

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 622 898**

51 Int. Cl.:

C08L 95/00 (2006.01)

C08J 3/20 (2006.01)

C08J 3/00 (2006.01)

C08J 3/12 (2006.01)

C08J 3/22 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **03.12.2013 PCT/FR2013/052922**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.06.2014 WO14087091**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.12.2013 E 13808149 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.02.2017 EP 2928944**

54 Título: **Composición bituminosa en forma de granulados y su procedimiento de preparación**

30 Prioridad:
05.12.2012 FR 1203304

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
07.07.2017

73 Titular/es:
**EIFFAGE TRAVAUX PUBLICS (100.0%)
2-12 Rue Hélène Boucher
93330 Neuilly Sur Marne, FR**

72 Inventor/es:
**KRAFFT, SERGE y
LOUP, FRÉDÉRIC**

74 Agente/Representante:
DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 622 898 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

Composición bituminosa en forma de granulados y su procedimiento de preparación

La presente invención se refiere a una composición bituminosa en forma de granulados que constan de un núcleo y un recubrimiento. La invención se refiere igualmente al procedimiento de preparación de dicha composición.

5 Las composiciones bituminosas que constan de una matriz aglomerante se utilizan hoy en día habitualmente para fabricar aglomerantes anhidros. Estas composiciones se utilizan también en emulsión para aplicación en carreteras. Para mejorar las características fisicoquímicas, las composiciones bituminosas que constan de una matriz aglomerante pueden englobar especialmente polímeros dispersados en éstas.

10 Generalmente, la preparación de estas composiciones es larga y se realiza en fábricas dedicadas que constan de cubas de mezcla dispuestas para recibir los diferentes componentes y aditivos que forman la composición. Las cubas pueden comprender instrumentos de mezclamiento, trituración, dispersión, cizallamiento u otros elementos que contribuyen a la maduración de la composición. Se utilizan dispositivos de tipo extrusora y presentan la ventaja de permitir un procedimiento de preparación continuo en un tiempo reducido. Sin embargo, la utilización de extrusoras va acompañada a veces de inconvenientes como se verá más adelante.

15 Según la composición buscada, los instrumentos de preparación pueden comprender sistemas que permitan la adición de agente reticulante. Las condiciones en las que tiene lugar la reticulación o la dispersión cuando sea necesaria pueden variar según la composición final buscada. Esto puede afectar a los ritmos de producción y/o los costes de preparación.

20 Por otra parte, la utilización de ciertos aditivos puede tener un impacto medioambiental considerable. Además, las materias primas utilizadas y su cualidad fisicoquímica tienen un impacto considerable sobre las propiedades fisicoquímicas (incluidos los rendimientos termomecánicos) de la composición final. Existe una constante necesidad de controlar y uniformizar las materias primas empleadas. Este control es un proceso pesado y costoso.

25 Durante el procedimiento de preparación de las composiciones, las cantidades de energía son muy importantes y en particular en lo que se refiere al calentamiento de cubas de amasado que pueden contener a veces una cantidad importante de componentes. El calentamiento como tal debe ser igualmente vigilado para no degradar los rendimientos termomecánicos de la composición final.

Es igualmente muy importante que las composiciones bituminosas presenten buenas características (especialmente homogeneidad) de almacenamiento.

30 El documento de patente francesa FR 2 871804 propone un procedimiento de preparación de una mezcla que contiene betún y al menos un polímero en una estructura a la temperatura 2 variable. El documento de patente de EE.UU. 2010/0273915 divulga partículas de concentrados de asfalto y polímero (SBS, estireno-butadieno-estireno, por sus siglas en inglés) cuyo índice de asfalto es mayor que 60%. No se describe ningún agente compatibilizante ni carga antiadherente.

35 Se ha demostrado que la granulometría del polímero desempeña un papel fundamental en la preparación de composiciones bituminosas. En efecto, cuanto más fina presente el polímero la granulometría, más aumenta su velocidad de dispersión en el betún. No obstante, el acondicionamiento de los polímeros en forma de polvo tiene un coste tanto más elevado cuanto más pequeño sea el tamaño de las partículas de dicho polvo. Por otra parte, dicho acondicionamiento presenta ciertos riesgos y requiere aplicar medidas de seguridad costosas.

40 Por otra parte, se ha intentado mezclar el polímero en forma líquida con la matriz aglomerante de la composición bituminosa, lo que da como resultado un tiempo de amasado muy corto y una mezcla casi instantánea. Sin embargo, la energía necesaria para licuar el polímero es muy importante y el tiempo necesario es largo. Esta fase también se realiza a temperaturas que pueden inducir una degradación del polímero.

45 En general, la utilización de extrusoras para la preparación de composiciones de matriz aglomerante requiere condiciones de operación muy precisas. Existe pues una necesidad constante de mejorar los procedimientos de preparación para paliar los inconvenientes citados anteriormente. En particular, existe una necesidad de limitar los costes, de tener libertad de elección sobre la materia prima y sobre todo de proporcionar una composición. Por estabilidad en el tiempo se entiende especialmente la posibilidad de almacenamiento en periodos prolongados y a temperatura ambiente.

La presente invención mejora la situación.

50 Para ello, la invención propone un procedimiento de preparación de granulados de una composición de matriz aglomerante, que comprende las siguientes etapas:

a. proporcionar 40% a 60% en peso de una matriz aglomerante, 30% a 40% en peso de un polímero, 4% a 6% en peso de un agente compatibilizante y 3% a 15% en peso de una carga antiadherente;

b. micronizar el polímero en presencia de agente compatibilizante para formar una preparación de polímero micronizado con partículas de polímero de diámetro comprendido entre 250 μm y 1.000 μm , preferiblemente entre 400 μm y 600 μm ;

5 c. añadir la matriz aglomerante a dicha preparación de polímero micronizado obtenida en la etapa b para formar una mezcla de matriz aglomerante;

d. añadir la carga antiadherente a dicha mezcla de matriz aglomerante obtenida en la etapa c, para formar un núcleo;

e. formular el núcleo obtenido en la etapa d en un producto pregranulado;

f. secar el producto pregranulado;

10 g. recubrir el producto pregranulado con un agente antiadhesivo;

en el que la etapa b se realiza a una temperatura menor o igual que 60°C, las etapas c y d se realizan a una temperatura comprendida entre 130°C y 200°C.

