

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **040503**

(13) **B1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

(45) Дата публикации и выдачи патента
2022.06.10

(21) Номер заявки
202090954

(22) Дата подачи заявки
2018.11.05

(51) Int. Cl. **C08L 23/06** (2006.01)
C08L 23/12 (2006.01)
E01C 7/26 (2006.01)
C04B 26/00 (2006.01)

(54) **КОМПОЗИЦИЯ ДОБАВКИ ДЛЯ БИТУМНЫХ КОНГЛОМЕРАТОВ С ВЫСОКИМИ ПОКАЗАТЕЛЯМИ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ**

(31) **102017000126622**

(32) **2017.11.07**

(33) **IT**

(43) **2020.08.31**

(86) **PCT/EP2018/080169**

(87) **WO 2019/091915 2019.05.16**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
ИТЕРКИМИКА С.Р.Л. (IT)

(72) Изобретатель:
**Джаннаггазио Федерика, Чизани
Серджио, Бертулетти Элиза (IT)**

(74) Представитель:
Нилова М.И. (RU)

(56) US-A1-2009016325
US-A1-2014058046
WO-A1-2013053882
US-A1-2011260116

(57) Предложена композиция добавки, предназначенная для смешивания с битумными конгломератами для дорожного покрытия, содержащая термопластичный полимер, полимерное соединение, выбранное из группы, состоящей из поливинилбутираля (PVB), полиэтилакрилата (PEA), полиметилакрилата (PMA), полибутилакрилата (PBA), лигнина и их смесей, и графен, при этом графен предпочтительно содержится в количестве от 0,005 до 1% по массе в расчете на общую массу композиции. Кроме того, описан битумный конгломерат, подходящий для изготовления дорожного покрытия, содержащий заполнители, наполнитель, битум и указанную добавку.

B1

040503

040503

B1

Область техники

Настоящее изобретение относится к области техники получения битумных конгломератов для дорожного покрытия.

В частности, настоящее изобретение относится к композиции добавки для битумных конгломератов, которая позволяет улучшить механические свойства битумного конгломерата, содержащего указанную добавку, а также продлить срок службы дорожного покрытия, изготовленного с применением такого битумного конгломерата.

Уровень техники

Необходимость разработки технологий и продуктов, максимально безопасных для окружающей среды, все еще является актуальной во всех областях нефтехимической промышленности, особенно в области производства асфальтовых и битумных конгломератов.

Такая потребность стимулирует поиск материалов, как можно более совместимых с природной и антропогенной средой, а также попытку оптимизировать способы их получения путем снижения суммарной добычи сырьевых материалов и, следовательно, углеродного следа, связанного с такими способами.

Кроме того, в данной области техники хорошо известно применение добавок для улучшения свойств битумных конгломератов и асфальтов в целом, например такие добавки могут представлять собой композиции, включающие термопластичные полимеры для улучшения механических свойств битумного асфальта, содержащего такие добавки, в частности прочности при растяжении и устойчивости к образованию трещин битумного конгломерата, обычно применяемого в качестве покрывающего слоя для дорог.

Композиция асфальта, содержащая наполнители, гранулированный или порошкообразный материал, полученный из отходов резиновой смеси, например шин, и смесь термопластичных полимеров и сополимеров, а также дополнительные добавки и наполнители, описана в международной заявке на патент WO 2015179553.

Китайская заявка на патент CN 106280505 относится к добавке для асфальта в форме смеси, содержащей полиолефины в гранулах и другие материалы, в том числе пластификатор, предпочтительно диоктилфталат. Такая добавка также эффективна в отношении уменьшения образования трещин в асфальте, полученном с ее применением.

Китайский патент CN 102585520 относится к добавке для асфальта, включающей полипропилен, полиэтилен, PVB (поливинилбутираль), а также содержащей диоктилфталат в качестве пластификатора, и, кроме того: диспергирующий агент, тиксотропный агент и порошок на основе металла. Такая добавка улучшает характеристики асфальтовых смесей.

Китайская заявка на патент CN 103509356 также относится к асфальтовой смеси, содержащей полиолефины (полиэтилен, стирол-бутадиенстирольный сополимер, полиэтилентерефталат), поливинилбутираль в качестве связующего вещества и наполнитель.

В любом случае, несмотря на то, что такие добавки для улучшения химических и механических свойств коммерчески доступных асфальтов, а также асфальты, которые можно получить при применении указанных добавок, обычно изготавливают с учетом воздействия на окружающую среду, например, они могут содержать отходы от других промышленных процессов или переработанные материалы, как, например, в случае асфальтовой композиции, описанной в заявке WO 2015179553, такие продукты при их производстве все еще не способны сочетать улучшение механических свойств битумных конгломератов с конкретным снижением воздействия применяемого сырьевого материала на окружающую среду, как на качественном, так и на количественном уровне.

