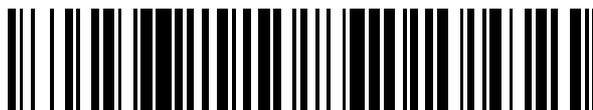


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 458 099**

51 Int. Cl.:

C08L 95/00 (2006.01)

C07F 7/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.12.2009 E 09828420 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.01.2014 EP 2414459**

54 Título: **Composiciones de asfalto mineral que contienen un compuesto catiónico de silicio orgánico**

30 Prioridad:

22.12.2008 IN MU26572008

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

29.04.2014

73 Titular/es:

**RANKA, SEEMA AJAY (100.0%)
9/10 Akashvan Complex Sevasi
Vadodara, 391101 Gujarat, IN**

72 Inventor/es:

**RANKA, AJAY y
MEHTA, PRAKASH**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 458 099 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composiciones de asfalto mineral que contienen un compuesto catiónico de silicio orgánico

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a composiciones de asfalto adecuadas para pavimentaciones y revestimientos. Las composiciones de asfalto incluyen un asfalto y del 0,001 al 5 % en peso del peso del asfalto de al menos un compuesto catiónico de silicio orgánico, y presentan una mejor adherencia del ligante asfáltico a los materiales inertes.

Antecedentes de la invención

El asfalto es un material común utilizado para la preparación de materiales de pavimentación y techado. Se ha añadido una amplia variedad de compuestos a composiciones de pavimentación asfálticas en un intento por mejorar la adherencia/humectación del asfalto al material inerte.

Se ha usado una amplia variedad de compuestos de silicio, incluyendo los silanos, para la impregnación y el tratamiento superficial de las fibras de vidrio con el fin de potenciar la adherencia de diversas resinas orgánicas tales como resinas de poliéster, resinas epoxi o resinas de fenol-formaldehído, y para el tratamiento superficial de productos textiles, cueros, cerámica y materiales de vidrio.

Se ha encontrado que se podría mejorar notablemente la adherencia del asfalto a las superficies silíceas tratando antes las superficies con vapores de una mezcla de metilclorosilanos. Sin embargo, este método tan poco común de aplicación de silanos a la superficie del material inerte no es práctico en aplicaciones a gran escala. Sanderson, F. C., "Methylchlorosilanes as Anti-stripping Agents". *Proceedings, Highway Research Board*, 31, 288 (1952).

La patente de EE.UU. N° 2.570.185 desvela que las propiedades de revestimiento y las propiedades contra el desprendimiento del asfalto se mejoran mediante la adición al asfalto del producto de reacción de aminoalcoxisilanos y aminas primarias alifáticas de alto peso molecular que contienen al menos 6 átomos de carbono.

El único ejemplo de silano mostrado en la patente de EE.UU. N° 2.570.185 es el di-*t*-butoxi-diamino-silano. La patente de EE.UU. N° 2.985.678 desvela que los radicales alquilo o arilo superiores de los compuestos de silicio reducen progresivamente la estabilidad de los compuestos. Sin embargo, se muestra que el radical butilo terciario aumenta la estabilidad de los compuestos de silicio, incluso en los compuestos de silicio que contienen alquilo de cadena larga tal como un grupo laurilo.

La patente alemana N° 800.685 enseña silanos de fórmula SiR_mX_n como agentes de adherencia de asfalto, en la que X representa un halógeno o un alcoxi, R representa un residuo orgánico, y m y n representan números enteros de 1 a 3. Los ejemplos específicos de R incluyen metilo, fenilo y 2-cloroetileno. La patente de EE.UU. N° 4.036.661 desvela el uso de varios silanos organofuncionales como promotores de la adherencia para composiciones de asfalto mineral. La patente de EE.UU. N° 5.130.354 desvela el uso de polímeros con funcionalidad silano como promotores de la adherencia para mezclas de hormigón asfáltico para la pavimentación. Las patentes de EE.UU. N° 4.170.484 y 4.038.096 desvelan el uso de silanos para mejorar la adherencia de los ligantes asfálticos al material inerte mineral.

Sin embargo, la estabilidad térmica de los compuestos de silicio también es de una importancia primordial. Es decir, es muy deseable que los compuestos no solo potencien la adherencia del asfalto al material inerte mineral, sino que también permanezcan estables en un amplio intervalo de temperaturas y durante un período prolongado de tiempo. Además de esto, es muy deseable que los promotores de la adherencia se puedan usar sin métodos de aplicación poco comunes. Para que sean adecuadas para los materiales de pavimentación, las mezclas de compuestos de silicio asfáltico deben ser miscibles en el asfalto y permanecer mezcladas durante su posterior procesamiento. El compuesto debe ser estable a la oxidación durante el procesamiento y durante el desgaste a largo plazo debido a la alterabilidad a la intemperie. La estabilidad a temperaturas superiores a 180 °C del asfalto modificado con compuestos de silicio es algo importante a tener en cuenta. Una menor presión de vapor, un mayor punto de ebullición y la estabilidad oxidativa a 150 °C-180 °C son importantes para mejorar el rendimiento.

Un inconveniente del uso de silanos orgánicos es su incapacidad para agotarse y reaccionar completamente con las superficies de los materiales inertes al mezclarlo con el asfalto. Como tal, siempre se requiere el tratamiento previo de los materiales inertes con un silano para lograr la eficacia deseada de los promotores de la adherencia. En la práctica, el tratamiento previo de los materiales inertes no es práctico y resulta muy caro.

Además de los silanos, tradicionalmente, en el asfalto, se han usado aminas terciarias y aminas cuaternarias de cadena larga como aditivos para mejorar la adherencia del hormigón asfáltico. Estos productos funcionan adecuadamente al 0,5 %-3 % en peso del asfalto. Estos compuestos, sin embargo, tienen la desventaja de aumentar la formación de surcos y tener una mala resistencia a la fatiga, así como de funcionar mediante un mecanismo de

humectación y unión física. Además, debido a los problemas de disponibilidad y sostenibilidad, y a la necesidad de reducir al mínimo el consumo y la creciente falta de buena calidad de los materiales inertes y el asfalto, sigue habiendo necesidad de composiciones de asfalto mineral que tengan una mejor adherencia y/o una menor susceptibilidad a la humedad.

5

Sumario de la invención

La presente invención satisface al menos algunas de las necesidades mencionadas anteriormente proporcionando composiciones de asfalto y composiciones de asfalto mineral que tienen una mejor adherencia entre el asfalto y el material inerte. Las composiciones de asfalto incluyen un asfalto y al menos un compuesto catiónico de silicio orgánico. El compuesto catiónico de silicio orgánico está presente en las composiciones en un intervalo del 0,001 al 5 % en peso del asfalto.

En un aspecto, la presente invención proporciona una composición de asfalto que incluye al menos un compuesto catiónico de silicio orgánico mezclado con asfalto, en la que la cantidad del al menos un compuesto catiónico de silicio orgánico es del 0,001 al 5 % en peso del peso del asfalto. Las composiciones de asfalto presentan una mejor adherencia a una amplia variedad de materiales inertes. En ciertas realizaciones, el compuesto catiónico de silicio orgánico tiene una fórmula seleccionada del grupo que consiste en:

20 $Y_{3-a}Si(R^1_a)R^2N^+R^3R^4R^5X^-$;
 $Y_{3-a}Si(R^1_a)R^2P^+R^3R^4R^5X^-$; y
 $Y_{3-a}Si(R^1_a)R^2ZX$; o mezclas de las mismas,

en el que en cada fórmula:

25

Y se selecciona, de manera independiente, de un grupo que consiste en OR, $O(CH_2CH_2O)_nH$, $(CH_3OCH_2CH_2O)$ y $(CH_3CH_2OCH_2CH_2O)$;

a tiene un valor seleccionado de entre 0, 1 o 2;

n es 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 o 10;

30

R es alquilo C_1-C_4 ;

R^1 es bien metilo o etilo;

R^2 es un grupo alquilenos C_1-C_4 ;

cada R^3 , R^4 y R^5 se selecciona, de manera independiente, de un grupo que consiste en alquilo C_1-C_{22} en el que al menos uno de dichos grupos tiene más de 8 átomos de C, $-CH_2C_6H_5$, $-CH_2CH_2OH$, $-CH_2OH$ y $-(CH_2)_yNHC(O)R^5$, en el que y tiene un valor de 2 a 10 y R^6 es un radical perfluoroalquilo C_1-C_{12} ;

35

X es cloruro, bromuro, fluoruro, yoduro, acetato o tosilato; y

Z es anillo de piridinio de fórmula $C_5N_5N^+$.

