



NORGE

(19) [NO]

[B] (12) **UTLEGNINGSSKRIFT** (11) **NR. 154754**

STYRET FOR DET
INDUSTRIELLE RETTSVERN

(51) Int Cl⁴ C 08 L 95/00

(21) Patentsøknad nr. **812238**

(22) Inngivelsesdag **30.06.81**

(24) Løpedag **30.06.81**

(62) Avdekket/utskilt fra søknad nr.

(71)(73) Søker/Patenthaver **DEGUSSA AKTIENGESSELLSCHAFT,**
Weissfrauenstrasse 9,
D-6000 Frankfurt 1,
BRD.

(86) Internasjonal søknad nr. -

(86) Internasjonal inngivelsesdag -

(85) Videreføringsdag -

(41) Alment tilgjengelig fra **29.03.82**

(44) Utlegningsdag **08.09.86**

(72) Oppfinner **KARL-HANS MÜLLER, Bruchkobel,**
WALTER BARTHEL, Langenselbold,
BRD.

(74) Fullmektig **Mag.scient. Knud-Henry Lund,**
Bryns Patentkontor A/S, Oslo.

(30) Prioritet begjært **27.09.80, BRD,**
nr. P 30 36 537.

(54) Oppfinnelsens benevnelse **STØPEASFALTBLANDING INNEHOLDENDE**
SYNTETISK ZEOLITT.

(57) Sammendrag
Asfaltblanding som inneholder 0,2 til 5 vekt% av en krystallinsk pulverformet, syntetisk zeolitt eller zeolittblanding. I tillegg kan denne støpeasfaltblanding inneholde utfelt kiselsyre.

(56) Anførte publikasjoner Ingen.

Støpeasfalt omtales i DIN 4109, blad 4, side 3, avsnitt 5.3.5 (støpeasfaltstrøk) i DIN 18354 og i "Der Bundesanzeiger für Verkehr, Technische Vorschriften und Richtlinien für den Bau bituminöser Fahrbahndecken", del 6, side 7, utgave 1975.

5

Følgelig er støpeasfalt en tett bituminøs masse av splitt, sand, fyllstoff og gatebyggningsbitumen eller gatebyggningsbitumen og naturasfalt, hvis mineralstoffblanding er sammensatt hulromfattig. Bindemiddelinnholdet er avstemt på mineralmassens hulrom, således at disse er fullstendig utfylt i innbygningstilstand og et lite overskudd av bindemiddel er tilstede. Denne blanding er i varm tilstand støpe- og strykbar, og krever ved innbygning ingen komprimering. Overflaten etterbehandles umiddelbart etter innstallering av støpeasfalten ved oppruing eller avstumpning.

15

Av støpeasfalt for gate- og fugeløse gulv-bygg forlanges en høy stabilitet (omformingsmotstand) og mest mulig samtidig en god forarbeidelsesevne. Da en slik hulromfri asfalt ikke undergår riste- eller valsekomprimering, må det være tilstede en fornuftig støpe- resp. glatteevne. I gatebygning innbygges en stor del av de flater som skal legges med støpeasfalt med leggemaskiner, således at også et stivt innstilt material kan forarbeides. Annerledes forholder det seg på steder hvor det bare kan foregå håndlegging, som f.eks. i innbuktninger, på broer, på ramper, ved renner etc. Her kan bare en smidig asfalt forarbeides.

20

25

30

35

Spesielle problemer oppstår ved legging av støpeasfalt-industrigulv. Beleggtykkelsene ligger mellom 20-40 mm, idet det må taes hensyn til ujevnheter i underlaget. En uklanderlig utbringning av den varme asfaltmasse samt en lett glatting som ikke griser er nødvendig. Formålet er en stor utleggelsesytelse av arbeiderene, da leggingens sluttpris er meget lønnsavhengig. Ved i legningsytelsen forbedrede industrigulv, aksepterer man en høyere material-

anvendelse, når det i sluttregningen oppstår en prisfordel.

Støpeasfaltblandinger kan man ved målrettet mineralsammensetning (f.eks. "sterke" fyllstoffer) eller bitumenredusering inn-
5 stille stivt inntil minimalgrensen. Den derved økede stampefasthet går i ethvert tilfelle på bekostning av leggeytelsen. Mer hensiktsmessig ville det være ved virkningsfulle tilsetninger å tilstrebe en høyere formingsmotstand og en mindre inntrengningsdybde og samtidig en god smidighet av asfalt-
10 massene.

Tilblandinger av utfelt kiselsyre ifølge DE-OS 28 48 583 i støpeasfalt ga forbedringer av formingsstabilitet og nedsettelse av svingninger av bindemiddelspredninger ga imidlertid samtidig en nedsettelse av forarbeidelsesvilligheten. En bygningsteknisk fordel ble således omtrent utlignet ved en ulempe.

