(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2014-0141047
(43) 공개일자 2014년12월10일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08L 95/00 (2006.01) *C08L 91/00* (2006.01)
C08L 53/02 (2006.01) *C10C 3/00* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2013-0062292
(22) 출원일자 2013년05월31일
심사청구일자 없음
기술이전 희망 : 기술양도, 실시권허여, 기술지도

전체 청구항 수 : 총 6 항

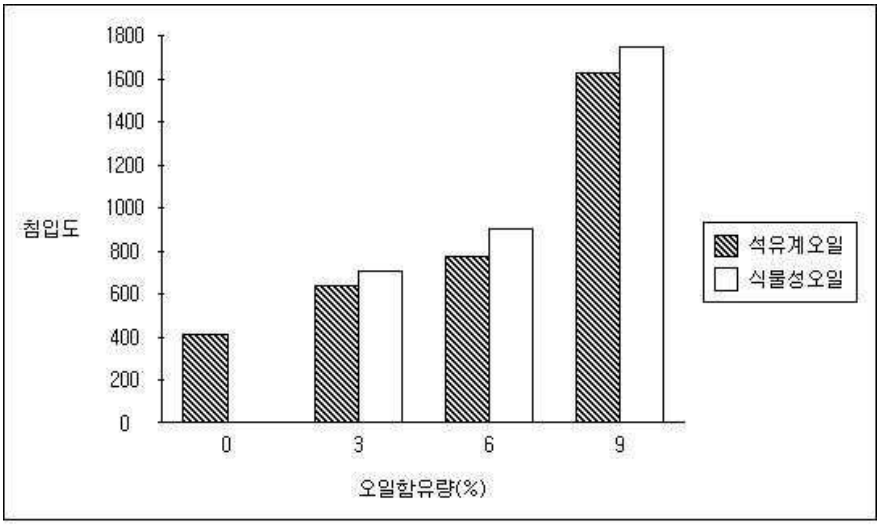
(71) 출원인
경상대학교산학협력단
경상남도 진주시 진주대로 501 (가좌동)
(72) 발명자
김진국
경상남도 사천시 정동면 여옥길 36, 203동 1201호(송보파인빌)
(74) 대리인
특허법인충정

(54) 발명의 명칭 **식물성 오일을 포함하는 개질 아스팔트 및 이의 제조방법**

(57) 요 약

본 발명은 스티렌-부타디엔-스티렌(styren-butadiene-styren, SBS), 폐식물성 오일 정제분 및 가교제로 구성되며, 필요에 따라 폐고무 분말 및/또는 스티렌부타디엔 블록 공중합체/식물성 오일을 포함하는 고분자 개질 아스팔트 및 이의 제조방법에 관한 것이다. 본 발명의 제조방법에 따라 생산된 고분자 개질 아스팔트는 어는점이 낮아 우수한 저온 저항성 효과가 있고, 침입도 및 연화도가 높아 유연성이 좋으며 균열이 적은 효과가 있음이 확인되었다. 따라서, 모든 종류의 아스팔트 포장 특히 추운 지역, 즉, 차량주행 도로, 주차장, 공항포장 및 화물 하적장의 마모층, 표층, 기층 및 보조기층 등의 재료로 광범위하게 사용될 수 있다. 아울러 식물성 오일을 기반으로 하여 자원의 유효 이용 및 생산단가 저감에 기여할 수 있다.

대 표 도 - 도4



이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 2012-0722
부처명 환경부
연구관리전문기관 한국환경기술진흥원
연구사업명 환경융합
연구과제명 (4차년도) 폐식물성 오일 기반 바이오 탄성체의 조제기술 개발
기 여 율 1/1
주관기관 경상대학교 산학협력단
연구기간 2012.06.01 ~ 2013.05.31

특허청구의 범위

청구항 1

1) 아스팔트를 용융시키는 단계;

2) 폐식물성 오일을 상기 아스팔트 용융액에 첨가하여 균질 혼합시키는 단계;

3) 상기 혼합용액에 스티렌-부타디엔-스티렌(SBS)을 첨가한 후 균질혼합 시키는 단계; 및

4) 상기 3)단계의 혼합액에 가교제를 첨가하여 혼합하는 단계를 포함하는 폐식물성 오일로 개질된 고분자 아스팔트의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 폐식물성 오일은 폐식용유인 것을 특징으로 하는 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 가교제는 황 및 인산염인 것을 특징으로 하는 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 2)단계에서 폐고무 분말을 첨가하여 혼합하는 단계를 추가로 포함하는 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 폐식물성 오일이 3 내지 10 중량%, 스티렌-부타디엔-스티렌이 4 내지 8 Phr, 및 가교제가 0.1 내지 1 Phr의 비율로 혼합되는 것을 특징으로 하는 제조방법.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중의 어느 한 항의 방법으로 제조된 고분자 개질 아스팔트.

