

CSÖKKENT GÉLESEDÉSI HAJLAMÚ BITUMENES KÉSZÍTMÉNYEK

Kivonat

- 5 A találmány tárgya csökkent gélesedési hajlamú bitumenes készítmény, amely egy (I) bitumenes komponenst, egy (II) blokk-kopolimert, amely legalább két terminális blokkját tartalmazza egy poli(monovinil aromás szénhidrogén)-nek, és legalább egy blokkját egy poli(konjugált dién)-nek, és adott esetben egy (III) töltőanyagot tartalmaz, ahol a (II) egy részlegesen hidrogénezett blokk-
- 10 -polimer, amely konjugált diénként butadiént tartalmaz, ahol a poli(konjugált dién) blokk a részleges hidrogénezés során kevesebb, mint 3 mól% (A) 1,2-dién ismétlődő egységet tartalmaz, és kevesebb, mint 20 mól%, előnyösen kevesebb, mint 3 mól% (D) etilén ismétlődő egységet tartalmaz, a konjugált dién ismétlődő egységek összes mennyiségére (mól/mól) számítva.

15

jell. abra 6
fegy



CSÖKKENT GÉLESEDÉSI HAJLAMÚ BITUMENES KÉSZÍTMÉNYEK

A jelen találmány bitumenes készítményekre vonatkozik, amelyek csökkentett hajlamot mutatnak a gélesedésre a feldolgozás során, kitűnő magas és alacsony hőmérsékleti tulajdonságok mellett.

A napjainkban alkalmazott tetőfedő lemezek, csőbevonatok, utak, zajcsökkentő panelek, fedőszőnyegek, zsindelyek, csatlakozó tömítő készítmények és törő-tisztító anyagok tapadást elősegítő anyagainak fő része módosított bitumenes készítményekből előállított, például bitumenes készítményekből, amelyek egy bitumen komponenst és egy elasztomer komponenst tartalmaznak, rendszerint sztirolos blokk-kopolimert, mint például a következők: SBS (polisztirol-polibutadién-polisztirol); SEBS (polisztirol-poli[etilén-butilén]-polisztirol); SIS (polisztirol-poliizoprén-polisztirol) és SEPS (polisztirol-poli[etilén-propilén]-polisztirol) és hasonlóak. A módosított bitumenes készítmények előnyei a hagyományos rendszerekhez (fuvatott bitumen) viszonyítva a következő: javított fáradási ellenállás (alkalmazkodás a tető ismétlődő termikus mozgásához); javított flexibilitás (különösen alacsony hőmérsékleten); javított szilárdság (lehetővé téve a lemezsíregek számának csökkentését a hagyományos fuvatott bitumennel bevont rendszerek egészének vagy egy részének helyettesítésével); javított ellenállás a tartós deformálódással, kilyukadással és szakadással szemben; javított elasztikusság, ami a repedések és csatlakozások áthidalását tekintve nagyobb kapacitást eredményez.

Az érdeklődésre számot tartó sztirolos blokk-kopolimerek SBS-típusú polimerek, amelyek viszonylag nagy „vinil”-tartalommal rendelkeznek, azaz az 1,2-addícióval a polimer vázába beépített butadiéncsoport legalább 10 mól% (a teljes butadién-tartalomra számítva). Ezek a javított feldolgozási tartóssággal (IPD = Improved Processing Durability) rendelkező polimerek kitűnő magas hőmérsékletű viszkozitással és kitűnő öregedési jellemzőkkel rendelkeznek a bitumenes készítményekben.