En otro aspecto, la presente invención proporciona composiciones de asfalto mineral que incluyen material inerte mineral, un asfalto y al menos un compuesto catiónico de silicio orgánico. En una realización, las composiciones de asfalto mineral incluyen 100 partes en peso de un material inerte mineral, y de 3 a 20 partes en peso de una composición de asfalto como se ha descrito anteriormente en el presente documento. En ciertas realizaciones, el compuesto catiónico de silicio orgánico presente en la composición de asfalto mineral se selecciona del grupo que consiste en:

45

$Y_{3-a}Si(R^1_a)R^2N^+R^3R^4R^5X^-$;

$Y_{3-a}Si(R^1_a)R^2P^+R^3R^4R^5X^-$; y

$Y_{3-a}Si(R^1_a)R^2ZX$; o mezclas de los mismos,

50 en el que en cada fórmula:

Y se selecciona, de manera independiente, de un grupo que consiste en OR, $O(CH_2CH_2O)_nH$, $(CH_3OCH_2CH_2O)$ y $(CH_3CH_2OCH_2CH_2O)$;

a tiene un valor seleccionado de entre 0, 1 o 2;

55

n es 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 o 10;

R es alquilo C_1-C_4 ;

R^1 es bien metilo o etilo;

R^2 es un grupo alquilenos C_1-C_4 ;

cada R^3 , R^4 y R^5 se selecciona, de manera independiente, de un grupo que consiste en alquilo C_1-C_{22} en el que al menos uno de dichos grupos tiene más de 8 átomos de C, $-CH_2C_6H_5$, $-CH_2CH_2OH$, $-CH_2OH$ y $-(CH_2)_yNHC(O)R^6$, en el que y tiene un valor de 2 a 10 y R^6 es un radical perfluoroalquilo C_1-C_{12} ;

60

X es cloruro, bromuro, fluoruro, yoduro, acetato o tosilato; y

Z es anillo de piridinio de fórmula $C_5N_5N^+$.

65

Breve descripción de las figuras

Habiendo descrito así la invención en términos generales, ahora se hará referencia a las figuras adjuntas, que no están necesariamente realizadas a escala, y en las que:

- 5 la Fig. 1A muestra la muestra de control de hormigón asfáltico tras un ensayo de ebullición;
 la Fig. 1B muestra una muestra de hormigón asfáltico que tiene un compuesto catiónico de silicio orgánico de acuerdo con una realización de la presente invención tras un ensayo de ebullición;
 10 la Fig. 2A muestra el agua residual de una muestra de control tras un ensayo de ebullición de 6 horas;
 la Fig. 2B muestra el agua residual de una muestra de hormigón asfáltico que tiene un compuesto catiónico de silicio orgánico de acuerdo con una realización de la presente invención tras un ensayo de ebullición de 6 horas;
 la Fig. 3A muestra el agua residual de una muestra de control tras un ensayo de ebullición; y
 15 la Fig. 3B muestra el agua residual de una muestra de hormigón asfáltico que tiene un compuesto catiónico de silicio orgánico de acuerdo con una realización de la presente invención tras un ensayo de ebullición.

Descripción detallada de la invención

A continuación, se describirá la presente invención de una manera más completa. De hecho, la invención se puede realizar de muchas formas diferentes y no se debe interpretar como limitada a las realizaciones expuestas en el presente documento, sino que, más bien, estas realizaciones se proporcionan para que esta divulgación satisfaga los requisitos legales aplicables. Como se usa en la memoria descriptiva y en las reivindicaciones adjuntas, las formas en singular "un", "uno", "una", "el", "la", incluyen los referentes en plural, a menos que el contexto indique claramente lo contrario.

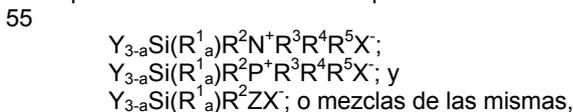
25 Los asfaltos se usan habitualmente en las pavimentaciones como un ligante o aglutinante para las partículas del material inerte. Es decir, el asfalto se usa para recubrir y unir las partículas del material inerte entre sí. Estos materiales de tipo termoplástico, que se ablandan cuando se calientan y se endurecen al refrigerarse, también presentan propiedades viscoelásticas (por ejemplo, presentan las características mecánicas de flujo viscoso y deformación elástica) en un cierto intervalo de temperaturas.

30 Sin embargo, los asfaltos son materiales muy complejos y no bien caracterizados que contienen varios compuestos alifáticos y aromáticos saturados e insaturados. Estos compuestos a menudo pueden incluir hasta 150 átomos de carbono. Las composiciones de asfalto particulares varían dependiendo de la fuente del crudo. Muchos de los compuestos contienen oxígeno, nitrógeno, azufre y otros heteroátomos. Por lo general, el asfalto contiene aproximadamente el 80 % en peso de carbono; aproximadamente el 10 % de hidrógeno; hasta el 6 % de azufre; pequeñas cantidades de oxígeno y nitrógeno; y cantidades traza de metales tales como hierro, níquel y vanadio. Los pesos moleculares de los compuestos constituyentes varían de varios cientos a muchos miles.

40 Se puede usar una amplia variedad de asfaltos para preparar las composiciones de asfalto y de asfalto mineral de acuerdo con la presente invención. En general, se contempla como útil cualquier ligante asfáltico de pavimentación satisfactorio para la preparación de composiciones de pavimentación. Los asfaltos para pavimentación pueden tener una amplia selección de valores de penetración que varían de un mínimo de 30 o 40 dmm para los asfaltos más duros hasta de 200 a 300 dmm a 25 °C (100 g, segundos) para los asfaltos más blandos. Los asfaltos para pavimentación más usados de acuerdo con las realizaciones de la presente invención, generalmente, tienen una penetración a 25 °C de aproximadamente 60-100 dmm (por ejemplo, 60-70, 70-80 o 80-100 dmm). En realizaciones preferidas, sin embargo, el asfalto permanece viscoelástico en todas las condiciones meteorológicas.

50 En ciertas realizaciones de la presente invención, el asfalto puede incluir betún, asfalto natural, los residuos oleosos de grado de pavimentación, residuos plásticos de la destilación del alquitrán de hulla, brea de petróleo y alquitrán de hulla.

Los promotores de la adherencia son aditivos o modificadores usados para mejorar la adherencia (por ejemplo, la resistencia al desprendimiento) a los materiales inertes. Los promotores de la adherencia de acuerdo con la presente invención son compuestos catiónicos de silicio orgánico de acuerdo con las siguientes fórmulas:



60 en el que en cada fórmula:

Y se selecciona, de manera independiente, de un grupo que consiste en OR, O(CH₂CH₂O)_nH, (CH₃OCH₂CH₂O) y (CH₃CH₂OCH₂CH₂O);
 a tiene un valor seleccionado de entre 0, 1 o 2;
 65 n es un valor de 1 a 10 (por ejemplo, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10);
 R es alquilo C₁-C₄;

R¹ es bien metilo o etilo;

R² es un grupo alquileo C₁-C₄;

cada R³, R⁴ y R⁵ se selecciona, de manera independiente, de un grupo que consiste en alquilo C₁-C₂₂ en el que al menos uno de dichos grupos tiene más de 8 átomos de C, -CH₂C₆H₅, -CH₂CH₂OH, -CH₂OH y

5 -(CH₂)_yNHC(O)R⁶, en el que y tiene un valor de 2 a 10 y R⁶ es un radical perfluoroalquilo C₁-C₁₂;

X es cloruro, bromuro, fluoruro, yoduro, acetato o tosilato; y

Z es anillo de piridinio de fórmula C₅N₅N⁺.

10 Los materiales inertes o materiales inertes minerales son materiales particulados de grano grueso usados en la construcción entre los que se incluyen arena, grava, piedras trituradas, tierra, escorias, hormigón reciclado, o mezclas de los mismos. Las cargas minerales también son materiales inertes que normalmente incluyen dolomita, granito, grava triturada de lecho de río, piedra arenisca, piedra caliza, basalto y otras piedras inorgánicas que se pueden añadir al sistema.

15 Se puede usar cualquier material inerte, arena, tierra, etc. para formar las composiciones de asfalto mineral de la presente invención siempre que tengan grupos funcionales o sitios reactivos (por ejemplo, grupos silano) en la superficie que se vaya a unir con los silanoles creados por hidrólisis de los grupos alcoxisilano.

20 En un aspecto, la presente invención proporciona composiciones de asfalto que se pueden usar para recubrir varios materiales inertes con el fin de unirlos entre sí. Las composiciones de asfalto de acuerdo con las realizaciones de la presente invención presentan una mejor adherencia a una amplia variedad de partículas de material inerte. Es decir, la cantidad de las composiciones de asfalto, de acuerdo con realizaciones de la presente invención, retenida en la superficie de los materiales inertes tras la exposición repetida o la inmersión en agua se aumenta significativamente debido a la incorporación de un compuesto de silicio orgánico iónico catiónico de acuerdo con realizaciones de la

25 presente invención.

Las composiciones de asfalto descritas en el presente documento incluyen un asfalto y del 0,001 % al 5 % en peso de al menos un compuesto catiónico de silicio orgánico basado en el peso del asfalto. En una realización, el compuesto catiónico de silicio orgánico se selecciona de entre las siguientes fórmulas:

30

$Y_{3-a}Si(R^1_a)R^2N^+R^3R^4R^5X^-;$

$Y_{3-a}Si(R^1_a)R^2P^+R^3R^4R^5X^-;$ y

$Y_{3-a}Si(R^1_a)R^2ZX;$ o mezclas de las mismas,

35 en el que en cada fórmula:

Y se selecciona, de manera independiente, de un grupo que consiste en OR, O(CH₂CH₂O)_nH, (CH₃OCH₂CH₂O) y (CH₃CH₂OCH₂CH₂O);

a tiene un valor seleccionado de entre 0, 1 o 2;

40 n puede tener cualquier valor de 1 a 10;

R es alquilo C₁-C₄;

R¹ es bien metilo o etilo;

R² es un grupo alquileo C₁-C₄;

45 cada R³, R⁴ y R⁵ se selecciona, de manera independiente, de un grupo que consiste en alquilo C₁-C₂₂ en el que al menos uno de dichos grupos tiene más de 8 átomos de C, -CH₂C₆H₅, -CH₂CH₂OH, -CH₂OH y - (CH₂)_yNHC(O)R⁶, en el que y tiene un valor de 2 a 10 y R⁶ es un radical perfluoroalquilo C₁-C₁₂;

X es cloruro, bromuro, fluoruro, yoduro, acetato o tosilato; y

Z es anillo de piridinio de fórmula C₅N₅N⁺.

