



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11) Número de publicación: 2 717 015

51 Int. Cl.:

C08L 95/00 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: 29.10.2013 PCT/EP2013/072580

(87) Fecha y número de publicación internacional: 08.05.2014 WO14067929

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 29.10.2013 E 13789735 (1)

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 02.01.2019 EP 2914665

(54) Título: Compuestos fosfatados como promotores de adherencia

(30) Prioridad:

31.10.2012 EP 12190852 02.11.2012 US 201261721621 P

Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 18.06.2019

(73) Titular/es:

AKZO NOBEL CHEMICALS INTERNATIONAL B.V. (100.0%)
Velperweg 76
6824 BM Arnhem, NL

(72) Inventor/es:

NORDBERG, JOHAN; HAGBERG, DANIEL y GOROCHOVCEVA, NATALIJA

(74) Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

DESCRIPCIÓN

Compuestos fosfatados como promotores de adherencia

Campo técnico de la invención

5

10

15

30

35

50

La presente invención se refiere al uso de un compuesto fosfatado para promover la adherencia entre el betún asfáltico y los áridos en una composición de asfalto. Además, la presente invención se refiere a una composición que comprende betún asfáltico y el compuesto fosfatado.

Antecedentes técnicos de la invención

Los pavimentos de asfalto consisten básicamente en dos componentes principales; betún asfáltico y áridos. La función del betún asfáltico es actuar como un aglutinante entre el esqueleto de los áridos, dando al asfalto suficiente cohesión interna. Por lo tanto, es de vital importancia que el betún asfáltico tenga una fuerte unión (adherencia) a la superficie de los áridos.

El hecho de que las carreteras pueden sufrir daños por el agua está bien establecido. Los síntomas visibles del daño por agua son diversos e incluyen rodadas y golpes, deformación, pérdida de gravilla procedente del tratamiento superficial (repavimentación) y desgaste de las capas superficiales. Esto lleva a superficies rugosas y eventualmente a baches, pérdida de resistencia estructural, susceptibilidad a daños por congelación y descongelación y agrietamiento. El problema subyacente a microescala es la pérdida de adherencia entre el betún asfáltico y la superficie de los áridos. Aun cuando los áridos estén completamente cubiertos con betún asfáltico, el agua podría penetrar la película del betún asfáltico por diferentes medios, como por ejemplo, a través del uso de películas delgadas de betún asfáltico en los bordes agudos de los áridos.

En términos comunes, el betún asfáltico es un material oleoso y, por lo tanto, muy hidrófobo. El betún asfáltico tiene mucha menos afinidad por la superficie de los áridos que el agua, y no se adhiere fácilmente a las superficies hidrófilas de la mayoría de los áridos. La adherencia entre el betún asfáltico y los áridos depende de la naturaleza química de los componentes y, por lo tanto, de la fuente del betún asfáltico y del tipo de áridos. Las propiedades de los áridos, tales como la textura de la superficie, la porosidad, la forma y la absorción también influirán en la adherencia de los áridos/betún asfáltico.

Debido a su composición química, el betún asfáltico tiene una polaridad bastante baja, mientras que el agua es extremadamente polar. Los áridos pueden ser de tipo "ácido", con superficies que tienden a estar cargadas negativamente, o de tipo "básico" (también conocido como "alcalino") con superficies que tienden a estar cargadas positivamente. Los áridos ácidos incluyen aquellos con alto contenido en sílice, mientras que los áridos básicos incluyen carbonatos.

La función del promotor de adherencia es alterar las propiedades superficiales relativas y la polaridad de los materiales incompatibles, facilitando así una fuerte unión entre el betún asfáltico y los áridos, la cual resiste los efectos de desplazamiento del aqua durante la vida útil del pavimento.

La adherencia puede ser pasiva o activa. La adherencia pasiva es la capacidad de un aglutinante (betún asfáltico) para mantener la integridad de la unión adhesiva con los áridos para evitar el desprendimiento en condiciones húmedas, lo que se puede asegurar por la adición de un promotor de adherencia al aglutinante. La adherencia activa se logra por la acción del promotor de adherencia para disminuir el ángulo de contacto del betún asfáltico con la interfaz de los áridos, permitiendo de este modo que el betún asfáltico desplace el agua y cubra la superficie de los áridos.