Sajnos a nagy vinil-tartalmú polimerek, azaz az IPD polimerek (az IPD márkanév) növekvő hajlamot mutatnak a térhálósodásra (gélesedési hajlam), amennyiben magasabb hőmérsékletnek vetjük alá, vagy magasabb hőmérsékleten tároljuk őket, a hagyományos SBS vagy SEBS típusú polimerekhez viszo-

nyítva. Ez a nagyobb vinil-tartalom következménye. Például a törlő-tisztító-
szerek tapadást elősegítő anyagaiban és/vagy más alkalmazásoknál, amelyek
magas keverési hőmérsékleteket igényelnek (200 °C felett), előnyösen teljes
mértékben hidrogénezett SEBS típusú polimereket alkalmaznak. A magasabb
5 költségek ellenére alkalmazzák őket, mivel az SBS típusú polimerek és a nagy
vinil-tartalmú polimerek magasabb hőmérsékleteknél könnyebben térhálósod-
nak.

Ezért nagy jelentőségű lenne egy olyan sztirolos blokk-kopolimer kidol-
gozása, amely egy IPD polimer magas hőmérsékleti viszkozitását és öregedési
10 jellemzőit egyesíti csökkentett gélesedési hajlam mellett, amely rendszerint az
SEBS típusú polimerekhez kapcsolódik.

Továbbá nagy jelentőségű lenne egy olyan sztirolos blokk-kopolimer ki-
dolgozása, amely nagyobb kompatibilitást mutatna a különböző bitumenekkel.
Így az olyan bitumenes készítmények, amelyek több, mint 3 tömeg% hagyomá-
nyos sztirolos blokk-kopolimert tartalmaznak, például a venezuelai bitumen,
15 nem megfelelő tárolhatósággal rendelkezhetnek a fázissztétválás következté-
ben. Amennyiben fázissztétválás megy végbe, a készítmény kevésbé feldolgoz-
ható a polimerben gazdag fázisban a jelentős viszkozitás növekedés követke-
ztében.

20 A találmány rövid ismertetése

A jelen találmány szerint bitumenes készítményt biztosítunk, amely egy
(I) bitumenes komponenst, egy (II) blokk-kopolimert, amely egy poli(monovinil
aromás szénhidrogén) legalább két terminális blokkját, és egy poli(konjugált
dién) legalább egy blokkját tartalmazza, és adott esetben egy (III) töltőanyagot
25 tartalmaz, ahol a (II) egy részlegesen, szelektíven hidrogénezett blokk-
kopolimer, amely konjugált diénként butadiént tartalmaz, ahol a poli(konjugált
dién) blokk (A) 1,2-dién ismétlődő egység-tartalma kezdetben az 5-95 mól%,
előnyösen a 6-70 mól%, előnyösebben a 8-50 mól% tartományba esik, és a
részleges hidrogénezés során kevesebb, mint 3 mól% (A) 1,2-dién ismétlődő
30 egységet tartalmaz, és kevesebb, mint 20 mól%, előnyösen kevesebb, mint 3
mól% (D) etilén ismétlődő egységet, a teljes konjugált dién ismétlődő egység-
tartalomra (mól/mól) számítva.

A találmány részletes ismertetése

A bitumenes készítmény komponenseit az alábbiakban ismertetjük.



Bitumen:

A jelen találmány szerinti bitumenes készítményekben jelenlévő bitumenes komponens természetes formában előforduló vagy ásványolajból származó bitumen lehet. A krakkolási eljárás során kapott petroleumszurok és szénkát-
 5 rány szintén alkalmazható bitumenes komponensként, valamint különböző bitumenes anyagok keverékei. Megfelelő komponensekre példák a desztillációs vagy „közvetlen lepárlási bitumenek”, lecsapatásos bitumenek, például a propános bitumenek, fuvatott bitumenek, például a katalitikus fuvatott bitumen vagy multigrade bitumen, és ezek keverékei. Más megfelelő bitumenes kompo-
 10 nensek ezen bitumenek közül egy vagy több keverékei szétterülést elősegítő anyagokkal (folyósítószerekkel), mint például petroleum extraktumokkal, például aromás extraktumokkal, desztillátumokkal vagy maradékokkal, vagy olajokkal. Megfelelő bitumenes komponensek ("közvetlen lepárlási bitumenek", vagy "folyósított bitumenek") azok, amelyek penetrációs értéke az 50-250 dmm tartományba esnek 25 °C-on. Általában azon közvetlen lepárlási vagy desztillációs bitumenek alkalmazhatók a legkönnyebben, amelyek penetrációs értéke 150-tól
 15 250 dmm értékig terjed. Mind a kompatibilis, mind a nem-kompatibilis bitumenek alkalmazhatók.

