

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(21) **201691469** (13) **A1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки
2016.12.30

(22) Дата подачи заявки
2015.01.21

(51) Int. Cl. *C08L 95/00* (2006.01)
C08L 91/00 (2006.01)
C08L 93/00 (2006.01)
C04B 24/24 (2006.01)
C04B 26/26 (2006.01)

(54) БИТУМНО ПОЛИМЕРНЫЕ БАЗОВЫЕ СМЕСИ, ПРИГОДНЫЕ ДЛЯ ПРИМЕНЕНИЯ ПРИ ИЗГОТОВЛЕНИИ БИТУМНО-ПОЛИМЕРНЫХ ВЯЖУЩИХ, И ПРОДУКТЫ, ПОЛУЧЕННЫЕ ИЗ ЭТИХ БАЗОВЫХ СМЕСЕЙ

(31) 1450448

(32) 2014.01.21

(33) FR

(86) PCT/FR2015/050142

(87) WO 2015/110754 2015.07.30

(71) Заявитель:
ЭФФАЖ ЭНФРАСТРЮКТИОР (FR)

(72) Изобретатель:
Лу Фредерик (FR)

(74) Представитель:
Фелицына С.Б. (RU)

(57) Цель изобретения состоит в предоставлении более дешевых новых базовых смесей, подходящих для приготовления полимеров-битумов. Для этого базовая смесь по изобретению содержит (a) по меньшей мере 25 мас.%, предпочтительно от 25 до 80 мас.% полимера; (b) по меньшей мере одну термопластичную смолу, придающую клейкость, со средней молекулярной массой от 100 до 3000 г/моль и/или (c) один или несколько сложных алкиловых, предпочтительно метиловых (моно)эфиров, жирных кислот C₁₆-C₁₈, более конкретно подсолнечное масло, льняное масло, рапсовое масло, соевое масло и/или подсолнечное масло, изомеризованное или нет; причем сложный эфир (c) обязательно присутствует в том случае, если смола (b), придающая клейкость, имеет кислотное число, определенное по стандарту NF EN ISO 660, составляющее менее 50 мг KOH/г. Объектами изобретения также являются полимеры-битумы, эмульсии и смеси или слои, полученные из этой базовой смеси, и способы их изготовления.

A1

201691469

201691469

A1

БИТУМНО ПОЛИМЕРНЫЕ БАЗОВЫЕ СМЕСИ, ПРИГОДНЫЕ ДЛЯ ПРИМЕНЕНИЯ ПРИ ИЗГОТОВЛЕНИИ БИТУМНО-ПОЛИМЕРНЫХ ВЯЖУЩИХ, И ПРОДУКТЫ, ПОЛУЧЕННЫЕ ИЗ ЭТИХ БАЗОВЫХ СМЕСЕЙ

Область техники, к которой относится изобретение

Изобретение относится к области битумных вяжущих или эмульсий битумных вяжущих, более конкретно к битумам, модифицированным по меньшей мере одним полимером, которые далее в тексте также называются полимерно-битумными вяжущими или модифицированными битумами. Эти вяжущие применяются для изготовления дорожных покрытий или в промышленных целях (изоляция, амортизация, герметизация).

Более конкретно, изобретение относится к базовой смеси, предназначенной для смешивания с битумом для приготовления вяжущего, модифицированного полимером, а также, при необходимости, во втором аспекте к полимерно-битумной эмульсии.

Изобретение также относится к изготовлению этих продуктов.

Уровень техники

Битумные вяжущие могут быть или безводными битумными вяжущими или битумными эмульсиями. Последние готовят диспергированием безводных битумных вяжущих в водной фазе в присутствии эмульгаторов.

Полимерно-битумные вяжущие могут быть сшитыми, обычно с помощью серы или ее производных.

«Дорожные» битумные вяжущие выполняют свою связывающую функцию в:

- «горячих смесях заполнителя с вяжущим», полученных смешиванием в горячем состоянии безводных битумных вяжущих с заполнителями, причем затем эти смеси распределяют по проезжей части для формирования дорожных покрытий;

- «поверхностных слоях дорожных покрытий с безводными вяжущими», полученных распределением по проезжей части в горячем состоянии сначала эмульсии битумных вяжущих и затем заполнителей;

- «холодных смесях заполнителя с вяжущим», полученных смешиванием в холодном состоянии битумных эмульсий с заполнителями, причем затем эти смеси распределяют по проезжей части для формирования дорожных покрытий;

- или «поверхностных слоях дорожных покрытий с битумными эмульсиями», полученных распределением по проезжей части в холодном состоянии сначала битумных эмульсий и затем заполнителей.

