

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 694 475**

51 Int. Cl.:

C08L 95/00 (2006.01)
C08J 3/00 (2006.01)
C08J 3/22 (2006.01)
C08L 9/06 (2006.01)
C08L 23/08 (2006.01)
C08L 53/02 (2006.01)
E01C 7/26 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.09.2005 PCT/FR2005/050784**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **06.04.2006 WO06035183**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.09.2005 E 05800640 (4)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.08.2018 EP 1794234**

54 Título: **Procedimiento de fabricación de un compuesto sólido de polímero/bitumen, compuesto sólido de polímero/bitumen y bitumen/polímero obtenido**

30 Prioridad:

27.09.2004 FR 0452172

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
21.12.2018

73 Titular/es:

**FENIXFALT (100.0%)
Avenue Corps Franc Pommies, Impasse
Chinanou
64270 Salies-de-Béarn, FR**

72 Inventor/es:

LOPEZ, ÉMILE

74 Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 694 475 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 de fabricación de un compuesto sólido de polímero/bitumen, compuesto sólido de polímero/bitumen y bitumen/polímero obtenido.

5

La presente invención se refiere a un procedimiento de fabricación de un compuesto sólido de polímero/bitumen.

Este tipo de compuesto sólido de polímero/bitumen es utilizable en particular en la fabricación de un bitumen/polímero después de la disolución en un bitumen líquido.

10

La invención se refiere al bitumen/polímero obtenido.

La invención se refiere también a las mezclas bituminosas que incluyen dicho compuesto sólido de bitumen/polímero o dicho bitumen/polímero.

15

Los polímeros, en su gran mayoría, a la salida de su fabricación se dividen después, frecuentemente en forma de granulados, para facilitar la manipulación, el transporte, el almacenamiento, el recalentamiento o las mezclas para realizar compuestos de composición adecuada. Esto está reservado para los polímeros que tienen ciertas propiedades físicas y mecánicas que lo permiten.

20

Este no es siempre el caso y en algunos elastómeros, por ejemplo unos elastómeros a base de estireno y butadieno, o isopreno, conservan, después de la fabricación, unas propiedades adhesivas. Las características fisicoquímicas de estos productos llevan, después de un almacenamiento, a una re-aglomeración de los granulados, generada, en particular, por su propio peso.

25

Se sabe que los revestimientos de carreteras están constituidos por granulados de naturaleza y dimensiones adecuadas, de composición precisa, cuya cohesión se asegura por un aglutinante, un bitumen que se hace fácilmente líquido mediante calentamiento a 160°C para dar una idea, procediendo este bitumen del refinado de productos pesados petrolíferos.

30

El bitumen es un compuesto natural complejo producido por la industria del refinado. Su composición es variable en función del origen de los abastecimientos y algunos bitúmenes no son satisfactorios debido a las tensiones cada vez más intensas a las que se someten.

35

A partir de un único producto, es difícil corregir todos los parámetros ya que estos parámetros están en su mayoría relacionados y la modificación de uno conlleva la alteración del otro. Es obligado conformarse con un compromiso.

40

En algunas aplicaciones de mejora de la rugosidad de la calzada, se aplica un bitumen para fijar en la superficie unos granulados con el fin de aumentar la adherencia neumático/revestimiento.

Esta aplicación de bitumen permite limitar también las infiltraciones, fuente de degradación de la calzada, lo que conduce a generalizar esta práctica. Es en esta aplicación en la que las necesidades por mejorar las características de los bitúmenes se hacen sentir más.

45

En el caso de la reparación de la estanqueidad de la superficie, se aplica también el bitumen para limitar las infiltraciones, fuente de degradación.

50

Una de las mejoras principales ha consistido en introducir, en el bitumen, polímeros para corregir los defectos, más particularmente elastómeros y termoplásticos. Esto permite en efecto mejorar de manera notable las propiedades mecánicas y la durabilidad elástica en mayores intervalos con temperaturas extremas de uso.

Esta adición consiste en una introducción de algunos porcentajes de polímero en el bitumen, del 3 al 7% para dar una idea.

55

Para realizar esta introducción, el bitumen líquido, llevado a una temperatura comprendida entre 140 y 180°C se mezcla con el polímero mediante cualquier medio adecuado y en particular unos agitadores verticales.

60

El tiempo de disolución es sustancialmente proporcional a la cantidad de polímero introducido y, por lo tanto, a la concentración buscada.