Elasztomerek:

A jelen találmány szerinti bitumenes készítmény legalább egy blokk-kopolimert mint elasztomer komponenst tartalmaz, amely legalább két terminális blokkját tartalmazza egy poli(monovinil-aromás szénhidrogén)-nek és legalább egy blokkját egy részlegesen, szelektíven hidrogénezett poli(konjugált dién)-nek. Az említett konjugált dién elsősorban (legalább 80 mól%-ban, előnyösen
 25 legalább 90 mól%-ban) butadién, azonban az említett blokk ismétlődő egységeket tartalmazhat, amely monomerenként 5-8 szénatomot tartalmazó konjugált diénekből származik, például 2-metil-1,3-butadiénből (izoprénből), 2,3-dimetil-1,3-butadiénből, 1,3-pentadiénből és 1,2-hexadiénből. Megfelelő monovinil-aromás szénhidrogének az o-metil-sztirol, p-metil-sztirol, p-(*terc*-butil)-sztirol, 2,4-
 30 -dimetil-sztirol, α -metil-sztirol, vinil-naftalin, vinil-toluol, vinil-xilol, és hasonló, valamint ezek keverékei, és különösen a sztirol.

Ezen blokk-kopolimerek lineárisak vagy elágazó láncúak lehetnek, és szimmetrikusak vagy aszimmetrikusak. A megfelelő blokk-kopolimerre előnyös példa az A-B-A konfigurációjú triblokk-kopolimer, amelyben az „A” egy

poli(monovinilaromás szénhidrogén) blokkot jelöl, és a „B” egy poli(konjugált dién) blokkot jelöl. Ezen blokk-kopolimerek tovább definiálhatók a monovinil-aromás szénhidrogén-tartalom szerint a végső blokk-kopolimerben, valamint a molekulatömegük szerint, és a mikrostrukturájuk szerint, amelyet az alábbiak-
5 ban tárgyalunk.

A végső blokk-kopolimer monovinil-aromás szénhidrogén-tartalma megfelelően a 10-70, előnyösebben a 20-50 tömeg%-os tartományba esik (a teljes blokk-kopolimerre számítva).

Az („A”) monovinil-aromás szénhidrogén polimer blokkok előnyösen a
10 2.000-100.000 tartományba eső látszólagos molekulatömeggel rendelkeznek, különösen az 5.000-50.000 tartományba eső molekulatömeggel. A („B”) konjugált dién polimer blokkok előnyösen a 25.000-1.000.000 tartományba eső látszólagos molekulatömeggel rendelkeznek, különösen a 30.000-150.000 tartományba eső molekulatömeggel.

15 A „látszólagos molekulatömeg” kifejezés a jelen leírásban alkalmazott módon a polimer(blokk) molekulatömegét jelenti, gélpermeációs kromatográfiával (GPC) mérve polisztirol kalibrációs standardok alkalmazásával (az ASTM 3536 számú módszer szerint).

A polimerizáció módosításán keresztül lehetséges a konjugált diének oly
20 módon történő irányítása, hogy a propagálás úgy történjen, amely során az egyetlen telítetlen kötés szénatomjai a vázba épülnek be, 1,2-dién ismétlődő egységeket eredményezve, vagy oly módon, amely során a telítetlen konjugált kötések összes szénatomja a vázba épül be, 1,4-dién ismétlődő egységeket eredményezve. Az előbbi módot tekintve a poli(konjugált diéneket) a vinil-tar-
25 talmuk szerint definiáljuk, azokat a telítetlen kötések tekintve, amelyek ezt követően a polimer vázhoz csatlakoznak.

