



NORGE

(19) [NO]

[B] (12) **UTLEGNINGSSKRIFT** (11) Nr. 166537

STYRET FOR DET
INDUSTRIELLE RETTSVERN

(51) Int. Cl.³ C 08 L 95/00

- (21) Patentsøknad nr. **832926**
- (22) Inngivelsesdag 15.08.83
- (24) Løpedag 15.08.83
- (62) Avdelt/utskilt fra søknad nr.
- (71)(73) Søker/Patenthaver **DEGUSSA AKTIENGESELLSCHAFT,**
Weissfrauenstrasse 9,
DW-6000 Frankfurt 1, DE
- (86) Internasjonal søknad nr. -
- (86) Internasjonal inngivelsesdag -
- (85) Videreføringssdag -
- (41) Alment tilgjengelig fra 02.04.84
- (44) Utlegningsdag 29.04.91
- (72) Oppfinner **KARL HANS MÜLLER, Bruchköbel,**
WALTER BARTHEL, Langenselbold,
DE
- (74) Fullmektig Jan E. Helgerud, Bryns Patentkontor AS, Oslo. (30) Prioritet begjært 01.10.82, DE, nr. 3236381.
- (54) Oppfinnelsens benevnelse **FREMANGSMÅTE TIL FREMSTILLING AV**
ORGANOSILANHOLDIGE ASFALTMASSER.
- (57) Sammendrag Fremgangsmåte til fremstilling av organosilan-
holdige asfaltmasser, hvor en findelt blanding
bestående av minst et organosilan og minst et
findelt uorganisk faststoff sammenblandes med
mineralske bestanddeler og denne sammenblanding
blandes deretter med varm flytende bitumen.
- (56) Anførte publikasjoner BRD (DE) off.skrift nr. 3028365,
BRD (DE) patent nr. 2747277,
USA (US) patent nr. 4173489.

Oppfinnelsen angår en fremgangsmåte til fremstilling av organosilanholdige asfaltmasser som er egnet for påføring eksempelvis som gatebelegg.

5 Organosilanholdige asfaltmasser er kjent fra forskjellige publikasjoner.

DE-OS 3.028.365 beskriver bituminøse bindemidler som minst inneholder et organosilan. De fremstilles ved innrøring av organosilanet i det til 120-230°C oppvarmede og således flytendegjorte bitumen.

I US-PS 4.036.661 omtales organosilanholdige asfaltmasser. Også i dette tilfellet foregår først tilsetningen av silanet til det smeltede bitumen som deretter blandes med mineralske bestanddeler til en som gatebelegg egnet asfalt.

I US-PS 4.036.661 angis også at de mineralske bestanddeler før blandingen med bitumen kan behandles med oppløsningen av et organosilan. På grunn av økologiske belastninger og den økende brannfare som kan frembringes ved hjelp av oppløsningsmidlet ble det med den teoretiske omtale av disse fremgangsmåtevarianter.

25 Formålet med organosilantilsetningen består i alle tilfeller i å øke klebingen mellom bitumen og asfaltens mineralske bestanddeler.

De kjente fremgangsmåter har imidlertid den ulempe at organosilanet må tilsettes til den varme bitumen. Dette fører til en lang termisk belastning av silanene som alt etter stoffegenskaper kan ha til følge stofftap og økologisk belastning ved fordamping eller spalting av silanene.

35 Oppfinnelsens oppgave er å tilveiebringe en fremgangsmåte til fremstilling av organosilanholdige asfaltmasser som ikke har disse ulemper.

166537

2

I henhold til dette angår foreliggende oppfinnelse en fremgangsmåte for fremstilling av organosilanholdige asfaltmasser og denne fremgangsmåte karakteriseres ved at
5 minst ett organosilan i form av en findelt blanding som består av minst ett organosilan og sot, blandes med mineralske bestanddeler, og denne blanding sammenblandes deretter med flytende bitumen..

10 De mineralske bestanddeler består av de materialer slik de etter kornklasser oppdeles i splitt (2-32 mm korning), bruddsand (0,09-2 mm) og fyllstoff (\leq 0,09 mm) etter de tekniske forskrifter for bygningsmyndighetene for fremstilling av asfaltbelegg tilblandes til bitumen.

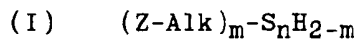
15 I en egnet utførelsesform kan man som findelt uorganisk faststoff anvende fyllstoffene som for fremstilling av den organosilanholdige blanding påsprøytes eller på annen egnet måte fuktes med minst et organosilan.

20 Derved kan man så vel behandle den samlede mengde eller også bare en del av det for fremstillingen av asfaltbelegget nødvendige fyllstoff med organosilan.

