

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4279005号
(P4279005)

(45) 発行日 平成21年6月17日 (2009. 6. 17)

(24) 登録日 平成21年3月19日 (2009. 3. 19)

(51) Int. Cl.	F 1
CO8L 95/00 (2006. 01)	CO8L 95/00
CO8K 3/04 (2006. 01)	CO8K 3/04
EO1C 7/26 (2006. 01)	EO1C 7/26

請求項の数 2 (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2003-48735 (P2003-48735)	(73) 特許権者	000219576
(22) 出願日	平成15年2月26日 (2003. 2. 26)		東海カーボン株式会社
(65) 公開番号	特開2004-256663 (P2004-256663A)		東京都港区北青山 1 丁目 2 番 3 号
(43) 公開日	平成16年9月16日 (2004. 9. 16)	(73) 特許権者	301031392
審査請求日	平成15年3月17日 (2003. 3. 17)		独立行政法人土木研究所
審判番号	不服2006-26282 (P2006-26282/J1)		茨城県つくば市南原 1 番地 6
審判請求日	平成18年11月22日 (2006. 11. 22)	(74) 代理人	100071663
			弁理士 福田 保夫
		(74) 代理人	100098682
			弁理士 赤塚 賢次
		(72) 発明者	山口 勝之
			東京都港区北青山一丁目2番3号 東海カーボン株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 アスファルトバインダー並びに舗装用アスファルト混合物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ストレートアスファルト 100 重量部に対し、窒素吸着比表面積(N_2SA)が $40 \sim 180 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、DBP 吸収量が $80 \text{ cm}^3 / 100 \text{ g}$ 以上のカーボンプラックを、30 重量部までの範囲で添加したアスファルトバインダーであって、下記 (1) 式で算出される A 値が 200 nm 以下の範囲にあることを特徴とするアスファルトバインダー。

$$A = f \cdot Dst \cdot \{ [(0.86) / (\phi \cdot \beta)^{1/3}] - 1 \} \cdots (1)$$

但し、 $f = \exp(\Delta D50 / 2 Dst)^2$ 、

$\beta = [1 + 0.0181(24M4DBP)] / 1.59$ である。

なお、Dst はカーボンプラックアグリゲートのストークス相当径分布のモード径 (nm)、 $\Delta D50$ は同ストークス相当径分布における半値幅 (nm)、 ϕ は体積分率、24M4DBP は圧縮 DBP 吸収量 ($\text{cm}^3 / 100 \text{ g}$) を示す。

【請求項 2】

請求項 1 記載のアスファルトバインダーを用いた舗装用アスファルト混合物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明はアスファルトバインダー並びに該アスファルトバインダーを用いた道路舗装用のアスファルト混合物に関する。

【0002】

【従来の技術】

アスファルトは道路舗装材として広く使用されており、また、その性能改善の試みも古くから行われている。例えば、特許文献1には特定の N_2 S AおよびD B P吸収量のカーボンブラックとオイルとからなる強化用充填材を、アスファルトセメントに分散させたアスファルトセメント組成物が開示されている。

【0003】

しかしながら、アスファルトは温度による粘度変化が大きいため、夏期の高温時には軟化して轍掘れが発生し、一方冬期には硬化してひび割れが起こり、特に寒冷地では収縮に伴うひび割れが生じ易く、更に経年劣化による硬脆化ひび割れや道路表面の摩耗等の発生が問題となっている。

10

【0004】

これらの問題を解決する方策として、アスファルト中にスチレンブタジエンスチレンブロック共重合体(S B S)等の熱可塑性エラストマーやスチレンブタジエン共重合体ゴム(S B R)等のゴム、更に、カーボンブラックを分散させて強度や粘度を改善した、一般に改質I型、改質II型等と称される各種の改質アスファルトが開発されている。