A konjugált dién rész vinil-tartalmának növelésére szolgáló módszerek jól ismertek, és olyan poláris vegyületek alkalmazását foglalhatják magukba, mint az éterek, aminok, valamint más Lewis-bázisokét, és pontosabban azon vegyületekét, amelyeket a glikolok dialkilétereinek csoportból választunk meg. A leg-
30 előnyösebb módosítókat az etilén-glikol-dialkilétereinek közül választjuk meg, amelyek ugyanazon vagy különböző terminális alkoxycsoportokat tartalmaznak, és adott esetben egy alkil szubsztituens az etilén-csoporton, mint például a monoglyme (etilén-glikol-dimetiléter), diglyme (dietilén-glikol-dimetiléter), dietoxietán,

1,2-dietoxipropán, 1-etoxi-2,2-terc-butoxietán, amelyek közül az 1,2-dioxipropán a legelőnyösebb.

Megfelelő módon a blokk-kopolimer összes vinil-tartalma legalább 5 tömeg% (a poli(konjugált dién) blokkokra számítva), előnyösen az 5-95, előnyösebben a 8-50 tömeg% tartományba esik.

A blokk-kopolimerek előállítása a technika állásában ismert. A GB 1.538.266 számú szabadalmi leírásban számos módszert ismertetnek. Például a blokk-kopolimerek legalább kettő diblokk-kopolimer molekula összekapcsolásával állíthatók elő, egy megfelelő kapcsolószer alkalmazásával, mint például az adipátok (például a dietil-adipát), vagy szilikon-vegyületek (például szilikon-tetraklorid, dimetil-diklórszilán, metil-diklórszilán vagy gamma-glicidoxi-propil-trimetoxiszilán), vagy a di- vagy trivinilbenzol oligomerizációjával előállított mag (nucleus) alkalmazásával. Más kapcsolószerek választhatók a poliepoxidok között, mint például az epoxidált lenmagolaj, vagy epoxidált biszfenolok (például a biszfenol A diglicidil-étere), poliizocianátok (például a benzo-1,2,4-triizocianát), poliketonátok (például a hexán-1,3,6-trion), polianhidridek vagy polihaliogenidek (például a dibrómetán) és hasonlóak.

Kapcsolószerek alkalmazásával az összekapcsolatlan diblokk-kopolimer maradványai maradnak vissza a végtermékben. Erre a maradékra „diblokk-tartalom”-ként hivatkozunk. Ahol a blokk-kopolimert olyan módszeren keresztül állítjuk elő, amely során diblokk-egységet specifikusan nem állítunk elő vagy izolálunk, mint például a teljes szekvenciális előállítás során, ismert, hogy a diblokk-kopolimer végső mennyisége beállítható. A diblokk-tartalom például a 10-25 tömeg% tartományba eshet, és előnyösebben a 15-25 tömeg% tartományba, az elasztomer komponensre számítva.

A blokk-kopolimer hidrogénezése hasonló módon hajtható végre azon hidrogénezési eljárásokhoz, amelyeket az alábbi irodalmi helyeken ismertetnek: US 3.700.748, US 3.663.635, DE 3.401.983, US 5.039.755, US 0.513,272, EP 339.986, EP 434.469, EP 544,304, EP 795.564 és EP 810.231 számú szabadalmi leírások, valamint WO 95/25130 számon közzétett nemzetközi szabadalmi bejelentés. Részleges, szelektív hidrogénezési eljárásokat, amelyek különösen megfelelőek, a következő irodalmi helyen ismertetnek: M.D. Parellada, J.A. Barrio, J.A. Delgado: „Metalloenes: homogeneous catalysts for elastomer hydrogenation”, Rev. R. Acad. Cienc. Exactas, Fis, Nat. Madrid, 87(1), 127-129

