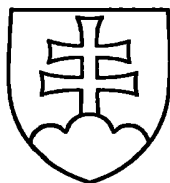


SLOVENSKÁ REPUBLIKA

(19) **SK**



ÚRAD
PRIEMYSELNÉHO
VLASTNÍCTVA
SLOVENSKEJ REPUBLIKY

ZVEREJNENÁ PRIHLÁŠKA VYNÁLEZU

- (22) Dátum podania: 20.04.98
(31) Číslo prioritnej prihlášky: 97302702.2
(32) Dátum priority: 21.04.97
(33) Krajina priority: EP
(40) Dátum zverejnenia: 10.04.2000
(86) Číslo PCT: PCT/EP98/02362, 20.04.98

(21) Číslo dokumentu:

1288-99

(13) Druh dokumentu: A3

(51) Int. Cl.⁷:

**C 08L 95/00,
E 01C 7/18
// (C 08L 95/00,
C 08L 95:00)**

(71) Prihlasovateľ: SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ B. V., The Hague, NL;

(72) Pôvodca vynálezu: Hendriks Henricus Engelbertus Johannes, zosnulý, Amsterdam, NL;
Stoker Dirk Adriaan, Amsterdam, NL;

(74) Zástupca: Žovicová Viera, Mgr., Bratislava, SK;

(54) Názov prihlášky vynálezu: Spôsob prípravy asfaltovej kompozície

(57) Anotácia:
Postup prípravy hubovitej asfaltovej kompozície prida-
ním veľmi tvrdého spojivového komponentu do zmesi
neemulgovaného veľmi mäkkého spojivového kompo-
nentu a kameniva pri teplote nižšej ako 140 °C, pričom
oba komponenty sú bitúmenové.

Postup na prípravu asfaltovej kompozície

Oblasť techniky

Predložený vynález sa týka postupu na prípravu asfaltovej kompozície.

Teplota, pri ktorej sa bitúmen mieša s kamenivom za vzniku asfaltovej kompozície pripravenej na použitie na cestách, je bežne v rozmedzí 140 až 170 °C, hoci niektoré dokumenty, napr. US 3,832,200 hlásajú, že by sa mali aplikovať ešte vyššie teploty.

Keďže je dnes veľmi dobre známe, že také horúce bitúmeny môžu vytvárať potenciálne zdravotné, bezpečnostné a environmentálne riziká, veľa snáh sa v tejto oblasti techniky zameriava na vývoj asfaltových kompozícií, s ktorými možno manipulovať pri nižších teplotách.

Doterajší stav techniky

V tomto ohľade možno uviesť aplikáciu bitúmenových emulzií, ktoré sa pripravujú zmiešaním horúceho bitúmenu s vodným emulgačným roztokom. Tieto bitúmenové emulzie sa dajú bežne miešať s kamenivom pri teplote oveľa nižšej ako 140 °C, pri ktorej sú vyššie uvedené riziká pod oveľa lepšou kontrolou. Asfaltové kompozície s relatívne vysokým obsahom dutiniek, takzvaný hubovitý asfalt, majú výhodu, že sú vysoko priepustné pre vodu. To znamená, že po jeho použití sa voda dostane z povrchu cesty oveľa rýchlejšie. Nevýhodou vysokého obsahu dutiniek je, že hubovitý asfalt pomerne ľahko stráca hrubé kamenivo z povrchu cesty s dôsledkom takzvaného rozožierania povrchu cesty. Ďalej má tendenciu ľahšie strácať internú kohéziu, čo nakoniec povedie ku kolapsu materiálu a nedostatku internej stability, čo je často viditeľné ako deformácia povrchu cesty, t.j. vytváranie koľají. Pevnosť týchto asfaltov sa navyše vyvíja len pomaly.

DE-E-4308567 sa týka prípravy asfaltových kompozícií vo všeobecnosti zmiešaním menšieho čiastočného množstva B200 s penetráciou 200 dmm

s kamennou drvinou a voliteľne pieskom a plniacimi komponentmi a potom s väčším čiastočným množstvom B65 s penetráciou 65 dmm.

Podstata vynálezu

Prekvapujúco sa teraz zistilo, že možno pripraviť kompozície hubovitého asfaltu s dobrou rezistenciou voči rozožieraniu a s dobrou odolnosťou proti vytváraniu kofaj a únave tým, že sa pridá tvrdý spojivový komponent s penetráciou menej ako 50 dmm do zmesi neemulgovaného mäkkého spojivového komponentu s viskozitou menej ako 300 mPa.s (pri 100 °C) a kameniva pri pomerne nízkej teplote.