【0005】

例えば、アスファルトと熱可塑性エラストマーとを配合してなる排水性舗装用バインダーであって、両者の配合前に、熱可塑性エラストマー中にカーボンブラックを均一に配合して複合材としておくことを特徴とする排水性舗装用バインダー(特許文献2)、アスファルト92～70重量部、熱可塑性エラストマー3～15重量部、カーボンブラック4～15重量部に構成される排水性舗装用アスファルトバインダー(特許文献3)、更に、熱可塑性エラストマー100重量部に対し、粒子径 $75\mu m$ 以下のカーボンブラック3～80重量部と、オイル10～100重量部とが配合されていることを特徴とするアスファルト改質剤(特許文献4)等が提案されている。

20

【0006】

また、アスファルト改質剤の製造方法として、特許文献5には熱可塑性エラストマーに対し、カーボンブラックとオイルとを混練してアスファルト改質剤を製造する方法であって、混練温度を $80\sim 200^{\circ}C$ 、混練時間を $1\sim 30$ 分、混練時の剪断強度を $50\sim 80(s e c^{-1})$ 、混練時にカーボンブラック $1 c m^3$ 当りに作用する剪断エネルギーを $200\sim 3000(J/c m^3)$ とすることを特徴とするアスファルト改質剤の製造方法が、特許文献6には重合反応により生成した熱可塑性エラストマーと該重合反応に用いた重合触媒との存在下に、オイルおよびカーボンブラックを添加、混合した後、脱重合媒体することを特徴とするアスファルト改質剤の製造方法が開示されている。

30

【0007】

【特許文献1】

特開昭50-111117号公報

【特許文献2】

特開平10-195301号公報

【特許文献3】

特開平10-237309号公報

40

【特許文献4】

特開2001-40227号公報

【特許文献5】

特開2001-40099号公報

【特許文献6】

特開2001-131348号公報

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、これらのアスファルト改質剤は熱可塑性エラストマーやゴム等の高価な改質剤を添加するものであるからコストアップとなり、その使用は主に重交通区分の専ら表

50

層部分に限定される状況にあり、今尚、舗装用アスファルトの大部分を占めるストレートアスファルトの性能を、より簡便、安価に改善する方法が望まれている。

【0009】

本発明者らは安価な道路舗装用のアスファルトバインダーの開発について鋭意研究を行った結果、カーボンブラック添加によるアスファルトバインダーのスティフネス向上は、単なる充填効果のみでなく、ベースアスファルト中の低分子量液体成分（飽和成分等）を吸収する効果も大きく寄与することを見出した。すなわち、カーボンブラックの混合、分散を容易にするオイル成分の同時添加は、むしろスティフネスを下げる方向に働き、カーボンブラックの機能が十分に発揮されていないことになる。

【0010】

そこで、カーボンブラックを添加することによるストレートアスファルトの粘弾性および補強性能に与える影響について研究を進めた結果、特定の性状を有するカーボンブラックを用いるとともに、アスファルトバインダー中におけるカーボンブラックの分散状態がアスファルトバインダーのスティフネス向上に有効機能する事実を解明した。

【0011】

すなわち、本発明は上記の知見に基づいて開発されたもので、その目的は、道路舗装用アスファルトの大部分を占めるストレートアスファルトの耐轍掘れ性能と耐ひび割れ性能の改善を両立させ、より広範囲の温度域において使用可能なアスファルトバインダー並びに舗装用アスファルト混合物を簡便、安価に提供することにある。

【0012】

【課題を解決するための手段】

上記の目的を達成するための本発明によるアスファルトバインダーは、ストレートアスファルト100重量部に対し、窒素吸着比表面積(N_2SA)が $40 \sim 180 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、DBP吸収量が $80 \text{ cm}^3 / 100 \text{ g}$ 以上のカーボンブラックを、30重量部までの範囲で添加したアスファルトバインダーであって、下記(1)式で算出されるA値が 200 nm 以下の範囲にあることを構成上の特徴とする。

$$A = f \cdot Dst \cdot \{ [(0.86) / (\phi \cdot \beta)^{1/3}] - 1 \} \cdots (1)$$