50 En otras realizaciones, las composiciones de asfalto incluyen del 0,01 al 5 %, o del 0,01 al 3 % en peso, o del 0,02 al 1 % en peso de al menos un compuesto catiónico de silicio orgánico basado en el peso del asfalto. En una realización, las composiciones de asfalto incluyen del 0,02 al 0,1 % en peso de al menos un compuesto catiónico de silicio orgánico basado en el peso del asfalto.

55 En otro aspecto, la presente invención proporciona una composición de asfalto mineral que incluye un material inerte mineral y una composición de asfalto según lo descrito anteriormente en el presente documento. En una realización, la composición incluye 100 partes en peso de un material inerte mineral y de 3 a 20 partes en peso de composición de asfalto según lo descrito anteriormente en el presente documento. En ciertas realizaciones, el compuesto catiónico de silicio orgánico de la composición se selecciona de un grupo que consiste en:

60

$Y_{3-a}Si(R^1_a)R^2N^+R^3R^4R^5X^-;$

$Y_{3-a}Si(R^1_a)R^2P^+R^3R^4R^5X^-;$ y

$Y_{3-a}Si(R^1_a)R^2ZX;$ o mezclas de los mismos,

65 en el que en cada fórmula:

Y se selecciona, de manera independiente, de un grupo que consiste en OR, O(CH₂CH₂O)_nH, (CH₃OCH₂CH₂O) y (CH₃CH₂OCH₂CH₂O);

a tiene un valor seleccionado de entre 0, 1 o 2;

n es cualquier valor seleccionado de entre 1 a 10;

5 R es alquilo C₁-C₄;

R¹ es bien metilo o etilo;

R² es un grupo alquileo C₁-C₄;

cada R³, R⁴ y R⁵ se selecciona, de manera independiente, de un grupo que consiste en alquilo C₁-C₂₂ en el que al menos uno de dichos grupos tiene más de 8 átomos de C, -CH₂C₆H₅, -CH₂CH₂OH, -CH₂OH y

10 -(CH₂)_yNHC(O)R⁶, en el que y tiene un valor de 2 a 10 y R⁶ es un radical perfluoroalquilo C₁-C₁₂;

X es cloruro, bromuro, fluoruro, yoduro, acetato o tosilato; y

Z es anillo de piridinio de fórmula C₅N₅N⁺.

En una realización preferida, el compuesto catiónico de silicio orgánico es de fórmula:

15 $Y_{3-a}Si(R^1_a)R^2N^+R^3R^4R^5X^-;$

en el que en la fórmula:

20 Y se selecciona, de manera independiente, de un grupo que consiste en OR, O(CH₂CH₂O)_nH, (CH₃OCH₂CH₂O) y (CH₃CH₂OCH₂CH₂O);

a tiene un valor seleccionado de entre 0, 1 o 2;

n es cualquier valor seleccionado de entre 1 a 10;

R es alquilo C₁-C₄;

25 R¹ es bien metilo o etilo;

R² es un grupo alquileo C₁-C₄;

cada R³, R⁴ y R⁵ se selecciona, de manera independiente, de un grupo que consiste en alquilo C₁-C₂₂ en el que al menos uno de dichos grupos tiene más de 8 átomos de C, -CH₂C₆H₅, -CH₂CH₂OH, -CH₂OH y

30 -(CH₂)_yNHC(O)R⁶, en el que y tiene un valor de 2 a 10 y R⁶ es un radical perfluoroalquilo C₁-C₁₂; y

X es cloruro, bromuro, fluoruro, yoduro, acetato o tosilato.

En otra realización, R² de los siguientes compuestos:

35 $Y_{3-a}Si(R^1_a)R^2N^+R^3R^4R^5X^-;$

$Y_{3-a}Si(R^1_a)R^2P^+R^3R^4R^5X^-;$ y

$Y_{3-a}Si(R^1_a)R^2ZX^-;$ o mezclas de los mismos,

es un grupo alquileo C₄.

40 En otra realización más, el compuesto catiónico de silicio orgánico de la composición es al menos uno seleccionado de entre cloruro de 3-(trimetoxisilil)propildimetiloctadecilamonio, cloruro de 3-(trimetoxisilil)propilmetildecilamonio, cloruro de 3-(trimetoxisilil)propildimetilhexadecilamonio y cloruro de 3-[dimetoxi(2-hidroxi)etoxi]silil]propiloctadecildimetilamonio.

45 Los compuestos catiónicos de silicio orgánico están presentes en la composición de pavimentación (por ejemplo, composiciones de asfalto y de asfalto mineral) en una cantidad eficaz para aumentar sustancialmente la cantidad de asfalto retenido en las superficies de los materiales inertes tras el ensayo de inmersión en agua descrito más adelante. En general, la cantidad de compuesto catiónico de silicio orgánico necesario para aumentar sustancialmente el asfalto retenido que recubre el material inerte, la arena, la tierra, etc. tras el ensayo de

50 desprendimiento varía de aproximadamente 0,001 partes a aproximadamente 5 partes en peso por cada 100 partes de asfalto. Preferentemente, los compuestos catiónicos de silicio orgánico están presentes en cantidades que varían de aproximadamente 0,05 a aproximadamente 0,1 partes en peso por cada 100 partes de asfalto.

Los compuestos catiónicos de silicio orgánico se pueden introducir en las composiciones de pavimentación (por ejemplo, las composiciones de asfalto y de asfalto mineral) de varias maneras durante la fabricación de las mismas. Por ejemplo, los compuestos catiónicos de silicio orgánico se pueden añadir al asfalto fundido o una emulsión de asfalto como método preferido antes de la mezcla con el material inerte. Si se desea por alguna razón, los compuestos catiónicos de silicio orgánico se pueden aplicar o usar para recubrir las superficies de los materiales inertes antes de mezclar el asfalto y los materiales inertes. Como alternativa, los compuestos catiónicos de silicio orgánico se pueden añadir a una composición previamente mezclada que contiene asfalto y material inerte.

60

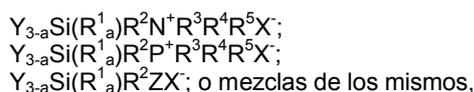
Además de los ingredientes mencionados anteriormente, puede haber una serie de otros materiales de acuerdo con ciertas realizaciones de la presente invención. Estos pueden incluir materiales que afectan a las propiedades físicas de la composición de pavimentación final. En general, a las composiciones de acuerdo con realizaciones de la presente invención, se puede añadir cualquier aditivo que se haya usado normalmente para mejorar las composiciones de pavimentación resultantes y que sea compatible con el compuesto catiónico de silicio orgánico.

65

En caso de los asfaltos emulsionados, que pueden ser aniónicos, catiónicos o no iónicos, se pueden preparar mezclas en frío mediante la mezcla con materiales inertes finos, útiles para la lechada bituminosa, la micro-pavimentación, el revestimiento sellado, etc., para la conservación y la reparación de los pavimentos. En dichos casos, el compuesto catiónico de silicio orgánico se añade a la emulsión antes de la mezcla con los materiales inertes. El ensayo de la compatibilidad de los aditivos propuestos con los compuestos catiónicos de silicio orgánico, de acuerdo con realizaciones de la presente invención, es sencillo y fácil de realizar. Por ejemplo, se pueden preparar pequeñas muestras y analizar la estabilidad mínima de la emulsión durante 12 a 24 horas.

En otro aspecto, la presente invención proporciona una composición de asfalto a base de agua que incluye una emulsión de una composición de asfalto como se ha descrito anteriormente en el presente documento.

En realizaciones preferidas, el compuesto catiónico de silicio orgánico se selecciona del grupo que consiste en:



en el que en cada fórmula:

Y se selecciona, de manera independiente, de un grupo que consiste en OR, O(CH₂CH₂O)_nH, (CH₃OCH₂CH₂O) y (CH₃CH₂OCH₂CH₂O);

a tiene un valor seleccionado de entre 0, 1 o 2;

n es un valor de 1 a 10;

R es alquilo C₁-C₄;

R¹ es bien metilo o etilo;

R² es un grupo alquileo C₁-C₄;

cada R³, R⁴ y R⁵ se selecciona, de manera independiente, de un grupo que consiste en alquilo C₁-C₂₂ en el que al menos uno de dichos grupos tiene más de 8 átomos de C, -CH₂C₆H₅, -CH₂CH₂OH, -CH₂OH y -(CH₂)_yNHC(O)R⁶, en el que y tiene un valor de 2 a 10 y R⁶ es un radical perfluoroalquilo C₁-C₁₂;

X es cloruro, bromuro, fluoruro, yoduro, acetato o tosilato; y

Z es anillo de piridinio de fórmula C₅N₅N⁺.