Según un modo de realización, la etapa e supone una presión comprendida entre 2.000 kPa y 7.000 kPa.

El polímero es preferiblemente el copolímero estireno-butadieno-estireno (SBS).

15 La etapa d puede comprender además la adición de 1% a 5% en peso de un agente de reticulación. Según un modo de realización de la invención, la etapa d puede comprender además la adición de 1% a 5% en peso de un agente de reticulación *Rétiflex*.

20 El agente compatibilizante se elige preferiblemente del grupo constituido por una cera a base de una mezcla de derivados de ácidos grasos, una cera parafínica, una cera de origen vegetal, una cera de origen animal o una mezcla de éstos.

La matriz aglomerante puede elegirse del grupo constituido por: betún de clase 35/50, betún de clase 50/70, betún de clase 70/100, betún de clase 160/220, brea de resina de lejías celulósicas o sus derivados, una mezcla de ácidos grasos o sus derivados, un aceite de origen vegetal, un aceite de origen animal, un derivado de colofonia, un éster metílico de aceite vegetal o una mezcla de éstos.

25 La carga antiadherente puede elegirse del grupo constituido por: talco, estearato de cinc, estearato de calcio, estearato de magnesio, polvo de polietileno, cera de polietileno, sílice molida, negro de carbono o una mezcla de éstos.

30 La etapa e puede comprender el corte por cizallamiento de dicho núcleo para obtener un producto pregranulado formado por partículas. En este modo de realización, las partículas obtenidas tienen una masa por aproximadamente cien partículas comprendida entre 0,4 g y 0,9 g.

El polímero proporcionado en la etapa a puede estar en forma de granos de tamaño comprendido entre 1 mm y 10 mm. El polímero proporcionado en la etapa a está preferiblemente en forma de granos de tamaño comprendido entre 1 mm y 5 mm.

35 La invención tiene por objeto igualmente una composición bituminosa en forma de granulados, constando cada granulado de un núcleo y un recubrimiento y presentando una masa por aproximadamente cien partículas comprendida entre 0,6 g y 1,0 g, comprendiendo el núcleo:

- 40% a 60% en peso de una matriz aglomerante;

- 30% a 40% en peso de un polímero;

- 4% a 6% en peso de un agente compatibilizante y

40 - 3% a 15% en peso de una carga antiadherente

y comprendiendo el recubrimiento un agente antiadhesivo.

45 En esta composición, la matriz aglomerante puede elegirse del grupo constituido por: betún de clase 35/50, betún de clase 50/70, betún de clase 70/100, betún de clase 160/220, brea de resina de lejías celulósicas o sus derivados, una mezcla de ácidos grasos o sus derivados, un aceite de origen vegetal, un aceite de origen animal, un derivado de colofonia, un éster metílico de aceite vegetal o una mezcla de éstos. El polímero puede ser el copolímero estireno-butadieno-estireno (SBS). El agente compatibilizante se elige preferiblemente del grupo constituido por una cera a base de una mezcla de derivados de ácidos grasos, una cera parafínica, una cera de origen vegetal, una cera de origen animal o una mezcla de éstos. Se prefieren las mezclas de ácidos grasos en particular en la composición de la invención. La carga antiadherente del núcleo puede elegirse del grupo constituido por: talco, estearato de cinc,

estearato de calcio, estearato de magnesio, polvo de polietileno, cera de polietileno, sílice molida, negro de carbono o una mezcla de éstos. El agente antiadhesivo del recubrimiento puede elegirse del grupo constituido por: talco, estearato de cinc, estearato de calcio, estearato de magnesio y polvo de polietileno.

5 El núcleo de la composición de la invención puede además comprender 1% a 5% en peso de un agente de reticulación.

La invención tiene por objeto, por otra parte, una utilización de la composición bituminosa tal como se describió anteriormente en las aplicaciones en carreteras por una parte y para la fabricación de una mezcla bituminosa que comprende gravillas, por otra parte.

10 La composición según la invención puede introducirse directamente en las amasadoras de plantas mezcladoras. Cuando la composición contiene un agente de reticulación se destina generalmente a mezclarse con betún en una fábrica de fabricación de aglomerantes modificados con polímeros. La invención tiene por objeto la utilización de la composición de la invención en una fábrica de aglomerantes.

15 Finalmente, la invención tiene por objeto también un dispositivo que comprende una extrusora de doble husillo que consta de una sección de entrada, una sección intermedia y una sección de salida, estando dispuesta dicha sección de entrada para recibir al menos los elementos del grupo constituido por un polímero y un agente compatibilizante, estando dispuesta dicha sección intermedia para recibir al menos una matriz aglomerante y estando dispuesta dicha sección de salida para recibir al menos una carga antiadherente y, cuando sea necesario, un agente de reticulación; un dispositivo de micronización dispuesto en la sección de entrada para micronizar dicho polímero en presencia del agente compatibilizante y formar una preparación de polímero micronizado con partículas de polímero de diámetro menor o igual que 500 µm; un dispositivo de mezcla dispuesto en cada sección para mezclar los elementos recibidos respectivamente por la sección de entrada, la sección intermedia y la sección de salida y formar un núcleo en la sección de salida; un regulador de temperatura que se asocie con cada sección para mantener una temperatura menor o igual que 60°C en dicha sección de entrada y para mantener una temperatura comprendida entre 130°C y 200°C en dichas secciones intermedia y terminal; un compresor que se asocia con al menos la sección de salida de la extrusora para someter esta sección a una presión comprendida entre 2.000 kPa y 7.000 kPa; una cámara de granulación que comprende un dispositivo de cizallamiento dispuesto próximo a dicha sección de salida dispuesto para cortar dicho núcleo para obtener un producto pregranulado formado por partículas con una masa por aproximadamente cien partículas comprendida entre 0,4 g y 0,9 g; un dispositivo de secado para secar dicho producto pregranulado y una cámara de recubrimiento para recubrir dicho producto pregranulado con un agente antiadhesivo y formar así una composición granulada que comprenda gránulos con una masa por aproximadamente cien partículas comprendida entre 0,5 g y 1 g.

