

軟化点試験の信頼性について

吉 田 隆 輝*・高 橋 正 一**

On the Reliability of Softening point Test

Takaki YOSHIDA・Shouichi TAKAHASHI

要 旨

過去4年間の試験を通して、アスファルトの軟化点試験の信頼性について考察した。その結果、JISにもとづいた手順により試験を行うならば、軟化点試験の信頼性は非常に高いとの結論に達した。

Synopsis

We consider on the reliability of softening point test in asphalt with experimental results for the past four years. According to the JIS experimental procedure, we may conclude that the reliability of softening point test is very good.

1. ま え が き

アスファルトおよび舗装材料の物理試験の信頼性についての報告は、関係機関において既に行われ、一応の成果は得ている^{1),2)}。

その結果、軟化点試験は、試験条件を守れば再現性の高い試験である³⁾とされているが、一方、試験方法の規定について検討することが望ましいとする報告⁴⁾もある。

そこで、JISの手順により行った試験値が、試験者によりどの程度分散するかを調べることは重要である。

一方、本校土木工学科5学年の土木工学実験では、針入度試験、軟化点試験、伸度試験などのアスファルトの基本的な物理試験、配合設計、マッシュル安定度試験を行っている。それら各種試験の試験値は、ばらつきの大きいものもあれば小さいものもあり、その原因を究明することは、学生の教育上さらに、試験値の信頼性の追求からみて非常に興味のもたれるものである。また技術的な熟練の全くない学生の指導書片手に得た試験値が年度により変動するか否についても興味深いものである。

ここに過去4年間の学生実験のうち軟化点試験についてとりまとめ、興味のある結果を得たので報告する。

2. 目 的

従来行われている一斉試験は、日本を代表する関係機関の、歴青材料について知識の深い熟練した技術者もしくは、それと同等の技能を有する試験者によって行われた結果であると推察される。一方、本校で得られた結果は、アスファルトに関する一般的な知識はあるものの、試験は初めてという学生である。

このような試験経験のない学生に高い精度が期待できるかどうか検討することは、軟化点試験の再現性を言及するうえで重要である。

本研究は、学生の行った軟化点試験結果を統計処理し、軟化点試験の信頼性を明らかにするものである。

3. 試 験 方 法

3-1 試料

試験に供した舗装用石油アスファルトは、JIS K 2207 石油アスファルトに規定する80-100のストレートアスファルト（以下ストアスという）

* 助教授 土木工学科

** 技 官 土木工学科

表1 舗装用石油アスファルトの物理的性状

ストレートアスファルトの種類		A	B
針入度	100g, 5sec, 25℃, 1/10mm	87	86
軟化点	R & B ℃	46.5	46.0
伸度	15℃, 5 cm/min, cm	100(+)	100(+)
引火点	C. O. C ℃	328	336
蒸発後の針入度比		97	99
三塩化エタン可溶分	%	99.9	99.9
比重	25℃/25℃	1.028	1.024
薄膜加熱質量変化率	%	+0.03	+0.12
薄膜加熱針入度変化率	%	75	65
製造年月		S.59.3	S.61.3

である。同一ロードのストアスを約18 kgに小分けし、毎年この小分けしたストアスをさらに小分けし、試料とする。

使用するストアスの試験成績を表-1に示す。この試験値の多くは、日瀝化学工業㈱で行ったもので、一部製油所の試験値で補完したものである。なおこの2機関で行った軟化点試験値は同一である。従ってこの試験値を真の値と仮定し、学生実験で行う軟化点の値がどの程度分散するか調べる。