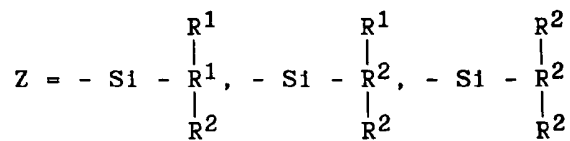
25 Sammenblandingen av en pulverformet organosilan/sotblanding som inneholder 30-60 vekt-%, fortrinnsvis 47-53 vekt-% av minst et organosilan, beregnet på den samlede mengde, er spesielt egnet for fremstilling av asfaltmasser, behandlingen av en slik blanding kan foretas analogt den i DE-PS 2.747.277 omtalte fremgangsmåte. Organosilan/sotblandingen kan etter
30 valg først sammenblandes med en bestanddel, fortrinnsvis med fyllstoffet eller også samtidig med den samlede mineralstoffmengde.

35 Derved dimensjoneres mengden organosilan/sotblandingen alltid således at konsentrasjonen av organosilanen, beregnet på asfaltmasse, ligger mellom 0,005 og 0,09 vekt-%.

Spesielt egnet er pulverformige blandinger som inneholder et eller flere silaner med formel



der



der

R^1 betyr C_{1-4} -alkyl,

R^2 betyr C_{1-4} -alkoksy,

Alk betyr toverdlig, mettet alifatisk C_{1-4} -hydrokarbon,

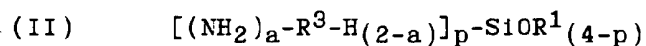
m betyr 1 eller 2, og

n betyr 1-6 når m betyr 2 og n betyr 1 når m betyr 1.

Av disse silaner anvendes fortrinnsvis forbindelsene

-sulfan
bis-(3-[trietoksisilyl]-propyl) -disulfan
-tetrasulfan.

Spesielt egnet for oppfinnelsens formål er pulverformede konsentrater som inneholder et eller flere silaner med formel



der

R^1 betyr C_{1-4} -alkyl

R^3 betyr treverdlig, mettet alifatisk C_{1-4} -hydrokarbon,

a betyr 1 eller 2,

og p betyr 1 eller 2.

Oppfinnelsens organosilanholdige asfaltmasser kan, avhengig

av typen og mengden av mineralblanding, anvendes til fremstilling av valseasfalt for gatelegging og der også til fremstilling av spesialbelegg som for eksempel for broer.

Likeledes kan de anvendes for fremstilling av støpeasfalt for gatelegging eller høybygg (for eksempel industrigulv og fugeløse gulv) eller fremstillingen av takbelegg, takbaner, underjordisk beskyttelse for kjøretøyer eller kabelmasser.

166537

4

På grunn av innarbeidelsen av organosilanet eller organosilanene i mineralstoffblandingen som deretter blandes med den varme bitumen fremkommer en betraktelig tidsmessig nedsettelse av den termiske belastning av de forarbeidede silaner i forhold til teknikkens stand. Videre er det knapt nok å registrere fordampningstap, da et uorganisk faststoff absorbert organosilan ikke så lett fordamper som et flytende silan som innføres i det varme bitumen.

Den mindre termiske belastning muliggjør også den økonomiske anvendelse av organosilaner som i henhold til fremgangsmåten ifølge teknikkens stand bare var å forarbeide under høye stofftap i bitumen.

Overraskende viser det seg også en tydelig forbedring av virkningen av de ifølge oppfinnelsen anvendte blandinger av organosilan og uorganisk faststoff. Det kan fastslås at for eksempel for oppnåelse av omtrent like spaltestrekkfastheter ifølge oppfinnelsen kreves bare halvparten av organosilamengden som må innarbeides i hehold til teknikkens stand i den varme bitumen.

Oppfinnelsen skal forklares nærmere ved hjelp av noen eksempler.

Det fremstilles en splittrik asfaltbetong 0/11, hvis bindemiddelinnhold er valgt således at det fremkommer et hulrominnhold i størrelsesorden på 7 volum-% på Marshall-prøvelegemer. Under anvendelse av 5,4 vekt-% gatebygningsbitumen 80 fremkommer følgende type av dosering for den splittrike asfaltbetong 0/11:

Bruddsand og finsplitt inntil 5 mm kornstørrelse bestående av en kvartsitisk gråvakke fra Osnabrück. Som meget sur stentype fører den til problemer ved klebing av bindemiddelfilmen på stenoverflaten.

166537

5

	Dosering (vekt-%)		Resulterende (vekt-%)
Bindemiddelinnhold	5,4		5,4
Bindemiddeltipe	B80		B80
5 Fyllstoff			
Kalkstenmel Hehlen	7,0	Fyllstoff	7,8
		≅ 0,09	
Kvartsittbruddsand		0,09/0,25	8,3
≅ 0,09	1,5	0,25/0,71	14,0
10 0,09 - 0,25	7,6	0,71/2	20,0
0,25 - 0,71	14,0	2/5	22,0
0,71 - 2	20,0	5/8	13,9
		8/11	14,0
Kvartsittsplitt			
15 2-5	22,0		
5-8	13,9		
8-11	14,0		

20 Ifølge den karakteriserende sammensetning fremstilles Marshallprøvelegemer hvis hulrominnhold ifølge betingelsen skal ligge i en størrelsesorden på 7 volum-%. På Marshallprøvelegemene fastslås spaltstrekkfastheten.

