



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0031670
 (43) 공개일자 2017년03월21일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C04B 26/26 (2006.01) *C04B 24/26* (2006.01)
C04B 111/00 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
C04B 26/26 (2013.01)
C04B 24/2611 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2016-7036811
- (22) 출원일자(국제) 2015년07월10일
 심사청구일자 없음
- (85) 번역문제출일자 2016년12월29일
- (86) 국제출원번호 PCT/US2015/039853
- (87) 국제공개번호 WO 2016/010837
 국제공개일자 2016년01월21일
- (30) 우선권주장
 62/025,395 2014년07월16일 미국(US)
 14/794,263 2015년07월08일 미국(US)

- (71) 출원인
허니웰 인터내셔널 인코포레이티드
 미국 뉴저지 07962 모리스타운 콜롬비아 로드 101
- (72) 발명자
루안 용홍
 미국 07962-2245 뉴저지주 모리스타운 피.오. 박스 2245 콜롬비아 로드 101 패턴트 서비시즈 엠/에스 에이비/2비 허니웰 인터내셔널 인코포레이티드
- 해커 스콧 마틴**
 미국 07962-2245 뉴저지주 모리스타운 피.오. 박스 2245 콜롬비아 로드 101 패턴트 서비시즈 엠/에스 에이비/2비 허니웰 인터내셔널 인코포레이티드
- 렘 폴 치**
 미국 07962-2245 뉴저지주 모리스타운 피.오. 박스 2245 콜롬비아 로드 101 패턴트 서비시즈 엠/에스 에이비/2비 허니웰 인터내셔널 인코포레이티드
- (74) 대리인
김진희, 김태홍

전체 청구항 수 : 총 15 항

(54) 발명의 명칭 **루핑 용도를 위한 아스팔트 조성물, 이것의 제조 방법 및 이것을 포함하는 충전된 아스팔트 재료**

(57) 요약

루핑 용도를 위한 아스팔트 조성물과, 상기 아스팔트 조성물을 포함하는 충전된 아스팔트 재료 및 충전된 아스팔트 재료의 제조 방법을 제공한다. 더 구체적으로, 상기 아스팔트 조성물은 비산화 베이스 아스팔트; 및 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 0.5 중량%~약 15 중량%의 양으로 존재하는 저 분자량 폴리올레핀을 포함한다. 상기 아스팔트 조성물은 연화점이 약 87.8℃~약 160℃(약 190°F~약 320°F), 25℃에서의 침입도가 12 데시-밀리미터이며, 개선된 내오염성 및 내열성을 갖는다.

(52) CPC특허분류
C04B 2111/00586 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

루핑(roofing) 용도에 사용하기 위한 아스팔트 조성물로서,

비산화 베이스 아스팔트; 및

아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 0.5 중량%~약 15 중량%의 양으로 존재하는 저 MW 폴리올레핀

을 포함하며, 상기 아스팔트 조성물은 연화점이 약 87.8℃~약 160℃(약 190°F~약 320°F)이고, 25℃에서의 침입도가 약 12 데시-밀리미터(dmm, 또는 0.1 mm) 초과이며, 상기 저 MW 폴리올레핀은 결정도가 약 30 퍼센트(%)~약 100 퍼센트(%)인 아스팔트 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 저 MW 폴리올레핀은 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 0.5 중량%~약 10 중량%의 양으로 존재하는 것인 아스팔트 조성물.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 저 MW 폴리올레핀은 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 1 중량%~약 6 중량%의 양으로 존재하고, 상기 아스팔트 조성물은 스테인 지수(stain index)가 약 20 미만인 아스팔트 조성물.

청구항 4

제3항에 있어서, 길소나이트(GILSONITE)[®], 레이크 트리니다드 아스팔트(Lake Trinidad Asphalt), 부톤 아스팔트(Buton Asphalt), 및 이들의 조합으로부터 선택되는 제2 유형의 아스팔트를 더 포함하며, 상기 제2 유형의 아스팔트는 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 5 중량%~약 20 중량%의 양으로 존재하고, 상기 아스팔트 조성물은 25℃에서의 PEN이 약 12 dmm~약 26 dmm인 아스팔트 조성물.

청구항 5

제3항에 있어서, 상기 저 MW 폴리올레핀은 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 2 중량%~약 5 중량%의 양으로 존재하는 것인 아스팔트 조성물.

청구항 6

제3항에 있어서, 스테인 지수가 약 15 미만인 아스팔트 조성물.

청구항 7

제1항에 있어서, 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 5 중량%~15 중량%의 총량으로 1종 이상의 성능 첨가제를 더 포함하며, 상기 저 MW 폴리올레핀은 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 0.5 중량%~약 2 중량%의 양으로 존재하고, 상기 아스팔트 조성물은 내열성이 약 20 mm 미만인 아스팔트 조성물.

청구항 8

제7항에 있어서, 상기 저 MW 폴리올레핀은 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 0.5 중량%~약 1.2 중량%의 양으로 존재하고, 상기 아스팔트 조성물은 내열성이 약 10 mm 미만이고 냉간 굽힘 온도가 약 -20℃ 이하인 아스팔트 조성물.

청구항 9

제8항에 있어서, 상기 1종 이상의 성능 첨가제는, 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 6 중량%~약 12 중량%의 양으로 존재하는 SBS 코폴리머를 포함하는 것인 아스팔트 조성물.

청구항 10

제1항에 있어서, 상기 저 MW 폴리올레핀은 중량 평균 분자량(M_w)이 약 500 달톤~약 20,000 달톤인 아스팔트 조성물.

청구항 11

제1항에 있어서, 상기 저 MW 폴리올레핀은, 폴리에틸렌 호모폴리머, 폴리프로필렌 호모폴리머, 에틸렌, 프로필렌, 부텐, 헥산 및 옥텐 중 2종 이상의 코폴리머, 상기 호모폴리머의 작용화 유도체, 상기 코폴리머의 작용화 유도체, 또는 비작용화 저 MW 폴리올레핀과 작용화 저 MW 폴리올레핀의 조합으로부터 선택되는 것인 아스팔트 조성물.

청구항 12

루핑 용도에 사용하기 위한 충전된 아스팔트 재료로서,

충전된 아스팔트 재료의 약 30 중량%~약 99 중량%의 양으로 존재하는 아스팔트 조성물; 및

충전된 아스팔트 재료의 약 1 중량%~약 70 중량%의 총량으로 존재하는, 무기 충전제, 재생 아스팔트 재료, 또는 이들의 조합

을 포함하며,

상기 아스팔트 조성물은, 비산화 베이스 아스팔트, 및 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 0.5 중량%~약 15 중량%의 양으로 존재하는 저 MW 폴리올레핀을 포함하고, 상기 아스팔트 조성물은 연화점이 약 87.8℃~약 160℃(약 190°F~약 320°F)이고, 25℃에서의 침입도가 약 12 dmm 초과이며, 상기 저 MW 폴리올레핀은 결정도가 약 30 퍼센트(%)~약 100 퍼센트(%)인 충전된 아스팔트 재료.

청구항 13

제12항에 있어서, 상기 아스팔트 조성물은 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 1 중량%~약 6 중량%의 양으로 저 MW 폴리올레핀을 포함하고, 상기 아스팔트 조성물은 스테인 지수가 약 20 미만인 충전된 아스팔트 재료.

청구항 14

제13항에 있어서, 상기 저 MW 폴리올레핀은 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 2 중량%~약 5 중량%의 양으로 존재하는 것인 충전된 아스팔트 재료.

청구항 15

제12항에 있어서, 상기 아스팔트 조성물은 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 5 중량%~약 15 중량%의 총량으로 1종 이상의 성능 첨가제를 더 포함하며, 상기 저 MW 폴리올레핀은 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 0.5 중량%~약 2 중량%의 양으로 존재하고, 상기 아스팔트 조성물은 내열성이 약 20 mm 미만인 충전된 아스팔트 재료.

발명의 설명

기술 분야

[0001] [관련 출원에 대한 상호 참조]

[0002] 본 출원은 2014년 7월 16일에 출원된 미국 가특허 출원 제62/025,395호에 관한 것이고, 상기 가특허 출원의 모든 가능한 이익을 주장하며, 그 전체 내용이 본원에 참고로 포함된다.

[0003] [기술 분야]

[0004] 본 발명의 기술 분야는 일반적으로 아스팔트 조성물, 아스팔트 조성물의 제조 방법, 및 아스팔트 조성물을 포함하는 조성물에 관한 것이다. 더 구체적으로, 본 발명의 기술 분야는 루핑 용도를 위한 아스팔트 조성물, 그 제조 방법, 및 상기 조성물을 포함하는 충전된 아스팔트 재료에 관한 것이다.