Прежде всего, эти смеси или слои должны образовывать гомогенную смесь,

содержащую битумную матрицу и заполнители, диспергированные в этой матрице. Реология смеси должна соответствовать применению для проезжей части для формирования дорожных покрытий.

После нанесения в этих смесях или слоях должно произойти увеличение когезии для превращения их в дорожное покрытие, обладающее ожидаемыми долговечными механическими свойствами.

Наиболее распространенными способами получения консистенции, желательной для этой области применения, являются нагрев, эмульгирование и/или размягчение (или разжижение) с помощью растворителей битума (флюсов).

Нагрев и использование разжижителей, полученных из нефти и насыщенных летучими органическими соединениями (VOCs), оказывают отрицательное воздействие на окружающую среду.

Улучшение разжижения флюсированием было предложено в EP 900822 B1, в котором описаны флюсы для битумных вяжущих, состоящие из одного или нескольких сложных метиловых моноэфиров жирных кислот C16-C18, более конкретно подсолнечного масла, льняного масла и/или изомеризованного подсолнечного масла.

Модификация битумов полимерами нацелена на улучшение термоустойчивости, когезии, способности к удлинению, вязкоупругих характеристик и пассивного сцепления (большую устойчивость к отслаиванию вяжущего от заполнителя на проезжей части) отвердевших битумных покрытий. Эти полимеры-битумы используются как для безводных смесей/слоев, так и смесей/слоев, содержащих эмульсии.

Таким образом, модификация битумов полимерами очень важна, но не беспроблемна в плане изготовления. Действительно, полимерно-битумные вяжущие получают постепенным добавлением полимера к битуму в горячем состоянии в механическом измельчителе/диспергирователе. Эта операция, цель которой заключается в диспергировании полимера в битуме, сложна в проведении. Она требует применения специального, мощного и очень дорогого измельчителя/диспергирователя. Кроме того, для нее требуется длительное время диспергирования/измельчения, например 1 - 3 часа.

Для облегчения этой операции и получения дисперсии лучшего качества известно использование упорядочивающего масла, такого как нефтяное, растительное или минеральное масло, например из расчета от 3 до 7% по массе от массы битума.

Так, для изготовления этого полимера-битума требуется инфраструктура, не только тяжелая в экономическом плане, но также наносящая ущерб окружающей среде.

Принимая во внимание, что увеличивать число таких инфраструктур невозможно, и учитывая стоимость транспортировки этих полимерно-битумных композиций, были

разработаны базовые полимерно-битумные смеси, имеющие повышенное содержание полимера.

FR2951188B1 также раскрывает полимерно-битумный маточный раствор, не содержащий нежелательного нефтяного масла, но вместо этого содержащий по меньшей мере одно из масел растительного и/или животного происхождения, по меньшей мере 20% по массе полимера относительно массы маточного раствора, и при необходимости, по меньшей мере один агент. Это растительное и/или животное масло является кислым и его кислотное число, определенное по стандарту (NF) EN ISO 660 составляет от 50 до 300 мг КОН/г, например от 140 до 196 мг. Оно выбрано из жирных кислот таллового масла или рапсового масла, взятых по отдельности или в смеси.

Согласно FR 2951188B1 маточный раствор, о котором речь идет в документе, имеет очень высокое содержание полимера. Однако в FR2951188B1 противоречиво указано, что *«маточный раствор по изобретению предпочтительно содержит по меньшей мере 50% по массе полимера»*, а в следующем абзаце, что это содержание полимера составляет *«предпочтительно от 20% до 50% по массе полимера относительно массы маточного раствора, предпочтительно от 25% до 45%, более предпочтительно от 30% до 40% и наиболее предпочтительно от 32% до 35% и это без какого-либо феномена геллирования при его приготовлении и/или хранении»*. Таки образом, примеры FR2951188B1 SM₅ и SM_{5 bis}, с одной стороны, и SM₆ и SM_{6bis}, с другой стороны, соответственно с 25 и 40% по массе полимера относятся ко второму случаю «предпочтительности».