40 Existen publicaciones anteriores que describen el uso de alcoholes fosfatados como mejoradores de la adherencia.

El documento EP 0 926 191 se refiere a un aditivo de asfalto que aumenta la adherencia entre el betún asfáltico y los áridos. El aditivo de asfalto comprende al menos un producto fosfatado derivado de un alcohol monohidroxilado que tiene un radical hidrocarburo lineal o ramificado de metilo, y que está opcionalmente alcoxilado.

El documento EP 0 157 210 se refiere a un método para reforzar la adherencia entre el betún asfáltico calentado y los áridos añadiendo al betún asfáltico un compuesto organofosforado ácido tal como, por ejemplo, fosfato de monooleilo, fosfato de dioleilo y fosfato de laurato de sorbitán.

El documento FR 2 971 785 se refiere al uso de una composición que comprende al menos un fosfolípido y al menos una sal de un ácido graso para producir un producto bituminoso, donde el producto bituminoso es una emulsión que comprende 0,2-10 % en peso de dicha composición, 1-80 % en peso de betún asfáltico y agua hasta 100 % en peso. Se mencionan brevemente ciertos fosfatos ácidos para uso en la mezcla con sales de ácidos grasos, pero no hay ejemplos de los mismos.

Sin embargo, todavía hay necesidad de promotores de adherencia que tengan una mayor eficiencia para una amplia gama de áridos.

Sumario de la invención

5

10

15

35

Es un objetivo de la presente invención proporcionar un aditivo de asfalto que es un excelente promotor de la adherencia.

Otro objetivo de la invención es proporcionar un aditivo que aumenta la adherencia del betún asfáltico hacia los áridos tanto ácidos como básicos.

Un tercer objetivo es proporcionar un aditivo que tiene un buen perfil ambiental.

Se ha encontrado ahora sorprendentemente que estos objetivos se pueden cumplir al menos parcialmente utilizando ciertos ésteres de fosfato como promotores de la adherencia en composiciones de betún asfáltico. Los ésteres de fosfato se pueden formar a partir de alcoholes polihidroxilados, que han sido esterificados con un ácido carboxílico y fosfatados, o para una realización específica, mediante la transesterificación de un triglicérido con glicerol, seguida por la reacción con ácido polifosfórico o pentóxido de difósforo.

Descripción detallada de la invención

Un primer aspecto de la presente invención se refiere a una composición que contiene betún asfáltico y un compuesto fosfatado, que se puede obtener por la esterificación de un alcohol polihidroxilado que tiene al menos tres grupos hidroxilo, con un ácido carboxílico que tiene de 8, preferiblemente de 12 a 24, preferiblemente a 22 átomos de carbono, o un derivado del mismo, en donde al menos uno pero no todos los grupos hidroxilo están esterificados, con la condición de que cuando el alcohol polihidroxilado tiene 5 o más grupos hidroxilo, entonces al menos dos pero no todos los grupos hidroxilo están esterificados, seguido por la reacción del éster obtenido con un reactivo de fosfatación; en donde dicha composición no es una emulsión de betún asfáltico en agua.

20 En una primera realización, el compuesto fosfatado tiene la fórmula

donde $Z = -PO_3H$, H o R-(C=O)-, donde R-(C=O)- es un grupo acilo que tiene de 8, preferiblemente de 12 a 24, preferiblemente a 22 átomos de carbono; y n = 0-3; con la condición de que al menos un Z es R-(C=O)- y al menos un Z es -PO₃H, con la condición de que cuando n = 2 o 3 entonces al menos dos Z son R-(C=O)-.

25 En una segunda realización, el compuesto fosfatado tiene la fórmula

$$Z-OH_{2}C-C-CH_{2}O-Y \qquad (II) \\ CH_{2}O-Z$$

donde X = -CH₂O-Z o -CH₂CH₃; Z tiene el mismo significado que en la fórmula I; y

con la condición de que al menos un Z es -PO $_3$ H y al menos un Z es R-(C=O)-.