명 세 서

기 술 분 야

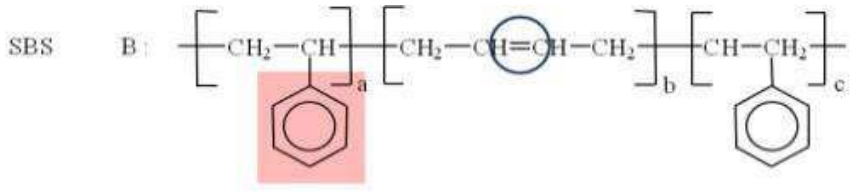
[0001] 본 발명은 식물성 오일로 개질된 고분자 아스팔트에 관한 것으로서, 구체적으로 식물성 오일 및 스티렌-부타디엔-스티렌(styren-butadiene-styren, SBS)을 포함하며 필요에 따라 폐고무 분말 기타 가교제가 포함되는 개질 아스팔트 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 아스팔트는 원유에서 얻어지는 가장 마지막에 나오는 제품으로서 석유를 정제할 때 잔류물로 얻어지는 고체나 반고체의 검은색 또는 흑갈색 탄화수소 화합물이다. 유전에서 천연으로 얻을 수도 있으며 가소성, 접착성, 탄성, 전성 및 전기 절연성 등이 풍부하여 도로포장, 방수, 방습 및 방수시트에 쓰인다. 아스팔트의 화학성분은 아스팔텐(Asphaltenes), 파라핀(Paraffin), 나프탈렌(Naphthene), 방향족성 수지(Aromatic Resin)로 구성되어 있다. 그러나 환경 조건에 따라 아스팔트에 균열이 일어나는 경우가 있어, 상기 아스팔트가 사용된 포장도로 및 방수시트 이용 시 그 역할을 제대로 하지 못할 때도 있다. 특히 추운 지방에서는 여름과 겨울의 기온 차이

때문에 아스팔트의 균열이 더욱 빈번하게 발생한다.

[0003] 이에 따라 최근 개질 아스팔트를 개발하여 저온에서 균열 저항성을 높이려는 연구가 활발히 진행되고 있다. 종래 고무 개질 아스팔트의 개발은 Tg(glass transition temprature, 유리전이온도)가 낮은 특성이 있는 고무분말(특히 폐타이어분말)에 아스팔트를 포함하는 것으로, 이는 저온에서 균열을 방지하고자 하는 원리로 개발되었다. 다른 방법인 고분자 개질 아스팔트는 아스팔트에 고분자와 가교제를 혼합하여 만드는데, 여기에 주로 스티렌-부타디엔-스티렌(styren-butadiene-styren, SBS)이 사용된다. SBS는 스티렌과 부타디엔의 공중합체로서 아래와 같은 화학구조를 갖는다.

[0004] 

[0005] SBS는 두 개의 Tg를 갖는데, 스티렌의 Tg는 90~100℃이고, 부타디엔의 Tg는 -100 ~ -50℃이다. SBS는 저온 굴곡성이 좋은 특성이 있어서 SBS개질 아스팔트는 지금까지 개발된 고분자 개질 아스팔트 중 가장 우수한 것으로 평가되며, 특히 저온에서 우수한 균열 저항성을 나타낸다. 그러나 사용온도가 -30 ~ 70℃ 정도로 제한되어 있고, -40℃ 이하의 조건에서는 균열이 발생하는 단점이 있다.

[0006] 이러한 문제점을 해결하기 위해서는 개질 아스팔트를 더욱 유연하게 만들 필요가 있다. 이에 본 발명자들은 개질 아스팔트를 유연하게 하기 위하여 식물성 오일을 이용하는 방법을 착안하게 되었고, 실험을 통하여 오일의 특성이 아스팔트에 흡입됨으로써 아스팔트의 유연성 및 저온 저항성이 높아질 수 있다는 사실을 확인한 후 본 발명을 완성하게 되었다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 따라서 본 발명은 오일 성분을 포함하여 유연성이 향상된 고분자 개질 아스팔트를 제공하는 것을 목적으로 한다. 또한 본 발명의 다른 목적은 상기 고분자 개질 아스팔트를 제조하는 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0008] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은, 3 내지 10 중량%의 식물성 오일; 4 내지 8 Phr (parts per hundred)의 스티렌-부타디엔-스티렌(styren-butadiene-styren, SBS); 및 0.1 내지 1 Phr의 가교제를 포함하는 고분자 개질 아스팔트를 제공한다.

[0009] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 식물성 오일은 폐식용유가 될 수 있다.

[0010] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 고분자 개질 아스팔트는 2 내지 5 Phr의 폐고무 분말을 추가로 포함할 수 있다.

[0011] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 폐고무 분말은 폐타이어 분말, 폐EPDM 분말, 폐타이어 등 고무제품의 폐기물을 분쇄하여 분말화 한 고무로 구성된 그룹에서 선택될 수 있다.

[0012] 또한, 본 발명은 폐식물성 오일로 개질된 고분자 아스팔트의 제조방법을 제공한다. 본 발명의 아스팔트 제조방법은, 1) 아스팔트를 용융시키는 단계; 2) 폐식물성 오일을 상기 아스팔트 용융액에 첨가하여 균질 혼합시키는 단계; 3) 상기 혼합용액에 스티렌-부타디엔-스티렌(SBS)을 첨가한 후 균질혼합 시키는 단계; 및 4) 상기 3)단계의 혼합액에 가교제를 첨가하여 혼합하는 단계를 포함한다.

[0013] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 폐식물성 오일은 폐식용유일 수 있다.

[0014] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 가교제는 황 및 인산염일 수 있다.