С учетом описанного выше предшествующего уровня техники проблема, лежащая в основе настоящего изобретения, состояла в обеспечении композиции добавки, предназначенной для смешивания с битумными конгломератами для дорожного покрытия, при этом указанная композиция подходила для улучшения механических свойств битумного конгломерата, полученного путем смешивания указанной композиции с другими подходящими компонентами, и одновременно была лишена описанных выше недостатков, являясь, тем самым, более экологически устойчивой.

Краткое описание изобретения

Указанная проблема была решена путем получения композиции добавки, предназначенной для смешивания с битумным конгломератом для дорожного покрытия и подходящая для улучшения механических свойств указанного битумного конгломерата, содержащая по меньшей мере один термопластичный полимер, полимерное соединение, которое представляет собой поливинилбутираль (PVB), и графен, где указанный по меньшей мере один термопластичный полимер представляет собой полиолефин или смеси полиолефинов.

Более предпочтительно указанный по меньшей мере один термопластичный полимер представляет собой полиолефин, предпочтительно полиэтилен или полипропилен или любую другую смесь полиэтилена и полипропилена.

Более предпочтительно, указанный термопластичный полимер представляет собой смесь полиэтилена и полипропилена, содержащую полиэтилен в количестве от 25 до 75% по массе в расчете на общую

массу смеси.

Еще более предпочтительно указанный термопластичный полимер представляет собой смесь полиэтилена и полипропилена, как указано в приведенной ниже табл. 1, в которой значения по массе рассчитаны на общую массу смеси полиэтилена и полипропилена.

Таблица 1

Полиэтилен (%)	Полипропилен (%)
30	70
40	60
50	50
60	40
70	30

Указанный по меньшей мере один термопластичный полимер предпочтительно представляет собой переработанный материал.

Альтернативно, термопластичный полимер, применяемый в композиции добавки согласно настоящему изобретению, представляет собой материал первичного изготовления или смесь описанного выше переработанного материала и материала первичного изготовления.

Преимущество заключается в том, что композиция добавки согласно настоящему изобретению, предназначенная для смешивания с битумными конгломератами, может по существу состоять из перечисленных выше компонентов без применения других компонентов, таких как пластификаторы, соединения серы, соли и/или другие материалы.

В равной мере предпочтительным является то, что полимерное соединение, содержащееся в композиции добавки согласно настоящему изобретению, представляет собой поливинилбутираль (PVB).

Согласно предпочтительному варианту реализации указанное выше полимерное соединение представляет собой переработанное соединение, предпочтительно переработанный PVB, более предпочтительно, полученный посредством его извлечения в процессе обработки использованного ветрового стекла транспортного средства и/или применяемого в зданиях двойного стеклопакета.

Альтернативно, указанное выше полимерное соединение, в частности, поливинилбутираль, применяемый в композиции добавки согласно настоящему изобретению, представляет собой материал первичного изготовления или смесь упоминаемого выше переработанного материала и материала первичного изготовления.

Согласно настоящему изобретению под термином "графен" подразумевают углеродный материал с двумерной структурой углеродных одноатомных слоев с гексагональной матрицей, в которой каждый атом углерода связан с другими тремя атомами углерода посредством ковалентной связи и связан с атомами соседних слоев посредством сил Ван-дер-Ваальса, а также подразумевают любое функционализированное производное такого углеродного материала, например, оксид графена, т.е. графен, частично функционализированный кислородсодержащими группами.

Графен, применяемый в композиции добавки согласно настоящему изобретению, предпочтительно имеет кажущуюся плотность от 2 до 100 г/дм³, более предпочтительно от 10 до 70 г/дм³; при этом графен, применяемый в композиции добавки согласно настоящему изобретению, одновременно имеет площадь поверхности от 10 до 300 м²/г.

Указанную поверхностную площадь измеряют с применением метода Брюнера-Эммета-Теллера (BET) по поглощению инертного газа (азота), в частности, согласно процедуре, описанной в ISO 9277:2010.

Кроме того, горизонтальные размеры графеновых слоев составляют менее 200 мкм, предпочтительно менее 100 мкм, более предпочтительно менее 50 мкм.

Согласно предпочтительному варианту реализации графен, применяемый в композиции добавки согласно настоящему изобретению, представляет собой переработанный графен.

Альтернативно, графен, применяемый в композиции добавки согласно настоящему изобретению, представляет собой графен первичного изготовления или смесь переработанного графена и графена первичного изготовления.