배경 기술

[0005] 아스팔트 또는 역청은 통상적으로 포장(paving) 및 루핑(roofing) 용도에 사용하기 위해 수집 또는 합성되고 정제된다. 포장 용도에 적합한 아스팔트 유형은 통상적으로 "포장 등급 아스팔트", 또는 "포장 아스팔트", 또는 "아스팔트 시멘트"라 불린다. 루핑 용도에 적합한 아스팔트는 통상적으로 "루핑 플럭스", "플럭스 아스팔트", 또는 간단히 "플럭스"라 불린다. 일반적으로, 포장 아스팔트는 루핑 플럭스보다 더 경질이다. 실제로, 루핑 플럭스는 초기에는, 특히 루핑 쉘(roofing shingle) 제조에 사용하기에는 너무 부드럽다. 오히려, "에어 블로우" 또는 "산화"로 불리는 공정을 루핑 플럭스에 적용하여 이것을 더 단단하게 하여, 루핑 용도에 더 적합하게 만든다. 이러한 에어 블로우 공정의 생성물은 "블로운 코팅(blow coating)" 또는 "산화 아스팔트" 또는 "산화 역청"이라 불리며, 루핑 제품, 예컨대 루핑 쉘의 제조에 사용하기에 적합하다.

[0006] 루핑 용도에 있어서는, 산화 플럭스 아스팔트를 루프 구조에 바로에 적용하고, 그 위에 골재를 분산시키고 아스팔트 내로 가압하여 빌트 업 루프를 형성할 수 있다. 대안으로, 플럭스 아스팔트 또는 산화 플럭스 아스팔트를 유리 섬유, 폴리에스테르 또는 다른 시트형 재료에 코팅하여, 멤브레인 또는 쉘을 형성할 수 있다. 광물 충전제 등의 무기 충전제도 루핑 용도를 위한 플럭스 아스팔트 또는 산화 플럭스 아스팔트 내로 혼입할 수 있다. 재생 재료, 성능 첨가제, 또는 이들의 조합과 같은 추가의 성분들도 아스팔트에 첨가할 수 있다.

[0007] 아스팔트 재료의 강도와 내구성은, 사용된 재료의 특성 및 아스팔트 재료가 노출되는 환경 조건을 비롯한 다양한 인자들에 따라 달라진다. 종래의 아스팔트 재료는, 예를 들어 오일 블리딩 진행과 같은, 환경 조건에의 노출로 인한 다양한 단점들을 갖고 있다. 오일 블리딩은 방수 멤브레인 사이와, 방수 멤브레인과 빌딩 텍(bulding deck) 사이의 접착력에 영향을 줄 수 있다. 오일 블리딩은 또한 최종 사용자에게 심미적으로 좋지 않은 표면 오일 스테인으로서 나타날 수 있다. 또한, 아스팔트 루핑 제품이 충분한 내열성을 갖지 못할 때, 고온의 기후에서, 설치된 아스팔트 제품의 표면 및/또는 이면 코팅층이 연화되고 슬라이딩되어 루프의 일부를 비보호 상태로 만드는 경향이 있다.

[0008] 이러한 문제들과 다른 문제들에 대한 아스팔트 재료의 내성을 개선하기 위해, 루프 제품에 사용하기 전에 아스팔트 조성물에 다양한 재료를 첨가할 수 있다. 예를 들어, 고온 성능 첨가제, 예를 들어, 플라스틱머 및/또는 엘라스토머, 및/또는 저온 성능 첨가제, 예를 들어, 프로세스 오일을 아스팔트 재료 내로 혼입할 수 있다. 고온 성능 첨가제는 더 높은 온도에서 아스팔트 재료의 모듈러스를 증가시키는 경향이 있어서, 영구 변형 및 크리프를 견딜 수 있게 하는 한편, 저온 성능 첨가제는 더 낮은 온도에서 아스팔트 재료의 유연성 및 연성을 증가시키는 경향이 있어서, 취성 및 균열을 견딜 수 있게 한다. 루핑 산업은 이러한 두 부류의 첨가제 간의 균형을 만들기 위해 노력을 계속하지만, 루프 제품의 슬라이딩은 꾸준히 루핑 산업의 도전과제가 되고 있다. 또한, 어떤 유형의 첨가제도 오일 블리딩 내성에 대한 요구를 해결하지 못한다

[0009] 따라서, 개선된 오일 블리딩 내성과 증가된 내열성을 갖는 루핑 제품을 제조하기 위한 아스팔트 조성물을 제공하는 것이 요망된다. 또한, 그러한 아스팔트 조성물을 제조하는 방법을 제공하는 것이 요망된다. 추가로, 그러한 아스팔트 조성물을 포함하는 충전된 아스팔트 재료를 제공하는 것이 요망된다. 상기 아스팔트 조성물의 추가적인 유익한 특징 및 특성은 후술하는 상세한 설명과 실시예로부터 명백해질 것이다.

발명의 내용

[0010] 비산화 베이스 아스팔트, 및 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 0.5 중량%~약 15 중량%의 양으로 존재하는 저 MW 폴리올레핀을 포함하는, 루핑 용도에 사용하기 위한 아스팔트 조성물을 제공한다. 상기 아스팔트 조성물은 연화점이 약 87.8℃~약 160℃(약 190°F~약 320°F)이고, 침입도가 약 12 데시-밀리미터(dmm, 또는 0.1 mm) 초과이다. 저 MW 폴리올레핀은 결정도가 약 30 퍼센트(%)~약 100 퍼센트(%)이다.

[0011] 또 다른 예시적인 실시형태는, 충전된 아스팔트 재료의 약 30 중량%~약 99 중량%의 양으로 존재하는 아스팔트 조성물과, 충전된 아스팔트 재료의 약 1 중량%~약 70 중량%의 총량으로 존재하는 무기 충전제, 재생 아스팔트 재료, 또는 이들의 조합을 포함하는, 루핑 용도에 사용하기 위한 충전된 아스팔트 재료를 제공한다. 상기 아스팔트 조성물은 비산화 베이스 아스팔트, 및 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 0.5 중량%~약 15 중량%의 양으로 존재하는 저 MW 폴리올레핀을 포함하며, 상기 아스팔트 조성물은 연화점이 약 87.8℃~약 160℃(약 190°F 및 약 320°F)이고, 침입도가 약 12 데시-밀리미터(dmm, 또는 0.1 mm) 초과이다. 저 MW 폴리올레핀은 결정도가 약 30 퍼센트(%)~약 100 퍼센트(%)이다.

[0012] 또 다른 예시적인 실시형태에 따르면, 루핑 용도에 사용하기 위한 아스팔트 조성물의 제조 방법을 제공한다. 이 방법은, 저 MW 폴리올레핀과 비산화 베이스 아스팔트를 고온에서 배합하여 아스팔트 조성물을 형성하는 단계를 포함하여, 여기서 저 MW 폴리올레핀은 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 0.5 중량%~약 15 중량%의 양

