

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 555 005**

21 Número de solicitud: 201430951

51 Int. Cl.:

C08L 95/00 (2006.01)

E01C 3/00 (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION CON EXAMEN PREVIO

B2

22 Fecha de presentación:

24.06.2014

43 Fecha de publicación de la solicitud:

28.12.2015

Fecha de la concesión:

16.06.2016

45 Fecha de publicación de la concesión:

23.06.2016

73 Titular/es:

**UNIVERSIDAD DE HUELVA (50.0%)
C/ Dr. Cantero Cuadrado, 6
21071 Huelva (Huelva) ES;
INGEVIERA, INGENIERÍA Y GESTIÓN
MEDIOAMBIENTAL S.L. (25.0%) y
EMAPLICADA S.C.A. (25.0%)**

72 Inventor/es:

**MARTÍNEZ GARCÍA, Inmaculada;
DELGADO CANTO, Miguel Ángel;
GALLEGOS MONTES, Crispulo;
PARTAL LÓPEZ, Pedro;
MARTÍNEZ BOZA, Francisco José;
NAVARRO DOMÍNGUEZ, Francisco Javier;
GARCÍA MORALES, Moisés;
JEREZ GÓMEZ, Abel;
GÓMEZ MARTÍNEZ, Diana;
WAMBA CHAARA, Federico;
BRAJONES RUIZ CANELA, Juan Antonio;
RIDAO BOULOUMIÉ, Jorge Ginés;
BERNABÉ GONZÁLEZ, José Manuel;
ÁGUILA SÁNCHEZ, Encarnación;
FERNÁNDEZ CALIANI, Juan Carlos y
GIRÁLDEZ DÍAZ, Inmaculada**

74 Agente/Representante:

TEMIÑO CENICEROS, Ignacio

54 Título: **Procedimiento para la obtención de ligante bituminoso modificado con lodos**

57 Resumen:

La presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención de ligantes bituminosos modificados con lodos de depuradoras de aguas residuales, por vía húmeda, al ligante bituminoso obtenido mediante dicho procedimiento y al uso del ligante bituminoso para la pavimentación.

ES 2 555 005 B2

DESCRIPCIÓN

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE LIGANTE BITUMINOSO MODIFICADO CON LODOS

Campo de la invención

5 La presente invención se encuadra en general dentro del campo de la ingeniería química y civil y en particular se refiere a un ligante bituminoso modificado con lodos procedentes de la depuración de aguas residuales y al procedimiento de obtención del mismo.

Estado de la técnica anterior

10 La eliminación de los lodos de depuradora (en adelante LD) procedentes de depuradoras de agua residuales urbanas e industriales constituye un problema de primer orden para todos los municipios en general y en especial para las grandes ciudades.

En los últimos años, los problemas de almacenamiento y eliminación de lodos se han agravado al haberse incrementado el volumen de agua depurada, y, en consecuencia, el volumen de lodos a gestionar. La tendencia de gestión de estos residuos es la del reciclado frente a otros destinos, por lo que durante los últimos años se ha potenciado su valorización agrícola como abono o enmienda del suelo. Sin embargo, su uso agrícola no es siempre posible debido a los problemas de contaminación, especialmente por metales pesados. Por otra parte, la incineración y entrega a vertedero son procedimientos finales no sostenibles medioambientalmente debido a la formación de escorias o cenizas, y el aumento de emisiones a la atmósfera.

20 El betún, subproducto procedente del fraccionamiento del crudo de petróleo, se emplea como ligante para pavimentación. El comportamiento mecánico de los betunes se puede considerar satisfactorio en la mayoría de los casos. Sin embargo, recientemente se exigen mejores cualidades a las vías de tráfico obligadas a soportar el aumento de la carga de los vehículos y la densidad de tráfico. La aplicación continuada, a altas temperaturas, de elevadas cargas sobre pavimentos bituminosos puede producir la acumulación de deformaciones permanentes no recuperables, aumentadas por el tráfico en movimiento lento o estacionario. Por otra parte, a bajas temperaturas de servicio los betunes presentan problemas de fragilidad, pudiendo producirse fracturas en el pavimento. Esta situación hace recomendable la búsqueda de materiales más resistentes.