Соответственно, абсолютное преимущество заключается в том, что композиция добавки, предназначенная для смешивания с битумными конгломератами для дорожного покрытия согласно настоящему изобретению, может существовать в виде смеси частично или полностью переработанных материалов; следовательно, композиция добавки согласно настоящему изобретению является особенно экологически устойчивой, что обусловлено не только явной чистой экономией сырьевых материалов, но также связанным с этим уменьшением выбросов диоксида углерода (которые в противном случае выбрасывались бы в окружающую среду во время процессов синтеза рассматриваемых материалов).

Графен, включенный в композицию добавки согласно настоящему изобретению, предпочтительно содержится в количестве от 0,005 до 1%, более предпочтительно от 0,005 до 0,15%, еще более предпочтительно от 0,01 до 0,1% по массе в расчете на общую массу композиции.

В равной мере предпочтительным является то, что указанный выше термопластичный полимер, входящий в состав композиции добавки согласно настоящему изобретению, содержится в количестве от 45 до 95%, более предпочтительно от 50 до 90% по массе в расчете на общую массу композиции.

В равной мере предпочтительным является то, что указанное выше полимерное соединение, входящее в состав композиции добавки согласно настоящему изобретению, предпочтительно поливинилбутираль, содержится в количестве от 5 до 55%, более предпочтительно от 10 до 50% по массе в расчете на общую массу композиции.

Особенно предпочтительная композиция добавки, предназначенная для смешивания с битумными конгломератами, состоит из следующих компонентов, выраженных в процентах по массе в расчете на общую массу композиции:

термопластичный материал	50-95
поливинилбутираль	5-50
графен	0,005-1

Все проценты, приведенные в тексте настоящей заявки, следует понимать как проценты по массе, если не указано иное.

Композицию добавки согласно настоящему изобретению получают в форме частиц, например в форме гранул или в форме крошки, предпочтительно с частицами, средний диаметр которых составляет от 0,5 до 10 мм, более предпочтительно от 4 до 6 мм, или в форме порошка предпочтительно с частицами, средний диаметр которых составляет от 0,08 до 3 мм, более предпочтительно от 0,5 до 3 мм.

Соответственно композицию добавки согласно настоящему изобретению можно получить способом, включающим раздельное измельчение описанных выше термопластичного полимера, полимерного соединения, предпочтительно поливинилбутираля, и графена, и их последующее смешивание.

Абсолютно предпочтительным является то, что описанный выше способ получения композиции добавки согласно настоящему изобретению приводит к получению композиции добавки согласно настоящему изобретению в форме порошка или в форме гранул с частицами, средний диаметр которых составляет от 0,08 до 3 мм, предпочтительно от 0,5 до 3 мм.

Указанную выше стадию измельчения предпочтительно можно осуществлять с применением мельницы с охлаждаемым ротором или ротора гранулятора или путем криогенного измельчения.

Кроме того, преимуществом является то, что применение композиции добавки согласно настоящему изобретению в любом из его вариантов реализации предпочтительно позволяет получить битумные конгломераты с улучшенными механическими свойствами, а также продлить срок службы дорожного покрытия, изготовленного с использованием таких битумных конгломератов.

Описанную выше композицию добавки согласно настоящему изобретению можно, в свою очередь, использовать для получения битумного конгломерата, подходящего для изготовления дорожного покрытия с высокими показателями механических свойств. Такой битумный конгломерат содержит наполнители, в том числе, например, инертные неорганические материалы, такие как щебень, гранулированный и дробленый шлак, искусственные наполнители, полученные, например, путем высокотемпературного плавления некоторых минералов или горных пород (например, бокситов или определенных глин), наполнители, битум, а также описанную выше композицию добавки, которая обычно содержится в количестве от 0,09 до 15%, предпочтительно от 2 до 6%, более предпочтительно 5% по массе в расчете на общую массу указанного битума.

Указанный битумный конгломерат предпочтительно содержит битум в количестве от 3 до 7% по массе в расчете на общую массу битумного конгломерата, более предпочтительно в количестве от 4 до 6,5% по массе в расчете на общую массу битумного конгломерата.

Согласно настоящему изобретению под термином "битум" обычно подразумевают материал, содержащий твердую дисперсионную фазу при комнатной температуре, обладающую термопластичными свойствами, при этом указанная дисперсионная фаза содержит высокомолекулярные органические соединения, главным образом углеводороды, количество атомов углерода в которых составляет более 25. В общем случае, в указанной дисперсионной фазе могут быть диспергированы следовые количества серы, азота, кислорода и металла, такого как никель, железо и ванадий.

Таким образом, согласно одному из дополнительных аспектов настоящее изобретение относится к способу получения битумного конгломерата, подходящего для изготовления дорожного покрытия с высокими показателями механических свойств, включающему стадию добавления к указанным наполнителям, при перемешивании и при варьирующей температуре от 130 до 200°C, предпочтительно от 165 до 185°C, более предпочтительно от 170 до 180°C, описанной выше композиции добавки согласно настоящему изобретению, при этом указанный битумный конгломерат также содержит битум и наполнитель.