[0015] 본 발명의 일실시예에 있어서, 본 발명의 방법은 상기 2)단계에서 폐고무 분말을 첨가하여 혼합하는 단계를 추가로 포함할 수 있다.

[0016] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 본 발명의 방법에서 상기 폐식물성 오일이 3 내지 10 중량%, 스티렌-부타디엔-스티렌이 4 내지 8 Phr, 및 가교제가 0.1 내지 1 Phr의 비율로 혼합될 수 있다.

[0017] 본 발명의 일실시예에 있어서, 본 발명의 제조방법은 상기 2) 및 3) 단계와 함께 또는 이를 대체하여 SBS가 커플링 된 오일을 혼합하는 단계를 포함할 수 있다.

[0018] 또한, 본 발명은 상기 본 발명의 제조방법으로 제조된 고분자 개질 아스팔트를 제공한다.

발명의 효과

[0019] 본 발명의 제조방법에 따라 생산된 고분자 개질 아스팔트는 어는점(Tg)이 낮아 우수한 저온 저항성 효과가 있고, 침입도 및 연화도가 높아 유연성이 좋으며 균열이 적은 효과가 있음이 확인되었다. 따라서, 모든 종류의 아스팔트 포장, 즉, 차량주행 도로, 주차장, 공항포장 및 화물 하적장의 마모층, 표층, 기층 및 보조기층 등의 재료로 광범위하게 사용될 수 있다. 아울러 폐식물성 오일을 기반으로 하여 자원의 유효 이용 및 생산단가 저감에 기여할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0020] 도 1은 본 발명의 일실시예에서 사용된 식물성 오일의 분자량을 겔 침투 크로마토그래피(Gel Permeation Chromatography, GPC)로 분석한 결과이다.

도 2는 본 발명의 일실시예에서 사용된 식물성 오일의 화학 구조를 푸리에변환 적외 분광법(Fourier Transform Infrared Spectrometry, FTIR)으로 분석한 결과이다.

도 3은 오일 함유량 변화에 따른 고분자 개질 아스팔트의 연화 온도 변화를 나타낸 그래프이다.

도 4는 오일 함유량 변화에 따른 고분자 개질 아스팔트의 침입도 변화를 나타낸 그래프이다.

도 5는 SBS와 오일이 결합된 것을 확인한 NMR(핵자기공명분광법) 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0021] 본 발명은 아스팔트의 구성 성분과 오일 성분을 혼합하여, 유연성이 좋고 균열이 적은 고분자 개질 아스팔트를 제조하는 방법 및 이로부터 생산된 개질 아스팔트에 관한 것이다. 본 발명의 제조방법은 다음의 단계를 포함한다.

[0022] 1) 아스팔트를 용융시키는 단계: 용융 온도는 160℃ ~ 180℃, 용융시간은 20 ~ 40분이다. 균질 혼합을 위하여 아스팔트의 분해(degradation)를 막기 위해 high shear mixer(고전단혼합기)를 써서 3000 ~ 4000 RPM으로 혼합시켰다.

[0023] 2) 식물성 오일을 상기 아스팔트 용융액에 첨가하여 균질 혼합시키는 단계

[0024] 3) 상기 혼합용액에 스티렌-부타디엔-스티렌(SBS)을 첨가한 후 균질혼합 시키는 단계: 180℃ ~ 190℃에서 혼합한다. 이 단계에서 필요에 따라 스티렌-부타디엔-스티렌(SBS)과 오일의 결합체 또는 폐고무를 첨가할 수 있다.

[0025] 4) 상기 3)단계의 혼합액에 가교제를 첨가하여 혼합하는 단계: 황 0.1 ~0.2 Phr 및 인산염 0.2 ~ 0.8 Phr을 넣어서 혼합시킨다.

[0026] 5) high shear Mixer(고전단혼합기) 에서 normal Mixer(혼합기) 로 혼합용액을 옮긴 후 150℃ ~ 160℃, 400RPM으로 3시간 ~ 4시간 혼합하는 완성단계.

[0027] 본 발명의 일실시예에서, 상기 스티렌-부타디엔-스티렌은, n-헥산, n-헵탄, iso-옥탄, 시클로헥산 및 메틸시클로펜탄 중에서 선택되는 탄화수소 용매를 35 ~ 45℃로 가열하는 단계; 상기 가열된 용매에 사용될 전체 스티렌 모노머 량 중 30 내지 70 중량%를 투여하는 단계; 상기 스티렌 모노머가 투여된 용매에 개시제를 투여하고 이어 부타디엔 모노머를 투여하는 단계; 및 상기 부타디엔 모노머가 투여된 용매에 나머지 스티렌 모노머 30 내지 70 중량%를 투여하는 단계를 포함하는 제조방법으로 제조될 수 있다.

[0028] 본 발명의 일실시예에서, 본 발명에 사용되는 오일은 식물성 오일이며, 예를 들어, 카놀라유, 옥수수유, 목화씨유, 아마씨유, 올리브유, 평지씨유, 대두유 및 해바라기유로 이루어지는 군으로부터 선택될 수 있으나, 이에 한

정되는 것은 아니다. 또한 상기 식물성 오일의 폐식물성 오일도 사용될 수 있다.

