

電子線照射したアスファルトの X 線小角散乱法による評価結果

東亜道路工業株式会社 正会員 ○曲 慧, 石松 莞爾, 平戸 利明
 大学共同利用機関法人高エネルギー加速器研究機構 非会員 東 直, 高木 秀彰, 中村 典雄

1. 研究目的

本研究では、電子線照射によるアスファルトの基礎科学的な現象を理解し、商業生産設備を想定した電子線照射によるストレートアスファルトの性能向上、あるいは劣化アスファルトの低分子化による回復再生方法について模索している。ここでは、アスファルトをマルテン分とアスファルテン分に分けて電子線を照射し、照射前後の構造解析は X 線小角散乱法 (SAXS 法) を用いて行った結果について述べる。

2. 評価方法

既報により、アスファルトに電子線照射をすると飽和分、芳香族分、レジン分及びアスファルテン分の成分比が変化することを明らかにした¹⁾が、その成分変化における化学反応の機構やエネルギーとの相関は明確ではない。アスファルトの分析において、カルボニル基の定性、定量、構造解析、分子量分布、微量金属含有量などの機器分析方法がある。本研究では、アスファルテンの分子・凝集構造の解析に基づいた重量油の反応性に着目した先行研究²⁾を参考として、SAXS 法によるアスファルト各成分の分子サイズ変化を解析することにより、成分の構造変化に着目し評価した。

X 線を物質に照射すると、その内部構造を反映した散乱現象が起こる。SAXS 法は、散乱角が数度以下の小さい範囲だけで生じる散乱した X 線の強度プロファイルを解析することにより、数 nm～数百 nm の空間スケールにわたる構造を求める手法である。例えば、横軸を散乱ベクトル q とし、縦軸を X 線の散乱強度 $I(q)$ とするプロットでは、散乱曲線により粒子の構造パラメータ (表面形状、大きさ、分布等) に関する情報が得られる。今回の SAXS 試験は、高エネルギー加速器研究機構が保有する装置 (図 1) を使用した。



図 1 X 線小角散乱試験装置

3. 評価材料

アスファルトの組成変化を解析しやすくするため、アスファルトはマルテン分とアスファルテン分を分け、電子線照射及び解析を行うこととした。マルテン分とアスファルテン分はストレートアスファルト (以下、ストアス) を用いてアスファルトのカラムクロマトグラフィによる組成分析法 (JPI-5S-22 準拠) を参考に分離した。図 2 にアスファルテン分とマルテン分の分離方法を示す。アスファルトを n -ヘプタンに溶かし、1 時間以上還流した。常温まで放冷しガラスフィルタを用いて吸引ろ過することで、不溶分と可溶分を分けた。フィルタに残留した不溶分は抽出器を利用し、滴下液体が透明になるまで n -ヘプタンで還流し続けた。残留物はトルエンに溶解した後、溶液中のトルエンを蒸発させ、アスファルテン分とした。可溶分をまとめて n -ヘプタンを蒸発させ、マルテン分とした。マルテン分は約 4g、アスファルテン分は約 2g を耐熱ガラス製のシャーレに入れて電子線照射試料とした。さらに、再生骨材より回収したアスファルト (以下、抽出アス) についても同様にマルテン分とアスファルテン分に分け、試料とし、合計 4 種類の試料を評価材料とした。

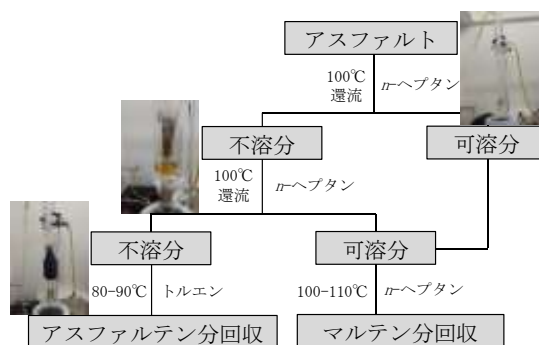


図 2 アスファルトの組成分離方法

キーワード アスファルト, マルテン, アスファルテン, 電子線, 小角散乱

連絡先 〒300-2622 茨城県つくば市要 315-126 東亜道路工業株式会社 TEL 029-877-4150

4. 電子線照射方法

これまでの照射試験の経験に基づいて、照射試料の準備及び照射条件の設定を行った。表 1 に照射条件、図 3 に電子線照射の概略図を示す。アスファルテン分とマルテン分を入れたシャーレを型枠に設置し両面テープにて固定した。また、電子線照射時にアスファルトの熱膨張による照射部への汚染を防止するため、電子線照射専用のフィルムを用いて試料を包装した。照射強度は 10 MeV、一回の照射線量は 20 kGy で、目標線量となるまで繰り返し電子線照射した。