Para un lote de 20 a 50 toneladas, la duración puede alcanzar 24 horas debido a un tiempo aleatorio de maceración/hinchamiento que depende de la naturaleza del bitumen y de las características del polímero.

65

Los bitúmenes/polímeros así obtenidos tienen fuertes viscosidades y deben almacenarse en caliente y a temperaturas superiores a las de los bitúmenes sin polímeros.

El intervalo de temperaturas varía de 170°C a 200°C según la utilización, la conservación o el bombeo por ejemplo.

5 El transporte se hace, por lo tanto, muy complicado, y los costes inducidos impiden el transporte en largas distancias.

10 En algunos casos particulares, mediante contenedores especiales con unos sistemas de calentamiento interno que permiten la recuperación de la temperatura después del transporte, se pueden considerar transportes a larga distancia. Sin embargo, las aplicaciones siguen siendo muy limitadas.

Si se tuviera que poner en marcha una logística de transporte, necesitaría unas inversiones extremadamente elevadas.

15 Ahora bien, el desarrollo de dichos productos con parámetros fisicoquímicos mejorados pasa también por implementaciones en países que lo necesiten y que están frecuentemente lejos de los sitios de producción. Estos países tienen bajas capacidades financieras y requieren unos costes compatibles con estas bajas capacidades económicas.

20 Se entiende en lo sucesivo en la descripción como bitumen líquido, el bitumen de origen petrolífero procedente del refinado y apto para hacerse líquido a temperaturas del orden de 150°C.

25 Se entiende en lo sucesivo en la descripción por bitumen sólido, el bitumen procedente de productos tales como la asfaltita de origen minero.

30 La presente invención propone un procedimiento de fabricación de un compuesto intermedio sólido: bitumen-sólido/polímero, en particular para la fabricación de un bitumen-líquido/polímero que responde a esta problemática y que permite una disolución fácil del polímero en el momento de la introducción del compuesto intermedio sólido en un bitumen líquido para fabricar un bitumen-líquido/polímero, pero sobre todo que permite la obtención de un compuesto intermedio sólido que se puede conservar en forma dividida, a granel y a temperatura ambiente.

35 La invención se refiere también a la obtención de un bitumen líquido/polímero obtenido a partir de este compuesto intermedio sólido.

40 Por otro lado, el uso del compuesto intermedio sólido permite obtener unas mezclas bituminosas directamente en un mezclador de recubrimiento de una fábrica de fabricación de mezclas bituminosas, unas mezclas bituminosas cuyo bitumen es un bitumen líquido/polímero obtenido *in situ* o un bitumen líquido/polímero regenerado por modificación química durante una operación de reciclaje en caliente de mezclas bituminosas antiguas.

45 Se describe ahora la invención en detalle y complementada por unos ejemplos de realización.

50 Se conocen unos bitúmenes sólidos que se presentan en forma de rocas, susceptibles de ser triturados por su fragilidad, es decir su propensión a romperse bajo impactos. Se trata de asfaltita de origen minero.

55 Por el contrario, la rigidez de estos bitúmenes sólidos y el bajo coeficiente de penetración, inferior a cero 100^{ésima} de milímetro, los hacen inapropiados para su utilización como bitumen de carretera análogo al bitumen líquido de origen petrolífero. El procedimiento según la presente invención consiste en mezclar un polímero apto para la fabricación de un bitumen líquido/polímero con un bitumen sólido de este tipo.

60 El bitumen sólido asegura así una disminución del carácter viscoso del polímero, facilitando el cizallamiento y la ruptura, permitiendo así la presentación en forma dividida, granular.

65 La presencia de bitumen sólido en el polímero, en forma dividida, evita también la re-aglomeración de los granulados con las consecuencias que presentaría este tipo de aglomerado.

Si algunas composiciones ricas en polímero o debido a las mismas propiedades del polímero, llevan a un cierto apelmazamiento, es posible introducir agentes tales como sílice, talco o cal que supriman entonces en gran medida este riesgo.

Se pueden dar así los ejemplos siguientes de realización de un compuesto intermedio sólido de polímero/bitumen sólido según la invención.