[0029] 본 발명에 따른 제조방법에 있어서, 상기 3)단계에서 SBS와 식물성 오일은 커플링 반응으로 연결될 수 있다. 본 발명의 일실시예에서, 상기 SBS 중합체와 식물성 오일은 몰비(molar ratio)를 기준으로 1 : 0.2 ~ 3의 혼합비율로 혼합될 수 있으며, 바람직하게는 1 : 0.5 ~ 2, 보다 바람직하게는 1 : 0.7 ~ 1.2의 몰비로 혼합될 수 있다. 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 커플링 반응 단계는 25~55℃의 온도에서 30~140분 동안 수행될 수 있으며, 바람직하게는 35~45℃의 온도에서 60~120분 동안, 보다 더 바람직하게는 38~40℃의 온도에서 80~100분 동안 수행될 수 있다.

[0030] 한편, 본 발명에 따른 제조방법은, 상기 커플링 반응 후 황(S) 및 인산염을 혼합하여 가황하는 단계를 더 포함할 수 있다. 상기 가황처리를 통하여 고분자개질 아스팔트의 단점인 아스팔트와 SBS의 분리를 방지할 수 있고, 또한 탄성을 유지하는 온도 범위가 넓어질 수 있다. 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 가황시 온도는 140 내지 220℃가 바람직하며, 보다 바람직한 온도는 170℃ 내지 180℃이다. 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 스티렌-부타디엔-스티렌에 황(S) 0.2 Phr(parts per hundred)을 넣어 가교시킬 수 있다. 인산염은 0.1 ~ 1Phr을 첨가하는 것이 바람직한다. 황이 0.2 Phr 보다 낮을 경우 SBS와 미가교되고, 0.2 중량% 보다 높을 경우 과가교가 형성될 수 있다.

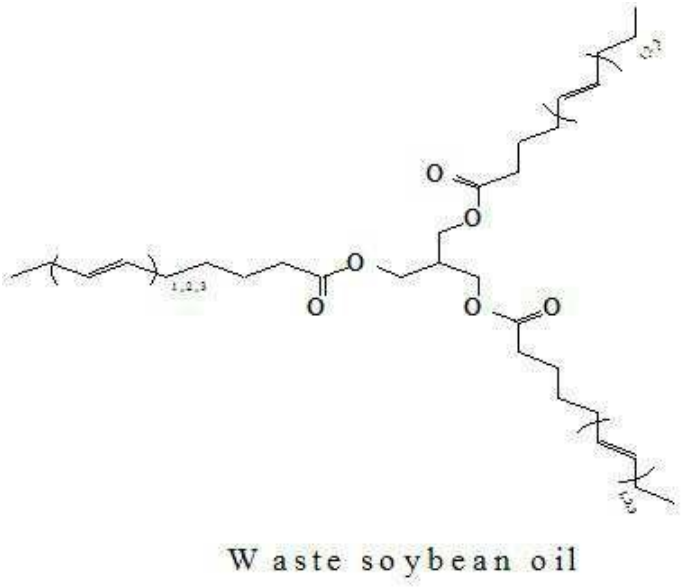
[0031] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시예는 오로지 본 발명을 예시하기 위한 것으로서, 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 제한되는 것으로 해석되지 않는 것은 당 업계에서 통상의 지식을 가진 자에게 있어서 자명할 것이다.

[0032] **<실시예 1>**

[0033] **본 발명의 식물성 오일의 특성 분석**

[0034] 본 발명의 실시예에서는 식물성 오일로 폐식용유를 사용하였다. 본 발명에 사용된 폐식용유의 특성을 분석하기 위하여, 겔 침투 크로마토그래피(Gel Permeation Chromatography, GPC) 및 푸리에변환 적외분광(Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR)을 실시하였다. GPC 테스트로 오일의 분자량을 측정하였으며, FTIR 테스트로 식물성 오일의 구조를 확인하였다.

[0035] 그 결과, 식물성 오일의 분자량은 860이었고(도 1), 화학구조는 아래 화학식과 같았다.

[0036] 

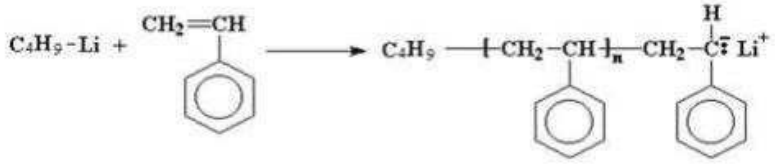
Waste soybean oil

[0037] **<실시예 2>**

[0038] **SBS 공중합체 및 식물성 오일의 음이온 중합반응**

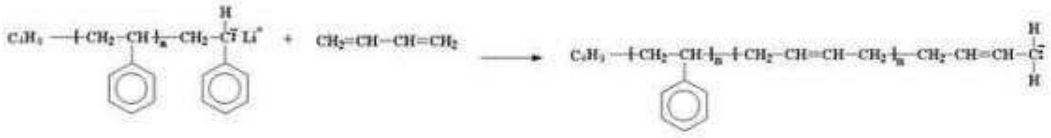
[0039] 시클로헥산을 용매로 하고 n-부틸리튬을 개시제로 하며 개시온도는 40℃에서 시작하였다. 시클로헥산 380 ml를 40℃로 가열하고 가열된 시클로헥산에 스티렌 모노머 25 ml를 투여하고, n-부틸리튬 3 ml, 부타디엔 모노머 70g 순으로 투여하였다. 상기 부타디엔 모노머가 투여된 용매에 스티렌 모노머 25 ml를 투여하여 스티렌-부타디엔-스티렌(SBS) 블록 공중합체를 제조하였다. 상기에서 제조된 SBS 블록 공중합체에 폐대두유 3 g을 주입하여 커플링 반응시키고 반응이 끝나면 반응 종결제로 메틸알코올 5 ml를 주입하여 반응을 종결시켰다. 상기 반응 과정의 반응식은 다음과 같다:

