HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	薄膜加熱試験によるアスファルトのエージングの一評価法
Author(s)	石川, 洋; 源籐, 勉; 長谷川, 宏 他
Description	ノート
Citation	石油学会誌, 44(2), 120-124
Issue Date	2001-03-01
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/40058
Type	journal article
File Information	moriyoshi_JJPI44_120.pdf

Hokkaido University Collection of Scholarly and Academic Papers : HUSCAP

石油学会誌 Sekiyu Gakkaishi, 44, (2), 120－124 (2001)

[ノート]

薄膜加熱試験によるアスファルトのエージングの一評価法

石川 洋[†1)]*, 源藤 勉[†2)], 長谷川 宏[†3)], 高野 伸栄[†1)], 森吉 昭博[†1)]

[†1)] 北海道大学大学院工学研究科, 060-8628 札幌市北区北13条西8丁目
[†2)] 世紀東急工業(株)関東試験所, 329-4304 栃木県下都賀郡岩舟町大字清和2081-2
[†3)] 日石三菱(株), 105-8412 東京都港区西新橋1-3-12

(2000年1月31日受理)

本研究はアスファルト舗装の供用に伴うアスファルトのエージングを，プレッシャー・エージング・ベッセル（PAV）試験，薄膜加熱試験，屋外暴露試験および新しく開発した高温長時間耐久性（HTLTD）試験により再現し，エージングを受けたアスファルトを森吉ぜい化点（MBP）およびダイナミック・シア・レオメーター（DSR）試験で評価を行った。その結果，HTLTD試験は薄膜加熱試験用と同一の容器を用いて，加熱時間のみを変化させMBP試験をそのままの状態で実施できる利便性があること，PAV試験と比較してエージングが著しいこと，また室外の暴露試験の結果とも対応していることを明らかにした。そして，この新しい試験がストレートアスファルトおよび排水性舗装用アスファルトのエージングの評価に対して極めて有効であることを確認した。

1. 緒　　言

一般にアスファルトはアスファルト混合物の製造から施工までで著しく劣化することが知られている[1)]。このようなアスファルトの性状変化（以下，エージングと呼ぶ）によりアスファルト舗装の骨材がはくりしたり，き裂が生じやすくなるなど，さまざまな破壊現象が生ずる[2),3)]。このため，アスファルトのエージングを予測し，アスファルト舗装の破壊を防止するために薄膜加熱試験や室内の加圧促進劣化試験および屋外暴露試験等が行われているが[1)]，アスファルト舗装の供用時のエージングの評価にはプレッシャー・エージング・ベッセル（PAV）試験によるアスファルトの粘弾性状を測定しているのが現状である。PAV試験後のアスファルトは舗装供用後5～10年後の性状をシミュレートしていると言われている。しかし，この方法は操作がかなり面倒かつ複雑であり，特に排水性舗装用の高粘度アスファルトではエージング後に試料採取が困難である。また，排水性舗装のような空げきの多い混合物で，特に骨材のかみ合わせを期待し，かつ高粘度バインダーを使用している場合では車両によるこね返しが生じにくく，通常のアスファルト混合物のようにエージングが舗装表面から進行するのみならず，舗装内部のアスファルト皮膜表面からも順次皮膜深さ方向に進行する。この現象は既存のエージング評価方法では対応できない。これらのことから，より現実的で簡便，かつ実用的なエージング試験法の開発が望まれていた。

本研究はアスファルト舗装の供用に伴うアスファルトのエージングを，プレッシャー・エージング・ベッセル（PAV）試験，薄膜加熱試験，屋外暴露試験および新しく開発した高温長時間耐久性（HTLTD）試験により再現し，エージングを受けたアスファルトをMBPおよびダイナミック・シア・レオメーター（DSR）試験で評価した。

* 連絡先

その結果，HTLTD試験は薄膜加熱試験用と同一の容器を用いて，加熱時間のみを変化させMBP試験をそのままの状態で実施できる利便性があること，PAV試験と比較してエージングが著しいこと，および室外の暴露試験の結果とも対応していることを明らかにした。そして，この新しい試験方法はストレートアスファルトおよび排水性舗装用アスファルトのエージングの評価に対して，PAV試験よりも現実的で，かつ極めて有効であることを確認した。