Таким образом, представляется, что цель FR2951188B1, которая заключается в получении полимерно-битумного маточного раствора с очень высоким содержанием полимера реально не достигнута.

WO 02/10285 описывает концентраты жидкости в твердом состоянии, предназначенные для смешивания с битумами и содержащие каучуковые гранулы (55-95%) и талловое масло (45-5%).

Смеси растительных масел и полимеров предшествующего уровня техники можно улучшить, в частности, в плане практической реализации и влияния на физико-химические свойства полимеров-битумов, в которые их вводят.

Цели изобретения

Изобретение направлено на усовершенствование смесей растительное масло/полимер предшествующего уровня техники и более конкретно на достижение по меньшей мере одной из следующих целей:

- предоставление более дешевых новых базовых смесей, подходящих для

приготовления полимеров-битумов;

- предоставление более дешевых новых базовых смесей, подходящих для приготовления полимеров-битумов с высоким содержанием полимеров;

- предоставление более дешевых новых базовых смесей, подходящих для приготовления полимеров-битумов, стабильных при хранении (отсутствие ре-агломерации);

- предоставление более дешевых новых базовых смесей, подходящих для приготовления полимеров-битумов, которые можно без труда вводить в битум, то есть, например, быстро и без использования дорогостоящих и сложных перемешивающих устройств;

- предоставление более дешевых новых базовых смесей, подходящих для приготовления полимеров-битумов, позволяющих получать композиции из битума/полимера с хорошими показателями консистенции в вязком состоянии (проникающая способность, температура, определяемая по методу кольца и шара, и низкая чувствительность) и хорошими механическими свойствами в твердом/затвердевшем состоянии (эластичность, когезия и прочность на разрыв);

- предоставление простых в приготовлении и более дешевых новых полимеров-битумов, получаемых из базовых смесей, которые были описаны в целях выше;

- предоставление простых в приготовлении и более дешевых новых эмульсий, приготовленных из полимеров-битумов, которые были описаны в цели выше;

- предоставление простых в приготовлении и более дешевых новых дорожных смесей или слоев, полученных из битумных вяжущих или эмульсий, которые были описаны в целях выше;

- предоставление простых и экономичных способов приготовления новых продуктов, которые были описаны в целях выше.

Раскрытие изобретения

Для достижения этих целей по первому аспекту изобретение предлагает базовую смесь, пригодную для приготовления полимерно-битумных композиций, которая содержит:

- (a) по меньшей мере 25% по массе, предпочтительно 25 - 80% по массе полимера,
- (b) по меньшей мере одну термопластичную смолу, придающую клейкость, со средней молекулярной массой от 100 до 3000 г/моль,
- (c) и/или один или несколько сложных алкиловых, предпочтительно метиловых, (моно) эфиров, жирных кислот C16-C18, более конкретно подсолнечное масло, льняное масло, рапсовое масло, соевое масло и/или подсолнечное масло, изомеризованное или нет;

причем сложный эфир (с) обязательно присутствует в том случае, если смола (b), придающая клейкость, имеет кислотное число, определенное по стандарту NF EN ISO 660, составляющее менее 50 мг КОН/г.

Эти базовые смеси имеют высокое содержание полимера, стабильны при хранении, просты в применении и приготовлении и соответствуют установленной спецификации для полимеров-битумов, которые можно без труда получить смешиванием с битумом. Таким образом, эти базовые смеси представляют собой перспективный исходный материал для изготовления полимеров-битумов, более конкретно в том, что они позволяют снизить расходы на транспорт и логистику, поскольку эти базовые смеси можно хранить и перевозить без ухудшения качества при температуре окружающей среды, и, соответственно, затем легко растворять в битуме на месте производства полимерно-битумных композиций.

При необходимости сложный эфир (с) может обязательно присутствовать в базовой смеси, если смесь (a) - (b) содержит 55 - 95% по массе полимера (a) и 45 - 5% по массе таллового масла в качестве смолы (b).

Базовая смесь может быть представлена в виде неформованной массы/теста или по предпочтительному признаку изобретения быть представлена в форме дискретных элементов, таких как гранулы, четырехгранные брикеты или бруски, причем такое формование предпочтительно проводится после экструзии. В этих дискретных формах продукт прост в обращении, в хранении и транспортировке.

Кроме того, они также облегчают диспергирование базовой смеси в битуме для приготовления полимеров-битумов.

