

V-127 ホットストレージによるアスファルトの老化の研究

—— 各成分の老化特性について ——

東亜道路工業技術研究所

正員 ○笠原 靖

正員 植村 正

鳥居敏彦

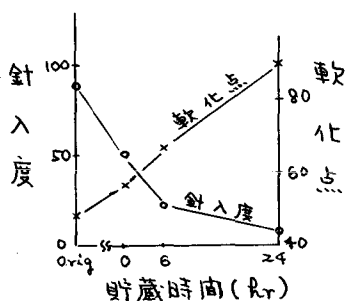
1. 緒言

アスファルトの老化又は熱劣化性の研究は、既に半世紀も前からReeve等によって始められ一応の知見が得られているが、実際の利用面での検討は余り見られない。そこで我々は最近注目されているホットストレージ(加熱合材の貯蔵)によるアスファルトの老化について、組成面からの検討を行った。前回は硬化¹⁾の要因が、酸化によるカルボニルの増加及び高分子成分の増加による平均分子量の増大によることを確認した。今回はさらに、分別した各成分について老化の相違を検討すべく実験を行い、老化の挙動を明らかにし、老化試験法及び老化防止策への参考にしようとするものである。

2. 試料及び実験方法

2-1. 試料; 用いた試料アスファルトは前回の実験結果から、クェートよりワフラ系油のものがやや老化が大きいこと及びクェートはセミブローンタイプである等の理由でワフラを選んだ。尚これは日本大学の三浦裕二先生²⁾に提供していただいたものであり、骨材配合や貯蔵条件等はそれに詳しく述べられているので省略するが、用いた回収アスファルトの基本的な性質については図-1に示す通りである。以下の各々の実験

図-1



回収アスファルトの性質

2-2. 実験方法; 実験は元素分析、IR、GPC及びDTAの4種について行ったが、前2種は前回と同様故省略する。但しIRについては、四塩化炭素の10% (重量) 溶液にして測定している。

2-3. GPCの測定; 各々の試料を0.3%溶液となるように、蒸溜したTHF(市販の一般級)に溶解せしめ、GPCにかけた。測定条件は試料側に 10^4 、 10^3 、 10^2 、700の4本のカラムを組合わせたものを用い、流出速度は $1\text{ml}/\text{min}$ で室温である。又流出カウント数と分子量のマスターカーブは、分子量既知のポリステレン標準試料を用いて求めている。使用したGPCは米国のWater社のもので、外国では既に4~5年前からアスファルトに利用されている。

2-4. DTAの測定; これは劣化が激しい、元素分析で灰分が残る等からアスファルテンのみにして行ったものであり、石英セルにアルミナを用い真空理工のDTA-1で測定した。尚、試料は20~30mg、昇温速度は $10^\circ\text{C}/\text{min}$ で 25°C から 1000°C の範囲で測定している。

3. 実験結果及び考察

図-2は各成分のIRのチャートから、 $-OH$ と $=C=O$ の吸収の近傍部分を示したものである。図から明らかなように、飽和成分は貯蔵が24時間後に及んでも吸収に全く変化がなく、その他は芳香成分、レジン、アスファルテンの順に両方の吸収が大きくなる。尚アスファルテンの24hr後は、四塩化炭素に対する溶解度が極めて悪く、10% solnを作りえなかったので省略した。吸収別に見ると、 1700cm^{-1} の $=C=O$ は貯蔵時間と共に単調に増加するのに対し 3400cm^{-1} 付近の $-OH$ の吸収は、レジンは於いて24hr後よりむしろ6hr後の吸収の方が大きい。これは酸化の過程で一度 $-OH$ になったものが $=C=O$ に移項することを示すものと思われる。又飽和成分が酸化されず、レジンとアスファルテンが顕著な酸化を示す点は鈴木等の薄膜による熱劣化と類似している。図-3はアスファルテンのGPC測定結果であるが、貯蔵時間と共に分子量分布がブロード