으로 존재한다. 상기 저 MW 폴리올레핀은 결정도가 약 30 퍼센트(%)~약 100 퍼센트(%)이다. 또한, 상기 아스팔트 조성물은 연화점이 약 87.8℃~약 160℃(약 190°F 및 약 320°F)이고, 침입도가 약 12 데시-밀리미터(dmm, 또는 0.1 mm) 초과이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0013] 이하의 상세한 설명은 단지 예시적인 것으로, 본 발명 또는 본 발명의 적용에 및 용도를 한정하려는 의도는 아니다. 또한, 전술한 발명의 배경 또는 이하의 상세한 설명에 제시된 어떠한 이론에 구속하려는 의도는 아니다.
- [0014] 본원에서 고려되는 다양한 실시형태들은 루핑 제품의 제조에 적합한 개선된 오일 블리딩 내성 및 개선된 내열성 특성을 갖는 아스팔트 조성물에 관한 것이다. 그러한 루핑 제품으로는, 다양한 건설 용도(터널, 상업용 및 주거용 건물 등)를 위한 루핑 싱글, 루핑 멤브레인(롤 루핑으로도 알려짐) 및 방수 멤브레인을 들 수 있으나 이들에 한정되지 않는다. 예시적인 실시형태에서, 상기 아스팔트 조성물은 비산화 베이스 아스팔트 및 미량의 저 MW 폴리올레핀을 포함한다. 아스팔트 조성물 중의 저 MW 폴리올레핀의 존재가, 오일 블리딩 내성을 증가시키고 내열성 특성을 개선하지만, 아스팔트 조성물이 무기 충전제, 재생 재료, 성능 첨가제, 또는 이들의 조합 등의 다른 성분들을 함유하여도, 일반적으로 루핑 제품의 다른 중요한 특성들, 예컨대 냉간 굽힘, 연화점, 침입도, 및 점도에는 부정적으로 영향을 미치지 않는다는 점이 주목할 만하다. 또한, 상기 아스팔트 조성물과, 무기 충전제, 재생 재료, 또는 이들의 조합을 포함하는 충전된 아스팔트 재료를 제공한다. 다른 잘 알려진 첨가제, 예컨대 오일, 가소제, 산화방지제 등도 포함될 수 있다. 상기 아스팔트 조성물 및 충전된 아스팔트 재료의 제조 방법도 제공한다.
- [0015] 이론에 구속되는 것을 원하는 것은 아니지만, 아스팔트 루핑 제품의 오일 블리딩 또는 변색은, 루핑 제품의 저분자량 오일 분획이 아스팔트 루핑 제품의 표면으로 이행할 때 주로 발생하는 것으로 생각된다. 이것은 방수 멤브레인 사이의, 그리고 방수 멤브레인과 빌딩 텍 사이의 접착력 상실을 초래할 수 있다. 이들 저분자량 오일은 또한, 루핑 제품의 상면에 매립되어 루핑 그레놀의 변색을 유발하는 루핑 그레놀(예를 들어, 충전제 또는 골재)에 의해 흡착될 수 있다. 변색된 그레놀을 갖는 아스팔트 루핑 제품은 최종 사용자에게 심미적으로 용인되지 않아 사용이 불가능하다. 따라서, 상당량의 아스팔트 루핑 재료가 폐기된다. 종종, 루핑 제품이 설치된 후에 접착력 상실 또는 그레놀 변색이 발생하여, 그 결과 전체 루프를 제거 및 교체해야 하는 경우도 있다. 이러한 유형의 오일 블리딩 또는 변색은 원재료 낭비와 많은 품질보증 클레임의 원인이 되어, 루핑 제조업자의 수익성을 감소시킨다. 아스팔트 조성물의 오일 블리딩 진행 또는 변색에 대한 내성의 한 척도가 스테인 지수(stain index)로 알려져 있고 ASTM D2746과 같은 임의의 표준 방법에 의해 측정될 수 있다. ASTM D2746의 방법을 이용하여 측정할 때 약 50 미만의 스테인 지수를 갖는 아스팔트 조성물은, 아스팔트 루핑 제품에 사용될 때 시간 경과에 따라 특히는 아니지만 어느 정도는 오일 스테이닝에 내성을 보이는 것으로 확인되었다. 유사하게, 스테인 지수가 약 40 미만 또는 나아가 약 30 미만인 아스팔트 조성물은 오일 스테이닝에 대해 더 큰 내성을 보여서, 약 50 미만의 스테인 지수를 갖는 것에 비해 유익하다. 20 미만의 스테인 지수를 갖는, 아스팔트 루핑 제품을 제조하는 데 사용될 수 있는 아스팔트 조성물이 더욱 더 유익하며, 15 미만의 스테인 지수를 갖는 아스팔트 조성물이 오일 스테이닝에 가장 큰 내성을 보이고 아스팔트 루핑 제품에 가장 유익하다.
- [0016] 아스팔트 조성물의 내열성은, 섬유 강화 정지 매트에 대한, 가열(약 90~110℃) 및 현탁된 아스팔트 조성물 샘플의 코팅의, 일반적으로 밀리미터(mm) 단위의 선형 이동을 측정함으로써 정량할 수 있다. 따라서, 내열성은 더 적은 이동과 슬리피지(slippage)로 나타내어지기 때문에, 내열성이 높은 것이 아스팔트 루핑 제품에 바람직하다. 보다 구체적으로, 광물 충전제가 없을 경우, 아스팔트 조성물을 포함하는 아스팔트 루핑 제품에 있어서, 고온의 기후 조건 하에, 약 20 mm 미만의 슬리피지 값은, 이동 및 슬리피지에 대한 최소의, 그러나 약간의 내성을 나타내는 것으로 이해되어야 한다. 또한, 루핑 싱글, 루핑 멤브레인 및 방수 멤브레인 등의 아스팔트 루핑 제품에 사용하기에 적합하려면, 아스팔트 조성물의 슬리피지 값이 약 15 mm 미만인 것이 바람직하고, 또는 약 10 mm 미만인 것이 더욱 더 바람직하며, 또는 약 5 mm 미만인 것이 가장 바람직하다. 충전제를 함유하는 아스팔트 조성물의 경우, 가장 유익한 슬리피지 값은 2 mm 미만이다.
- [0017] 유사하게, 당업계의 통상의 기술자가 잘 알고 있고 이해하는 바와 같이, 아스팔트 루핑 제품에 사용하기 위한 아스팔트 조성물의 다른 특성들도 중요하고 정량 및 모니터링되어야 한다. 예를 들어, 냉간 굽힘 온도는 아스팔트 조성물 샘플이 굽힘 하에 파괴 또는 과열되지 않는 최소 온도이다. 아스팔트 조성물을 루핑 용도에 사용하기 위해서는, 허용 가능한 냉간 굽힘 온도가 SBS 개질 역청 루핑 멤브레인의 경우 약 -20℃(-4°F) 이하, 어택틱 폴리프로필렌(APP) 개질 역청 루핑 멤브레인의 경우 -5℃(23°F) 이하이다. 미국의 경우 루핑 싱글에 대해, 허용 가능한 냉간 굽힘 온도는 약 25℃(77°F)이다.

