



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103773008 B

(45) 授权公告日 2016.03.30

(21) 申请号 201210411140.9

CO8K 5/26(2006.01)

(22) 申请日 2012.10.25

CO8K 5/405(2006.01)

(73) 专利权人 中国石油化工股份有限公司

地址 100728 北京市朝阳区朝阳门北大街
22号

专利权人 中国石油化工股份有限公司抚顺
石油化工研究院

(56) 对比文件

CN 102585525 A, 2012.07.18,

CN 102585525 A, 2012.07.18,

CN 101492570 A, 2009.07.29,

WO 03091339 A1, 2003.11.06,

CN 101250328 A, 2008.08.27,

(72) 发明人 宣根海 陈杰 徐青柏 万淼

审查员 杨晓曦

(51) Int. Cl.

CO8L 95/00(2006.01)

CO8L 7/00(2006.01)

CO8L 9/06(2006.01)

CO8L 11/00(2006.01)

CO8L 53/02(2006.01)

CO8L 53/00(2006.01)

CO8K 13/02(2006.01)

CO8K 5/52(2006.01)

CO8K 3/32(2006.01)

CO8K 5/01(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种高粘度改性沥青及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种高粘度改性沥青及其制备方法,高粘度改性沥青按重量份计包括以下组分:基质沥青 100 份,增延剂 0.5~1.2 份,芳烃油 3~6 份,化学改性剂 0.5~1.5 份,化学添加剂 0.1~1 份;其中化学改性剂为正磷酸、多磷酸、多聚磷酸或多聚磷酸胺中的一种或几种。制备方法包括以下内容:(1)将增延剂与芳烃油混合,制备成增延剂母液;(2)将增延剂母液、化学改性剂、化学添加剂与基质沥青混合反应,即制得高粘度改性沥青。本发明的高粘度改性沥青,储存稳定性好、60℃粘度高,并且成本低廉,制备方法简单,易于施工。

1. 一种高粘度改性沥青,高粘度改性沥青按重量份计包括以下组分:以基质沥青 100 份为基准,增延剂 0.5 ~ 1.2 份,芳烃油 3 ~ 6 份,化学改性剂 0.5 ~ 1.5 份,化学添加剂 0.1 ~ 1 份;其中化学改性剂为正磷酸、多磷酸、多聚磷酸或多聚磷酸胺中的一种或几种;所述的化学添加剂为氨基脲、硫代氨基脲、苯甲酰氨基脲或氨基脲衍生物中的一种或几种。

2. 按照权利要求 1 所述的高粘度改性沥青,其特征在于:所述的基质沥青为石油沥青,包括直馏沥青、氧化沥青或溶剂脱油沥青中的一种或多种,其针入度为 60 ~ 80 1/10mm。

3. 按照权利要求 1 所述的高粘度改性沥青,其特征在于:所述的增延剂为天然橡胶、丁苯橡胶、氯丁橡胶、苯乙烯-丁二烯-苯乙烯三嵌段共聚物、苯乙烯-异戊二烯-苯乙烯三嵌段共聚物或聚苯乙烯-聚乙烯-聚丁烯-聚苯乙烯嵌段共聚物中的一种或多种。

4. 按照权利要求 1 所述的高粘度改性沥青,其特征在于:所述的芳烃油的 100℃运动粘度为 20 ~ 50mm²/s,芳烃质量含量 ≥ 80%,来源于芳香基橡胶填充油、富含芳烃的精制抽出油和环烷基原油的减压馏分油中的一种或多种。

5. 按照权利要求 1 所述的高粘度改性沥青,其特征在于:高粘度改性沥青加入抗剥离剂、阻燃剂和抗老化剂中的一种或几种。

6. 一种权利要求 1 所述的高粘度改性沥青的制备方法,其特征在于包括以下内容:(1) 将增延剂与芳烃油混合,制成增延剂母液;(2) 将增延剂母液、化学改性剂、化学添加剂与基质沥青混合反应,即制得高粘度改性沥青。

7. 按照权利要求 6 所述的制备方法,其特征在于:在步骤(1)中加入部分化学改性剂,在步骤(2)中加入剩余化学改性剂,其中步骤(1)加入化学改性剂总质量的 10% ~ 20%。

8. 按照权利要求 6 所述的制备方法,其特征在于:步骤(1)和步骤(2)采用的混合方式为搅拌、剪切、螺杆挤出或超声中的一种或几种。

9. 按照权利要求 6 所述的制备方法,其特征在于:步骤(1)的混合温度为 70~120℃,混合时间为 20~80 分钟,步骤(2)的混合温度为 120~180℃,混合时间为 20~120 分钟。

一种高粘度改性沥青及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种高粘度改性沥青及其制备方法,具体涉及一种采用化学改性方法制备的高粘度改性沥青及方法。