Kjent fra EP-PS 0 004 583 er de gunstige virkninger av fin-
20 disperse vanddampbobler i asfaltmassene. Som vanngiver er det i dette tilfellet anført krystallvannholdige naturlige mineraler, f.eks. gips-dihydrat ($\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$).

Oppfinnelsens gjenstand er en støpeasfaltblanding som er
25 karakterisert ved at den inneholder 0,2-5 vekt-%, referert til den samlede blanding, av en krystallinsk, pulverformet, syntetisk zeolitt eller zeolittblanding.

I en spesiell utførelsesform av oppfinnelsen kan støpeasfaltblandingen dessuten inneholde 0,1-2 vekt-% utfelt
30 kiselsyre, referert til den samlede blanding.

Man kan anvende en utfelt kiselsyre som er forstøvnings-
tørket etter utfellingen.

35

I en foretrukket utførelsesform kan støpeasfaltblandingen inneholde 0,1-1,2 vekt-% utfelt kiselsyre.

154754

3

Den anvendte utfelte kiselsyre kan ha en BET-overflate fra 150-250 m²/g.

Som en utfelt kiselsyre kan man anvende en kiselsyre med

5 følgende fysikalsk-kjemiske karakteristika:

	Utseende	Løst, hvitt pulver
	Røntgenstruktur	amorf
	Overflate	170 ± 25 m ² /g (ifølge BET)
10	Midlere størrelse av primærpartiklene	18 nanometer
	Spesifikk vekt	2,05 g/ml
	Renhetsgrad	SiO ₂ - 98%
		Na ₂ O 1%
15		Al ₂ O ₃ 0,2%
		SO ₃ 0,8%
	Tørkningstap ¹⁾	6%
	Glødetap ^{2) 3)}	5%
	pH-verdi ⁴⁾	6,3%
20	Oppløselighet	Praktisk talt uoppløselig i vann
	Karakteristikk	Utfelt kiselsyre
	Stampetetthet ⁵⁾	200 g/l
	Siktresiduet etter Mocker (DIN 53 580)	0,2%
25		
	1) DIN 53 198, fremgangsmåte A	
	2) Referert på det 2 timer ved 105°C tørkede stoff DIN 55 921	
	3) DIN 52 911	
	4) DIN 53 200	
30	5) DIN 53 194	

Som utfelt kiselsyre kan man anvende en kiselsyre som har de samme fysikalsk-kjemiske karakteristika og bare adskiller seg i størrelsen av stampetettheten fra det ovennevnte.

35 Stampetettheten kan f.eks. utgjøre 70 g/l.

154754

4

Som en utfelt og forstøvningstørket kiselsyre kan man anvende en kiselsyre med følgende fysikalsk-kjemiske karakteristika:

	Overflate ifølge BET	m ² /g	190
5	Midlere størrelse av primærpartiklene	nanometer	18
	Midlere størrelse av sekundærpartiklene	mikrometer	80
	Stampetethet (DIN 53 194)	g/l	220
10	Tørketap (DIN 55 921) (2 timer ved 105°C)	%	6
	Glødetap ¹⁾ (DIN 55 921) (2 timer ved 1000°C)	%	5
	pH-verdi (DIN 53 200)		6,3
15	SiO ₂ (DIN 55 921)	%	98
	Al ₂ O ₃	%	0,2
	Fe ₂ O ₃	%	0,03
	Na ₂ O	%	1
	SO ₃	%	0,8
20	Sikteresiduet ifølge Mocker (DIN 53 580)	%	0,5
	Oljetall (ifølge DIN 53 199)	g/100 g	230

1) referert til stoffet tørket 2 timer ved 105°C

25 2) referert til stoffet glødet 2 timer ved 1000°C.

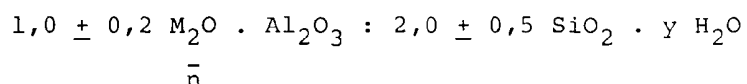
Den samme utfelte og forstøvningstørkede kiselsyre kan også anvendes i malt tilstand med en midlere størrelse av sekundærpartiklene på f.eks. 5 mikrometer.

30

Begrepet zeolitt tilsvarer beskrivelsen ifølge D.W. Breck, "Zeolite molecular sieves", Wiley Interscience 1974, side 133-180. De anvendte zeolitter kan ha et vanninnhold på inntil 27%.

35

Som pulverformede krystallinske syntetiske zeolitter kan støpeasfaltblandingen ifølge oppfinnelsen inneholde en zeolitt av typen A. Zeolitt A har den generelle formel



- 5 idet M betyr et metallkation, som f.eks. natrium- eller kaliumkation, n dets valens og y en verdi inntil 5.