Otras ventajas y características de la invención serán evidentes con la lectura de la descripción detallada en adelante y el dibujo adjunto en el que:

35 - la figura 1 representa un esquema de un dispositivo según la invención, así como las etapas del procedimiento de preparación de gránulos de la composición de matriz aglomerante.

El dibujo y la descripción en adelante contienen, en lo esencial, elementos de carácter determinado. Forman parte integrante de la descripción y así podrán no solamente servir para hacer comprender mejor la presente invención, sino también para contribuir a su definición, cuando sea necesario.

40 La preparación de granulados de una composición de matriz aglomerante, tal como los recubrimientos bituminosos modificados con polímeros, puede realizarse en dispositivos de tipo extrusora.

La presente invención tiene por objeto especialmente un procedimiento de preparación de granulados de una composición de matriz aglomerante. La composición final comprende entre otros una matriz aglomerante (betún) y al menos un polímero. El procedimiento se realiza en un dispositivo de tipo extrusora.

45 Los dispositivos de tipo extrusora ofrecen un tratamiento que permite el cizallamiento de una masa pastosa y su transporte a través de uno o varios orificios apropiados para obtener un producto final en forma de granulados. El funcionamiento de una extrusora va acompañado de las fases de trituración, mezcla y transporte de la materia, que asegura una homogeneización de la mezcla entre matriz aglomerante, polímero y el resto de componentes que forman el producto final, que se introducen de forma clásica por separado en la extrusora. Para efectuar el mezclamiento, la extrusora supone un órgano de mezcla que se puede formar por uno o varios husillos de tipo tornillo de Arquímedes.

50 Existen extrusoras denominadas extrusoras bihusillo que constan de al menos dos husillos. Estos husillos pueden girar entonces en el mismo sentido o en sentidos opuestos. Las extrusoras actuales permiten así formar una mezcla de algunas decenas de segundos. Para optimizar las operaciones de mezcla (eficacia de mezclamiento/amasado, etc.) es posible variar y adaptar los perfiles de husillo, temperatura, velocidad de rotación, caudales de los componentes.

La utilización de una extrusora presenta varias ventajas y especialmente la posibilidad de variar la temperatura de

- trabajo a lo largo de la cubierta en la que se encuentra el husillo de la extrusora. En efecto, según los componentes químicos introducidos en la extrusora, la posibilidad de poder ajustar y variar la temperatura en las diferentes secciones de la extrusora desempeña una función esencial en la determinación de las características fisicoquímicas del producto final. Así la duración de la dispersión del polímero se puede reducir unos segundos, lo que limita su exposición a temperaturas elevadas y se evita así la degradación de sus rendimientos.
- 5
- Por ejemplo, se ha constatado que podía ser preferible una temperatura de trabajo mayor que 160°C cuando se utilice como polímero, copolímero trisequencia estireno-butadieno-estireno (SBS) para asegurar el reblandecimiento de éste, su buena dispersión y su hinchamiento en los aceites y resinas del betún. Esta temperatura se aplica entonces en las secciones de la extrusora de mezcla/amasado elegidas. En otras secciones la reducción de la temperatura podrá favorecer el enfriamiento hasta la temperatura ambiente de almacenamiento del producto final.
- 10
- Las extrusoras permiten formar una mezcla maestra. Esta mezcla puede estar constituida por diferentes componentes químicos, los cuales, cuando sea necesario, tienen propiedades fisicoquímicas muy diferentes. La regulación de temperatura es pues un factor esencial y considerable en la preparación de productos destinados a aplicaciones específicas.
- 15
- Otra ventaja es que una extrusora comprende un conjunto de elementos dispuestos para trabajar en sinergia unos con otros y que estos elementos pueden adaptarse según las necesidades requeridas. Así, la extrusora puede presentar husillos específicos dotados de dispositivos que formen, por ejemplo, mezcladoras/amasadoras, particulares.
- 20
- El estado de la técnica indica que cuanto más finamente dispersado esté el polímero, más corta será el periodo de agitación. El estado de la técnica indica igualmente que un polímero en forma líquida da como resultado un tiempo de mezclamiento/amasado muy corto.
- Pero, el coste de acondicionamiento de los polímeros en forma de polvo es tanto más elevado cuanto más pequeño sea el tamaño de las partículas de dicho polvo; mientras que la energía necesaria para licuar el polímero es muy importante y el tiempo necesario es largo.
- 25
- Además, los polímeros en forma de polvo plantean problemas de salud para el personal operacional (inhalación de partículas finas, riesgo de autoinflamación o explosión, etc.). La solicitante ha analizado los polímeros en estado líquido y ha podido identificar las desventajas que los hacen generalmente inutilizables. Entre estas desventajas, se puede citar especialmente una rigidez aumentada asociada a una potencial oxidación resultante de su exposición a temperaturas elevadas (próximas a 200°C).
- 30
- La solicitante ha puesto a punto un procedimiento y un dispositivo de micronización que optimiza las características fisicoquímicas del producto final. La aplicación del procedimiento y el dispositivo de micronización limitan los inconvenientes del estado de la técnica asociados a la utilización de un polvo de polímero o de un polímero en forma líquida. Además, la solicitante ha identificado temperaturas de trabajo y un protocolo de fabricación por extrusión que permite:
- 35
- mejorar las características fisicoquímicas del producto final (especialmente en términos de estabilidad en el almacenamiento);
 - micronizar polímero SBS en granulados en una extrusora;
 - optimizar la dispersión y el hinchamiento del polímero SBS en una matriz aglomerante;
 - obtener granulados (de mezcla maestra) almacenables a temperatura ambiente.
- 40
- Esto ha conducido a una composición de matriz aglomerante que presenta características fisicoquímicas optimizadas con respecto a las conocidas en el estado de la técnica. Además, el procedimiento de la invención es más económico en términos de costes y energía que los procedimientos conocidos.
- 45
- Una ventaja de la invención es especialmente la posibilidad de adicionar el polímero en forma bruta tal como en forma de granos. El polímero en esta forma está comercialmente difundido, es económico, es simple de almacenar y no requiere ningún tratamiento previo.
- 50
- En efecto, se dispone un dispositivo de micronización al principio de la extrusora, que permite micronizar el polímero bruto en partículas de diámetro comprendido entre 250 µm y 1.000 µm, preferiblemente entre 400 µm y 600 µm. La micronización se realiza en presencia de un agente compatibilizante. La presencia de agente compatibilizante reduce la energía de rozamiento durante la micronización y limita así el autocalentamiento del polímero. Ventajosamente, la temperatura durante la micronización se ajusta a una temperatura menor que o igual a 60°C. Así, se evita el deterioro del polímero (especialmente por oxidación) y se mejoran así las características fisicoquímicas del producto final.
- En otros modos de realización, el polímero se puede micronizar aguas arriba de su introducción en la extrusora.