Los alcoholes polihidroxilados adecuados para ser usados como materiales de partida para los productos de la fórmula (I) son glicerol, eritritol, treitol, arabitol, xilitol, ribitol, manitol, sorbitol y galactitol, preferiblemente glicerol.

Los ácidos carboxílicos a utilizar como materiales de partida para los productos de las fórmulas (I) y (II) pueden ser lineales o ramificados, preferiblemente lineales, sustituidos o no sustituidos, preferiblemente no sustituidos, y saturados o insaturados, preferiblemente insaturados. Ejemplos adecuados de estos ácidos son, por ejemplo, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido araquídico, ácido behénico, ácido lignocérico, ácido palmitoleico, ácido oleico, ácido gadoleico, ácido erúcico, ácido ricinoleico, ácido linoleico, ácido linolenco, ácido araquidónico y los llamados ácidos grasos naturales, tales como el ácido graso de coco, el ácido graso de sebo, el ácido graso de colza, el ácido graso de soja y el ácido graso de aceite de resina (TOFA),

Los agentes de fosfatación adecuados incluyen ácido polifosfórico (PPA) y pentóxido de difósforo (P2O₅).

Para el compuesto de la fórmula (I) hay una realización específica donde n=0, al menos uno y preferiblemente al menos dos de los grupos Z son R-(C=O)- y el grupo o los grupos Z restantes son -PO $_3$ H. Estos compuestos se conocen como fosfolípidos y se pueden preparar por métodos conocidos en la técnica (véase, por ejemplo, los documentos GB 1.032.465, DE 24 46 151, US 3.875.196 y US 2.177.983 para descripciones de la síntesis). Una estructura preferida se forma por esterificación de 1,5-2 moles de ácido graso con 1 mol de glicerol, seguido por la reacción del intermedio obtenido con ácido polifosfórico (PPA) o con pentóxido de difósforo (P_2O_5).

Alternativamente, el compuesto de la fórmula (I) donde n=0 se puede obtener por transesterificación de un aceite o grasa (triglicérido) con glicerol, típicamente en una relación molar de triglicérido:glicerol de aproximadamente 2:1, y típicamente en presencia de una base (por ejemplo, KOH), seguido por la reacción del intermedio obtenido con PPA o P_2O_5 . Los productos obtenidos por los métodos mencionados antes son normalmente mezclas de monoglicéridos y diglicéridos fosfatados, donde el producto principal es un diglicérido fosfatado. La mezcla de productos también puede contener triglicéridos y pequeñas cantidades de glicerol mono, di y trifosfatado.

También se pueden esterificar otros alcoholes polihidroxilados con un ácido carboxílico y posteriormente se pueden fosfatar. Otra realización específica se basa en sorbitol (n = 3), donde el producto tiene la fórmula

donde $Z = -PO_3H$, H o R-(C=O)-, con la condición de que al menos dos Z son R-(C=O)-, y al menos un Z es $-PO_3H$.

Una realización específica del compuesto de la fórmula (II) es donde X es CH_2O -Z e Y es Z, donde al menos uno, preferiblemente al menos dos Z son R-(C=O)-, y al menos un Z es -PO₃H. El alcohol polihidroxilado de partida en este caso es pentaeritritol.

20 Otras dos realizaciones específicas del compuesto (II) son aquellas en las que X es -CH₂CH₃ y

5

10

15

30

35

40

45

donde el alcohol polihidroxilado de partida es trimetilolpropano o di-trimetilolpropano, respectivamente.

Los derivados que se pueden usar en la reacción de esterificación en lugar del propio ácido carboxílico son, por ejemplo, un cloruro de ácido, un éster o un anhídrido del mismo.

Los compuestos fosfatados de la invención que tienen la fórmula (I) son especialmente preferidos, ya que tienen un perfil ambiental particularmente bueno y una buena estabilidad térmica. Los compuestos más preferidos de la fórmula (I) son aquellos en los que n = 0.