Fortrinnsvis kan støpeasfaltblandingen inneholde en zeolitt av typen A som fremstilles etter fremgangsmåten ifølge
 10 DE-AS 23 33 068, DE-AS 24 47 021, DE-AS 25 17 218, DE-OS 26 51 485, DE-OS 26 51 446, DE-OS 26 51 436, DE-OS 26 51 419, DE-OS 26 51 420 og/eller DE-OS 26 51 437. Den anvendte zeolitt A kan også fremstilles etter andre kjente fremgangsmåter, f.eks. ifølge DE-PS 10 38 017 eller DE-AS 16 67 620.

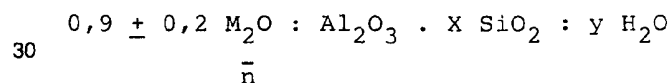
15

Fortrinnsvis kan denne anvendte zeolitt A ha følgende fysikalsk-kjemiske data:

- | | | |
|----|--------------------|--------------------------------|
| 20 | Kornfordeling: del | < 15 mikrometer: 99-100 vekt-% |
| | (Coulter-Counter) | < 10 mikrometer: 95- 99 vekt-% |
| | | < 1 mikrometer: < 5 vekt-% |

Glødetap ifølge DIN 55 921: < 24%

- 25 Videre kan støpeasfaltblandingen ifølge oppfinnelsen som pulverformede zeolitter inneholde en zeolitt av typen Y med den generelle formel



30

- idet M betyr et metallkation, som f.eks. natrium- eller kaliumkation, n betyr dets valens, x en verdi større enn
 35 3 og y en verdi til 9.

154754

6

Den anvendte zeolitt Y kan ha følgende fysikalsk-kjemiske karakteristika:

Glødetap ifølge DIN 55 921 < 27%

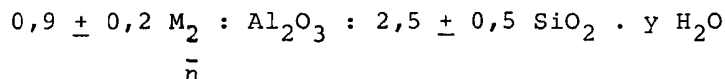
5 Kornfordeling (Coulter-Counter)

Mengde	< 15 mikrometer:	96-100 vekt-%
	< 10 mikrometer:	85- 99 vekt-%
	< 1 mikrometer:	< 20 vekt-%

- 10 Dette zeolittiske molekylsiktpulver kan eksempelvis fremstilles ifølge DE-AS 10 98 929, DE-AS 12 03 239 eller DE-AS 12 63 056.

Videre kan støpeasfaltblandingen ifølge oppfinnelsen som

- 15 pulverformede zeolitter inneholde en zeolitt av typen X med den generelle formel



20

idet M betyr et metallkation, f.eks. natrium- eller kaliumkation, n dets valens og y en verdi inntil 8.

Denne pulverformede zeolitt kan fremstilles ifølge DE-PS

- 25 10 38 016, DE-PS 11 38 383 eller DE-OS 20 28 163.

Den anvendte zeolitt kan ha følgende fysikalsk-kjemiske data:

- 30 Glødetap (DIN 55 921) 27 vekt-%

Kornstørrelsesfordeling (Coulter-Counter)

Mengde	< 15 mikrometer:	96-100 vekt-%
	< 10 mikrometer:	95- 99 vekt-%
	< 1 mikrometer:	20 vekt-%

35

Videre kan støpeasfaltblandingen ifølge oppfinnelsen inneholde som pulverformede zeolitter en zeolitt av typen P. Betegnelsen zeolitt P er synonymt med betegnelsen syntetisk phillipsitt og zeolitt B. Eksempelvis kan man fremstille en zeolitt P etter fremgangsmåten ifølge fransk patent 1 213 628.

Den anvendte zeolitt P kan ha følgende fysikalsk-kjemiske karakteristika:

10

Glødetap (DIN 55 921) 15 vekt-%

Kornstørrelsesfordeling (Coulter-Counter)

Mengde < 15 mikrometer: 99-100 vekt-%

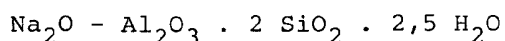
< 10 mikrometer: 97- 99 vekt-%

15

< 1 mikrometer: 20 vekt-%

Støpeasfaltblandingen ifølge oppfinnelsen kan videre som pulverformede zeolitter inneholde hydroksysodalitt med den generelle formel:

20



Hydroksysodalitt kan eksempelvis fremstilles av zeolitt A ved hjelp av koking i vandig natronlut (sammenlign D.W. Breck "Zeolite molecular sieves", side 275 (1974) Wiley Interscience Publication).