Se mezclan los productos siguientes:

- copolímero de etileno vinil acetato (EVA), copolímeros elastómeros de tipo estereorregulados, di o

tribloque, estireno butadieno (SB) o estireno butadieno estireno (SBS),

- bitumen sólido que comprende:

5 * asfaltita sólida de origen minero: penetración a 25°C, cero 100^{ésima} de milímetro, temperatura de reblandecimiento 120°C, pérdida de masa al calentamiento a 163°C durante 5 horas inferior al 0,10%, materias insolubles al 8%, o

10 * coque bituminoso: penetración a 25°C, cero 100^{ésima} de milímetro, temperatura de reblandecimiento 130°C, pérdida de masa al calentamiento a 163°C durante 5 horas inferior al 0,15%.

El polímero se introduce a razón del 5 al 90% en la mezcla.

15 El polímero se calienta entre 110°C y 190°C y el bitumen sólido se lleva a una temperatura de 200 a 250°C.

El conjunto mezclado se amasa de manera vigorosa para asegurar una buena homogeneidad de la composición.

El compuesto obtenido se divide después a temperatura ambiente.

20 Se obtiene así el compuesto intermedio sólido según la invención.

Este compuesto intermedio sólido puede asociarse después a un bitumen líquido.

25 **Ejemplo 1:**

Se mezclan:

- un 50% de bitumen líquido de penetración 180 centésimas de milímetro, y

30 - un 50% de un compuesto intermedio sólido según la presente invención, constituido por un 60% de polímero estireno butadieno (SB) dibloque.

35 Se constata de manera sorprendente que el tiempo de disolución del compuesto intermedio sólido, por lo tanto de un 30% del polímero que contiene, se disminuye un 60% con respecto a la disolución del 30% de este mismo polímero directamente en bitumen líquido con una penetración de 180 centésimas de milímetro.

Se han efectuado unos controles de apelmazamiento de este compuesto intermedio sólido que debería estar sujeto fuertemente a este fenómeno por las elevadas propiedades auto-aglomerantes del polímero utilizado.

40 Los granulados tienen aproximadamente de 1 a 2 milímetros de lado.

Se colocan estos granulados a 30°C bajo una carga de 4 kg/m² sin constatar apelmazamiento después de un periodo de 1 mes.

45 **Ejemplo 2:**

Se mezclan:

50 - un 95% de bitumen líquido, a 70 centésimas de milímetro de penetración, llevado a 170°C, y

- un 5% de un compuesto sólido según la presente invención, granulado, constituido por un 60% de polímero estireno butadieno (SB) dibloque, siendo el resto un bitumen sólido.

55 Después de la mezcla, se añade un 0,07% de azufre elemental en polvo con una agitación suplementaria para asegurar la dispersión de este azufre.

El bitumen líquido/polímero obtenido presenta los parámetros siguientes:

60 Penetración de 56 centésimas de milímetro, temperatura de reblandecimiento TBA de 62°C y recuperación elástica del 51%.

Ejemplo 3:

Se mezclan:

65 - un 91,6% de bitumen líquido, a 70 centésimas de milímetro de penetración, llevado a 170°C, y

- un 8,4% de un compuesto sólido según la presente invención constituido por un 60% de polímero estireno butadieno (SB) dibloque, siendo el resto un bitumen sólido.

5 Después de la mezcla, se añade también, como anteriormente, un 0,07% de azufre elemental en polvo con una agitación suplementaria para asegurar la dispersión de este azufre.

El bitumen líquido/polímero obtenido presenta los parámetros siguientes:

10 Penetración de 59 centésimas de milímetro, temperatura de reblandecimiento TBA de 67°C y recuperación elástica del 64%.

15 En estos ejemplos 2 y 3, se constata que las características el bitumen líquido/polímero obtenido por introducción del compuesto intermedio sólido son idénticas a las del bitumen líquido/polímero obtenido por disolución directa del polímero solo directamente en dicho polímero líquido, en las mismas proporciones, pero con una duración del 50% más elevada que la de la disolución directa.

Ejemplo 4:

20 Se mezclan:

- un 90% de bitumen líquido, a 70 centésimas de milímetro de penetración, llevado a 170°C, y
- un 10% de un compuesto sólido según la presente invención que contiene un 50% de una mezcla de dos polímeros con un 30% de estireno butadieno estireno (SBS) tribloque lineal y un 20% de etileno vinilo acetato (EVA), siendo el resto un bitumen sólido.

Después de la mezcla, el bitumen líquido/polímero obtenido presenta los parámetros siguientes:

30 Penetración de 57 centésimas de milímetro, temperatura de reblandecimiento TBA de 59°C y recuperación elástica del 66%.