Para modificar las propiedades del betún se han utilizado tradicionalmente diferentes polímeros, tales como, por ejemplo, polibutadieno, poliisopreno, gomas naturales, copolímeros de estireno-butadieno, etc. El principal efecto de estos compuestos es un aumento de la viscosidad y elasticidad. Sin embargo, el alto precio de estos productos, en relación al del betún, limita su concentración y encarece el precio del producto final. La utilización de polímeros de desecho (gomas recicladas de neumático, plásticos de origen agrícola, etc.), como sustitutos de los agentes modificadores tradicionales, ha sido también considerada, con el fin de contribuir a disminuir el coste de estos materiales y solucionar, en parte, el problema medioambiental de la eliminación de estos residuos.

10 En este sentido, la incorporación de materiales de desecho, tales como los lodos de depuradora, puede representar una interesante vía de reciclado de los mismos, a la vez que podría obtenerse un ligante asfáltico con un comportamiento mejorado para su uso en pavimentación.

Teniendo en cuenta los procesos utilizados para producir la mezcla bituminosa (Betún + filler + áridos minerales), se pueden clasificar los procesos básicos de incorporación de materiales a los sistemas asfálticos en vía seca y vía húmeda.

La vía seca consiste en la introducción directa del modificante en el dispositivo central de mezcla bituminosa, como si se tratara de una fracción más de los áridos minerales. En cambio, la vía húmeda consiste en incorporar el modificador al betún directamente, a elevada temperatura, antes de su utilización para fabricar la mezcla bituminosa. De esta forma se obtiene un betún modificado que puede utilizarse, posteriormente, en los procesos convencionales de fabricación de mezclas bituminosas.

No hay constancia en la literatura de procesos estudiados o patentados de incorporación de fangos o lodos por vía húmeda, es decir realizando el procesado previo de betún/fango a alta temperatura para formar un ligante modificado.

Sin embargo, sí se han realizado algunos estudios en vía seca, es decir mezclando directamente el material bituminoso con el fango y los áridos minerales al mismo tiempo. De esta forma, en la Tesis doctoral de Torres Ortega (2002) se describen procedimientos para mezclas de fangos procedentes de depuradoras de aguas residuales urbanas con emulsiones

bituminosas. El objetivo era realizar la encapsulación del fango digerido estabilizado y espesado y su incorporación a una mezcla bituminosa en frío para la construcción de unidades de obra en carretera. Así, se describen las condiciones óptimas de mezcla grava-emulsión-fango para la puesta en obra, donde las proporciones de la emulsión y el fango variaban en los intervalos 6-7% y 5-25%, respectivamente. Finalmente, durante el proceso de mezcla, el fango produce la rotura de la emulsión para producir el recubrimiento del árido.

En la patente US 5344485 se describe un procedimiento de incorporación de diversos materiales residuales como suelos contaminados, membranas asfálticas y/o residuos de demolición, en la formulación de mezclas bituminosas en frío empleando también emulsiones bituminosas.

El estado de la técnica actual muestra que sólo existen tecnologías de incorporación de lodos a mezclas bituminosas para pavimentación por vía seca. Sin embargo, ningún procedimiento describe el uso de lodos de depuradoras de aguas residuales urbanas e industriales para la modificación de las propiedades del betún asfáltico, incorporado o procesado directamente (por vía húmeda) antes de su adición a los áridos minerales para formar la mezcla bituminosa:

En la patente GB434926A se propone una mejora del procesado de asfaltos artificiales con estabilidad ilimitada mediante la incorporación de un lodo de agua de mar en ausencia de aire. El proceso se lleva a cabo calentando la mezcla del betún con el lodo de agua de mar, en proporción másica 1:2, a vacío y a 180°C.

La patente JP55164248A utiliza cenizas de incineradoras de papel para reducir el ablandamiento, flujo y evaporación súbita del betún a altas temperaturas de servicio y disminuir la fragilidad a bajas temperaturas de servicio del betún en pavimentos. Además se mejora la adhesión a los áridos. Las mezclas se llevan a cabo con betunes de penetración 10/150, en una proporción en peso de las cenizas del 5 al 40%.

La patente DE3136577 se refiere a la preparación de mezclas bituminosas con lodos de aguas residuales o residuos de la incineración de los lodos de dichas aguas. En el proceso de preparación se incorpora el lodo de aguas residuales a la mezcla bituminosa sin gasto significativo de energía.

La invención US4833185 se refiere a un método en el cual se adicionan elastómeros y endurecedores en un lodo, obtenido de la recuperación de aceites lubricantes, que se usa para fabricar mezclas bituminosas. Se obtienen conglomerados bituminosos y mezclas con características mecánicas mejoradas y alta resistencia a altas y bajas temperaturas.