Согласно первому варианту воплощения, базовая смесь по изобретению содержит компоненты (a) и (b) в следующих соотношениях в % по массе:

(a) от 25 до 55; предпочтительно от 30 до 50;

(b) от 75 до 45; предпочтительно от 70 до 50.

Согласно второму варианту воплощения, базовая смесь по изобретению содержит компоненты (a) и (с) в следующих соотношениях в % по массе:

(a) от 25 до 80; предпочтительно от 30 до 70;

(с) от 75 до 20; предпочтительно от 70 до 30.

Согласно третьему варианту воплощения, базовая смесь по изобретению содержит компоненты (a), (b) и (с) в следующих соотношениях в % по массе:

(a) от 25 до 80; предпочтительно от 30 до 70;

(b) от 15 до 70; предпочтительно от 25 до 55;

(с) от 5 до 20; предпочтительно от 5 до 15.

Полимер (а)

Полимер (а) базовой смеси представляет собой обычный полимер полимеров-битумов, а именно следующие со- или гомополимеры, например: биополимеры растительного, животного и белкового происхождения, полибутадиены, полиизопрены, бутиловые каучуки, полиакрилаты, полиметакрилаты, полихлоропрены, полинорборнены, полибутены, полиизобутены, полиэтилены, сополимеры этилена и винилацетата, сополимеры этилена и метилакрилата, сополимеры этилена и бутилакрилата, сополимеры этилена и малеинового ангидрида, сополимеры этилена и глицидил метакрилата, сополимеры этилена и глицидил акрилата, сополимеры этилена и пропена, терполимеры этилена/пропена/диена (EPDM), терполимеры акрилонитрила/бутадиена/стирола (ABC), терполимеры этилена/алкил акрилата или метакрилата/глицидил акрилата или метакрилата, и более конкретно терполимеры этилена/метилакрилата/глицидил метакрилата, и терполимеры этилена/алкил акрилата или метакрилата/малеинового ангидрида, и более конкретно терполимеры этилена/бутилакрилата/малеинового ангидрида.

Полимером (а), на который следует обратить внимание, предпочтительно является сополимер стирола и бутадиена, линейной или звездчатой молекулярной структуры, в котором содержание стирольных звеньев составляет от 5% до 50% по массе от общей массы бутадиеновых звеньев, предпочтительно от 10% до 40%, более предпочтительно от 15% до 30%, и наиболее предпочтительно от 20% до 30%. Его средняя молекулярная масса M_w предпочтительно может составлять от 50 000 до 800 000 Дальтон, предпочтительно от 60 000 до 700 000, более предпочтительно от 80 000 до 500 000, еще более предпочтительно от 100 000 до 400 000, и наиболее предпочтительно от 110 000 до 300 000. Молекулярную массу сополимера измеряют с помощью гель-проникающей хроматографии с полистироловым стандартом в соответствии с ASTM D3536.

Как это известно, базовая смесь может содержать сшивающий агент полимера (а). Обычно сшивающий агент выбирают в зависимости от типа(ов) полимера (ов), присутствующего (их) в базовой смеси по изобретению, например:

- серу (серный цвет или альфа кристаллическую серу);
- полисульфиды гидрокарбила, взятые по отдельности или в смеси, при необходимости в присутствии ускорителей вулканизации, являющихся или не являющихся донорами серы, взятых по отдельности или в смеси;
- соединения общей формулы $HS-R-SH$, где R представляет собой углеводородную группу, насыщенную или ненасыщенную, линейную или разветвленную, из 2 - 40 атомов углерода, при необходимости содержащую

один или несколько гетероатомов, таких как кислород.

Смолы(b), придающие клейкость

Для усовершенствования этой базовой смеси изобретатели удачно выделили:

- 1-е особо подходящее множество придающих клейкость смол (b), более конкретно, смол с кислотным числом (кч), определенным по стандарту NF EN ISO 660, менее 50 мг KOH/г, предпочтительно менее – в возрастающем порядке предпочтительности -: 40; 30; 20; 10; 5; 4; 3; 2;
- 2-е особо подходящее множество придающих клейкость смол (b), более конкретно, углеводородных смол;
- 3-е особо подходящее множество придающих клейкость смол (b), более конкретно, терпен-фенольных смол;
- 4-е особо подходящее множество придающих клейкость смол (b), более конкретно, смол, вязкость которых в расплавленном состоянии, измеренная при 160°C, составляет от 100 до 5000 мПа·с, предпочтительно от 300 до 3000 мПа·с;
- причем указанная смола (b) может относиться по меньшей мере к одному из четырех указанных выше множеств.

