

亜臨界水を用いたアスファルト抽出試験の方法と装置に関する検討

日本大学 学生会員 ○末廣 明寛 日本大学 正会員 秋葉 正一  
 日本大学 正会員 加納 陽輔 (株)岩田工業所 岩田 幸浩

1. 研究背景

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および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，プラント等における品質管理に際して重要な位置づけであり，測定精度とともに，簡便性や安全性が要求される．

従来，抽出試験用溶剤には三塩化エタンが一般に使用されてきたが，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の溶剤などが代用され，人体や環境に配慮した代替試験が検討されている．しかしながら，これらの溶剤は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いる．

本研究室では，これまで特に安全性や簡便性に配慮した抽出試験の開発に取り組んでおり，既報の研究において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．そこで，超臨界水に比べて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り，混合物から分離したアスファルトを膜状で回収できる亜臨界水アスファルト抽出試験（以下，亜臨界水抽出法）を検討した．なお，本実験では昨年度からの課題である粒状アスファルト（以下，粒As.）の解消およびストレートアスファルトに対する精度向上により，実用に適した試験方法と装置を提案することを目標としている．

2. 実験概要

新装置の開発にあたり，図-1 に示す亜臨界水抽出試験装置を用いて，各工程の試験条件および装置構造が測定精度に与える影響を比較検討した．なお，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）に対して，ストレートアスファルトを6.0%被膜したものを約500g使用した．

亜臨界水抽出法は，加熱・抽出・冷却・回収の4工程に大別し，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



図-1 亜臨界水抽出試験装置

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

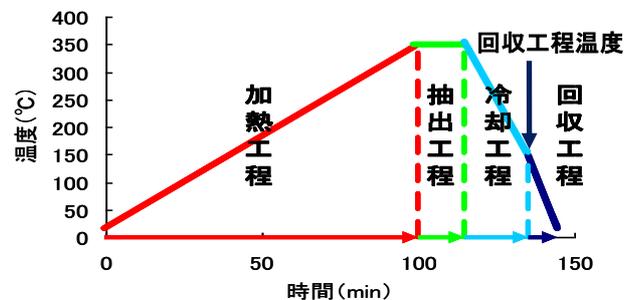


図-2 各工程の温度と時間

定時間加熱する．

**抽出工程：**試験温度に到達後から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，内部が回収工程温度となるまで上部を水冷管で冷却する．

**回収工程：**容器を水槽にせずめて全体を水冷し（以下，全水冷），常温に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-2 に示す．

3. 冷却工程における回収工程温度の決定

全水冷を行う回収工程温度を300～100℃において検討した．評価は，式(1)からアスファルト量を測定し，配合したアスファルト量と測定量との差から測定誤差を求めた．

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

ここに， $C_A$ ：アスファルト量（%）

キーワード アスファルト，抽出試験，亜臨界水，品質管理

連絡先 〒275-8575 千葉県習志野市泉町1-2-1 日本大学 生産工学研究科 土木工学専攻 TEL047-474-2421

$M_S$  : 実験前の供試体質量 (g)

$M_{S'}$  : 実験後の供試体質量 (g)

回収工程温度と測定誤差の関係を図-3に示す。

150°Cを境に、それ以下の温度では比較的高い精度が得られ、150°Cおよび125°Cでは測定値のばらつきも小さい。

4. 水冷管の長さ和水仕込み量による影響

長さの異なる水冷管2種と水仕込み量3種の組み合わせから、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3~6 cm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As.が見られたため、以降は回収工程温度150°C、水冷管(8.3cm)、水冷管から水面の距離3cmを基本条件とする。

5. ヒーターによる影響

3種のヒーターを用いて、同条件による精度を比較検討した。ヒーター種別と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試験結果が最も高精度であり、測定値のばらつきも小さい。その要因としては、他のヒーターと比較して、部分的な温度差が少なく、均一な加熱が可能のためと考える。

6. 既存の抽出試験との比較

アスファルトおよび配合の異なる混合物に対して、既往試験であるソックスレー抽出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、ストレートアスファルト、ならびにポリマー改質アスファルトII型を6.0%被膜した2種類と、表-4に示すポーラスアスファルト混合物(13)に、ポリマー改質アスファルトH型を3.4%被膜した計3種類を約500g使用した。各アスファルト混合物に対する測定誤差と試験時間を表-5に示す。

亜臨界水抽出法では、ソックスレー抽出法と比較して、全てのアスファルト混合物において、同等以上の試験精度を有することを確認した。なお、試験時間の比較から、ソックスレー抽出法では半日から数日を要するのに対し、亜臨界水抽出法においては試験時間を大幅に削減することが可能である。

7. まとめ

本研究から得られた知見を以下に示す。

- 1) 回収工程温度は、150°C~125°Cにおいて最も高い抽出精度が得られた。

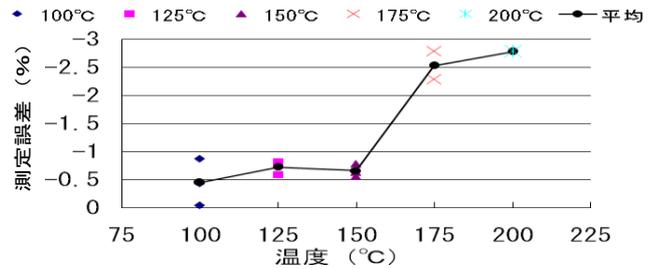


図-3 回収工程温度と測定誤差の関係

表-2 測定誤差

水冷管 (5.3 cm)						
回収工程温度	150°C			125°C		
水仕込み量(g)	488	362	235	488	362	235
水冷管~水面	3 cm	6 cm	9 cm	3 cm	6 cm	9 cm
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)						
回収工程温度	150°C			125°C		
水仕込み量(g)	488	362	235	488	362	235
水冷管~水面	0 cm	3 cm	6 cm	0 cm	3 cm	6 cm
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

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	$6.1 \times 10^{-2}$	$6.9 \times 10^{-2}$	$4.5 \times 10^{-2}$

表-4 ポーラス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(%)	86.5	0.0	0.0	9.0	4.5	3.4

表-5 測定誤差と試験時間

	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
アスファルト種類 (アスファルト混合物種類)				
ストレートアスファルト (密粒度アスファルト混合物)	-0.39	0.44	2.5	20.5
ポリマー改質アスファルトII型 (密粒度アスファルト混合物)	-0.26	0.40	2.5	28.0
ポリマー改質アスファルトH型 (ポーラスアスファルト混合物)	0.28	0.33	2.5	25.5

- 2) 水仕込み量は、水冷管と水面の距離が3~6 cm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、均一に加熱できるアルミブロックヒーターが適する。
- 4) 1)~3)の条件を満たす亜臨界水抽出法は、ソックスレー抽出法と同等以上の試験精度を有し、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抽出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。

今後は、供試体増量に向けての検討や再生骨材を対象とした検討を行うとともに、亜臨界水抽出法の実用化に向けて、試験方法の確立と試験装置の開発を具体的に進めたい。