25

Den anvendte hydroksysodalitt kan ha følgende fysikalsk-kjemiske karakteristika:

30

Glødetap (DIN 55 921) 15 vekt-%

Kornstørrelsesfordeling (Coulter-Counter)

Mengde < 15 mikrometer: 99-100 vekt-%

< 10 mikrometer: 90- 99 vekt-%

35

< 1 mikrometer: 10 vekt-%

I en ytterligere utførelsesform av oppfinnelsen kan støpeasfaltblandingen ifølge oppfinnelsen inneholde en blanding av de angitte zeolitter. Denne blanding kan fremstilles såvel ved blanding av de rene zeolitter som ved direkte synteser ved hjelp av utfellingsfremgangsmåter. Blandinger som kan fremstilles direkte, kan være blandinger av zeolitter A og B, zeolittene A og X, zeolittene A og hydrokso-sodalitt, zeolittene B og X, eller zeolittene T og Y. I en foretrukket utførelsesform kan støpeasfaltblandingen inneholde en blanding av zeolitt X og zeolitt P, forhold 80-5 til 20-95.

En slik blanding kan eksempelvis fremstilles ifølge DE-OS 20 28 163, side 15, tabell 3, eksempel 3, ved hjelp av en utfellingsfremgangsmåte.

Tilsetning av utfelte kiselsyrer alene på støpeasfaltmassen fører til en reduisering av inntrengningsdybden, dvs. til en økning av misdannelsesstabiliteten. Samtidig må forarbeidelsestemperaturen økes rundt 20°C, hvilket viser en nedsettelse av forarbeidelsesvilligheten av støpeasfalten.

Tilsettes krystallinsk, syntetisk zeolitt til asfaltblandingen, så reduseres inntrengningsdybden og forarbeidelsestemperaturen.

Tilsetter man til støpeasfaltmassen utfelt kiselsyre og krystallinske, syntetiske zeolitter, så senkes inntrengningsdybden tydelig. Forarbeidelsestemperaturen økes imidlertid bare uvesentlig. Ved en endring av forholdet mellom utfelt kiselsyre og krystallinsk, syntetisk zeolitt, lar det seg oppnå korreksjoner av temperaturforholdet. Dette betyr at zeolitt i øket grad fører til smidigere støpeasfaltmasser, alene oppnås en økning av formingsstabiliteten, kombinasjonen med utfelt kiselsyre gir imidlertid den tydeligste bygningstekniske fordel innen forsøksrekken.

Den for forarbeidelsesvilligheten (støpe-utbredelses- og glatteevne) ved tilsetning av utfelt kiselsyre opptrådte uheldige stabilitetsforstivning blir ved hjelp av den vann-avspaltende zeolitt overført til en strykbar masse over et visst tidsrom. Det avkjølte belegg etter avslutning av alle forarbeidelsesprosesser viser da imidlertid en mindre inn-trengningsdybde, dvs. en øket formingsmotstand, hvortil selve zeolitten dessuten bidrar til forbedringen. Den kombinerte anvendelse av utfelt kiselsyre og krystallinsk, syntetisk zeolitt fører til en i stabilitet og dermed til en i belastbarhet forbedret støpeasfalt. Denne høyere formingsmotstand ønskes i gatebygg med spesialanvendelser. Spesialbelegg finner anvendelse på broer, hyppig frekventerte lyskryss, ramper etc. Industriegulv krever en høy belastbarhet.

Verksteds- og lagerhaller skal oppta hyller, paller, maskiner osv. Store laster overføres ofte bare over små trykkopplagringsflater (hylleben) på gulvet. Uønskede inntrykninger er resultatet. Kjøring foregår med gaffel-truck og andre kjøretøyer som avgir sterk belastning på gulvet, og etterlater dermed spor.

Spesielt fordelaktig er at forbedringen av stabiliteten av støpeasfalten ved anvendelse av kombinasjonstilsetningen kiselsyre/zeolitt ikke går på bekostning av forarbeidelses-evnen. Redusert m^2 -ytelse av leggearbeidere er ikke ønsket, da den høye del av lønnsomkostningene virker negativt på det utlagte gulvs sluttpris.

Eksempel

For å undersøke egenskapene av støpeasfaltblandingen ifølge oppfinnelsen ble det gjennomført sammenlignende undersøkelser med en kjent støpeasfaltblanding.

Med hensyn til mineralstoffsammensetning og bitumentype ble det anvendt en støpeasfaltblanding med følgende sammen-setning:

154754

10

29,0 vektdeler moreneedelsplitt 2/5 mm
 41,0 vektdeler natursand 0/2 mm (vasket)
 30,0 vektdeler kalkstenmel

 100,0 vektdeler mineral
 10,5 vektdeler bitumen B 45/HVB = 9,5 vekt-%

 110,5 vektdeler støpeasfalt

Som bindemiddel ble det valgt en blanding av 65 vektdeler bitumen B 45 og 35 vektdeler høyvakuum bitutemholdig HVB med et mykningspunkt ring + kule på 69,0°C.