US-A-5,114,483, US-A-4,762,565 a EP-A-589,740 sa týkajú prípravy asfaltu pomocou emulzie mäkkého spojivového komponentu a emulzie tvrdého spojivového komponentu. Postup podľa predloženého vynálezu má výhodu, že nie je potrebné pripravovať emulziu mäkkého spojivového komponentu.

Predložený vynález sa teda týka postupu prípravy kompozície hubovitého asfaltu obsahujúceho pridanie tvrdého spojivového komponentu s penetráciou menej ako 50 dmm do zmesi neemulgovaného mäkkého spojivového komponentu s viskozitou menej ako 300 mPa.s (pri 100 °C) a kameniva pri teplote nižšej ako 140 °C. Použitá teplota je s výhodou nižšia ako 100 °C.

Tvrdý spojivový komponent sa do zmesi s výhodou pridáva ako prášok. V tom prípade možno tvrdý spojivový komponent s veľkou výhodou pridať do zmesi pri teplote nižšej ako 50 °C, s výhodou pri teplote okolia. Ak sa tvrdý spojivový komponent používa ako emulzia (alebo suspenzia), emulzia (alebo suspenzia) s výhodou obsahuje menej ako 50 % hmotnostných vody, s výhodou menej ako 40 % hmotnostných. V tom prípade možno tvrdý spojivový komponent vhodne pridať do zmesi s teplotou nižšou ako 100 °C, s výhodou pri teplote v intervale od teploty prostredia do 80 °C. Keď sa používa emulzia, touto emulziou môže byť katiónová, aniónová alebo neiónová emulzia.

Mäkký spojivový komponent možno s výhodou pridať do kameniva pri pomerne nízkej teplote, t.j. pri teplote nižšej ako 120 °C.

Mäkký spojivový komponent sa vhodne pridáva do kameniva pri teplote najmenej 70 °C, s výhodou pri teplote v intervale od 80 do 115 °C, s väčšou výhodou v intervale od 85 do 110 °C.

V kontexte predloženého vynálezu je tvrdý spojivový komponent definovaný ako spojivový komponent s penetráciou (PEN) menej ako 50 dmm (podľa merania ASTM D 5 pri 25 °C). Tvrdý spojivový komponent má s výhodou penetráciu menej ako 10 dmm a bod mäknutia menej ako 100 °C (podľa merania ASTM D 36), s výhodou menej ako 89 °C.

V kontexte predloženého vynálezu je mäkký spojivový komponent definovaný ako spojivový komponent s viskozitou (podľa určenia ASTM D 2171 pri 100 °C) menej ako 300 mPa.s, s výhodou menej ako 270 mPa.s, s najväčšou výhodou menej ako 200 mPa.s (podľa určenia ASTM 2171 pri 100 °C).

Mäkký a tvrdý spojivový komponent sú s výhodou bitúmenové komponenty. V ďalšom vhodnom uskutočnení predloženého vynálezu je však tvrdým spojivovým komponentom živica, napríklad kumarón-indénová živica, a mäkký spojivový komponent je nízkoviskózný komponent (fluxovadlo). Živicou môže byť ktorákoľvek z modifikovaných živíc opísaných v EP-B-0330281, ktorý sa týmto zahŕňa odkazom.

Spojivové komponenty môžu s výhodou obsahovať aj prostriedok na zlepšenie tvorby filmu (napr. butyldioxitol), neiónový emulgátor (napr. nonylfenoletoxylát) alebo prostriedok na zlepšenie adhézie (napr. amín, ako napr. alkylamidoamín), s výhodou alkylamidoamín. Také dodatočné zlúčeniny sa s výhodou pridávajú do mäkkého spojivového komponentu a sú s výhodou prítomné v množstve menej ako 5 %, s väčšou výhodou v množstve v intervale od 0,25 do 1,0 % hmotnostného vzhľadom na celkový obsah spojiva. S výhodou možno použiť aj zmesi týchto dodatočných zlúčenín. Takýmto spôsobom sa dosahuje ešte ďalej zlepšená odolnosť proti rozožeraniu.

