer 誌上に、乳劑中の水溶性乳化劑分離の新方法を提示して居る。此の方法の要旨は、水分吸收力の強い纖維 (例へば、フランネルの如き) を乳劑中に浸漬し、之を取り出して乾燥し、吸收せる乳化劑を水で數回抽出するもので、抽出は常溫より 100°C の間の適當なる溫度に於て行ひ、若し固狀不溶性物質 (例へば炭素、膠狀珪酸鹽等) の存在する場合には、之を更に溶解或は濾別するものである。

VI. 原料瀝青材料並に回收瀝青

1. 獨逸	原料瀝青材料軟化點	(K&S法)	16~24,	25~30,	31~35°C
		(R&B法)	27~37,	38~44,	45~49°C

但し DIN では最初の部分 (即ち軟化點 K&S 16~24°C) は除外せられて居る。

回收瀝青については其の軟化點が原料瀝青質材料の軟化點に對し 10%以上の差ある時は更に凝固點及延性を試験すべきものとして居る。

2. 英國 原料瀝青質材料は針度 55 以上、軟化點 (R&B) 65.5°C 以下、瀝青 (O₃) 99.0%以上、蒸發減 (163°C) 2%以下。蒸發殘留物針度 60%以上として居る。

回收瀝青は必ずしも原料瀝青質材料と同一物なることを要求してゐない。

3. 伊太利 規格なし。
4. 瑞西 回收瀝青の軟化點 40°C以上
5. 和蘭

回收瀝青收得法 乳劑 200cc とアセトン 100cc とを攪拌しつゝ混合し、少しく加熱するか或は強アソモニサ水 200cc を添加することにより、乳劑を分解せしめ、液の部分を流出し去り、分離せる瀝青を蒸溜水を以て洗滌し、之を壓縮して水分を搾り出し、後に 130°C に加熱して水分を充分に驅逐する。斯くして得たる回收瀝青に就いては、針度、軟化點 (R&B) 及 O_2 溶解度等の試験を行ふ。

回收瀝青の性質撒布用乳劑に對しては針度 250~300、混合法用乳劑に對しては針度 180~200、軟化點 (R&B)、38°C 以上、 O_2 可溶分 99%以上として居る。

6. 米國 特別のものなし。
7. 日本 瀝青質殘留物について次の如く規格して居る。

	A 種	B 種
針 度	(25°C, 100 g, 5 sec) 70~200	40~80
延 性	(25°C, 5 cm/min) > 80	> 60
蒸 發 減	(163°C, 50 g, 5 h) \leq 3.0%	< 2.0%

上記の諸原料瀝青質材料、回收瀝青、瀝青質殘留物に對する規格を比較表示すると第 2 表の如くなる。

第2表 原料瀝青質材料、回收瀝青、瀝青質殘留物の性質に對する規格比較表

項目	ドイツ	英國	伊太利	瑞西	和蘭	米國	日本
規格すべき物	原料瀝青質材料 (原料瀝青質材料及回收瀝青)	原料瀝青質材料	規格せず	回收瀝青	回收瀝青	瀝青質殘留物
軟化點 R&B	原料瀝青質材料 (27~37) 38~44 45~49°C	65.5°C以下		40°C以上	b) 38°C以上		
針度 25°C CS ₂ 可溶	回收瀝青原料 につき10%以下 内にて。時として 凝固點を試驗す。	55以上 99.0%以上			a) 250~300 b) 180~200 c) 99%以上		A 70~200 B 40~80
蒸發減 163°C		2.0%以下					A 3.0以下 B 2.0以下
蒸發殘留物針度		60%以下					A > 80 B > 60
延性 25°C							

乳劑の製造上よりいへば原料瀝青質材料の性質は嚴選しなければならないが、乳劑使用後に鋪裝内に殘るものは瀝青質殘留物であつて、原料瀝青質材料そのまゝの性質のものではない。この點よりいへば原料瀝青質材料の性質を試驗するよりも、瀝青質殘留物の性質を試驗する方がむしろ使用後の状態を知る上には捷徑である。伊太利の試驗所の試験に於ては

Marcousson 氏法によつて回収せる瀝青は、原料瀝青質材料と等しい性質のものが得られたと言つて居るが、これは舗装内に残る瀝青質残留物とは相違して居る。且つ原料瀝青質材料の種類如何によりては、Marcousson 法を適用し得ない場合も生じ得るし、又原料瀝青質材料を乳劑と共に試料として得がたい場合も多い。これ等の點より考へて乳劑の一般規格としては、瀝青質残留物の性質について定めておくが最も合理的である。

和蘭に於て採用せる瀝青回収法は、瀝青質材料にフラックスが含まれて居る場合、又はターブル類が含まれて居る場合等には Marcousson 法に代る方法として一顧の値がある。

瀝青質残留物は、其の取得法に依つて、其の性質に變化を及ぼされるもので、現在では多くの場合、蒸溜法或は蒸發法に依つて居るが、原料瀝青質材料の種類に依つては、之等の方法で満足できない場合が多い。BaCl₂ によつて乳劑を分解する方法も案出せられて居る。之を要するに、すべての乳劑に對して適應するが如き方法は、現今の場合見當らないので乳劑の種類と其の用法とを考慮して、之に適當なる方法を各場合毎に使用するより仕方がなく、この事は一つに試験者の判斷と技術とに俟つより他に方法がない。

要するに瀝青乳劑が分解して生ずる瀝青質被膜の性質を限定せんとすることが、其の主要目的であるが、この目的に對して現今の各國の試験法は、いづれも完全なものとは言へない。然しながら現今としては之以上に適當な方法が見當らないのである。