

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 590 257**

51 Int. Cl.:

C08L 95/00 (2006.01)

C09D 195/00 (2006.01)

E01C 7/00 (2006.01)

E01C 19/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.01.2005 E 10165814 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.04.2016 EP 2221345**

54 Título: **Procedimiento para producir composiciones bituminosas**

30 Prioridad:

18.02.2004 US 545713 P

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

21.11.2016

73 Titular/es:

**INGEVITY SOUTH CAROLINA, LLC (100.0%)
5255 Virginia Avenue
North Charleston, SC 29406, US**

72 Inventor/es:

**CREWS, EVERETT;
DELLICOLLI, HUMBERT THOMAS;
DEOLIVEIRA, WILLER y
JACK, IAN**

74 Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

Observaciones :

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 590 257 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

Procedimiento para producir composiciones bituminosas.

5 **Antecedentes de la invención**Campo de la invención

10 Esta invención se refiere a procedimientos de producción de composiciones bituminosas y a su utilización en aplicaciones de pavimentación. Más particularmente, la invención se refiere a la producción de composiciones bituminosas formuladas con emulsiones de betún libres de disolvente que presentan reología interfacial dependiente de la temperatura, controlable.

Descripción de la técnica relacionada

15 Se preparan composiciones de pavimentación de mezcla en frío mezclando emulsión de betún con árido a temperatura ambiente (es decir, temperatura inferior a aproximadamente 40°C). Sin embargo, tradicionalmente se han asociado ciertos problemas con la utilización de tales composiciones en las que no está presente ningún disolvente. Por ejemplo, cuando se emplea emulsión de betún de fraguado lento en la construcción de pavimentos que soportan cargas, el pavimento se cura lentamente y desarrolla valores de resistencia suficientes adecuados para soportar el tráfico pesado y para resistir el daño por humedad. Sin embargo, la utilización de una emulsión de betún de fraguado rápido conduce a menudo a una rotura prematura de la emulsión durante la manipulación y compactación (dando como resultado la formación de altos contenidos en huecos de aire).

25 Se han empleado diversos procedimientos en intentos de acelerar el desarrollo de resistencia de mezclas frías de asfalto preparadas con emulsiones de betún. Varios de estos procedimientos se basan principalmente en la variación del pH de la emulsión o de todo el sistema para iniciar o acelerar la rotura y coalescencia de la emulsión. La patente US n.º 4.008.096 concedida a Knapp (que se incorpora por la presente memoria como referencia) es a modo de ejemplo de este enfoque, que enseña la inyección de agentes que varían el pH para iniciar la coalescencia de la emulsión.

35 Sin embargo, estos procedimientos padecen una falta de control de la sincronización de la química de variación del pH. En cualquier proceso de construcción que implique emulsiones de betún, la coalescencia o rotura prematura de las emulsiones de betún afecta de manera adversa al rendimiento en la producción, manipulación, transporte y otras operaciones de aplicación de utilización final. Emulsiones rotas prematuramente a menudo no pueden recubrir adecuadamente el árido y dan como resultado mezclas de árido-betún de alta viscosidad que pueden ser problemáticas de descargar de los camiones, pueden adherirse excesivamente al equipo de pavimentación, y que pueden ser difíciles de compactar hasta las densidades de pavimento requeridas. Por tanto, el fallo en el control eficaz de la sincronización de la química de variación del pH conduce comúnmente a una rotura prematura de la emulsión de betún y a una cascada de efectos no deseados sobre el procesamiento de la mezcla y las aplicaciones de pavimento.

45 Se han realizado intentos de controlar el inicio de las químicas de variación del pH en emulsiones de betún. Por ejemplo, la patente US n.º 5.256.195 concedida a Redelius (que se incorpora por la presente memoria como referencia) enseña la utilización de emulsiones invertidas aniónicas que contienen agentes de rotura en la fase acuosa de la emulsión de agua en aceite en combinación con emulsiones catiónicas de fraguado lento como emulsión de recubrimiento y de mezclado principal. Tras la acción mecánica de la compactación, la emulsión invertida se rompe para exponer la fase acuosa alcalina a la emulsión de mezclado catiónica, variando de ese modo el pH del sistema e iniciando la rotura de la emulsión. Los expertos en la materia reconocen que la utilización de aceites minerales y otros disolventes (es decir, los denominados "aditivos para reducir la viscosidad") puede conducir a mejoras en la compactabilidad. Sin embargo, la utilización de aditivos para reducir la viscosidad también puede dar como resultado disminuciones en la resistencia a la compresión temprana del pavimento compactado. Dosificaciones de aditivos para reducir la viscosidad de tan sólo el 0,1% en peso de la emulsión a menudo disminuyen la resistencia a la compresión del pavimento compactado hasta el momento en que el aditivo para reducir la viscosidad se ha evaporado a la atmósfera.

60 Se conoce generalmente la formulación y producción de emulsiones bituminosas de rotura rápida mediante la utilización de emulsionantes de fraguado rápido (o de grado de pulverización) o fraguado instantáneo (por ejemplo, patente US n.º 4.338.136 concedida a Goulet, *et al.*, que se incorpora por la presente memoria como referencia). Sin embargo, enfoques de esta naturaleza padecen dos inconvenientes que los hacen inadecuados para la construcción de pavimentos de asfalto que soportan cargas que presentan un recubrimiento del árido completo, que se compactan hasta las densidades requeridas en el campo, y que desarrollan resistencia rápidamente. En primer lugar, a temperaturas ambientes las emulsiones de fraguado rápido no recubren adecuadamente áridos de granulometría densa utilizados comúnmente en la construcción de pavimentos que soportan cargas, de granulometría densa porque tales emulsiones de fraguado rápido tienden a romperse inmediatamente tras el contacto con las superficies de árido mineral. El término "fraguado rápido" es una característica que define a tales

emulsiones (es decir, se rompen inmediatamente y liberan agua tras el contacto con el árido mineral). En segundo lugar, a temperaturas ambientes la rotura inmediata de una emulsión de fraguado rápido produce una mezcla con alta viscosidad. El no poder compactarse adecuadamente conduce a pavimentos de baja densidad que no soportan el tráfico debido a deformación, disgregación y/o formación de baches (ya que pasa agua a través de la capa de baja densidad hacia la base en la que se degradan las capas de pavimento de soporte). Las emulsiones de asfalto en agua catiónicas para las aplicaciones de pavimentación de carreteras en las que el betún presenta un índice de penetración de 85 a 100 a 25°C y el emulsionante se encuentra presente en una concentración de 0,05% a 1% en peso del peso total de la emulsión son divulgadas en la patente US nº 3.728.278. En un ejemplo, son divulgadas las emulsiones que comprenden 69% de asfalto y 30,36% de agua, y 67% de asfalto y 32,46% de agua.

Las emulsiones de fraguado instantáneo no son adecuadas para la producción de composiciones de pavimento de asfalto que soportan cargas a temperaturas ambientes por motivos similares. La utilización de grandes volúmenes de agua más allá de la presente en la emulsión para promover el recubrimiento del árido con emulsiones de fraguado instantáneo no es una técnica viable en la producción de pavimentos que soportan cargas. En primer lugar, los pavimentos que soportan cargas son mucho más gruesos que las superficies que no soportan cargas producidas por recubrimientos de mortero asfáltico y microrrevestimientos. Los pavimentos que soportan cargas más gruesos deben compactarse para densificar la mezcla, ya que una densidad insuficiente puede conducir a un fallo rápido de los pavimentos que soportan cargas debido a deformación, disgregación y formación de baches. Grandes volúmenes de agua impiden la compactación de pavimentos que soportan cargas, gruesos hasta las densidades requeridas porque el agua es incompresible. Además, las emulsiones de fraguado instantáneo desarrollan alta viscosidad cuando se someten a tensiones mediante acontecimientos de alta velocidad de cizalladura tales como compactación. Tal como se da conocer en las patentes US n.ºs 4.462.840 y 5.085.704, que se incorporan a la presente memoria como referencia, generalmente se necesitan retardadores para ralentizar la rotura de sistemas de emulsión de fraguado instantáneo de modo que los materiales puedan manipularse y colocarse sobre la superficie de construcción prevista antes del desarrollo de una resistencia cohesiva tal que no fluyan o no puedan esparcirse.

Se emplean comúnmente emulsionantes de fraguado lento en la producción a temperatura ambiente de composiciones de pavimentación de carreteras a base de emulsiones para pavimentos que soportan cargas. Los emulsionantes de fraguado lento producen emulsiones bituminosas que requieren poca o nada de agua para recubrir completamente la superficie del árido. Además, la naturaleza de fraguado lento de la emulsión produce una composición de pavimentación de carreteras con una tasa de coalescencia controlada, de modo que la mezcla de pavimentación de carreteras no aumenta de viscosidad hasta un punto en el que es inadecuada para su manipulación, transporte o compactación. Con gradaciones de árido con alto contenido en finos, altamente denso, los emulsiones de fraguado lento no se rompen ni antes de ni durante la compactación, haciendo de ese modo que la mezcla sea fácil de compactar a temperaturas ambientes. Sin embargo, composiciones de pavimento preparadas a temperatura ambiente con emulsiones bituminosas de fraguado lento desarrollan adhesión muy lentamente y se curan hasta resistencias suficientes para soportar la tensión del tráfico pesado.

A diferencia de las composiciones de pavimentación de mezcla en frío, las composiciones de pavimentación de mezcla en caliente no contienen emulsiones de betún, sino que en su lugar se producen mezclando betún no emulsionado con árido a temperaturas elevadas (habitualmente superiores a 140°C). Las dos instalaciones de mezcla en caliente más comunes, plantas de mezcla en tambor y plantas discontinuas, calientan el árido en un horno rotatorio hasta temperaturas extremadamente altas para extraer toda el agua adsorbida en el árido, así como toda el agua adsorbida dentro de los poros superficiales del árido. Se requiere una eliminación cuantitativa del agua (1) para garantizar el recubrimiento completo del árido y (2) para garantizar que la mezcla en caliente terminada de árido y betún no muestre sensibilidad a la humedad en la capa de pavimento terminada una vez que se transporta, se tiende y se compacta.

Se mezcla árido seco, caliente producido en operaciones de mezcla en caliente convencionales con betún (que previamente se licúa calentando hasta temperaturas bastante superiores a su punto de fusión) para producir lo que se conoce en la industria como el "asfalto de mezcla en caliente". Generalmente, los asfaltos de mezcla en caliente deben producirse, tenderse y compactarse a temperaturas superiores a aproximadamente 160°C, ya que la compactabilidad del asfalto de mezcla en caliente depende de la temperatura. Si la mezcla se enfría, la viscosidad del asfalto aumenta y la mezcla no puede compactarse hasta la densidad diseñada (conocida como porcentaje de huecos de aire). Cuando una mezcla de asfalto-árido caliente se enfría hasta temperaturas por debajo de aproximadamente 85°C, la manipulación, colocación y compactación de la mezcla se hace extremadamente difícil y no pueden alcanzarse las densidades diseñadas (huecos de aire).

Por lo tanto, un objetivo de la presente invención es divulgar un procedimiento de producción de composiciones bituminosas.

Otro objetivo de la presente invención es divulgar unas composiciones bituminosas que resultan adecuadas para su utilización en aplicaciones de pavimentación y para proporcionar una carretera pavimentada.

Todavía otro objetivo de la presente invención es producir unas composiciones bituminosas a unas temperaturas sustancialmente inferiores a las de las composiciones de asfalto de mezcla en caliente.

Un objetivo adicional de la presente invención es producir composiciones bituminosas, utilizando por ejemplo emulsionantes de fraguado rápido y/o fraguado instantáneo, que presentan un recubrimiento del árido sustancialmente completo, que se compactan hasta densidades requeridas en el campo y que desarrollan rápidamente resistencia de soporte de carga.

Otros objetivos, características y ventajas de la presente invención resultarán evidentes a partir de la descripción detallada siguiente.

10 Sumario de la invención

La invención proporciona un procedimiento para producir una composición bituminosa, incluyendo el procedimiento las etapas de:

- 15 (I) preparar una emulsión de betún que comprende, en peso total de la emulsión de betún:
- (1) betún, en una cantidad desde 50,0% a 75,0% en peso, presentando el betún un índice de penetración de desde 60 a 100;
 - 20 (2) un emulsionante en una cantidad desde 0,05% a 2,0% en peso;
 - (3) agua en una cantidad desde 23,0% a 49,95% en peso;
- (II) calentar la emulsión de betún hasta un intervalo de temperatura de 25°C a 95°C;
- 25 (III) calentar el árido hasta un intervalo de temperatura de 60°C a 140°C; y
- (IV) mezclar la emulsión de betún calentada y el árido calentado para proporcionar la composición bituminosa que comprende, en peso total de la composición bituminosa:
- 30 (a) betún en una cantidad de 1,0% a 7,5% en peso,
 - (b) un emulsionante en una cantidad de 0,001% a 0,2% en peso;
 - (c) agua que se encuentra en una cantidad de 0,46% a 4,995% en peso; y
 - 35 (d) árido en una cantidad de 90,0% a 98,0% en peso.

Se prefiere la utilización de betunes en estas emulsiones con parámetros de solubilidad comparables a los del emulsionante. La combinación mejorada de emulsionantes, con atributos estructurales que confieren un control mejorado de la reología y estabilidad interfacial en emulsiones de betún libres de disolvente a temperaturas elevadas en relación con tecnologías de mezcla en frío ambiental y a temperaturas reducidas en relación con tecnologías de mezcla en caliente, conduce a composiciones de pavimentación de carreteras que soportan cargas con densificación mejorada y desarrollo de resistencia acelerado en el estado compactado.

Dichas composiciones bituminosas resultan adecuadas para la construcción de pavimentos que soportan cargas que presentan compactación mejorada a densidades similares o superiores a las conseguidas en composiciones de asfalto de mezcla en caliente y consiguen tasas de curado a resistencias listas para el tráfico bastante superiores a las conseguidas con composiciones de pavimentación a base de emulsiones en frío convencionales, compactadas e iguales o superiores a las de composiciones de pavimentación de mezcla en caliente, compactadas.

Cuando se emplea en aplicaciones de pavimentación, estas composiciones bituminosas desarrollan resistencia adhesiva y propiedades de resistencia de soporte de carga a velocidades comparables a composiciones de pavimentación de mezcla en caliente tradicionales y a velocidades más rápidas que composiciones de pavimentación de mezcla en frío tradicionales. Las características preferidas son definidas en las reivindicaciones dependientes.

55 Breve descripción de los dibujos

Para una mejor comprensión de la invención, puede hacerse referencia a los dibujos adjuntos en los que las figuras 1, 2 y 3 demuestran el efecto de la exposición de emulsiones de betún a tensiones de corte crecientes, ilustrando de ese modo la alta estabilidad a la cizalladura a temperatura elevada (por ejemplo, 60°C-80°C) presentada por las emulsiones de betún de la presente invención.

La figura 1 muestra evaluación de la tensión de corte de una emulsión de betún libre de disolvente producida en el ejemplo 1 que contiene el 0,5% en peso total de emulsión de betún (bwe) de emulsionante (polialquilenpoliaminas de sebo) al 60% de residuo de betún PG70-22,

la figura 2 muestra la evaluación de la tensión de corte de una emulsión de betún producida en el ejemplo 8 que

contiene el 1,0% de bwe de emulsionante (condensado de ácido graso de aceite de sebo modificado de polietileno-poliamina) al 60% de residuo de betún PG64-22; y

5 la figura 3 muestra la evaluación de la tensión de corte de una emulsión de betún producida en el ejemplo 9 que contiene el 0,75% de bwe de emulsionante (una combinación de condensado de ácido graso C16-C18 modificado y no modificado de polietileno-poliamina) al 60% de residuo de betún PG70-22.