2. 使用材料および主な性状

使用したアスファルトは排水性舗装用アスファルト（5種類，略称1，2，3，4，5），一般舗装用のストレートアスファルト（針入度60/80，1種類，略称D），表面保護材用のストレートアスファルト（針入度150/200，3種類，略称A，B，C）の計9種類である。

これらの主な性状を **Tables 1, 2** に示す。

3. 実験方法および解析法

実験は室内および屋外にて行った。アスファルトのエージン

Table 1 Properties of Straight Asphalts

Refinery	A	B	C	D
Penetration [25℃, 100 grf, 5 s]	191	184	174	67
Softening point [℃]	39.6	38.5	42.6	47.5

Table 2 Properties of Polymer Modified Asphalts

Asphalt	1	2	3	4	5
Penetration [25℃, 100 grf, 5 s]	57	58	41	67	58
Softening point [℃]	93.0	95.5	98.0	91.5	93.5

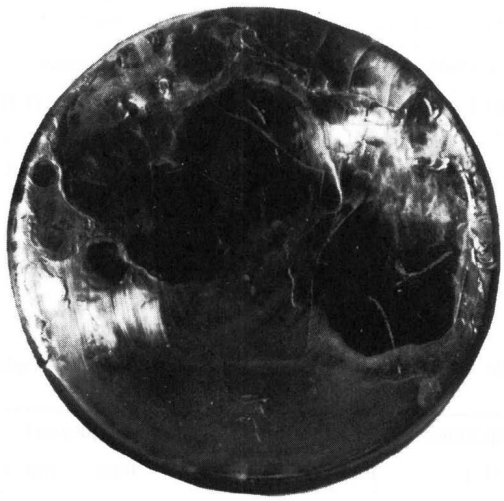

Fig. 1　Straight Asphalt (D) after HTLTD Test

Fig. 2　Polymer Modified Asphalt (3) after HTLTD Test

グ性状は森吉ぜい化点試験にて評価した[4]。さらに，PAV 試験と HTLTD 試験を比較するために，一部のアスファルトを用いてエージングの程度を比較検討した。

3. 1.　室内試験および解析法

室内の新しい加熱エージング試験（高温長時間耐久性試験，High Temperature Long Time Durability Test，以下これを HTLTD 試験と呼ぶ）はアスファルトの薄膜加熱試験方法（ASTM D 1754-63T）に準拠し，163℃ で 0，5，24，48 および 72 h の加熱時間毎に森吉ぜい化点試験を行い，森吉ぜい化点（MBP）の変化でアスファルトのエージングの程度を評価する。

薄膜加熱試験を長時間行うと，アスファルトの表面からエージングが促進され，その表面に薄い皮膜が形成され，アスファルトは厚さ方向に不均質な状態となる。一般には，薄膜加熱試験後の各種試験は加熱後の不均質な性状のアスファルトを混合して（均質化して）別の試験を行うため，薄い皮膜などの不均質化したアスファルトの力学性状を調べることは困難である。

Table 3　MBP of Straight Asphalts

[℃]

Test	Refinery		
	A	B	C
0 h	−32	−28	−32
5 h	−29	−28	−29
24 h	−27	−25	−24
48 h	−8	−20	−9
72 h	—	−10	—
96 h	—	1	—

HTLTD 試験の特徴は，アスファルトを混合して均質化することなく表面に薄い皮膜のできた状態で実験が可能であるため，エージングの程度をぜい化点変化として正確に測定できることであり，またアスファルトがエージングにより不均一になることも目視で確認できることと，アスファルトが長時間の加熱エージングにより表面に凹凸ができたりつやのある箇所やない箇所ができるような表面性状を容易に評価できることである。このように，アスファルトの表面性状が変化する現象は実際の混合物のアスファルト皮膜のエージング現象に似ている（**Figs. 1, 2** 参照）。

PAV 試験は上記の薄膜加熱試験（163℃，5 h）を実施した後，溶融した試料を薄膜加熱試験用の試料容器に 50 g 流し込み，かき混ぜてから 100℃，2.07 MPa，20 時間で加熱させた[5]。他方，この薄膜加熱後の試料を用いて，163℃，72 h の HTLTD 試験も行い，両試験後の加熱劣化の程度を MBP およびダイナミック・シア・レオメーター（DSR）による動的粘弾性状により比較検討した。