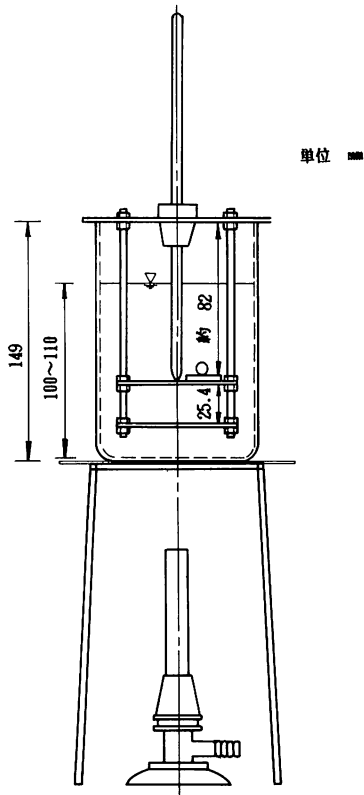


図1 軟化試験器（ガス加熱式）

3-2 試験器

試験器は、JIS K 2531 によるものを使用する。その概要を図-1、2に示す。

環は、図-2に示す寸法および形状の黄銅製環を用いる。鋼球は、28個のうちから任意に使用する。この28個の直径の平均値は9.51 mm、標準偏差は0.0088 mm、質量の平均値は3.53 g、標準偏差は0.014 gである。環台は、図-1に示す4個がけを用いる。温度計は、検定済みの水銀温度計（最小目盛0.1℃）を使用する。

3-3 試料の準備

次の手順により試料を準備する。

- 1) 試料の溶融は、間接溶融法による。
溶融温度は、JIS K 2207 では、「軟化点より90℃以上高くしない」となっているが、ここでは以前どおり予期軟化点より55℃を越えない温度（具体的には101℃以下）とし、全加熱時間は15分以内とする。
溶融にあたっては、静かに攪拌し、泡が混入しないように注意する。
- 2) 10個以上の環を、デキストリンとグリセリンの等量混合物を薄く塗布した金属板の上に置き、試料と同温度に加熱する。
- 3) 所定温度に達した試料を環の中に流し込む。このとき環に少し盛り上がる程度に注ぐ。
- 4) 試料を室温で20分以上放冷後、整形し、5℃の蒸留水中で養生する。
- 5) 試料を環に注ぎ込んでから、試験終了までの時間は、4時間以内とする。

なおこの試料の準備は学生実験の時間上の制約から、著者が行うものとする。

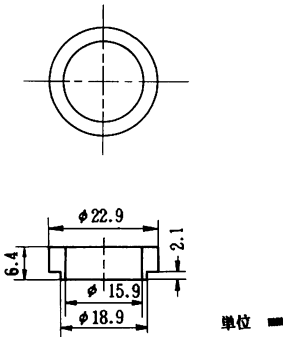


図2 環

3-4 試験の手順

試験に先立ち試料および鋼球を試験開始温度 5℃で養生しておく。環台の試料棚と底板の内側を正しく 25.4 mm にし、ナットを互いに締める。その後、温度計を環台の試料棚の所定の位置に正しく取り付け。

次の手順により試験を行う。

- 1) 5℃の蒸留水を加熱ビーカーに 100~110 mm の高さまで入れ、アスベスト付金網の上に水平に保つ。
- 2) 環台を加熱ビーカーに入れ、ビーカーの蒸留水を試験開始温度 5℃に保つ。
- 3) 試料棚に試料をのせ、鋼球をトンクスにより試料上面中央にのせる。
- 4) プンゼンバーナーにより加熱を始める。加熱開始後 3 分までに毎分 $5 \pm 0.5^\circ\text{C}$ の加熱速度になるように、バーナーを調節し、試験終了までこの加熱速度を守る。この加熱速度を正確に守るため $1 \pm 0.1^\circ\text{C}/12$ 秒を厳守し、これをはずれた場合は再試験を行う。
- 5) 試料が軟化し、底板に触れた時の温度計示度を読み取る。

なお試験に先立ち、著者が作成した「道路工学実験の手引き」や指導書⁵⁾を予め読んで理解しておくことを指導し、さらに試験中は口頭により次の点を絶えず注意し、試験精度の向上に努める。

- 1) 蒸留水、鋼球、試料の初期温度 5℃を守る。
- 2) 温度計の水銀球の位置に注意する。
- 3) 水も氷も全て蒸留水を使用する。

試験は、学生を 4 班に分け(1 班 2~3 人)、4 組の試験装置を用いて、1 人 1 回以上行う。加熱速度が守れなかったり、試験値が許容誤差内に収まらないときにはその試験者は再度試験を行う。