Абсолютное преимущество заключается в том, что композиция добавки согласно настоящему изобретению при добавлении в битумные конгломераты для дорожного покрытия позволяет получить дорожное покрытие с высокими показателями механических свойств, такими как высокая прочность при растяжении, высокая жесткость и высокая усталостная прочность, как более подробно объяснено со

ссылкой на подробное описание.

Соответственно дорожное покрытие, изготовленное с применением битумного конгломерата, содержащего композицию добавки согласно настоящему изобретению, также проявляет слабую склонность к такому явлению, как колеобразование, по сравнению с дорожным покрытием, изготовленным с применением битумного конгломерата, не содержащего композицию добавки согласно настоящему изобретению, как будет более подробно объяснено со ссылкой на подробное описание.

Высокие показатели механических свойств, придаваемые дорожному покрытию композицией добавки, смешанной с битумным конгломератом, а также значительное уменьшение такого явления, как колеобразование, обуславливают значительное увеличение срока службы дорожного покрытия, а также его безопасность, по сравнению с традиционным дорожным покрытием.

Абсолютным преимуществом является то, что, когда битумный конгломерат, содержащий композицию добавки согласно настоящему изобретению, используют при изготовлении дорожного покрытия, слой последнего (подстилающий слой покрытия, связующий слой и поверхностный слой) могут иметь меньшую толщину, с учетом одинакового срока службы, по сравнению с дорожным покрытием, изготовленным с применением битумного конгломерата, не содержащего композицию добавки согласно настоящему изобретению.

Следовательно, применение конгломерата, содержащего такую композицию добавки, приводит не только к необходимости применения меньшего количества заполнителей и битума, что обуславливает снижение выбросов диоксида углерода, которые в противном случае имели бы место при производстве/добыче и при транспортировке перечисленных выше сырьевых материалов, но также приводит к значительной экономии энергии (и соответствующему меньшему воздействию на окружающую среду) благодаря меньшему производству битумного конгломерата, который, как показано ранее, требует обработки при довольно высоких температурах.

Кроме того, композиция согласно настоящему изобретению удобна и безопасна в обращении, поскольку она не содержит мелкоизмельченных порошков, которые могут вдыхать используемые ее операторы.

Кроме того, композиция согласно настоящему изобретению может храниться в течение длительных периодов времени, даже в течение многих месяцев, без риска слеживания и сохраняет свои свойства текучести неизменными с течением времени, что является важным при добавлении такой композиции в битумный конгломерат с точки зрения обеспечения точного и воспроизводимого дозирования указанной композиции.

Особенности и преимущества настоящего изобретения будут дополнительно продемонстрированы с помощью некоторых вариантов его реализации, которые изложены далее в качестве иллюстрации, а не ограничения.

Подробное описание изобретения

Далее приведены некоторые примеры композиций добавки согласно настоящему изобретению, которые были приготовлены и исследованы с получением положительных результатов в отношении их влияния на улучшение показателей механических свойств при получении битумного конгломерата. В заключение, приведен сравнительный пример, в котором показана возможная композиция добавки, не содержащая графен и не соответствующая настоящему изобретению.

Пример 1

Смесь полиэтилена и полипропилена (70:30)	49,995%
Поливинилбутираль	49,995%
Графен первичного изготовления	0,01%

Пример 2

Смесь полиэтилена и полипропилена (50:50)	49,95%
Поливинилбутираль	49,95%
Графен первичного изготовления	0,1%

Пример 3

Смесь полиэтилена и полипропилена (60:40)	49,95%
Поливинилбутираль	49,95%
Переработанный графен	0,1%

Пример 4

Смесь полиэтилена и полипропилена (30:70)	74,995%
Поливинилбутираль	24,995%
Графен первичного изготовления	0,01%

Пример 5

Смесь полиэтилена и полипропилена (50:50)	74,95%
Поливинилбутираль	24,95%
Графен первичного изготовления	0,1%

Пример 6

Смесь полиэтилена и полипропилена (70:30)	79,995%
Поливинилбутираль	19,995%
Графен первичного изготовления	0,01%

Пример 7

Смесь полиэтилена и полипропилена (40:60)	79,95%
Поливинилбутираль	19,95%
Графен первичного изготовления	0,1%

Пример 8

Смесь полиэтилена и полипропилена (70:30)	89,995%
Поливинилбутираль	9,995%
Графен первичного изготовления	0,01%