For oppnåelse av en tydeligere spredning av resultatene ble støpeasfaltblandingen gjort relativt myk. Bindemiddelinnholdet og bitumentypen ble avstemt på dette.

Ved konstant bindemiddelinnhold på 9,5 vekt-% foregikk tilsetningen av pulverformet tilsetning i vekt-% referert til samlet masse av støpeasfalt, idet kalkstenmeldelen ble nedsatt med den respektive størrelse.

I detalj ble den undersøkt støpeasfaltblandingen ifølge tabell 1:

TABELL 1

Blandings- nr.	Binde- middel Bi- tumen B 45/ HVB vekt-%	Morene vekt-%	Natur- sand vekt-%	Kalk- sten- mel vekt-%	Utfelt kisel- syre vekt-%	Zeolitt vekt-%
1	9,5	26,2	37,1	27,2	-	-
2	9,5	26,2	37,1	26,7	0,5	-
3	9,5	26,2	37,1	26,2	-	1,0
4	9,5	26,2	37,1	25,7	0,5	1,0

Som utfelt kiselsyre ble det anvendt en forstøvningstørket kiselsyre med følgende fysikalsk-kjemiske karakteristika:

5	Overflate ifølge BET	m^3/g	190
	Midlere størrelse av primærpartiklene	nanometer	18
	Midlere størrelse av sekundærpartiklene	mikrometer	80
	Stampetethet (DIN 53 194)	g/l	220
10	Tørketap (DIN 55 921) (2 timer ved 105°C)	%	6
	Glødetap ¹⁾ (DIN 55 921) (2 timer ved 1000°C)	%	5
	pH-verdi (DIN 53 200)		6,3
	SiO_2 (DIN 55 921)	%	98
15	Al_2O_3	%	0,2
	Fe_2O_3	%	0,03
	Na_2O	%	1
	SO_3	%	0,8
	Siktresiduet ifølge Mocker (DIN 53 580)	%	0,5
20	Oljetall (ifølge DIN 53 199)	%	230

1) Referert til stoffet tørket 2 timer ved 105°C .

25 2) Referert til stoffet tørket 2 timer ved 1000°C .

Som zeolitt anvendes en zeolitt av typen A som ble fremstilt ifølge DE-OS 26 51 436, og som har partikkelspektrum ifølge fig. 3.

30

Fig. 1 viser inntrengningsdybden i avhengighet av prøvevarighet ved 22°C og 1cm^2 stempelplate.

Fig. 2 viser inntrengningsdybden i avhengighet av prøve-

35 varighet ved 40°C og 5cm^2 stempelplate.

154754

12

Forarbeidbarhet

Tilsetning av additiver hindrer forarbeidbarheten av materialet. Dessuten kan forarbeidbarheten imidlertid også styres ved blandingssammensetning samt bindemiddeltype og forarbeidelsestemperatur.

For å finne innvirkning av additiveene på forarbeidbarheten ble ved ellers konstant blandingssammensetning forarbeidelsestemperaturen variert. Et mål for forarbeidbarhet er derved den nødvendige forarbeidelsestemperatur for oppnåelse av en bestemt konsistens av blandingen.

Konsistensen ble definert som utløpstid på 35 sekunder over et skjevt plan med konstant helling og konstante dimensjoner. Det ble hver gang bestemt den temperatur som er nødvendig til utløp av blandegodset over det skjeve plan i løpet av 35 sekunder.

De funnede resultater er sammenstilt i tabell 2.

TABELL 2

Blanding nr.	Tilsetning utfelt kiselsyre vekt-%	Tilsetning zeolitt vekt-%	Nødvendig forarbeidelsestemperatur °C
1	-	-	220
2	0,5	-	240
3	-	1,0	210
4	0,5	1,0	230

Til bestemmelse av fastheten av de enkelte blandinger ble det gjennomført inntrykningsforsøk med et plant stempel ifølge DIN 1996, del 13.

Derved ble det ved siden av den ved fugeløse gulv vanlige undersøkelse ved 22°C og 1 cm²-stempel også foretatt undersøkelse ved 40°C og 5 cm²-stempelet.