4. 試験結果および考察

昭和 59 年度から昭和 62 年度までの 4 年間の試験結果を図-3 に示す。なお昭和 59, 60 年度はアスファルト A ($R \& B = 46.5^\circ\text{C}$)、昭和 61, 62 年度はアスファルト B ($R \& B = 46.0^\circ\text{C}$) を使用する。試験室内の室温は、19~24℃の範囲である。

学生の提出したレポートの軟化点をそのまま処理したものが「全体」のヒストグラムである。

図から軟化点のばらつきが少し大きい、これは第 1 回目の試験で、加熱速度に失敗した結果、誤差を含む為である。しかし 61 年度では、最大値

と最小値の差は 3.6℃と非常に小さい。

試験中にあきらかに誤りをおかしたと認める記述があるデーターを除き、処理したものが「対象」のヒストグラムである。

この図より、過誤を含むデーターを除いた軟化点のばらつきは非常に小さいことがわかる。最大値と最小値の差は、61 年度が 1.5℃と最も小さく、次いで 62 年度の 1.9℃で、60 年度の 3.2℃、59 年度の 3.9℃となった。

軟化点試験は、試験手順 4) の「加熱速度」を守除くことを除けば簡単な試験である。試験失敗の多くは、ブンゼンバーナー使用の不慣れさからくる加熱速度を守れないことにある。

加熱速度を守れなかったとする軟化点は、第 1 回目の試験のおおよそ 30%程度である。しかし、2 回目以降の試験においては減少し、加熱速度に失敗した例は、全体の 10%程度以下である。

各年度のヒストグラムは、60 年度を除き、対称型の分布をしている。60 年度は、極端な右傾型を示してはいるが、対象とするデーター群では、JIS K 2207 再現精度 4℃を満足している。

軟化点試験結果の一覧を表-2-1、2-2 に示す。

明らかな誤差をも含んだデーター「全体」の平均値と、それを除いた「対象」の平均値とを比較すると、61 年度が 0.8℃とやや大きな差となっているが、他の年度は大変小さい。一方、標準偏差は、当然のことながら「対象」が総て小さな値を示している。

表-2-2 より、各年度の軟化点は $\bar{X} \pm 2\sigma$ の範囲からはずれるものが 10%未満あるが、 $\bar{X} \pm 3\sigma$ の中には総て入っている。

軟化点は 0.5 に丸めた値であるから、各年度の平均値を 0.5 に丸めると、59, 61 年度は試験値と同じ値に、60, 62 年度は 0.5℃高い値となり、高い精度の軟化点試験結果が得られた。

図-4 は、アスファルトの種類ごとに示したヒストグラムである。「対象」の図において、59, 60 年度では 3.9℃、61, 62 年度は 2.1℃の範囲の中に総て分布している。

表-3-1、3-2 にストアスの種類ごとの軟化点試験結果を示す。平均値を 0.5℃に丸めれば、ストアス A (59, 60 年度) では試験値より 0.5℃高いが、ストアス B (61, 62 年度) では同一の軟化点となった。また $\bar{X} \pm 3\sigma$ の中に全ておさまった。このことから軟化点の信頼性は高いといえる。