Descripción detallada de la invención

10 Las presentes invenciones se describirán ahora más completamente a continuación en la presente memoria con referencia a los dibujos adjuntos, en los que se muestran algunas, pero no todas las realizaciones de la invención. De hecho, estas invenciones pueden realizarse en muchas formas diferentes y no debe interpretarse que se limitan a las realizaciones expuestas en la presente memoria; sino más bien, estas realizaciones se proporcionan de modo que esta descripción reunirá los requisitos legales aplicables.

15 En la presente invención, entre 50% y 75% (preferentemente de desde aproximadamente el 60% hasta aproximadamente el 70%) en peso total de la emulsión de betún comprende al menos un betún. Además de betunes que son adecuados para su utilización en la presente invención, la invención incluye betunes modificados y combinaciones de los mismos. Como se utiliza en la presente memoria "betunes" y "betunes modificados" son los que presentan propiedades reológicas que son apropiadas para aplicaciones de pavimentación en condiciones climáticas específicas, por ejemplo, los que se adaptan a las especificaciones de aglutinante de pavimento del Programa Estratégico de Investigación de Carreteras ("*Strategic Highway Research Program*", SHRP). El componente de betún puede ser betunes que se producen de manera natural (tal como asfalto del lago Trinidad y similares) o derivado de petróleo crudo. También pueden utilizarse breas de petróleo (tal como asfalto) obtenidas mediante un procedimiento de craqueo y alquitrán de hulla así como combinaciones de materiales bituminosos.

20 Cualquier aditivo que se añada tradicionalmente al betún para producir un betún modificado que cumple las especificaciones de propiedades y las normas de rendimiento (tales como SHRP) es adecuado. Tales aditivos incluyen, pero no se limitan a, cauchos naturales, cauchos sintéticos, plastómeros, resinas termoplásticas, resinas termoendurecibles, elastómeros y combinaciones de los mismos. Los ejemplos de estos aditivos incluyen estireno-butadieno-estireno (SBS), caucho de estireno-butadieno (SBR), poliisopreno, polibutilenos, cauchos de butadieno-estireno, polímeros de vinilo, etileno-acetato de vinilo, derivados de etileno-acetato de vinilo, neopreno y similares. Se prefiere que el betún modificado contenga al menos un elemento seleccionado de entre el grupo constituido por estireno-butadieno-estireno, caucho de estireno-butadieno, betún modificado con azufre, betún modificado con ácido y combinaciones de los mismos. Está muy dentro de la capacidad de un experto en la materia producir un betún modificado que contiene los aditivos indicados.

30 Cuando se desee, pueden incorporarse aditivos adicionales empleados tradicionalmente en la producción de emulsiones de betún a la fase acuosa de la emulsión de betún con el fin de ajustar las características de la mezcla terminada. Los aditivos adecuados incluyen látex de caucho de estireno-butadieno, látex de poliisopreno, neopreno, espesantes asociativos, almidones, sales y similares.

45 Está comprendida desde 0,05% hasta 2,0% (preferentemente de desde aproximadamente el 0,1% hasta aproximadamente el 0,75%, y más preferentemente de desde aproximadamente el 0,08% hasta aproximadamente el 0,5%) en peso total de la emulsión de betún del procedimiento de la presente invención de al menos un emulsionante. Los emulsionantes adecuados incluyen: emulsionantes anfóteros, emulsionantes catiónicos, emulsionantes no iónicos y combinaciones de los mismos.

50 Las emulsiones de betún son del tipo de aceite en agua, consisten en una suspensión de partículas bituminosas dispersadas en la fase acuosa. Estas partículas presentan, en el caso de emulsiones catiónicas, una carga positiva. El pH de emulsiones catiónicas está por debajo de pH 7,0. Tal como implica el término, los emulsionantes anfóteros se caracterizan por la capacidad de reducir las tensiones interfaciales entre materiales distintos (por ejemplo, betún y agua) a valores de pH tanto por encima como por debajo de 7,0. La carga de las gotitas de aceite de fase dispersa en emulsiones anfóteras puede ser o bien positiva o bien negativa.

55 Los emulsionantes iónicos que son adecuados para su utilización en la presente invención incluyen emulsionantes anfóteros, emulsionantes catiónicos y combinaciones de los mismos.

60 Tal como se utiliza en la presente memoria, el término "emulsionantes anfóteros" incluye tanto emulsionantes monoanfóteros como polianfóteros. Los emulsionantes anfóteros que son adecuados para su utilización en la presente invención incluyen, pero no se limitan a, los siguientes: ácidos grasos C12 a C24 (preferentemente C16 a C18), ácidos resínicos y combinaciones de los mismos modificados con ácido acrílico, anhídrido maleico, ácido fumárico y/u otros enófilos y dienófilos y que se hacen reaccionar adicionalmente con polietileno-poliaminas, metilcarboxilato-betaínas de haluro de alquil(C12 a C24)-amidopropilo-litio, metilcarboxilato-betaínas de haluro de alquil(C12 a C24)-amidopropil-sodio, metilcarboxilato-betaínas de haluro de alquil(C12 a C24)-amidopropil-potasio, fosfato-betaínas de haluro de alquil(C12 a C24)-amidopropil-litio, fosfato-betaínas de haluro de alquil(C12 a C24)-

amidopropil-sodio, fosfato-betaínas de haluro de alquil(C12 a C24)-amidopropil-potasio, sulfato-betaínas de haluro de alquil(C12 a C24)-amidopropil-litio, sulfato-betaínas de haluro de alquil(C12 a C24)-amidopropil-sodio, sulfato-betaínas de haluro de alquil(C12 a C24)-amidopropil-potasio.

5 Los emulsionantes catiónicos que son adecuados para su utilización en la presente invención incluyen, pero no se limitan a, los siguientes: imidazolin grasas derivadas de ácidos grasos C12 a C24, imidoaminas grasas derivadas de ácidos grasos C12 a C24 (preferentemente C16 a C18), ácidos resínicos y combinaciones de los mismos modificados con anhídrido maleico, ácido fumárico, y/u otros enófilos y dienófilos y que se hacen reaccionar adicionalmente con polialquilenpoliaminas; amidoaminas grasas derivadas de ácidos grasos C12 a C24 (preferentemente C16 a C18), ácidos resínicos y combinaciones de los mismos modificados con ácido acrílico, anhídrido maleico, ácido fumárico y/u otros enófilos y dienófilos y que se hacen reaccionar adicionalmente con polialquilenpoliaminas; alquil(C12 a C24)monoaminas saturadas, alquil(C12 a C24)monoaminas insaturadas, alquil(C12 a C24)polipropilenpoliaminas saturadas; alquil(C12 a C24)polipropilenpoliaminas insaturadas; alquil(C12 a C24)monoaminas saturadas modificadas mediante reacción con óxido de etileno y/u óxido de propileno para dar derivados de polioxietileno; alquil(C12 a C24)monoaminas insaturadas modificadas mediante reacción con óxido de etileno y/u óxido de propileno para dar derivados de polioxietileno; alquil(C12 a C24)polipropilenpoliaminas saturadas modificadas mediante reacción con óxido de etileno y/u óxido de propileno para dar derivados de polioxietileno; alquil(C12 a C24)polipropilenpoliaminas insaturadas modificadas mediante reacción con óxido de etileno y/u óxido de propileno para dar derivados de polioxietileno; alquil(C12 a C24)arilmonoaminas saturadas, alquil(C12 a C24)arilmonoaminas insaturadas; alquil(C12 a C24)arilpolipropilenpoliaminas saturadas, alquil(C12 a C24)arilpolipropilenpoliaminas insaturadas; aminas cuaternarias C12 a C24; alquil(C12 a C24)éteraminas; alquil(C12 a C24)éterpoliaminas; N-óxidos de alquil(C12 a C24)polipropilenpoliamina; derivados de amina de taninos, derivados de amina de resinas fenólicas; derivados de amina de ligninas, poliácridatos modificados con amina; y combinaciones de los mismos. Se prefiere que el emulsionante catiónico sea un elemento seleccionado de entre el grupo constituido por alquil(C12 a C24)monoaminas saturadas, alquil(C12 a C24)monoaminas insaturadas, alquil(C12 a C24)polipropilenpoliaminas saturadas, alquil(C12 a C24)polipropilenpoliaminas insaturadas y combinaciones de las mismas. Se prefiere además que el emulsionante catiónico sea una combinación de al menos un elemento seleccionado de entre el grupo constituido por alquil(C12 a C24)monoaminas saturadas e insaturadas con al menos un elemento seleccionado de entre el grupo constituido por alquil(C12 a C24)polipropilenpoliaminas saturadas e insaturadas. Tal como se utiliza en la presente memoria, el término "emulsionantes catiónicos" incluye los compuestos indicados anteriormente y sus derivados.

Los emulsionantes del procedimiento de la presente invención no sólo transfieren la estabilidad a la cizalladura a alta temperatura necesaria para el mezclado (y posterior compactación) de las composiciones bituminosas, sino que también confieren una alta viscosidad a la emulsión de betún (de modo que no es necesario espesante para la estabilidad de la emulsión ni para el aumento del recubrimiento de película sobre el árido) para potenciar la humectación por el betún de la superficie de árido, y para reducir la tensión interfacial entre la película de betún y el árido (de modo que se mantiene un fuerte enlace adhesivo y se impide el daño por agua al pavimento).

Las formulaciones de emulsionante se clasifican además como de fraguado rápido (es decir, grado de pulverización), fraguado instantáneo y fraguado lento dependiendo de la velocidad con la que una emulsión dada, que utiliza una dosificación económica de emulsionante, se romperá tras el contacto con el árido mineral. Aunque los emulsionantes de fraguado rápido, fraguado instantáneo y fraguado lento son adecuados para su utilización en la presente invención, se prefiere emplear emulsionantes de fraguado rápido o fraguado instantáneo. Se prefiere emplear además emulsionantes de fraguado rápido con árido de granulometría densa. Esta preferencia surge de la necesidad de controlar propiedades de la emulsión tales como la viscosidad interfacial, el efecto Marangoni y la solubilidad de betún interfacial a la elevada temperatura de la presente invención (es decir, de aproximadamente 50°C a aproximadamente 120°C) y simultáneamente a dosificaciones de emulsionante bajas. Emulsionantes de fraguado instantáneo y fraguado lento requieren dosificaciones superiores y no confieren las propiedades interfaciales objetivo a la emulsión terminada. Adicionalmente, altas dosificaciones de emulsionante son costosas, contribuyen a reducir las velocidades de desarrollo de resistencia a la compresión y aumentan la sensibilidad a la humedad en el pavimento terminado.

Se prefiere que la emulsión de betún esté libre de disolvente. Preocupaciones medioambientales han impulsado la reducción, hasta la eliminación, de disolventes orgánicos de emulsiones de betún de pavimentación. Sin embargo, por motivos técnicos, no ha estado disponible la eliminación total en todas las aplicaciones de pavimentación antes de la disponibilidad de la presente invención. Por tanto, en ciertas regiones el término "libre de disolvente" se define que incluye una parte minoritaria de disolventes orgánicos. Por ejemplo, "libre de disolvente" se ha definido una vez en el estado de Pensilvania que incluye hasta el 4% de disolventes orgánicos. Para los fines de esta invención, por tanto, cuando se desee la emulsión de betún puede contener al menos un disolvente (tal como nafta, queroseno, diesel, fundente y similares) a un nivel inferior al necesario para facilitar o bien: 1) el mezclado de la composición bituminosa a temperatura ambiente para producir árido completamente recubierto o bien 2) la compactación de la composición bituminosa a temperaturas ambientes. Cuando se añade, se prefiere en la presente invención que el nivel de disolvente sea inferior a aproximadamente el 1,0% en peso total de la emulsión de betún. Tal como se utiliza en la presente memoria, el término "temperaturas ambientes" significa una temperatura del medio ambiente inferior a aproximadamente 40°C.

5 Cuando se desee, las emulsiones de betún producidas en el procedimiento de la presente invención puede almacenarse a temperaturas en el intervalo de aproximadamente 60°C a aproximadamente 80°C durante periodos de tiempo prolongados sin afectar de manera adversa a la distribución de tamaño de partícula de las emulsiones.

10 Las composiciones bituminosas se producen en el procedimiento de la presente invención a una temperatura preferentemente en el intervalo de aproximadamente 50°C a aproximadamente 140°C (más preferentemente en el intervalo de aproximadamente 55°C a aproximadamente 120°C y todavía más preferentemente en el intervalo de aproximadamente 60°C a aproximadamente 80°C) mezclando la emulsión de betún a una temperatura en el intervalo de 25°C a 95°C (preferentemente en el intervalo de aproximadamente 60°C a aproximadamente 80°C) y desde el 90% a 98% en peso total de la composición bituminosa de árido a una temperatura en el intervalo de 60°C a 140°C (preferentemente en el intervalo de aproximadamente 60°C a aproximadamente 120°C). Se entenderá por los expertos en la materia que la emulsión de betún puede mezclarse en frío (por ejemplo, a temperaturas ambientes) y luego calentarse.

15 El árido utilizado en materiales de pavimentación y construcción de carreteras, rehabilitación de carreteras, reparación de carreteras y mantenimiento de carreteras se deriva de fuentes naturales y sintéticas. Como en cualquier proceso de construcción, se selecciona el árido para aplicaciones de pavimentación de asfalto basándose en varios criterios, incluyendo propiedades físicas, compatibilidad con el betún que va a utilizarse en el proceso de construcción, disponibilidad y capacidad para proporcionar un pavimento terminado que cumpla las especificaciones de rendimiento de la capa de pavimento para el tráfico proyectado a lo largo de la vida de diseño del proyecto. Entre las propiedades del árido que son claves para la construcción satisfactoria de carreteras está la granulometría, que se refiere al porcentaje de partículas de árido de un tamaño dado. Para la mayoría de pavimentos de asfalto que soportan cargas, son comunes tres granulometrías: granulometría densa, granulometría discontinua y granulometría abierta. El árido de granulometría densa presenta la mayor área superficial de mineral (por unidad de árido). El árido de granulometría abierta consiste en gran parte en una única piedra, de gran tamaño (por ejemplo, de alrededor 9,5 a 25,4 mm (de 0,375 a 1,0 pulgadas)) con muy bajos niveles (normalmente inferiores a aproximadamente el dos por ciento del árido total) de áridos finos (material inferior a 6,4 mm (0,25 pulgadas)) o carga (material mineral inferior a 0,075 mm). El árido de granulometría discontinua se encuentra entre las clases de granulometría densa y de granulometría abierta. El material de pavimento de asfalto recuperado (RAP) generalmente refleja la granulometría del pavimento del que se obtuvo el material recuperado. Si el pavimento original era una mezcla de granulometría densa, el RAP también será de granulometría densa, aunque se observa generalmente que el contenido en carga es inferior a los límites de diseño de las especificaciones de árido de origen.

35 Cualquier árido que se emplee tradicionalmente en la producción de composiciones de pavimentación bituminosas es adecuado para su utilización en la presente invención, incluyendo árido de granulometría densa, árido de granulometría discontinua, árido de granulometría abierta, pavimento de asfalto recuperado y mezclas de los mismos. En la presente invención puede emplearse árido que no esté completamente secado.

40 Cuando se utiliza en aplicaciones de pavimentación, las composiciones bituminosas producidas en el procedimiento de la presente invención son aplicadas a la superficie que va a pavimentarse a una temperatura en el intervalo de 50°C a 120°C (preferentemente en el intervalo de aproximadamente 55°C a aproximadamente 100°C y más preferentemente en el intervalo de aproximadamente 60°C a aproximadamente 80°C).

45 Una vez aplicada a la superficie que va a pavimentarse, las composiciones bituminosas pueden compactarse tal como se desee utilizando cualquier procedimiento de compactación empleado tradicionalmente para aplicaciones de pavimentación. Se prefiere que las composiciones bituminosas aplicadas se compacten hasta un contenido en huecos de aire comparable a las composiciones de pavimento de mezcla en caliente preparadas a temperaturas que superan los 140°C que presentan un contenido en betún y una granulometría de árido sustancialmente equivalentes.