但し、 $f = \exp(\Delta D50 / 2 Dst)^2$ 、

$\beta = [1 + 0.0181(24M4DBP)] / 1.59$ である。

なお、Dstはカーボンブラックアグリゲートのストークス相当径分布のモード径(nm)、 $\Delta D50$ は同ストークス相当径分布における半値幅(nm)、 ϕ は体積分率、24M4DBPは圧縮DBP吸収量($\text{cm}^3 / 100 \text{ g}$)を示す。

【0013】

また、本発明の舗装用アスファルト混合物は、このアスファルトバインダーを用いたものであることを特徴としている。

【0014】

【発明の実施の形態】

本発明でいうストレートアスファルトとは、原油を常圧あるいは減圧蒸留して得られる石油アスファルトのみでなく、溶剤脱瀝アスファルトや天然アスファルト等をブレンドしたものを指し、好ましくは 25°C 針入度が $60 \sim 150$ のものが用いられる。

【0015】

ストレートアスファルトに配合するカーボンブラックには、窒素吸着比表面積(N_2SA)が $40 \sim 180 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、DBP吸収量が $80 \text{ cm}^3 / 100 \text{ g}$ 以上の特性を有するものが選択使用される。

【0016】

窒素吸着比表面積(N_2SA)が $40 \text{ m}^2 / \text{g}$ を下回る大粒子径のカーボンブラックでは補強効果が十分でなく、一方 $180 \text{ m}^2 / \text{g}$ を上回ると粒子径が微細化するために、ストレートアスファルト中に均一分散させることが困難となることに加え、カーボンブラックの単価も上昇し、公共性の高い道路舗装用途には不向きとなるためである。実用的には $120 \text{ m}^2 / \text{g}$ 程度までの汎用カーボンブラックが好適に使用できる。

【0017】

DBP吸収量はカーボンブラックのストラクチャーの大きさを評価する測定パラメータであり、この値が $80\text{ cm}^3 / 100\text{ g}$ 未満ではストレートアスファルト中の低分子量液体成分（飽和成分等）の吸収による性状改善効果が小さくなるためである。

【0018】

これらの特性を有するものであれば、カーボンブラックの種類は特に限定されないが、特性の調節が比較的容易で、かつ安価なファーネスブラックが好適に使用される。なお、これら窒素吸着比表面積(N_2SA)およびDBP吸収量は、JIS K 6217 (1997)「ゴム用カーボンブラックの基本性能の試験法」により測定される。

【0019】

これらの特性を有するカーボンブラックは、ストレートアスファルト100重量部に対し、30重量部までの範囲で添加される。カーボンブラックを配合したアスファルトバインダーは、動粘度が $180 \pm 20\text{ cSt}$ に対応する最適混合温度を 200°C 以下とすることが好ましく、これを越えると施工性の悪化に加え、過度の加熱によるベースアスファルトの劣化を招くことになる。このため、カーボンブラックの添加割合の上限を30重量部に設定する。

【0020】

この場合、アスファルトバインダー中におけるカーボンブラックの下記(1)式で算出されるA値が 200 nm 以下の範囲にあることが必要である。

$$A = f \cdot Dst \cdot \{ [(0.86) / (\phi \cdot \beta)^{1/3}] - 1 \} \dots (1)$$

【0021】

但し、(1)式において、 $f = \exp(\Delta D50 / 2 Dst)^2$ 、 $\beta = [1 + 0.0181(24M4DBP)] / 1.59$ であり、Dstはカーボンブラックアグリゲートのストークス相当径分布のモード径(nm)、 $\Delta D50$ は同ストークス相当径分布における半値幅(nm)、 ϕ は体積分率、24M4DBPは圧縮DBP吸収量($\text{cm}^3 / 100\text{ g}$)を示す。

【0022】

上記(1)式で算出されるA値は、アスファルトバインダー中におけるカーボンブラックのアグリゲート間の距離に関連するパラメータとなるものであり、カーボンブラックのアグリゲートの大きさ及びその分布、添加したカーボンブラックの配合量(体積分率)、カーボンブラックのストラクチャーの大きさ、等の影響を総合的に示すパラメータとなるものである。

【0023】

そして、A値が 200 nm 以下の範囲にある時に、スティフネスの向上と低温域での優れた機械的性状の両立化が図られるのである。すなわち、舗装道路の耐輻掘れ性能と耐ひび割れ性能の改善を両立させ、より広範囲の温度域において使用することが可能となる。