以上のことから、前述の「3. 試験方法」を厳

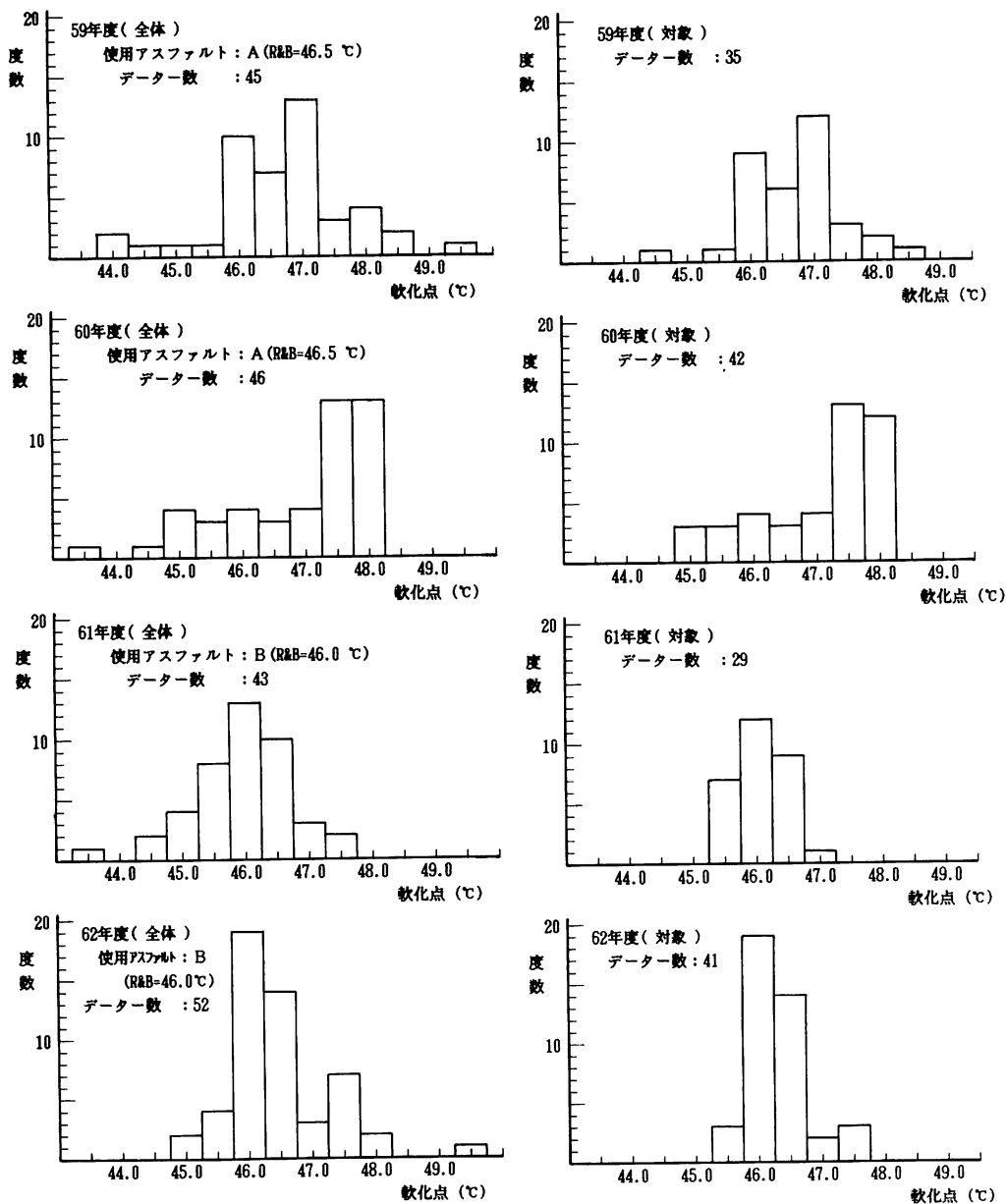


図3 軟化点の度数分布 (年度毎)

表 2-1 各年度における軟化点試験結果一覧 (全体)

年度	試験値 ℃	試験数	平均値 $\bar{x}$	標準偏差 σ	$\bar{x} \pm \sigma$	$\bar{x} \pm 2\sigma$	$\bar{x} \pm 3\sigma$	累 積 分 布 (%)								
								$\bar{x} - \sigma$ $\bar{x} + \sigma$	$\bar{x} - \sigma$ 以下	$\bar{x} + \sigma$ 以上	$\bar{x} - 2\sigma$ $\bar{x} + 2\sigma$	$\bar{x} - 2\sigma$ 以下	$\bar{x} + 2\sigma$ 以上	$\bar{x} - 3\sigma$ $\bar{x} + 3\sigma$	$\bar{x} - 3\sigma$ 以下	$\bar{x} + 3\sigma$ 以上
59	46.5	45	46.7	1.07	47.74 45.60	48.80 44.54	49.87 43.47	73	11	16	91	7	2	100	0	0
60	46.5	46	46.9	1.14	48.03 45.76	49.16 44.62	50.30 43.49	69	20	11	96	4	0	100	0	0
61	46.0	43	46.9	0.75	46.68 45.18	47.43 44.43	48.18 43.67	70	16	14	96	2	2	100	0	0
62	46.0	52	46.5	0.81	47.30 45.68	48.11 44.87	48.93 44.05	75	10	15	98	0	2	98	0	2