Придающими клейкость смолами (b), которым отдается предпочтение по изобретению, являются в частности:

- терпен-фенольные смолы (Dertophene® T) с кислотным числом от 0,5 до 1,5; Mw от 500 до 1000 Дальтон, растворимость ароматических компонентов которых, описываемая «точкой смешанной метилциклогексан-анилиновой системы (ММАР)», составляет от 10 до 50,
- C5 алифатические смолы (Piccotac® 1095N) с кч от 0,5 до 1,5; Mw от 1000 до 2500 Дальтон, растворимость ароматических компонентов которых, описываемая «точкой смешанной метилциклогексан анилиновой системы (ММАР)», составляет от 80 до 150,
- C5 алифатические смолы, модифицированные ароматическими группами, (Piccotac® 7590N) с кислотным числом от 0,5 до 1,5; Mw от 1000 до 2500 Дальтон, растворимость ароматических компонентов которых, описываемая «точкой смешанной метилциклогексан анилиновой системы (ММАР)», составляет от 50 до 150,
- алифатические смолы (Escorez® 1310 LC) с кислотным числом от 10^3 до 0,1; с WCP от 60°C до 90°C (79°C), Mw от 500 до 2500 Дальтон,
- алифатические смолы (Escorez 1310 LC) с WCP от 100°C до 200°C, и Mw от 500

до 2500 Дальтон,

■ и их смеси.

Компонент (с)

Компонент (с) действительно и предпочтительно представляет собой масло или смесь масел, содержащих жирные кислоты, по меньшей мере частично (пере)этерифицированные по меньшей мере одним спиртом, например, алканолом, таким как метанол, этанол, пропанол, бутанол. Все или часть жирных кислот сложного эфира (с) предпочтительно являются C16-C18. Масло или масла компонента (с) - предпочтительно растительного происхождения (подсолнечник, соя, лен ..). Примером сложного эфира (с) является продукт переэтерификации подсолнечного, соевого и/или льняного масла (ел) метанолом.

Дисперсность D базовой смеси

Принимая во внимание ее назначение, базовую смесь по изобретению можно описать ее диспергируемостью D в битуме, определяемой методом Md и выражаемой временем в минутах, по прошествии которого остатки базовой смеси визуальнo не обнаруживаются ни на поверхности битума, ни на стенках контейнера после прекращения перемешивания (вихревого движения):

$$D \leq 60$$

предпочтительно $D \leq 40$.

Метод Md описан в примерах ниже.

В ином представлении, базовая смесь по изобретению предпочтительно обладает достаточно высокой диспергируемостью D в битуме для ее введения непосредственно в термостатированное устройство при перемешивании, без привлечения измельчителя/диспергатора и без появления нарушений. Здесь под термином «нарушение», подразумевается, например, всплытие частиц полимера на поверхность, присутствие плохо диспергированных остатков базовой смеси или неоднородность конечной смеси, что является синонимом снижения термомеханических характеристик битума, модифицированного полимером.

Способ получения базовой смеси

В другом из своих аспектов изобретение касается способа получения базовой смеси, подходящей для приготовления полимерно-битумных композиций, причем более конкретно эта базовая смесь является такой, как описано выше. Этот способ характеризуется тем, что он по существу состоит из экструдирования/смешивания:

(а) по меньшей мере одного полимера,

(b) по меньшей мере одной смолы, придающей клейкость,

(с) и/или одного или нескольких масел, по меньшей мере частично переэтерифицированных или нет.

(а); (b); (с) предпочтительно являются компонентами, описанными выше.

В числе других способов по изобретению экструзия является предпочтительным способом смешивания или гомогенизации.

Более конкретно, предпочтительный способ получения базовой смеси экструзией можно проводить с помощью двухшнекового экструдера так, как это более подробно описано в следующих примерах.

Полимер-битум, полученный из базовой смеси по изобретению, и способ приготовления этого полимера-битума

В другом из своих аспектов изобретение касается полимера-битума, приготовленного из базовой смеси, описанной выше.