- [0018] 또한, 아스팔트 조성물은 뚜렷한 용점을 갖기 보다는, 연화하기 시작하여 재료가 용융되지 않은 채 시작하여 계속 연화된 상태로 있는 온도 범위를 갖는다. 아스팔트 조성물이 건설 및 제조에 사용하지 못할 정도로 너무 연화되는 온도 범위를 아는 것이 유익하며, 따라서, 아스팔트 조성물의 연화점은 측정해야 하는 중요한 특성이다. 루핑 용도 및 제품에 사용하기에 적합한 아스팔트 조성물은 약 87.8°C~약 160°C(약 190~약 320°F)의 연화점을 가져야 한다. 아스팔트 조성물은 약 90.6°C, 93.3°C, 96.1°C, 98.9°C, 101.7°C, 104.4°C, 110°C, 112.8°C, 115.6°C, 121.1°C 또는 126.7°C 이상(즉, 각각 약 195°F, 200°F, 205°F, 210°F, 215°F, 220°F, 230°F, 235°F, 240°F, 250°F, 또는 260°F 이상), 그리고 독립적으로 약 157.2°C, 154.4°C, 151.7°C 또는 148.9°C(각각 315°F, 310°F, 305°F, 또는 300°F) 이하의 연화점을 갖는 것이 바람직하다.
- [0019] 침입도 테스트는, 소정의 온도에서의 아스팔트 재료의 점조도의 척도를 제공한다. 점조도는, 원유 및 정유공장에서의 가공 방법에 의해 결정되는, 아스팔트의 화학적 구성성분의 종류 및 아스팔트 중의 그들의 상대적 양의 상관관계로 결정된다. 침입도는, 아스팔트 샘플 표면에 표준 니들을 직각으로 갖다 대어, 예컨대 5초 동안 아스팔트를 침투하도록 함으로써 측정하며, 이 때 샘플의 온도는 특정값, 예컨대 25°C로 유지한다. 침입도는 밀리미터의 1/10(데시 밀리미터, 0.1 mm, dmm)로 측정하며, 아스팔트 샘플로의 니들의 침투 깊이가 깊을수록 기록값은 더 크고 아스팔트는 더 유연하다.
- [0020] 또한, 아스팔트 루핑 제품에 사용하기 위한 아스팔트 조성물은 25°C에서의 침입도 값이 약 10 dmm(0.1 밀리미터) 초과, 예를 들어, 약 12 dmm 초과일 수 있다. 아스팔트 조성물의 침입도 값이 약 10 dmm, 12 dmm, 15 dmm, 20 dmm 또는 25 dmm 초과, 그리고 독립적으로 약 75 dmm, 70 dmm, 60 dmm, 55 dmm, 50 dmm, 45 dmm, 40 dmm, 35 dmm, 30 dmm, 25 dmm 또는 20 dmm 이하인 것이 바람직하다.
- [0021] 아스팔트 조성물의 유익한 연화점(SP) 및 침입도(PEN) 특성은 상보적 특성으로서 함께 기록될 수 있다. 예를 들어, 아스팔트 루핑 용도에 사용하기 위해 본원에서 고려되는 아스팔트 조성물은 약 87.8°C~약 160°C(약 190°F~약 320°F)의 SP와 함께, 25°C에서 12 dmm 초과인 PEN, 또는 약 87.8°C~약 112.8°C(약 190°F~약 235°F)의 SP와 함께 약 15 dmm 초과인 PEN, 또는 약 90.6°C~약 104.4°C(약 195°F~약 220°F)의 SP와 함께 약 15 dmm~40 dmm의 PEN, 또는 약 93.3°C~약 96.1°C(약 200°F~약 215°F)의 SP와 함께 약 15 dmm~약 25 dmm의 PEN을 가질 수 있으나 이들에 한정되지 않는다. 몇몇 실시형태에서, 아스팔트 조성물이, 아스팔트 루핑 제품 및 용도에 사용하기에 적합하려면, 약 87.8°C~약 160°C(약 190°F~약 320°F)의 SP와 함께 25°C에서 약 15 dmm~약 26 dmm의 PEN, 또는 약 98.9°C~약 148.9°C(약 210°F~약 300°F)의 SP와 함께 25°C에서 약 20 dmm~약 50 dmm의 PEN, 또는 약 121.1°C~약 160°C(약 250°F~약 320°F)의 SP와 함께 약 15 dmm~약 40 dmm의 PEN을 갖는다.
- [0022] 상기에서 언급한 바와 같이, 본원에서 고려되는 아스팔트 조성물은 비산화 베이스 아스팔트 및 저 MW 폴리올레핀을 포함한다. 천연 아스팔트, 합성 제조 아스팔트 및 개질 아스팔트 등 모든 유형의 아스팔트가 본원에서 고려되는 아스팔트 조성물에 사용될 수 있다. 천연 아스팔트는 천연 록(rock) 아스팔트, 레이크(lake) 아스팔트 등을 포함한다. 합성 제조 아스팔트는 대개 석유 정제 공정의 부산물이며 에어 블로운(산화) 아스팔트, 블렌딩된 아스팔트, 깨진, 잔사 또는 재생 아스팔트, 석유 아스팔트, 프로판 아스팔트, 스트레이트-런(straight-run) 아스팔트, 써멀 아스팔트 등을 포함한다. 개질 아스팔트는 엘라스토머, 플라스틱머 또는 이들의 다양한 조합으로 개질시킨 베이스 아스팔트(예를 들어, 천연이거나 또는 합성 제조될 수 있는 순수한(neat) 또는 비개질 아스팔트)를 포함한다.
- [0023] 아스팔트 성능 등급(PG) 등급화 체계는, 아스팔트 제품에 사용되는 아스팔트 조성물을, 다양한 온도에서의 아스팔트 조성물의 성능에 기초하여 분류한다. PG 등급이 약 64~22인 아스팔트 조성물은, 예를 들어, 아스팔트 조성물이, 포장 최종 제품이 +64°C만큼 높고 -22°C만큼 낮은 온도에 닿는 기후에서 사용될 수 있다는 것을 의미한다. 아스팔트 조성물의 PG 범위 밖의 온도는 일반적으로, 사용될 때 아스팔트 제품의 변색을 초래한다.
- [0024] 본원에서 사용될 때 "베이스 아스팔트"란 용어는 ASTM에 의해 진갈색 내지 흑색의 시멘트질 재료로서 정의되는 역청 또는 아스팔트이며, 그 주요 구성성분은 자연에 존재하거나 석유 가공에서 얻어지는 역청이다. 아스팔트는 전형적으로 포화 화합물, 방향족 화합물, 수지 및 아스팔텐을 포함한다.
- [0025] 포장 용도에 적합한 아스팔트 유형은 일반적으로 "포장 등급 아스팔트", 또는 "포장 아스팔트", 또는 "아스팔트 시멘트"라 불린다. 루핑 용도에 적합한 아스팔트는 일반적으로 "루핑 플럭스", "플럭스 아스팔트", 또는 간단히 "플럭스"라 불린다. 일반적으로, 포장 아스팔트는 그 침입도 등급으로 나타낼 때 루핑 플럭스보다 더 단단하다. 가장 많이 사용되는 포장 아스팔트는 침입도가 약 50/70 또는 60/90 dmm(0.1 밀리미터)이고, 다른 한편으로, 루핑 플럭스의 침입도는 일반적으로 150~200 dmm 초과이다. 따라서, 루핑 플럭스는 너무 연질이기 때문에, 특히 루핑 싱글 제조에 직접 사용되지 않는다. 오히려, "에어 블로우"라 불리는 공정을 루핑 플럭스에 적용하여, 더

단단하게 만들어, 루핑 용도에 더 적합하게 한다. 에어 블로우 공정 시, 공기를 고온 액체 루핑 플럭스를 통해 일정한 시간(예를 들어, 2~8시간) 동안 버블링한다. 공기 중의 산소는 아스팔트 플럭스와 반응하고, 이에 따라, 약 150~200 dmm 초과에서 약 20 dmm로의 루핑 플럭스 침입도 하락으로 나타나는 바와 같이 그 강성도가 급격히 증가한다. 이러한 에어 블로우 공정의 생성물은 "블로운 코팅" 또는 "산화 아스팔트" 또는 "산화 역청"이라 불리며, 루핑 성글과 같은 루핑 제품의 제조에 유용하다.

[0026] 본원에서 사용될 때 "비산화 베이스 아스팔트"란 용어는, 상기에 기재한 공정과 같은 산화 또는 에어 블로잉 단계에 적용되지 않았거나 거치지 않은 베이스 아스팔트를 포함한다. 다시 말해서, 포장 등급 아스팔트 또는 루핑 플럭스 타입 아스팔트가, 저 MW 폴리올레핀 또는 무기 충전제, 재생 재료, 성능 첨가제 등과 배합하기 전에, 이것을 경화시키기 위해 먼저 에어 블로잉 단계를 수행하지 않은 채 본원에서 고려되는 아스팔트 조성물에 사용된다.

[0027] 저 MW 폴리올레핀을 아스팔트 조성물에 아스팔트 조성물의 중량을 기준으로 약 0.1 중량%~약 15 중량%의 양으로 첨가하는 것은 아스팔트 조성물 및 그러한 아스팔트 조성물이 도입된 루핑 제품의 오일 블리딩 내성 및 내열성 특성을 개선한다. 본원에서 사용될 때 "저 MW 폴리올레핀"이란 용어는 폴리올레핀 함유 폴리머, 또는 2종 이상의 폴리올레핀 함유 폴리머의 블렌드를 의미하며, 폴리머 각각은 중량 평균 분자량(M_w)이 약 500 달톤~약 20,000 달톤이고, 저 MW 폴리올레핀의 총 중량을 기준으로 약 80 중량%~약 100 중량%의, 에틸렌, 프로필렌, 부텐, 헥센 및 옥텐으로부터 선택되는 1종 이상의 올레핀성 모노머를 포함한다. 따라서, 저 MW 폴리올레핀은 단일 종류의 올레핀 모노머만을 포함하는 호모폴리머, 또는 2종 이상의 올레핀 모노머를 포함하는 코폴리머일 수 있다. 또한, 본원에서 사용될 때 저 MW 폴리올레핀이란 용어는, 폴리올레핀 왁스, 즉, 실온 또는 실온 근처에서 고체이고 그 용점보다 높을 때 저점도를 갖는 폴리올레핀을 포함하나 이들에 한정되지 않는다. 저 MW 폴리올레핀은 작용화되어도 좋다. 작용화된 저 MW 폴리올레핀은 호모폴리머 또는 코폴리머일 수 있다. 또한, 작용화된 저 MW 폴리올레핀은, 예를 들어, 산, 에스테르, 아민, 아마이드, 에테르 및 안하이드라이드를 들 수 있으나 이들에 한정되지 않는 하나 이상의 작용기를 포함한다. 저 MW 폴리올레핀은 작용화되어도 좋다. 또한, 저 MW 폴리올레핀은 산화되어도 좋다.

[0028] 예시적인 실시형태에서, 저 MW 폴리올레핀은 올레핀 함량이 저 MW 폴리올레핀의 총 중량을 기준으로 약 50 중량%~약 100 중량%이다. 저 MW 폴리올레핀은 저 MW 폴리올레핀의 총 중량을 기준으로 한 올레핀 함량이 약 55 중량%, 60 중량%, 65 중량%, 70 중량%, 75 중량%, 80 중량%, 85 중량%, 90 중량%, 또는 95 중량% 이상, 그리고 독립적으로 약 98 중량%, 95 중량%, 92 중량%, 90 중량%, 85 중량%, 80 중량%, 또는 75 중량% 이하인 것이 바람직하다.