5. 評価結果

図 4、図 5 に、電子線照射前後のアスファルトによるイアトロスキャン分析と SAXS 解析の結果をそれぞれ示す。イアトロスキャン分析では、アスファルトの分離に用いた溶剤とイアトロスキャンの溶剤が異なるため、マルテン分とアスファルテン分が明確に分離されず、それぞれの組成が含まれている。しかしながら、電子線照射前後でマルテン分とアスファルテン分の組成比が変化し、特にマルテン分となる芳香族分とレジン分の変化が顕著であることが確認できる。SAXS 解析により、未劣化と劣化アスファルトに着目すると、マルテン分と抽出マルテン分の散乱曲線が異なり、劣化によるマルテン分の分子凝集を反映していると考えられる。この結果はイアトロスキャンの結果と整合する。また、電子線照射前後で比較すると散乱曲線が変化していることから、電子線照射により構造が変化していることが分かる。さらに、マルテン分と抽出マルテン分の照射による波形変化を比較すると、その変化の傾向が劣化の有無で大きく異なることが分かった。この原因として、抽出マルテン分の劣化により大きくになった凝集体は、電子線照射により凝集体が小さくなり、未劣化のマルテン分では電子線照射により凝集体の形状が大きくなったと考えられる。アスファルテン分は、マルテン分と同様に劣化による変化及び電子線照射による変化が確認された。

6. まとめ

本検討により、アスファルトの成分（アスファルテン分及びマルテン分）は電子線を照射すると凝集構造が変化することが分かった。また、その変化は劣化したアスファルトと未劣化のアスファルトでは異なることが分かった。今後、より詳細な知見を得るため、解析を進める所存である。

参考文献

1) 曲他, 電子線照射した道路用アスファルトの物理化学的性質に関する基礎研究, 土木学会論文集 E1 (舗装工学), 77 巻 2 号, p.I_11-19, 2021.

2) 田中他, アスファルテンの分子・凝集構造の解析に基づいた重質油の反応性制御に関する研究, ペトロテック, 30 巻 8 号, p.617-621, 2007.

表 1 電子線照射の条件

項目	内容
電子加速器	ロードトロン TT200
ビームエネルギー	10 MeV
目標線量	1000 kGy (照射ロットごとに測定)
試料	ストアス マルテン分, アスファルテン分
	抽出アス 抽出マルテン分, 抽出アスファルテン分

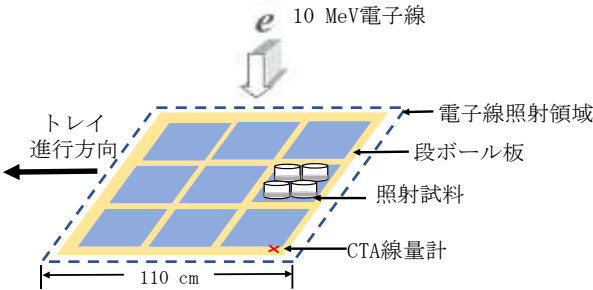


図 3 電子線照射の概略図

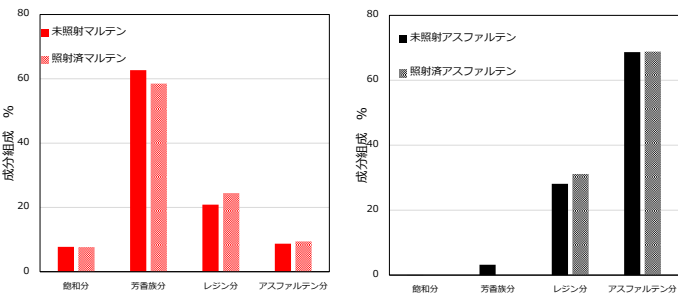


図 4 イアトロスキャン分析の結果

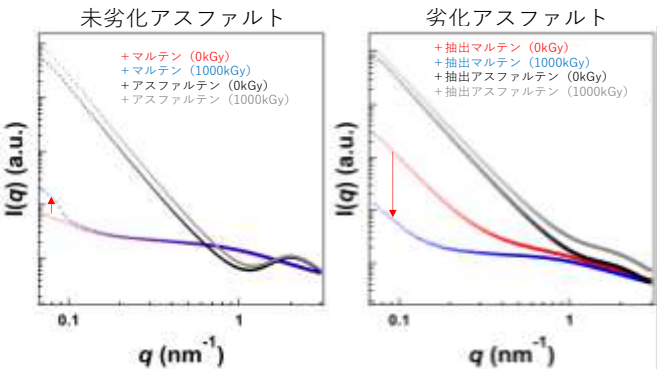


図 5 SAXS プロファイル