5 De fastslåtte verdier er oppført i tabell 3.

TABELL 3

Blanding nr.	Inntrengningsdybde (mm)			
	22°C/5 ^h	40°C/0,5 ^h	40°C/1 ^h	40°C/1,5 ^h
10	-----			
1	6,6	5,6	7,1	8,1
2	3,9	3,4	4,1	4,5
3	4,6	4,0	5,0	5,5
15	-----			
4	2,9	2,3	2,7	2,9

Forløpet av inntrengningsdybden i avhengighet av prøvevarighet er grafisk vist på fig. 1 og 2.

20

Fig. 1 viser inntrengningsdybden i avhengighet av prøvevarigheten ved 22°C ved 1 cm² stempelplate.

25 Fig. 2 viser inntrengningsdybden i avhengighet av prøvevarigheten ved 40°C og 5 cm² stempelplate.

Såvel tilsetning av utfelt kiselsyre som også av krystallinske, syntetiske, pulverformede zeolitter reduserer i forhold til den kjente støpeasfaltblanding inntrengningsdybden, idet det ved utfelt kiselsyre fremkommer tydelig gunstigere verdier. Mens imidlertid ved tilsetning av utfelt kiselsyre forarbeidelsestemperaturen må økes rundt 20°C til 240°C, forbedres ved tilsetning av krystallinske, syntetiske, pulverformede zeolitter forarbeidbarheten.

35

154754

14

Den kombinerte anvendelse av 0,5 vekt-% utfelt kiselsyre og 1,0 vekt-% krystallinske, syntetiske, pulverformede zeolitter medfører ved en bare uvesentlig økning av forarbeid-
5 elsestemperaturen på 10°C en betraktelig redusering av inn-
trengningsdybden.

I denne kombinerte anvendelse hvor massens standfasthet vesentlig forbedres, forarbeidbarheten imidlertid bare endres uvesentlig, er det bare å se entydige fordeler ved
10 støpeasfaltblandingen ifølge oppfinnelsen.

P a t e n t k r a v

1. Støpeasfaltblanding,
k a r a k t e r i s e r t v e d at den inneholder
0,2-5 vekt-%, referert til den samlede blanding, av en
5 krystallinsk, pulverformet, syntetisk zeolitt eller zeolitt-
blanding.

2. Støpeasfaltblanding ifølge krav 1,
k a r a k t e r i s e r t v e d at den dessuten inne-
10 holder 0,1-2 vekt-% utfelt kiselsyre, referert til den
samlede blanding.