[0029] 이미 언급한 바와 같이, 저 MW 폴리올레핀은 M_w 가 약 500 달톤~약 20,000 달톤이다. 저 MW 폴리올레핀은 M_w 가 약 500 달톤, 1,000 달톤, 2,000 달톤, 3,000 달톤, 4,000 달톤, 5,000 달톤, 6,000 달톤, 또는 7,000 달톤 이상, 그리고 독립적으로 약 20,000 달톤, 18,000 달톤, 15,000 달톤, 12,000 달톤, 또는 10,000 달톤 이하인 것이 바람직하다. 저 MW 폴리올레핀이 1종 초과인 폴리올레핀의 조합을 포함하는 경우, 조합 중의 각 종류의 폴리올레핀의 M_w 는 개별적으로 약 500 달톤~약 20,000 달톤의 상기에 언급한 범위 내에 든다.

[0030] 일반적으로, 적합한 저 MW 폴리올레핀은, 폴리에틸렌 호모폴리머, 폴리프로필렌 호모폴리머, 에틸렌, 프로필렌, 부텐, 헥산 및 옥텐 중 2종 이상의 코폴리머, 상기 호모폴리머의 작용화 유도체, 상기 코폴리머의 작용화 유도체, 또는 비작용화 저 MW 폴리올레핀과 작용화 저 MW 폴리올레핀의 조합을 포함하나 이들에 한정되지 않는다. 몇몇 피셔-트롭쉬(Fischer-Tropsch) 왁스, 즉, 저 MW 폴리올레핀의 상기에 정의된 특성을 만족시키는 것이 또한 본원에서 고려되고 기재된 아스팔트 조성물에 사용될 수 있다.

[0031] 적합한 작용화 저 MW 폴리올레핀의 예로는 말레인화 폴리에틸렌, 말레인화 폴리프로필렌, 에틸렌 아크릴산 코폴리머, 에틸렌 비닐 아세테이트 코폴리머, 산화 폴리에틸렌, 특히 산화 고밀도 폴리에틸렌, 및 이들의 조합을 들 수 있으나 이들에 한정되지 않는다.

[0032] 적합한 저 MW 폴리올레핀의 한 부류는, 폴리에틸렌 또는 폴리프로필렌의 호모폴리머를 포함하고, 미국 뉴저지주 모리스타운에 위치하는 허니웰 인터내셔널 인코포레이티드에서 시판되는, 특정 HONEYWELL TITAN[®] 폴리올레핀을 들 수 있으나 이들에 한정되지 않는다. 더 구체적으로, HONEYWELL TITAN[®] 8880, 8570, 8650, 8903, 및 8822 중 1종 이상이 저 MW 폴리올레핀으로서 사용하기에 적합하다. 예시적인 실시형태에서, 저 MW 폴리올레핀은 작용화된 고밀도 폴리에틸렌, 예컨대 HONEYWELL TITAN[®] 8903을 포함한다.

- [0033] 예시적인 실시형태에서, 저 MW 폴리올레핀은 아스팔트 조성물 중에 아스팔트 조성물의 중량을 기준으로 약 0.1 중량%~약 15 중량%의 양으로 존재한다. 저 MW 폴리올레핀이 아스팔트 조성물 중에, 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8, 0.9, 1.0, 1.2, 1.5, 1.8, 2.0, 2.2, 2.5, 또는 3.0 중량% 이상, 그리고 독립적으로 약 15, 12, 10, 8, 6, 5, 4.5, 4.0, 3.5, 3.0, 2.5, 2, 1.5, 1.4, 1.3, 1.2, 1.1 또는 1 중량% 이하의 양으로 존재하는 것이 바람직하다. 예를 들어, 아스팔트 조성물 중의 저 MW 폴리올레핀의 총 함량은 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 0.5 중량%~약 10 중량%, 또는 약 0.5 중량%~약 7 중량%, 또는 약 1 중량%~약 6 중량%, 또는 약 2 중량%~약 5 중량%, 또는 나아가 약 0.5 중량%~2.0 중량%일 수 있다.
- [0034] 예시적인 실시형태에서, 아스팔트 조성물은, 비산화 베이스 아스팔트를 포함하고, 저 MW 폴리올레핀을 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 1 중량%~약 6 중량%의 양으로 포함한다. 이러한 실시형태에서, 아스팔트 조성물은, 베이스 아스팔트 이외에, 제2 유형의 아스팔트, 예컨대 길소나이트(GILSONITE)[®],레이크 트리니다드 아스팔트(Lake Trinidad Asphalt), 부톤 아스팔트(Buton Asphalt), 또는 베이스 아스팔트에 경도를 추가하는 다른 아스팔트를, 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 5 중량%~약 20 중량%의 양으로 더 포함할 수 있다. 예를 들어, 제2 유형의 아스팔트는, 아스팔트 조성물 중에, 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 6, 7, 8, 또는 9 중량% 이상의 양으로, 그리고 독립적으로 약 19, 18, 17, 16, 15, 14, 13, 12, 11, 또는 10 중량% 이하의 양으로 존재할 수 있다. 또한 이러한 실시형태에서, 아스팔트 조성물은 SP가 약 87.8℃~약 160℃(약 190°F~약 320°F), 25℃에서 PEN이 약 12 dmm~약 26 dmm, 스테인 지수가 약 20 미만이다. 예를 들어, 이러한 실시형태에서, 아스팔트 조성물의 침입도 값은 약 14 dmm, 15 dmm, 또는 16 dmm 초과이고, 그리고 독립적으로 약 25 dmm 또는 24 dmm 이하, 예컨대 약 15 dmm~약 26 dmm, 또는 약 16 dmm~약 24 dmm인 것이 바람직하다.
- [0035] 성능 첨가제, 예컨대 플라스틱머, 엘라스토머, 또는 둘 다, 아스팔트 루핑 제품이 심각한 결함 또는 기능 이상 없이 사용될 수 있는 온도 범위를 확대하기 위해 아스팔트 루핑 제품에 사용되는 것으로 산업계에 잘 알려져 있다. 아스팔트 조성물은 1종 이상의 성능 첨가제를 포함하며, 이들은 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 1 중량%~약 15 중량%의 총량으로 존재한다. 비산화 베이스 아스팔트를 개질하기에 적합한 엘라스토머의 비한정적인 예로는 분쇄된 타이어 고무(GTR), 탈황 GTR, 부틸 고무, 스티렌/부타디엔 고무(SBR)를 포함한 천연 또는 합성 고무, 스티렌/에틸렌/부타디엔/스티렌 터폴리머(SEBS), 폴리부타디엔, 폴리이소프렌, 에틸렌/프로필렌/디엔(EPDM) 터폴리머, 에틸렌/n-부틸 아크릴레이트/글리시딜 메트아크릴레이트 터폴리머, 및 스티렌/공액 디엔 블록 또는 랜덤 코폴리머, 예컨대, 스티렌/부타디엔/스티렌 코폴리머(SBS), 스티렌/이소프렌, 스티렌/이소프렌/스티렌(SIS) 및 스티렌/이소프렌-부타디엔 블록 코폴리머를 포함한 스티렌/부타디엔을 들 수 있다. 블록 코폴리머는 분지형 또는 선형일 수 있고, 디블록, 트리블록, 테트라블록 또는 멀티블록일 수 있다.
- [0036] 본원에서 고려되고 기재된 아스팔트 조성물의 일부 실시형태에서, 엘라스토머는 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 1 중량%~약 20 중량%의 양으로 존재할 수 있다. 예를 들어, 일부 실시형태에서, 엘라스토머는, 아스팔트 조성물 중에, 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로, 약 1 중량%, 2 중량%, 3 중량%, 5 중량%, 7 중량%, 8 중량%, 또는 9 중량% 이상, 그리고 독립적으로 약 15 중량%, 14 중량%, 13 중량%, 12 중량%, 11 중량%, 10 중량%, 또는 9 중량% 이하의 양으로 존재한다. 예시적인 실시형태에서, 엘라스토머는 SBS 코폴리머이고, 이것은 예를 들어 비한정적으로 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 5 중량%~약 15 중량%, 또는 약 6 중량%~약 13 중량%, 또는 약 8 중량%~약 12 중량%, 또는 약 8 중량%~약 11 중량%, 또는 심지어 약 9 중량%~10 중량%의 양으로 존재한다. SBS 코폴리머를 포함하는 루핑 용도 및 제품에 사용하기 위한 아스팔트 조성물의 실시형태에서, 존재하여 여전히 성능 이익을 제공하는 저 MW 폴리올레핀의 양은 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로 약 2 중량% 이하, 또는 심지어, 1.2 중량% 이하로 적을 수 있다.
- [0037] 예를 들어 고온 성능을 위해 베이스 아스팔트를 개질하는 데 적합한 플라스틱머의 비한정적인 예로는, 가열될 때 연화되지만 현저히 더 높은 온도에서만 용융하는 열가소성 폴리올레핀, 예컨대 폴리에틸렌, 산화 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 산화 폴리프로필렌, 및 작용화된 폴리올레핀, 예컨대 말레인화 폴리에틸렌, 말레인화 폴리프로필렌, 에틸렌 아크릴산 코폴리머 등을 들 수 있다.
- [0038] 예시적인 실시형태에서, 루핑 제품의 제조에 유용하고 상기에 기재된 아스팔트 조성물을 포함하는 충전된 아스팔트 재료를 제공한다. 그러한 충전된 아스팔트 재료는 상기에 기재된 아스팔트 조성물 및 무기 충전제, 재생 아스팔트 재료, 또는 이들의 조합을 포함한다. 본원에서 고려되고 기재된 충전된 아스팔트 재료에 포함되기에 적합한 재생 아스팔트 재료로는 재생 아스팔트 포장(RAP), 재생 아스팔트 첨가(RAS) 및 이들의 조합을 들 수 있으나 이들에 한정되지 않는다. 아스팔트 조성물은 일반적으로 충전된 아스팔트 재료 중에 약 30 중량%~약 99