50 Asimismo, se prefiere además que las composiciones bituminosas aplicadas se compacten hasta un contenido en huecos de aire inferior a composiciones de pavimento de mezcla en frío comparables preparadas a temperaturas ambientes (es decir, temperaturas inferiores a aproximadamente 40°C) que presentan un contenido en betún y una granulometría de árido sustancialmente equivalentes.

55 También se prefiere además que las composiciones bituminosas aplicadas se compacten hasta desarrollar una resistencia de soporte de carga a una velocidad comparable a composiciones de pavimento de mezcla en caliente preparadas a temperaturas que superan los 140°C que presentan un contenido en betún y una granulometría de árido sustancialmente equivalentes.

60 Asimismo, también se prefiere además que las composiciones bituminosas aplicadas se compacten hasta desarrollar una resistencia de soporte de carga a una velocidad más rápida que la desarrollada por composiciones de pavimento de mezcla en frío comparables preparadas a temperaturas ambientes que presentan un contenido en betún y una granulometría de árido sustancialmente equivalentes.

65 El desarrollo de resistencia en composiciones de pavimento de mezcla en frío es una función del desarrollo de la

adhesión entre el betún y el árido. Por tanto, se prefiere que las composiciones bituminosas aplicadas se compacten hasta desarrollar adhesión entre el betún y el árido a una velocidad más rápida que la desarrollada por composiciones de pavimento de mezcla en frío comparables preparadas a temperaturas ambientes que presentan un contenido en betún y una granulometría de árido sustancialmente equivalentes.

5 El procedimiento de la presente invención es adecuado para su utilización en aplicaciones de pavimentación de revestimiento de menos de una pulgada de grosor. Los revestimientos de menos de una pulgada de grosor es una técnica de pavimentación de mantenimiento que implica tradicionalmente la colocación de una capa de menos de una pulgada de grosor de una composición bituminosa producida según procedimientos de mezcla en caliente
10 convencionales a temperaturas que superan normalmente los 165°C y que se aplica a temperaturas correspondientes en el campo a una superficie de pavimento existente, dañada o deteriorada. La tecnología de capa de menos de una pulgada de grosor actual utilizando composiciones bituminosas de mezcla en caliente padece comúnmente dos deficiencias principales. Las composiciones bituminosas calientes tienden a enfriarse rápidamente, haciendo difícil extenderlas (es decir, esparcir las) sobre la superficie de pavimento existente (a temperaturas
15 ambientes) que necesita mantenimiento o reparación. Este enfriamiento rápido de la capa de menos de una pulgada de grosor de material bituminoso caliente puede provocar dificultades en la compactación. Los problemas que surgen en construcción (por ejemplo, extensión, esparcimiento y compactación) debido al enfriamiento rápido pueden agravarse por la utilización de betunes modificados con polímero. Los betunes modificados con polímero presentan viscosidades superiores que los betunes no modificados a una temperatura dada. Por tanto,
20 composiciones bituminosas de mezcla en caliente (mezclas con árido) preparadas con betunes modificados con polímero son más viscosas que composiciones bituminosas equivalentes preparadas con betún no modificado a una temperatura de construcción dada. Como consecuencia de este aumento de la viscosidad y el aumento de la resistencia al flujo, una composición bituminosa de menos de una pulgada de grosor preparada con betún modificado con polímero puede presentar problemas incluso mayores en la manipulación y construcción ya que el
25 material se enfría rápidamente.

Cuando se desee, el procedimiento de la presente invención puede emplearse en la producción de bloques de pavimentación bituminosos. En esta tecnología, la emulsión de betún y el árido se mezclan hasta formar una composición bituminosa que se cuele en moldes, se compacta y se deja curar. Los bloques curados (o ladrillos) se
30 utilizan para construir pavimentos.

Cuando se utilizan en la producción de bloques de pavimentación bituminosos, se prefiere que las composiciones bituminosas se cuele en el molde y se compacten a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 50°C a aproximadamente 120°C (preferentemente en el intervalo de aproximadamente 55°C a aproximadamente 100°C y
35 más preferentemente en el intervalo de aproximadamente 60°C a aproximadamente 80°C).

Debido a la compactación potenciada (que conduce a superior densidad y superior resistencia) y las velocidades de curado aceleradas (que conducen a velocidades de producción aumentadas y aspectos económicos de fabricación mejorados) presentadas por las composiciones bituminosas producidas en el procedimiento de la presente invención, el procedimiento ofrece mejoras con respecto a la construcción de estos bloques utilizando
40 composiciones de pavimentación de mezcla en frío tradicionales.

Las composiciones bituminosas producidas en el procedimiento de la presente invención deben mantenerse de manera deseable a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 50°C a aproximadamente 120°C (preferentemente en el intervalo de aproximadamente 55°C a aproximadamente 100°C y más preferentemente en el intervalo de aproximadamente 60°C a aproximadamente 80°C) durante el periodo de tiempo entre la producción de las composiciones bituminosas y su utilización en aplicaciones de pavimentación. Se prefiere que las composiciones bituminosas se mantengan a estas temperaturas en sistemas cerrados (tal como montículos relativamente grandes, silos de almacenamiento, vehículos de transporte cubiertos y similares) para evitar la evaporación de la humedad.
50

El equipo utilizado tradicionalmente en la producción de mezclas de emulsión de asfalto incluye malaxadoras de variedad o bien discontinua o bien continua. Las malaxadoras confieren alta cizalladura a la emulsión a medida que se muele con árido grueso, áridos finos y carga. Las composiciones de asfalto de mezcla en caliente se producen normalmente en operaciones continuas o discontinuas. Las plantas continuas normalmente utilizan mezclas de tambor de variedad o bien de flujo paralelo o bien en contracorriente. Estas mezcladoras son mezcladoras de alta cizalladura a medida que el árido (que se calienta en la mezcladora de tambor o discontinua hasta las temperaturas de procedimiento especificadas) cae por el tambor inclinado y a medida que la emulsión de betún se pulveriza sobre el árido templado. El árido tratado con la emulsión también cae hacia abajo a través de la mezcladora de tambor. La pared interior de la mayoría de las mezcladoras de tambor está revestida con paletas que atrapan repetidamente la mezcla, elevándola a medida que rota el tambor y depositándola de nuevo en la parte inferior del tambor. Las plantas de tambor y discontinuas pueden producir muchos cientos de toneladas de material de pavimentación por hora. Aunque se prefiere emplear mezcladoras de tambor o mezcladoras discontinuas en el procedimiento de la presente invención, puede utilizarse cualquier procedimiento de mezclado de emulsión de betún y árido utilizado tradicionalmente en la producción de composiciones de pavimentación.
60

65 Un problema común asociado con el acontecimiento de mezclado a alta cizalladura ha sido un engrosamiento de la

emulsión. Las formulaciones de emulsionante descritas en la presente memoria confieren propiedades reológicas a alta temperatura a la emulsión libre de disolvente, que a su vez estabilizan la emulsión frente a la tensión mecánica conferida a la emulsión por la acción mecánica del mezclado con árido a temperaturas elevadas. Estas tensiones mecánicas y de cizalladura han provocado comúnmente un engrosamiento de la emulsión con la mayoría de las formulaciones de emulsionante tradicionales, conduciendo a una reducción en el grado del recubrimiento del árido y a un aumento en la viscosidad de la mezcla, dando como resultado esto último una escasa densificación de la composición de pavimentación durante la compactación. La escasa densificación durante la compactación puede dar como resultado varios problemas deterioro de pavimentos (tal como formación de roderas, formación de baches y desmoronamiento en el borde). Aunque la utilización de altas dosificaciones de emulsionantes puede mitigar este engrosamiento, tales dosificaciones también pueden retardar el desarrollo de resistencia a la compresión, un resultado no deseado.

La reología de las gotitas de fase dispersa en las emulsiones de betún de la presente invención influye directamente en el comportamiento de las emulsiones cuando se mezclan a temperaturas elevadas con árido calentado. La reología en la superficie de contacto aceite-agua, a su vez, se controla por la estructura y química de los emulsionantes. La estructura y química del emulsionante afectan a la energía requerida para dispersar el emulsionante en la superficie de contacto. La estructura y química del emulsionante determinan la estabilidad a la cizalladura de las gotitas de aceite-agua frente a la coalescencia en condiciones de cizalladura a alta temperatura, tales como las presentadas durante el mezclado de emulsiones y árido a temperaturas por encima de la ambiental. La estructura y empaquetamiento del emulsionante afectan a la viscosidad o fluidez interfacial. Además, la elección apropiada de la estructura del emulsionante afecta a la magnitud del efecto sobre la viscosidad interfacial.

La observación de que algunas entidades químicas producen el efecto deseado de desarrollo rápido de resistencia temprana, mientras que otros no, sugiere además que la química de la formulación también es un factor influyente. Una observación adicional de que las emulsiones de betún que se comportan tal como se desea presentan niveles superiores de estabilidad a la cizalladura que las que no muestran este comportamiento sugerirá que esta contribución química resulta del emulsionante. La observación de que el desarrollo de resistencia en las composiciones bituminosas de la presente invención está asociada con mejor compresibilidad que mezclas en frío tradicionales sugiere muy firmemente que el efecto físico-químico específico es un cambio en la reología de las gotitas de betún dentro de la emulsión. El desarrollo de resistencia temprana presentado por las composiciones bituminosas de la presente invención, que es más característico de una mezcla en caliente que una mezcla en frío, también indica que la respuesta reológica de las gotas de betún es una respuesta interfacial más que de la masa.

Una variante del mecanismo anterior que concuerda con los datos y observaciones disponibles actualmente de la presente invención consiste en una activación dependiente del calor de la solubilidad interfacial del emulsionante iónico. La solubilidad interfacial dentro del presente contexto puede definirse como localización del emulsionante en la superficie de contacto. No debe hacerse ninguna distinción en la actualidad entre adsorción superficial (el emulsionante no reside dentro de la fase acuosa de la emulsión de betún sino en la superficie de contacto con ciertos grupos funcionales penetrando en el betún), penetración en la superficie de contacto por el emulsionante (que reside dentro de la superficie de la gotita de betún con grupos funcionales orientados hacia el agua y otros orientados hacia el interior de la fase de betún de la emulsión de betún), o residencia completa dentro de la fase de betún de la emulsión de betún pero en la superficie de contacto (la imagen especular de adsorción superficial)

Las interacciones del emulsionante con la región interfacial de una gotita de betún dispersada pueden influir en la reología interfacial del betún de dos maneras. El emulsionante puede proporcionar una capa de lubricidad o plano de deslizamiento entre las gotitas o puede alterar la estructura de las fracciones de asfalto del betún en y dentro de la superficie de contacto. Debe indicarse que la dureza y resistencia al flujo del betún es en un gran grado una función de los componentes de asfalto dentro de un betún particular. El modelo de betún favorecido por los que trabajan en el área de procesamiento de aceites pesados consiste en asfaltenos de pesos moleculares variables que existen como entidades disueltas y coloidales dentro de la fase de malteno del betún. La penetración de los asfaltenos asociados dentro de un betún por moléculas o partes de moléculas tenderá a alterar la estructura superficial del betún. El resultado concomitante de esto es una reducción en la resistencia a fluir de las regiones superficiales de las gotitas. Por definición, la resistencia a fluir se denomina viscosidad. Con el fin de penetrar en la estructura formada por los asfaltenos, una molécula foránea o partes de esa molécula deben presentar densidad de energía cohesiva similar a la de los asfaltenos. Desde un punto de vista termodinámico, esto significa que si las moléculas de dos sustancias diferentes presentan densidades cohesivas similares y se colocan en proximidad estrecha entre sí y se someten a las mismas condiciones (tales como temperatura, pH, fuerza iónica etc.) las moléculas de las dos se entremezclarán al nivel de moléculas individuales. Esto es por definición solvatación o disolución. Por convención, la sustancia presente en mayor concentración se denomina disolvente y, la otra, soluto.

Uno de los medios más ampliamente aceptados para describir cuantitativamente la densidad de energía cohesiva es mediante la utilización un parámetro denominado parámetro de solubilidad. Este número es en realidad la raíz cuadrada de la densidad de energía cohesiva. Se han propuesto diversos modelos del parámetro de solubilidad. Los modelos más ampliamente referidos son los de Hildebrand y Hansen. Como clase de solubilidad, los asfaltenos presentan un parámetro de solubilidad (δ) de 19-24 (MPa)^{1/2}. En consecuencia, una sustancia con un parámetro de solubilidad dentro de o ligeramente por encima de este intervalo debe en principio disolverse en y alterar la

estructura interna de los asfaltenos de un asfalto. Algo relevante a este argumento son referencias al hecho de que las fuerzas de dispersión de London son los contribuyentes principales a la resistencia y complejidad de la estructura de asfaltenos dentro de un asfalto dado. Esto debe considerarse cuando se utiliza el parámetro de solubilidad de Hansen más complejo en lugar de la versión de Hildebrand. Además de esto, es práctica común cuantificar la fracción de asfalto del betún precipitando los asfaltenos de una muestra de ese asfalto mediante la adición de o bien pentano o bien heptano. Estos dos hidrocarburos presentan parámetros de solubilidad de Hildebrand de 14,3 y 15,1 (MPa)^{1/2}, respectivamente. En consecuencia, parámetros de solubilidad en el intervalo de 19-25 (MPa)^{1/2} o superior identificarán moléculas o partes de moléculas que presentan la capacidad de alterar la estructura de asfaltenos y en consecuencia fluidizar ese betún, mientras que moléculas o partes de moléculas con parámetros de solubilidad similares a los de los hidrocarburos C5-C7 presentan posibilidad de reflocular o coagular asfaltenos ya dispersados.

Desde un punto de vista molecular, la densidad de energía cohesiva o parámetro de solubilidad de una molécula se determina mediante su composición o constitución química. En consecuencia, también es una función de los materiales de partida y el procedimiento de fabricación utilizado para fabricar esa sustancia, o de manera más sucinta, la naturaleza de la sustancia específica. En el caso de emulsionantes, el parámetro de solubilidad también puede estar relacionado con el equilibrio hidrófilo-lipófilo (HLB) mediante la expresión:

$$HLB = \frac{(\delta - 16.8) X (54)}{\delta - 12.3}$$

En el presente trabajo, se mostró una serie de emulsionantes para demostrar la compresibilidad y el desarrollo de resistencia temprana que se observó que era una ventaja del procedimiento de la presente invención. Se observó que esos emulsionantes presentan grupos funcionales con parámetros de solubilidad en el intervalo de 24-25 (MPa)^{1/2} e hidrófobos en el intervalo de 8-16 (MPa)^{1/2}. El fallo más drástico se observó con un sistema de emulsionante con un bajo nivel de funcionalidad del tipo de requisito y el parámetro de solubilidad. El parámetro de solubilidad de todo el sistema de emulsionante estaba también bien dentro del intervalo de 30 alto a 40 bajo. Adicionalmente, la funcionalidad utilizable que estaba presente se mostró mediante estudios de modelos que están impedidos estéricamente de penetración en las regiones interfaciales de la superficie de contacto betún/agua. Por tanto, una realización preferida de la presente invención es formular las emulsiones de betún con emulsionantes compuestos por grupos funcionales y estructura que confieren la características de solubilidad requeridas (tal como se describió anteriormente) para controlar la reología interfacial dependiente de la temperatura.

Los siguientes ejemplos se proporcionan para ilustrar adicionalmente la presente invención y no debe interpretarse que limitan la invención de ninguna manera.