【0024】

なお、A値を算出するのに必要なカーボンブラックの特性は下記の方法によって測定される。

【0025】

(1)アグリゲートのストークス相当径分布のモード径Dst(nm)、及び、同分布の半値幅 $\Delta D50$ (nm)；

JIS K 6221 (1982) 5「乾燥試料の作り方」に基づいて乾燥したカーボンブラック試料を少量の界面活性剤を含む20容量%エタノール水溶液と混合してカーボンブラック濃度 0.1 kg/m^3 の分散液を作成し、これを超音波で十分に分散させて試料とする。ディスク・セントリフュージ装置(英国Joyes Lobel社製)を 100 s^{-1} の回転数に設定し、スピンドル液(温度 25°C の2重量%グリセリン水溶液)を 0.015 dm^3 加えた後、 0.001 dm^3 のバッファー液(温度 25°C の20容量%エタノール水溶液)を注入する。温度 25°C のカーボンブラック分散液 0.0005 dm^3 を注射器で加えた後、遠心沈降を開始し同時に記録計を作動させて図1に示す分布曲線(横軸；カーボンブラック分散液を注射器で加えてからの経過時間、縦軸；カーボンブラックの遠心沈降に伴い

10

20

30

40

50

変化した特定点での吸光度)を作成する。この分布曲線より各時間Tを読み取り、次式(数1)に代入して各時間に対応するストークス相当径を算出する。

【0026】

【数1】

$$Dst \text{ (nm)} = \sqrt{\frac{1.0498 \times 10^6 \cdot \eta}{N^2 (\rho_{CB} - \rho_1)} \log \frac{r_2}{r_1}} \times \sqrt{\frac{1}{T}} \times 10^6 \quad 10$$

【0027】

数1において、 η はスピン液の粘度($0.935 \times 10^{-3} \text{Pa} \cdot \text{s}$)、 N はディスク回転スピード(100s^{-1})、 r_1 はカーボンブラック分散液注入点の半径(0.0456m)、 r_2 は吸光度測定点までの半径(0.0482m)、 ρ_{CB} はカーボンブラックの密度(kg/m^3)、 ρ_1 はスピン液の密度(1.00178kg/m^3)である。

【0028】

このようにして得られたストークス相当径と吸光度の分布曲線(図2)における、最大頻度のストークス相当径(モード径)を $Dst \text{ (nm)}$ とし、最大頻度に対し50%の頻度が得られる大小2点のストークス相当径の差(半値幅)を $\Delta D50 \text{ (nm)}$ とする。 20

【0029】

(2)24M4DBP(圧縮DBP吸収量)；

JIS K6217(1997)「ゴム用カーボンブラックの基本性能の試験方法」による。

【0030】

【実施例】

以下、本発明の実施例を比較例と対比して具体的に説明する。

実施例1～3、比較例1～2

市販のストレートアスファルト(StAs80/100、25℃の針入度90、軟化点46℃)と東海カーボン(株)製カーボンブラック(#7350F、 $N_2SA80 \text{m}^2/\text{g}$ 、DBP吸収量 $106 \text{ cm}^3/100\text{g}$)を使用し、(株)ダルトン製万能混合攪拌機(2XDMV-01-Qr型)を用いて、温度60～100℃で混練して、ストレートアスファルト100重量部に対してカーボンブラックを1、5、10及び20重量部の割合で添加したアスファルトバインダーを作製した。なお、比較例1はカーボンブラック未添加のベースアスファルトバインダーである。

【0031】

これらのアスファルトバインダーについて、レオメトリックス(株)製アスファルトアナライザーRAAを用いて、SHRP-B003に準拠して動的粘弾性状の評価を行って、その結果を表1に示した。なお、評価試験は、サンプル25mmφ×1mm、10rad/sec、試験温度50、60、70℃の条件で行った。 40