Otra particularidad de la presente invención es la combinación en el producto final de una carga antiadherente y un agente antiadhesivo. La carga antiadherente está comprendida en el núcleo del producto final, mientras que el agente antiadhesivo envuelve este núcleo. La sinergia entre estos dos componentes aumenta especialmente la estabilidad de almacenamiento del producto final.

- 5 Por otra parte, la solicitante ha descubierto sorprendentemente que someter a presión una extrusora por ajuste activo permitía controlar la masa y el diámetro de las partículas que forman el producto final.

10 Un dispositivo de corte (o cizallamiento) dispuesto en la sección de salida de la extrusora permite en teoría granular una composición pastosa en partículas de tamaño elegido. Sin embargo, el avance de la composición pastosa a través del dispositivo de cizallamiento no siempre es regular debido a posibles variaciones de viscosidad especialmente o cámaras de aire en la composición pastosa. La presión permite controlar activamente el avance y así controlar y uniformizar el corte de la composición pastosa mediante el dispositivo de cizallamiento.

15 Así, según un modo de realización de la invención, las etapas b. a d. del procedimiento de la invención descrito anteriormente, pueden realizarse en una extrusora a presión comprendida entre 2.000 kPa y 7.000 kPa y preferiblemente entre 3.000 kPa y 6.000 kPa. Según un modo particular de realización, la presión está comprendida entre 5.500 kPa y 5.700 kPa. Por consiguiente, las partículas del producto final tienen una masa por aproximadamente cien partículas comprendida entre 0,4 g y 0,9 g.

La figura 1 muestra un dispositivo de la invención 10. El dispositivo 10 consta de una estructura 500 de tipo doble husillo, una cámara de granulación 26 en el aire o bajo el agua, un dispositivo de secado 20 y una cámara de recubrimiento 22.

- 20 Paralelamente al dispositivo 10, la figura 1 muestra las operaciones del procedimiento de la invención según un modo de realización particular.

La extrusora 500 presenta una sección de entrada 100, una sección intermedia 200 y una sección de salida 300. Cada sección 100, 200, 300 se dispone para recibir los componentes que forman la composición de matrices aglomerantes según la invención.

25 Antes de la introducción en la extrusora de los diferentes componentes químicos de la composición de matriz aglomerante de la invención, el procedimiento de la invención prevé la disposición de estos componentes. En el modo de realización descrito en la presente, esta disposición se realiza por una operación **A** que consiste en proporcionar 40% a 60% en peso de una matriz aglomerante, 30% a 40% en peso de un polímero, 4% a 6% en peso de un agente compatibilizante y 3% a 15% en peso de una carga antiadherente (y cuando sea necesario, 1% a 5% en peso de un agente de reticulación).

30 El polímero es preferiblemente el copolímero estireno-butadieno-estireno (SBS).

El agente compatibilizante se elige del grupo constituido por una cera a base de una mezcla de derivados de ácidos grasos, una cera parafínica, una cera de origen vegetal, una cera de origen animal o una mezcla de éstos.

35 La matriz aglomerante puede elegirse del grupo constituido por: betún de clase 35/50, betún de clase 50/70, betún de clase 70/100, betún de clase 160/220, brea de resina de lejías celulósicas o sus derivados, una mezcla de ácidos grasos o sus derivados, un aceite de origen vegetal, un aceite de origen animal, un derivado de colofonia, un éster metílico de aceite vegetal o una mezcla de éstos.

40 La carga antiadherente puede elegirse del grupo constituido por: talco, estearato de cinc, estearato de calcio, estearato de magnesio, polvo de polietileno, cera de polietileno, sílice molida, negro de carbono o una mezcla de éstos.

La sección de entrada 100 puede recibir al menos el polímero y el agente compatibilizante. La sección intermedia 200 puede recibir al menos la matriz aglomerante y la sección de salida 300 puede recibir al menos la carga antiadherente y, cuando sea necesario, un agente de reticulación.

45 La figura 1 muestra también un dispositivo de mezcla 12 dispuesto en cada sección de la extrusora 500. En el presente modo de realización, el dispositivo de mezcla 12 consta de un doble husillo. En la sección de entrada 100 el dispositivo de mezcla 12 está junto con un dispositivo de micronización 14. Este dispositivo de micronización permite, en la sección de entrada 100, micronizar los granos de polímero introducidos en estado bruto en la extrusora. Esta micronización se realiza en presencia de un agente compatibilizante y con control de temperatura, como se describe más adelante.

50 Así, el procedimiento de la invención prevé una operación **B** que consiste en la presente en micronizar el polímero en presencia del agente compatibilizante para formar una preparación de polímero micronizado con partículas de polímero de diámetro menor que o igual a 500 µm.

La utilización del dispositivo de micronización 14 ofrece la posibilidad de introducir directamente el polímero en forma bruta, es decir en forma de granos. Como se describió anteriormente, el estado de la técnica hace intervenir al

menos una etapa suplementaria para acondicionar el polímero antes de la introducción en la extrusora. Se trata esencialmente de la transformación del polímero en polvo, la invención permite pasar de esta etapa de acondicionamiento gracias al dispositivo de micronización 14 dispuesto en la sección de entrada de la extrusora 500.

