

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 904875 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application **904875**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification (IPC⁶)
C08L 95/00
C08K 3/00

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **03.10.1990**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **03.10.1990**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **12.04.1991**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **13.06.2019**

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

11.10.1989 EP 89850345

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 •Nynäs N.V., 4e Havendok, Kaaïen 279/285 B-2030 Antwerpen, Belgium, BELGIA, (BE)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 •Gastmans, André C., Mortsel, BELGIA, (BE)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Heinänen Oy Patenttitoimisto, Airport Plaza, Äyritie 8 D, 01510 Vantaa

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Menetelmä asfalttiseosten tekemiseksi

Förfarande för framställning av asfaltblandningar

MENETELMÄ ASFALTTISEOSTEN VALMISTAMISEKSI
FÖRFARANDE FÖR FRAMSTÄLLNING AV ASFALTBLANDNINGAR

Tämä keksintö koskee menetelmää sellaisten asfalttiseosten valmistamiseksi, jotka sisältävät mineraaliagregaatteja, ainakin yhtä polymeeriä ja bitumia.

1960-luvun loppupuolelta lähtien on polymeerejä sekoitettu bitumiin (tekstissä ja vaatimuksissa esiintyvää termiä "bitumi" käytetään Euroopassa ja se on synonyymi USA:ssa käytettävälle termille "asfaltti") parantamaan bitumin reologisia ominaisuuksia. Käyttämällä erilaisia polymeerejä kuten styreeni-butadieeni-styreeni-kopolymeerejä (SBS), etyleeni-vinyyli-asetaatte-kopolymeerejä (EVA), etyleeni-propyleeni-dieeni-kopolymeerejä (EPDM) ja muita. Murtumispiste laskee ja rengaspallo-menetelmällä mitattu pehmenemispiste kasvaa.

Tämä merkitsee sitä, että ero murtumispisteen ja pehmenemispisteen välillä kasvaa merkittävästi. Tämä tarkoittaa myös sitä, että viskositeetin herkkyyys lämpötilan muutoksia kohtaan laskee. Kaikki tämä tarkoittaa sitä, että polymeerien sekoittaminen bitumiin parantaa polymeeri-bitumiseoksen (PmB) reologisia ja mekaanisia ominaisuuksia.

Klassinen tapa valmistaa asfalttiseoksia, jotka sisältävät mineraaliagregaatteja, ainakin yhtä polymeeriä ja bitumia, on ensin tehdä seos bitumia ja polymeeriä(jä), joka sitten syötetään asfaltinsekoitusyksikköön kiviä, hiekkaa ja täyteaineita sisältävän aggregaattiseoksen päälle. (vertaa esimerkiksi EP-B1-0 001 440).

Normaali menetelmä valmistaa PmB-seoksia on liittää polymeeri(t) bitumiin sekoittaen korotetussa lämpötilassa (katso esim. edellä mainittu EP-B1-0 001 440). Kun käytetty bitumi sekä käytetty polymeeri eivät ole täysin toisiinsa sekoittuvia, ne eroavat toisistaan seoksen varastoinnin aikana. Polymeerit saostuvat

seoksen pintaan, kun samanaikaisesti bitumin asfaltaanihiilivedyt saostuvat seoksen pohjaan. Verrattaessa rengas-pallomenetelmällä mitattua pehmenemispistettä kuumavaraston pinnasta sekä pohjasta, havaitaan niissä merkittävä ero.

Pyrittäessä ratkaisemaan tätä varastointiongelmää useita ratkaisuja on ehdotettu. EP-A3-0 146 163 ehdottaa bitumin (amerikkalaista termiä "asfaltti" on käytetty ko. referenssissä) ja polymeerien sekoittamista agregaatteihin.

EP-A1-0 205 744 neuvoo toisen styreeni-butadieeni kumin käyttöä.

EP-A3-0 174 795 mukaan tulisi käyttää 0.01:stä 0.6:teen % rikkiä sidosaineena.

EP-A1-0 175 608 tuo esiin gammasäteilyn käytön tai peroksidien ja hydroperoksidien kemiallisten sidosten muodostumisen hapen vaikutuksesta.

EP-A1-0 096 638 neuvoo käyttämään polysulfideja.

Joskus valmistetaan bitumin ja polymeerin emäliuos, joka sisältää runsaasti polymeeriä. Emäliuos sekoitetaan bitumin kanssa juuri ennen sekoituksen käyttöä, jotta lopullisessa seoksessa olisi haluttu polymeeripitoisuus (EP-A1-0 096 638).

Se on tosiasia, ettei ole itsestään selvää ja helppoa tehdä toisiinsa sekoittuvia seoksia, jotka olisivat stabiileja pitkäaikaisessa säilytyksessä. Tämä tarkoittaa sitä, että seoksessa ei tapahdu aineosien erottumista

Jotta polymeeri saataisiin täysin hyödynnettyä PmB-seoksessa, täytyy polymeeri tarkoin jakaa seokseen. Tämä käsittää joskus pitkiä sekoitusaikoja, voimakkaasti leikkaavia sekoittajia ja

korkeita lämpötiloja. Toisinaan ei ole helppoa tehdä näitä hienojakoisia seoksia erilaisten polymeerien ja erilaisten bitumien sekä erilaisten polymeeri- ja bitumimäärien koostumusten kanssa, vaikka käytettäisiin pitkiä sekoitusaikoja, voimakkaasti leikkaavia laitteita tai korkeita lämpötiloja. Toisinaan hienojakoinen seos saavutetaan vasta osittaisen depolymeroitumisen ja polymeerin kemiallisen muuttumisen kautta.

Lopullisella PmB-seoksella on tarkoin määritelty polymeerikonsentraatio. Kuitenkaan käytännössä ei ole itsestään selvää, että kaikki asfalttiseokset tarvitsevat seoksessa saman polymeerikonsentraation. On hyvin mahdollista, että urakoitsijalla on samanaikaisesti useita töitä eri asfalttiyhdistelmillä. Valmiin PmB-seoksen käyttö aiheuttaa ongelmia tällaisissa tapauksissa. Urakoitsija tarvitsee erilaisia säiliöitä varastoimaan valmiita seoksia, jotka sisältävät eri määriä polymeeriä.