중량%의 양으로 존재하고, 무기 충전제, 재생 아스팔트 재료, 또는 이들의 조합은 충전된 아스팔트 재료의 총 중량을 기준으로 약 1 중량%~약 70 중량%의 총량으로 존재한다.

[0039] 본원에 기재된 것과 같은, 루핑 용도를 위해 충전된 아스팔트 재료에 첨가하기에 적합한 무기 충전제는, 루핑 제품에 포함시키기에 적절한 것으로 당업자에게 알려져 있거나 앞으로 알게 될 임의의 무기 충전제일 수 있다. 충전된 아스팔트 재료의 의도된 용도, 즉, 포장 또는 루핑에 따라, 그리고 루핑, 아스팔트 루핑 싱글, 멤브레인 또는 방수 멤브레인인지에 따라, 무기 충전제는 광물 충전제, 골재, 또는 이들의 조합일 수 있다. 광물 충전제는 일반적으로 특히 분쇄된 돌 또는 광물, 예를 들어, 돌가루, 석회석 입자 및 활석이다. 돌 및/또는 광물은 일반적으로 약 180 μm 이하의 입자 크기로 분쇄된다.

[0040] "골재"는 광물 재료, 예를 들어, 모래, 자갈 또는 쇄석 등의 총칭이다. 골재는 천연 골재, 인공 골재, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다. 천연 골재는 일반적으로 기계적 파쇄에 의해 사용 가능한 크기로 축소되는 개착 공법(예를 들어, 채석장)으로부터 얻어지는 추출암이다. 인공 골재는 일반적으로 야금 공정(예를 들어, 강철, 주석 및 구리 생산)으로부터의 슬래그와 같은 다른 제조 공정의 부산물이다. 인공 골재는 또한, 예를 들어 저밀도와 같이 천연암에서 발견되지 않는 특정한 물리적 특성을 갖도록 제조된 특수 재료를 포함한다.

[0041] 예시적인 실시형태에서, 충전된 아스팔트 재료는 루핑 용도를 위해 컴파운드되고 무기 충전제는 부순 돌 또는 광물이다. 충전된 아스팔트 재료는, 충전된 아스팔트 재료의 각각 약 30 중량%~약 99 중량% 및 약 1 중량%~약 70 중량%의 양으로 존재하는 아스팔트 조성물과 무기 충전제를 포함한다. 아스팔트 조성물 그 자체는 비산화 베이스 아스팔트, 저 MW 폴리올레핀과, 경우에 따라 1종 이상의 성능 첨가제, 예를 들어, 엘라스토머, 플라스토머, 또는 이들의 조합을 포함한다. 저 MW 폴리올레핀 및 1종 이상의 성능 첨가제는, 아스팔트 조성물의 총 중량을 기준으로, 각각 약 0.5 중량%~약 15 중량% 및 약 5 중량%~약 15 중량%의 양으로 존재한다.

[0042] 예시적인 실시형태에서, 아스팔트 조성물의 제조 방법을 제공한다. 이 방법은, 고온에서 저 MW 폴리올레핀과 비산화 베이스 아스팔트를 배합하여 아스팔트 조성물을 형성하는 단계를 포함한다. 일례에서, 비산화 베이스 아스팔트와 저 MW 폴리올레핀을 당업계에 잘 알려져 있는 바와 같이 임의의 적절한 혼합 장치에서 혼합한다. 다른 예에서, 비산화 베이스 아스팔트를 약 80°C~약 190°C의 고온으로 가열하여, 고온 액체 아스팔트를 형성하고, 저 MW 폴리올레핀을 고온 액체 아스팔트에 첨가한다. 대안으로, 비산화 베이스 아스팔트와 저 MW 폴리올레핀을 배합하여 고온으로 가열하여 고온 액체 아스팔트를 형성할 수 있다.

[0043] 또 다른 예시적인 실시형태에서, 이 방법은, 고온에서 성능 첨가제와 비산화 베이스 아스팔트를 배합하는 단계를 포함한다. 일례에서, 성능 첨가제(들)와 저 MW 폴리올레핀을 서로 혼합하여 블렌드를 형성한 후, 이것을 고온에서 비산화 베이스 아스팔트와 배합하여 아스팔트 조성물을 형성한다. 블렌드는, 비산화 베이스 아스팔트와 배합하기 전에, 냉각시켜 플레이크, 펠릿, 브리켓 또는 다른 형상으로 성형할 수 있는 2종의 용융 블렌드의 물리적 혼합물, 또는 비산화 베이스 아스팔트에 직접 첨가되는 용융 블렌드일 수 있다. 다른 예에서, 성능 첨가제(들) 및 저 MW 폴리올레핀을 고온에서 비산화 베이스 아스팔트에 개별적으로 첨가하여 아스팔트 조성물을 형성한다. 성능 첨가제(들)의 적어도 일부를, 저 MW 폴리올레핀의 첨가 전에, 동시에, 또는 후에 비산화 베이스 아스팔트에 첨가할 수 있다.

[0044] **실시예**

[0045] 이하는, 저 MW 폴리올레핀으로 개질되고 개선된 오일 블리딩 내성 및 내열성을 갖는 아스팔트 조성물의 실시예이며, 성분들 각각은 중량%로 기재된다. 하기 실시예는 단지 예시를 목적으로 제공된 것으로, 어떠한 식으로든 아스팔트 조성물의 다양한 실시형태를 한정하려는 것은 아니다.

[0046] 테스트 방법의 요약:

[0047] 연화점, "F(SP): ASTM D36 방법("링 앤 볼(ring and ball)" 방법, "R&B SP")에 따라 측정함.

[0048] 침입도, 25°C에서의 dmm(PEN): ASTM D5 방법에 따라 측정함.

[0049] 스테인 지수(SI): ASTM D2746 방법에 따라 측정함.

[0050] 분자량, M_w : 이들 실시예에서 기재된 모든 분자량은, 당업계에 일반적으로 알려진 기법인 겔 침투 크로마토그래피(GPC)로 측정된 중량 평균 분자량이다. GPC를 위해, 140°C에서, 측정하려는 샘플을 1,2,4-트리클로로벤젠에 2.0 mg/ml의 농도로 용해시킨다. 이 용액(200 μl)을, 140°C에서 1.0 mL/min의 유속으로 유지되는 2개의 PLgel 5 μm Mixed-D(300x7.5 mm) 컬럼을 포함하는 GPC에 주입한다. 이 장치에 2개의 검출기(굴절률 및 점도 검출기)를

장착한다. 분자량(Mw)은 좁은 분자량 분포의 선형 폴리에틸렌 표준물질 세트로부터 생성한 캘리브레이션 곡선을 이용하여 결정한다.