5 Para favorecer la micronización del polímero, la invención propone la introducción en paralelo del agente compatibilizante. La micronización del polímero en presencia del agente compatibilizante puede realizarse a temperatura controlada a una temperatura menor que o igual a 60°C. Esto evita el deterioro del polímero (por ejemplo, su oxidación) y aumenta la calidad del producto final. El agente compatibilizante contribuye a la regulación de la temperatura durante la micronización del polímero. Se trata esencialmente de la reducción de la energía de rozamiento que surge durante dicha micronización. Además, el hecho de operar a una temperatura menor que o
10 igual a 60°C permite conservar las propiedades elastoméricas del polímero SBS. Todo esto da como resultado un producto final con buenos rendimientos fisicoquímicos.

Para controlar más la temperatura en el dispositivo 10 de la invención, éste comprende un regulador de temperatura 16. Este regulador de temperatura 16 se dispone para actuar en cada parte del dispositivo 10 de la invención. El modo de realización de la figura 1 muestra una relación directa entre regulador de temperatura 16 y extrusora 500.
15 Sin embargo, hay que comprender que el regulador puede actuar en cada parte del dispositivo y especialmente sobre la temperatura del aire o del agua en la cámara de granulación 26.

El regulador de temperatura 16 permite un control continuo de la temperatura a lo largo de la extrusora 500. Cada etapa del procedimiento de preparación de la invención se optimiza así a la temperatura sustancialmente elegida. Así, la temperatura reinante en la sección de entrada 100 puede ser diferente de la temperatura reinante en la
20 sección intermedia 200, la misma diferente de la temperatura reinante en la sección de salida 300. El regulador de temperatura 16 puede constar de resistencias calefactoras por una parte y un circuito de agua por otra parte. Los sensores dispuestos en el dispositivo 10 permiten al regulador de temperatura 16 subir la temperatura y regularla hacia arriba o hacia abajo, si es necesario. Por ejemplo, si una temperatura límite predeterminada (como la temperatura de 60°C durante la operación **B**) está en riesgo de ser sobrepasada, el regulador 16 enfría el sistema.

25 Hay que señalar que la combinación entre la introducción de un agente compatibilizante junto con el polímero y el mantenimiento a una temperatura elegida mediante un regulador de temperatura 16, permite finalmente generar un polímero uniforme, lo que favorece la dispersión de la matriz aglomerante que se añadirá en una etapa posterior. Eso da como resultado una estabilidad y una uniformidad del producto final.

30 Se debe señalar pues que la micronización del polímero en el dispositivo 10 está controlada por la adición en paralelo de un agente compatibilizante, por una parte, y por la regulación de la temperatura, por otra parte.

Después de la obtención de la preparación de polímero micronizado con partículas de polímero de diámetro menor que o igual a 500 µm por la operación **B** de micronización, sigue una operación **C** que consiste en añadir la matriz aglomerante a dicha preparación de polímero micronizado. Se forma así una mezcla de matriz aglomerante. La operación **C** se realiza preferiblemente a una temperatura de 180°C.

35 Esta operación **C** de adición de matriz aglomerante va seguida por una operación **D** que consiste en añadir la carga antiadherente a la mezcla de matriz aglomerante. Se forma así un núcleo. Debe entenderse que aquí el núcleo está en forma de composición pastosa. En el procedimiento, el núcleo se acondicionará en producto pregranulado como se describe en adelante. La operación **D** se realiza preferiblemente a una temperatura de 140°C.

40 Opcionalmente, la operación **D** puede comprender una operación **D1** que consiste en adicionar además 1% a 5% en peso de un agente de reticulación.

Las operaciones de las adiciones **C**, **D** y **D1**, se realizan de manera clásica. Se trata de una adición de componentes químicos en la extrusora 500. Cada adición se puede hacer en una sección elegida (sección de entrada 100, sección intermedia 200 o sección de salida 300 de la extrusora 500).

45 La operación **E** siguiente consiste en formular dicho núcleo (incluso en forma de composición pastosa) en un producto pregranulado. Se trata de una granulación.

En las proximidades de la sección de salida 300, se dispone un sector 28 después una cámara de granulación 26. En otros modos de realización, no representados en la presente, la cámara de granulación 26 puede disponerse en la extrusora 500.

La hilera 28 permite transformar la composición en forma de pasta en composición en forma de hilos o de juncos.

50 La cámara de granulación 26 comprende un dispositivo de cizallamiento (o dispositivo de corte) que permite granular la composición pastosa (núcleo) en partículas de masa y/o tamaño elegido.

Para controlar la operación **E** de granulación en el dispositivo 10 de la invención, éste comprende un compresor 18. Este compresor 18 se dispone para actuar en cada parte del dispositivo 10 de la invención. El modo de realización de la figura 1 muestra una relación directa entre regulador de temperatura 16 y extrusora 500. Sin embargo, debe

entenderse que el compresor 18 puede actuar en cada parte del dispositivo y en particular en la hilera 28 que permite transformar la composición bituminosa en hilos o juncos regulares a viscosidades constantes.

5 El compresor 18 permite controlar de manera activa el avance de la composición pastosa a lo largo de la extrusora 500 y en particular en la hilera 28, después la cámara de granulación 26. Según un modo de realización preferente, la presión en la hilera se ajusta a aproximadamente 5.000 kPa y 6.000 kPa. El dispositivo de cizallamiento puede operar así de manera precisa para uniformizar el corte de la composición pastosa y proporcionar partículas con una masa por aproximadamente cien partículas comprendida entre 0,4 g y 0,9 g. Las partículas forman el producto pregranulado.

En otras palabras, la operación **E** puede verse como una formulación por granulación controlada.

10 La cámara de granulación 26 comprende en general una entrada de agua de enfriamiento para enfriar las partículas recién cortadas. Por consiguiente, el producto pregranulado debe secarse antes del recubrimiento final. El secado se realiza mediante un dispositivo de secado 24 que consta en general de un soplador de aire termostático.