Kun valmis PmB-seos on säiliössä sitoutuu siihen käyttäjän pääomaa. Urakoitsijan täytyy myös ostaa tarkka määrä valmista PmB-seosta. Tätä valmista PmB-seosta, joka on kallista, ei käytetä tavallisissa asfalttiseoksissa, koska se on taloudellisesti kannattamatonta.

Tämän keksinnön päämääränä on esittää sellainen menetelmä asfalttiseoksien tekemiseksi, joka estää edellä mainittujen vaikutuksien liittymisen varastoinnin säilyvyyteen ja mahdollistaa saman perusseoksen käytön seoksissa, jotka ovat erilaisia lopulliselta polymeerisisällöltään.

Tämä ja muut päämäärät saavutetaan tämän keksinnön mukaan menetelmällä asfalttiseosten tekemiseksi, jotka sisältävät mineraaliagregaatteja, ainakin yhtä polymeeriä ja bitumia, joka menetelmä käsittää mineraaliagregattien sekoittamisen

mielivaltaisessa järjestyksessä

A. raskaan sekä erittäin raskaan öljyn esiseokseen, joka sisältää ainakin yhtä mainittua polymeeriä ja

B. mainittua bitumia.

Valmistettaessa juoksevaa bitumia tyhjäkolonnissa riippuvat jäännöstuotteen ominaisuudet tyhjäkolonnin tislauolosuhteista: lämpötila, paine, tulistetun höyryn määrä kolonnin pohjalla sekä virtausmäärä.

Esimerkiksi juoksevan bitumin, jonka tunkeuma on 60 (mitattu ASTM:n standardin numero 5 mukaan) ja bitumin, jonka tunkeuma on 40, ero on pieni määrä erittäin raskasta öljyä, jonka todellinen kiehumispiste on edellisten bitumilaatujen välissä. Olkoon tämä öljymäärä A.

Otetaan jälkeinpäin bitumia, jonka tunkeuma on 40, ja lisätään siihen määrä A erittäin raskasta öljyä. Näin saadun seoksen tunkeuma on 60.

Lisättäessä lisää tätä öljyä (määrä A + x%) lopputuotteen tunkeuma kasvaa ja pehmenemispiste laskee.

Jos tietty määrä polymeeriä (sanotaan 5%) sekoitetaan nyt erittäin raskaan öljyn määrään A, ja lisätään saatu seos bitumiin, jonka tunkeuma on 40, saadaan lopputuote, jolla on samat ominaisuudet kuin seoksella, joka saataisiin sekoitettaessa 5% polymeeriä bitumiin, jonka tunkeuma on 60. Tämä johtuu siitä, että lisättäessä bitumiin, jonka tunkeuma on 40, erittäin raskasta öljyä määrä A saadaan bitumia, jonka tunkeuma on 60.

Tämän keksinnön mukaan suurin hyöty polymeerin ja (erittäin) raskaan öljyn esiseoksen käytöstä on seoksen ehdoton stabiilisuus. Varastoimisaika on rajoittamaton. Seos voidaan varastoida 165°C:n lämpötilassa erittäin pitkän aikaa ilman sekoitusta.

Muita etuja on erittäin lyhyt sekoitusaika (15-30 min) tehtäessä sekä (erittäin) raskaan öljyn esiseosta. Yleiset vähän leikkaavat sekoittimet ovat riittäviä valmistettaessa esiseoksia.

Sekoitettaessa polymeeri bitumiin klassisen tavan mukaan sekoitusaika on paljon pitempi. Normaali sekoitusaika on 2-10 tuntia, vaikka käytettäisiin voimakkaasti leikkaavia sekoittimia.

Lisäksi tämän keksinnön mukaisessa menetelmässä käytetty bitumi voi olla bitumia, jonka tunkeuma on 40. Tämä on etu siinä mielessä, että bitumi, jonka tunkeuma on 40, on tehtaan normaali laatu. Tämä puolestaan on lisäetu urakoitsijalle, koska hän voi käyttää normaaleja perusbitumitankkeja varastoinnissa.

Käytettäessä samaa esiseosta ja samaa perusbitumia on mahdollista saavuttaa eri esiseosmäärillä lopulliseen seokseen lähes sama lopputunkeuma, vaikka pehmenemispisteet ovat erilaisia. Nämä pehmenemispisteet vastaavat polymeerin eri loppupitoisuuksia lopullisessa asfalttiseoksessa.

Tämän keksinnön mukainen menetelmä voidaan suorittaa panostoimisesti tai jatkuvatoimisesti käyttäen hyväksi laitteita, jotka ovat tunnettuja perinteisestä tavasta valmistaa asfalttiseoksia, jotka sisältävät mineraaliagregaatteja, ainakin yhtä polymeeriä ja bitumia.

Erään suoritusmuodon mukaan tämän keksinnön mukainen menetelmä toteutuu panostoimisella prosessilla, jossa mineraaliagregaatteja sekoitetaan ensin raskaan sekä erittäin raskaan öljyn ja polymeerin (-ien) esiseokseen vähintään niin kauan kunnes esiseos on huomattavan tasaisesti jakautunut seokseen, jonka jälkeen bitumi lisätään seokseen ja sekoittamista jatketaan niin kauan kunnes bitumin tasainen jakautuminen seokseen on saavutettu.

Erään toisen suoritusmuodon mukaan tämän keksinnön mukainen menetelmä toteutuu panostoimisella prosessilla, jossa mineraaliagregaatteja sekoitetaan ensin bitumiin vähintään niin kauan kunnes bitumi on huomattavan tasaisesti jakautunut seokseen, jonka jälkeen esiseos lisätään ja sekoittamista jatketaan kunnes esiseoksen tasainen jakautuminen seokseen on saavutettu.