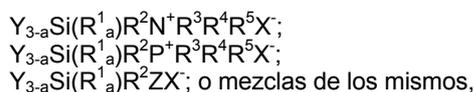
En ciertas realizaciones, las composiciones de asfalto a base de agua también pueden incluir opcionalmente uno o más codisolventes orgánicos. Los disolventes orgánicos adecuados, preferentemente, no deben afectar negativamente a la estabilidad de los compuestos catiónicos de silicio orgánico de la composición. Los disolventes adecuados generalmente pueden incluir, pero sin limitarse necesariamente a, alcoholes (preferentemente glicoles), cetonas, disolventes a base de éster y disolventes de acetato polares.

Los ejemplos de alcoholes incluyen metanol, etanol, isopropanol y glicoles; los ejemplos de glicoles que se pueden usar de acuerdo con ciertas realizaciones de la presente invención incluyen, pero sin limitación, etilenglicol, propilenglicol, alcoholes de éter tales como etilenglicol, monoetiléter de etilenglicol y monobutiléter de etilenglicol; dialquiléteres de etileno, glicolmonoetiléter de etileno, monobutiléter de etilenglicol, dibutiléter de etilenglicol, acetato de monoetiléter de etilenglicol, acetato de monohexiléter de etilenglicol, monoetiléter de propilenglicol y dibutiléter de propilenglicol; los mono- y dialquiléteres de dietilenglicol tales como monoetiléter de dietilenglicol, dibutiléter de dietilenglicol, dietiléter de dietilenglicol y acetato de monobutiléter de dietilenglicol.

Los ejemplos de cetonas que se pueden usar de acuerdo con ciertas realizaciones de la presente invención incluyen, pero sin limitación, acetona, acetofenona, butanona, ciclohexanona, etilisopropilcetona, diacetona, isoforona, metilisobutilcetona, metilisopropilcetona, metiletilcetona, metilamilcetona y 3-pentanona.

Los ejemplos de disolventes a base de éster y disolventes de acetato que se pueden usar de acuerdo con ciertas realizaciones de la presente invención incluyen, pero sin limitación, benzoato de bencilo, acetato de butilo, acetato de metilo, acetato de etilo, acetato de *n*-propilo, acetato de isobutilo, acetato de isoamilo, acetato de isopropilo, de acetato *n*-butilo, acetato de isobutilo, acetato de amilo, acetato de *sec*-butilo, acetato de *terc*-butilo, acetato de etilo, acetoacetato de etilo, acetato de propilo de acetato de metilo, acetato de monometiléter de etilenglicol y acetato de monoetiléter de etilenglicol.

La presente invención también proporciona una composición de asfalto mineral a base de agua que incluye una emulsión de una composición de asfalto mineral según lo descrito anteriormente en el presente documento. Las composiciones de asfalto mineral a base de agua de acuerdo con ciertas realizaciones de la presente invención también pueden incluir opcionalmente uno o más de los disolventes orgánicos previamente citados. En realizaciones preferidas, el compuesto catiónico de silicio orgánico se selecciona del grupo que consiste en:



en el que en cada fórmula:

Y se selecciona, de manera independiente, de un grupo que consiste en OR, O(CH₂CH₂O)_nH, (CH₃OCH₂CH₂O) y (CH₃CH₂OCH₂CH₂O);

5 a tiene un valor seleccionado de entre 0, 1 o 2;

n es un valor de 1 a 10;

R es alquilo C₁-C₄;

R¹ es bien metilo o etilo;

R² es un grupo alquileo C₁-C₄;

10 cada R³, R⁴ y R⁵ se selecciona, de manera independiente, de un grupo que consiste en alquilo C₁-C₂₂ en el que al menos uno de dichos grupos tiene más de 8 átomos de C, -CH₂C₆H₅, -CH₂CH₂OH, -CH₂OH y -(CH₂)_nNHC(O)R⁶, en el que y tiene un valor de 2 a 10 y R⁶ es un radical perfluoroalquilo C₁-C₁₂;

X es cloruro, bromuro, fluoruro, yoduro, acetato o tosilato; y

Z es anillo de piridinio de fórmula C₅N₅N⁺.

15 Las emulsiones de asfalto a base de agua de acuerdo con ciertas realizaciones de la presente invención comprenden gotitas o partículas cizalladas de asfalto dispersas en el agua. Por lo general, el asfalto se mantiene en una fase dispersa con la ayuda de estabilizadores químicos conocidos (por ejemplo, emulsionantes). Las emulsiones de asfalto a base de agua de acuerdo con realizaciones de la presente invención se pueden proporcionar mediante el cizallamiento de asfalto fundido en finas gotitas en un sistema de alto cizallamiento, tal como un molino coloidal. El asfalto se puede poner en contacto íntimo con una solución química de estabilización de acuerdo con realizaciones de la presente invención. Tras descargarla del molino, la emulsión comprende agua con partículas finas de asfalto dispersas en la misma.

25 Los ejemplos de emulsionantes que se pueden usar para los sistemas de asfalto y agua (por ejemplo, emulsiones) de acuerdo con realizaciones de la presente invención incluyen, pero sin limitación, octadecilamina, amina de sebo, laurilsulfato de sodio, alquilfenoles etoxilados, tales como nonilfenol, octilfenoles condensados de óxido de etileno. De acuerdo con ciertas realizaciones, dichos emulsionantes (de 10 a 20 mol) se pueden usar en la preparación de emulsiones de acuerdo con realizaciones de la presente invención para proporcionar una emulsión estable. En ciertas realizaciones, la concentración de emulsionante puede variar del 0,2 al 2,0 % en peso de la emulsión final o del 0,2 al 1,0 % o del 0,2 al 0,5 % en el peso de la emulsión final.

35 Unos cuantos beneficios obtenidos mediante la utilización de las emulsiones de asfalto a base de agua de acuerdo con realizaciones de la presente invención incluyen el control de la contaminación mediante la eliminación de la evaporación de los materiales "rebajados" comúnmente usados (por ejemplo, vapores de queroseno y gasóleo), el aumento de la seguridad, porque las composiciones no son inflamables ni explosivas, y la facilidad de uso. Por ejemplo, las emulsiones de asfalto a base de agua de acuerdo con realizaciones de la presente invención simplemente se pueden pulverizar sobre una superficie para el tratamiento, o manejarlas directamente desde un tambor vertiéndolas o extendiéndolas a mano o con una herramienta (por ejemplo, pala o deflector). Además, dado que las emulsiones son a base de agua, no es necesario secar los materiales inertes para la aplicación.

45 En ciertas realizaciones, las composiciones de asfalto mineral, bien en forma de MAC (mezcla asfáltica en caliente) o de emulsión de acuerdo con realizaciones de la presente invención, son ideales para su uso como una membrana asfáltica, para tejas de techado o como capas de base. Hay diversas realizaciones ideales para su uso como una "lámina superior" y/o una "lámina de base". Las "láminas superiores" tienen una superficie expuesta al medio ambiente, mientras que las "láminas de base" no están destinadas a una exposición a los elementos ambientales. Las láminas superiores o tejas normalmente se aplican encima de las láminas de base. Las capas de base, que normalmente están reforzadas (por ejemplo) con fibra de vidrio, pero que también pueden no tener material de refuerzo, se usan más comúnmente debajo de las tejas.

50 En dichas realizaciones, la composición puede incluir opcionalmente diversos aditivos poliméricos y/o no poliméricos que se emplean normalmente en dichas aplicaciones. Por ejemplo, unos cuantos polímeros usados comúnmente para modificar el asfalto incluyen polipropileno amorfo o atáctico (APP), polialfaolefina amorfa (APAO), poliolefina termoplástica (TPO), estireno-butadieno-estireno (SBS), estireno-etileno-butadieno-estireno (SEBS), caucho sintético u otros modificadores asfálticos que mejoran las propiedades de asfalto. La incorporación de dichos modificadores en el asfalto amplía su intervalo de temperaturas viable para aplicaciones de techado, y los resultados en la mejora de las propiedades mecánicas y viscoelásticas.

60 En otro aspecto, la presente invención proporciona un material de techado compuesto de un núcleo que está saturado y/o recubierto con la composición de acuerdo con una o más realizaciones de la presente invención. Por lo general, el núcleo es un vehículo de refuerzo o una malla reforzada con fibra polimérica fabricado con productos textiles no tejidos, productos textiles tejidos o una combinación de ambos como refuerzo. Estas mallas pueden ser de fibras inorgánicas como el vidrio o de polímeros orgánicos como el poliéster, nylon, poliuretano, polipropileno, etc., o una combinación de polímeros tanto inorgánicos como orgánicos.

65

Las membranas de asfalto de acuerdo con realizaciones de la presente invención, preferentemente, presentan un grado deseable de capacidad de estiramiento y resistencia estructural. Dichas membranas se pueden usar de forma beneficiosa para aplicaciones de impermeabilización o de barreras de agua. En dichas realizaciones, el contenido de asfalto es superior al 50 % (por ejemplo, 50-100 %, o 50-90 %, o 50-70 %). En ciertas realizaciones, la composición de asfalto es superior al 60 % (por ejemplo, 60-100 %, o 60-90 %, o 60-70 %), 70 % (por ejemplo, 70-100 %, o 70-90 %, o 70-80 %), 80 % (por ejemplo, 80-100 %, o 80-90 %), o 90 % (por ejemplo, 90-100 % o 90-95 %).