Así, la figura 1 representa un dispositivo de secado 24 destinado a realizar una operación **F** que consiste en secar el producto pregranulado obtenido en la operación **E**.

15 Después de secado, el procedimiento de la invención comprende una operación **G** que consiste en recubrir el producto pregranulado con un agente antiadhesivo. Para ello, el dispositivo 10 de la invención consta de una cámara de recubrimiento 22.

Según un modo de realización de la invención, el agente antiadhesivo se elige del grupo constituido por: talco, estearato de cinc, estearato de calcio, estearato de magnesio y polvo de polietileno.

20 Hay que señalar que la carga antiadherente comprendida en el núcleo y el agente antiadhesivo que recubre este núcleo pueden tener naturaleza química casi idéntica. Sin embargo, según la invención su función final es diferente. Así, la solicitante ha descubierto sorprendentemente que la combinación de la carga antiadherente y el agente antiadhesivo muestran un efecto de sinergia que da como resultado una fuerte estabilidad del producto final.

25 En efecto, después de recubrimiento del producto pregranulado con el agente antiadhesivo en las condiciones descritas en la presente descripción, se obtienen gránulos de composición de matriz aglomerante según la invención. Los gránulos de composición de matriz aglomerante de la invención presentan buenas características fisicoquímicas y muestran una gran estabilidad de almacenamiento en el tiempo a temperaturas hasta 60°C.

30 Debe entenderse que el regulador de temperatura 16 y el compresor 18 se disponen para poder actuar sobre el conjunto del dispositivo 10. Así, la invención ofrece un control considerable de cada operación. Según la invención, el regulador de temperatura se asocia con la sección de entrada 100 para mantener una temperatura menor que o igual a 60°C y se asocia igualmente con la sección intermedia 200 y la sección terminal 300 para mantener una temperatura comprendida entre 130°C y 200°C. El compresor 18 se ajusta para someter a presión cada sección de la extrusora 10 a una presión comprendida entre 300 kPa y 7.000 kPa. Se garantiza en particular una presión controlada en la hilera antes del corte de la composición pastosa por el dispositivo de granulación para formular dicha composición pastosa en producto pregranulado. Una presión controlada permite la obtención de gránulos de masa y tamaño predeterminados.

40 El perfil del dispositivo de mezcla 12, es decir, por ejemplo, el perfil del husillo en la sección de entrada 100, se elige específicamente según la aplicación. Así, el perfil del husillo puede constituir el dispositivo de micronización 14. En otras secciones de la extrusora, el operador podrá adaptar el perfil del husillo o combinarlo con otros elementos en función de las necesidades y según la utilización en la técnica.

La invención se describirá en adelante con ayuda de los ejemplos de realización proporcionados a título no limitante.

Ejemplos de realización

En los ejemplos, los porcentajes se expresan en porcentajes ponderales.

45 La solicitante ha preparado diferentes variantes de granulados de composición de matriz aglomerante según la invención. Cada preparación se ha realizado en un procedimiento conforme a la invención y a las condiciones descritas en la descripción general anteriormente.

Las tablas 1 a 6 contienen las composiciones de los núcleos según la invención. Las tablas 4 a 6 presentan modos de realización en los que cada núcleo comprende un agente de reticulación, es decir de *Rétiflex*.

Tabla 1: Composición 1 de núcleo de granulados de composición de matriz aglomerante.

Productos	Contenidos ponderales
Matriz aglomerante: Betún 70/100	45%
Polímero: SBS	40%
Agente compatibilizante	5%
Carga antiadherente: talco	10%

Tabla 2: Composición 2 de núcleo de granulados de composición de matriz aglomerante.

Productos	Contenidos ponderales
Matriz aglomerante: 70/100	57%
Polímero: SBS	35%
Agente compatibilizante	5%
Carga antiadherente: Estearato de cinc	3%

5 **Tabla 3: Composición 3 de núcleo de granulados de composición de matriz aglomerante.**

Productos	Contenidos ponderales
Matriz aglomerante: Betún 70/100	55%
Polímero: SBS	30%
Agente compatibilizante	5%
Carga antiadherente: Talco	10%

Tabla 4: Composición 4 de núcleo de granulados de composición de matriz aglomerante.

Productos	Contenidos ponderales
Matriz aglomerante: Betún 70/100	50,4%
Polímero: SBS	40%
Agente compatibilizante	5%
Carga antiadherente: Estearato de cinc	3%
Agente de reticulación/vulcanización	1,6%

Tabla 5: Composición 5 de núcleo de gránulos de composición de matriz aglomerante.

Productos	Contenidos ponderales
Matriz aglomerante: Betún 70/100	43,4%
Polímero: SBS	40%
Agente compatibilizante	5%
Carga antiadherente: Talco	10%
Agente de reticulación/vulcanización	1,6%

Tabla 6: Composición 6 de núcleo de granulados de composición de matriz aglomerante.

Productos	Contenidos ponderales
Matriz aglomerante: Betún 70/100	42%
Polímero: SBS	40%
Agente compatibilizante	5%
Carga antiadherente: Talco	10%
Agente de reticulación/vulcanización	3%

- 5 Cada composición de núcleo ha sido recubierta por un agente antiadhesivo, en las condiciones descritas en relación con la operación **G**.

El agente compatibilizante es una mezcla de derivados de ácidos grasos, es decir, cera Licomont (marca registrada) BS 100.

- 10 Los ejemplos de composición utilizan un betún 70/100 y un SBS estrellado comercializado por la compañía VERSALIS con la denominación SOL T 6205 G.

El agente de reticulación/vulcanización se obtiene por la compañía Eiffage Travux Publics con la denominación *Rétiflex*.

Ejemplo comparativo 1

- 15 La tabla 7 muestra un ejemplo comparativo entre betún 70/100 mezclado con granulados de la invención y betún 70/100 (núcleo de composición 4; cf. tabla 4 anteriormente) fabricado de manera convencional respondiendo a las especificaciones requeridas. La tabla 7 resume igualmente los resultados de los ensayos según normas elegidas.