- 5 En la patente EP0300284 se describe un proceso para el uso de los lodos obtenidos en el tratamiento de aceites lubricantes usados, para preparar conglomerados bituminosos, así como productos de impermeabilización y sellado.

La invención ES2316326 (A1) se refiere a una mezcla bituminosa cualquiera, que se caracteriza porque el componente árido de la mezcla está constituido, en todo o en parte, por un residuo procedente de la industria de fabricación de piedra artificial, y/o porque el polvo mineral de dicha mezcla procede del material resultante del secado de los lodos que se generan durante el corte de piedras artificiales o naturales. Dicho árido consiste en gránulos que comprenden partículas fundamentalmente de sílice y una resina ligante de dichas partículas.

- 10
15 En resumen, todos los procedimientos hasta ahora descritos se basan en la incorporación del lodo por vía seca simplemente formando parte de la fracción de áridos y filler que constituye la mezcla bituminosa (es decir betún+árido+filler+lodo).

Existe pues la necesidad de eliminar los lodos de depuradoras y al mismo tiempo existe la necesidad de proporcionar ligantes bituminosos mejorados.

20

La presente invención soluciona los problemas anteriormente planteados, ya que proporciona un método para la obtención de un ligante bituminoso mejorado que incorpora lodo procedente de depuradoras como modificante del betún asfáltico. Para lo cual se requiere un procesado por vía húmeda que promueve la incorporación del lodo en el seno del betún mediante absorción de fracciones ligeras del betún en la fracción polimérica del lodo y/o reacción de ésta fracción con los compuestos bituminosos y el oxígeno durante el procesado a alta temperatura. El producto resultante es un ligante modificado apto para ser almacenado a alta temperatura y posteriormente ser adicionado al árido de la mezcla bituminosa para producir asfalto para pavimentación.

La presente invención proporciona, por tanto, un sistema de eliminación del residuo a través de la técnica de solidificación, mediante el empleo de betún asfáltico como aglomerante; por otra parte, conduce a la valorización de dicho residuo gracias a la obtención de material para pavimentación con mejores características.

5

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

Así pues en un primer aspecto, la presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención de ligantes bituminosos modificados con lodos de depuradoras de aguas residuales (de aquí en adelante, procedimiento de la presente invención), por vía húmeda, caracterizado por que comprende las siguientes etapas:

10

- a) deshidratar los lodos procedentes de la depuración de aguas residuales hasta obtener un lodo con un tamaño de partícula comprendido entre 2-5 mm,
- b) mezclar entre 5-20 % en peso de lodo obtenido en la etapa anterior con betún.

En una realización particular, la etapa a) del procedimiento de la presente invención, se lleva a cabo mediante secado en estufa, preferentemente durante 12-24 horas.

15

En una realización particular, la etapa b) del procedimiento de la presente invención, se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre 100-200°C, durante 15-180 minutos.

En una realización particular de la presente invención, se utiliza betún asfáltico de penetración 10-200.

En una realización particular, el lodo procede de la depuración de aguas residuales urbanas, de las industrias de mataderos o de la industria de cítricos.

20

En una realización particular, la mezcla del lodo y el betún de la etapa b) se realiza mediante mezcladores de baja cizalla como por ejemplo mezcladores estáticos, turbina o hélice marina; o mezcladores de alta cizalla como molinos coloidales o "rotor-stator".

En otro aspecto, la presente invención se refiere a un ligante bituminoso modificado con lodo (de aquí en adelante ligante bituminoso de la presente invención), obtenido mediante el procedimiento de la presente invención.

25

En otro aspecto, la presente invención se refiere al uso del ligante bituminoso de la presente invención para la pavimentación.

Descripción detallada de la invención

5 *Ejemplo 1:*

Un betún de penetración 60/70 se mezcla con un 10% en peso de lodo de depuradora procedente de la industria de mataderos, deshidratado y con un tamaño de partícula medio de 3 mm. El mezclado se realiza a 180°C en un tanque con agitador de tipo turbina. Los resultados de la Tabla 1, donde se compara este ligante modificado con su correspondiente betún base sometido al mismo procedimiento pero sin la adición de lodo (betún envejecido), muestran una mezcla no estable al almacenamiento a alta temperatura, según norma NLT328. Asimismo, la mezcla betún-lodo matadero presenta un valor de penetración ligeramente más bajo (mayor consistencia) y una menor temperatura de reblandecimiento anillo-bola (menor resistencia a la deformación a elevada temperatura de servicio) que el betún envejecido a 15 180°C.