25

30

35

154754

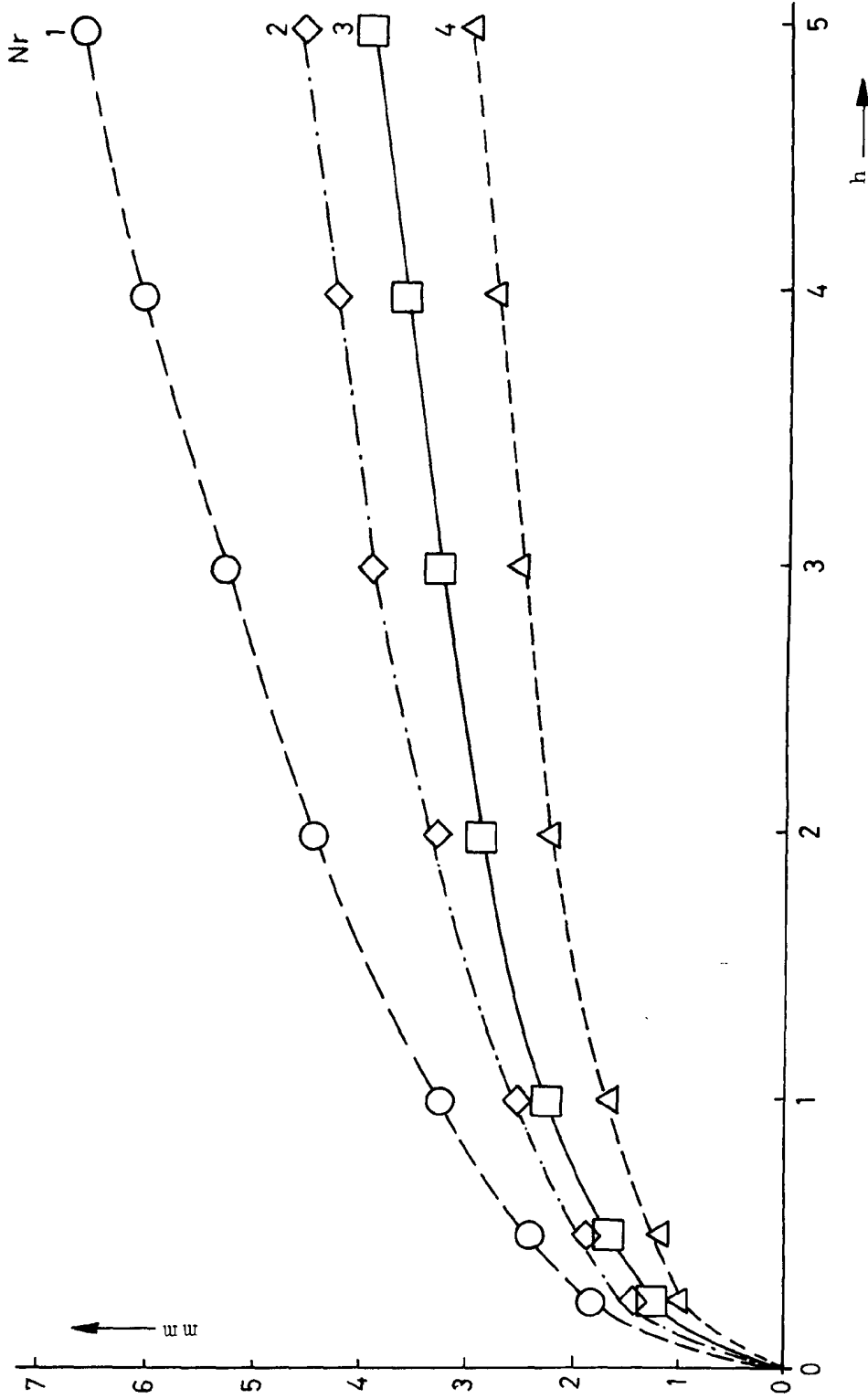


Fig. 1

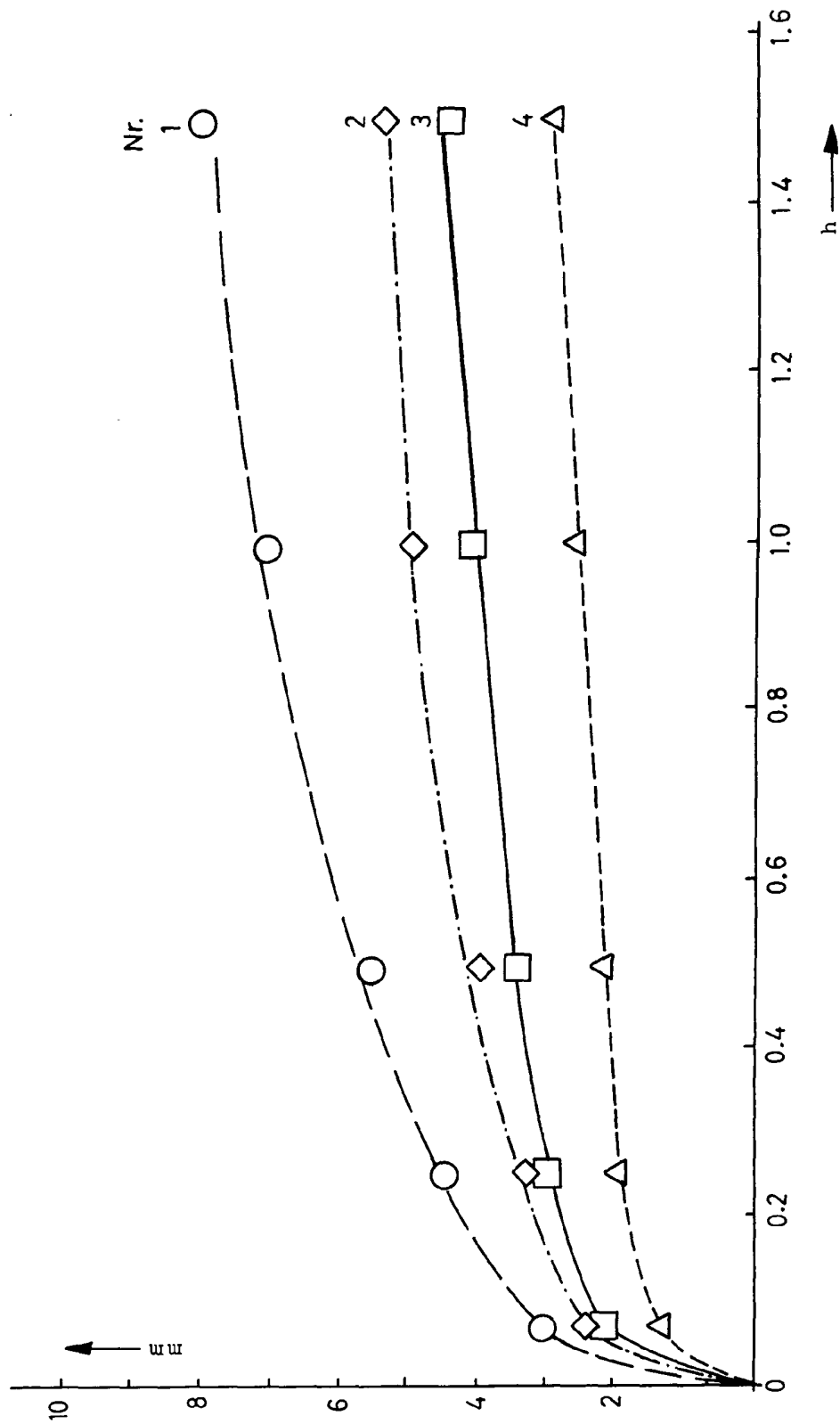