[0040] 반응식 1 : Styrene과 n-Butyl Lithium의 반응



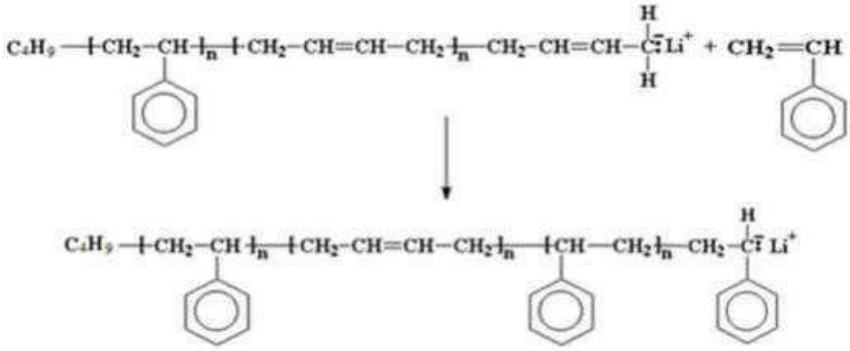
[0041]

[0042] 반응식 2 : Styrene-Butadiene diblock copolymer 형성



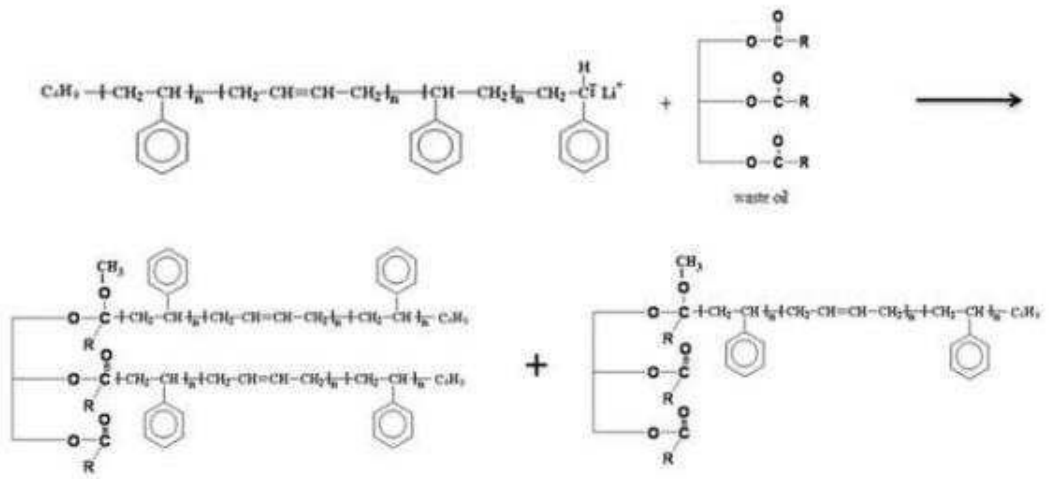
[0043]

[0044] 반응식 3 : Styrene-Butadiene-Styrene triblock copolymer 형성



[0045]

[0046] 반응식 4 : Styrene-Butadiene-Styrene과 폐식물성 오일의 커플링



[0047]

[0048] **<실시예 3>**

[0049] **본 발명의 고분자 개질 아스팔트의 제조 및 특성 평가**

[0050] **<3-1> 고분자 개질 아스팔트의 제조**

[0051] 다음의 단계에 따라 본 발명의 개질 아스팔트를 제조하였다.

[0052] 1) 아스팔트를 용융 시키는 단계로서 high shear Mixer(고전단혼합기)에서 3,000RPM, 180℃로 30분간 용융시켰다.

[0053] 2) 상기 혼합용액에 스티렌-부타디엔-스티렌(SBS)을 첨가한 후 190℃에서 3,000RPM으로 5분간 혼합시켜 균질화했다. 이때 high shear Mixer(고전단혼합기)는 SBS를 균질화 시키는데 필요한 Mixer이다. 균질화의 시간이 오래되면 아스팔트가 노화되어 물성이 떨어진다. 또한 혼합시간이 짧으면 균질화가 안되어 SBS와 아스팔트가 분리된다.

[0054] 3) 인산염 0.25 ~ 0.75 Phr, S(황) 0.1 ~ 0.2 Phr을 첨가하여 40분간 3,000RPM으로 혼합시켰다. 인산염은 아스팔트를 경화시키고 황은 SBS를 경화시켜 침전 및 분리가 일어나는 현상을 방지한다.