表 2-2 各年度における軟化点試験結果一覧 (対象)

年度	試験値 ℃	試験数	平均値 $\bar{x}$	標準偏差 σ	$\bar{x} \pm \sigma$	$\bar{x} \pm 2\sigma$	$\bar{x} \pm 3\sigma$	累 積 分 布 (%)								
								$\bar{x} - \sigma$ $\bar{x} + \sigma$	$\bar{x} - \sigma$ 以下	$\bar{x} + \sigma$ 以上	$\bar{x} - 2\sigma$ $\bar{x} + 2\sigma$	$\bar{x} - 2\sigma$ 以下	$\bar{x} + 2\sigma$ 以上	$\bar{x} - 3\sigma$ $\bar{x} + 3\sigma$	$\bar{x} - 3\sigma$ 以下	$\bar{x} + 3\sigma$ 以上
59	46.5	35	46.7	0.78	47.46 45.91	48.24 45.14	49.01 44.36	72	14	14	94	3	3	100	0	0
60	46.5	42	47.1	0.94	47.99 46.11	48.93 45.17	49.87 44.24	67	19	14	98	2	0	100	0	0
61	46.0	29	46.1	0.39	46.44 45.67	46.83 45.29	47.21 44.90	72	14	14	100	0	0	100	0	0
62	46.0	41	46.3	0.42	46.73 45.88	47.15 45.46	47.57 45.04	78	10	12	93	0	7	100	0	0

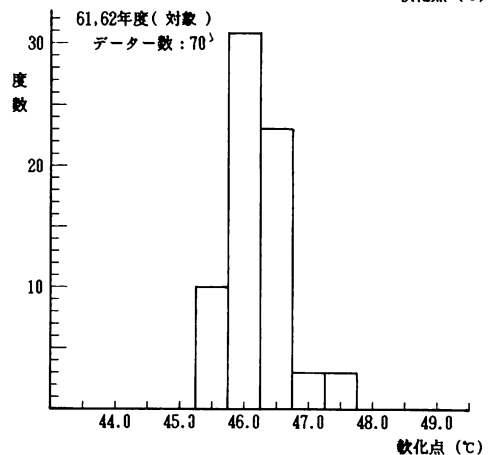
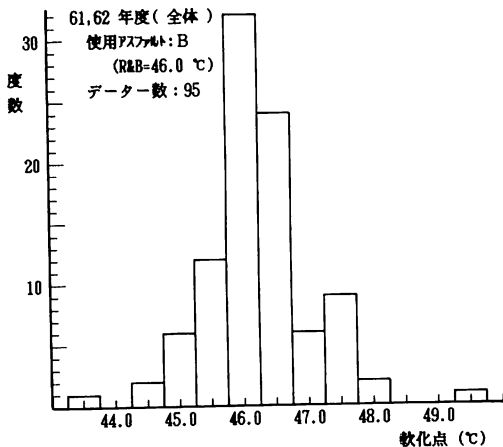
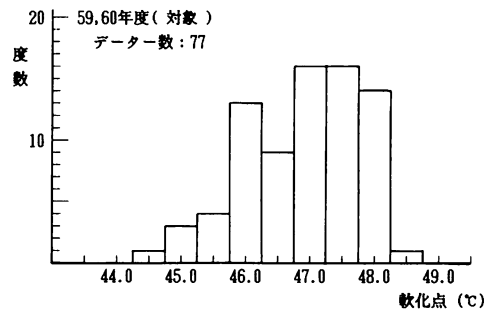
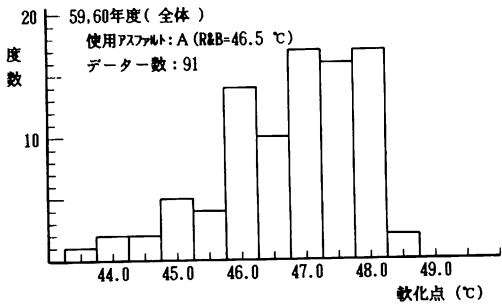