Tabla 7: Ejemplo comparativo 1

	Betún-polímero modificado con gránulos según la composición 4	Betún-polímero fabricado en fábrica de manera convencional (polímero en polvo dispersado en betún) conforme a las especificaciones requeridas.
Betún 70/100	90%	95,4%
Granulados según la composición 4 (véase la tabla 4)	10%	-
Polímero: SBS	-	4%
Agente de reticulación	-	0,6%

ES 2 622 898 T3

Periodo de fabricación para obtener la dispersión total del polímero y su reticulación.	1 h 30	2 h 00
Resultados		
Penetrabilidad a 25°C (1/10° mm) (Según NF EN 1427)	59	40 a 70
Temperatura de bola y anillo (°C) (Según NF EN 1426)	82	➤ 65
Viscosidad Brookfield Cilindro B 160°C (mPa.s) (Método no normalizado)	358	Aproximadamente 550
Recuperación elástica (%) (según NF EN 13 398)	98	➤ 85
Punto de fragilidad Fraass (°C) (según NF EN 12 593)	-12	Aproximadamente -15
Dosis en SBS por espectrometría infrarroja. (Método no normalizado)	4,2	4
Almacenabilidad 3 días a 180°C (Según NF EN13 399)	100	> 90
Tracción a 0°C y 100 mm (Según NF EN 13 589)		
Elongación Límite (%)	9	8
Tensión (MPa)	3,3	2,7
Elongación a la ruptura (%)	739	> 440
Tensión (MPa)	1,6	1,4
Energía (J/cm2)	25	> 15

El betún modificado con granulados según la composición 4 responde a las especificaciones requeridas.

Ejemplo comparativo 2

5 La tabla 8 muestra un ejemplo comparativo entre un recubrimiento bituminoso obtenido a partir de una composición de betún/polímero fabricada de manera convencional en laboratorio (mezcla 1) y un recubrimiento bituminoso obtenido a partir de una composición de betún/polímero que comprende granulados obtenidos a partir de la composición 1 (mezcla 2) según la invención (núcleo de composición 1; cf. tabla 1 anteriormente). La tabla 8 resume igualmente los resultados de los ensayos según normas elegidas.

10 La mezcla 1 de la tabla 8 se ha obtenido por adición a los granulados y relleno (igualmente denominado finos de adición) precalentados a 180°C de una composición de betún/polímero al 5% de polímero SBS no reticulado, dispersado en un betún de tipo 70/100 (fabricado de manera convencional de laboratorio). La composición betún/polímero se llevó a una temperatura de 180°C antes de su introducción en los granulados.

15 La mezcla 2 se ha obtenido por adición de granulados según la composición 1 (introducción a temperatura ambiente) en los granulados precalentados a 130°C. A continuación, se adicionó un betún puro (betún de adición) de tipo 70/100, precalentado a 140°C, para obtener a continuación un recubrimiento bituminoso de contenidos en aglomerante y polímero idénticos a la mezcla 1.

Tabla 8 Ejemplo comparativo 2

	Mezcla 1	Mezcla 2
Gravillas 10/14	18,63%	18,63%
Gravillas 6/10	20,00%	20,00%
Gravillas 2/6	18,00%	18,00%
Arena 0/2	17,00%	17,00%
Relleno de piedra caliza	2,30%	2,30%
Agregados de recubrimientos reciclados 0/10	20,00%	20,00%
Betún-polímero (fabricación convencional en laboratorio)	4,07%	-
Betún 70/100 de adición	-	3,41%
Granulados según la composición 1	-	0,66%
Contenido total en betún-polímero		
	5,00%	5,00%
Módulo de riqueza K		
	3,29	3,28
Densidad absoluta máxima - Método volumétrico (según NF EN 12 697-5)		
ρ_m (Mg/m ³)	2,501	2,498
Prueba en la prensa en cizallamiento giratorio (según NF EN 12 697-31)		
V (%) en 10 giros	16,0	14,3
V (%) en 80 giros	7,8	6,1
V (%) en 200 giros	4,8	3,3
Pendiente de la curva	-3,686	-3,611
Prueba de sensibilidad en agua (según NF EN 12 697-12)		
Contenido en vacíos (%)	6,1	5,7

ES 2 622 898 T3

C_d (KPa)	10.600	10.700
C_p (KPa)	10.100	9.800
i/C	95	92
Prueba en pista (según EN 12 697-22+A1)		
Contenido en vacíos (%)	5,8%	5,0%
Espesor de las probetas	10,4 cm	10,2 cm
Temperatura de la prueba	60,6°C	60,0°C
Profundidad de la rodada a:		
1.000 ciclos	1,6%	1,9%
3.000 ciclos	1,9%	2,2%
10.000 ciclos	2,1%	2,5%
30.000 ciclos	2,3%	2,7%
Módulo de rigidez en tracción directa (según NF EN 12 697-26)		
Contenido en vacíos (%)	5,6	5,2
Módulo de rigidez 15°C y 0,02 s (MPa)	9.900	10.700

El recubrimiento fabricado con betún modificado con polímero SBS a partir de gránulos según la composición 1, responde a las especificaciones requeridas.

Ejemplo comparativo 3

- 5 Se evaluaron ocho composiciones de gránulos conteniendo tasas variables de betún, polímero SBS y cargas antiadherentes en términos de estabilidad en el almacenamiento. El conjunto de los granulados, además de la composición denominada de control 2, se recubrió con talco después de granulación y secado, a la altura de 5% en masa.

- 10 El conjunto de las composiciones de granulados se acondicionó después de fabricación, en bolsas denominadas *big bags* habituales de gran tamaño (contenido de aproximadamente 600 kg), en las bolsas habituales de plástico de pequeño tamaño (contenido de 10 kg) acondicionadas en paleta de 600 kg. Se evaluó la estabilidad en el almacenamiento durante 9 meses. Durante estos 9 meses, las temperaturas variaron de -10°C a +60°C.

Los resultados de las observaciones efectuadas durante el almacenamiento se presentan en la tabla 9.