(1993); illetve az EP 545.844, EP 584.860, JP 04096904, EP 302.505, JP 08106490 és US 5.925.717 számú szabadalmi leírásokban. Különösen megfelelő az alábbi, társfüggő európai szabadalmi bejelentésben ismertetett módszer: EPA 03.06435.9, bejelentve 2000. július 28-án, amely eljárást ismertet részle-

5 gesen, szelektíven hidrogénezett butadién polimer előállítására, amely nem több, mint 3 mól% (A) 1,2-butadién ismétlődő egységet tartalmaz, és nem több, mint 3 mól% (D) etilén ismétlődő egységet, az összes ismétlődő egység-

10 tartalomra (mól/mól) számítva, amelyben a butadién polimert, amely (A) 1,2-butadién ismétlődő egységet, és (B) 1,4-butadién ismétlődő egységet tartalmaz, hidrogén és egy titán-, cirkónium- és/vagy hafnium-alapú metallocén vegyület,

mint hidrogénező katalizátor, illetve mint kokatalizátor jelenlétében hidrogénez-

zük. Az eljárás során:

- a) a hidrogénező katalizátor r_1/r_2 reakciósebesség aránya nagyobb, mint 5, ahol r_1 és r_2 jelentése az (A) ismétlődő egység, illetve a (B) ismétlődő egység

15 hidrogéneződési sebessége ugyanazon reakciókörülmények között,

- b) a kokatalizátor egy alkálifém-hidrid, amelyet az adott formában adagolunk, vagy *in situ* állítunk elő, és
- c) a konjugált dién hidrogénezését addig hajtjuk végre, amíg az (A) ismét-

lődő egység legalább 97 %-a hidrogéneződik.

20 A összes hidrogénezési eljárásra vonatkozó szabadalmi iratokat referenciaként adjuk meg.

A (B) elasztomer komponens megfelelően a bitumenes készítményben az 1-20 tömeg% tartományba eső mennyiségben van jelen a teljes készítményre számítva, előnyösebben a 6-15 tömeg% tartományba eső mennyiségben.

25 További komponensek:

A bitumenes készítmény adott esetben más alkotórészeket is tartalmazhat, például olyanokat, amelyek a kitűzött végső felhasználáshoz kívánatosak. Így töltőanyagok adagolhatók, például talkum, kalcium-karbonát és korom, vagy más komponensek, mint például gyanták, olajok, stabilizálóanyagok vagy

30 gyulladásgátló anyagok vihetők be. Az ilyen töltőanyagok és más komponensek mennyisége a 0-40 tömeg% tartományba eshet. Természetesen előnyös esetben egyéb polimer módosítók szintén bevihetők a találmány szerinti bitumenes készítménybe.

Például egy vagy több további elastomer adagolása szintén lehetséges a bitumenes készítményhez, mint például a következők közül megválasztottak: poliészterek, poliakrilátok, poliszulfidok, poliszilikonok és poliészteramidok, amelyek elastomeres tulajdonságot mutatnak.

5 Végső felhasználási módok

A jelen találmány szerinti polimer-bitumen blendek hasznos alacsony hőmérsékleti és magas hőmérsékleti tulajdonságai, a javított öregedési ellenállással együttesen lehetővé teszik az ilyen blendek nagymértékben előnyös alkalmazását olyan helyeken, ahol a blendeket külső időjárási körülményeknek tesszük ki, mint például a tetőfedési alkalmazásoknál, például mint tetőfedő le-
10 mez komponensként. A hasznos alacsony és magas hőmérsékleti viszkozitások nemcsak azt jelentik, hogy a polimer-bitumen blendek egyszerűbben kezelhetők, hanem azt is jelenti, hogy nagyobb mennyiségű töltőanyag vihető be, mielőtt a maximálisan megengedhető feldolgozási viszkozitást elérnénk, így ol-
15 csóbb termékekhez vezet azoknál az alkalmazásoknál, ahol töltőanyagokat általában alkalmaznak.