【0032】

【表1】

	比較例		実施例		
	1	2	1	2	3
StAs80/100 (重量部) CB (重量部)	100 0	100 1	100 5	100 10	100 20
N ₂ SA (m ² /g)	80	80	80	80	80
DBP (cm ³ /100g)	106	106	106	106	106
24M4DBP (cm ³ /100g)	84	84	84	84	84
Dst (nm)	90	90	90	90	90
ΔDst (nm)	74	74	74	74	74
A値 (nm)	—	333	153	101	61
G* /sin δ (kPa) 60℃	1.867	1.974	2.264	2.736	4.280
tan δ (G'' /G') 70℃	41.0	29.5	21.7	22.6	16.0
60℃	14.3	13.6	12.8	12.0	10.1
50℃	7.7	7.5	7.3	7.2	6.4

【0033】

表1から、カーボンブラックの添加重量部の増加とともに弾性化傾向にあり、特に、A値が200nm以下の場合には耐轍掘れ性能の指標となる $G^* / \sin \delta$ の値が顕著に上昇し、更に、粘性／弾性比を表す $\tan \delta$ の値が低下し、また、温度による $\tan \delta$ の変化も小さく、感温性が低減化傾向にあることが明らかに認められる。

【0034】

実施例4～7、比較例3

窒素吸着比表面積 (N₂SA) 及びDBP吸収量が異なるカーボンブラックを用い、ストレートアスファルト (StAs80/100) 100重量部に対して10重量部の割合で添加し、同じ方法でアスファルトバインダーを作製して動的粘弾性状の評価試験を行った。その結果を表2に示した。

【0035】

【表2】

10

20

30

40

	実 施 例				比較例
	4	5	6	7	3
StAs80/100 (重量部) CB (重量部)	100 10	100 10	100 10	100 10	100 10
N ₂ SA (m ² /g) DBP (cm ³ /100g)	120 115	82 126	49 110	58 168	84 75
A値 (nm)	81	106	162	155	94
G* /sin δ (kPa) 60℃	3.410	3.788	3.693	3.767	3.125
tan δ (G'' /G') 70℃	15.2	15.3	17.4	16.1	19.4
60℃	10.7	10.6	10.6	10.9	11.6
50℃	6.5	6.2	6.2	6.2	6.5

【0036】

表2から、窒素吸着比表面積(N₂SA)が40～180m²/g、DBP吸収量が80cm³/100g以上の特性を有するカーボンブラックを添加した実施例3～6のアスファルトバインダーは、DBP吸収量が80cm³/100g未満のカーボンブラックを添加した比較例4のアスファルトバインダーに比べて、スティフネスの向上は明らかである。また、カーボンブラック補強理論で知られる、Guth-Goldの式 $G = G_0(1 + 2.5\phi + 14.5\phi^2)$ からの推定値を上回り、DBP吸収量が多いものほどその向上幅も大きい傾向が認められる。

【0037】

実施例8～11、比較例4～5

次に、上記のアスファルトバインダーの一部について、低温下での3点曲げ試験（試験片2×2×12cm、支点間距離8cm、載荷速度100mm/min、試験温度-5℃）を実施して、その結果を表3に示した。

【0038】

【表3】

10

20

30

40

	実 施 例				比較例	
	8	9	10	11	4	5
アスファルトバインダー	実施例 2に同	実施例 4に同	実施例 5に同	実施例 6に同	比較例 1に同	比較例 3に同
破断強度 σ_B (MPa)	6.99	6.83	7.46	7.88	3.61	5.14
破断歪み ε_B (mm/mm)	0.082	0.097	0.160	0.185	0.036	0.057

10

【0039】

実施例のアスファルトバインダーは、比較例のアスファルトバインダーに比べて破断強度

20

が高く、加えて破断歪みも大きく、カーボンブラック未添加のベースアスファルト（比較

【0040】

実施例12、比較例6

市販のストレートアスファルト（StAs60/80、25℃の針入度72、軟化点49℃）100重量部に対して、東海カーボン（株）製カーボンブラック（#7350F、 N_2 SA80m²/g、DBP吸油量106 cm³/100g）10重量部を、合材工場における骨材ドライミキシング時に投入して作製した密粒度（13）アスファルト混合物について、（社）日本道路協会「舗装試験法便覧」に準拠してマーシャル安定度試験（試験サンプル100mmφ×63mm、載荷速度50mm/min、試験温度60℃）を行い、得られた結果を表4に示した。なお、比較例