La composición que contiene betún asfáltico y un compuesto fosfatado como se ha definido antes, preferiblemente un compuesto que tiene la fórmula (I) o (II), más preferiblemente la fórmula (I), y lo más preferiblemente un compuesto que tiene la fórmula (I) en la que n es 0, comprende preferiblemente > 90 % en peso de betún asfáltico y < 5 % en peso de agua.

La cantidad del compuesto fosfatado a añadir a la composición que contiene el betún asfáltico es preferiblemente al menos 0,05, más preferiblemente al menos 0,1, aún más preferiblemente al menos 0,2, y lo más preferiblemente al menos 0,3 % en peso, y preferiblemente como máximo 5, más preferiblemente como máximo 4, aún más preferiblemente como máximo 3 y lo más preferiblemente como máximo 2 % en peso, basado en la cantidad de betún asfáltico.

El compuesto de la fórmula (I) o (II) aumenta significativamente la adherencia del betún asfáltico tanto para los áridos ácidos, tales como el granito, como para los áridos alcalinos, tales como la piedra caliza. Un segundo aspecto de la invención es, por lo tanto, un método para reforzar la adherencia entre el betún asfáltico y los áridos añadiendo dicha composición que contiene el betún asfáltico a dichos áridos, o añadiendo en primer lugar el compuesto fosfatado como se ha definido antes a los áridos y añadiendo después el betún asfáltico a la mezcla de compuesto fosfatado-áridos.

Un tercer aspecto de la invención es una composición de asfalto que comprende betún asfáltico, un compuesto fosfatado como se ha definido antes, preferiblemente un compuesto que tiene la fórmula (I) o (II), más preferiblemente la fórmula (I), y lo más preferiblemente un compuesto de la fórmula (I) donde n = 0, y áridos.

ES 2 717 015 T3

La cantidad de la composición que contiene betún asfáltico en la composición de asfalto final es preferiblemente de 1 a 25 % en peso, más preferiblemente de 2 a 15 % en peso y lo más preferiblemente de 3 a 10 % en peso de la composición final. La cantidad de áridos en la composición final de asfalto es preferiblemente de 75 a 99 % en peso de la composición final.

- El betún asfáltico (en América del Norte, denominado también "asfalto") es una de las porciones más pesadas, si no la más pesada, del proceso de destilación de petróleo. Debido a los diferentes orígenes y procedimientos de destilación de tales petróleos, el betún asfáltico resultante puede tener una amplia gama de propiedades y características.
- El aglutinante se define en la presente memoria como betún asfáltico o betún asfáltico que incluye aditivos, tal como los compuestos fosfatados descritos en la presente memoria.

Como se usa en la presente invención, el término "asfalto" se refiere a una composición que comprende aglutinante y áridos.

Como se usa en la presente invención, el término "betún asfáltico" se refiere no solo al producto procedente del petróleo por destilación directa o por destilación del petróleo a presiones reducidas, sino también al producto resultante de la extracción de alquitrán y arenas bituminosas, el producto de oxidación y/o fluxación de tales materiales bituminosos, así como betunes asfálticos soplados o semi-soplados, betunes asfálticos sintéticos (tales como los descritos en el documento FR 2 853 647-A1), alquitranes, resinas de aceite o resinas de indeno-cumarona mezcladas con hidrocarburos aromáticos y/o parafínicos, betún asfáltico modificado químicamente, tal como el betún asfáltico modificado con polímeros y/o el betún asfáltico modificado con ácidos, y mezclas de los mismos.

- El llamado betún asfáltico fluidificado, es decir, betún asfáltico diluido con un disolvente de petróleo, tal como por ejemplo, nafta, queroseno y/o gasóleo para reducir su viscosidad, también está dentro de la definición de "betún asfáltico" como se usa en la presente memoria. Sin embargo, el betún asfáltico preferido para uso en la presente invención comprende como máximo 5 % en peso, preferiblemente como máximo 4 % en peso de disolventes de petróleo, tales como nafta, queroseno y/o gasóleo.
- Por lo tanto, el promotor de adherencia de la presente invención no está restringido a ser utilizado con algún tipo específico de betún asfáltico.