En los siguientes ejemplos, las composiciones bituminosas de emulsión de betún y árido se mezclaron o bien con una mezcladora de cubeta automatizada (ejemplo 1) o bien a mano (ejemplos 2-14). Las mezclas de emulsión de betún y árido se compactaron inmediatamente tras su preparación mientras que las mezclas estuvieron a las temperaturas de producción. Se utilizó un compactador giratorio del Programa Estratégico de Investigación de Carreteras (SHRP) (disponible comercialmente de Pine Instruments) para compactar las composiciones bituminosas en píldoras a un ángulo giratorio de 1,25° y una presión de ariete de 600 kPa utilizando 30 giros. Inmediatamente tras su compactación, las píldoras de la composición bituminosa se colocaron en un horno a 25°C para su curado. Tras su curado, se evaluaron las píldoras para determinar su resistencia a la compresión (es decir, estabilidad de Marshall). El valor de resistencia a la compresión obtenido tras cuatro horas de curado a temperatura ambiente (25°C) se denomina en la presente memoria "resistencia temprana". Se utilizó un estabilómetro (disponible comercialmente de Pine Instruments) para medir la resistencia a la compresión de las muestras compactadas. Los tamaños de partícula medios de cada una de las emulsiones de betún empleadas en los siguientes ejemplos fueron inferiores a 10 micras.

El árido utilizado en los siguientes ejemplos fue granito triturado conforme a las especificaciones de granulometría y propiedades para una mezcla de pavimentación nominal de granulometría densa, de 12,7 mm (1/2 pulgada) utilizada comúnmente para la producción de superficies de rodadura de pavimentos. Todas las muestras de árido se secaron en horno (110°C) antes de su utilización para eliminar la humedad. En los ejemplos de mezcla en frío comparativos, el árido se dejó enfriar hasta temperatura ambiente antes de mezclar con la emulsión bituminosa. En los ejemplos de mezcla en caliente comparativos, el árido se calentó hasta una temperatura en el intervalo de aproximadamente 140°C a 160°C antes de mezclar con betún calentado hasta una temperatura equivalente. Todas las muestras de árido clasificado eran de 1.000 gramos.

Se midió el recubrimiento utilizando una modificación del procedimiento de luminiscencia instrumental comúnmente conocido de Deneuvillers *et al.* Los valores de recubrimiento en los ejemplos a continuación se expresan en porcentajes, que indican el porcentaje medido de superficie de árido recubierta por betún.

Ejemplo 1

Se prepararon composiciones bituminosas mediante el siguiente procedimiento. Se prepararon emulsiones de betún

libres de disolvente utilizando uno de tres emulsionantes diferentes (A, B y C) a base de alquilpoliaminas a dosificaciones que oscilaban entre el 0,3% y el 0,5% en peso total de la emulsión de betún respectiva. El emulsionante A era una combinación del 0,4% en peso total de la emulsión de betún (bwe) de tripropilentetraminas de sebo C16-C18 saturadas e insaturadas y el 0,1% de bwe de monoaminas de sebo C16-C18 saturadas e insaturadas. El emulsionante B era del 0,3% de bwe de combinaciones de polipropileno-poliaminas de sebo C16-C18 saturadas e insaturadas. El emulsionante C era una combinación del 0,45% de bwe de alquilpolipropilentetramina y del 0,01%-0,05% de bwe de una mezcla de alquil(C16-C18)monoaminas, diaminas y triaminas saturadas e insaturadas. Se disolvieron los emulsionantes respectivos en agua caliente y se trataron con disolución de ácido clorhídrico para disminuir el pH hasta 2,0. Se calentó la disolución acuosa de emulsionante(s) en agua (denominada la "disolución de jabón") hasta 55°C y se añadió a un molino coloidal Atomix.

El betún empleado en este ejemplo era de origen venezolano y presentaba un alto rendimiento de PG64-22. Se calentó el betún hasta 130°C y se añadió al molino coloidal Atomix, en el que se procesó la disolución de jabón y la mezcla de betún para producir la emulsión de betún. El contenido en betún de las emulsiones de betún terminadas era de aproximadamente el 60-63% de bwe. Se diluyeron posteriormente las emulsiones de betún con agua hasta el 53,3% de contenido en betún antes de mezclar con el árido.

Tal como se indicó anteriormente, el árido utilizado era granito triturado conforme a las especificaciones de granulometría y propiedades para árido de pavimentación de capa de rodamiento nominal de 12,7 mm (1/2-pulgada). El árido, tal como se recibió de la cantera, se secó en horno para eliminar la humedad. Se separó el árido secado en fracciones de tamaño desde partículas que pasan por el tamiz de 12,5 mm hasta partículas que pasan por el tamiz de 0,075 µm. Se combinaron las fracciones en cantidades para dar una granulometría de árido conforme a la norma para árido de granulometría densa, nominal de 12,7 mm (1/2 pulgada) para pavimentos de superficie y de capa de rodamiento. Esta combinación de fracciones de árido libre de agua que cumple la norma de granulometría nominal de 1/2 se denomina árido clasificado.

Para composiciones bituminosas preparadas en este ejemplo según el procedimiento de la presente invención, se calentó el árido clasificado hasta aproximadamente 80°C en un horno mientras que se calentó la emulsión de betún hasta aproximadamente 60°C. Se colocaron aproximadamente 1.000 gramos de árido clasificado calentado en una cubeta de acero inoxidable de 3,8 litros (1 galón) y se colocó la cubeta en la mezcladora de cubeta automática. A los 1.000 gramos de árido a 80°C, con agitación, se añadieron 90 g de emulsión de betún a 60°C. Se continuó el mezclado durante 60 segundos adicionales para producir composiciones bituminosas que contenían aproximadamente el 4,8% de betún en peso total del árido clasificado.

Se añadieron inmediatamente las composiciones de betún resultantes (que presentan una temperatura en el intervalo de aproximadamente 60°C a aproximadamente 80°C) a un molde de compactación giratorio de 100 mm de diámetro, que se había precalentado hasta 60°C-80°C. Se compactaron entonces las composiciones de betún utilizando 30 giros de un compactador giratorio SHRP Pine a una presión de 600 kPa y un ángulo de giro de 1,25°.

Se colocaron las composiciones bituminosas compactadas en un horno a 25°C y se dejaron curar durante cuatro horas. Tras cuatro horas de curado, se midieron las propiedades físicas y de rendimiento de las composiciones bituminosas compactadas y curadas.

Para fines de comparación, se produjeron una serie de composiciones bituminosas de mezcla en frío que presentaban un contenido en betún y una granulometría de árido equivalentes. Se siguió el procedimiento para la producción de la composición bituminosa de la presente invención indicado anteriormente para producir estas composiciones bituminosas de mezcla en frío con la excepción de que la emulsión de betún y el árido clasificado estaban cada uno a temperatura ambiente ambiente (23°C) cuando se mezclaron en el mezclador de cubeta.

Se añadieron inmediatamente las composiciones de betún de mezcla en frío resultantes a temperatura ambiente a un molde de compactación giratorio de 100 mm de diámetro, que también estaba a temperatura ambiente. Se compactaron entonces las composiciones de betún a temperatura ambiente utilizando 30 giros de un compactador giratorio SHRP Pine a una presión de 600 kPa y un ángulo de giro de 1,25°.

Se colocaron las composiciones de betún compactadas en un horno a 25°C y se dejaron curar durante cuatro horas. Tras cuatro horas de curado, se midieron las propiedades físicas y de rendimiento de las composiciones bituminosas de mezcla en frío compactadas y curadas.

Se hizo una comparación de las composiciones bituminosas respectivas para determinar tres propiedades físicas y de rendimiento críticas, recubrimiento, densificación y desarrollo de resistencia. Las muestras compactadas preparadas mezclando y compactando la emulsión y el árido a temperaturas ambiente (es decir, según procedimientos de mezcla en frío tradicionales) mostraron propiedades físicas y de rendimiento sustancialmente diferentes a las mostradas por las composiciones bituminosas preparadas mediante el procedimiento de la presente invención. Estos resultados se enumeran en la tabla I a continuación.

65

Tabla I

Propiedad física o de rendimiento	Procedimiento de la presente invención			Procedimiento de mezcla en frío		
	Emulsionante A	Emulsionante B	Emulsionante C	Emulsionante A	Emulsionante B	Emulsionante C
Recubrimiento (%)	99	94	94	95	89	99
Altura de la muestra (mm)	62,4	62,7	62,2	66,1	66,0	65,8
Resistencia a la compresión tras 4 horas a 25°C	13,3 kN (3000 lb-f)	13,8 kN (3100 lb-f)	14,8 kN (3325 lb-f)	9,3 kN (2100 lb-f)	6,5 kN (1460 lb-f)	8,9 kN (2000 lb-f)

5 Tal como se muestra en la tabla 1, las composiciones bituminosas de la presente invención presentaban niveles de recubrimiento del árido del 94% al 99%. Las mezclas dieron composiciones bituminosas compactadas (píldoras) con alturas que oscilaban entre 62,2 y 62,7 mm tras la compactación, que eran sustancialmente más densas que las píldoras de mezcla en frío. Las mismas composiciones bituminosas compactadas preparadas según el procedimiento de la presente invención presentaban valores de resistencia a la compresión (lb-f) tras el almacenamiento a 25°C cuatro horas de 13,3 a 14,8 kN (3.000 – 3.235 lb-f), que eran sustancialmente mayores que los mostrados por los ejemplos de mezcla en frío. Tal como se mencionó previamente, este valor de resistencia a la compresión, obtenido tras sólo cuatro horas de curado a temperatura ambiente, se denomina en la presente memoria “resistencia temprana.”

15 La emulsión del ejemplo 1 utilizada en las evaluaciones mostradas en la figura 1 contenía el 0,5% en peso total de emulsión de betún (bwe) de emulsionante (polialquilenpoliaminas de sebo) al 60% de residuo de betún PG64-22. Las emulsiones de betún producidas mediante el procedimiento de la presente invención muestran estabilidades a alta cizalladura a las temperaturas elevadas de la presente invención (es decir, de aproximadamente 50°C a aproximadamente 120°C). La figura 1 muestra el efecto de la exposición de una emulsión de betún (formulada y producida según las enseñanzas de esta invención) a velocidades de cizalladura crecientes utilizando un reómetro TA a temperaturas variables. En estos experimentos, se aumentó la velocidad de cizalladura desde 0 hasta 1.000 segundos⁻¹ en 120 segundos. Puesto que la alta cizalladura inducía coalescencia de la emulsión a 25°C, el instrumento experimentó sobrecarga de par de torsión. Tras elevar el rotor del reómetro, se observó betún coalescido, negro y podían detectarse granos de gotitas coalescidas grandes en lo que quedaba de la emulsión líquida original. A 80°C, la emulsión muestra una disminución suave en la viscosidad con la velocidad de cizalladura creciente.

Ejemplo 2

30 También se compararon las propiedades físicas y de rendimiento de composiciones bituminosas preparadas utilizando el procedimiento de la presente invención con las propiedades de mezclas de betún y árido preparadas según metodologías de asfalto de mezcla en caliente tradicionales. Todas las composiciones bituminosas en este ejemplo contenían betún PG70-22 de alto rendimiento, disponible comercialmente y se prepararon con un contenido en betún del 4,8% en peso total del árido clasificado.

35 Se prepararon composiciones bituminosas mediante el siguiente procedimiento. Se prepararon emulsiones de betún libres de disolvente utilizando emulsionante de polialquilenpoliaminas de sebo al 1,0% en peso total de la emulsión de betún (bwe). Se disolvió el emulsionante en agua caliente y se trató con disolución de ácido clorhídrico para disminuir el pH hasta 2,0. Se calentó la disolución acuosa de emulsionante(s) en agua (denominada la “disolución de jabón”) hasta 55°C y se añadió a un molino coloidal Atomix.

40 El betún empleado en este ejemplo era un PG70-22 de alto rendimiento, disponible comercialmente. Se calentó el betún hasta 130°C y se añadió al molino coloidal Atomix, en el que se procesó la disolución de jabón y la mezcla de betún para producir emulsión de betún. El contenido en betún de la emulsión de betún terminada era de aproximadamente el 60-63% de bwe. Se diluyeron posteriormente las emulsiones de betún con agua hasta el 53,3% de contenido en betún antes de mezclar con el árido.

45 Para composiciones bituminosas preparadas en este ejemplo según el procedimiento de la presente invención, se calentó el árido clasificado del ejemplo 1 hasta aproximadamente 80°C en un horno mientras que se calentó la emulsión de betún hasta aproximadamente 60°C. Se colocaron aproximadamente 1.000 gramos de árido clasificado calentado en una cubeta de acero inoxidable de 3,7 litros (1 galón). A los 1.000 gramos de árido a 80°C, se añadieron 90 g de emulsión de betún a 60°C. Se agitó la mezcla a mano durante aproximadamente 60 segundos para producir las composiciones bituminosas que contenían aproximadamente el 4,8% de betún en peso total del árido clasificado.

5 Se añadieron inmediatamente las composiciones de betún resultantes (que presentaban una temperatura en el intervalo de aproximadamente 60°C a aproximadamente 80°C) a un molde de compactación giratorio de 100 mm de diámetro, que se había precalentado hasta 60°C-80°C. Se compactaron entonces las composiciones de betún utilizando 30 giros de un compactador giratorio SHRP Pine a una presión de 600 kPa y un ángulo de giro de 1,25°.

10 Se colocaron las composiciones bituminosas compactadas en un horno a 25°C y se dejaron curar durante cuatro horas. Tras cuatro horas de curado, se midieron las propiedades físicas y de rendimiento de las composiciones bituminosas compactadas y curadas.

15 Para fines de comparación, se preparó una muestra de mezcla en caliente que presentaba un contenido en betún y una granulometría de árido equivalentes según procedimientos de laboratorio convencionales para la preparación de composiciones bituminosas de mezcla en caliente. Se preparó el árido clasificado como en el ejemplo 1. Se colocaron aproximadamente 1.000 gramos de árido clasificado calentado hasta 140°C en una cubeta de acero inoxidable de 3,8 litros (1 galón). A los 1.000 gramos de árido calentado se añadieron 48 gramos de un betún PG70-22, que se había calentado previamente hasta 140°C. Se agitó la mezcla a mano durante aproximadamente 30 segundos para distribuir el betún sobre la superficie del árido caliente. Se devolvió el árido recubierto al horno y se calentó hasta que la temperatura alcanzó 140°C. Se retiró la composición bituminosa de mezcla en caliente resultante y se agitó una segunda vez a mano durante 30 segundos, luego se transfirió a un molde de compactación giratorio de 100 mm que se había calentado previamente hasta 140°C. Se devolvieron el molde de compactación giratorio y la composición bituminosa al horno a 140°C durante 20 minutos. Se compactó entonces la composición de betún de mezcla en caliente utilizando 30 giros de un compactador giratorio SHRP Pine a una presión de 600 kPa y un ángulo de giro de 1,25°.

25 Se colocaron las composiciones bituminosas de mezcla en caliente compactadas en un horno a 25°C y se dejaron curar durante cuatro horas. Tras cuatro horas de curado, se midieron las propiedades físicas y de rendimiento de las composiciones bituminosas de mezcla en caliente compactadas y curadas.

30 Se preparó una segunda composición bituminosa de mezcla en caliente compactada según el procedimiento de mezcla en caliente mencionado anteriormente excepto porque la temperatura utilizada en todas las etapas de mezclado, calentamiento y compactación era de 160°C en lugar de 140°C.

35 Para fines de comparación adicionales, se produjo una composición bituminosa de mezcla en frío que presentaba un contenido en betún y una granulometría de árido equivalentes. Se siguió el procedimiento para la producción de la composición bituminosa de la presente invención indicado anteriormente para producir estas composiciones bituminosas de mezcla en frío con la excepción de que la emulsión de betún y el árido clasificado estaban cada uno a temperatura ambiente (23°C) cuando se mezclaron en la cubeta.

40 Se añadieron inmediatamente las composiciones de betún de mezcla en frío resultantes a temperatura ambiente a un molde de compactación giratorio de 100 mm de diámetro, que también estaba a temperatura ambiente. Se compactaron entonces las composiciones de betún a temperatura ambiente utilizando 30 giros de un compactador giratorio SHRP Pine a una presión de 600 kPa y un ángulo de giro de 1,25°.

45 Se colocaron las composiciones de betún compactadas en un horno a 25°C y se dejaron curar durante cuatro horas. Tras cuatro horas de curado, se midieron las propiedades físicas y de rendimiento de las composiciones bituminosas de mezcla en frío compactadas y curadas.