Пример 9

Смесь полиэтилена и полипропилена (70:30)	89,95%
Поливинилбутираль	9,95%
Графен первичного изготовления	0,1%

Пример 10

Смесь полиэтилена и полипропилена (60:40)	89,5%
Поливинилбутираль	9,5%
Графен первичного изготовления	1%

Пример 11

Смесь полиэтилена и полипропилена (70:30)	89,990%
Поливинилбутираль	9,995%
Графен первичного изготовления	0,005%

Пример 12 (сравнительный пример, не соответствующий настоящему изобретению)

Смесь полиэтилена и полипропилена (70:30)	90,00%
Поливинилбутираль	10,00%

Композиции согласно примерам 1-11 приготавливали путем раздельного измельчения смеси полиэтилена и полипропилена, поливинилбутирала и графена и последующего смешивания измельченных компонентов внутри смесителя с получением гомогенной смеси с частицами, средний диаметр которых составлял 2 мм.

Композицию согласно примеру 12 приготавливали тем же способом на основе только смеси полиэтилена и полипропилена и поливинилбутирала.

Пример 13.

Используя композицию согласно примеру 8, в лаборатории приготавливали восемнадцать брикетов битумного конгломерата диаметром 100 мм и толщиной примерно 25 мм, содержащего указанную композицию в соответствии с пропорциями ингредиентов, указанными в приведенной ниже табл. 2 (конгломерат А). Кроме того, приготавливали восемнадцать брикетов битумного конгломерата с тем же составом, но содержащего композицию добавки согласно примеру 12 (конгломерат В), и восемнадцать брикетов битумного конгломерата, не содержащего ни композиции добавки согласно примеру 8, ни композиции добавки согласно примеру 12 (конгломерат С), а также девять панелей из битумного конгломерата, по три панели для каждого типа конгломерата А, В и С.

Таблица 2

	Битумный конгломерат А, содержащий композицию согласно примеру 8	Битумный конгломерат В, содержащий композицию согласно примеру 12	Битумный конгломерат С, без какой-либо добавки
Материалы	Доля по массе	Доля по массе	Доля по массе
Гравий в качестве инертных материалов 12/20	25	25	25
Гравий в качестве инертных материалов 6/12	35	35	35
Гравий в качестве инертных материалов 3/6	10	10	10
Песок 0/4	25	25	25
Наполнитель (CaCO ₃)	5	5	5
Битум 70/100	4,5	4,5	4,5
Композиция добавки	0,27	0,27	0
Всего	104,77	104,77	104,5

Битумный конгломерат приготавливали в лаборатории с помощью описанной ниже процедуры с применением устройств, которые функционально имитируют более крупномасштабное оборудование, обычно применяемое на предприятиях для производства битумного конгломерата: выбор кривой грану-

лометрического состава в зависимости от дорожного покрытия, которое предполагают изготовить с применением битумного конгломерата, находящегося в настоящее время в процессе подготовки; выбор заполнителей в соответствии с указанной кривой гранулометрического состава, в данном случае заполнителей в соответствии с табл. 2, и доведение заполнителей до температуры от 170 до 180°C внутри смесителя; добавление подходящего количества композиции добавки, в данном случае композиции добавки согласно примеру 8, в количестве, указанном в табл. 2, с последующим перемешиванием в течение от 40 до 60 с с получением смеси; добавление к смеси подходящего количества битума, в данном случае количества, указанного в табл. 2, с последующим перемешиванием в течение по меньшей мере от 20 до 30 с; добавление к смеси подходящего количества наполнителя, в данном случае количества, указанного в табл. 2, с последующим перемешиванием в течение по меньшей мере 5 мин (в соответствии с нормативным законом EN 12697-35) с получением гомогенной смеси битумного конгломерата.

В частности, полученную смесь поддерживали при температуре от 170 до 180°C в течение всех стадий ее обработки.

В случае битумного конгломерата В вместо полученной в примере 8 композиции согласно настоящему изобретению добавляли композицию, полученную в примере 12, не соответствующую настоящему изобретению (не содержащую графен). В случае битумного конгломерата С, после стадии нагревания заполнителей непосредственно следовала стадия добавления к ним битума.

Затем полученную таким образом смесь битумного конгломерата выгружали из смесителя, дозировали в контейнеры в количестве, равном примерно 1210 г, и далее кондиционировали в печи при температуре 150°C в течение примерно 3 ч (для имитирования условий транспортировки).

Затем после стадии кондиционирования в печи полученный таким образом битумный конгломерат помещали внутрь матрицы. Далее для обеспечения относительного объема пустот примерно 2,5%, выполняли уплотнение с помощью вращательного уплотнителя (в качестве альтернативы вращательному уплотнителю можно использовать любой другой тип уплотнителя, подходящий для этой цели, например, уплотнитель Маршалла):

Давление, создаваемое нагрузкой: 600 кПа;

Гирационный угол: 1,25°;

Предельная плотность: 2400 кг/м³.