Normalmente, el compuesto fosfatado de la invención que promueve la adherencia se debe añadir al betún asfáltico, y esta mezcla se añade después a los áridos. Alternativamente, el compuesto fosfatado se puede añadir en primer lugar a los áridos y, después se añade el betún asfáltico a la mezcla de compuestos fosfatados.

- 30 El asfalto que comprende el aditivo de la invención se puede utilizar en diferentes métodos de pavimentación, tales como con mezclas calientes, mezclas templadas, mezclas de betún asfáltico blando y betún asfáltico espumado, preferiblemente con mezclas calientes. Se puede utilizar para pavimentar una carretera, una acera, un estacionamiento o una pista de aeropuerto. También se puede usar en aplicaciones de asfalto para tejados, revestimientos y cubiertas, tales como tejas para techados y sellantes de garaje.
- 35 Un método adecuado para pavimentar comprende las etapas de
 - mezclar la composición de betún asfáltico como se ha definido antes con áridos para formar una mezcla que tiene una temperatura de 100 - 190 °C
 - aplicar dicha mezcla a una superficie.
 - opcionalmente compactar dicha mezcla.
- 40 El método anterior es preferiblemente un método convencional de pavimentación con mezcla caliente o mezcla templada.

El betún asfáltico puede comprender cantidades pequeñas de agua dispersada en el mismo. Preferiblemente, el betún asfáltico contemplado para uso en la presente invención comprende menos de 5, preferiblemente menos de 4, y lo más preferiblemente menos de 1 % en peso de agua, y es típicamente esencialmente anhidro.

Como se usa en la presente memoria, el término "áridos" se refiere a materiales divididos procedentes de canteras, material de piedra, agregados de mezclas bituminosas, tales como los procedentes de asfalto recuperado, fragmentos molidos, clinker, escorias, desechos y hormigón.

El tamaño medio de los áridos es típicamente inferior a 5, preferiblemente inferior a 3 cm en cualquier dimensión, y típicamente tiene un tamaño medio de al menos 0,1 cm, preferiblemente al menos 0,3 cm en al menos una dimensión. Sin embargo, se debe reconocer que los áridos a menudo comprenden una porción de partículas de relleno, que son materiales finamente divididos que tienen un tamaño de partícula inferior a 75 µm.

Los áridos utilizados pueden ser ácidos o básicos. Los áridos ácidos incluyen aquellos con alto contenido en sílice, mientras que los áridos básicos incluyen carbonatos. Ejemplos no limitativos de áridos adecuados son piedra caliza, arenisca, granito y diabasa.

La mezcla de asfalto caliente (HMA) se produce mezclando betún asfáltico calentado y áridos secos y calentados en las proporciones correctas para obtener la mezcla de producto deseada. La temperatura de producción es generalmente de 120-190 °C, típicamente de 150-180 °C, y depende del betún asfáltico que se use. Una temperatura adecuada de los áridos es esencial, ya que es principalmente la temperatura de los áridos la que controla la temperatura de la mezcla asfáltica. La mezcla de asfalto templada (WMA) es una variación de la HMA tradicional, que utiliza procedimientos o aditivos para la HMA que permiten que la producción y colocación de la mezcla se produzca a temperaturas más bajas que la HMA convencional sin sacrificar el rendimiento. Para hacer posible el procedimiento de WMA, se pueden usar tecnologías que incluyen modificaciones de aditivos de aglutinantes químicos, aditivos de mezclas químicas, mezclas espumantes y vegetales. La temperatura de proceso para una WMA está aproximadamente entre 100 y 140 °C, que es típicamente 20-40 °C más baja que para una HMA equivalente, es decir, para una HMA que tiene el mismo tipo de betún asfáltico y áridos. En la HMA y en la WMA, el betún asfáltico no está en forma de una emulsión.

La composición de asfalto puede comprender además cantidades menores de otros aditivos comúnmente usados en la técnica.

La invención se ilustra adicionalmente mediante los siguientes ejemplos de trabajo.

Parte experimental

20 Ejemplo 1

5

10

15

Síntesis de fosfolípidos (I)

Tabla 1. La cantidad de los reactivos utilizados para la reacción y las especificaciones de las materias primas.