3. 2.　屋外暴露試験および解析法

屋外暴露試験は以下のように行った。すなわち，薄膜加熱試験用の試料容器にアスファルトを 50 g 流し込み，この試料を長時間屋外に暴露した。供試体は雨がたまらないようにステンレス容器の側面に穴をあけ，かつ供試体は常時平らな状態の架台の上に設置した。実験は各経過月毎の試料を用意し，規定の月経過後，MBP 試験を実施しエージングの程度を測定した。

4.　結果および考察

4. 1.　高温長時間耐久性（HTLTD）試験

ストレートアスファルトの試験結果を **Table 3** に示す。製油所の異なる針入度 150/200 のストレートアスファルト（A，B，C）は同一グレードにもかかわらず，HTLTD 試験における MBP が著しく異なる。特に，加熱時間が 24 h を過ぎた頃からこの傾向が著しい。製油所 A および C のアスファルトは 48 時間加熱後にいずれも爪が立たないほど異常に硬くなり，一部にき裂のようなものが見られ，表面は凹凸のあるごつごつした状態でかつ，その凹凸の箇所でアスファルトのつやが著しく異なっていた。一方，製油所 B のアスファルトは 48 h 加熱後で供試体表面は平たんで常温でも軟らかかった。製油所 B のアスファルトの 72 h 加熱後の表面性状は製油所 A および C のアスファルトの 48 h 加熱後のものとよく似ていた。

3 種類のアスファルトはいずれも 48 h 加熱前後で MBP 試験

Table 4 MBP of Polymer Modified Asphalts

[℃]

Test	Asphalt				
	1	2	3	4	5
0 h	−32	−41	−32	<−36	−32
24 h	−22	−25	−23	−23	−22
48 h	>0	−6	>0	>0	>0
72 h		>0			

Table 5 MBP of HTLTD Test and PAV Test for Straight Asphalt (Type D) and Polymer Modified Asphalt (No.2)

[℃]

Test condition	D	2
Original	−28	−41
163℃, 5 h	−21	−37
163℃, 12 h	−18	−31
163℃, 24 h	−16	−25
163℃, 48 h	−6	−6
63℃, 72 h	>0	>0
PAV[a)]	−18	−28

a) TFOT + PAV.

Table 6 Results of DSR Test for Straight Asphalt (Type D)

Temperature [℃]	G^* [Pa]		δ [degree]	
	PAV	HTLTD	PAV	HTLTD
0	1.55×10^8	2.19×10^8	25.5	19.7
10	4.08×10^7	7.94×10^7	35.1	25.4
20	7.50×10^6	1.14×10^7	49.3	33.2
30	1.40×10^6	4.19×10^7	61.0	39.6
40	2.46×10^5	1.43×10^6	70.4	46.4

Table 7 Results of DSR Test for Polymer Modified Asphalt (No.2)

Temperature [℃]	G^* [Pa]		δ [degree]	
	PAV	HTLTD	PAV	HTLTD
0	3.63×10^7	7.82×10^7	34.3	26.3
10	4.90×10^6	1.32×10^7	43.6	37.4
20	1.08×10^6	3.04×10^6	44.2	44.7
30	3.32×10^5	7.72×10^5	42.3	47.7
40	1.32×10^5	2.62×10^5	41.2	47.1

後の供試体のき裂形状が著しく異なり，48 h 以前では MBP 試験後の供試体表面はガラスの壊れるような直線状またはネットメロン状となり，72 h 以降は皿の周辺部から中心に向かって長さ 1～2 cm で幅の狭いき裂が 2，3 本生じた。

一般に，通常の薄膜加熱試験の加熱時間（5 h）まではアスファルトの MBP の上昇は少なく，2℃ 未満の変化が大部分である。しかし，製油所 A および C のアスファルトの MBP は 5 h 加熱後でいずれも 3℃ 上昇し，その変化が大きいこと（一般に MBP が 2℃ 変化すれば，針入度が 1 グレード変化する）を考慮すると，アスファルトの表面に酸化膜ができている可能性が高いと思われる。

排水性舗装用のアスファルトの実験結果を **Table 4** に示す。排水性舗装用アスファルトも 24 時間加熱後の MBP は −25～−22℃，48 h 加熱後に MBP が −6～0℃ 以上の温度となる。