Ejemplos

10 ENSAYO DE ADHERENCIA ENTRE ASFALTO Y MATERIAL INERTE: procedimiento para la preparación de muestras y ensayo de inmersión en agua (resistencia al desprendimiento)

15 Se prepararon composiciones de pavimentación mezclando 3-5 partes de asfalto con 100 partes de material inerte o arena. Antes de mezclar, se calentaron hasta 165 °C tanto el asfalto como el material inerte o la arena. Se curó la mezcla durante 15 minutos a 135 °C. Tras el curado prescrito, se enfriaron las muestras y, a continuación, se sometieron a un ensayo de inmersión en agua. Se examinaron varias condiciones de inmersión. Estas incluían una exposición breve a agua a 80 °C durante un período de una hora a veinticuatro horas y exposiciones más prolongadas a 40 °C (1, 2 y 5 días). Se evaluó visualmente el porcentaje de recubrimiento de asfalto que quedó en el material inerte al finalizar el ensayo de inmersión en agua en una escala del 0-100 %. Los índices de retención de asfalto en los materiales inertes, tras el ensayo de inmersión en agua, inferiores al 95 % se consideraron bajos/inaceptables. En los siguientes ejemplos, todas las partes son en peso a menos que se exprese lo contrario.

20 A continuación, se ilustrarán las realizaciones de la presente invención por medio de ejemplos de trabajo, que pretenden ilustrar la mejora de las propiedades realizada por las realizaciones de la invención y no se deben interpretar como limitantes del alcance de la presente invención.

EJEMPLO 1

30 Se prepararon muestras de asfalto para pavimentación (penetración 60/70 a 25 °C) que contenían del 0,0 % al 0,1 % en peso de cloruro de 3-[dimetoxi(2-hidroxietoxi)silil]propiloctadecildimetilamonio (solución al 42 % en etilenglicol). Se mezclaron 5 partes de estas composiciones de asfalto preparadas con 100 partes de materiales inertes ígneos. Se curaron las mezclas durante 15 minutos a 135 °C y después se dejaron enfriar hasta la temperatura ambiente. Se llevaron a cabo ensayos de inmersión en agua (a 40 °C durante 24 horas). Los resultados se muestran en la Tabla 1.

% de compuesto catiónico de silicio orgánico	0	0,02	0,04	0,06	0,08	0,1
% de adherencia tras 24 horas	92	96	98	98,5	99	99

35 Los resultados muestran una mejora significativa frente al asfalto sin aditivo.

EJEMPLO 2

40 Se prepararon muestras de asfalto para pavimentación (penetración 60/70 a 25 °C) que contenían el 0,0 % (es decir, un control sin compuesto catiónico de silicio orgánico) y el 0,08 % en peso de cloruro de 3-[dimetoxi(2-hidroxietoxi)silil]propiloctadecildimetilamonio (solución al 42 % en etilenglicol). Se mezclaron 5 partes de estas composiciones de asfalto preparadas con 100 partes de materiales inertes ígneos. Se curaron las mezclas durante 15 minutos a 135 °C y después se dejaron enfriar hasta la temperatura ambiente. Se llevaron a cabo ensayos de inmersión en agua a 40 °C durante cinco días. Los resultados se ofrecen en la Tabla 2.

Días	1	2	3	4	5
% de adherencia del control (es decir, sin compuesto de silicio orgánico)	92	90	87	85	85
% de adherencia con compuesto catiónico de silicio orgánico	99	98	98	98	98

50 Los índices porcentuales de adherencia inferiores al 95 % tras el ensayo de inmersión se consideran bajos/inaceptables. Como se muestra en la Tabla 2, la composición que incluye el 0,08 % en peso de cloruro de 3-[dimetoxi(2-hidroxietoxi)silil]propiloctadecildimetilamonio (solución al 42 % en etilenglicol) demostró tener una adherencia superior a los materiales inertes durante el total de los 5 días. Por lo tanto, estos resultados indican claramente la mejora significativa de la adherencia del asfalto a los materiales inertes debido a la adición del compuesto catiónico de silicio orgánico.

55

EJEMPLO 3

Se prepararon muestras de asfalto para pavimentación (penetración 60/70 a 25 °C) que contenían el 0,0 % (es decir, un control sin compuesto catiónico de silicio orgánico) y el 0,08 % en peso de cloruro de 3-[trimetoxisilil]propil-octadecildimetilamonio (solución al 42 % en metanol). Se mezclaron 5 partes de estas composiciones de asfalto preparadas con 100 partes de materiales inertes ígneos. Se curaron las mezclas durante 15 minutos a 135 °C y después se dejaron enfriar hasta la temperatura ambiente, tras lo que se realizaron ensayos de inmersión en agua a 40 °C durante tres días. Los resultados se muestran en la Tabla 3.

Horas	24	48	72
% de adherencia del control (es decir, sin compuesto de silicio orgánico)	92	90	87
% de adherencia con compuesto catiónico de silicio orgánico	99	98	98

De nuevo, los índices porcentuales de adherencia inferiores al 95 % tras el ensayo de inmersión se consideran bajos/inaceptables.

EJEMPLO 4

Se prepararon muestras de asfalto para pavimentación (penetración 60/70 a 25 °C) que contenían el 0 % y el 0,08 % (es decir, un control sin compuesto catiónico de silicio orgánico) en peso de cloruro de 3-[dimetoxi(2-hidroxietoxi)silil]propil-octadecildimetilamonio (solución al 42 % en etilenglicol). Se mezclaron 5 partes de estas composiciones de asfalto preparadas con 100 partes de materiales inertes ígneos. Se curaron las mezclas durante 15 minutos a 135 °C y después se dejaron enfriar hasta la temperatura ambiente. Se llevaron a cabo ensayos de inmersión en agua a 80 °C durante 24 horas.

Los resultados demostraron una retención del 98 % del recubrimiento de asfalto sobre la superficie de los materiales inertes en el caso del asfalto que incluía el compuesto catiónico de silicio orgánico en comparación con menos del 85 % en la muestra de control (es decir, el asfalto sin compuesto catiónico de silicio orgánico).

EJEMPLO 5

Se prepararon muestras de asfalto para pavimentación (penetración 60/70 a 25 °C) que contenían el 0 % (es decir, un control sin compuesto catiónico de silicio orgánico) y el 0,08 % en peso de cloruro de 3-[dimetoxi(2-hidroxietoxi)silil]propil-octadecildimetilamonio (solución al 42 % en etilenglicol). Se mezclaron 3 partes de estas composiciones de asfalto preparadas con 100 partes de materiales inertes ígneos. Los materiales inertes se clasificaron previamente de modo que el 100 % pasaba a través de un tamiz convencional de 20 mm y el 100 % se quedaba retenido en un tamiz convencional de 12 mm. Las mezclas se curaron durante 15 minutos a 35 °C y después se dejaron enfriar hasta la temperatura ambiente. Los ensayos de inmersión en agua se llevaron a cabo a 40 °C durante cinco días. Los resultados se ofrecen en la Tabla 4.

Días	1	2	3	4	5
% de adherencia del control (es decir, sin compuesto de silicio orgánico)	92	70	60	<60	<60
% de adherencia con compuesto catiónico de silicio orgánico	99	98	98	98	98

Una vez más, los índices porcentuales de adherencia inferiores al 95 % tras el ensayo de inmersión se consideran bajos/inaceptables.

EJEMPLO 6

Se prepararon muestras de asfalto para pavimentación (penetración 60/70 a 25 °C) que contenían el 0 % (es decir, un control sin compuesto catiónico de silicio orgánico) y el 0,08 % en peso de cloruro de 3-[dimetoxi(2-hidroxietoxi)silil]propil-octadecildimetilamonio (solución al 42 % en etilenglicol). Se mezclaron 5 partes de estas composiciones de asfalto preparadas con 100 partes de materiales inertes de baja calidad (estos materiales inertes no eran aptos para una mezcla de hormigón asfáltico típica, porque su absorción hídrica era superior al 2 %). Se curaron las mezclas durante 15 minutos a 135 °C y después se dejaron enfriar hasta la temperatura ambiente. Se llevaron a cabo ensayos de inmersión en agua a 40 °C durante 24 horas.

Los resultados demostraron una retención superior al 95 % del recubrimiento de asfalto sobre la superficie de los materiales inertes en el caso del asfalto que incluía el compuesto catiónico de silicio orgánico en comparación con menos del 50 % de revestimiento asfáltico en la composición de asfalto de control, que no incluía compuesto

catiónico de silicio orgánico.

EJEMPLO 7

5 Se prepararon muestras de asfalto para pavimentación (penetración 60/70 a 25 °C) que contenían el 0 % (es decir, un control sin compuesto catiónico de silicio orgánico) y el 0,08 % en peso de cloruro de 3-[dimetoxi(2-hidroxietoxi)silil]propil-octadecildimetilamonio (solución al 42 % en etilenglicol). Se mezclaron 3 partes de estas composiciones de asfalto preparadas con 100 partes de arena. Se curaron las mezclas durante 15 minutos a 135 °C y después se dejaron enfriar hasta la temperatura ambiente. Se llevaron a cabo ensayos de inmersión en agua a
10 40 °C durante un día.