[0055] 4) 상기 혼합용액을 normal Mixer(혼합기)로 옮긴 후 150℃로 400RPM으로 3시간 동안 혼합하여 개질 아스팔트를 완성시켰다.

[0056] **<3-2> 오일 종류 및 함량에 따른 아스팔트의 특성 평가**

[0057] 식물성 오일 또는 SBS(스티렌-부타디엔-스티렌) 블록공중합체와 결합된 식물성오일(또는 폐식물성 오일)이 개질 아스팔트에 미치는 영향을 평가하기 위하여, 상기 <3-1>의 방법으로 제조된 개질 아스팔트에 대하여 연화(Softing) 온도와 침입도를 측정하였다. 대조군은 석유계 오일(LP)을 사용하였고, 식물성 오일은 폐식용유를 사용하였다.

[0058] 상기 측정은 표준 시험방법에 따라 수행하였다. 즉, 침입도는 종이컵에 혼합용액을 옮긴 다음 침입 측정기로 측정하였으며, 침입도계에 있어 보통 25℃, 하중 100g의 바늘이 5초간 시료에 관입하는 깊이를 mm단위로 측정하여 그 수의 10배로 표시하였다. 침입도는 아스팔트의 등급을 나타낸다. 또한, 연화점 측정방법은 다음과 같다. 혼합용액을 실린더 모양의 튜브 속에 넣고 163℃의 오븐 속에 넣어 48시간과 72시간 후에 꺼낸 후 25℃로 냉각시켰다. (upper와 bottom) 두 부분으로 튜브를 자른 후 이를 다시 오븐에 넣고 용융시킨다. 용융된 혼합용액을 원형판에 넣는다. 혼합막이 담겨진 원형판을 Oil bath에 넣는다. 혼합용액 위에 금속구(steel ball)를 넣고 Oil bath의 온도를 올리면서 금속구가 내려갈 때의 온도를 측정하였다.

[0059] 그 결과, 연화점은 오일함유량(0 중량%, 3 중량%, 6 중량%, 9 중량%)이 증가할수록 감소하였고(도 3), 침입도는 오일함유량이 증가할수록 증가하였다(도 4). 위 결과들을 종합하여, 식물성 오일 함량이 3%일 때 고분자 개질 아스팔트의 특성이 가장 우수할 것이라고 예상하였다. 왜냐하면 폐식용유와 파라핀계 석유오일 모두 오일 함유량이 증가할수록 침입도의 값이 증가하는 것으로 보아 오일 함량이 가장 낮은 3% 일 때 아스팔트 포장의 rutting 현상을 방지하는 효과가 가장 클 것이기 때문이다.

[0060] **<3-3> SBS 함량에 따른 아스팔트의 특성 평가**

[0061] 상기 실시예 <3-2>에 따라, 오일함량이 3%일 때 아스팔트가 가장 우수한 특성을 갖는다고 판단되어, 3%의 오일과 함께 SBS의 함량을 3~6Phr로 변화시키면서 아스팔트의 연화점을 측정하였다. 대조군으로 파라핀계 석유 오일을 사용하였고, 식물성 오일은 폐식용유를 사용하였다.

[0062] 그 결과, SBS의 혼합량이 증가할수록 연화점은 높아졌다(표 1). upper 연화점과 botton 연화점의 차이가 적을수록 SBS와 아스팔트의 분리가 적게 발생한다는 것을 의미한다. 본 실험에서 72시간 후의 결과를 분석하여 보면 파라핀계 오일을 사용한 경우 5Phr SBS를 혼합한 경우의 결과가 양호하였으나 식물성오일 사용 아스팔트의 경우에는 3Phr의 경우만이 비교적 괜찮은 결과를 나타냈다. 그러나 고분자 개질 아스팔트에서는 저온특성을 위하여 SBS 5Phr을 측정하였다.

표 1

[0063] 파라핀계 석유 오일을 함유한 개질 아스팔트의 SBS 함량에 따른 연화점

3%LP-65/SBS content함유량	연화점Softing point(48 h upper section) 163℃	연화점Softing point(48 h bottom section)	연화점Softing point(72h upper section)	연화점Softing point(72h bottom section)
3Phr SBS	48℃	44.5℃	47℃	45.6℃
4Phr SBS	53℃	47.1℃	51℃	48℃
5Phr SBS	63.2℃	52.8℃	62.8℃	60℃
6Phr SBS	66℃	52.5℃	72℃	50℃

[0064] (Phr: 아스팔트와 Oil의 혼합체를 100으로 볼 때 혼합량)

표 2

[0065] 식물성 오일(폐식용유)을 함유한 개질 아스팔트의 SBS 함량에 따른 연화점

3%Food oil/SBS content함유량	연화점Softing point(48 h upper section) 163℃	연화점Softing point(48 h bottom section)	연화점Softing point(72h upper section)	연화점Softing point(72h bottom section)
3Phr SBS	42℃	43℃	44℃	45℃
4Phr SBS	48℃	48℃	53℃	46.5℃
5Phr SBS	54℃	49℃	63℃	47℃
6Phr SBS	60℃	49℃	75℃	45℃

[0066] **<실시예 4>**

[0067] **SBS 가교에 따른 개질 아스팔트의 특성 분석**

[0068] SBS 고분자를 가교시켜 개질 고분자 아스팔트를 제조하였다.