Erään kolmannen suoritusmuodon mukaan tämä keksintö toteutuu panostoimisella prosessilla, jossa esiseos ja bitumi lisätään samanaikaisesti mineraaliagregaatteihin sekoittamisen aikana ja sekoittamista jatketaan kunnes esiseoksen ja bitumin tasainen jakautuminen seokseen on saavutettu.

Kun keksinnön mukaista menetelmää toteutetaan jatkuvatoimisesti, niin sekoittamisen kohteena olevat materiaalit kulkevat jatkuvasti sekoituslaitteen läpi sekoituksen aikana. Esiseos ja bitumi syötetään mineraaliagregaatteihin, mielummin eri vaiheessa mainittujen agregaattien kulkeutuessa sekoittimen läpi. Esiseos ja bitumi voidaan syöttää mielivaltaisessa järjestyksessä mineraaliagregaatteihin, mutta esiseos lisätään mielummin ensin ja bitumi siinä vaiheessa kun esiseoksen kohtuullisen tasainen jakautuminen mineraaliagregaatteihin on saavutettu.

Paras tapa tarkastella tämän keksinnön toteutumista on panostoiminen prosessi, jossa esiseos on lisätty mineraaliagregaatteihin sekoittimessa sekoituksen aikana, ja bitumi lisätty seokseen sen jälkeen, kun esiseos on ainakin huomattavan tasaisesti jakautunut seoksessa, ja sekoitusta jatkettu kunnes bitumin tasainen jakautuminen seoksessa on saavutettu.

Tämän keksinnön mukaisessa menetelmässä käytettävät mineraaliagregaatit voivat olla sellaisia, joita tavanomaisesti hyödynnetään asfalttiseoksissa, ja jotka sisältävät kivi- ja hiekka-aineita.

Esimerkkejä tällaisten mineraaliagregaatien kiviaineksista ovat sorakivi, porfyryri, graniitti, diabaasi, kalkkikivi ja monet muut.

Esimerkkejä tällaisten mineraaliagregaatien hiekka-aineksista ovat edellä mainittujen kivien murskatut hiekat ja myös luonnon hiekat.

Keksinnön mukaisessa menetelmässä käytettävät polymeerit ovat esimerkiksi kaikenlaiset polymeerit kuten SBS, EVA ja EPDM, joita tavallisesti käytetään asfalttiteollisuudessa, edellyttäen että ne ovat sekoituskelpoisia raskaiden sekä erittäin raskaiden öljyjen kanssa.

Tämän keksinnön toisen näkökannan mukaan täyteaine ja/tai kuidut voidaan lisätä erikseen kohtaan A tai B.

Kaikkien asfalttiseoksissa tavanomaisesti hyödynnettyjen täyteaineiden ja kuitujen käyttöä keksinnön tähän suoritusmuotoon tarkastellaan, esimerkiksi sellaisia täyteaineita kuten edellä mainittujen kivien hienomateriaali,

lentotuhka, sementti, kalkki, pölyt, kemiallisten prosessien hienomateriaalit sekä muut täyteaineet ja sellaisia kuituja kuten selluloosakuidut, kivitukit, asbesti sekä muut kuidut.

Tässä keksinnössä voidaan hyödyntää erilaisia öljyjä esiseoksen tekemisessä. Tässä ja vaatimuksissa käytetty termi "raskaista erittäin raskaisiin" merkitsee erittäin viskooseja öljymäisiä aineita. Yleisesti ottaen viskositeetin tulisi olla vähintään 50 mm²/s (mitattu Höpplerin viskosimetrillä 40°C:n lämpötilassa) paremminkin vähintään 200 mm²/s, erityistilanteissa vähintään 400 mm²/s. Öljyjä, joiden viskositeetti on 1000-2000 mm²/s tai suurempi (mitattu ylläolevalla tavalla) pidetään "erittäin raskaina öljyinä". Yleisesti ottaen viskositeetti on pienempi kuin 9000 mm²/s, paremminkin pienempi kuin 4000 mm²/s.

Esimerkit tuotteista, joita tämän keksinnön mukaan käytetään raskaina tai erittäin raskaina öljyinä ovat voiteluöljy, raskaat ja erittäin raskaat raakaöljytisleet, uutteen, prosessiöljyt, tervapikiöljyt, jäännösöljyt krakkausoperaatioista, pehmeä bitumi ja tällaisten tuotteiden sekoitukset.

Näiden öljyjen määrä esiseoksessa riippuu liukenevuudesta ja sekoituvuudesta sekä käyttö- ja varastointilämpötilasta. Yleensä öljyn määrä on 30-90% esiseoksen massasta tietyissä tapauksissa 55-90% esiseoksen massasta ja erityistapauksissa 64-85% esiseoksen massasta.

Agregaattien sekoittaminen esiseoksen ja bitumin kanssa aikaansaa polymeerien oivallisen uudelleenjakautumisen koko asfalttiseoksen läpi.

Tämän keksinnön toisen näkökannan mukaan haaroittumisen aloittaja lisätään bitumiin ennen aikaisemmin mainittua kohtaa B, tai se lisätään operaatio B:n aikana sekoittumiselle alttiina

oleviin aineisiin.

Tämän suoritusmuodon etu on asfalttiseoksen kohonnut varastointistabiilisuus.

Tämän suoritusmuodon toinen etu on lisääntynyt mekaaninen kestävyys, joka johtuu polymeerin ristiinliittymisestä. Kuitenkin siitä on haittaa, sillä lisättäessä haaroittumisen aloittajaa valmiiksi sekoitettuun polymeeri-bitumi-seokseen on tosiasia, että polymeerin kokonaismäärä täytyy pitää alhaisena (3-5 p-% mitattuna bitumin painosta), jotta voitaisiin taata riittävä pumpattavuus. Kuitenkin käytettäessä korkeita polymeeripitoisuuksia esiintyy nopeaa geeliytymistä, joka aiheuttaa kielteisten ominaisuuksien esiintymisen.