Los resultados demostraron una retención del 95 % del recubrimiento de asfalto sobre la superficie de arena en el caso del asfalto que incluía el compuesto catiónico de silicio orgánico en comparación con menos del 80 % del material inerte recubierto con la composición de asfalto de control, que no incluía compuesto catiónico de silicio
15 orgánico.

EJEMPLO 8

20 Se prepararon muestras de asfalto para pavimentación (penetración 60/70 a 25 °C) que contenían el 0 % (es decir, un control sin compuesto catiónico de silicio orgánico) y el 0,1 % en peso de cloruro de 3-[trimetoxisilil]propil-octadecildimetilamonio (solución al 42 % en metanol). Se mezclaron 4,5 partes de estas composiciones de asfalto preparadas con 100 partes de materiales inertes ígneos. El perfil de tamaño de partícula de la composición de material inerte usada para el ensayo y la evaluación fue el siguiente: aproximadamente el 45 % de las partículas era de un tamaño inferior a 20 mm, pero superior a 10 mm; aproximadamente el 10 % de las partículas era de un
25 tamaño inferior a 10 mm, pero superior a 6 mm; y aproximadamente el 45 % de las partículas era de un tamaño inferior a 6 mm. Es decir, el 100 % pasaba a través de un tamiz de 20 mm, el 45 % se quedaba retenido en un tamiz de 10 mm; el 10 % se quedaba retenido en un tamiz de 6 mm; y el 45 % pasaba a través del tamiz de 6 mm. Las mezclas se curaron durante 120 minutos a 135 °C como tiempo de acondicionamiento convencional, y luego se dejaron enfriar hasta la temperatura ambiente, tras lo que se llevaron a cabo ensayos de agua hirviendo de acuerdo con los procedimientos de la norma ASTM D3625. Los resultados se muestran en la Tabla 5.
30

Muestra	10 minutos	1 hora	6 horas
% de adherencia del control (es decir, sin compuesto de silicio orgánico)	40	10	<5
% de adherencia con compuesto catiónico de silicio orgánico	98	96	95

35 La muestra de control de hormigón asfáltico tras el ensayo de ebullición se muestra en la Fig. 1A. La muestra de hormigón asfáltico que incluía el 0,1 % en peso de cloruro de 3-[trimetoxisilil]propil-octadecildimetilamonio (solución al 42 % en metanol) tras el ensayo de ebullición se muestra en la Fig. 1B. La comparación de las Fig. 1A y 1B ilustra que la inclusión del silicio orgánico catiónico dio lugar a significativamente más asfalto retenido en el material inerte. Es decir, la muestra de control mostrada en la Fig. 1A es mate y la mayor parte del asfalto se ha eliminado del material inerte. Por el contrario, la Fig. 1B ilustra que casi todo el asfalto queda retenido en la superficie del material inerte, como lo evidencia la aparición del color negro brillante del hormigón asfáltico.
40

Tras los ensayos de ebullición, se retiró el agua residual y se examinó en busca de la presencia de cualquier asfalto desprendido en el agua. La Fig. 2A muestra el agua residual de la muestra de control. Como se muestra en la Fig. 2A, el agua residual de la muestra de control es oscura (por ejemplo, negra) debido a la presencia significativa de asfalto desprendido del material inerte. La Fig. 2B muestra el agua residual de la muestra que incluye el asfalto
45 tratado con el compuesto catiónico de silicio orgánico. Como se muestra en la Fig. 2B, el agua residual es casi transparente y contiene significativamente menos asfalto desprendido del material inerte. Estos resultados muestran que la muestra de hormigón asfáltico que contiene sal cuaternaria de silicio orgánico presentó más del 95 % de adherencia del asfalto sobre la mezcla de materiales inertes, mientras que la muestra de control perdió todo o la mayor parte del asfalto de los materiales inertes (es decir, adherencia baja o nula al material inerte).
50

EJEMPLO 9: ÍNDICE DE PENETRACIÓN DE LOS LIGANTES ASFÁLTICOS

55 El índice de penetración de los ligantes asfálticos de calidad 80-100 y 60-70 se determinó de acuerdo con el método de la norma ASTM D946-09: Norma estándar para el cemento asfáltico según grado de penetración para su uso en construcciones de pavimentación. Los valores de penetración se obtuvieron para las muestras con el 0,1 % y 0,4 % de cloruro de 3-[dimetoxi(2-hidroxietoxi)silil]propil-octadecildimetilamonio (solución 42 % en etilenglicol), y para una muestra de control sin sal cuaternaria de silicio orgánico de acuerdo con realizaciones de la presente invención. Los resultados se ofrecen en la Tabla 6.

Asfalto (g)	% de sal cuaternaria de silicio orgánico (42 % en etilenglicol)	Índice de penetración
80-100	0,0	86
80-100	0,1	67
60-70	0,0	67
60-70	0,1	65
60-70	0,4	61

Estos resultados ilustran que la adición de sal cuaternaria de silicio orgánico (de acuerdo con realizaciones de la presente invención) al asfalto ayuda a reducir el índice de penetración que se traducirá en la mejora de la dureza y la resistencia a la tracción de la MAC (mezcla asfáltica en caliente).

5

EJEMPLO 10: ESTABILIDAD DEL LIGANTE ASFÁLTICO

Se prepararon muestras de asfalto envejecido (grado de penetración 60-70) con y sin el 0,1 % de cloruro de 3-[dimetoxi(2-hidroxietoxi)silil]propil-octadecildimetilamonio (solución al 42 % en etilenglicol) manteniendo las muestras en un horno a 160 °C durante 15 días. Se usaron estas muestras de asfalto envejecido por calor en la fabricación de las muestras de MAC (mezcla asfáltica en caliente), que contenían el 5,1 % de asfalto usando materiales inertes de basalto, de las que el 33 % pasó a través de un tamiz de 20 mm, pero quedó retenido en un tamiz de 10 mm, el 24 % pasó a través de un tamiz de 10 mm, pero quedó retenido en un tamiz de 6 mm, y el 41 % pasó a través de un tamiz de 6 mm. Las muestras de control se prepararon usando asfalto de la misma calidad sin envejecimiento. Se determinaron la estabilidad de Marshall, la proporción de estabilidad y el valor de flujo de acuerdo con la metodología de la norma ASTM D1075/AASHTO T165: Método de ensayo convencional sobre el efecto del agua en la resistencia a la compresión de mezclas bituminosas compactadas. Los resultados se resumen en la siguiente Tabla 7.

10

15

Muestra	Estabilidad de Marshall en seco (kg)	Estabilidad de Marshall en húmedo (kg)	Proporción de estabilidad (%) Seco/húmedo	Valor de flujo (mm)
MAC de asfalto al 5,1 % sin sal cuaternaria de silicio orgánico; controlada; no envejecida	1.650	1.260	76,3	2,78
MAC de asfalto al 5,1 % con sal cuaternaria de silicio orgánico al 0,1 %; controlada; no envejecida	2.512	2.461	97,9	2,95
MAC de asfalto al 5,1 % con sal cuaternaria de silicio orgánico al 0,1 %; envejecida	2.652	2.445	92,2	3,4

20

Estos resultados ilustran claramente que la MAC que contiene sal cuaternaria de silicio orgánico de acuerdo con realizaciones de la presente invención proporciona una mejor proporción de estabilidad que sin el uso de una sal cuaternaria de silicio orgánico de acuerdo con las realizaciones de la presente invención. Estos resultados también sugieren que las muestras envejecidas durante 15 días que contienen una sal cuaternaria de silicio orgánico de acuerdo con las realizaciones de la invención conservaron la estabilidad y el valor de flujo.

25

EJEMPLO 11: LIGANTE ASFÁLTICO SEGÚN GRADO DE RENDIMIENTO

Se realizaron ensayos con los ligantes asfálticos usando el ligante asfáltico PG 64-22 graduado según el rendimiento con el 0 % (control), 0,05 % y 0,1 % de cloruro de 3-[dimetoxi(2-hidroxietoxi)silil]propil-octadecildimetilamonio (solución al 42 % en etilenglicol). El ligante asfáltico se ensayó de acuerdo con los métodos de la norma AASHTO. Los resultados se resumen en la Tabla 8.