[0069] 아스팔트 94 중량%, 오일 6%로 이의 혼합체를 100%로 하여, SBS 5 Phr, 황(sulfur) 0.2 Phr 및 인산염 0.25Phr ~ 0.75Phr을 혼합하였다. 3% 오일 사용 시 침입도에서는 가장 좋은 결과를 나타내었으나 저온 특성 아스팔트를 생각하면 오일 함유량이 6%에서 가장 적정한 것으로 생각되어 본 실험에서는 6%로 실시하였다. 오일은 대조군으로 파라핀계 오일과 납탄계 오일을 사용하였고, 식물성 오일은 폐식식용유를 사용하였다.

[0070] 상기 재료를 사용하여 앞에서 설명한 제조방법에 따라 개질 고분자 아스팔트를 제조하였다. 가교제로는 황 0.2Phr과 인산염 0.25Phr~0.75Phr를 변화시키면서 180℃에서 40분 동안 가교시켰다.

[0071] 상기 오일들을 각각 첨가하여 제조한 아스팔트의 침입도, 연화점 및 유동점(pour point)를 측정하였다. 그 결과 식용유, 파라핀계 오일, 납탄계 오일의 순으로 침투도가 높았다(표 3). 또한, 유동점(pour point) 역시 식용유(-37℃), 파라핀계 오일(-35℃), 납탄계 오일(-30℃)의 순으로 나타났다. 따라서 식용유를 첨가할 때 아스팔트가 가장 부드러운 것을 알 수 있다.

표 3

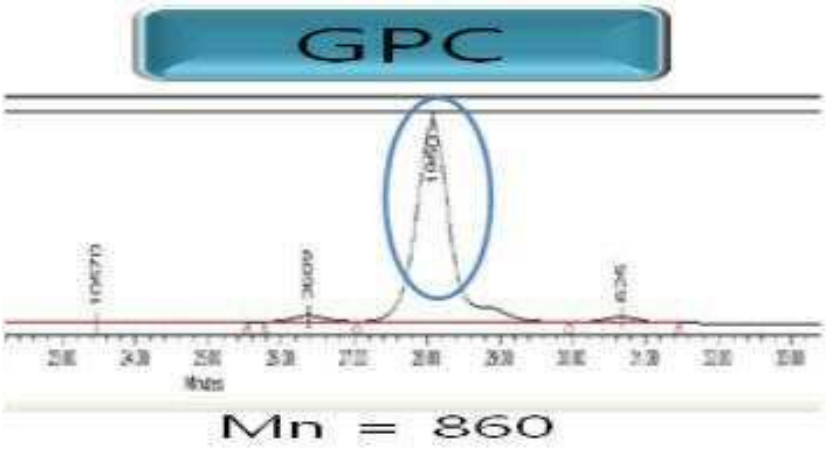
[0072]

Sample	penetration(20℃)	softing point(72h upper section)	softing point(72h bottom section)
LP(파라핀계석유오일)	1194	63.5	63.5
식용유	1307	58	56
n-oil(납탄계석유오일)	577	67.8	66

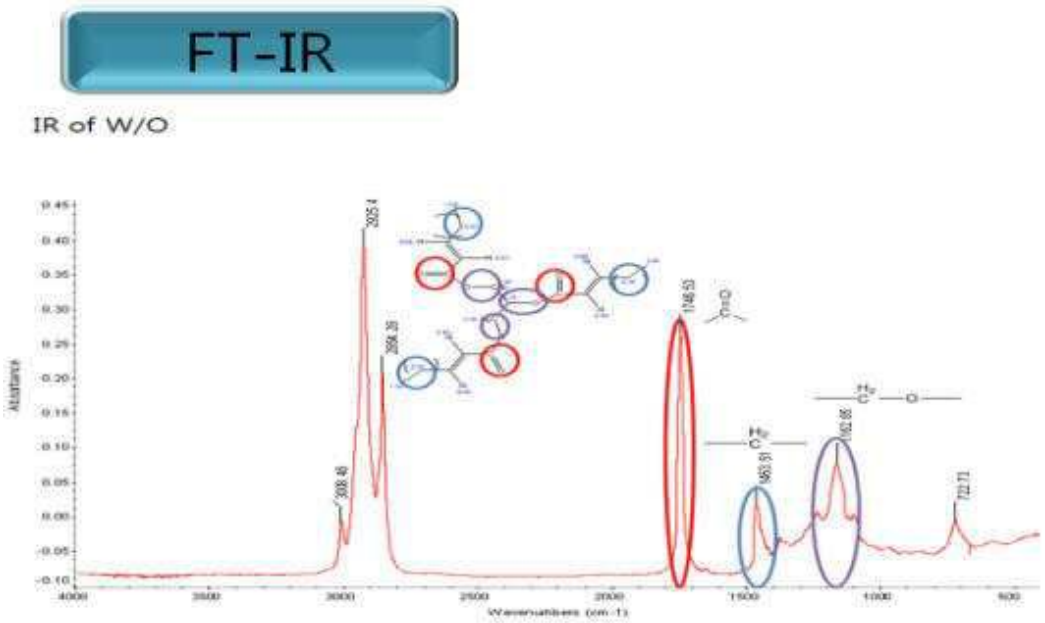
[0073] 이제까지 본 발명에 대하여 그 바람직한 실시예들을 중심으로 살펴보았다. 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명이 본 발명의 본질적인 특성에서 벗어나지 않는 범위에서 변형된 형태로 구현될 수 있음을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 개시된 실시예들은 한정적인 관점이 아니라 설명적인 관점에서 고려되어야 한다. 본 발명의 범위는 전술한 설명이 아니라 특허청구범위에 나타나 있으며, 그와 동등한 범위 내에 있는 모든 차이점은 본 발명에 포함된 것으로 해석되어야 할 것이다.