背景技术

[0002] 高粘度改性沥青是指 60℃时沥青的绝对粘度大于 20000Pa·s 的改性沥青,因其具有较好的高温稳定性、低温抗裂性、抗氧化性以及良好的施工和易性,广泛用于多孔隙排水型沥青路面(OGFC)和沥青马蹄脂碎石混合料(SMA)路面。目前主要通过石油沥青中添加较大量(8%~12%)的聚合物改性制得。添加聚合物对石油沥青进行改性,可明显改善沥青的高、低温性能,提供沥青路面的高温抗车辙、低温抗开裂能力。但是,由于聚合物与沥青之间存在分子量、粘度等差异,使聚合物改性沥青分散困难。同时,由于大多数聚合物与沥青不能完全相容,并且存在密度差,所以大量的聚合物加入会导致改性沥青体系在高温下存储稳定性不好,容易分层,影响沥青质量及正常施工。传统高粘度改性沥青是预先经高温、高剪切作用制备储存,然后运输至施工现场使用,这样对高粘度改性沥青的储存稳定性提出了更高的要求。

[0003] CN101538408A 公开了一种高粘度沥青及其制备方法,其中高粘度改性沥青由 100 份 70 号沥青、4~12 份热塑性橡胶、2~80 份热塑性树脂、1~10 份相容剂、8~40 份调粘剂及 0.5~4 份综合防老剂组成,该专利通过加入高芳香分含量的相容剂来改善沥青和聚合物之间的相容剂,通过加入调粘剂石油树脂来提高沥青的粘度和降低聚合物的用量。

[0004] CN1990563A 和 CN102093728A 分别公开了一种高粘度沥青的制备方法,二者也是采用加入石油树脂,得到了有良好的分散性和稳定性的高粘度改性沥青,聚合物和石油树脂的加入量依然很大。CN101613515A 公开了一种高粘度高弹性沥青改性剂及其制备方法,该专利通过加入硫磺还提高聚合物在沥青中的稳定性。

[0005] 以上专利中虽然采取了不同的方法来改善聚合物与沥青之间相容性问题,但是聚合物的加入量没有得到明显降低,依然没有从根本上解决相容性问题。

发明内容

[0006] 针对现有技术的不足,本发明提供一种高粘度改性沥青及其制备方法。本发明采用化学改性的方法制备高粘度改性沥青,提高了高粘度改性沥青的储存稳定性、60℃粘度高,并且成本低廉,制备方法简单,易于施工。

[0007] 本发明的高粘度改性沥青,按重量份计包括以下组分:以基质沥青 100 份为基准,增延剂 0.5~1.2 份,芳烃油 3~6 份,化学改性剂 0.5~1.5 份,化学添加剂 0.1~1 份。

[0008] 本发明所述的基质沥青为石油沥青,包括直馏沥青、氧化沥青或溶剂脱油沥青中的一种或多种,其针入度为 60~80 1/10mm。

[0009] 本发明方法中,所述的增延剂为天然橡胶(NR)、丁苯橡胶(SBR)、氯丁橡胶(CR)、苯乙烯-丁二烯-苯乙烯三嵌段共聚物(SBS)、苯乙烯-异戊二烯-苯乙烯三嵌段共聚物

(SIS)或聚苯乙烯-聚乙烯-聚丁烯-聚苯乙烯嵌段共聚物(SEBS)中的一种或多种。

[0010] 本发明所述的芳烃油的粘度为 20 ~ 50 (100℃运动粘度, mm²/s), 芳烃质量含量 ≥ 80%, 可以是芳香基橡胶填充油、富含芳烃的精制抽出油和环烷基原油的减压馏分油等的一种或多种。

[0011] 本发明所述的化学改性剂为正磷酸、多磷酸、多聚磷酸或多聚磷酸胺中的一种或几种。

[0012] 本发明所述的化学添加剂为氨基脲、硫代氨基脲、苯甲酰氨基脲或氨基脲衍生物中的一种或几种。

[0013] 本发明的高粘度改性沥青还可以根据应用需要加入其它添加剂, 如抗剥离剂、阻燃剂和抗老化剂等。

[0014] 本发明高粘度改性沥青的制备方法, 包括以下内容:(1) 将增延剂与芳烃油混合, 制备成增延剂母液;(2) 将增延剂母液、化学改性剂、化学添加剂与基质沥青混合反应, 即制得高粘度改性沥青。

[0015] 本发明方法优选在步骤(1)中加入部分化学改性剂, 在步骤(2)中加入剩余化学改性剂。其中步骤(1)加入化学改性剂总质量的 10% ~ 20%。

[0016] 本发明方法中, 步骤(1)和步骤(2)可以采用搅拌、剪切、螺杆挤出或超声等混合方式。步骤(1)的混合温度为 70~120℃, 混合时间为 20~80 分钟, 步骤(2)的混合温度为 120~180℃, 混合时间为 20~120 分钟。