[0051] 실시예 1:

[0052] 다양한 저 MW 폴리올레핀이 스테인 지수에 미치는 효과

[0053] 금속 용기에서, 비산화 베이스 아스팔트를 약 190℃의 고온으로 가열하여, 고온 액체 아스팔트를 형성하고, 저 MW 폴리올레핀을 상기 고온 액체 아스팔트에 첨가하였다. 그 후, 고온 액체 아스팔트/저 MW 폴리올레핀 혼합물을, 균질한 블렌드가 얻어질 때까지 약 120분 동안 블렌딩하였다.

[0054] 각 샘플에 대한 스테인 지수는 ASTM D2746 방법을 이용하여 측정하였고, 그 결과는 하기 표 1에 제공된다.

표 1

조성물	첨가제 화합물	첨가제 Mw	첨가제 산가 또는 비누화가 (mg KOH/g)	첨가제 결정도 (%)*	190℃에서의 첨가제 MFI**	스테인 지수 (ASTM D2746)	스테인 지수 감소율(%)
베이스 (mid-continent PG64-22)	NA	NA	NA	NA	NA	102.65	NA
베이스 + 5% Honeywell A-CX 407	작용화 LDPE	4043	16	38	43,500	49.8	51.49
베이스 + 5% Honeywell Titan® 8594	PE 호모폴리머	1360	NA	82	>231,000***	39.8	61.23
베이스 + 5% 1500 GRS	FT 왁스	1270	NA	87	>950,000	38.8	62.20
베이스 + 5% Honeywell A-CX 1616	작용화 PE	4300	75	36	68,500	38	62.98
베이스 + 5% Honeywell Titan® 8133	PP 호모폴리머	14900	NA	56	12,250	29	71.75
베이스 + 5% Honeywell Titan® 8880	작용화 PE	7040	35	32	>2,000	19.7	80.81
베이스 + 5% Honeywell Titan® 8570	작용화 PE	2575	NA	100	>155,000	10.7	89.58
베이스 + 5% Honeywell Titan® 8903	작용화 HDPE	8800	25	77	4,600	10	90.26
베이스 + 3% Honeywell Titan® 8903 + 2% Honeywell Titan® 8822	작용화 HDPE + 작용화 PP	NA	8903 (25) 8822 (87)	8903 (77) 8822 (56)	8903 (4,600) 8822 (27,000)	9.65	90.60
베이스 + 5% Honeywell Titan® 8822	작용화 PP	8560	87	56	27,000	9	91.23

용어 설명: SI = ASTM D2746 방법에 따라 측정된 스테인 지수
 PE = 폴리에틸렌 LDPE = 저밀도 폴리에틸렌
 PP = 폴리프로필렌 HDPE = 고밀도 폴리에틸렌
 FT 왁스 = 사솔(Sasol) 또는 쉘(Shell)에서 시판됨
 SI 감소율(%)은 베이스(mid-continent PG64-22)만을 함유하는 제 1 샘플의 스테인 지수를 기초로 계산하였다.

[0055]

[0056] 표 1에 제공된 테스트 결과는, 중량 평균 분자량이 15,000 미만인, 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 또는 이들 둘의 조합의 첨가가 모두, 비처리 아스팔트에 비해 개선된(감소된) 스테인 지수를 갖는 아스팔트 조성물을 제공하며, 작용화 폴리에틸렌 및 작용화 폴리프로필렌이 스테인 지수의 최대 감소를 제공한다는 것을 보여준다. 루핑 용도를 위해 산업계에서는 약 20 미만의 스테인 지수가 바람직하므로, 작용화 폴리올레핀이 저 MW 폴리올레핀으로서 유익한 것으로 보인다.

[0057] 예시적인 실시형태에서, 실시예는 첨가제 화합물, 중량 평균 분자량(Mw), 산가(ASTM D-1386) 또는 비누화, 결정도(예를 들어, 약 30%~약 100%), 및 용융 흐름 지수(MFI)를 비롯한, 다양한 저 MW 폴리올레핀의 다양한 특성

들을 추가로 나타낸다. 구체적으로, 비누화가는 150 mL의 크실렌, 5 mL의 새로운 메틸 에틸 케톤과 7 방울의 물 중에서 약 0.3 g의 말레인화 폴리머를 15분 동안 환류시킴으로써 측정한다. 이 용액을 천천히 냉각시키고, 10 mL의 이소프로필 알코올 및 3~5 방울의 페놀프탈레인 인디케이터 용액을 첨가한다. 이 용액을, 지속되는 연평 크색 용액이 될 때까지, 표준화된 0.0535 N KOH/이소프로필 알코올 용액을 적하하여 적정한다. 다양한 용매 중의 산성 불순물을 상쇄하기 위해 블랭크도 수행해야 한다. *결정도는 100% 결정질 폴리에틸렌(PE)에 대해 참조 물질로서 290 J/g, 100% 결정질 폴리프로필렌(PP)에 대해 190 J/g을 이용하여, DSC(2차 재가열)를 이용하여 측정하였다. DSC를 10°C/min의 가열 및 냉각 속도로 가열, 냉각, 재가열의 사이클로 수행하였다. 샘플을 초기에 -50°C로 냉각시킨 후 150°C로 가열하고, 그 후 다시 -50°C로 냉각시키고, 150°C로 재가열하였다. ** MFI는 브룩필드(Brookfield) 점도로부터 측정하였다. MFI는 9,500,000/(190°C에서의 cps)이며; 여기서, 190°C에서의 cps는 190°C에서 측정된 폴리머의 브룩필드 점도(단위: 센티푸아즈)였다. *** ">"가 사용된 경우, 190°C에서의 점도 대신에 140°C에서의 점도가 이용되었다; 그에 따라, 온도 증가에 따라 점도가 감소하는(MFI가 증가하는) 관계이기 때문에, 190°C에서의 실제 MFI는 더 높아진다.

[0058] 실시예 2:

[0059] 저 MW 폴리올레핀, 길소나이트(GILSONITE)[®] 및 피치가 다양한 아스팔트 조성물 특성에 미치는 효과

[0060] 금속 용기에서, 비산화 베이스 아스팔트를 약 190°C의 고온으로 가열하여 고온 액체 아스팔트를 형성하고, 저 MW 폴리올레핀 및 길소나이트[®]를 상기 고온 액체 아스팔트에 첨가하였다. 저 MW 폴리올레핀과 길소나이트[®]는 고온 액체 아스팔트에 함께 또는 어느 하나를 첨가한 후에 첨가할 수 있다. 그 후, 고온 액체 아스팔트/저 MW 폴리올레핀/길소나이트[®] 혼합물을, 균질한 블렌드가 얻어질 때까지 약 120분 동안 블렌딩하였다.

[0061] 길소나이트(GILSONITE)[®]는, 미국 유타주에서만 발견되는 천연 아스팔트의 한 형태의 등록 상표명으로서, 일반적으로 유인타이트(untait) 또는 유인타하이트(untahite)로 알려져 있고 샤이니 블랙의 흑요석과 비슷하다. 길소나이트[®]는 플럭스 아스팔트 및 포장 등급 아스팔트보다 더 경질의 재료이며, 연화점(SP)이 약 265°F~400°F (129.4~204.4°C) 및 침입도 값(PEN)이 0이다. 길소나이트[®]는, 예를 들어 미국 유타주의 보난자에 위치한 American GILSONITE[®] Company로부터 시판된다.

[0062] 피치는 일반적으로 유기 물질 및 특히 콜타르, 목타르 또는 석유의 증류에서 잔분으로서 얻어지는 흑색 또는 진한색의 점성 물질이며, 방수, 루핑, 코킹 및 포장에 사용된다. 본 발명에서 사용되는 피치는 77°F(25°C)에서의 침입도가 2 dmm, 77°C의 R&B SP, 및 300°F(148.9°C)에서의 회전 점도가 1,810 cPs이다. 점도는 ASTM D4402에 따라 측정하였다.

[0063] 침입도, 연화점 및 스테인 지수는 각각, 하기 표 2에 기재된 방법을 이용하여 샘플 A~E 각각에 대하여 측정하였다. 샘플 조성물 및 테스트 결과는 하기 표 2에 기재되어 있다.