Было изготовлено 18 брикетов для каждого типа битумного конгломерата для проведения механических испытаний, одновременно было получено три панели размером 50 см×70 см, по одной для каждого типа битумного конгломерата.

Восемнадцать брикетов конгломерата А, восемнадцать брикетов конгломерата В и восемнадцать брикетов конгломерата С, а также панели, изготовленные из конгломерата А, панели, изготовленные из конгломерата В, и панели, изготовленные из конгломерата С, были в конце помещены в климатические камеры для соответствующего кондиционирования для проведения механических испытаний.

Пример 14. Определение прочности при растяжении

Для проведения испытания на прочность при растяжении использовали шесть брикетов конгломерата А, шесть брикетов конгломерата В и шесть брикетов конгломерата С.

Каждый брикет соответственно помещали в механический пресс специальной корзины для испытания, затем проводили испытание на прочность при растяжении в соответствии с методикой UNI EN 12697-23.

Исследование механических свойств происходило с определением прочности на не прямое растяжение (ITS). ITS имитирует максимальное напряжение, создаваемое при прохождении транспорта, которое может выдерживать дорожная одежда.

Результаты отдельных испытаний приведены ниже в табл. 3.

Таблица 3

Смесь	ITS (МПа)
Конгломерат А	1,71
Конгломерат В	1,57
Конгломерат С	1,07
Смесь (сравнение)	Изменение в процентах (%)
А по сравнению с В	+ 8,9
А по сравнению с С	+ 59,8
В по сравнению с С	+ 46,7

На основании данных, представленных в табл. 3, можно отметить, что композиция добавки согласно настоящему изобретению позволяет увеличить прочность на не прямое растяжение на примерно 60% в битумном конгломерате, изготовленном с применением указанной композиции (конгломерат А), по сравнению с традиционным битумным конгломератом, содержащим битум как таковой (конгломерат С), и на 9% по сравнению с битумным конгломератом, содержащим композицию добавки, по существу идентичную в отношении содержания полиэтилена/пропилена и PVB, но не содержащую графен (конг-

ломерат В). Таким образом, увеличение прочности на не прямое растяжение подразумевает более высокую прочность битумного конгломерата, подвергаемого нагрузке, и, следовательно, композиция добавки согласно настоящему изобретению позволяет получить битумный конгломерат, который позволяет изготовить дорожное покрытие, характеризующееся более длительным сроком службы. Значительное увеличение прочности на не прямое растяжение, достигнутое при применении композиции согласно настоящему изобретению, по сравнению с композицией, которая является идентичной, за исключением отсутствия графена в количестве всего лишь 0,01% по массе, следует считать совершенно неожиданным.

Пример 15. Определение модуля деформации

Шесть брикетов конгломерата А, шесть брикетов конгломерата В и шесть брикетов конгломерата С использовали для проведения испытания по определению модуля деформации, под которым подразумевают способность битумных конгломератов распространять в поверхностной части дорожного полотна нагрузку, создаваемую в дорожном покрытии колееобразующими поверхностями шин транспортного средства.

Каждый брикет соответственно помещали на специальный стенд серво-пневматической системы для динамических испытаний, которая в свою очередь находилась в климатической камере для контроля температуры; затем проводили испытание для определения модуля деформации в соответствии с методикой UNI EN 12697-26.

Условия испытаний, применяемые для определения модуля деформации, были следующими:

Температура: переменная;

Приложенная горизонтальная деформация: 5 мкм;

Пиковое время: 124 мс (частота 2 Гц);

Коэффициент Пуассона: 0,35.

Результаты отдельных испытаний приведены ниже в табл. 4.

Таблица 4

Смесь	Жесткость образцов при разных температурах (МПа)		
	T=5°C	T=20°C	T=40°C
Конгломерат А	21124	7809	3003
Конгломерат В	20866	6685	2691
Конгломерат С	10169	5711	1096
Смесь (сравнение)	Изменение в процентах (%)		
А по сравнению с В	+ 1,2%	+ 16,8%	+ 11,6%
А по сравнению с С	+ 107,7%	+ 36,7%	+ 174,0%
В по сравнению с С	+ 105,2%	+ 17,1%	+ 145,5%

Очевидно, что композиция добавки согласно настоящему изобретению (пример 8) при применении для получения битумного конгломерата приводит в последнем к значительному увеличению модуля деформации по сравнению как с традиционным конгломератом (конгломератом С), так и с конгломератом, содержащим композицию добавки согласно примеру 12, которая не содержит графен (конгломерат В). В этом смысле конгломерат А является особенно эффективным при умеренно высоких температурах (T = 20°C; T = 40°C). Увеличение модуля деформации, обнаруженное для конгломерата А, по сравнению с конгломератом В, даже выше, чем уже значительное увеличение прочности при растяжении, обнаруженное в предыдущем примере, и поэтому еще более удивительное.