Relación molar	n, mol	Peso molecular, g/mol	m, g	Reactivo	
1,80	1,28	282,8	361,98	Sylfat™ 2 (de Arizona Chemicals)¹	
1,00	0,713	92,09	65,7	Glicerol	
1,00	0,713	142	101,2	Ácido polifosfórico (PPA)	
¹ Ácido graso de aceite de resina (TO-2)					

Procedimiento

Se añadieron TO-2 y glicerol a un matraz de fondo redondo equipado con un termómetro, una manta de calentamiento, un sistema de destilación, una entrada de nitrógeno/vacío y un agitador mecánico. Se calentó la mezcla de reacción hasta 165 °C y se separó por destilación el agua de reacción. La destilación se llevó a cabo al vacío (30 mbar) a 165 °C durante aproximadamente 13 horas. El progreso de la reacción se evaluó mediante la determinación del índice de acidez y por 1H NMR, y la conversión fue alrededor del 90 %.

30 Se añadió ácido polifosfórico a la mezcla de reacción utilizando un embudo de goteo, manteniendo la temperatura entre 57 y 64 °C. La reacción posterior se llevó a cabo a 65 °C y presión atmosférica con un mezclado vigoroso durante aproximadamente 3 horas. Se recogieron 471 q del producto.

Ejemplo 2

35

Síntesis de fosfato de oleilo (OleyIPPA; Producto de comparación)

Tabla 1. La cantidad de los reactivos utilizados para la reacción y las especificaciones de las materias primas.

Relación molar	n, mol	Peso molecular, g/mol	m, g	Reactivo
1,00	0,767	268	205,6	Synative AL 90/95 V (de Cognis) ²
1,00	0,767	142	108,9	Ácido polifosfórico (PPA)
² alcohol oleico/cetílico, basado en materia prima vegetal (alcohol lineal, principalmente insaturado)				

Procedimiento

Se añadió Synative AL 90/95 V a un matraz de fondo redondo equipado con un termómetro, una entrada de nitrógeno, una manta de calentamiento, un agitador mecánico y un embudo de goteo. Se calentó el reactivo a 65 °C con agitación. Se añadió ácido polifosfórico en porciones al matraz con un embudo de goteo durante 30 min manteniendo la temperatura entre 54 y 74 °C. Se calentó entonces la mezcla de reacción a 70 °C durante 1 h. Se recogieron 297,3 g del producto. Se evaluó el producto por espectroscopia ¹H-NMR.

Ejemplo 3

Síntesis de fosfato de oleilo³ (OleyIP2O5; Producto de comparación)

Tabla 2. La cantidad de los reactivos utilizados para la reacción y las especificaciones de las materias primas.

Relación molar	n, mol	Peso molecular, g/mol	m, g	Reactivo
1,00	0,94	277	205,6	Synative AL 90/95 V (de Cognis)
0,39	0,37	142	53,2	Pentóxido de fósforo (P ₂ O ₃)
³Este producto contiene aproximadamente cantidades iguales de fosfato de monoalquilo y fosfato de dialquilo.				

Procedimiento

Se añadió Synative AL 90/95 V a un matraz de fondo redondo equipado con un termómetro, una entrada de nitrógeno, una manta de calentamiento, un agitador mecánico y un embudo. Se calentó el reactivo a 45 °C con agitación. Se añadió al matraz pentóxido de fósforo (39,9 g) en porciones durante 1 h, manteniendo la temperatura entre 45 y 68 °C. Se añadió una porción adicional de P_2O_5 (13,3 g) y se calentó la reacción durante 5 horas a 65 °C. Se recogieron 302,5 g del producto.

El producto final se evaluó por ¹H-NMR y ³¹P-NMR.

Eiemplo 4

Método general para determinación de la adherencia.

Este método fue diseñado para ensayar la adherencia pasiva (sensibilidad al agua) entre los áridos y un aglutinante. También se puede utilizar para ensayar el efecto de un agente de adherencia.