В другом из своих аспектов изобретение касается способа приготовления полимера-битума, описанного выше, причем этот способ характеризуется тем, что он по существу состоит из смешивания по меньшей мере одного битума с по меньшей мере одной базовой смесью, описанной выше.

В число используемых смесителей входят простые смесители такие, какие используются на заводах по изготовлению битумов, модифицированных полимерами, или других, или также экструдеры.

Битум может быть выбран из битумов природного происхождения, таких как битумы, находящиеся в месторождениях природного битума, природного асфальта или битуминозного песка. Битумом, используемым по изобретению, может быть также битум или смесь битумов с заводов по переработке сырой нефти, таких как битумы прямой перегонки или битумы перегонки при пониженном давлении или окисленные или полуокисленные битумы, остатки деасфальтизации пропаном или пентаном, остатки легкого крекинга, эти различные погоны можно брать по отдельности или в смеси. Используемым битумами могут быть также битумы, флюсированные добавлением летучих растворителей, полученных из нефти разжижителей, разжижителей, полученных из каменного угля и/или разжижителей растительного происхождения. Можно также использовать синтетические битумы, также называемые светлыми, пигментируемыми или окрашиваемыми битумами. Битум может быть битумом нефтяного или парафинового происхождения или смесью этих двух битумов. Например, битум представляет собой битум 160/220.

Эмульсии

В другом из своих аспектов изобретение касается эмульсии, приготовленной из

описанного выше полимера-битума.

На практике, способ и устройство для приготовления эмульсии являются традиционными. Методология и предпочтительные общие условия описаны в примерах ниже.

Покрытия

В другом из своих аспектов изобретение касается дорожного покрытия (например, смеси или слоя), полученного из полимера-битума или из эмульсии, описанных выше.

Изобретение будет более понятным в свете следующих примеров.

Примеры

-I- Метод Md измерения диспергируемости D базовой смеси в битуме

6,7 г базовой смеси вводят в 93,3 г битума 160/220, выдерживаемого при температуре от 160 до 170°C, при простом механическом перемешивании лопастной мешалкой.

Емкость представляет собой металлический контейнер объемом 2 л.

Битум 160/220 произведен на нефтеперерабатывающем заводе ESSO в Порт Жером – Граваншон (76).

Средства поддержания температуры состоят из нагревательной плитки IKA-MAG HP 10 в сочетании с температурным датчиком IKA ETS D5.

Лопастная мешалка - типа IKA RW20.

Простое перемешивание проводится при скорости 700 об./мин.

Измеряют продолжительность D в минутах, по прошествии которой остатки базовой смеси визуально не обнаруживаются ни на поверхности битума, ни на стенках контейнера. Время t0 для измерения D соответствует окончанию введения базовой смеси в битум.

-II- Устройства и методы

1. Для приготовления «базовых смесей», то есть без битума

- использовали двухшнековый экструдер 50 D
- производительность = 4 кг/ час
- скорость вращения = 200 - 500 об./ мин.
- Температурные профили:
 - i. зона 1 (введение смол и/или сложного метилового эфира растительного масла) = 40°C - 160°C;
 - ii. зона 2 (введение полимера) = 120 - 160°C;
 - iii. зоны 3 и 4 (смешивание/перемешивание компонентов) = 120°C - 160°C.

2. Для приготовления «полимеров-битумов» [испытания 1 - 4 (таблица 1)] использовали описанный выше **метод Md**.

3. Для приготовления «эмульсий из полимеров-битумов» [испытания 5 - 9 (таблица 2)]:

- использовали измельчитель/диспергатор Moritz BF50;
- температура приготовления составляет 160 - 180°C;
- для приготовления эмульсий поддерживали давление порядка 1 бар.

-III- Исходные материалы:

(a) Для этого исследования использовали полимер SBS ICO (линейный) в форме порошка с содержанием стирола 30-33%, удлинение выше или равно 7%, твердость по Шору А 70 - 80, прочность на разрыв (кг/м^2) выше или равна 200, молекулярная масса от 150 000 до 250 000 г/ моль.

(b) смолы, придающие клейкость

Escorez 1102 (изготовлена Exxon Mobil)

Escorez 1310 (изготовлена Exxon Mobil)

DERTOPHENE T (изготовлена by DRT)

PICCOTAC 1095 (изготовлена Eastman)

PICCOTAC 7590 (изготовлена Eastman).