25 En ugunstig affinitet mellom stenoverflate og bitumen blir ved vannlagring tydelig ved at det forskyver seg en vannfilm mellom bindemiddelhud og stenoverflate, spaltstrekkfastheten nedsettes og gjør seg delvis også merkbar ved øking av prøvelegemets volum.

30 Spaltstrekkforsøket ble gjennomført på en Universalpresse av prøveklasse I med en konstant fremmedskyvningshastighet på 50 mm/min. ved en prøvetemperatur på 25°C. Derved fremkommer spaltstrekkfastheten av tallverdiligningen:

$$35 \quad \beta_{SZ} = \frac{2P}{d \cdot h}$$

der P betyr max. trykkraft i N, d = prøvelegemets diameter i mm, h = prøvelegemets høyde i mm.

166537

6

Undersøkelseresultatene er angitt nedenfor i tabell I. Tabellen inneholder klebemiddeltypen, doseringen henviser til bindemiddelinnhold i vekt-%, typen av tilsetningen i variasjon av en tilsetning til bitumen eller til mineralstoffblandingen.

Som silan finner det anvendelse bis-(3-trietoksisilylpropyl) tetrasulfan (Si 69) henholdsvis en handelsvanlig pulverformig blanding som til hver gang 50 vekt-% består av Si 69 og sot, det vil si at 0,5 vekt-% X 50S tilsvarer en Si 69-del på 0,25 vekt-%.

Forsøk 1 tjener som sammenligningsforsøk uten anvendelse av et silan.

Tabell I

Forsøk nr.	1	2	3	4
Klebemiddel	-	Si 69	Si 69	X 50 S
Dosering	-	0,25	0,5	0,5
Tilsetning til	-	Bitumen	Bitumen	Mineralstoffblanding
ϵ_{SZ} (N/mm ²) uten påkjønning	0,86	0,86	0,86	0,86
Etter vannlagring ved 40°C				
48h	0,45	0,68	0,68	0,81
192h	0,30	0,63	0,64	0,71
76h	0,18	0,59	0,66	0,65
Nedsettelse				
ϵ_{SZ} (%)				
48h	-47,7	-20,9	-20,9	-5,8
192h	-66,1	-26,7	-25,6	-17,4
768h	-79,1	-31,4	-23,3	-24,0

Det viser seg at asfaltmassen med 0,5 vekt-% X50S i mineralstoffblandingen viser omtrent samme nedsettelse av spaltstrekkeverdien som den der hvor 0,5 vekt-% Si 69 ble anbragt direkte i den varme bitumen.

P a t e n t k r a v

1.

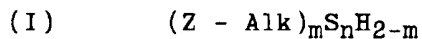
5 Fremgangsmåte til fremstilling av organosilanholdige
 asfaltmasser, k a r a k t e r i s e r t v e d at minst
 ett organosilan og sot, blandes med mineralske bestanddeler,
 og denne blanding sammenblandes deretter med flytende
 bitumen.

10 2.

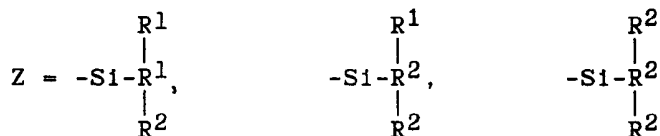
Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t
 v e d at det anvendes en blanding av 30-60 vekt-% av minst
 ett organosilan og 70 til 40 vekt-% sot.

15 3.

Fremgangsmåte ifølge krav 1-2, k a r a k t e r i s e r t
 v e d at det anvendes en findelt blanding som minst
 inneholder ett organosilan med formel



20 hvori



25 hvor

R^1 betyr C_{1-4} -alkyl,

R^2 betyr C_{1-4} -alkoksy,

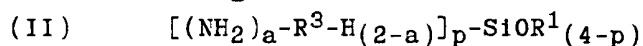
Alk betyr toverdigg, mettet alifatisk C_{1-4} -hydrokarbon,

m betyr 1 eller 2, og

30 n betyr 1-6 når m betyr 2 og n betyr 1 når m betyr 1.

4.

35 Fremgangsmåte ifølge krav 1-2, k a r a k t e r i s e r t
 v e d at det anvendes en findelt blanding som minst
 inneholder ett organosilan med formel



166537

8

hvor

R¹ betyr C₁₋₄-alkyl,

R³ betyr en treverdlig, mettet alifatisk C₁₋₄-hydrokarbonrest,

5 a betyr 1 eller 2, og

p betyr 1 eller 2.

10

15

20

25

30

35