도면

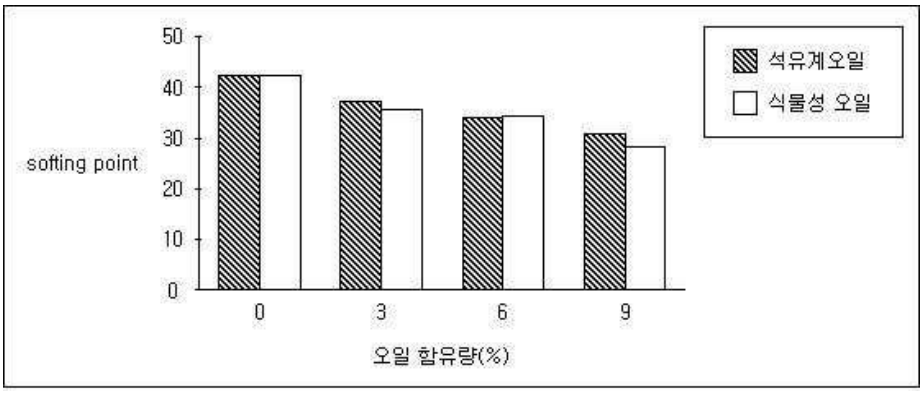
도면1



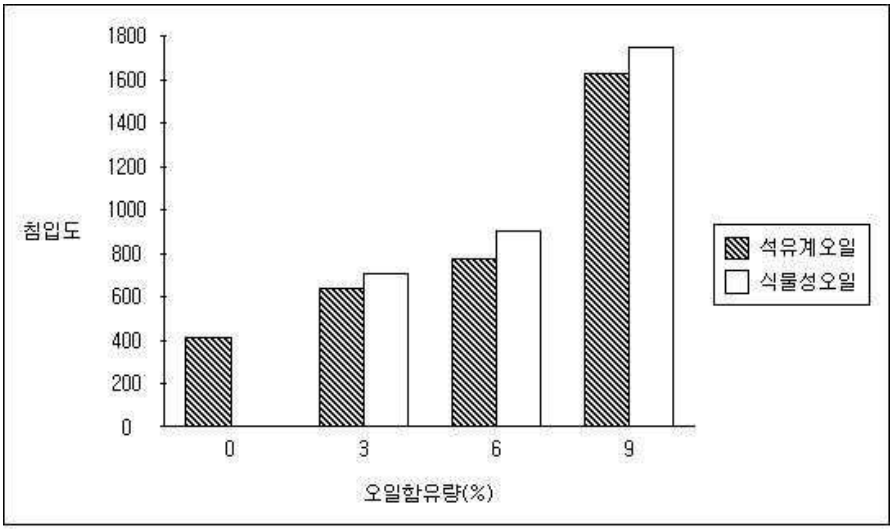
도면2


FT-IR
IR of W/O

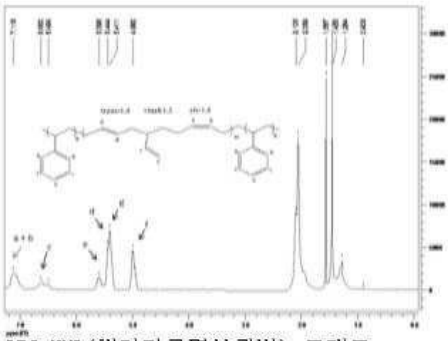
도면3


50
40
30
20
10
0
softing point
0
3
6
9
오일 함유량(%)
석유계오일
식물성 오일

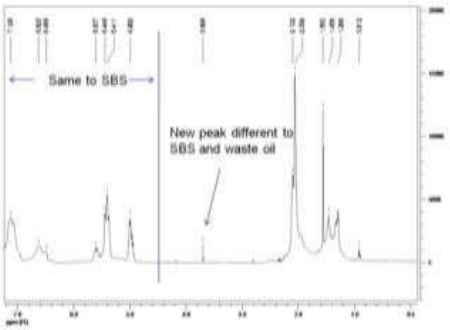
도면4


1800
1600
1400
1200
1000
800
600
400
200
0
침입도
0
3
6
9
오일함유량(%)
석유계오일
식물성오일

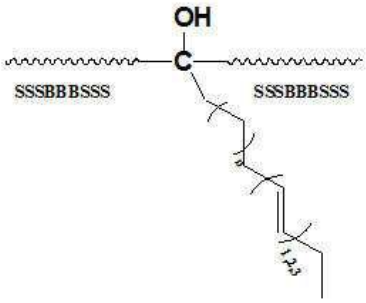
도면5



SBS NMR(핵자기공명분광법) 그래프



SBS/Oil NMR



SBS/Oil 화학구조식