(c) Компонент (с): сложный метиловый эфир растительных масел, например Oléoflux® 18

(d) эмульсии битумов, модифицированных полимером (a)

Исходные материалы:

Для битумной фазы будет использовано первоначально приготовленное полимерно-битумное вяжущее, содержащее 4% SBS, полученное в результате растворения базовых смесей в битуме 160/220.

Касательно водной фазы, она состоит из:

- 29,32% воды
- 0,25% эмульгамина L60 (поверхностно-активное вещество)
- 0,21% заводской HC1 33%
- 0,2% CaCl_2
- 0,02% Coatex (Viscodis 174) (загуститель)
- в достаточном количестве - сложный метиловый эфир растительных масел

- IV- Методы измерения:

- IV- 1 битум 160/220, добавляемый к базовым смесям

1. Температура размягчения по методу кольца и шара (EN 1427)
2. Определение точки хрупкости FRAASS (EN 12593)
3. Определение глубины проницаемости при 25°C (EN 1426)

4. Определение эластичности (EN 13398)

5. Вязкость по Брукфилду (EN 13702)

- IV- 2 эмульсии

- На эмульсии (битумная фаза и водная фаза) испытания 5 - 9 (таблица 2)

- Содержание воды (ХРТ60-080)

- pH эмульсии и водной фазы (EN 12850)

- Определение показателя разрушения катионных эмульсий (EN 13075-1)

- Определение остатка на сите (EN 1429)

- Определение псевдовязкости STV (EN 12846-2)

- Стабильность при хранении в течение 7 дней

- Сцепление с сухим гравием (EN 13614)

- Средний диаметр эмульсии LASER Mastersizer

- На вяжущем, собранном после испарения водной фазы, испытания 5 - 9 (таблица 2) ~> 2 часть таблицы

- Определение глубины проницаемости при 25°C (EN 1426)

- Температура размягчения по методу кольца и шара TBA (EN 1427)

- Определение эластичности (EN 13398)

- Температура точки хрупкости FRAASS (EN 12593)

- Определение когезии с использованием маятника (EN 13588)

-V- Испытания и результаты:

Испытания 1 - 4 проведены на базовых смесях: таблица 1 (примеры 1 - 4).

Испытания 5 - 9 проведены на эмульсиях: таблица 2 (примеры 5 - 9).

В таблицах 1 и 2 ниже приведены условия испытаний и полученные результаты для испытаний 1 - 9.

Таблица 1

Испытание	Смолы (b)		Полимер (a)		Метиловый эфир (c)		Диспергируемость (D) (мин) базовых смесей в битуме 160/220	Результаты испытаний				
	Вещество 1	% вещества 1	Вещество 2	% вещества 2	Вещество 3	% вещества 3		Глубина проницаемости при 25°C	Температура по методу кольца и Шара	Определение эластичности	Температура FRAASS	Вязкость при 120°C
1	Dertophene	50	SBS	50	-	-	1 час	97	55	70	-12	8,2
2	-	-	SBS	60	Oleoflux	40	15 минут	284	42	85	-21	4,8
3	Escorez 1310	65	SBS	30	Oleoflux	5	40 минут	103	50	82	-12	8,8
4	Dertophene	35	SBS	50	Oleoflux	15		137	62	90	-15	7,2

	Глубина проницаемости при 25°C	Температура по методу кольца и Шара	Определение эластичности	Температура FRAASS	Вязкость при 120°C
Эталон = битум 160/220 + 4% SBS в порошке	111	58	85	-13	8

Таблица 2

ТАБЛИЦА РЕЗУЛЬТАТОВ					
№ смеси	5	6	7	8	9
Продукты:	Эталонная эмульсия	Метиловый эфир (40%) +SBS (60%)	Dertophene T (50%) + SBS (50%)	Dertophene T (45%) + метиловый эфир (5%) +SBS (50%)	Piccotac 1095 (65%) + метиловый эфир (15%) +SBS (30%)
Примеры:					
Скорость диспергирования базовых смесей в битуме	2 часа	15 мин	1 час	40 мин	40 мин
Результаты испытаний					
Остаток на сите 0,50 мм %	0,14	0,00	0,00	0,01	0,01
Частицы от 0,50 мм до 0,16 мм %	11,73	0,37	0,09	0,54	0,67
Средний диаметр эмульсии LASER Mastersizer 2000 (мкм)	9,5	4,3	4,0	5,3	3,6
Прочность на разрыв					
* измерение с наполнителем Sikaisol	97	58	57	75	69
(0,25 – 0,45 г/с, 25+/-1°C, 1 т/с)					
Псевдовязкость STV 40°C 4 мм	13	42	26	247	24
Стабильность при хранении 7 дней					
просеиванием (сито 0,5 мм)	-	0,00	0,00	0,02	0,00
Сцепление устойчивость к отслаиванию под действием воды (%)	90	90	100	90	90