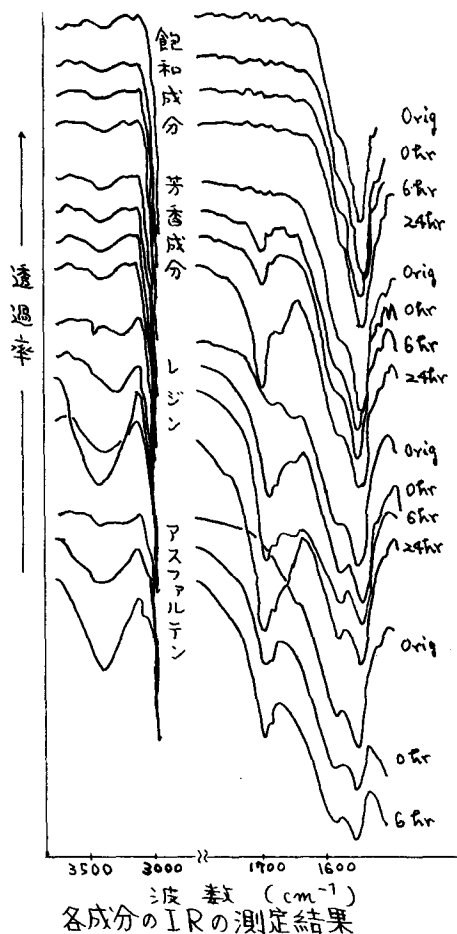
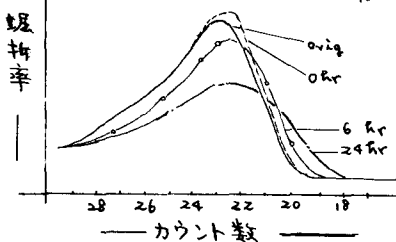


図-3 アスファルテンのGPCの測定結果



に且つ高分子側にシフトしている。これは、劣化が分解より重合に多く依存することを示すものである。尚飽和成分の分布は変化がない。図-4はアスファルテンのDTAの結果である。まずOrigは650℃に大きなピークが見られるが、0hrでは熱分解

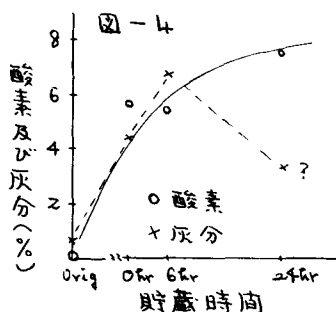
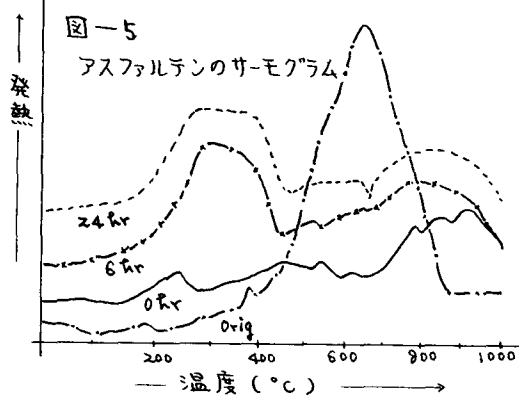


図-5 アスファルテンのサーモグラム



が複雑になり6hrでは300℃と800℃の2つに別れ

、24hrではこれらがやや高温側にシフトしている。又Orig以外は1000℃に於いても灰分が見られるが、アスファルテンが脱水素されグラファイトに近い状態になっているものとも考えられる。その他、Charles等はRTF0法による劣化をGPCなどで追跡しているが、我々のホットストレージの結果と対応している。文献 1) 第25回年次学術講演会第5部, P.255(1970). 2) 第25回年次学術講演会第4部, P.155(1970). 3) 石油誌, 13, 462(1970). 4) B. of Highway, R. Proj 175-210(1970)