Más alkalmazások, amelyekben a polimerek önmagukban és/vagy a jelen találmány szerinti bitumenes készítményekben alkalmazhatók, az utak, zajcsökkentés, tapadóanyag, tömítő vagy bevonó készítményekben, és/vagy vib-
20 rációt csökkentő készítményekben.

Az alábbi példák a jelen találmány illusztrálását szolgálják.

Elastomerek

Az A összehasonlító polimer egy elágazó láncú SBS típusú polimer, amelynek sztírol-tartalma kb. 30 tömeg%, látszólagos molekulatömege kb. 400.000; vinil-tartalma kb. 44 tömeg%, kapcsolási hatékonysága (gamma-glicidoxi-propil-trimetoxiszilán alkalmazásával) kb. 92 %. Az 1. táblázatban az 1,4-dién ismétlődő egységek vinil-tartalmát és cisz/transz-tartalmát adjuk meg.
25

Az 1-3 polimerek az A polimer hidrogénezett változatai. Az 1 polimer részlegesen, szelektíven hidrogénezett, miáltal az összes vinilcsoportot eltávolítjuk egy titán alapú hidrogénező katalizátor segítségével. A 2 és 3 polimerek összehasonlításra szolgálnak és olyan hidrogénezett polimereket illusztrálnak, amelyekben a dién ismétlődő egységek (nem szelektíven) hidrogénezettek 30 mól%-ig (egy nikkel alapú hidrogénező katalizátor alkalmazásával) vagy
30

70 mól%-ig (egy kobalt alapú hidrogénező katalizátor alkalmazásával). A tulajdonságait szintén az 1. táblázatban ismertetjük.

Az összehasonlításra alkalmazott B polimer egy elágazó láncú SBS típusú polimer, amelynek sztírol-tartalma kb. 30 tömeg%, látszólagos molekulatömege kb. 380.000, a vinil-tartalma kb. 8 tömeg%, és kapcsolódási hatékonysága (GPTS) kb. 90 %. A 4 polimer részlegesen, szelektíven hidrogénezett változata, míg a C polimer a B polimer megfelelő nagy vinil-tartalmú változata. Ezen polimerek vinil-tartalmát és cisz/transz-tartalmát a 2. táblázatban adjuk meg.

1. táblázat

Polimer	A	1	2	3
Vinil-tartalom (%)	44	0	26	6
Cisz/transz (%)	56	56	43	24

10

2. táblázat

Polimer	B	4	C
Vinil-tartalom (%)	8	0	61
Cisz/transz (%)	92	92	39

Bitumenes készítmények

A fentiekben említett polimereket 12 tömeg%-ban tartalmazó mester keverékeket állítottunk elő egy kereskedelmileg beszerezhető B-180 bitumennel, egy Silveson L4R típusú nagy nyíróhatású keverő alkalmazásával. A bitument 160 °C-ra melegítettük, és ezt követően hozzáadagoltuk a polimert. A blendelés során a hőmérséklet 180 °C-ra emelkedett, amelyet a keverőből származó energia átadás eredményezett. A blendelést ezen hőmérsékleten addig folytattuk, ameddig fluoreszcens mikroszkópiával nyomon követve egy homogén blendet nem kaptunk.

20

Tesztelési módszerek

A töltőanyag nélküli készítmények standard vizsgálatát végeztük el, azaz a penetrációs érték meghatározását 25 °C-on, a lágyuláspont a DIN folyási ellenállás és a hideghajlíthatóság meghatározását.