표 2

조성물 (wt%)	첨가제 화합물	M _w (달톤)	A	B	C	D	E
mid-continent PG64-22	NA	NA	100%	85%	85%	85%	85%
GILSONITE®	NA	NA	0	10%	10%		
피치	NA	NA				10%	10%
Honeywell TITAN® 8903	작용화 HDPE	8800	0	5%	3%	5%	3%
Honeywell TITAN® 8822	작용화 PP	8560	0		2%		2%
합계			100%	100%	100%	100%	100%
테스트 결과	테스트 방법						
25°C에서의 PEN, dmm	ASTM D5		78.2	16.4	14.6	34.6	27.6
R&B SP, °C	ASTM D36		46.95	88.75	99.15	81.50	113.75
R&B SP, °F	ASTM D36		116.51	191.75	210.47	178.7	236.75
착색 지수	ASTM D2746		102.65	4.8	2.45	9.95	7.45

용어 설명: PEN = 침입도

R&B SP = ASTM D36의 “링 앤 볼” 연화점 테스트 방법

[0064]

[0065]

표 2에 기재된 테스트 결과는, 아스팔트를 길소나이트® 또는 피치와 조합하는 경우에도, 작용화 폴리에틸렌 또는 폴리프로필렌 등의 저 MW 폴리올레핀의 첨가가, 루핑 용도를 위해 산업계에서 요구되는 범위 내에 충분히 드는 10 미만의 스테인 지수로 감소시킬 수 있도록 아스팔트 조성물을 충분히 개선한다는 것을 보여주는 것으로 보인다. 또한, 실험 B 및 E로 나타내어지는 블렌드는 ASTM D3462(유리 펠트로 제조되고 광물 그래놀로 표면 처리된 아스팔트 성글에 대한 표준 규격)에 기재된 아스팔트에 대한 특성 요건을 충족시킨다. 이 ASTM 표준은, 폴리머 개질 제품에 대해 R&B 연화점이 190~320°F이면서, 아스팔트의 침입도가 25°C에서 15 dmm 초과일 것을 요구하는 북미의 루핑 성글에 대해 가장 널리 사용되는 규격이다.

[0066]

실시예 3:

[0067]

다양한 아스팔트 조성물 특성에 대한 저 MW 폴리올레핀 및 엘라스토머(SBS 코폴리머(예를 들어, 방사형 SBS, Dynasol 411))의 효과

[0068]

금속 용기에서, 비산화 베이스 아스팔트를 약 180°C~약 190°C의 고온으로 가열하여 고온 액체 아스팔트를 형성하고, 저 MW 폴리올레핀 및 SBS 코폴리머를 상기 고온 액체 아스팔트에 첨가하였다. 저 MW 폴리올레핀 및 SBS 코폴리머는 고온 액체 아스팔트에 함께 또는 다른 하나를 첨가한 후에 첨가할 수 있다. 균질한 블렌드가 얻어질 때까지 고온 액체 아스팔트/저 MW 폴리올레핀/SBS 혼합물을 약 120분 동안 블렌딩하였다. 균질한 블렌드로부터의 R&B 연화점 측정 및 침입도 측정을 위해 시험편을 제조하였다. 내열성 및 냉간 굽힘 측정을 위해, 균질한 블렌드를 폴리에스테르 매트 위에 부어 특정 치수를 갖는 멤브레인을 형성함으로써 시험편을 제조하였다.

[0069]

각각의 샘플에 대해 냉간 굽힘, 내열성, 침입도, 및 연화점을 측정하였다. 샘플 조성물 및 테스트 테스트 결과는 하기 표 3에 제공된다.

[0070]

냉간 굽힘 테스트, °C: 다음과 같이 측정하였다. 시험편은 14 cm(길이)×5 cm(폭)×5.5 mm(두께)의 치수를 가지며, 한 표면이 폴리에스테르 또는 유리 섬유 매트이다. 시험편을 먼저 액체 배스에서 약 1시간 동안 킨디서닝한 후, 3점 굽힘 머신으로 테스트한다. 시험편이 파괴되지 않는 가장 낮은 온도를 냉간 굽힘 온도로 기록한다.

[0071]

내열성 테스트: 다음과 같이 측정하였다: 시험편은 10 cm(길이)×5 cm(폭)×5.5 mm(두께)의 치수를 가지며, 한 표면이 폴리에스테르 또는 유리 섬유 매트이다. 시험편을 후크에 부착하고, 95°C로 설정된 고온 오븐에서 2시간 동안 수직으로 정치시킨다. 테스트 종료 시, (매트에 대한) 시험편의 이동량을 측정하여 내열성(단위: mm)으로서 기록한다.

표 3

조성물/배합물	1 (대조군)	2	3	4	5	6
아스팔트	89.19	89.46	90.07	89.66	89.46	89.45
SBS (엘라스토머)	10.81	9.19	9.48	9.44	9.42	9.65
Honeywell TITAN® 8903		1.35	0.45	0.90	1.12	0.90
합계	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
폴리머 로딩량 합계	10.81	10.54	9.93	10.34	10.54	10.55
테스트 결과						
냉간 굽힘 온도 (°C)	-21	-15	-23	-23	-22	-23
내열성 (mm)	10	3.2	22	4.5	2.2	7
침입도 (dmm)	44.1	45	46.2	42	41.0	43.6
연화점 (°C)	109.9	112.7	109	112	112.5	111.4

모든 조성량은 배합물의 총 중량을 기준으로 한 중량 퍼센트 (wt%)이다.

[0072]

[0073]

표 3에 제시된 테스트 결과는, 엘라스토머, 예컨대 SBS 코폴리머와 소량(즉, 0.45~1.2 중량%)의 작용화 저 MW 폴리올레핀, 예컨대 작용화 폴리에틸렌의 조합이, 아스팔트 조성물의 내열성을 충분히 개선(<10)하는 한편, -20 °C 이하의 냉간 굽힘 온도를 유지하면서, 아스팔트 조성물의 침입도 또는 연화점 특성을 악화시키지 않는다는 것을 입증한다. 또한, 대조군(SBS 단독 제제)과 비교하여 폴리머 로딩량 합계가 감소될 수 있다. SBS 함량의 감소는 점도 저하로 이어진다. 이것은 제조 플랜트에서의 라인 속도의 증가, 온도 감소 등으로 해석된다.

[0074]

실시예 4:

[0075]

다양한 아스팔트 조성물 특성에 대한 저 MW 폴리올레핀의 효과

표 4

	테스트 방법	규격 (ASTM D3462)	베이스	블렌드 1	블렌드 2
20/30 펜 아스팔트			100%	97%	97%
Honeywell Titan® 8570				3%	
Honeywell Titan® 8650					3%
침입도 (dmm, @ 25°C)	ASTM D5	≥ 15	25.20	18.20	19.20
연화점 (°C)	ASTM D36	88 ~ 113	55.45	103.85	98.95
스테인 지수	ASTM D2746	NA	60.17	2.17	5.00

[0076]

[0077]

표 4에 제시된 테스트 결과는, 소량(즉, 약 3 중량%)의 작용화 저 MW 폴리올레핀을 함유한 20/30 펜 아스팔트가 아스팔트 조성물의 침입도, 연화점, 및 스테인 지수 특성을 개선한다는 것을 입증한다.

[0078]

실시예 5:

[0079]

다양한 아스팔트 조성물 특성에 대한 저 MW 폴리올레핀의 효과

표 5

	테스트 방법	규격 (ASTM 3462)	블렌드 1	블렌드 2
mid-continent PG64-22			70%	68.25%
피치			30%	29.25%
Honeywell Titan® 8650				2.5%
침입도 (dmm, @ 25°C)	ASTM D5	>= 15	23.60	16.80
연화점 (°C)	ASTM D36	88 to 113	64.25	93.75
스테인 지수	ASTM D2746	NA	51.50	8.50

[0080]

[0081]

표 5에 제시된 테스트 결과는, 아스팔트가 피치와 조합되는 경우에도, 소량(즉, 약 2.5 중량%)의 저 MW 폴리올레핀이 아스팔트 조성물을 충분히 개선하여 아스팔트 조성물의 침입도, 연화점 및 스테인 지수 특성을 개선한다는 것을 입증한다.

[0082]

전술한 상세한 설명에서 하나 이상의 예시적인 실시형태가 제시되었지만, 수많은 변형예가 존재한다는 것이 이해되어야 한다. 또한, 하나 이상의 예시적인 실시형태는 단지 예로서, 발명의 범위, 적용성 또는 구성을 어떠한 식으로든 제한하려는 것은 아니다. 오히려, 전술한 상세한 설명은 당업자에게 본 발명의 예시적인 실시형태를 실시하기 위한 편리한 로드맵을 제공할 것이며, 첨부된 청구범위에 기재된 발명의 범위 및 그 법적인 균등범위로부터 벗어남이 없이 예시적인 실시형태에 기재된 요소들의 기능 및 배열에 다양한 변경이 이루어질 수 있음이 이해되어야 한다.