図 4 軟化点の度数分布 (ストアス毎)

表3-1 アスファルトごとの軟化点試験結果一覧(全体)

年度	試験値 ℃	試験数	平均値 x	標準偏差 σ	x ± σ	x ± 2 σ	x ± 3 σ	累 積 分 布 (%)								
								x ~ σ	x - σ	x + σ	x - 2σ	x - 2σ	x + 2σ	x - 3σ	x - 3σ	x + 3σ
								x + σ	以下	以上	x + 2σ	以下	以上	x + 3σ	以下	以上
59 60	46.5	91	46.8	1.11	47.89 45.68	49.00 44.57	50.11 43.46	69	15	16	94	5	1	100	0	0
61 62	46.0	95	46.2	0.83	47.07 45.40	47.90 44.57	48.74 43.74	73	12	15	95	2	3	98	1	1

表3-2 アスファルトごとの軟化点試験結果一覧(対象)

年度	試験値 ℃	試験数	平均値 x̄	標準偏差 σ	x̄ ± σ	x̄ ± 2 σ	x̄ ± 3 σ	累 積 分 布 (%)								
								x̄ - σ	x̄ - σ	x̄ + σ	x̄ - 2σ	x̄ - 2σ	x̄ + 2σ	x̄ - 3σ	x̄ - 3σ	x̄ + 3σ
								x̄ + σ	以下	以上	x̄ + 2σ	以下	以上	x̄ + 3σ	以下	以上
59 60	46.5	77	46.9	0.89	47.77 46.00	48.66 45.11	49.55 44.22	67	14	19	97	3	0	100	0	0
61 62	46.0	70	46.2	0.43	46.63 45.78	47.05 45.35	47.48 44.93	76	14	10	93	1	6	100	0	0

守するならば、軟化点試験の経験の全くない学生でも高い精度の軟化点を出すことができることがわかる。特に加熱速度が一定になるように、「3-4. 試験手順4)」のような工夫も必要である。またピーカーに入れる蒸留水の量を一定にすることも大切である。

学生の提出したレポートで以下の事に触れた記述が多かった。

- 1) 加熱速度を守ることがとても難しかった。
- 2) 初期温度5℃を所定時間守ることが難しかった。
- 3) 銅球を試料上面中央にのせるのに手間どった。

5. ま と め

全く経験のない学生が行う軟化点試験でも、試験の手順を厳密に守りさえすれば、高い精度が得られる。

第1回目の試験は要領が悪く軟化点がばらつくことも多いが、2回、3回と回を重ね要領がわかると高い精度の軟化点を得ることが期待できる。

軟化点試験は再現性のある試験と従来いわれてきているが、本研究においてもそれを証明できたと考える。

最後に本研究を進めるにあたり、日瀝化学工業(株)にアスファルトの提供をいただいた。記して深く感謝する次第である。

引 用 文 献

- 1) 日本アスファルト協会アスファルト物理試験研究会：アスファルト抽出試験およびアスファルト物理試験の信頼性について、アスファルト、Vol. 7, No. 38, pp. 24~40, 1964.
- 2) 建設省土木研究所舗装研究室：アスファルト舗装に関する各種試験の信頼性について——斉試験の結果報告一、アスファルト、Vol. 9, No. 48, pp. 16~19, 1966.
- 3) 松野・南雲・三浦・山之口：アスファルト舗装に関する試験、建設図書、pp. 109~116, 1973.
- 4) 伊藤・寺田：舗装用ストレートアスファルトの性状調査、土木技術資料、Vol. 29, No. 3, pp. 21~26, 1987.
- 5) 土木学会編：土木材料実験指導者(基礎編)、土木学会、pp. 88~89, 1983.

(昭和62年11月30日受理)