50 Se utilizaron procedimientos volumétricos convencionales en todas las mezclas (las preparadas mediante el procedimiento de la presente invención, así como las mezclas en caliente y mezclas en frío) para determinar los huecos de aire (Pa). La tabla II muestra que las mezclas preparadas mediante el procedimiento de la presente invención se compactaban más eficazmente que o bien las mezclas en caliente o bien las mezclas en frío. La tabla II muestra además que las emulsiones bituminosas preparadas mediante el procedimiento de la presente invención dieron huecos de aire (Pa) que eran comparables con las de las muestras de mezcla en caliente y mejoraron sustancialmente con respecto a las de la muestra de mezcla en frío. Se recubrieron completamente todas las muestras (es decir, porcentaje de recubrimiento mayor del 99%).

Tabla II

Propiedades físicas y de rendimiento	Mezcla en frío con PG70-22 (20-23°C)	Mezcla en caliente con PG70-22 (140°C)	Mezcla en caliente con PG70-22 (160°C)	Procedimiento de la presente invención
Altura de la píldora promedio (mm) y desv. est.	64,8 +/- 0,6	63,7 +/- 0,0	63,7 +/- 0,4	62,6 +/- 0,5

ES 2 590 257 T3

Curado temprano: Resistencia a la compresión tras 4 horas a 25°C	4,7 kN (1050 lb-f)	20,5 kN (4600 lb-f)	21,4 kN (4800 lb-f)	10,9 kN (2450 lb-f)
Curado completo: Resistencia a la compresión tras 24 horas a 60°C (lb-f)	18,3 kN (4125 lb-f)	20,7 kN (4650 lb-f)	22,7 kN (5100 lb-f)	21,7 kN (4875 lb-f)
% de huecos de aire, Pa	10,24	8,22	8,70	6,86

Ejemplo 3

5 Se produjeron y compactaron composiciones bituminosas de la presente invención utilizando el procedimiento del ejemplo 2. Se prepararon emulsiones de betún libres de disolvente utilizando emulsionante de polialquilenpoliaminas de sebo al 0,5% en peso total de la emulsión de betún (bwe). El betún empleado en este ejemplo era betún PG64-22 de alto rendimiento, disponible comercialmente modificado con polímero de estireno-butadieno-estireno (SBS).
10 Todas las composiciones bituminosas en este ejemplo contenían este betún PG64-22 modificado y se preparó cada una con un contenido en betún del 4,8% en peso total del árido clasificado.

15 Para fines de comparación, se produjo y compactó una composición bituminosa de mezcla en caliente que presentaba un contenido en betún y una granulometría de árido equivalentes a la composición bituminosa indicado anteriormente utilizando el procedimiento del ejemplo 2.

20 Para fines de comparación adicionales, también se produjo una composición bituminosa de mezcla en frío que presentaba un contenido en betún y una granulometría de árido equivalentes. Se siguió el procedimiento para la producción de la composición bituminosa de la presente invención indicado anteriormente para producir estas composiciones bituminosas de mezcla en frío con la excepción de que la emulsión de betún y el árido clasificado estaban cada uno a temperatura ambiente ambiente (23°C) cuando se mezclaron en la cubeta.

25 Se midieron las propiedades físicas y de rendimiento de las composiciones bituminosas compactadas y curadas respectivas y los resultados se muestran en la tabla III a continuación.

Tabla III

Propiedades físicas y de rendimiento	Mezcla en frío con SBS (20-23°C)	Mezcla en caliente con SBS (160°C)	Procedimiento de la presente invención
Altura de la píldora promedio (mm) y desv. est.	64,8 +/- 0,1	63,8 +/- 0,4	62,6 +/- 0,5
Curado temprano: Resistencia a la compresión tras 4 horas a 25°C	6,0 kN (1350 lb-f)	28,8 kN (6400 lb-f)	15,1 kN (3400 lb-f)
Curado completo: Resistencia a la compresión tras 24 horas a 60°C	21,7 kN (4875 lb-f)	No se realizó	25,6 kN (5750 lb-f)
% de huecos de aire, Pa	8,86	No se realizó	4,92

Ejemplo 4

30 Se produjeron y compactaron composiciones bituminosas utilizando el procedimiento del ejemplo 2. Se prepararon emulsiones de betún libres de disolvente utilizando emulsionantes de alquilquilenpoliamina en dosificaciones que oscilaban entre el 1,0% y el 0,5% en peso total de la emulsión de betún (bwe). El betún empleado en este ejemplo era un PG64-22 no modificado de alto rendimiento, disponible comercialmente. Todas las composiciones bituminosas en este ejemplo contenían este betún PG64-22 y se preparó cada una con un contenido en betún del 4,8% en peso total del árido clasificado.

35 Para fines de comparación, se produjeron composiciones bituminosas de mezcla en frío que presentaban un contenido en betún y una granulometría de árido equivalentes. Se siguió el procedimiento para la producción de la composición bituminosa de la presente invención indicado anteriormente para producir estas composiciones bituminosas de mezcla en frío con la excepción de que la emulsión de betún y el árido clasificado estaban cada uno a temperatura ambiente ambiente (23°C) cuando se mezclaron en la cubeta.
40

Se midieron las propiedades físicas y de rendimiento de las composiciones bituminosas compactadas y curadas respectivas y los resultados se muestran en la tabla IV a continuación.

5

Tabla IV

Dosificación de emulsionante (%)	Mezcla en frío		Presente invención			
	Altura de píldora (mm)	Resistencia a la compresión tras curar 4 horas a 25°C	Altura de píldora (mm)	Aumento en densificación - cambio en Pa frente a mezcla en frío (delta Pa)	Resistencia a la compresión tras curar 4 horas a 25°C	Aumento en el desarrollo de resistencia - porcentaje de cambio frente a mezcla en frío
1,0	65,5	3,8 kN (850 lb-f)	62,6	-3,48	9,8 kN (2200 lb-f)	159%
0,75	66,0	4,2 kN (950 lb-f)	62,9	-3,72	11,1 kN (2500 lb-f)	163%
0,5	65,8	6,2 kN (1400 lb-f)	63,5	-2,76	11,6 kN (2600 lb-f)	86%

Tal como se muestra en la tabla IV, las píldoras preparadas con las composiciones bituminosas de la presente invención mostraron valores de resistencia a la compresión tras curar a 25°C durante cuatro horas que eran el 86%-163% mayores que las composiciones bituminosas de mezcla en frío a base de emulsión, formuladas de manera idéntica preparadas y compactadas en condiciones de laboratorio ambientales. Adicionalmente, las composiciones bituminosas producidas mediante el procedimiento de la presente invención mostraron una densificación sustancialmente mejorada en comparación con las composiciones de mezcla en frío. Asimismo, las presentes composiciones bituminosas presentaban huecos de aire (Pa) calculadas de 2,76 a 3,72 puntos porcentuales inferiores a los valores de Pa de las muestras de mezcla en frío comparables (cada mm de altura de píldora corresponde aproximadamente a un 1,2% de contenido en aire de la muestra).

Ejemplo 5

Se produjeron composiciones bituminosas de la presente invención mediante el procedimiento de la presente invención y se compactaron utilizando el procedimiento del ejemplo 2. Se prepararon emulsiones de betún libres de disolvente utilizando emulsionante de polialquilenpoliamina de sebo en dosificaciones que oscilaban entre el 1,0% y el 0,5% en peso total de la emulsión de betún (bwe). El betún empleado en este ejemplo era un PG70-22 de alto rendimiento, disponible comercialmente. Todas las composiciones bituminosas en este ejemplo contenían este betún PG70-22 y se preparó cada una con un contenido en betún del 4,8% en peso total del árido clasificado.

Para fines de comparación, se produjeron composiciones bituminosas de mezcla en frío que presentaban un contenido en betún y una granulometría de árido equivalentes. Se siguió el procedimiento para la producción de la composición bituminosa de la presente invención indicado anteriormente para producir estas composiciones bituminosas de mezcla en frío con la excepción de que la emulsión de betún y el árido clasificado estaban cada uno a temperatura ambiente (23°C) cuando se mezclaron en la cubeta.

Se midieron las propiedades físicas y de rendimiento de las composiciones bituminosas compactadas y curadas respectivas y los resultados se muestran en la tabla V a continuación.

35

Tabla V

Dosificación de emulsionante (%)	Mezcla en frío		Presente invención	
	Altura de píldora (mm)	Resistencia a la compresión	Altura de píldora (mm)	Resistencia a la compresión (lb-f)
1,0	63,8	5,8 kN (1300 lb-f)	62,1	2850
0,75	65,6	6,9 kN (1550 lb-f)	62,4	3750
0,5	66,5	8,9 kN (2000 lb-f)	63,1	3050

Tal como se muestra en la tabla V, las píldoras preparadas con las composiciones bituminosas del procedimiento de la presente invención mostraron valores de resistencia a la compresión tras curar a 25°C durante cuatro horas que eran el 52%-142% mayores que las composiciones bituminosas de mezcla en frío a base de emulsión, formuladas

40

de manera idéntica preparadas y compactadas en condiciones de laboratorio ambientales. Adicionalmente, las composiciones bituminosas del procedimiento de la presente invención mostraron una compactación sustancialmente mejorada en comparación con las composiciones de mezcla en frío análogas tal como se midió mediante las alturas de las muestras de píldora.

Ejemplo 6

Se produjeron composiciones bituminosas mediante el procedimiento de la presente invención y se compactaron utilizando el procedimiento del ejemplo 2. Se prepararon emulsiones de betún libres de disolvente utilizando emulsionante de polialquilenpoliamina de sebo en dosificaciones que oscilaban entre el 1,0% y el 0,5% en peso total de la emulsión de betún (bwe). El betún empleado en este ejemplo era un betún PG64-22 de alto rendimiento, disponible comercialmente modificado con copolímero de bloque de estireno-butadieno-estireno. Todas las composiciones bituminosas en este ejemplo contenían este betún PG64-22 modificado y se preparó cada una con un contenido en betún del 4,8% en peso total del árido clasificado.

Para fines de comparación, se produjeron composiciones bituminosas de mezcla en frío que presentaban un contenido en betún y una granulometría de árido equivalentes. Se siguió el procedimiento para la producción de la composición bituminosa de la presente invención indicado anteriormente para producir estas composiciones bituminosas de mezcla en frío con la excepción de que la emulsión de betún y el árido clasificado estaban cada uno a temperatura ambiente ambiente (23°C) cuando se mezclaron en la cubeta.

Se midieron las propiedades físicas y de rendimiento de las composiciones bituminosas compactadas y curadas respectivas y los resultados se muestran en la tabla VI a continuación.

Tabla VI

Dosificación de emulsionante (%)	Mezcla en frío		Presente invención	
	Altura de píldora (mm)	Resistencia a la compresión	Altura de píldora (mm)	Resistencia a la compresión
1,0	65,2	5,3 kN (1200 lb-f)	63,0	13,6 kN (3050 lb-f)
0,75	65,6	6,4 kN (1450 lb-f)	62,9	12,5 kN (2800 lb-f)
0,5	66,5	7,3 kN (1650 lb-f)	63,2	11,8 kN (2650 lb-f)

Tal como se muestra en la tabla VI, las píldoras preparadas con las composiciones bituminosas del procedimiento de la presente invención mostraron valores de resistencia a la compresión tras curar a 25°C durante cuatro horas que eran mayores que las composiciones bituminosas de mezcla en frío a base de emulsión, formuladas de manera idéntica preparadas y compactadas en condiciones de laboratorio ambientales. Adicionalmente, las composiciones bituminosas del procedimiento de la presente invención mostraron una compactación sustancialmente mejorada en comparación con las composiciones de mezcla en frío análogas tal como se midió mediante las alturas de las muestras de píldora.

Ejemplo 7

Se produjeron composiciones bituminosas mediante el procedimiento de la presente invención y se compactaron utilizando el procedimiento del ejemplo 2. Se prepararon emulsiones de betún libres de disolvente utilizando emulsionante de polialquilenpoliamina de sebo al 0,5% en peso total de la emulsión de betún (bwe). El betún empleado en este ejemplo era un betún PG64-22 de alto rendimiento, disponible comercialmente modificado mediante la adición de caucho de estireno-butadieno (SBR). Se examinaron dos niveles de modificación de betún: el 1% de SBR de bwe y el 3% de SBR de bwe. Todas las composiciones bituminosas en este ejemplo contenían betún PG64-22 modificado y se preparó cada una con un contenido en betún del 4,8% en peso total del árido clasificado.

Para fines de comparación, se produjeron composiciones bituminosas de mezcla en frío que presentaban un contenido en betún y una granulometría de árido equivalentes. Se siguió el procedimiento de la presente invención para la producción de la composición bituminosa indicado anteriormente para producir estas composiciones bituminosas de mezcla en frío con la excepción de que la emulsión de betún y el árido clasificado estaban cada uno a temperatura ambiente ambiente (23°C) cuando se mezclaron en la cubeta.

Se midieron las propiedades físicas y de rendimiento de las composiciones bituminosas compactadas y curadas respectivas y los resultados se muestran en la tabla VII a continuación.

Tabla VII

Nivel de modificación con SBR	Mezcla en frío		Presente invención	
	Altura de píldora (mm)	Resistencia a la compresión	Altura de píldora (mm)	Resistencia a la compresión
1% de bwe	66,8	4,23 kN (950 lb-f)	63,2	13,6 kN (3050 lb-f)
3% de bwe	67,1	4,01 kN (900 lb-f)	63,4	12,5 kN (2800 lb-f)

5 Tal como se muestra en la tabla VII, las píldoras preparadas con las composiciones bituminosas del procedimiento de la presente invención preparadas al 1% de SBR de bwe mostraron valores de resistencia a la compresión tras curar a 25°C durante cuatro horas que eran más del 220% superiores a las de composiciones bituminosas de mezcla en frío a base de emulsión, formuladas de manera idéntica preparadas y compactadas en condiciones de laboratorio ambientales, mientras que las píldoras preparadas al 3% de SBR de bwe mostraron un aumento del 210% en la resistencia a la compresión con respecto a las píldoras de mezcla en frío correspondientes. Adicionalmente, las composiciones bituminosas del procedimiento de la presente invención mostraron una compactación sustancialmente mejorada en comparación con las composiciones de mezcla en frío análogas tal como se midió mediante las alturas de las muestras de píldora.

Ejemplo 8

15 Se produjeron composiciones bituminosas mediante el procedimiento de la presente invención y se compactaron utilizando el procedimiento del ejemplo 2. Se prepararon emulsiones de betún libres de disolvente utilizando condensado de aceite de bogol modificado de polietileno-poliamina en dosificaciones que oscilaban entre el 1,0% y el 1,5% en peso total de la emulsión de betún (bwe). Se emplearon tres tipos de betún de alto rendimiento, disponibles comercialmente en este ejemplo: un PG64-22, un PG78-28 y un PG64-22 modificado con estireno-butadieno-estireno (SBS). Se preparó cada una de las composiciones bituminosas con un contenido en betún del 4,8% en peso total del árido clasificado.

25 La emulsión de betún utilizada en las evaluaciones mostradas en la figura 2, producida en el ejemplo 7 a continuación, contiene el 1,0% de bwe de emulsionante (condensado de ácido graso de aceite de bogol modificado de polietileno-poliamina).

30 Para fines de comparación, se produjeron composiciones bituminosas de mezcla en frío que presentaban un contenido en betún y una granulometría de árido equivalentes. Se siguió el procedimiento de la presente invención indicado anteriormente para producir estas composiciones bituminosas de mezcla en frío con la excepción de que la emulsión de betún y el árido clasificado estaban cada uno a temperatura ambiente ambiente (23°C) cuando se mezclaron en la cubeta.

35 Se midieron las propiedades físicas y de rendimiento de las composiciones bituminosas compactadas y curadas respectivas y los resultados se muestran en la tabla VIII a continuación.