Tämä keksintö tarjoaa ratkaisun myös tuohon ongelmaan siten, että haaroittumisen aloittaja voidaan sekoittaa tehtaalla käytettyyn perusbitumiin (bitumi, jonka tunkeuma on 45 tai mikä tahansa muu bitumi) tämän keksinnön sekoitusprosessissa. Tässä tapauksessa haaroittumisen aloittajan tulee olla riittävän lämmön kestävä, jotta pitkäaikainen kontakti bitumin kanssa saavutetaan korotetussa lämpötilassa (150-170°C).

Haaroittumisen aloittaja on valittu tässä keksinnössä käytettyjen polymeerien kullekin yleisesti käytettyjen haaroittumisen aloittajien joukosta.

Tässä keksinnössä voidaan myös käyttää bitumina kaikenlaisia tavanomaisissa asfalttiseoksissa hyödynnettyjä sidosaineita. Esimerkkejä sellaisista sidosaineista ovat juokseva bitumi, osittain hapetettu bitumi, liuottimilla uutettu bitumi, krakkauksen jäännösbitumi, terva ja ainakin kahden edellä mainitun aineen seos.

Seuraavat esimerkit annetaan valaisemaan keksinnön tarkoitusperää eikä niitä tarkoiteta rajaamaan tässä esiintullutta keksintöä.

KOKEELLINEN OSA

Yleiset kokeelliset yksityiskohdat

Analyysit

Pehmenemispiste : mitattu standardin ASTM no: D 36:n mukaan

Tunkeuma : " " ASTM no: D 5:n mukaan

Murtumispiste : " " DIN no: 52012:n mukaan

Viskositeetti : mitattu Höppler-viskosimetrillä

Marshall- tiiveys: Tehtäessä Marshall-tabletti, joka on 4 tuumaa (102 mm) halkaisijaltaan, riittävä määrä asfalttiseospäällystettä on esitetty lisättäväksi niin kauan kun tabletin paksuus on lähes 2.5 tuumaa (64 mm). Tiiveys on mitattu putoavalla heilurivasaralla (paino: 4,54 kg; putoamiskorkeus: 45,7 mm) siten, että tablettiin on isketty vasaralla 50 kertaa molemmille puolille

Vetojännitys : Vetojännityksen mittaus suoritetaan Marshall-puristimella. Tässä puristimessa Marshall-tablettia puristetaan kahden vaakasuoran levyn välissä. Tämä tabletin sijainti aiheuttaa vetoa vastakkaisissa levyissä liittäen molemmat kontaktipinnat. Vetojännitys mitataan seuraavasti:

Vetojännitys: $2/\pi * P / (h * D) * (N/cm^2)$

P = maksimijännitys (N)

h = tabletin paksuus (cm)

D = tabletin halkaisija (cm)

Muodonmuutos % =

mitattu muodonmuutos/alkuperäinen halkaisija

Iatroscan-

analyysi

: Iatron laboratoriot Inc., Tokio, Japani, on valmistanut iatroscan-laitteiston, jolla voidaan määrittää bitumin koostumus.

Erotettaessa tyydyttyneitä hiilivetyjä käytetään normaalisti heptaaania; erotettaessa aromaattisia hiilivetyjä käytetään normaalisti seuraavaa seosta 80% tolueenia ja 20% heptaaania; erotettaessa hartseja käytetään normaalisti seuraavaa seosta 95% dikloorimetaania ja 5% metanolia. Asfaltaanohiilivedyt jäävät liuokseen.

Kokeissa käytetyt öljyt

OF 60

: Erittäin raskas öljy, joka tulee Laguna raakaöljyn tislauksesta

d ₁₅	:	0,9817
Viskositeetti	: 40°C, mm ² /s	2250
Leimahduspiste	: °C,	225
Koostumus	:asfaltaani-	
	hiilivedyt%	12,06
(iatro-scan)	hartsit%	15,23
	aromaatit%	54,48
	tyydyttyneet%	16,13

450 : raskas prosessiöljy, Nynas

d_{15}	:	0,938
Viskositeetti	: 40°C, mm ² /s	430
Leimahduspiste	: °C,	220
Koostumus	:asfaltaani-	
	hiilivedyt%	1,05
(iattro-scan)	hartsit%	4,42
	aromaatit%	53,07
	tyydyttyneet%	41,01

TF 60 : erittäin raskas kokeellinen prosessiöljy,
Nynas

Viskositeetti	: 40°C, mm ² /s	1815
Koostumus	:asfaltaani-	
	hiilivedyt%	2,05
(iattro-scan)	hartsit%	50,98
	aromaatit%	53,07
	tyydyttyneet%	41,01

Esimerkit osa A

Yleisen asfalttilaadun valmistus

Yleistä asfalttilaataua käytetään kulutuskerroksena. Yleinen asfalttilaatu mahdollistaa veden juoksuttamisen vaakatasossa. Polymeeri-bitumin (PmB) sidosaineita on käytetty laajalti tämän kaltaisissa koostumuksissa.

Kokeissamme käytetty perusagregaattikoostumus oli seuraavanlainen : (= yleisen laadun standardi agregaatiseos)

murskattu sorakivi 7/10 (ominaispaino:2,637): 82p-%
sorakiven murskattu hiekka (ominaispaino:2,681):13p-%
täyteaine tyyppi II (lentotuhkaseosominaispaino:
2,489):5p-%

Seuraavissa esimerkeissä ilmoitetut esiseoksen sekä bitumin määrät on aina esitetty painoprosentteina siten, että mainitun standardi agregaattiseoksen sekä siihen lisättyjen aineosien määrä on yhteensä 100 p-%:

Esimerkki 1

Koe 1

Sekoitus tehtiin tyypillisessä sekoittimessa 175 °C:n lämpötilassa.