25

A gélesedési vizsgálatokat (térhálósodás) egy módosított Haake rotoviszkoziméterben végeztük. Ennek megfelelően az előállított készítményből



50 g-ot kevertünk egy horgony alakú lapáttal felszerelt keverőben 300 fordulat/perc sebességgel 200 °C-on, miközben 200 normál l/óra konstans levegő-áramot fuvattunk a minta felületére. A keverő közvetlenül csatlakozik a Haake viszkométer mérőegységéhez, s ily módon a minta viszkozitásában bekövetkező növekedést, ami a gélesedés megindulását jelzi, a Haake nyomaték jelének növekedéseként regisztráltuk. Ez a nyomatékjel a minta viszkozitásának mértéke és addig mértük, amíg egy hirtelen meredek nyomaték növekedést észleltünk, amely azt mutatja, hogy a relatív viszkozitás hirtelen növekszik. Azon órák száma, amit követően ez a meredek viszkozitás növekedés bekövetkezik, a készítmény gélesedési hajlamának mértéke.

A, 1-3. kísérletek

A 12 %-os B-180 bitumen készítmények tipikus működési tulajdonságait az alábbi 3. táblázatban adjuk meg.

3. táblázat

Polimer	A kísérlet A	1. kísérlet 1	2. kísérlet 2	3. kísérlet 3
Penetráció, 25 °C-on (dmm)	45	47	43	42
Lágyuláspont (°C)	129	131	133	142
Folyási ellenállás (°C)	115	115	110	110
Hideghajlíthatóság (°C)	-25	-30	-25	-15

Eredmények

Az 1 készítmény a szelektíven (csak vinil) hidrogénezett SBS-sel készített vegyület működési tulajdonságait mutatja. Az 1 polimert tartalmazó készítmény hideg hajlíthatósága jobb, mint a többi készítményé. Úgy véljük, hogy ez a szelektíven hidrogénezett SBS T_g értékének csökkenésének az eredménye a többi SBS polimer T_g értékéhez viszonyítva. Ráadásul ez a készítmény a lágyulási pont R&B és a folyási ellenállás előnyös együttesét mutatja.

A 2 és 3 készítmény a részlegesen (véletlenszerűen) hidrogénezett SBS polimerekkel előállított vegyületek kezdeti működési tulajdonságait mutatja. Az SBS polimerektől az SEBS polimerekig a (részleges, véletlenszerű) hidrogénezéssel a polimer T_g értéke növekszik, amit a 3 készítmény gyengébb hideg hajlíthatósága mutat. Továbbá, a lágyulási pont R&B, ami a szerkezet szilárdságát

mutatja, növekvő hőmérsékleteknél és rövid terhelési időknél, növekszik, míg a folyási ellenállás, ami a magas hőmérsékleti ellenállást mutatja hosszabb terhelési időknél, gyengébb lesz az SEBS polimer gyengébb kompatibilitása miatt a bitumenben, azaz, hosszabb terhelési időknél a bitumenben jelenlévő aszfalt-
5 ének keresztülfolytak a polimer hálószerkezeten az emelt hőmérsékleteknél, amit a 3 készítmény szintén mutat.

A 2 készítményre vonatkozó eredmények, amely vegyület SBS-t tartalmaz, kisebb mértékben részlegesen hidrogénezetten, az A készítmény és a 3 készítmény közötti eredmények.

10 Továbbá, arra a következtetésre jutottunk, hogy az 1 polimer hasonló működési tulajdonságokat mutat a bitumenben, összevetve azzal, amely a hidrogénezetlen prekursorát tartalmazza, azonban javított hideg hajlíthatósági tulajdonságok mellett.

B, 4, C gélesedési kísérletek (gélesedés)

15 Az A, 1-3 polimerek mellett három további, változó vinil-tartalmú polimert vizsgáltunk a gélesedési hajlamukat tekintve B-180 bitumenben (vesd össze a 2. táblázattal).

A vizsgálatok eredményeit a 4. táblázatban mutatjuk be.

4. táblázat

A 12 % polimer-tartalmú B-180 bitumen gélesedési ideje

Polimer	A	1	2	3	B	4	C
Gélesedésig eltelt idő (óra)	15	>170*	36	>170*	50	88	10

* = kísérlet befejezve – gélesedést nem figyeltünk meg.