Fig. 2

154754

154754

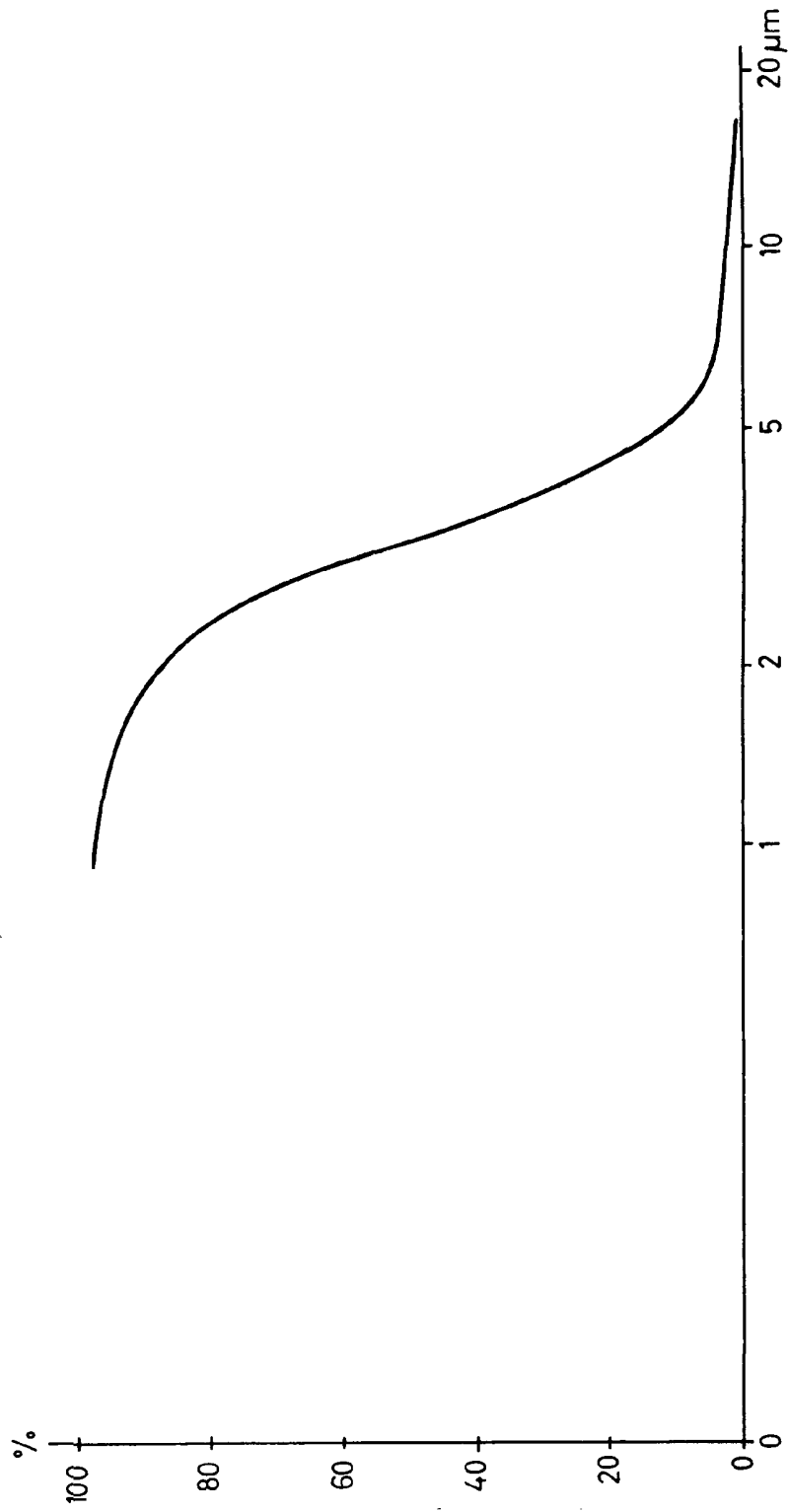


Fig. 3