Ensimmäisessä vaiheessa yleisen laadun standardi agregaattiseoksen (katso edellä) kivi- ja hiekkasisältö sekoitettiin 1,25%:iin PHMS:ää yhden minuutin ajan. Sitten toisessa vaiheessa lisättiin bitumia, jonka tunkeuma oli 45, 3,75% ja sekoitusta jatkettiin 0,5 minuuttia. Lopuksi kolmannessa vaiheessa lisättiin yleisen laadun standardi agregaattiseoksen täyteainesisältö ja sekoitusta jatkettiin 1 minuutti.

Saadut asfalttiseoksen ominaisuudet:

Vetojännitys 45 °C:ssa	: 6,95 N/cm ²
Muodonmuutos	: 1,7 %

PMHS:n sisältö	: 75p-% Nynas prosessiöljyä H 450
	: 25p-% SBS TR 1101 (Shell)

Aikaisemmin mainittu seos (1,25 % PMHS ja 3,75 % bitumia, jonka tunkeuma on 45) sisältää 25% * 1,25 = 31,25 jaettuna viidellä = 6,25 % TR 1101

Öljyn ja bitumin osuus:

$75 * 1,25 / 100 = 0,9375$ osaa öljyä + 3,75 osaa bitumia = 4,6875 osaa, joka tarkoittaa $0,9375 / 4,6875 = 20$ % öljyä H

450 ja $3,75 / 4,6875 = 80 \%$ bitumia, jonka tunkeuma on 45

Seoksella, jossa on 20 % öljyä H 450 ja 80 % bitumia, jonka tunkeuma on 45, on tunkeuma 277. (mitattu ASTM:n standardin no:5 mukaan)

Huomaa:

Seoksella, jossa on 75 % öljyä H 450 ja 25 % SBS TR 1101, on seuraavat viskositeetit:

122 °C: 4023 mm²/s

144 °C: 1486 mm²/s

175 °C: 477 mm²/s

Koe 2 (Vertailu)

Kokeen 1 menetelmät toistettiin käyttäen seuraavia parametrejä:

Yleisen laadun standardi aggregaattiseos

Sekoituslämpötila: 150 °C

Sekoitus: Vaihe 1: kivet+hiekka+5% bitumia, jonka tunkeuma

276: 1 minuutti

Vaihe 2: +täyteaine : 1 minuutti

Vetojännitys 45 °C:ssa : 4,62 N/cm²

Muodonmuutos : 1,7 %

Tämä esimerkki osoittaa selvästi sen, että polymeerillä on erittäin ratkaiseva osuus seoksen mekaanisessa lujuudessa.

Tietenkään, jos SBS ei olisi täydellisesti sekoittunut bitumiin koko asfalttiseoksessa, vaan olisi seoksessa sitoutumattomana materiaalina, silloin lopullinen sidosaine kokeessa 1 olisi pehmeä bitumi, jonka tunkeuma olisi 275. Kuten kokeessa 2 on esitetty, vetojännitys olisi silloin alhainen.

Esimerkki 2Koe 1

Sekoitus suoritettiin kuten esimerkissä 1 käyttäen seuraavia parametrejä:

Yleisen laadun standardi agregaatiseos

Sekoituslämpötila: 175 °C

Sekoitus: Vaihe 1: kivet+hiekka+3,75% bitumia, jonka tunkeuma
45: 0,5 minuuttia

Vaihe 2: +polymeeri-bitumi : 1,25 % seos PMF : 1
minuutti

(polymeeriseos PMF = 80p-% OF 60 + 20p-% SBS
Finaprene 411 (Fina)

Vaihe 3: +täyteaine : sekoituksen jatkaminen : 1
minuutti

Vetojännitys 45 °C:ssa : 8,76 N/cm²

Muodonmuutos : 1,7 %

Seoksen, jossa on 3,75p-% bitumia, jonka tunkeuma on 45, ja
1,25p-% PMF:ää, tunkeuma on 94.

Koe 2 (Vertailu)

Sekoitus suoritettiin kuten esimerkissä 1 käyttäen seuraavia parametrejä:

Sekoituslämpötila: 160 °C

Sekoitus: Vaihe 1: kivet+hiekka+5,0% juoksevaa bitumia, jonka
tunkeuma 95: 1 minuutti

Vaihe 2: +täyteaine : sekoituksen jatkaminen : 1
minuutti

Vetojännitys 45 °C:ssa	: 8,66 N/cm ²
Muodonmuutos	: 1,7 %

Koe 3 (Vertailu)

Sama koostumus ja koeolosuhteet kuten kokeessa 2, mutta käytettiin juoksevaa bitumia, jonka tunkeuma oli 190 95:n sijasta.

Vetojännitys 45 °C:ssa	: 6,28 N/cm ²
Muodonmuutos	: 1,7 %

Tämä esimerkki osoittaa polymeerin parantavan vaikutuksen asfaltin lopullisissa ominaisuuksissa.

Esimerkki 3

Koe 1

Sekoitus suoritettiin kuten esimerkissä 1 käyttäen seuraavia parametrejä:

Yleisen laadun standardi aggregaattiseos

Sekoituslämpötila: 175 °C

Sekoitus: Vaihe 1: kivet+hiekka+3,5% bitumia, jonka tunkeuma
45: 0,5 minuuttia

Vaihe 2: +polymeeri-bitumi : 1,5 % seos PMF : 1
minuutti (polymeeriseos PMF = 80p-% OF 60 +
20p-% SBS Finaprene 411 (Fina))

Vaihe 3: +täyteaine : 1 minuutti

Vetojännitys 45 °C:ssa	: 7,74 N/cm ²
Muodonmuutos	: 1,7 %

Koe 2

Sekoitus suoritettiin kuten esimerkissä 1 käyttäen seuraavia parametrejä:

Yleisen laadun standardi agregaatiseos

Sekoituslämpötila: 175 °C

Sekoitus: Vaihe 1: kivet+hiekka+1,5% seos PMF : 1 minuutti

Vaihe 2: 3,5 % bitumia, jonka tunkeuma 45 : 1
minuutti

Vaihe 3: +täyteaine : 1 minuutti

Vetojännitys 45 °C:ssa : 7,75 N/cm²

Muodonmuutos : 1,7 %

Tämä esimerkki osoittaa, että seoksien lopulliset ominaisuudet ovat samanlaisia riippumatta sekoitusjärjestyksestä : ensin polymeerin ja (erittäin) raskaan öljyn esiseos ja sitten bitumi tai ensin bitumi ja sitten polymeerin ja (erittäin) raskaan öljyn esiseos.