[0017] 与现有技术相比, 本发明的优点如下:

[0018] 1、本发明高粘度改性沥青中不需要加入大量的高聚物, 是通过化学改性的方法制得, 大幅度降低了聚合物的有效用量(聚合物用量小于 1%), 极大地改善了沥青和聚合物相容性的问题, 降低了成本, 制备方法简单, 易于施工。

[0019] 2、本发明制备增延剂母液时加入部分的化学改性剂, 能有效地改性增延剂母液的性能, 在化学改性剂的催化作用下, 增延剂与芳烃油能有效的结合, 使增延剂更加充分地溶解在芳烃油中, 不发生离析。同时化学改性剂能提高增延剂母液的粘度, 更加有效地提高增延剂的改性能力。

[0020] 3、本发明的化学改性剂与聚合物联合改性沥青能有效地改善沥青的性能, 同时化学添加剂中的酰基脲等基团在化学改性剂的催化作用下能和沥青中的羧酸基团等发生缩合反应, 大大地提高了沥青的粘度, 改善了沥青的高温性能。

[0021] 4、本发明高粘度改性沥青 60℃动力粘度大于 60000Pa·s, 粘度比小于 5, 具有优异的高温抗流动性能和低温使用性能及抗老化性。

具体实施方式

[0022] 现结合具体实施例对本发明进行详细描述, 但不因此限制本发明。其中多聚磷酸, 市售, 纯度以重量计 84%; 多聚磷酸胺, 市售, 纯度以重量计 96%。

[0023] 实施例 1

[0024] (1) 将 SBR 和芳烃油, 在 70℃条件下, 用高乳化剪切机(1500 ~ 3000r/min), 剪切 40 分钟, 制备成增延剂母液。

[0025] (2) 步骤(1)制得的增延剂母液、多聚磷酸胺和硫代氨基脲加入到 70# 沥青中, 温

度为 130℃, 搅拌反应 60 分钟, 即制得高粘度改性沥青。原料配比及产物性质见表 1。

[0026] 实施例 2

[0027] (1) 将 SBS (YH-791)、部分多聚磷酸和芳烃油, 在 80℃ 条件下, 用高乳化剪切机 (1500 ~ 3000r/min), 剪切 50 分钟, 制备成增延剂母液。其中步骤(1) 加入多聚磷酸质量的 15%。

[0028] (2) 步骤(1) 制得的增延剂母液、剩余多聚磷酸、氨基脲加入到 70# 沥青中, 温度为 140℃, 搅拌反应 60 分钟, 即制得高粘度改性沥青。原料配比及产物性质见表 1。

[0029] 实施例 3

[0030] (1) 将 SBR、部分多聚磷酸和芳烃油, 在 70℃ 条件下, 用高乳化剪切机 (1500 ~ 3000r/min), 剪切 50 分钟, 制备成增延剂母液。其中步骤(1) 加入多聚磷酸质量的 18%。

[0031] (2) 步骤(1) 制得的增延剂母液、剩余多聚磷酸、氨基脲加入到 70# 沥青中, 温度为 150℃, 搅拌反应 60 分钟, 即制得高粘度改性沥青。原料配比及产物性质见表 1。

[0032] 对比例 1

[0033] (1) 将 SBR 加入芳烃油中在高乳化剪切机下, 温度为 70℃, 剪切 40 分钟, 制备增延剂母液。

[0034] (2) 将步骤(1) 制得的增延剂母液、多聚磷酸胺加入到 70# 沥青中, 温度为 130℃, 反应 60 分钟, 制得高粘度改性沥青。原料配比及产物性质见表 1。

[0035] 表 1 高粘度改性沥青原料的配比及性质。

[0036]

项目	实施例 1	实施例 2	实施例 3	对比例 1
增延剂, 份	0.7	0.9	1.1	0.8
化学改性剂, 份	0.6	1.2	0.8	0.9
芳烃油, 份	4	5	6	5
化学添加剂, 份	0.2	0.4	0.6	—
沥青, 份	100	100	100	100
针入度 (25℃), 1/10mm	48	42	44	42
软化点, °C	83	85	81	83
延度 (10℃), cm	121	128	131	96
60℃动力粘度, Pa. s	63512	84769	90243	18423

[0037] 表 1 (续) 高粘度改性沥青原料的配比及性质。

[0038]

离析 (163℃, 8h), 软化点差, °C	1.1	0.8	0.7	1.9
薄膜烘箱试验				
针入度比, %	82	83	85	81
延度 (10℃), cm	15	12	15	5
粘度比, %	4.0	3.5	3.0	5.2

[0039] 从上表可以看出, 采用本方法制备的高粘度改性沥青的有良好的储存稳定性, 60℃动力粘度大于 60000Pa·s, 粘度比小于 5, 有优异的高温抗流性能和低温使用性能及抗老化性。