Tabla 9: Estabilidad de almacenamiento

Composición	Observaciones después de 9 meses de almacenamiento
Control 1 (con recubrimiento): - 40% de SBS - 0% de carga antiadherente - 5% de agente compatibilizante - 55% de betún 70/100	Colmatación total e inmediata desde el comienzo del acondicionamiento.
Control 2 (sin recubrimiento): - 40% de SBS - 10% de Talco - 5% de agente compatibilizante - 45% de betún 70/100	Colmatación parcial de los granulados 4 meses después de acondicionamiento.
Composición stock A (con recubrimiento): - 25% de SBS - 10% de CaCO ₃ - 5% de agente compatibilizante - 60% de betún 70/100	Colmatación parcial de los granulados 2 semanas después de fabricación.
Composición stock B (con recubrimiento): - 25% de SBS - 5% de CaCO ₃ - 5% de agente compatibilizante - 65% de betún 70/100	Colmatación total de los granulados 1 mes después de fabricación.
Composición stock C (con recubrimiento): - 35% de SBS - 3% de estearato de cinc - 5% de agente compatibilizante - 57% de betún 70/100	Ausencia de colmatación en las bolsas.
Composición stock D (con recubrimiento): - 30% de SBS - 10% de talco - 5% de agente compatibilizante - 55% de betún 70/100	
Composición stock E (con recubrimiento): - 40% de SBS - 3% de estearato de cinc - 5% de agente compatibilizante - 52% de betún 70/100	
Composición stock F (con recubrimiento): - 40% de SBS - 10% de Talco - 5% de agente compatibilizante - 45% betún 70/100	

Se observa que las composiciones según la invención (tasa de polímero de al menos 30%, es decir, las composiciones stock C, stock D, stock E y stock F) muestran una buena estabilidad en el almacenamiento.

5 La invención permite la fabricación de recubrimientos con betunes modificados con polímeros SBS directamente en las amasadoras de las plantas mezcladoras. Los rendimientos son al menos idénticos a los de los recubrimientos fabricados a partir de betunes/polímeros de SBS elaborados habitualmente en las fábricas de aglomerantes. Además, los productos fabricados a partir de la invención permiten facilidad de almacenamiento (y así facilidad de transporte, etc.). Por consiguiente, los costes de almacenamiento y de transporte son netamente inferiores a los de productos de betunes/polímero del estado de la técnica (productos que requieren un almacenamiento en caliente en forma líquida). Todo esto conduce directamente a una disminución de los consumos de energía. La estabilidad del producto permite además una exportación simple del producto.

10 La composición de la invención puede servir así de base para la fabricación de una mezcla bituminosa que comprende granulados naturales o artificiales, relleno y materiales reciclados.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de preparación de gránulos de una composición de matriz aglomerante, que comprende las siguientes etapas:
- 5 a. prever 40% a 60% en peso de una matriz aglomerante, 30% a 40% en peso de un polímero, 4% a 6% en peso de un agente compatibilizante y 3% a 15% en peso de una carga antiadherente;
- b. micronizar el polímero en presencia de agente compatibilizante para formar una preparación de polímero micronizado con partículas de polímero de diámetro comprendido entre 250 μm y 1.000 μm , preferiblemente entre 400 μm y 600 μm ;
- 10 c. añadir la matriz aglomerante a dicha preparación de polímero micronizado obtenida en la etapa b para formar una mezcla de matriz aglomerante;
- d. añadir la carga antiadherente a dicha mezcla de matriz aglomerante obtenida en la etapa c, para formar un núcleo;
- e. formular el núcleo obtenido en la etapa d en un producto pregranulado;
- f. secar el producto pregranulado;
- 15 g. recubrir el producto pregranulado con un agente antiadhesivo;
- en el que la etapa b se realiza a una temperatura menor o igual que 60°C, las etapas c y d se realizan a una temperatura comprendida entre 130°C y 200°C.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la etapa e supone una presión comprendida entre 2.000 kPa y 7.000 kPa.
- 20 3. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, en el que el polímero es un copolímero estireno-butadieno-estireno (SBS).
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, en el que la etapa d comprende además la adición de 1% a 5% en peso de un agente de reticulación.
- 25 5. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, en el que el agente compatibilizante se elige del grupo constituido por: una cera a base de una mezcla de derivados de ácidos grasos, una cera parafínica, una cera de origen vegetal, una cera de origen animal o una mezcla de éstos.
- 30 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, en el que la matriz aglomerante se elige del grupo constituido por: betún de clase 35/50, betún de clase 50/70, betún de clase 70/100, betún de clase 160/220, en brea de resina de lejías celulósicas o sus derivados, una mezcla de ácidos grasos o sus derivados, un aceite de origen vegetal, un aceite de origen animal, un derivado de colofonia, un éster metílico de aceite vegetal o una mezcla de éstos.
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, en el que la carga antiadherente se elige del grupo constituido por: talco, estearato de cinc, estearato de calcio, estearato de magnesio, polvo de polietileno, cera de polietileno, sílice molida, negro de carbono o una mezcla de éstos.
- 35 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, en el que la etapa e comprende el corte por cizallamiento de dicho núcleo para obtener un producto pregranulado formado por partículas, teniendo dichas partículas una masa por aproximadamente cien partículas comprendida entre 0,6 g y 0,8 g.
9. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el polímero proporcionado en la etapa a esta en forma de granos de tamaño comprendido entre 1 mm y 10 mm.
- 40 10. Composición de matriz aglomerante en forma de granulados, constando cada gránulo de un núcleo y un recubrimiento y presentando una masa por aproximadamente cien partículas comprendida entre 0,5 g y 2 g, comprendiendo el núcleo:
- 40% a 60% en peso de una matriz aglomerante;
- 30% a 40% en peso de un polímero;
- 45 - 4% a 6% en peso de un agente compatibilizante y
- 2% a 15% en peso de una carga antiadherente
- y comprendiendo el recubrimiento un agente antiadhesivo.

11. Composición según la reivindicación 10, en la que el núcleo comprende además 1% a 5% en peso de un agente de reticulación.
12. Utilización de la composición según una de las reivindicaciones 10 y 11 en una planta mezcladora.
13. Utilización de la composición según la reivindicación 11 en una fábrica de aglomerantes.

Figura única