Esimerkki 4

Sekoitus suoritettiin kuten esimerkissä 1 käyttäen seuraavia parametrejä:

Yleisen laadun standardi agregaatiseos

Sekoituslämpötila: 175 °C

Sekoitus: Vaihe 1: kivet+hiekka+1,25 % seos PMTFS : 1 minuutti

(polymeeriseos PMTFS = 75p-% öljy TF 60 +
25p-% SBS TR 1101)

Vaihe 2: + bitumi, jonka tunkeuma 45: 1 minuutti

Vaihe 3: +täyteaine : 1 minuutti

Vetojännitys 45 °C:ssa	: 10,58 N/cm ²
Muodonmuutos	: 1,7 %

Tämä esimerkki osoittaa, että erittäin korkea vetojännitysarvo saavutetaan 45 °C:ssa käytettäessä koeöljyä Nynas TF 60:

Esimerkki 5

Koe 1

Sekoitus suoritettiin kuten esimerkissä 1 käyttäen seuraavia parametrejä:

Yleisen laadun standardi agregaattiseos

Sekoituslämpötila: 175 °C

Sekoitus: Vaihe 1: kivet+hiekka+ 1,25 % polymeeri-bitumi PMS :

1 minuutti

(polymeeriseos PMS = 80p-% öljy OF 60 + 20p-%
Cariflex TR 1101)

Vaihe 2: +3,5% bitumia, jonka tunkeuma 45 : 1

minuutti

Vaihe 3: +täyteaine : 1 minuutti

Vetojännitys 45 °C:ssa	: 7,56 N/cm ²
Muodonmuutos	: 1,7 %

Huomaa:

Seoksella, jossa on 80p-% öljyä OF 60 ja 20p-% Cariflex TR 1101 (Shell), on seuraavat viskositeetit:

129 °C: 1074 mm²/s

144 °C: 616 mm²/s

175 °C: 337 mm²/s

Koe 2

Sekoitus suoritettiin kuten esimerkissä 1 käyttäen seuraavia parametrejä:

Standardi agregaatiseos

Sekoituslämpötila: 175 °C

Sekoitus: Vaihe 1: kivet+hiekka+1,25 % PMS : 1 minuutti

Vaihe 2: +3,75% bitumia, jonka tunkeuma 45, ja
siihen on lisätty 0,3% haaroittumisen
aloittajaa Si 69 Degussa (määrä on laskettu
sitien, että bitumin määrä on 100%) : 1
minuutti

Vetojännitys 45 °C:ssa : 9,15 N/cm²

Muodonmuutos : 1,7 %

Tämä esimerkki osoittaa tärkeän kasvun vetojännityksessä, kun bitumi-faasiin on lisätty haaroittumisen aloittajaa.

Esimerkki 6Koe 1

Sekoitus suoritettiin kuten esimerkissä 1 käyttäen seuraavia parametrejä:

Yleisen laadun standardi agregaatiseos

Sekoituslämpötila: 175 °C

Sekoitus: Vaihe 1: kivet+hiekka+ 1,25 % PMHS : 1 minuutti

(75% öljy H 450 + 25p-% SBS TR 1101, Shell)

Vaihe 2: +3,75% bitumia, jonka tunkeuma 45 : 1
minuutti

Vaihe 3: +täyteaine : 1 minuutti

Huomaa: Seoksen, jossa on 1,25p-% PMHS:ää ja 3,75p-% bitumia, tunkeuma on 98.

Koe 2 (Vertailu)

Sekoitus suoritettiin kuten esimerkissä 1 käyttäen seuraavia parametrejä:

Yleisen laadun standardi agregaatiseos

Sekoituslämpötila: 155 °C

Sekoitus: Vaihe 1: kivet+hiekka+ 5 % juoksevaa bitumia, jonka tunkeuma 95 : 1 minuutti

Vaihe 2: +täyteaine : 1 minuutti

Mittauslämpötila °C	Vetojännitys N/cm ²					
	0	15	30	45	60	75
Seokset PMHS:n kanssa (Koe 1)	159	51,3	17,5	6,95	4,77	3,84
Seokset juoksevan bitumin kanssa, tunkeuma 95 (Koe 2)	248	104,5	24,1	7,13	3,59	2,27

Tämä esimerkki ensinnäkin selvästi osoittaa sen, kuinka tärkeää on lisätä polymeeriä bitumiin. Alhaisissa lämpötiloissa PmB-seosten vetojännitys on paljon alempi kuin saman tunkeuman 25 °C:ssa omaavan juoksevan bitumin seosten. Tämä tarkoittaa sitä, että juoksevan bitumin seokset ovat paljon herkempiä väsymiselle sekä halkeilulle alhaisissa lämpötiloissa kuin polymeeri-bitumi seokset. Toisaalta korkeammissa lämpötiloissa PmB-seosten korkeampi vetojännitys osoittaa suurempaa vastustuskykyä urien muodostumista vastaan.