Tables 3 と **4** から，オリジナルの MBP（0 h）が同一のストレートアスファルトと排水性舗装用アスファルトを比較すると，48 h 後で両者の MBP に著しい差が生じている。この結果は排水性アスファルトに含まれるポリマーなどの添加材の影響によるものと考えられる。排水性アスファルト舗装は空げきが多く（20% 程度），通常 3% 程度の空げきとなる密粒度タイプのアスファルト混合物と比較して骨材粒度が単粒に近く，骨材のかみ合わせが著しいためこね返し作用を受けにくい。排水性アスファルト混合物はその舗装構造により密粒度タイプのアスファルト混合物の場合のようにエージングが舗装表面から進行するのみならず，舗装内部のアスファルト皮膜表面からも皮膜深さ方向に順次進行し，エージングによる性状変化が著しくなることが考えられる。よって，排水性舗装用アスファルトは，通常舗装に用いられるストレートアスファルトより高温長時間で MBP の変化が少ない（エージングが進行しにくい）性状であることが望ましく，現状でのエージングに対する性能は十分ではない。

4.2. PAV 試験

針入度 60/80 のストレートアスファルト（Type D）と排水性舗装用アスファルト（No.2）の 2 種類について，米国の SHRP 計画で推奨されている PAV 試験と HTLTD 試験を実施し，両試験結果の比較を行った。この結果を **Table 5** に示す。表より，MBP で比較した場合，HTLTD 試験のエージング促進試験条件は PAV 試験より極めて厳しいことがわかる。

PAV 試験および HTLTD 試験後の DSR 試験結果を **Tables 6** および **7** に示す。いずれのアスファルトも HTLTD 試験後の試料の複素弾性率（G^*）が大きいため，この試験結果からも HTLTD 試験の方がエージングが進行していることがわかる。位相（δ）はストレートアスファルト（Type D）の場合，HTLTD 試験の方が小さくなる傾向にあり，より弾性的な性状を示しているが，排水性舗装用アスファルト（No.2）の場合は温度によりその傾向が異なる結果となった。

なお本研究において，PAV 試験後の MBP 試験を行った場合，その試料は内部まで気泡が生じており，特に排水性舗装用アスファルトは高粘度のため，この気泡除去作業が大変困難であった。PAV 試験後の DSR 試験は，エージング後の試料を容器より取り出し，再調整した試料（乱した試料）による試験となるが，この作業を実施すると試料に性状のムラが生じた。

今回の試験において，排水性舗装用アスファルトについてはこれらの理由から試験精度は劣る。

また，SHRP 計画で推奨されているエージング評価法である PAV 後の DSR 試験の試料は再調整した試料であるため，実際供用中の舗装におけるアスファルト膜のエージング状態とはかなり異なる。これに対して HTLTD 試験による MBP 評価法は試料を乱すことなく実験できるため，より現実的なエージングを再現していると考えられる。

Table 8 MBP of Straight Asphalts after the Outdoor Exposure Test

[℃]

Test	Refinery		
	A	B	C
0-month	−30	−26	−29
1-month	−26	−26	−25
3-month	−23	−23	−23
6-month	−24	−23	−24

4.3. 屋外暴露試験

針入度150/200のストレートアスファルトの屋外暴露試験後のMBPを**Table 8**に示す。3種類のアスファルトはいずれも直径14 cmのステンレス容器の中で時間経過とともに次第にアスファルトが収縮し，底面部周辺に沿って部分的に3～4 cm程度底面はく離を起こし，はく離した界面の箇所に大きなき裂が生じた。このき裂箇所からアスファルトがしみ出し，このアスファルトが色々な太さで酸化して白い帯状の模様を呈した。アスファルトの収縮は製油所AおよびCで特に大きく，皿周辺部で部分的に幅の広いき裂が見られた。

屋外暴露試験の結果，いずれのアスファルトもこの白い帯状の変質したと思われる箇所にき裂が多く発生し，これ以外ではき裂は全く発生しなかった。MBPは1ヶ月経過後で0～4℃，3ヶ月経過後で3～7℃上昇しており，これらはそれぞれHTLTD試験における5 h加熱後および24 h加熱後のMBPにほぼ対応している。

排水性舗装用アスファルトは暴露1～6ヶ月でいずれのアスファルトもMBPは−36℃以下であり，ストレートアスファルトに見られたような白い模様は生じなかった。しかし，いずれの排水性舗装用アスファルトも表面に細かいき裂が多数発生した。これらのき裂はストレートアスファルトのき裂の形態とは異なり，高粘度であることおよびポリマーの弾性力の影響によりストレートアスファルトのようにき裂が生じても自己治癒作用がないため，き裂が表面のやや深い位置まで達しており，しかもすべて開いている。通常，日本では排水性舗装用アスファルトの耐久性を向上させるために，アスファルトの膜厚を厚くする試みが行われている。しかし，今回の結果からは排水性舗装用アスファルトの場合，若干アスファルト膜を厚くしても，このようにエージング機構がストレートアスファルトとは異なるためアスファルトの内部まで き裂が生じやすい。また，短時間でアスファルトの性状が変化しやすいので，アスファルト量を増加させることによる効果は少ないと考えられる。