30

ES 2 458 099 T3

Ligante: PG 64-22 con sal cuaternaria de silicio orgánico al 42 % en etilenglicol (OSiQS)			
Viscosidad de rotación a 135 °C, AASHTO T 316, PaS		Resultados del ensayo	
Sal cuaternaria de silicio orgánico al 0,1 % (OSiQS)		0,458	
Sal cuaternaria de silicio orgánico al 0,05 % (OSiQS)		0,468	
Control		0,470	
Reómetro de corte dinámico AASHTO T 315			
Temperatura del ensayo, 64 °C	G*, kPa	Ángulo de fase	G* / sinδ, kPa
OsiQS al 0,1 %	1,55	86,4	1,55
QsiQS al 0,05 %	1,56	86,4	1,57
Control	1,44	86,4	1,44
Reómetro de corte dinámico AASHTO T 315 para ligante envejecido mediante el ensayo en horno de película fina para laminado (RTFOT)			
Temperatura del ensayo, 64 °C	G*, kPa	Ángulo de fase	G* / sinδ, kPa
OsiQS al 0,1 %	4,00	82,7	4,02
QsiQS al 0,05 %	3,75	82,8	3,78
Control	3,44	82,7	3,47
Ligante envejecido en el recipiente de envejecimiento a presión (PAV), AASHTO R28			
Reómetro de corte dinámico AASHTO T 315 para ligante envejecido en el recipiente de envejecimiento a presión (PAV)			
Temperatura del ensayo, 25 °C	G*, kPa	Ángulo de fase	G* / sinδ, kPa
OsiQS al 0,1 %	6.628	44,8	4.668
QsiQS al 0,05 %	6.001	44,1	4.173
Control	6.373	43,3	4.368
Reómetro de flexión de viga (BBR) AASHTO T 313			
Temperatura del ensayo, -12 °C	Dureza, MPa	Valor m	
OsiQS al 0,1 %	186	0,314	
QsiQS al 0,05 %	202	0,317	
Control	201	0,312	
Grado de PE	64-22		

5 Estos resultados muestran que las viscosidades de rotación a 135 °C del ligante asfáltico con la sal cuaternaria de silicio orgánico son inferiores a las del ligante asfáltico normal. La viscosidad inferior a 135 °C es buena para la mezcla y humectación de los materiales inertes con el ligante asfáltico.

10 Los resultados también muestran que el módulo de cizallamiento complejo G* es más elevado, mientras que el ángulo de fase se mantuvo igual para las muestras que contenían la sal cuaternaria de silicio orgánico. Esto indica claramente que la adición de la sal cuaternaria de silicio orgánico mejora la dureza con la misma respuesta viscoelástica (ángulo de fase).

15 El residuo del RTFOT del ligante asfáltico con sal cuaternaria de silicio orgánico también mostró un aumento del valor G* con un ángulo de fase similar. Estos resultados sugieren que los ligantes asfálticos que contienen sal cuaternaria de silicio orgánico tienen una mejor estabilidad oxidativa durante el procesamiento.

El residuo de ligante asfáltico que contenía sal cuaternaria de silicio orgánico envejecido en el PAV resultó tener una mejor dureza con un mayor valor del ángulo de fase. Esto también indica que la sal cuaternaria de silicio orgánico mejora la estabilidad oxidativa a largo plazo y mantiene su respuesta viscoelástica.

Los resultados del reómetro de flexión de viga muestran que la presencia de la sal cuaternaria de silicio orgánico en el ligante asfáltico redujo la dureza a una temperatura inferior. Esto mejorará la resistencia a la fatiga a baja temperatura.

- 5 Todos estos resultados ilustran claramente que la presencia de la sal cuaternaria de silicio orgánico de acuerdo con las realizaciones de la presente invención mejora de manera deseable las propiedades del asfalto en comparación con las propiedades de los ligantes originales.

10 EJEMPLO 12: ENSAYO DE SUSCEPTIBILIDAD A LA HUMEDAD (AASHTO T283)

- 10 Se seleccionaron materiales inertes de dos fuentes de Georgia (Lithonia y Lithia Springs) para los ensayos de las mezclas. Para el ensayo y la evaluación, las gradaciones de los materiales inertes se diseñaron con un tamaño de material inerte nominal de 12,5 mm. Se prepararon dos muestras de este diseño de mezcla con el ligante PG 64-22 con y sin cloruro de 3-[dimetoxi(2-hidroxietoxi)silil]propil-octadecildimetilamonio (solución al 42 % en etilenglicol) añadido al ligante asfáltico. Se compactaron el asfalto y las mezclas de materiales inertes a 65 giros.

- 15 Las evaluaciones de la sensibilidad a la humedad de cada mezcla se realizaron midiendo las resistencias a la tracción de acuerdo con el método de la norma AASHTO T 283. Se calcularon las proporciones de resistencia a la tracción usando los valores de resistencia a la tracción de las muestras acondicionadas y no acondicionadas. En las 20 Tablas 9 a 14 se muestra un resumen de los resultados del ensayo.

Tabla 9: Materiales inertes de Luthonia con ligante asfáltico PG 64-22 (Control)

Resistencia a la tracción (psi) No acondicionada	Resistencia a la tracción (psi) No acondicionada Media	Resistencia a la tracción (psi) Acondicionada	Resistencia a la tracción (psi) Acondicionada Media	Proporción de resistencia a la tracción (PRT)
195,17	188,08	133,78	160,32	0,85
188,87		176,64		
180,21		170,56		

25 Tabla 10: Materiales inertes de Luthonia con ligante asfáltico PG 64-22, cloruro de 3-[dimetoxi(2-hidroxietoxi)silil]propil-octadecildimetilamonio al 0,05 % (solución al 42 % en etilenglicol)

Resistencia a la tracción (psi) No acondicionada	Resistencia a la tracción (psi) No acondicionada Media	Resistencia a la tracción (psi) Acondicionada	Resistencia a la tracción (psi) Acondicionada Media	Proporción de resistencia a la tracción (PRT)
165,05	158,21	143,29	150,08	0,95
153,64		153,47		
155,95		153,47		

Tabla 11: Materiales inertes de Luthonia con ligante asfáltico PG 64-22, cloruro de 3-[dimetoxi(2-hidroxietoxi)silil]propil-octadecildimetilamonio al 0,1 % (solución al 42 % en etilenglicol)

Resistencia a la tracción (psi) No acondicionada	Resistencia a la tracción (psi) No acondicionada Media	Resistencia a la tracción (psi) Acondicionada	Resistencia a la tracción (psi) Acondicionada Media	Proporción de resistencia a la tracción (PRT)
178,10	174,79	181,94	173,52	0,99
179,05		171,13		
167,22		167,50		

Tabla 12: Materiales inertes de Lithia Spring con ligante asfáltico PG 64-22 (Control)

Resistencia a la tracción (psi) No acondicionada	Resistencia a la tracción (psi) No acondicionada Media	Resistencia a la tracción (psi) Acondicionada	Resistencia a la tracción (psi) Acondicionada Media	Proporción de resistencia a la tracción (PRT)
182,43	165,87	131,46	135,59	0,82
153,47		130,56		
161,72		144,78		

Tabla 13: Materiales inertes de Lithia Spring con ligante asfáltico PG 64-22 , cloruro de 3-[dimetoxi(2-hidroxi)etoxi]silil]propil-octadecildimetilamonio al 0,05 % (solución al 42 % en etilenglicol)

Resistencia a la tracción (psi) No acondicionada	Resistencia a la tracción (psi) No acondicionada Media	Resistencia a la tracción (psi) Acondicionada	Resistencia a la tracción (psi) Acondicionada Media	Proporción de resistencia a la tracción (PRT)
170,39	159,99	154,79	151,56	0,95
159,41		155,95		
150,17		144,20		

5

Tabla 14: Materiales inertes de Lithia Spring con ligante asfáltico PG 64-22 , cloruro de 3-[dimetoxi(2-hidroxi)etoxi]silil]propil-octadecildimetilamonio al 0,1 % (solución al 42 % en etilenglicol)

Resistencia a la tracción (psi) No acondicionada	Resistencia a la tracción (psi) No acondicionada Media	Resistencia a la tracción (psi) Acondicionada	Resistencia a la tracción (psi) Acondicionada Media	PRT
155,95	167,55	164,61	167,40	1,00
170,84		172,98		
175,87		164,61		

10 Los valores de PRT de la sal cuaternaria de silicio orgánico al 0,05 % de Lithonia y la sal cuaternaria de silicio orgánico al 0,05 % de Lithia Springs fueron de 0,95, mientras que los de las mezclas de control fueron de 0,85 y 0,82, respectivamente. Las mezclas con sal cuaternaria de silicio orgánico al 0,1 % mostraron valores de PRT de 0,99 y 1,00, lo que ilustra que la sal cuaternaria de silicio orgánico había mejorado de manera significativa la resistencia a la humedad de las mezclas MAC.

15 EJEMPLO 13: COMPOSICIÓN DE MEZCLA ASFÁLTICA EN FRÍO

20 Se prepararon 500 g de mezcla de materiales inertes de basalto que tenían la siguiente distribución de tamaño de partícula: el 33 % pasaba a través de un tamiz de 20 mm, pero quedaba retenido en un tamiz de 10 mm; el 24 % pasaba a través de un tamiz de 10 mm, pero quedaba retenido en un tamiz de 6 mm; y el 41 % pasaba a través de un tamiz de 6 mm. Los 500 g de mezcla de materiales inertes de basalto se usaron para la fabricación de mezclas asfálticas en frío. La muestra de control se preparó mezclando manualmente los materiales inertes con 58,3 g de emulsión asfáltica de rápida sedimentación por gravedad (que contenía 60 % de sólidos).

25 Se mezcló la emulsión asfáltica de rápida sedimentación por gravedad con 0,034 g de sal cuaternaria de silicio orgánico, cloruro de 3-[dimetoxi(2-hidroxi)etoxi]silil]propil-octadecildimetilamonio (solución al 42 % en etilenglicol) disuelto en 0,306 g de agua. La composición de mezcla asfáltica en frío se preparó como se ha descrito anteriormente.