Bitúmenovými komponentmi môžu byť prírodné bitúmeny, alebo to môžu byť ropné deriváty. Možno použiť aj ropné smoly získané krakovacím procesom a uhoľný decht, ako aj zmesi bitúmenových materiálov. Medzi príklady na vhodné

bitúmeny patria destilačné alebo primárne bitúmeny, precipitačné bitúmeny, napr. propánové bitúmeny, oxidované bitúmeny a ich zmesi. Medzi ďalšie vhodné bitúmenové kompozície patria zmesi jedného alebo viacerých z týchto bitúmenov s fluxovadlami, napríklad ropnými extraktmi, napr. aromatickými extraktmi, destilátmi alebo zvyškami, alebo s olejmi.

Tvrdé a mäkké spojivové komponenty môžu vhodne obsahovať akýkoľvek polymérny modifikátor známy v tejto oblasti, napríklad termoplastickú gumu, s výhodou v množstve od 1 do 10 % hmotnostných. Množstvá tvrdých a mäkkých spojivových komponentov sa môžu pohybovať v širokom rozmedzí a výrazne závisia od požadovaného stupňa penetrácie pre spojivo asfaltovej kompozície. Tvrdý spojivový komponent môže byť napríklad s výhodou prítomný v množstve 10 až 90 % hmotnostných vzhľadom na celkové spojivo.

Asfaltová kompozícia pripravená v súlade s predloženým vynálezom je osobitne vhodná na použitie v cestných aplikáciách. Asfaltové kompozície pripravené podľa predloženého vynálezu možno s výhodou použiť na konštrukciu bazových hrubých materiálov alebo povrchových hrubých materiálov. Spojivo asfaltovej kompozície pripravenej podľa predloženého vynálezu má vhodne penetráciu, ktorá sa pohybuje od 10 do 300 dmm, s výhodou od 50 do 150 dmm (podľa merania ASTM D 5 pri 25 °C).

Bitúmenové kompozície môžu obsahovať aj iné zložky, ako napríklad plnivá, napr. sadze, oxid kremičitý a uhličitán vápenatý, stabilizátory, antioxidanty, pigmenty a rozpúšťadlá, ktoré sú známe ako užitočné v bitúmenových kompozíciách. Asfaltové kompozície pripravené podľa predloženého vynálezu obsahujú kamenivo v množstvách známych v danej oblasti techniky.

Hubovité asfaltové kompozície podľa predloženého vynálezu majú obsah dutín viac ako 10 %, s výhodou viac ako 15 %, s najväčšou výhodou v intervale od 20 do 30 % (veľmi hubovité asfaltové kompozície).

Medzi vhodné kamenivá patria tie, ktoré sa bežne používajú pri hubovitých asfaltových kompozíciách.

Predložený vynález bude teraz ilustrovaný na základe nasledujúcich príkladov.

Príklady uskutočnenia vynálezu

Príklad 1

Veľmi hubovitá asfaltová kompozícia so spojivom s PEN 4,5 % hmotnostných 100 na 100 % hmotnostných kameniva sa pripravila podľa predloženého vynálezu nasledovne. Množstvo 1 kg nízkoviskózneho spojivového komponentu s viskozitou 260 mPa.s pri 100 °C (Statfjordov krátky zvyšok) bolo predmiešané pri 100 °C s 10 g Wetfix (alkylamidoamín; od Berol Nobel). 19,6 g predmiešaného nízkoviskózneho spojivového komponentu sa pridalo do 924,8 g kameniva v Hobartovom miešači pracujúcom pri teplote 100 °C pri asi 35 ot./min. Kamenivo pozostávalo z 5,7 % hmotnostných Filler Rhecal 60 ($< 63 \mu\text{m}$), 10,1 % hmotnostných drveného piesku (0,063 - 2 mm) a 84,2 % hmotnostných holandského drveného štrku (8 - 11 mm). Do takto získanej zmesi sa potom pridalo 36,3 g suspenzie tvrdého spojivového komponentu obsahujúceho 22,1 g 10/20 PEN bitúmenu (obsah bitúmenu v suspenzii 60,9 % hmotnostných). Suspenzia sa pripravila v koloidnom mlyne ScanRoad (Akzo-Nobel) vybavenom výmenníkom tepla, ktorý mlyn pracoval pri tlaku 2 bar, teplote bitúmenu 165 °C, teplote roztoku emulgátora 60 °C a 9000 ot./min. Tento 10/20 PEN bitúmen mal penetráciu 12 dmm (podľa merania ASTM D 5 pri 25 °C) a bod mäknutia 70 °C (podľa merania ASTM D 36). Roztok emulgátora obsahoval 3,0 % komerčne dostupného emulgátora Redicote EM26 a mal pH 1,5. Roztok sa okyslil kyselinou chlorovodíkovou. Takto získaná veľmi hubovitá asfaltová kompozícia sa potom naliala do formy otáčavého zhutňovača. Asfaltová kompozícia sa potom zhutnila pri teplote medzi 70 a 100 °C a zhutňovacím tlaku 3,5 bar, zhutňovacím uhlím 1,5 na 100 cyklov. Po zhutnení sa získaná asfaltová vzorka nechala ochladiť na teplotu prostredia a vybrala sa z formy.