30

【0041】

【表4】

	実施例12	比較例6
マーシャル安定度 (kN)	13.6	10.3
フロー値 (1/100 cm)	30	31

40

【0042】

表4より、実施例12のアスファルト混合物のマーシャル安定度は、比較例6に比べて、約3割増しの結果となり、耐輻掘れ性状の改善効果が明らかに認められる。

【0043】

実施例13、比較例7

50

実施例 2 のアスファルトバインダーを用いて作製した密粒度 (13) アスファルト混合物について、(社) 日本道路協会「舗装試験法便覧」に準拠してホイールトラッキング試験 (試験サンプル $30 \times 30 \times 5$ cm、ソリッドタイヤ輪荷重 70 kgf、走行回数 42 回/min、試験温度 60°C)、及び曲げ試験 (試験サンプル $5 \times 10 \times 30$ cm、支点間距離 20 cm、載荷速度 50 mm/min、試験温度 0°C) を実施した。なお、比較例 7 はカーボンブラック未添加のベースアスファルト (比較例 1 に同じ) を用いたアスファルト混合物である。得られた結果を表 5 に示した。

【0044】

【表 5】

	実施例 13	比較例 7
動的安定度 DS (回/mm)	1000	520
3 点曲げ破断強度 (MPa)	11.1	9.1
3 点曲げ破断歪み (mm/mm)	5.1×10^{-3}	4.5×10^{-3}

【0045】

耐輻掘れ性能の指標となるホイールトラッキング試験の動的安定度において、実施例 13 が比較例 7 に比べて優位にあることは明らかである。また、低温域での機械的性状においても、破断強度及び破断歪みの増大が認められ、耐ひび割れ性能の向上が図られている。

【0046】

【発明の効果】

以上のとおり、特定のカーボンブラックを添加、配合し、更にカーボンブラックの特性から算出される A 値を特定した本発明のアスファルトバインダー並びにそれを用いた舗装用アスファルト混合物によれば、耐輻掘れ性能と耐ひび割れ性能の改善を両立させ、より広範囲の温度域において使用可能であり、アスファルトバインダー並びに舗装用アスファルト混合物を簡便、安価に提供することができ、その利用価値は極めて高い。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 Dst の測定時におけるカーボンブラック分散液を加えてからの経過時間とカーボンブラックの遠心沈降による吸光度の変化を示した分布曲線である。

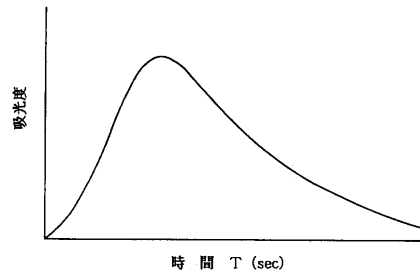
【図 2】 Dst の測定時に得られたストークス相当径と吸光度の関係を示す分布曲線である。

10

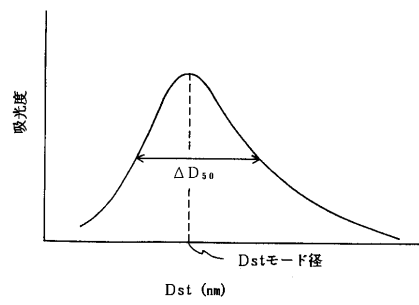
20

30

【図 1】



【図 2】



フロントページの続き

- (72)発明者 明嵐 政司
茨城県つくば市南原1番地6 独立行政法人土木研究所内
- (72)発明者 佐々木 巖
茨城県つくば市南原1番地6 独立行政法人土木研究所内

合議体
審判長 一色 由美子
審判官 山本 昌広
審判官 野村 康秀

- (56)参考文献 特開昭50-111117 (JP, A)
特開2000-80302 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C08L 95/00
C08K 3/04
E01C 7/26