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Базовая смесь, пригодная для приготовления полимерно/битумных композиций, которая содержит:

(а) по меньшей мере 25% по массе, предпочтительно от 25 до 80% по массе полимера,

(b) по меньшей мере одну термопластичную смолу, придающую клейкость, со средней молекулярной массой от 100 до 3000 г/моль,

(с) и/или один или несколько сложных алкиловых, предпочтительно метиловых, (моно)эфиров жирных кислот C16-C18, более конкретно подсолнечное масло, льняное масло, рапсовое масло, соевое масло и/или подсолнечное масло, изомеризованное или нет;

причем сложный эфир (с) обязательно присутствует в том случае, если смола (b), придающая клейкость, имеет кислотное число, определенное по стандарту (NF) EN ISO 660, составляющее менее 50 мг КОН/г.

2. Базовая смесь по п. 1, характеризующаяся тем, что содержит компоненты (а) и (b) в следующих соотношениях в % по массе:

(а) от 25 до 55; предпочтительно от 30 до 50;

(b) от 75 до 45; предпочтительно от 70 до 50.

3. Базовая смесь по п. 1, характеризующаяся тем, что содержит компоненты (а) и (с) в следующих соотношениях в % по массе:

(а) от 25 до 80; предпочтительно от 30 до 70;

(с) от 75 до 20; предпочтительно от 70 до 30.

4. Базовая смесь по п. 1, характеризующаяся тем, что содержит компоненты (а), (b) и (с) в следующих соотношениях в % по массе:

(а) от 25 до 80; предпочтительно от 30 до 70;

(b) от 15 до 70; предпочтительно от 25 до 55;

(с) от 5 до 20; предпочтительно от 5 до 15.

5. Базовая смесь по любому из пунктов 1-4, характеризующаяся тем, что смола (b), придающая клейкость, имеет кислотное число, определенное по стандарту NF EN ISO 660 и выраженное в мг КОН/г, ниже, в возрастающем порядке предпочтительности, 50; 40; 30; 20; 10; 5; 4; 3; 2.

6. Базовая смесь по любому из пунктов 1-5, характеризующаяся тем, что смола (b), придающая клейкость, выбрана из углеводородных смол и/или терпен-фенольных смол.

7. Базовая смесь по любому из пунктов 1-6, характеризующаяся тем, что ее диспергируемость D в битуме, определяемая методом Md и выражаемая временем в

минутах, по прошествии которого остатки базовой смеси визуально не обнаруживаются ни на поверхности битума, ни на стенках контейнера, составляет: $D \leq 60$ минут, предпочтительно $D \leq 40$ минут.

8. Базовая смесь по любому из пунктов 1-7, характеризующаяся тем, что обладает достаточно высокой диспергируемостью D в битуме для ее введения непосредственно в термостатированное устройство при перемешивании.

9. Способ получения базовой смеси, подходящей для приготовления полимерно-битумных композиций, причем эта базовая смесь является такой, как описано в по меньшей мере одном из пунктов 1-8, характеризующийся тем, что он по существу состоит из экструдирования/смешивания:

- (a) по меньшей мере одного полимера,
- (b) по меньшей мере одной смолы, придающей клейкость,
- (c) и/или одного или нескольких масел, по меньшей мере, частично переэтерифицированных или нет.

10. Полимер-битум, приготовленный из базовой смеси по любому из пунктов 1-8.

11. Способ приготовления полимера-битума по п. 10, характеризующийся тем, что он по существу состоит из смешивания по меньшей мере одного битума с по меньшей мере одной базовой смесью по любому из пунктов 1 - 8.

12. Эмульсия, приготовленная из полимера-битума по п. 10 или из битума и базовой смеси по любому из пунктов 1-8.

13. Дорожное покрытие, полученное из полимера-битума по п. 10 или эмульсии по п. 12.