Príklad 2

Na porovnanie sa pripravila konvenčná horúcozmesná veľmi hubovitá asfaltová kompozícia so 4,5 % hmotnostných 100 PEN spojivom na 100 % hmotnostných kameniva nasledovne. 100 PEN spojivo sa pripravilo zmiešaním nízkoviskózneho spojivového komponentu (Statfjordov krátky zvyšok) a tvrdého bitúmenového komponentu (10/20 PEN). 41,6 g takto získanej zmesi sa pridalo do 924,8 g kompozície kameniva opísanej v príklade 1 pri teplote 140 °C. Asfaltová kompozícia sa potom otočne zhutnila pri 130 °C pri zhutňovacom tlaku 3,5 bar, zhutňovacom uhle 1,5 na 100 cyklov. Po zhutnení sa vzorka asfaltu nechala ochladiť na teplotu prostredia a vybrala sa z formy.

Testovacie experimenty

Potom sa určila výkonnosť veľmi hubovitých asfaltových kompozícií pripravených v príklade 1 a 2 v rozožieraní v (modifikovanom) kalifornskom teste abrázie pri 4 °C, ktorý test je známy odborníkom v danej oblasti. Na test sa použili valcovité testovacie vzorky s priemerom 101,6 mm a výškou 50 mm. Výkonnostné údaje asfaltových kompozícií sú uvedené v tabuľke 1.

Z týchto údajov je zrejmé, že podľa tohto vynálezu možno pripraviť výhodné asfaltové kompozície pri výhodne nízkych teplotách. Navyše sa pozoruje, že asfaltová kompozícia pripravená podľa predloženého vynálezu (príklad 1) je rovnako homogénna ako konvenčná veľmi hubovitá asfaltová kompozícia (príklad 2) a stupeň obalenia kameniva je v oboch prípadoch podobný.

Tabuľka 1

	Dutiny %	Kalifornský test abrázie pri 4 °C, [g]
Príklad 1	23	43,1 ± 0,1
Príklad 2	24	37,8 ± 1,5

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Postup na prípravu hubovitej asfaltovej kompozície, vyznačujúci sa tým, že obsahuje pridanie tvrdého spojivového komponentu s penetráciou menšou ako 50 dmm do zmesi neemulgovaného mäkkého spojivového komponentu s viskozitou menej ako 300 mPa.s (pri 100 °C) a kameniva pri teplote menej ako 140 °C.
2. Postup podľa nároku 1, vyznačujúci sa tým, že tvrdý spojivový komponent sa pridáva do zmesi pri teplote menej ako 100 °C.
3. Postup podľa nároku 1 alebo 2, vyznačujúci sa tým, že tvrdý spojivový komponent sa pridáva do zmesi ako prášok.
4. Postup podľa nároku 3, vyznačujúci sa tým, že tvrdý spojivový komponent sa pridáva do zmesi pri teplote menej ako 50 °C.
5. Postup podľa ktoréhokoľvek z nárokov 1 až 4, vyznačujúci sa tým, že mäkký spojivový komponent sa pridáva ku kamenivu pri teplote menej ako 120 °C.
6. Postup podľa nároku 5, vyznačujúci sa tým, že teplota je v intervale od 80 do 115 °C.
7. Postup podľa ktoréhokoľvek z nárokov 1 až 6, vyznačujúci sa tým, že mäkký a tvrdý spojivový komponent sú bitúmenové komponenty.
8. Použitie asfaltovej kompozície pripravenej podľa ktoréhokoľvek z nárokov 1 až 7 na cestné aplikácie.