Tabla 1. Resultados de ensayos tecnológicos normalizados sobre betunes envejecido y modificado con 10% de lodo de matadero, a 180°C:

Muestra	Penetración EN 1426 (dmm)	T _{A-B} EN 1427 (°C)	Estabilidad NLT328 (% sólidos)	
			Zona superior	Zona inferior
Betún envejecido	57	50,5	-	-
Betún modificado con 10% lodo matadero (180°C)	54	48,5	0,2	15,2

Ejemplo 2:

20 Un betún de penetración 60/70 se mezcla con un 10% en peso de lodo de depuradora procedente de la industria de los cítricos, deshidratado y con un tamaño de partícula medio de 3 mm. El mezclado se realiza a 150°C en un tanque con agitador de tipo turbina. En la Tabla 2 se compara este ligante modificado con un betún, sin la adición de lodo, envejecido a 180°C. En todos los ejemplos se incluye esta misma referencia comparativa, por presentar el mayor

grado de modificación de propiedades durante el procesado. Los resultados presentan una mezcla estable al almacenamiento a alta temperatura, según norma NLT328. Asimismo, la mezcla betún-lodo cítrico presenta un valor de penetración notablemente más bajo (mayor consistencia) y una mayor temperatura de reblandecimiento anillo-bola (mayor resistencia a la deformación a elevada temperatura de servicio) que el betún envejecido a 180°C.

Tabla 2. Resultados de ensayos tecnológicos normalizados sobre betunes envejecido y modificado con 10% de lodo de cítricos, a 150°C:

Muestra	Penetración EN 1426 (dmm)	T _{A-B} EN 1427 (°C)	Estabilidad NLT328 (% sólidos)	
			Zona superior	Zona inferior
Betún envejecido	57	50,5	-	-
Betún modificado con 10% lodo cítricos (150°C)	33	53,5	0,3	0,2

Ejemplo 3:

10 Un betún de penetración 150/200 se mezcla con un 5% en peso de lodo de depuradora de residuos urbanos, deshidratado y con un tamaño de partícula medio de 3 mm. El mezclado se realiza a 150°C en un tanque con agitador de tipo turbina. Los resultados de la Tabla 3 muestran una mezcla más estable al almacenamiento a alta temperatura, según norma NLT328, que las mezclas de los ejemplos 1 y 2. Asimismo, la mezcla betún-lodo residuos urbanos presenta un valor de penetración notablemente más bajo (mayor consistencia) y una temperatura de reblandecimiento anillo-bola ligeramente superior (mayor resistencia a la deformación a elevada temperatura de servicio) que el betún envejecido a 180°C.

Tabla 3. Resultados de ensayos tecnológicos normalizados sobre betunes envejecido y modificado con 5% de lodo de residuos urbanos, a 150°C:

Muestra	Penetración EN 1426 (dmm)	T _{A-B} EN 1427 (°C)	Estabilidad NLT328 (% sólidos)	
			Zona superior	Zona inferior
Betún envejecido	100	47	-	-
Betún modificado con 5% lodo residuos urbanos (150°C)	75	48	0,3	0,3

Ejemplo 4:

Un betún de penetración 150/200 se mezcla con un 20% en peso de lodo de depuradora procedente de la industria de los cítricos, deshidratado y con un tamaño de partícula medio de 3 mm. El mezclado se realiza a 180°C en un tanque con agitador de tipo turbina. Los resultados de la Tabla 4 muestran que un aumento de concentración hasta el 20% de este lodo produce un efecto negativo muy significativo en las propiedades mecánicas del betún modificado. Así, la mezcla betún-lodo cítrico presenta un valor de penetración notablemente más alto (menor consistencia) y una menor temperatura de reblandecimiento anillo-bola (menor resistencia a la deformación a elevada temperatura de servicio) que el betún envejecido a 180°C. Además, no es estable al almacenamiento a alta temperatura, según norma NLT328.