針入度150/200のストレートアスファルト（Type A，B，C）および排水性舗装用アスファルト（No.2）について屋外暴露試験後とHTLTD試験後の供試体を観察すると，それらの表面形状およびクラックの形態が非常によく似ていることがわかった。よって，HTLTD試験後のMBPを測定し，供試体の表面形状およびクラックの形態を観察することにより，供用中のアスファルトのエージングによるクラック形態をある程度推測することが可能と思われる。

5. 結　　語

アスファルトのエージングの一評価法として，HTLTD試験を開発し，この新しい試験がストレートアスファルトおよび排水性舗装用アスファルトのエージングの評価に極めて有効であることを確認した。以下に，HTLTD試験の特徴を示す。

1）HTLTD試験は薄膜加熱試験用と同一の容器を用いて，加熱時間のみを変化させMBP試験をそのままの状態で実施できる利便性がある。

2）HTLTD試験はPAV試験より著しく厳しいエージング試験であり，粘度の高い排水性舗装用アスファルトのエージングの評価には特に適していると考えられる。

3）HTLTD試験後と屋外暴露試験後の供試体を観察すると，それらの表面形状およびクラックの形態が非常によく似たものとなる。

また，本研究により以下のことが明らかとなった。

1）排水性舗装用アスファルトはストレートアスファルトと比較して著しくMBPの変化が早く，エージングしやすいと考えられる。

2）アスファルトのエージング性状は，本研究で使用したストレートアスファルトの場合，同一針入度のものでも著しく異なる。

3）アスファルトは高温で長時間さらされると，ある時間で急激にMBPが変化し，アスファルトの表面性状が著しく異なる。

References

1) Zeng, H., Isacsson, H., PhD. Thesis, Royal Institute of Technology, Stockholm, 1, 1995.
2) Highway Research Board, "Standard Nomenclature and Definitions for Pavement Components and Deficiencies," Special Report 113, Washington, D.C., 1970.
3) Kliewer, J. E., Bell, C. A., Sosnovske, D. A., ASTM STP 1265, ASTM, Philadelphia, 1995.
4) Moriyoshi, A., Takahashi, M., Zhang, X. N., *Sekiyu Gakkaishi*, **30**, (4), 273 (1987).
5) SHRP, "The SUPERPAVE Mix Design Manual of Specifications, Test Methods, and Practices," SHRP-A-379, 1994.

Summary

Evaluation Method for Aging of Asphalt after Thin Film Oven Test

Hiroshi ISHIKAWA[†1], Tsutomu GENTO[†2], Hiroshi HASEGAWA[†3], Shin-ei TAKANO[†1], and Akihiro MORIYOSHI[†1]

[†1] Graduate School of Engineering, Hokkaido University, Nishi 8, Kita 13, Kita-ku, Sapporo 060-8628, JAPAN
[†2] Kanto Laboratory, Seiki-Tokyu Construction Co., Ltd., 2081-2 Seiwa, Iwafune-cho, Shimotsuga, Tochigi 329-4304, JAPAN
[†3] Nippon Mitsubishi Oil Co., Ltd., 1-3-12 Nishishinbashi, Minato-ku, Tokyo 105-8412, JAPAN

Various asphalts were subjected to aging tests to simulate service in asphalt pavements using the Pressure Aging Vessel (PAV) test, Thin Film Oven test, Outdoor Exposure test, and the newly developed High Temperature Long Time Durability (HTLTD) test. The aging of the asphalts was evaluated using the MBP test and Dynamic Shear Rheometer test.

The HTLTD test method can be more easily performed and the specimen best reflects the asphalt surface properties after aging. The aging is greater compared with the PAV test, and similar to the Outdoor Exposure test.

The new HTLTD method is effective for evaluating aging of straight asphalts and porous asphalts at high temperature and over long periods.

Keywords
Asphalt, Oxidation, Aging, Durability, Brittle point, High temperature