30 Se secaron ambas muestras durante 48 horas al aire libre (condiciones atmosféricas, temperaturas que variaban de 25 °C a 40 °C). Las muestras se evaluaron usando el método de la norma ASTM D3625: Práctica habitual para determinar el efecto del agua sobre el material inerte con recubrimiento bituminoso usando agua en ebullición. Los resultados se resumen en la Tabla 15.

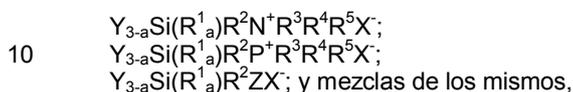
Muestra	Período del ensayo de ebullición (minutos)	Cobertura asfáltica que permanece (%)
Control	10	70
Con sal cuaternaria de silicio orgánico	10	98

- Tras los ensayos de ebullición, se retiró el agua residual y se buscó la presencia de cualquier asfalto desprendido en el agua. La Fig. 3A muestra el agua residual de la muestra de control. Como se muestra en la Fig. 3A, el agua residual de la muestra de control incluye una gran capa de asfalto oscuro (por ejemplo, negro) desprendida del material inerte. La Fig. 3B muestra el agua residual de la muestra que incluye el asfalto tratada con el compuesto catiónico de silicio orgánico. Como se muestra en la Fig. 3B, el agua residual es transparente y no se observa asfalto desprendido a simple vista.
- 5
- 10 Estos resultados ilustran claramente que la muestra que contiene la sal cuaternaria de silicio orgánico mostró una mejor unión del asfalto al material inerte. Por ejemplo, la muestra de control presentaba un desprendimiento del aproximadamente 30 % (por ejemplo, se desprendió aproximadamente el 30 % del asfalto del material inerte), mientras que la muestra que contenía sal cuaternaria de silicio orgánico presentaba un nivel de desprendimiento del aproximadamente 2 % (por ejemplo, se desprendió aproximadamente el 2 % del asfalto del material inerte) tras un examen visual de acuerdo con la práctica habitual en el campo.
- 15

REIVINDICACIONES

1. Una composición de asfalto que comprende: (a) un asfalto y (b) del 0,001 al 5 % en peso de al menos un compuesto catiónico de silicio orgánico con respecto al peso del asfalto.

5 2. La composición de la reivindicación 1, en la que el al menos un compuesto catiónico de silicio orgánico es seleccionado del grupo que consiste en:



en el que en cada fórmula:

15 Y es seleccionado, de manera independiente, de un grupo que consiste en OR, $O(CH_2CH_2O)_nH$, $(CH_3OCH_2CH_2O)$ y $(CH_3CH_2OCH_2CH_2O)$;
 a tiene un valor seleccionado de entre 0, 1 o 2;
 n es un valor de 1 a 10;
 R es alquilo C_1-C_4 ;
 20 R^1 es bien metilo o etilo;
 R^2 es un grupo alquileo C_1-C_4 ;
 cada R^3 , R^4 y R^5 es seleccionado, de manera independiente, de un grupo que consiste en alquilo C_1-C_{22} en el que al menos uno de dichos grupos tiene más de 8 átomos de C, $-CH_2C_6H_5$, $-CH_2CH_2OH$, $-CH_2OH$ y $-(CH_2)_yNHC(O)R^6$, en donde y tiene un valor de 2 a 10 y R^6 es un radical perfluoroalquilo C_1-C_{12} ;
 25 X es cloruro, bromuro, fluoruro, yoduro, acetato o tosilato; y
 Z es anillo de piridinio de fórmula $C_5N_5N^+$.

3. La composición de la reivindicación 1 o 2, que comprende del 0,01 al 3 % en peso de al menos un compuesto catiónico de silicio orgánico con respecto al peso del asfalto.

30 4. Una composición de asfalto a base de agua que comprende una emulsión de una composición asfáltica según lo definido en las reivindicaciones 1 o 2 dispersada en agua.

5. Una composición de asfalto mineral que comprende:

35 (a) 100 partes en peso de un material inerte mineral; y
 (b) de 3 a 20 partes en peso de una composición asfáltica según lo definido en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3.

40 6. La composición de la reivindicación 5, en la que el compuesto catiónico de silicio orgánico tiene la fórmula:



en el que:

45 Y es seleccionado, de manera independiente, de un grupo que consiste en OR, $O(CH_2CH_2O)_nH$, $(CH_3OCH_2CH_2O)$ y $(CH_3CH_2OCH_2CH_2O)$;
 a tiene un valor seleccionado de entre 0, 1 y 2;
 n es un valor de 1 a 10;
 R es alquilo C_1-C_4 ;
 50 R^1 es bien metilo o etilo;
 R^2 es un grupo alquileo C_1-C_4 ;
 cada R^3 , R^4 y R^5 es seleccionado, de manera independiente, de un grupo que consiste en alquilo C_1-C_{22} en el que al menos uno de dichos grupos tiene más de 8 átomos de C, $-CH_2C_6H_5$, $-CH_2CH_2OH$, $-CH_2OH$ y $-(CH_2)_yNHC(O)R^6$, en donde y tiene un valor de 2 a 10 y R^6 es un radical perfluoroalquilo C_1-C_{12} ; y
 55 X se selecciona de entre cloruro, bromuro, fluoruro, yoduro, acetato y tosilato.

7. La composición de la reivindicación 5, en la que el al menos un compuesto catiónico de silicio orgánico es seleccionado del grupo que consiste en cloruro de 3-(trimetoxisilil)propildimetiloctadecilamonio, cloruro de 3-(trimetoxisilil)propilmetildidecilamonio, cloruro de 3-(trimetoxisilil)propildimetilhexadecilamonio y cloruro de 3-[dimetoxi(2-hidroxietoxi)silil]propiloctadecildimetilamonio

8. La composición de la reivindicación 5, en la que R^2 es un grupo alquileo C_4 .

65 9. Una composición de asfalto mineral a base de agua que comprende una emulsión de una composición de asfalto mineral según lo definido en la reivindicación 5 dispersada en agua.

10. Una membrana asfáltica que comprende:

- (a) una composición de asfalto según lo definido en las reivindicaciones 1 o 2; y
- (b) carga mineral.

5

11. La membrana asfáltica de la reivindicación 10, que comprende además una malla de refuerzo de fibra para su uso como sistemas asfálticos de techado.

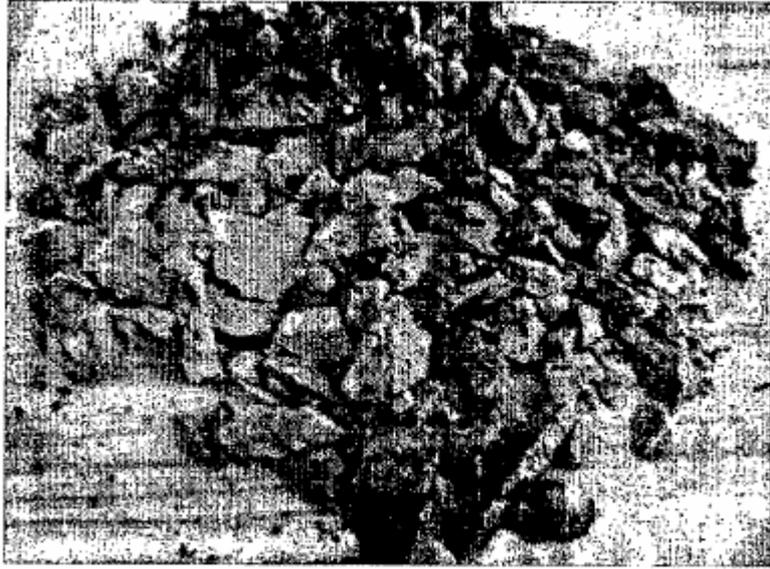


Figura 1A



Figura 1B



Figura 2A

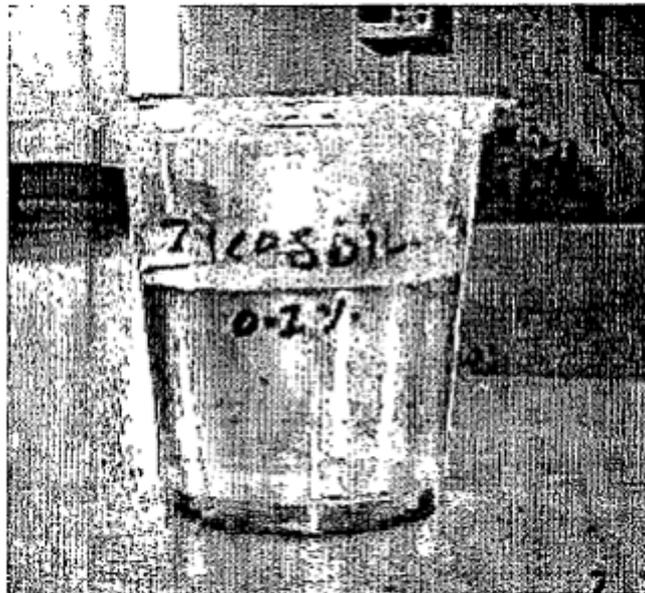


Figura 2B



Figura 3A

Figura 3B