5 A C polimer azt igazolja, hogy a magasabb vinil-tartalom gyengébb gélesedési ellenállást eredményez (lásd 1 polimer), míg a 4 polimer azt igazolja, hogy a szelektív hidrogénezés javítja a gélesedéssel szembeni ellenállást (lásd 1 polimer).

10 A 4. táblázatban látható eredmények az 1 és 3 polimer javuló gélesedési ellenállását szintén mutatják, azonban a szelektíven hidrogénezett 1 polimer-tartalmú vegyület működési tulajdonságai lényegesen jobbak, összevetve a részlegesen hidrogénezett 3 polimert tartalmazó vegyületével.

Szabadalmi igénypontok

1. Bitumenes készítmény, amely egy (I) bitumenes komponenst, egy (II) blokk-kopolimert, amely legalább két terminális blokkját tartalmazza egy
5 poli(monovinil aromás szénhidrogén)-nek, és legalább egy blokkját egy poli(konjugált dién)-nek, és adott esetben egy (III) töltőanyagot tartalmaz, ahol a (II) egy részlegesen hidrogénezett blokk-polimer, amely konjugált diénként butadiént tartalmaz, ahol a poli(konjugált dién) blokk a részleges hidrogénezés során kevesebb, mint 3 mól% (A) 1,2-dién ismétlődő egységet tartalmaz, és
10 kevesebb, mint 20 mól%, előnyösen kevesebb, mint 3 mól% (D) etilén ismétlődő egységet tartalmaz, a konjugált dién ismétlődő egységek összes mennyiségére (mól/mól) számítva.

2. Az 1. igénypont szerinti bitumenes készítmény, amelyben a poli(konjugált dién) blokk (A) 1,2-dién ismétlődő egység kezdeti tartalma az
15 5-95 mól% tartományba esik, a konjugált dién ismétlődő egységek összes mennyiségére (mól/mól) számítva.

3. Az 1-2. igénypontok bármelyike szerinti bitumenes készítmény, amely a részleges hidrogénezést követően kevesebb, mint 3 mól% (A) 1,2-dién ismétlődő egységet, és kevesebb, mint 3 mól% (D) etilén ismétlődő egységet
20 tartalmaz, a konjugált dién ismétlődő egységek összes tartalmára (mól/mól) számítva.

4. Az 1-3. igénypontok bármelyike szerinti készítmény, amelyben a poli(konjugált dién) blokk polimerizált konjugált diéneket tartalmaz monomerenként 4-8 szénatommal.

25 5. Az 1-4. igénypontok bármelyike szerinti készítmény, amelyben a poli(monovinil aromás szénhidrogén) blokkok polimerizált sztirolt, o-metil-sztirolt, p-metil-sztirolt, p-(*terc*-butil)-sztirolt, 2,4-dimetil-sztirolt, α -metil-sztirolt, vinil-naftalint, vinil-toluolt, vinil-xilolt, vagy ezek keverékeit tartalmazza.

6. Az 1-5. igénypontok bármelyike szerinti készítmény, amelyben a végső blokk-kopolimer monovinil aromás szénhidrogén-tartalma megfelelően a
30 10-70 % tartományba esik.

7. Az 1-6. igénypontok bármelyike szerinti készítmény, amelyben a monovinil aromás szénhidrogének („A”) polimer blokkjainak látszólagos molekulatömege a 2.000-100.000 tartományba esik, és a konjugált diének („B”) po-

limer blokkjainak látszólagos molekulatömege a 25.000-1.000.000 tartományba esik.

8. Az 1-7. igénypontok bármelyike szerinti készítmény, amelyben a (II) komponens mennyisége az 1-20 tömeg% tartományba esik a készítményre
5 számítva.

9. Az 1-8. igénypontok bármelyike szerinti készítmény alkalmazása tetőfedési alkalmazásokban.

10

A meghatalmazott:

Val
DANUBIA
Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.
Dr. Valyon Józsefné
szabadalmi ügyvivő

ábrák: Ø
fcs