Tabla VIII

Tipo de betún	Dosificación de emulsionante (%)	Mezcla en frío		Presente invención	
		Altura de píldora (mm)	Resistencia a la compresión	Altura de píldora (mm)	Resistencia a la compresión
PG64-22	1,0	65,5	3,6 kN (800 lb-f)	62,3	10,9 kN (2450 lb-f)
	1,5	62,6	4,3 kN (975 lb-f)	62,5	8,7 kN (1950 lb-f)
PG78-28	1,5	63,6	7,1 kN (1600 lb-f)	62,8	16,0 kN (3600 lb-f)
Modificado con SBS	1,0	65,2	5,1 kN (1150 lb-f)	62,8	12,0 kN (2700 lb-f)
	1,5	63,1	5,2 kN (1175 lb-f)	63,0	12,7 kN (2850 lb-f)

40 Tal como se muestra en la tabla VIII, las píldoras preparadas con las composiciones bituminosas del procedimiento de la presente invención mostraron valores de resistencia a la compresión tras curar a 25°C durante cuatro horas

que eran mayores que las composiciones bituminosas de mezcla en frío a base de emulsión, formuladas de manera idéntica preparadas y compactadas en condiciones de laboratorio ambientales. Adicionalmente, las composiciones bituminosas del procedimiento de la presente invención mostraron una compactación mejorada en comparación con las composiciones de mezcla en frío análogas tal como se midió mediante las alturas de las muestras de píldora.

La figura 2 muestra resultados comparables utilizando una emulsión diferente. La emulsión de betún utilizada en las evaluaciones mostradas en la figura 2 contenía el 1,0% de bwe de emulsionante (condensado de ácido graso de aceite de bogol modificado de polietileno poliamina) al 60% de residuo de betún PG64-22 (un betún de alto rendimiento modificado con un copolímero de bloque de estireno-butadieno-estireno). De nuevo, a 25°C, el análisis mostró el aumento de viscosidad irregular a medida que la velocidad de cizalladura aumentaba desde 0 hasta 1.000 segundos⁻¹. A 60°C, la viscosidad disminuyó de manera constante a medida que la velocidad de cizalladura (y la tensión de corte) aumentaban.

Ejemplo 9

Se produjeron y compactaron composiciones bituminosas utilizando el procedimiento del ejemplo 2. Se prepararon emulsiones de betún libres de disolvente utilizando como emulsionante condensado de ácido graso C16-C18 modificado y no modificado de polietileno poliamina en dosificaciones que oscilaban entre el 1,0% y el 1,5% en peso total de la emulsión de betún (bwe). Se emplearon tres tipos de betún de alto rendimiento, disponibles comercialmente en este ejemplo: un PG64-22, un PG70-22 y un PG64-22 modificado con estireno-butadieno-estireno (SBS). Se preparó cada una de las composiciones bituminosas con un contenido en betún del 4,8% en peso total del árido clasificado.

Para fines de comparación, se produjeron composiciones bituminosas de mezcla en frío que presentaban un contenido en betún y una granulometría de árido equivalentes. Se siguió el procedimiento de la presente invención indicado anteriormente para producir estas composiciones bituminosas de mezcla en frío con la excepción de que la emulsión de betún y el árido clasificado estaban cada uno a temperatura ambiente ambiente (23°C) cuando se mezclaron en la cubeta.

Se midieron las propiedades físicas y de rendimiento de las composiciones bituminosas compactadas y curadas respectivas y los resultados se muestran en la tabla IX a continuación.

Tabla IX

Tipo de betún	Dosificación de emulsionante (%)	Mezcla en frío		Presente invención	
		Altura de píldora (mm)	Resistencia a la compresión	Altura de píldora (mm)	Resistencia a la compresión
PG64-22	1,0	65,6	4,0 kN (900 lb-f)	62,9	8,0 kN (1800 lb-f)
	0,75	65,7	4,0 kN (900 lb-f)	62,7	8,0 kN (1800 lb-f)
PG70-22	0,75	65,9	6,0 kN (1350 lb-f)	62,0	11,6 kN (2600 lb-f)
Modificado con SBS	0,50	66,7	6,7 kN (1500 lb-f)	64,0	16,5 kN (3700 lb-f)

Tal como se muestra en la tabla IX, las píldoras preparadas con las composiciones bituminosas del procedimiento de la presente invención mostraron valores de resistencia a la compresión tras curar a 25°C durante cuatro horas que eran mayores que las composiciones bituminosas de mezcla en frío a base de emulsión, formuladas de manera idéntica preparadas y compactadas en condiciones de laboratorio ambientales. Adicionalmente, las composiciones bituminosas del procedimiento de la presente invención mostraron una compactación sustancialmente mejorada en comparación con las composiciones de mezcla en frío análogas tal como se midió mediante las alturas de las muestras de píldora.

La figura 3 también muestra resultados comparables en aún otra emulsión de betún formulada de manera diferente. La emulsión de betún utilizada en las evaluaciones mostradas en la figura 3 contenía el 0,75% de bwe de emulsionante (condensado de ácido graso C16-C18 modificado y no modificado de polietileno poliamina) al 60% de residuo de betún PG70-22.

Ejemplo 10

Se produjeron composiciones bituminosas mediante el procedimiento de la presente invención y se compactaron utilizando el procedimiento del ejemplo 2. Se prepararon emulsiones de betún libres de disolvente utilizando emulsionante de alquilaminas cuaternarias al 0,75% en peso total de la emulsión de betún (bwe). Se emplearon tres

tipos de betún de alto rendimiento, disponibles comercialmente en este ejemplo: un PG64-22, un PG70-22 y un PG64-22 modificado con estireno-butadieno-estireno (SBS). Se preparó cada una de las composiciones bituminosas con un contenido en betún del 4,8% en peso total del árido clasificado.

5 Para fines de comparación, se produjeron composiciones bituminosas de mezcla en frío que presentaban un contenido en betún y una granulometría de árido equivalentes. Se siguió el procedimiento de la presente invención para la producción de la composición bituminosa indicado anteriormente para producir estas composiciones bituminosas de mezcla en frío con la excepción de que la emulsión de betún y el árido clasificado estaban cada uno a temperatura ambiente ambiente (23°C) cuando se mezclaron en la cubeta.

10 Se midieron las propiedades físicas y de rendimiento de las composiciones bituminosas compactadas y curadas respectivas y los resultados se muestran en la tabla X a continuación.

Tabla X

15

Tipo de betún	Mezcla en frío		Presente invención	
	Altura de píldora (mm)	Resistencia a la compresión	Altura de píldora (mm)	Resistencia a la compresión
PG64-22	63,5	5,1 kN (1150 lb-f)	62,7	9,8 kN (2200 lb-f)
PG70-22	63,5	4,9 kN (1100 lb-f)	63,2	11,1 kN (2500 lb-f)
Modificado con SBS	64,3	5,6 kN (1250 lb-f)	63,5	9,6 kN (2150 lb-f)

20 Tal como se muestra en la tabla X, las píldoras preparadas con las composiciones bituminosas del procedimiento de la presente invención mostraron valores de resistencia a la compresión tras curar a 25°C durante cuatro horas que eran mayores que las composiciones bituminosas de mezcla en frío a base de emulsión, formuladas de manera idéntica preparadas y compactadas en condiciones de laboratorio ambientales. Adicionalmente, las composiciones bituminosas del procedimiento de la presente invención mostraron una compactación mejorada en comparación con las composiciones de mezcla en frío análogas tal como se midió mediante las alturas de las muestras de píldora.

Ejemplo 11

25

Se produjeron composiciones bituminosas mediante el procedimiento de la presente invención y se compactaron utilizando el procedimiento del ejemplo 2. Se prepararon emulsiones de betún libres de disolvente utilizando como emulsionante una combinación de polialquilenpoliamina de sebo y resinas naturales aminadas de la clase general conocida como resinas de quebracho al 1,5% en peso total de la emulsión de betún (bwe). Se emplearon dos tipos de betún de alto rendimiento, disponibles comercialmente en este ejemplo: un PG64-22 y un PG64-22 modificado con estireno-butadieno-estireno (SBS). Se preparó cada una de las composiciones bituminosas con un contenido en betún del 4,8% en peso total del árido clasificado.

30

35 Para fines de comparación, se produjeron composiciones bituminosas de mezcla en frío que presentaban un contenido en betún y una granulometría de árido equivalentes. Se siguió el procedimiento de la presente invención para la producción de la composición bituminosa indicado anteriormente para producir estas composiciones bituminosas de mezcla en frío con la excepción de que la emulsión de betún y el árido clasificado estaban cada uno a temperatura ambiente ambiente (23°C) cuando se mezclaron en la cubeta.

40 Se midieron las propiedades físicas y de rendimiento de las composiciones bituminosas compactadas y curadas respectivas y los resultados se muestran en la tabla XI a continuación.

Tabla XI

45

Tipo de betún	Mezcla en frío		Presente invención	
	Altura de píldora (mm)	Resistencia a la compresión	Altura de píldora (mm)	Resistencia a la compresión
PG64-22	64,8	3,8 kN (850 lb-f)	62,9	8,8 kN (1975 lb-f)
Modificado con SBS	64,0	4,9 kN (1100 lb-f)	62,7	10,9 kN (2450 lb-f)

Tal como se muestra en la tabla XI, las píldoras preparadas con las composiciones bituminosas del procedimiento de la presente invención mostraron valores de resistencia a la compresión tras curar a 25°C durante cuatro horas que eran mayores que las composiciones bituminosas de mezcla en frío a base de emulsión, formuladas de manera

idénticas preparadas y compactadas en condiciones de laboratorio ambientales. Adicionalmente, las composiciones bituminosas del procedimiento de la presente invención mostraron una compactación mejorada en comparación con las composiciones de mezcla en frío análogas tal como se midió mediante las alturas de las muestras de píldora.

5 **Ejemplo 12**

Se produjo y compactó una composición bituminosa utilizando el procedimiento del ejemplo 2. Se preparó una emulsión de betún libre de disolvente utilizando como emulsionante una combinación del 0,2% en peso total de la emulsión de betún (bwe) de polialquilenpoliaminas de sebo y el 0,8% de bwe de condensado de polietilenpoliamina de ácidos grasos modificados y no modificados. El betún empleado en este ejemplo era un betún PG64-22 de alto rendimiento, disponible comercialmente. Cada una de las composiciones bituminosas en este ejemplo contenía betún PG64-22 y se preparó con un contenido en betún del 4,8% en peso total del árido clasificado.

15 Para fines de comparación, se produjo una composición bituminosa de mezcla en frío que presentaba un contenido en betún y una granulometría de árido equivalentes. Se siguió el procedimiento de la presente invención para la producción de la composición bituminosa indicado anteriormente para producir la composición bituminosa de mezcla en frío con la excepción de que la emulsión de betún y el árido clasificado estaban cada uno a temperatura ambiente (23°C) cuando se mezclaron en la cubeta.

20 Se midieron las propiedades físicas y de rendimiento de las composiciones bituminosas compactadas y curadas respectivas y los resultados se muestran en la tabla XII a continuación.

Tabla XII

Tipo de betún	Mezcla en frío		Presente invención	
	Altura de píldora (mm)	Resistencia a la compresión	Altura de píldora (mm)	Resistencia a la compresión
PG64-22	66,3	3,8 kN (850 lb-f)	63,1	10,7 kN (2400 lb-f)

25 Tal como se muestra en la tabla XII, las píldoras preparadas con la composición bituminosa del procedimiento de la presente invención mostraron un valor de resistencia a la compresión tras curar a 25°C durante cuatro horas que era mayor que las composiciones bituminosas de mezcla en frío a base de emulsión, formuladas de manera idéntica preparadas y compactadas en condiciones de laboratorio ambientales. Adicionalmente, la composición bituminosa del procedimiento de la presente invención mostró una compactación mejorada en comparación con la composición de mezcla en frío análoga tal como se midió mediante las alturas de las muestras de píldora.

35 **Ejemplo 13**

Se prepararon composiciones bituminosas del procedimiento de la presente invención mediante el siguiente procedimiento. Se prepararon emulsiones de betún libres de disolvente utilizando emulsionante de polialquilenpoliaminas de sebo al 0,5% en peso total de la emulsión de betún (bwe). Se disolvió el emulsionante en agua caliente y se trató con disolución de ácido clorhídrico para disminuir el pH hasta 2,0. Se calentó la disolución acuosa de emulsionante(s) en agua (denominada la "disolución de jabón") hasta 55°C y se añadió a un molino coloidal Atomix.

45 El betún empleado en este ejemplo era un PG64-22 de alto rendimiento, disponible comercialmente. Se calentó el betún hasta 130°C y se añadió al molino coloidal Atomix, en el que se procesó la disolución de jabón y la mezcla de betún para producir emulsión de betún. El contenido en betún de la emulsión de betún terminada era de aproximadamente el 60-63% de bwe. Se diluyeron posteriormente las emulsiones de betún con agua hasta el 53,3% del contenido en betún antes de mezclar con el árido.

50 Se calentó el árido clasificado del ejemplo 1 hasta aproximadamente 80°C en un horno mientras que se calentó la emulsión de betún hasta aproximadamente 60°C. Se colocaron aproximadamente 1.000 gramos de árido clasificado calentado en una cubeta de acero inoxidable de 3,8 litros (1 galón). A los 1.000 gramos de árido a 80°C, se añadieron 90 g de emulsión de betún a 60°C. Se agitó la mezcla a mano durante aproximadamente 60 segundos para producir las composiciones bituminosas que contenían aproximadamente el 4,8% de betún en peso total del árido clasificado.

55 Se añadió inmediatamente una de las composiciones de betún resultantes (que presentaba una temperatura en el intervalo de aproximadamente 60°C a aproximadamente 80°C) a un molde de compactación giratorio de 100 mm de diámetro, que se había precalentado hasta 60°C-80°C. Se compactaron entonces las composiciones de betún utilizando 30 giros de un compactador giratorio SHRP Pine a una presión de 600 kPa y un ángulo de giro de 1,25°. Se colocó posteriormente la composición bituminosa compactada en un horno a 25°C y se dejó curar durante cuatro horas. Tras cuatro horas de curado, se midieron las propiedades físicas y de rendimiento de la composición

bituminosa compactada y curada.

5 Se cargó inmediatamente la otra composición de betún resultante (que presentaba una temperatura en el intervalo de aproximadamente 60°C a aproximadamente 80°C) y se selló en una bolsa de polietileno y se colocó en un horno que presentaba una temperatura mantenida a 60°C. Tras tres horas, se retiró la composición de betún (que presentaba una temperatura de aproximadamente 60°C) del horno y se cargó inmediatamente en un molde de compactación giratorio de 100 mm de diámetro, que se había precalentado hasta 60°C. Se compactó entonces la composición de betún utilizando 30 giros de un compactador giratorio SHRP Pine a una presión de 600 kPa y un ángulo de giro de 1,25°. Se colocó la composición bituminosa compactada en un horno a 25°C y se dejó curar durante cuatro horas. Tras cuatro horas de curado, se midieron las propiedades físicas y de rendimiento de la composición bituminosa compactada y curada.

15 Se midieron las propiedades físicas y de rendimiento de las composiciones bituminosas compactadas y curadas respectivas y los resultados mostraron que el almacenamiento no afectó de manera adversa al recubrimiento, compactabilidad o resistencia temprana de las composiciones bituminosas. Esto indica que la trabajabilidad de las composiciones bituminosas no se veía comprometida o disminuía por el almacenamiento.

Ejemplo 14

20 Se prepararon composiciones bituminosas de la presente invención mediante el siguiente procedimiento de la presente invención. Se prepararon emulsiones de betún libres de disolvente utilizando emulsionante de polialquilenpoliaminas de sebo al 0,5% en peso total de la emulsión de betún (bwe). Se disolvió el emulsionante en agua caliente y se trató con disolución de ácido clorhídrico para disminuir el pH hasta 2,0. Se calentó la disolución acuosa de emulsionante(s) en agua (denominada la "disolución de jabón") hasta 55°C y se añadió a un molino coloidal Atomix.