Esimerkki 7Koe 1

Sekoitus suoritettiin kuten esimerkissä 1 käyttäen seuraavia parametrejä:

Yleisen laadun standardi agregaatiseos

Sekoituslämpötila: 175 °C

Sekoitus: Vaihe 1: kivet+hiekka+ esiseos PMHS : 1 minuutti

Vaihe 2: +bitumia, jonka tunkeuma 45 : 1 minuutti

Vaihe 3: +täyteaine : 1 minuutti

1 A : esiseos PMHS : 3 %
 bitumi tunkeuma 45 : 1 %
 Yhteensä : 4 %
 Tunkeuma = 98

1 B : esiseos PMHS : 3,375 %
 bitumi tunkeuma 45 : 1,125 %
 Yhteensä : 4,5 %
 Tunkeuma = 98

1 C : esiseos PMHS : 3,75 %
 bitumi tunkeuma 45 : 1,25 %
 Yhteensä : 5 %
 Tunkeuma = 98

1 D : esiseos PMHS : 4,125 %
 bitumi tunkeuma 45 : 1,375 %
 Yhteensä : 5,5 %
 Tunkeuma = 98

Koe 2

Sekoitus suoritettiin kuten esimerkissä 1 käyttäen seuraavia parametrejä:

Yleisen laadun standardi agregaatiseos

Sekoituslämpötila: 160 °C

Sekoitus: Vaihe 1: kivet+hiekka+ bitumi, jonka tunkeuma 95 : 1
minuutti

Vaihe 2: +täyteaine : 1 minuutti

2 A : 4,0 % juoksevaa bitumia, jonka tunkeuma on 95

2 B : 4,5 % juoksevaa bitumia, jonka tunkeuma on 95

2 C : 5,0 % juoksevaa bitumia, jonka tunkeuma on 95

2 D : 5,5 % juoksevaa bitumia, jonka tunkeuma on 95

(Seos 2D on "erittäin paksu" tuntematon määrä bitumia, joka on juoksutettu pois agregateista)

Sidosaineen määrä	Vetojännitys N/cm ² <u>15°C</u>			
	4,0	4,5	5,0	5,5
Seokset PMHS:n kanssa (Koe 1)	51,1	44,1	42,3	42,9
Seokset juoksevan bitumin kanssa (Koe 2)	113	107	101	99

Tämä esimerkki osoittaa sen, että juoksevan bitumin korkeat vetojännitysarvot verrattuna PmB-seosten paljon alempiin vetojännitysarvoihin (15°C:ssa) eivät johdu sidosaineen määrästä asfalttiseosten koostumuksessa, vaan sidosaineen erityisestä luonteesta.

Esimerkki 8Koe 1

Perus PMF-seos koostumus : 80p-% OF 60
 20p-% Finaprene 411 (Fina)
 sekoitettiin juoksevaan bitumiin, jonka tunkeuma on 45, 30
 minuutin ajan 175 °C:ssa

	PMF-seos	Bitumi	*	Seoksen pehmenemis- piste RB (glyserolissa) °C	Seoksen tunkeuma 0,1mm:ssä
	p-%	tunkeuma 95 p-%			
1A	15	85	3	60,2	87
1B	20	80	4	63,4	94
1C	25	75	5	68,9	84
1D	30	70	6	82,7	92

* lopullisen seoksen laskettu polymeeripitoisuus p-%:eina

Tämä esimerkki valaisee Pmf-esiseoksen sekä polymeerin määrän muutoksien vaikutusta lopullisen polymeeri-bitumiseosten vastaaviin pehmenemispisteisiin sekä tunkeumiin.

PMF-seoksen määrän kasvu tarkoittaa myös jatkuvaa kasvua raskaan öljyn määrässä.

Toisaalta jäljelle jääneen bitumin, jonka tunkeuma on 45, määrä laskee koko ajan. Näiden molempien vaikutusten tulos on vakaa pehmeämpi seos siinä tapauksessa, että erittäin raskas öljy olisi sekoitettu bitumiin ilman polymeerin hyödyntävää vaikutusta.

			PMF-seos		Bitumi	Öljy+bitumi	
Esiseoksen					tunkeuma	seos	Tunkeuma
kokonais			öljy	polymeeri	45	öljy bitumi	0.1
po*			po	po	po	p-% p-%	mm:ssä
1A	15	=	12	+	3	85	12,4 87,6
1B	20	=	16	+	4	80	16,7 83,3
1C	25	=	20	+	5	75	21,1 78,9
1D	30	=	24	+	3	70	25,5 74,5

* paino-osuus

Koe 2

Perus PMF-seos koostumus : 75p-% H 450 öljy
 25p-% Finaprene 411 (Fina)
 sekoitettiin juoksevaan bitumiin, jonka tunkeuma on 45, 1
 tunnin ajan 190 °C:ssa

		Polymeeri- osuuks- lopullis- seks- sa			pehmenemis- piste R+B (glyserolissa) °C	Seoksen tunkeuma 0,1mm:ssä
	Esiseos- PMHF po*	Tunkeuma 45 po				
2A	16	84	4	77,2		148
2B	24	76	6	86,3		141
2C	32	68	8	96,7		144

* paino-osuus

Tämä koe antaa samat johtopäätökset, jotka saatiin kokeesta 1.

Esimerkit osa BBetoniasfaltin valmistus

Betoniasfalttia käytetään kulutuskerroksena, ja sillä on suunnilleen seuraava koostumus (p-%):

kivet : 55 %
 hiekka : 38 %
 täyteaine: 7 %
 sidosaine: 5,8-6,0 %

Alentaaksemme mekaanisten ominaisuuksien standardipoikkeamaa vähensimme kivien maksimikoon 7 mm:iin kokeissamme.

Kokeissamme käytetty standardikoostumus:

murskattu sorakivi	:	55 %	(ominaispaino:2,637)
luonnollinen jokihiekka	:	18 %	(" :2,650)
murskattu sorakivi	:	20 %	(" :2,681)
täyteaine tyyppi II	:	7 %	(" :2,489)

Esimerkki 9Koe 1

Sekoitus suoritettiin kuten esimerkissä 1 käyttäen seuraavia parametrejä:

Betoniasfaltin standardi agregaatitiseos

Sekoituslämpötila: 175 °C

Sekoitus: Vaihe 1: kivet+hiekka+ 1,5 % PMOFE : 1 minuutti

(polymeeri PMHS = 75p-% öljy H 450 + 25 p-%
 SBS TR 1101, Shell)

Vaihe 2: +4,5% bitumia, jonka tunkeuma 45 : 0,5
 minuutti

Vaihe 3: +täyteaine : 1 minuutti

Koe 2 (Vertailu)

Sekoitus suoritettiin kuten esimerkissä 1 käyttäen seuraavia parametrejä:

Betoniasfaltin standardi agregattiseos

Sekoituslämpötila: 160 °C

Sekoitus: Vaihe 1: kivet+hiekka+6% juoksevaa bitumia, jonka tunkeuma on 45

Vaihe 2: +täyteaine : 1 minuutti

	Vetojännitys N/cm ²					
Mittauslämpötila °C	0	15	30	45	60	75
Seokset PMHS:n kanssa (Koe 1)	206	84,1	36,4	18,1	11,0	8,36
Seokset juoksevan bitumin kanssa, tunkeuma 95 (Koe 2)	421	206	51,4	19,0	12,5	7,89

Tämä esimerkki osoittaa selvästi samat havainnot, jotka tehtiin yleisen asfalttilaadun kanssa - katso esimerkki 6. Alhaisissa lämpötiloissa esisekoitusprosessissa polymeeri-bitumiseokset omaavat paljon pienemmän vetojännitysarvon. Tämä tarkoittaa pienempää herkkyyttä väsymiselle. Korkeissa lämpötiloissa esisekoitusprosessissa polymeeriseokset omaavat suuremman vastustuskyvyn urien muodostumista vastaan.

Esimerkki 10Koe 1

Sekoitus suoritettiin kuten esimerkissä 1 käyttäen seuraavia parametrejä:

Betoniasfaltin standardi agregaatiseos

Sekoituslämpötila: 175 °C

Sekoitus: Vaihe 1: kivet+hiekka+ 1,5 % PMOFE : 1 minuutti
 (polymeeriseos PMOFE = 60p-% öljy OF 60 = 32
 p-% EVA polybilt 100 + 103 yhden vertaista
 osaa, Exxon)

Vaihe 2: +4,5% bitumia, jonka tunkeuma 45 : 0,5
 minuutti

Vaihe 3: +täyteaine : 1 minuutti

Vetojännitys 15 °C:ssa : 117 N/cm²

Muodonmuutos : 2,0 %

Huomaa:

Seoksen lopullinen tunkeuma:

1,5 p-% PMOF:tä ja 4,5 p-% bitumia, jonka tunkeuma on 45,
 saadaan tunkeuman arvoksi 133

Koe 2 (Vertailu)

Sekoitus suoritettiin kuten esimerkissä 1 käyttäen seuraavia parametrejä:

Betoniasfaltin standardi agregaatiseos

Sekoituslämpötila: 155 °C

Sekoitus: Vaihe 1: kivet+hiekka+ 6 % juoksevaa bitumia, jonka
 tunkeuma on 133 : 1 minuutti

Vaihe 2: +täyteaine : 1 minuutti

Vetojännitys 15 °C:ssa	: 136 N/cm ²
Muodonmuutos	: 2,9 %

PATENTTIVAATIMUKSET

1. Menetelmä sellaisten asfalttiseosten valmistamiseksi, jotka sisältävät mineraaliagregaatteja, ainakin yhtä polymeeriä ja bitumia, t u n n e t t u siitä, että menetelmä käsittää mineraali-agregaattien sekoittamisen mielivaltaisessa järjestyksessä.

A. raskaan sekä erittäin raskaan öljyn esiseokseen, joka sisältää ainakin yhtä mainittua polymeeriä ja

B. mainittua bitumia

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, täyteaine ja/tai kuidut voidaan lisätä erikseen kohtaan A tai B.

3. ~~Minkä tahansa~~ patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että raskas tai erittäin raskas öljy on raskaan tai erittäin raskaan raakaöljyn tislettä, uutetta, prosessiöljyä, tervapikiöljyä, jäännösöljyä krakkausprosessista, pehmeää bitumia tai seosta, joka sisältää vähintään kahta tällaista ainetta.

4. ~~Minkä tahansa~~ ^{Jonkin} patenttivaatimuksen 1-3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että raskas sekä erittäin raskas öljy käsittää 30-90% esiseoksen massasta.

5. Minkä tahansa patenttivaatimuksen 1-4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että haaroittumisen aloittaja lisätään bitumiin ennen operaatiota B tai sekoittumiselle alttiina oleviin aineisiin operaatio B:n aikana.

6. Minkä tahansa patenttivaatimuksen 1-5 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että bitumi on juokevaa bitumia, osittain hapetettua bitumia, luonnon bitumia, tervabitumia tai seosta, joka sisältää ainakin kahta tälläistä ainetta.

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

TUTKIMUSRAPORTTI

Patentti- ja innovaatiolinja

HAKEMUSNUMERO	LUOKITUS
904875	C08 L 95/00 ; C08 K 3/00
☐ jatkuu kääntöpuolella	

TUTKITTU AINEISTO	
Patenttivirastojen julkaisut FI, SE, NO, DK, DE, CH, EP, WO, GB, US C08 L 95/00 ;	
FI C08 L 101/00 ; C08 K 3/00	
☐ jatkuu kääntöpuolella	
Muu aineisto	TUTKIMUSTULOKSET EP, US
☐ jatkuu kääntöpuolella	

VIITEJULKAISUT		
Kategoria*)	Julkaisun tunnistetiedot	Koskee vaatimuksia
X	Patent Abstracts of Japan, vol 10, no 112, (C342)[2169], 25.4.86 & JP-A-60 243149	1-6
X	US-A-4923913 (C08 L 95/00)	1-6
X	US-A-4547399 (B22B 35/00)	1-6
X	US-A-2 470 141 (C. 260-758)	1-6
X	FI-C-80 286 (C08 L 93/04)	1-6
☐ jatkuu kääntöpuolella		
*) X Patentoitavuuden kannalta merkittävä julkaisu yksinään tarkasteltuna Y Patentoitavuuden kannalta merkittävä julkaisu, kun otetaan huomioon tämä ja yksi tai useampi samaan kategoriaan kuuluva julkaisu A Yleistä tekniikan tasoa edustava julkaisu, ei kuitenkaan patentoitavuuden este		
Päiväys 12.3.96	Tutkija Ja Bae	