Tabla 4. Resultados de ensayos tecnológicos normalizados sobre betún envejecido y modificado con 20% de lodo de industrias cítricas, a 180°C:

Muestra	Penetración EN 1426 (dmm)	T _{A-B} EN 1427 (°C)	Estabilidad NLT328 (% sólidos)	
			Zona superior	Zona inferior
Betún envejecido	100	47	-	-
Betún modificado con 20% lodo cítricos (180°C)	128	42	-	-

15

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la obtención de ligantes bituminosos modificados con lodos de depuradoras de aguas residuales, por vía húmeda, caracterizado por que comprende las siguientes etapas:
 - 5 a) deshidratar los lodos procedentes de la depuración de aguas residuales hasta obtener un lodo con un tamaño de partícula comprendido entre 2-5 mm,
 - b) mezclar entre 5-20 % en peso de lodo obtenido en la etapa anterior con betún.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que la deshidratación de los lodos de la etapa a) se lleva a cabo mediante secado térmico.
- 10 3. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la etapa b) se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre 100-200°C durante 15-180 minutos.
4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el betún es betún asfáltico de penetración 10/200.
- 15 5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el lodo procede de la depuración de aguas residuales urbanas, de las industrias de mataderos o de la industria de cítricos.
6. Ligante bituminoso modificado con lodo obtenido mediante un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-5.
- 20 7. Uso del ligante bituminoso según la reivindicación 6, para la pavimentación.



- ②① N.º solicitud: 201430951
②② Fecha de presentación de la solicitud: 24.06.2014
③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. Cl.: **C08L95/00** (2006.01)
E01C3/00 (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	CH 560246 A (BAUBIT AG) 27.03.1975, columna 2, líneas 1-16; reivindicación 7.	1-7
A	US 6146453 A (NIGRO) 14.11.2000, columna 2, líneas 10-51.	1-7
A	US 5312483 A (SAWATZKY et al.) 17.05.1994, columna 3, línea 42 – columna 4, línea 66.	1-7
A	CN 101139158 A (SHAOXING WATER TREAT DEV CO LT) 12.03.2008, (resumen) [en línea] Resumen de la base de datos EPODOC. Recuperado de EPOQUE.	1-7
A	EP 1227124 A1 (THOMSEN) 31.07.2002, (resumen) [en línea] Resumen de la base de datos WPI. Recuperado de EPOQUE.	1-7
A	US 5064472 A (DRAKE et al.) 12.11.1991, columna 2, líneas 30-51; columna 4, línea 65 – columna 5, línea 3.	1-7

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
30.11.2015

Examinador
A. Rúa Aguete

Página
1/4

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C08K, C08L, E01C

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, TXTE, XPESP, CAPLUS

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 30.11.2015

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones 1-7	SI
	Reivindicaciones	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones 1-7	SI
	Reivindicaciones	NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	CH 560246 A (BAUBIT AG)	27.03.1975
D02	US 6146453 A (NIGRO)	14.11.2000
D03	US 5312483 A (SAWATZKY et al.)	17.05.1994

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

El objeto de la invención es un procedimiento para la obtención de ligantes bituminosos modificados con lodos de depuradoras de aguas residuales por vía húmeda mediante las etapas de deshidratación de los lodos y mezcla en caliente con betún. Los ligantes bituminosos obtenidos tienen aplicación para pavimentación.

El documento D1 divulga un procedimiento para la mezcla de fangos procedentes de depuradoras de aguas residuales urbanas en industriales con bitumen para la formación de emulsiones bituminosas a una temperatura de unos 100°C. En este procedimiento no se realiza la etapa previa de deshidratación de los lodos. (Ver ejemplo).

El documento D2 divulga un procedimiento para la obtención una mezcla bituminosa modificada con lodos procedentes de lodos de recintos acuáticos mediante las etapas de deshidratación de los lodos y mezcla a una temperatura de unos 150°C con un betún. A diferencia del procedimiento objeto de la invención, la mezcla del betún con los lodos se realiza simultáneamente con el resto de los componentes áridos. (Ver columna 4, líneas 14 a 18).

El documento D3 divulga un procedimiento para la mezcla de betún con un aceite obtenido a partir de los lodos de aguas residuales. En este procedimiento no se utilizan directamente los lodos deshidratados, sino que se utiliza un aceite deshidratado obtenido a partir de los lodos de aguas residuales. (Ver ejemplo 1).

Ninguno de los documentos D1 a D3 citados o cualquier combinación relevante de los mismos revela un procedimiento para la obtención de un ligante bituminoso modificado con lodos de depuradoras de aguas residuales en el que la incorporación de los lodos deshidratados la betún tenga lugar por vía húmeda y se realice como paso previo a la mezcla con los áridos minerales para formar la mezcla bituminosa.

Por lo tanto la invención tal y como se recoge en las reivindicaciones 1 a 7 de la solicitud es nueva e implica actividad inventiva. (Art. 6 y 8 LP).