Пример 16. Определение усталостной прочности

Шесть брикетов конгломерата А, шесть брикетов конгломерата В и шесть брикетов конгломерата С использовали для проведения испытания на усталостную прочность. Разрушение вследствие усталости дорожного покрытия происходит из-за повторения в течение продолжительного времени деформирующих состояний, индуцированных растягивающими напряжениями, которые вызваны как движением транспортных средств, так и сезонными циклами и изменением температуры.

Каждый брикет соответственно помещали на специальный стенд серво-пневматической системы для динамических испытаний, которая в свою очередь находилась в климатической камере для контроля температуры; затем проводили испытание для определения усталостной прочности в соответствии с методикой UNI EN 12697-24.

Условия испытаний для определения усталостной прочности были:

Температура: 20°C;

Приложенная горизонтальная деформация: 300 кПа;

Пиковое время: 248 мс;

Время покоя: 252 мс;

Частота: 2 Гц;

Коэффициент Пуассона: 0,35;

Состояние отказа: 10% исходного комплексного модуля.

Результаты отдельных испытаний приведены ниже в табл. 5.

Таблица 5

Смесь	Количество циклов усталостного нагружения
Конгломерат А	1056933
Конгломерат В	473167
Конгломерат С	157639
Смесь (сравнение)	Изменение в процентах(%)
А по сравнению с В	+ 123,4%
А по сравнению с С	+ 570,5%
В по сравнению с С	+ 200,2%

На основании данных, представленных в табл. 5, можно увидеть, что количество циклов усталостного нагружения конгломерата А, содержащего композицию добавки согласно настоящему изобретению (пример 8), увеличилось на 123% по сравнению с битумным конгломератом В, содержащим сравнительную композицию добавки согласно примеру 12, которая не содержала графен, и увеличилось до 570% по сравнению с традиционным битумным конгломератом (конгломератом С). Это является дополнительным впечатляющим свидетельством неожиданного улучшения механических свойств конгломерата, при этом указанное улучшение достигается за счет присутствия графена, несмотря на то, что его добавляют в чрезвычайно низком количестве (0,01% от общей массы композиции добавки, добавленной к битумному конгломерату).

Пример 17. Мониторинг явления колееобразования

Три панели из конгломерата А, три панели из конгломерата В и три панели из конгломерата С использовали для проведения испытания на мониторинг колееобразования, под которым подразумевают явление продольной деформации, вызванной утолщением, в условиях нагруженной оси с последующим боковым перемещением битумной смеси во время прохождения колеса. Каждую панель соответственно помещали на специальный стенд в установку на колееобразование (установку для испытания колесной нагрузкой), которая в свою очередь находилась в климатической камере для контроля температуры; затем проводили испытание для определения усталостной прочности в соответствии с методикой UNI EN 12697-22.

Лабораторное испытание, позволяющее имитировать такое явление, обеспечило следующие результаты:

Глубину: этот параметр физически показывает, насколько глубокой является колея (большая глубина означает меньшее сопротивление);

PRD (пропорциональная глубина колеи): этот параметр указывает на процент колеи, образованной во время испытания при заданном количестве циклов; при уменьшении указанного параметра деформация уменьшается и, следовательно, увеличивается срок службы дорожного покрытия;

WTS (угол наклона кривой колееобразования): этот параметр указывает на скорость, с которой битумный конгломерат деформируется; при уменьшении указанного параметра сопротивление деформации увеличивается и деформация со временем уменьшается, что увеличивает срок службы дорожного покрытия.

Поставленное условие испытания для определения сопротивления колееобразованию, представляло собой температуру 60°C.

Результаты отдельных испытаний приведены ниже в табл. 6.

Таблица 6

	Глубина колеи после 5000 циклов (мм)	Глубина колеи после 10000 циклов (мм)	PRD после 10000 циклов (%)	WTS (мм/1000 циклов)
Конгломерат А	0,43	0,48	0,8	0,009
Конгломерат В	0,88	0,98	1,6	0,022
Конгломерат С	1,39	1,55	2,5	0,025
Смесь (сравнение)	Изменение в процентах (%)			
А по сравнению с В	- 51,1%	- 51,0%	- 50,0%	- 59,1%
А по сравнению с С	- 69,1%	- 69,0%	- 68,0%	- 64,0%
В по сравнению с С	- 36,7%	- 36,8%	- 36,0%	- 12,0%

Проведенные испытания позволяют выделить высокие эксплуатационные свойства конгломерата А, содержащего композицию добавки согласно настоящему изобретению, характеризующегося значительным уменьшением колееобразования (-51%) по сравнению с битумным конгломератом В при дополнительном увеличении в результате срока службы дорожного покрытия и безопасности дорожного движения по сравнению с традиционным дорожным покрытием (конгломератом С).