35 Estas propiedades son comparables a las obtenidas para el mismo bitumen modificado preparado por disolución directa del 3% de SBS y del 2% de EVA en un bitumen de penetración de 70 centésimas de milímetro llevado a 170°C.

40 Se constata por lo tanto la posibilidad de realizar unos bitúmenes líquidos/polímeros a partir de un compuesto intermedio sólido según la invención, conservando por lo menos las propiedades de los bitúmenes líquidos/polímeros realizados por disolución directa del polímero en el bitumen líquido, pero con un ahorro de tiempo de disolución significativa del 50% y más, y posibilidades de manipulación mejoradas, posibilidades de almacenamiento sin apelmazamiento, por lo tanto posibilidades de transporte fuertemente facilitadas del compuesto intermedio sólido.

45 Se pueden fabricar unas mezclas bituminosas recurriendo a un bitumen líquido que se ha obtenido él mismo a partir del bitumen sólido/polímero según la invención.

Se puede dar así el ejemplo siguiente:

50 Fabricación de una mezcla bituminosa de carretera de tipo 0/12 para capa de rodamiento a base de bitumen modificado.

La mezcla bituminosa comprende así:

- una mezcla de agregados minerales de granulometría 0/12,
- un 8,5% de polvo de relleno, y
- bitumen líquido/polímero en 5,7 partes por ciento.

60 Los agregados y el polvo de relleno deben llevarse a una temperatura de 180°C y el bitumen líquido/polímero debe llevarse a una temperatura de 170°C.

Así, para una cantidad de 4000 g de agregados, se introducen 228 g de bitumen líquido/polímero del ejemplo 3.

65 En un modo de fabricación, se realiza el bitumen líquido/polímero *in situ* directamente en el mezclador de recubrimiento mezclándolo sucesivamente con granulados llevados a 180°C de:

- 195,8 g de bitumen a 62 centésimas de milímetro de penetración calentado a 170°C (es decir un 86,32%

de bitumen),

- 19,2 g de compuesto intermedio sólido de bitumen sólido/polímero según la presente invención tal como el de los ejemplos 1 a 3 (es decir un 8,42% de compuesto intermedio sólido), y
- 12 g de solución diluida de polisulfuro orgánico en aceite mineral (es decir un 5,26% de polisulfuro).

Las características y propiedades mecánicas de las mezclas bituminosas obtenidas con estos bitúmenes-polímeros según la invención, preparados de dos formas diferentes, son idénticas.

En el caso de una mezcla bituminosa antigua que se desea reciclar, conviene llevar su temperatura entre 160 y 190°C para licuar el bitumen antiguo y disperso que contiene.

La adición de aditivos y en particular de un compuesto intermedio sólido de bitumen sólido/polímero según la invención permite regenerar el bitumen antiguo en un bitumen convencional o regenerar y reconstituir el bitumen en un nuevo aglomerante bituminoso de tipo bitumen/polímero dentro de una mezcla bituminosa de recuperación en el ámbito de su reciclado.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento de fabricación de un compuesto intermedio sólido, previsto para ser incorporado en un bitumen líquido de origen petrolífero para la fabricación de un bitumen líquido/polímero que comprende las etapas siguientes:
- mezclar en caliente un polímero apto para la fabricación de este bitumen líquido/polímero con asfaltita de origen minero,
 - 10 - enfriar, y
 - dividir el compuesto intermedio así enfriado para obtener un bitumen sólido/polímero listo para ser introducido en dicho bitumen líquido de origen petrolífero.
- 15 2. Procedimiento de fabricación de un compuesto intermedio sólido según la reivindicación 1, caracterizado por que la mezcla se efectúa mecánicamente, de manera vigorosa, llevando el polímero a una temperatura comprendida entre 110°C y 190°C y la asfaltita a una temperatura comprendida entre 200°C y 250°C.
- 20 3. Compuesto intermedio asfaltita/polímero, obtenido mediante la realización del procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que comprende del 5 al 90% de polímero.
- 25 4. Bitumen líquido/polímero que comprende una proporción del 5 al 50% del compuesto intermedio según la reivindicación 3, introducidos en un bitumen líquido de penetración comprendida entre 10 y 300 centésimas de milímetro.
5. Bitumen líquido/polímero según la reivindicación 4, caracterizado por que comprende también azufre.
6. Recubrimiento de carretera que incluye bitumen líquido/polímero directamente procedente del compuesto intermedio según la reivindicación 3, o bitumen líquido/polímero según la reivindicación 4 o 5.