30 El betún empleado en este ejemplo era un PG64-22 modificado con estireno-butadieno-estireno (SBS) de alto rendimiento, disponible comercialmente. Se calentó el betún hasta 130°C y se añadió al molino coloidal Atomix, en el que se procesó la disolución de jabón y la mezcla de betún para producir emulsión de betún. El contenido en betún de la emulsión de betún terminada era aproximadamente del 60-63% de bwe. Se diluyeron posteriormente las emulsiones de betún con agua hasta el 53,3% de contenido en betún antes de mezclar con el árido.

35 Se calentó el árido clasificado del ejemplo 1 hasta aproximadamente 80°C en un horno mientras que se calentó la emulsión de betún hasta aproximadamente 60°C. Se colocaron aproximadamente 1.000 gramos de árido clasificado calentado en una cubeta de acero inoxidable de 3,8 litros (1 galón). A los 1.000 gramos de árido a 80°C, se añadieron 90 g de emulsión de betún a 60°C. Se agitó la mezcla a mano durante aproximadamente 60 segundos para producir las composiciones bituminosas que contenían aproximadamente el 4,8% de betún en peso total del árido clasificado.

40 Se añadió inmediatamente una de las composiciones de betún resultantes (que presentaba una temperatura en el intervalo de aproximadamente 60°C a aproximadamente 80°C) a un molde de compactación giratorio de 100 mm de diámetro, que se había precalentado hasta 60°C-80°C. Se compactaron entonces las composiciones de betún utilizando 30 giros de un compactador giratorio SHRP Pine a una presión de 600 kPa y un ángulo de giro de 1,25°. Se colocó posteriormente la composición bituminosa compactada en un horno a 25°C y se dejó curar durante cuatro horas. Tras cuatro horas de curado, se midieron las propiedades físicas y de rendimiento de la composición bituminosa compactada y curada.

50 Se cargó inmediatamente la otra composición de betún resultante (que presentaba una temperatura en el intervalo de aproximadamente 60°C a aproximadamente 80°C) en una bolsa de polietileno y se colocó en un horno que presentaba una temperatura mantenida a 60°C. Tras 21 horas, se retiró la composición de betún (que presentaba una temperatura de aproximadamente 60°C) del horno y se cargó inmediatamente en un molde de compactación giratorio de 100 mm de diámetro, que se había precalentado hasta 60°C. Se compactó entonces la composición de betún utilizando 30 giros de un compactador giratorio SHRP Pine a una presión de 600 kPa y un ángulo de giro de 1,25°. Se colocó la composición bituminosa compactada en un horno a 25°C y se dejó curar durante cuatro horas. Tras cuatro horas de curado, se midieron las propiedades físicas y de rendimiento de la composición bituminosa compactada y curada.

60 Se midieron las propiedades físicas y de rendimiento de las composiciones bituminosas compactadas y curadas respectivas y los resultados mostraron que el almacenamiento no afectó de manera adversa al recubrimiento, compactabilidad o resistencia temprana de las composiciones bituminosas. Esto indica que la trabajabilidad de las composiciones bituminosas no se veía comprometida o disminuía por el almacenamiento.

Ejemplo 15

65 Se prepararon emulsiones de betún libres de disolvente adecuadas para su utilización en la producción de composiciones bituminosas mediante el procedimiento de la presente invención mediante el siguiente procedimiento.

Se prepararon una serie de emulsiones de betún libres de disolvente utilizando emulsionante de polialquilenpoliaminas de sebo al 1,0% en peso total de la emulsión de betún (bwe). Se disolvió el emulsionante en agua caliente y se trató con disolución de ácido clorhídrico para disminuir el pH hasta 2,0. Se calentó la disolución acuosa de emulsionante en agua (denominada la "disolución de jabón") hasta 55°C y se añadió a un molino coloidal Atomix.

Se emplearon cuatro tipos de betún de alto rendimiento en este ejemplo en la producción de la serie de emulsiones de betún. Se utilizó un PG64-22 disponible comercialmente y un PG64-22 modificado con estireno-butadieno-estireno (SBS) disponible comercialmente. Además, se emplearon un betún PG64-22 modificado mediante la adición de caucho de estireno-butadieno (SBR) a o bien el 1% de SBR de bwe o bien el 3% de SBR de bwe. Se calentó el betún respectivo hasta 130°C y se añadió al molino coloidal Atomix, en el que se procesó la disolución de jabón y la mezcla de betún para producir emulsión de betún.

Tal como se indica en las tablas XVI-XIX a continuación, las emulsiones de betún resultantes muestran distribuciones de tamaño de partícula sustancialmente sin cambios cuando se mantienen a temperaturas elevadas durante un periodo de tiempo. La tabla XIII muestra que con el betún no modificado, el diámetro de partícula medio de partida (mv) era inferior que en el caso del betún modificado con SBS (tabla XIV), ya que los betunes modificados con SBS proporcionan diámetros de tamaño de partícula medios relativamente altos así como distribuciones de tamaño de partícula globales altas (tal como se reflejó en el percentil 90 de diámetro de partícula).

Tabla XIII

Distribución de tamaño de partícula a temperatura elevada

Tiempo a temp. indicada (horas)	Emulsión de betún no modificada					
	Temperaturas de almacenamiento					
	25°C		60°C		80°C	
	mv	<90%	Mv	<90%	mv	<90%
0	6,7	12,6	No se realizó	No se realizó	No se realizó	No se realizó
24	6,5	12,2	6,7	12,9	6,8	13,1
48	6,9	13,1	6,4	12,1	7,0	13,8
120	7,1	14,2	5,7	10,6	4,8	7,4

Tabla XIV

Distribución de tamaño de partícula a temperatura elevada

Tiempo a temp. indicada (horas)	Emulsión de betún modificada con SBS					
	Temperaturas de almacenamiento					
	25°C		60°C		80°C	
	mv	<90%	Mv	<90%	mv	<90%
0	5,5	16,0	8,9	28,0	13,0	34,6
24	5,6	16,3	7,1	20,8	7,1	21,6
48	8,1	23,2	10,7	28,0	6,6	19,4
120	7,9	22,6	9,2	24,8	9,0	23,9

Tabla XV

Distribución de tamaño de partícula a temperatura elevada

Tiempo a temp. indicada (horas)	Emulsión de betún modificada con SBR al 1%					
	Temperaturas de almacenamiento					
	25°C		60°C		80°C	
	Mv	<90%	Mv	<90%	mv	<90%
0	9,3	20,5	-	-	-	-
48	7,6	14,7	9,5	20,8	-	-
72	9,1	19,3	6,9	12,5	6,7	11,9
120	8,8	18,1	8,2	16,9	10,8	57,1

Tabla XVI

Distribución de tamaño de partícula a temperatura elevada

Tiempo a temp. indicada (horas)	Emulsión de betún modificada con SBR al 3% Temperaturas de almacenamiento					
	25°C		60°C		80°C	
	Mv	<90%	Mv	<90%	mv	<90%
0	9,1	19,2	-	-	-	-
48	6,6	11,5	8,4	17,0	-	-
72	5,9	9,3	6,8	12,6	7,4	13,7
120	6,7	11,9	11,3	23,7	18,2	43,7

5

Ejemplo 16

Se produjeron también composiciones bituminosas mediante un procedimiento de la presente invención en operaciones a escala completa típicas utilizando plantas de tambor de flujo paralelo en proyectos de construcción a escala completa realizados en la República Sudafricana, donde se han desarrollado muchas nuevas tecnologías de pavimentación de asfalto en los últimos años. En la primera operación de construcción a escala completa, se prepararon emulsiones de betún libres de disolvente utilizando betún 60/70 y emulsionantes que consistían en combinaciones de condensado de polialquilenpoliamina de ácidos grasos modificados y no modificados y una o más polialquilenpoliaminas de sebo. Los porcentajes del condensado de polialquilenpoliamina de ácidos grasos modificados y no modificados oscilaban entre el 0-1,0% y los porcentajes de las polialquilenpoliaminas de sebo oscilaban entre el 0-1,0%, ambos en peso de la emulsión. Se disolvió el emulsionante en agua caliente y se trató con disolución de ácido clorhídrico para disminuir el pH hasta 2,0. Se calentó la disolución acuosa de emulsionante(s) en agua (denominada la "disolución de jabón") hasta 55°C y se añadió a un molino coloidal de tipo Atomix. El árido era una andesita nominal de 9,5 mm con relaves de minería. El contenido en P-200 en el árido era del 7,5%. Se diluyó la emulsión hasta el 50% de residuo de betún antes de la inyección en una planta de tambor paralelo. Se bombeó suficiente emulsión en la mezcladora de tambor para producir una composición bituminosa que presentaba el 5,4% de betún en peso del árido. No se emitió polvo del colector de polvo en la mezcladora de tambor durante el transcurso de la producción a escala completa de la composición bituminosa. La temperatura de las muestras de la composición bituminosa a escala de producción según esta invención oscilaba entre 80-120°C. Se almacenó la mezcla bituminosa en un silo de almacenamiento de asfalto de mezcla en caliente sin calentar, convencional. Tras aproximadamente dieciocho horas de almacenamiento en el silo, se descargó la composición bituminosa en camiones basculantes de 15 ton convencionales. Los camiones descargaron la mezcla en una pavimentadora de mezcla en caliente convencional que distribuyó la mezcla en profundidades de 19 mm a 76 mm (de 0,75 a 3 pulgadas) y anchuras de 2,44 m a 3,66 m (de ocho a doce pies) según prácticas de construcción de tendido convencionales. No se observó adherencia de la composición bituminosa en las bases de los camiones basculantes o en las partes móviles o regla maestra de la pavimentadora de mezcla en caliente. Se utilizaron rodillos de ruedas de acero de tres puntos (13 ton) como compactadoras de demolición, seguido por rodillos neumáticos (20 ton) para terminar la compactación. Las condiciones climáticas en el momento del tendido, construcción y compactación eran de aproximadamente 18°C con una ligera llovizna y una velocidad del viento de 3,1 a 4,9 m/s (7-11 millas por hora). Apenas eran visibles grietas transversales o longitudinales, no se observaron desmoronamiento del borde, formación de roderas o agrietamiento una hora tras la producción o tras 14 meses de servicio con tráfico diario pesado que consistía en camiones basculantes de mezcla en caliente y grava.

Ejemplo 17

Se produjeron también composiciones bituminosas de la presente invención mediante un procedimiento de la presente invención a escala de fabricación en plantas de tambor de flujo paralelo en un segundo proyecto de campo en la República Sudafricana, donde se han desarrollado muchas nuevas tecnologías de pavimentación de asfalto. En el segundo trabajo de construcción a escala completa, se prepararon emulsiones de betún libres de disolvente utilizando betún 80/100 y emulsionantes que consistían en combinaciones de condensado de polialquilenpoliamina de ácidos grasos modificados y no modificados y una o más polialquilenpoliaminas de sebo. Los porcentajes del condensado de polialquilenpoliamina de ácidos grasos modificados y no modificados oscilaban entre el 0-0,30% y los porcentajes de las polialquilenpoliaminas de sebo oscilaban entre el 0-0,30%, ambos en peso de la emulsión. Se disolvió el emulsionante en agua caliente y se trató con disolución de ácido clorhídrico para disminuir el pH hasta 2,0. Se calentó la disolución acuosa de emulsionante(s) en agua (denominada la "disolución de jabón") hasta 55°C y se añadió a un molino coloidal de tipo Atomix. El árido era un basalto nominal de 19 mm. El contenido en P-200 en el árido era de aproximadamente el 7,0%. Se produjo la emulsión al 68% de residuo de betún. Se bombeó suficiente emulsión en la mezcladora de tambor para producir una composición bituminosa que presentaba el 5,0% de betún en peso del árido. No se emitió polvo del colector de polvo en la mezcladora de tambor durante el transcurso de la producción a escala completa de la composición bituminosa. La temperatura de las muestras de la composición bituminosa a escala de producción producidas según la presente invención oscilaba entre 60-120°C. Se almacenó la mezcla bituminosa brevemente en un silo de almacenamiento de asfalto de mezcla en caliente sin calentar,

55

5 convencional antes de dosificarse en camiones basculantes de 15 ton convencionales. Los camiones descargaron la
mezcla a una pavimentadora de mezcla en caliente convencional, que distribuyó la mezcla en profundidades de 19
mm a 51 mm (de 0,75 a 2 pulgadas) y anchuras de 2,44 a 3,05 m (de ocho a diez pies), según prácticas de
construcción de tendido convencionales. No se observó adherencia de la composición bituminosa en las bases de
los camiones basculantes o en las partes móviles o regla maestra de la pavimentadora de mezcla en caliente. Se
utilizó un rodillo de ruedas de acero en tandem (13 ton) como compactadoras de demolición, seguido por rodillos
neumáticos (20 ton) para terminar la compactación. Las condiciones meteorológicas en el momento del tendido,
construcción y compactación eran de aproximadamente 15-20°C. Se abrió el tráfico en menos de una hora de la
10 terminación de la compactación. Se tomaron núcleos tras aproximadamente 18 horas de servicio. El calibrador de
densidad nuclear dio un promedio del 96,2% de Gmm, tal como era el objetivo.

15 Resultarán evidentes muchas modificaciones y variaciones de la presente invención para un experto habitual en la
materia en vista de las enseñanzas anteriores. Se entiende por tanto que el alcance de la invención no debe
limitarse por la descripción anterior, sino que más bien va a definirse por las reivindicaciones adjuntas a la presente
memoria.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para producir una composición bituminosa, incluyendo el procedimiento las etapas siguientes:

5 (I) preparar una emulsión de betún que comprende, en peso total de la emulsión de betún:

(1) betún, en una cantidad desde 50,0% a 75,0% en peso, presentando el betún un índice de penetración de desde 60 a 100;

10 (2) un emulsionante en una cantidad desde 0,05% a 2,0% en peso;

(3) agua en una cantidad desde 23,0% a 49,95% en peso;

15 (II) calentar la emulsión de betún hasta un intervalo de temperatura de 25°C a 95°C;

(III) calentar el árido hasta un intervalo de temperatura de 60°C a 140°C; y

(IV) mezclar la emulsión de betún calentada y el árido calentado para proporcionar la composición bituminosa que comprende, en peso total de la composición bituminosa:

20

(a) betún en una cantidad de 1,0% a 7,5% en peso,

(b) un emulsionante en una cantidad de 0,001% a 0,2% en peso;

(c) agua que se encuentra en una cantidad de 0,46% a 4,995% en peso; y

(d) árido en una cantidad de 90,0% a 98,0% en peso.

25

2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el betún es modificado con un producto químico que comprende por lo menos un elemento seleccionado de entre el grupo constituido por cauchos naturales, cauchos sintéticos, plastómeros, resinas termoplásticas, resinas termoendurecibles, elastómeros y combinaciones de los mismos.

30

3. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el betún incluye un betún modificado que comprende por lo menos un elemento seleccionado de entre el grupo constituido por estireno-butadieno-estireno, caucho de estireno-butadieno, poliisopreno, polibutilenos, cauchos de butadieno-estireno, polímeros de vinilo, etileno-acetato de vinilo, derivados de etileno-acetato de vinilo, bituminoso modificado con azufre, bituminoso modificado con ácido y combinaciones de los mismos.

35

4. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el betún es un betún PG70-22, PG64-22, 60/70 u 80/100.

40

5. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el emulsionante incluye un elemento seleccionado de entre el grupo constituido por emulsionantes anfóteros, emulsionantes catiónicos, emulsionantes no iónicos y combinaciones de los mismos.