В этом случае также можно отметить, что графен, содержащийся в композиции добавки согласно

настоящему изобретению, несмотря на то, что указанный графен присутствует в действительно небольшом количестве (0,01% по массе в композиции согласно примеру 8), приводит к значительному и неожиданному повышению сопротивления колееобразованию.

В конечном счете, все экспериментальные данные показывают, что композиция добавки согласно настоящему изобретению позволяет получать битумные конгломераты с улучшенными эксплуатационными показателями в отношении механических свойств, что, следовательно, приводит к продлению общего срока службы дорожного покрытия, изготовленного с применением указанных конгломератов. Это приводит не только к экономии (меньше затрат на содержание и техническое обслуживание дорожной одежды), но также к значительному уменьшению воздействия на окружающую среду (возможность сделать более тонкий слой конгломерата по сравнению с конгломератом без композиции добавки согласно настоящему изобретению, с учетом одинакового срока службы, с сокращением в результате выбросов углекислого газа благодаря производству самого конгломерата), а также повышению общей безопасности при применении рассматриваемого дорожного покрытия.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Композиция добавки, предназначенная для смешивания с битумным конгломератом для дорожного покрытия и подходящая для улучшения механических свойств указанного битумного конгломерата, содержащая по меньшей мере один термопластичный полимер, полимерное соединение, которое представляет собой поливинилбутираль (PVB), и графен, где указанный по меньшей мере один термопластичный полимер представляет собой полиолефин или смеси полиолефинов.

2. Композиция добавки по п.1, отличающаяся тем, что указанный по меньшей мере один термопластичный полимер выбран из группы, состоящей из полиэтилена, полипропилена и их смесей.

3. Композиция добавки по п.2, где указанный по меньшей мере один термопластичный полимер представляет собой смесь полиэтилена и полипропилена, содержащую полиэтилен в количестве от 25 до 75% по массе в расчете на общую массу смеси.

4. Композиция добавки по любому из предшествующих пунктов, отличающаяся тем, что указанный термопластичный полимер представляет собой переработанный материал.

5. Композиция добавки по любому из предшествующих пунктов, отличающаяся тем, что указанное полимерное соединение представляет собой переработанное полимерное соединение.

6. Композиция добавки по любому из предшествующих пунктов, отличающаяся тем, что указанный графен представляет собой переработанный графен.

7. Композиция добавки по любому из предшествующих пунктов, отличающаяся тем, что указанный графен содержится в указанной композиции добавки в количестве от 0,005 до 1% по массе в расчете на общую массу композиции.

8. Композиция добавки по любому из предшествующих пунктов, отличающаяся тем, что указанный термопластичный полимер содержится в указанной композиции добавки в количестве от 45 до 95% по массе в расчете на общую массу композиции.

9. Композиция добавки по любому из предшествующих пунктов, отличающаяся тем, что указанное полимерное соединение содержится в указанной композиции добавки в количестве от 5 до 55% по массе в расчете на общую массу композиции.

10. Композиция добавки по п.9, где указанное полимерное соединение содержится в указанной композиции добавки в количестве от 10 до 50% по массе в расчете на общую массу композиции.

11. Композиция добавки по любому из предшествующих пунктов, характеризующаяся тем, что она находится в гранулированной форме или в форме крошки с частицами, средний диаметр которых составляет от 0,5 до 10 мм, или в порошкообразной форме с частицами, средний диаметр которых составляет от 0,08 до 3 мм.

12. Применение композиции добавки по любому из предшествующих пунктов для получения битумных конгломератов.

13. Битумный конгломерат, подходящий для получения дорожного покрытия с улучшенными механическими свойствами, содержащий наполнитель, битум и композицию добавки по любому из пп.1-11, при этом указанная композиция добавки содержится в указанном битумном конгломерате в количестве от 0,09 до 15% по массе в расчете на общую массу указанного битума.

14. Битумный конгломерат по п.13, в котором указанная композиция добавки содержится в указанном битумном конгломерате в количестве от 2 до 6% по массе в расчете на общую массу указанного битума.

15. Способ получения битумного конгломерата, подходящего для получения дорожного покрытия с высокими механическими характеристиками, включающий стадию добавления к указанным наполнителям, при перемешивании и температуре от 130 до 200°C, указанной композиции добавки по любому из пп.1-11, битума и наполнителя.