45

6. Procedimiento según la reivindicación 5, en el que el emulsionante catiónico incluye un elemento seleccionado de entre el grupo constituido por imidazolin grasas derivadas de ácidos grasos C12 a C24, imidoaminas grasas derivadas de ácidos grasos C12 a C24, ácidos resínicos y combinaciones de los mismos modificados con anhídrido maleico, ácido fumárico u otros enófilos y dienófilos y que se hacen reaccionar además con polialquilenpoliaminas; amidoaminas grasas derivadas de ácidos grasos C12 a C24, ácidos resínicos y combinaciones de los mismos modificados con ácido acrílico, anhídrido maleico, ácido fumárico u otros enófilos y dienófilos y que se hacen reaccionar además con polialquilenpoliaminas; alquil(C12 a C24)monoaminas saturadas, alquil(C12 a C24)monoaminas insaturadas, alquil(C12 a C24)polipropilenpoliaminas saturadas, alquil(C12 a C24)polipropilenpoliaminas insaturadas; alquil(C12 a C24)monoaminas saturadas modificadas mediante reacción con óxido de etileno y/u óxido de propileno para proporcionar derivados de polioxietileno; alquil(C12 a C24)monoaminas insaturadas modificadas mediante reacción con óxido de etileno u óxido de propileno para proporcionar derivados de polioxietileno; alquil(C12 a C24)polipropilenpoliaminas saturadas modificadas mediante reacción con óxido de etileno y/u óxido de propileno para proporcionar derivados de polioxietileno; alquil(C12 a C24)polipropilenpoliaminas insaturadas modificadas mediante reacción con óxido de etileno y/u óxido de propileno para proporcionar derivados de polioxietileno; alquil(C12 a C24)arilmonoaminas saturadas, alquil(C12 a C24)arilmonoaminas insaturadas; alquil(C12 a C24)arilpolipropilenpoliaminas saturadas, alquil(C12 a C24)arilpolipropilenpoliaminas insaturadas; aminas cuaternarias C12 a C24; alquil(C12 a C24)éteraminas; alquil(C12 a C24)éterpoliaminas; N-óxidos de alquil(C12 a C24)polipropilenpoliamina; derivados de amina de taninos, derivados de amina de resinas fenólicas; derivados de amina de ligninas, poliácridatos modificados con amina; y combinaciones de los mismos.

55

60

65

7. Procedimiento según la reivindicación 5, en el que el emulsionante anfótero incluye un elemento seleccionado de entre el grupo constituido por ácidos grasos C12 a C24, ácidos resínicos y combinaciones de los mismos modificados con ácido acrílico, anhídrido maleico, ácido fumárico y/u otros enófilos y dienófilos y que se hacen

- reaccionar además con polietilenpoliaminas, metilcarboxilato-betaínas de haluro de alquil(C12 a C24)-amidopropil-litio, metilcarboxilato-betaínas de haluro de alquil(C12 a C24)-amidopropil-sodio, metilcarboxilato-betaínas de haluro de alquil(C12 a C24)-amidopropil-potasio, fosfato-betaínas de haluro de alquil(C12 a C24)-amidopropil-litio, fosfato-betaínas de haluro de alquil(C12 a C24)-amidopropil-sodio, fosfato-betaínas de haluro de alquil(C12 a C24)-amidopropil-potasio, sulfato-betaínas de haluro de alquil(C12 a C24)-amidopropil-litio, sulfato-betaínas de haluro de alquil(C12 a C24)-amidopropil-sodio y sulfato-betaínas de haluro de alquil(C12 a C24)-amidopropil-potasio.
- 5
8. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el árido incluye un elemento seleccionado de entre el grupo que consiste en un árido de granulometría densa, un árido de granulometría discontinua, un árido de granulometría abierta, un pavimento de asfalto recuperado y combinaciones de los mismos.
- 10
9. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha emulsión de betún está libre de disolvente.
- 15
10. Utilización de una composición bituminosa producida mediante el procedimiento según la reivindicación 1 o 9, en la que la composición bituminosa se aplica sobre una superficie que va a pavimentarse a una temperatura en el intervalo de 50°C a 120°C.

0,5% EN PESO DE EMULSIÓN (BWE) DE POLIALQUILENPOLIAMINAS DE SEBO EN BETÚN PG70-22 (COMO EN EL EJEMPLO 1).

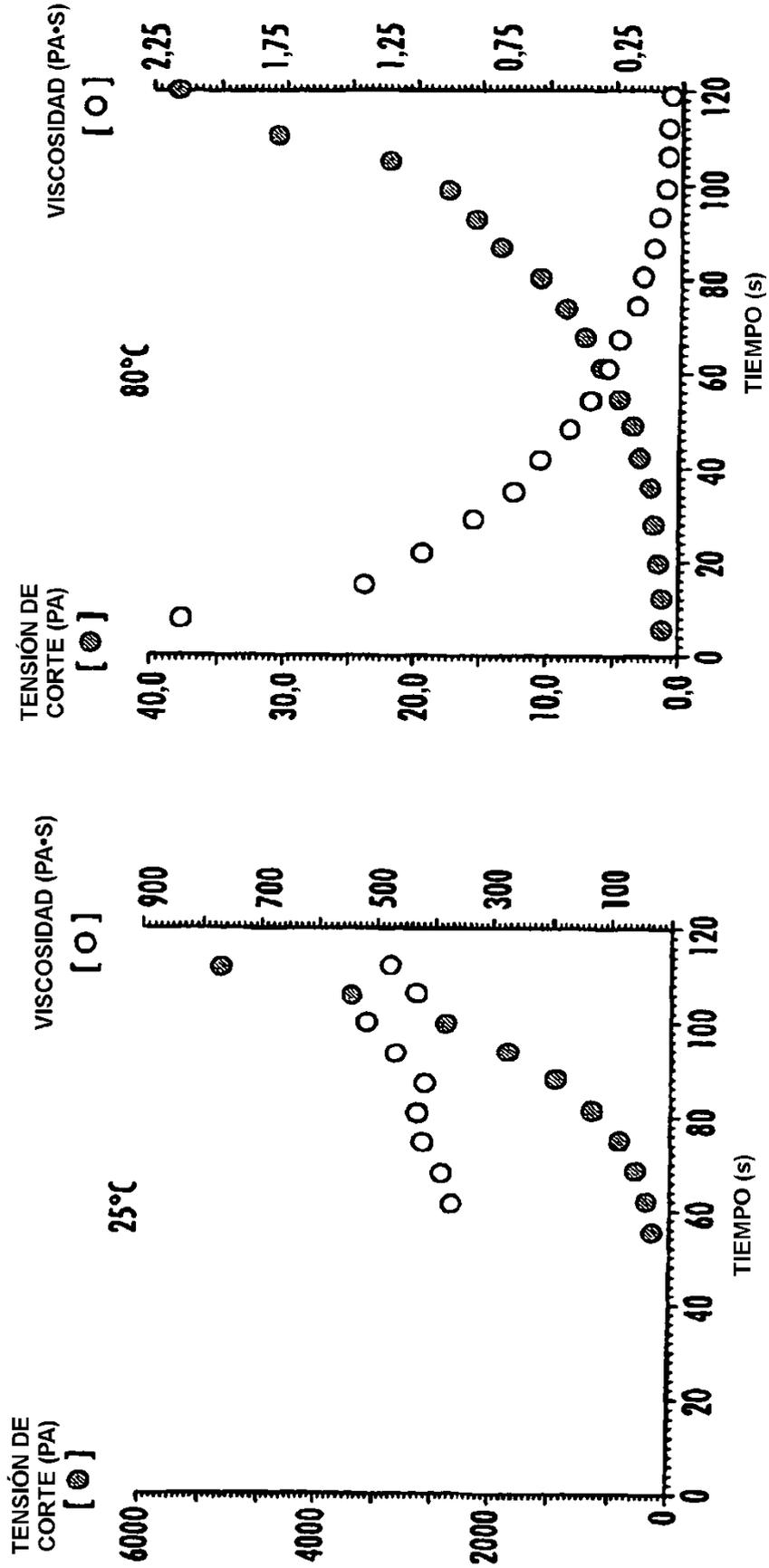


FIG. 1

1,0% DE BWE DE CONDENSADO DE ÁCIDO GRASO DE ACEITE DE BOGOL MODIFICADO DE
 POLIETILENPOLIAMINA EN BETÚN PG64-22 MODIFICADO CON POLÍMERO DE ESTIRENO-
 BUTADIENO-ESTIRENO (COMO EN EL EJEMPLO 8)

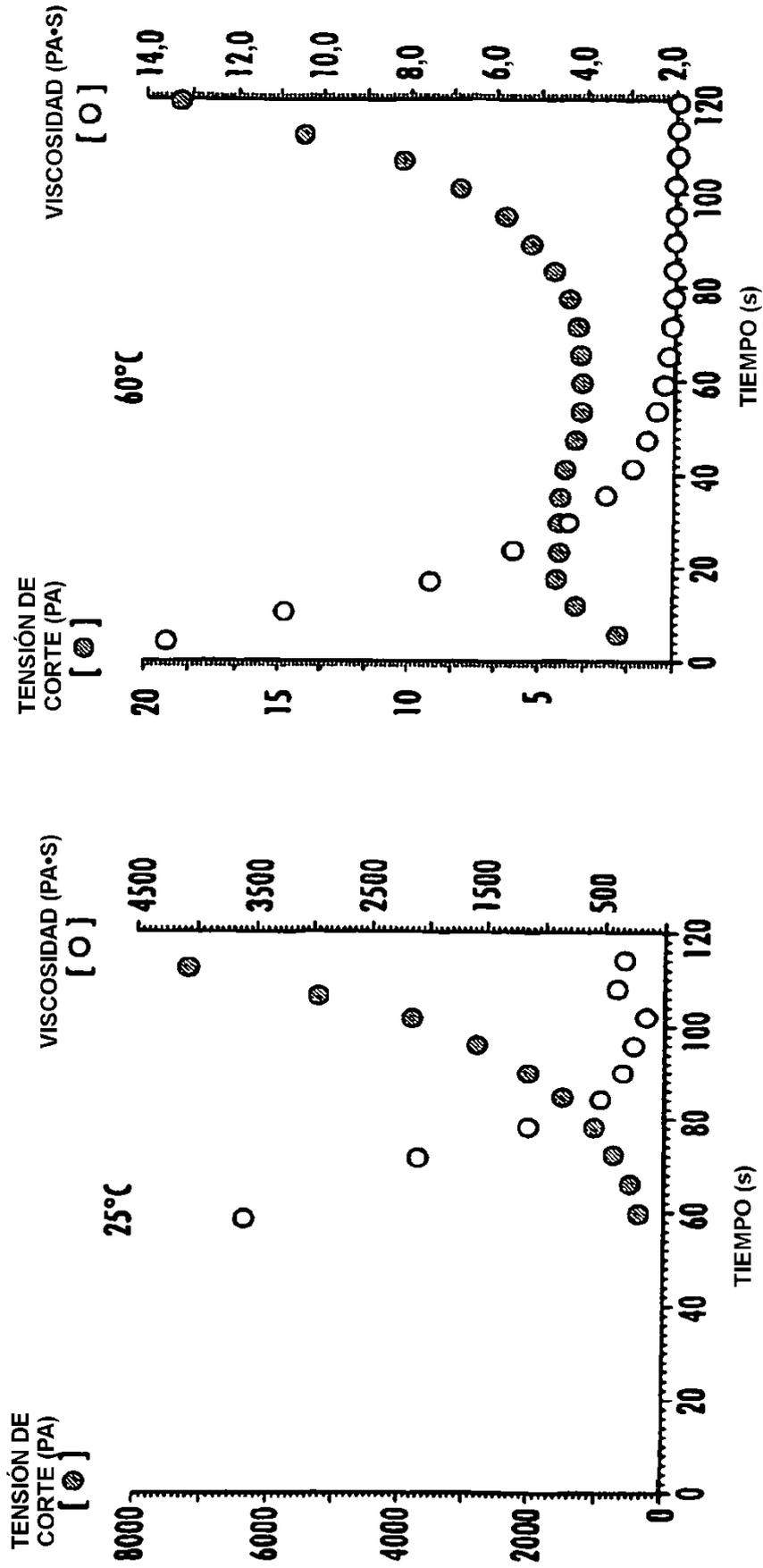


FIG. 2

0,75% DE BWE DE CONDENSADO DE ÁCIDO GRASO C16-C18 MODIFICADO Y NO MODIFICADO DE POLIETILENPOLIAMINA EN BETÚN PG70-22 (COMO EN EL EJEMPLO 9)

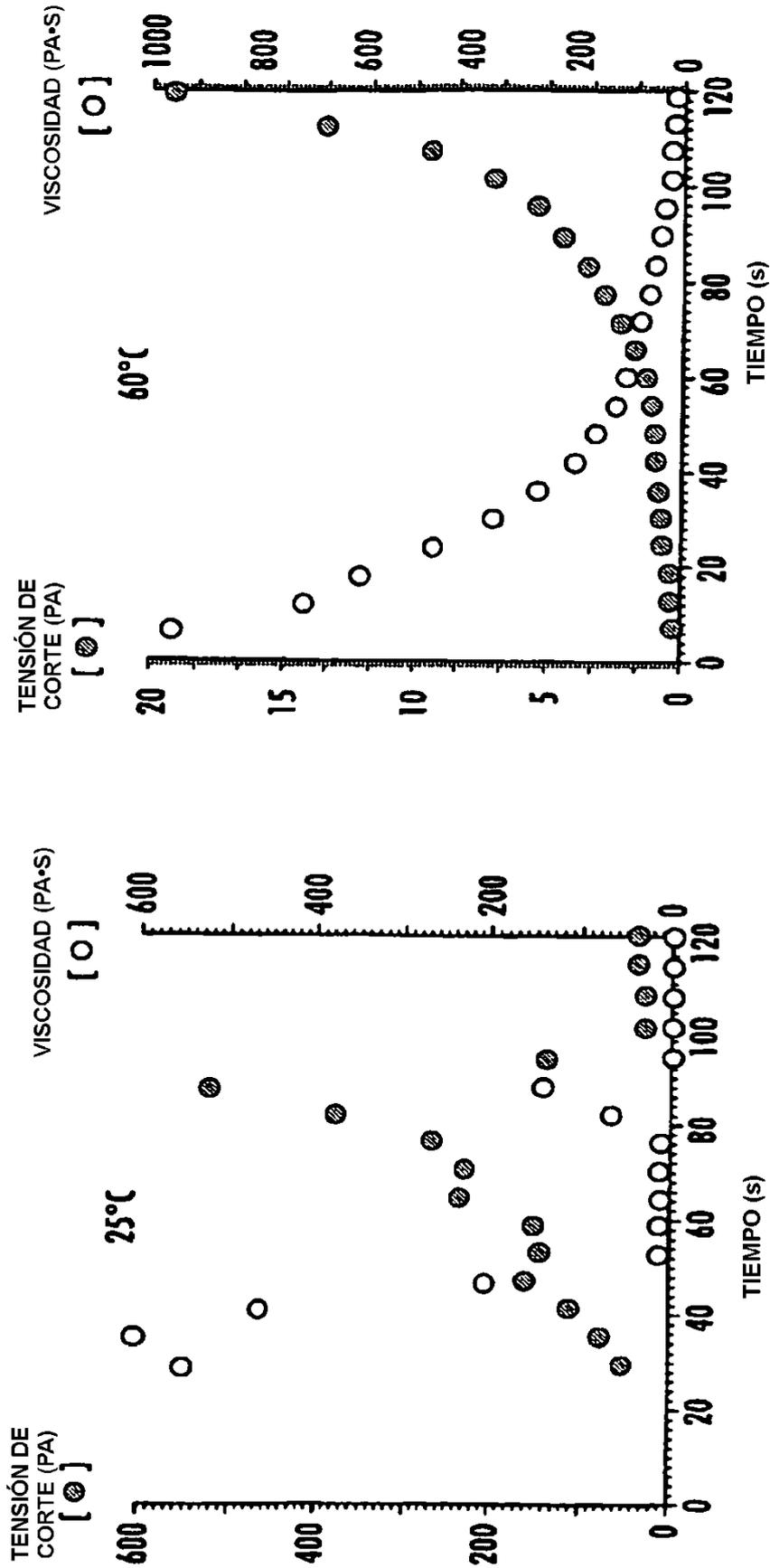


FIG. 3