Los áridos secos y limpios (8,0-11,2 mm) se cubrieron con un aglutinante (al 3,5 % en peso). Los áridos cubiertos se transfirieron a un frasco, que se llenó con agua y se colocó en un baño de agua templada.

Las observaciones se realizaron después de 24 horas y se anotó el porcentaje de superficie de piedra que permaneció cubierta.

Procedimiento

Los áridos, granito (ácido) y diabasa (alcalino) se tamizaron a 8,0-11,2 mm, se lavaron a fondo, se enjuagaron con agua desionizada/destilada y se secaron a 150 °C durante 5 horas. Se prepararon 230 g de áridos en un recipiente de mezcla y los recipientes de mezcla con áridos se colocaron en un horno ajustado a la temperatura de mezcla (165 °C) 2 horas antes de la mezcla. El betún asfáltico (Shell, Pen 70/100) se pesó en latas de estaño cerradas de 150 ml, cada una con un contenido de 50 ± 0,2 g. Las latas de estaño con el betún asfáltico se colocaron en un horno ajustado a la temperatura de mezcla (165 °C) aproximadamente 3 horas antes de la mezcla.

El promotor de adherencia se pesó y se añadió al betún asfáltico templado 30 ± 10 minutos antes de mezclarlo con los áridos. El promotor de adherencia y el betún asfáltico se mezclaron a fondo con una espátula durante 30 segundos.

Se añadieron los promotores de adherencia al betún asfáltico en las siguientes cantidades:

10

15

25

30

35

5

Promotor de adherencia	Dosis (g)	Dosis (%) del total	Betún asfáltico (g)	Total (g)
OleyIPPA (Comparación)	0,256	0,508	50,20	50,458
OleyIP2O5 (Comparación)	0,256	0,507	50,18	50,436
Fosfolípidos (I)	0,258	0,511	50,20	50,456
Sin aditivo (Comparación)	-	-	50,15	50,15

Procedimiento

Los áridos y el aglutinante se prepararon como se ha descrito anteriormente.

- A un recipiente de mezcla con los áridos (230 g, 165 °C) se añadió el aglutinante (con o sin promotor de adherencia) (8 ± 0,1 gramos, 165 °C). La mezcla comenzó antes de 30 ± 5 segundos después de que los áridos y el aglutinante se hubieran sacado del horno. Se realizó la mezcla con una espátula durante un minuto a una velocidad de aproximadamente 3 revoluciones por segundo, con lo cual los áridos se cubrieron totalmente con el aglutinante.
- Los áridos recubiertos se pusieron inmediatamente en un frasco de vidrio y se dejaron a temperatura ambiente para que se enfriaran durante la noche.

La temperatura del baño de agua se mantuvo a 60 °C aproximadamente 3 horas antes de la transferencia de los áridos recubiertos a los frascos. Los frascos con áridos-aglutinante se llenaron con agua desionizada/destilada y se colocaron en el baño de agua a 60 °C durante 24 horas.

Después de 24 horas de inmersión, se inspeccionó visualmente el estado de los áridos recubiertos en agua. Por medio de esta inspección, se estimó el porcentaje de área de los áridos recubierta por el aglutinante.

Promotor de adherencia	Granito	Diabasa
Fosfolípido (I)	95	95
OleyIPPA (Comparación)	80	95
OleylP ₂ O ₅ (Comparación)	60	85
Sin aditivos (Comparación)	10	75

REIVINDICACIONES

- 1. Una composición que contiene betún asfáltico que comprende betún asfáltico y un compuesto de fosfato, que se obtiene por i) la esterificación de un alcohol polihidroxilado que tiene al menos tres grupos hidroxilo, con un ácido carboxílico que tiene 8-24 átomos de carbono, preferiblemente 12-22 átomos de carbono, o un derivado del mismo, en donde al menos uno pero no todos los grupos hidroxilo están esterificados, con la condición de que cuando el alcohol polihidroxilado tiene 5 o más grupos hidroxilo, entonces al menos dos, pero no todos los grupos hidroxilo están esterificados, seguido por la reacción del éster obtenido con un reactivo de fosfatación, o ii) la transesterificación de un triglicérido con glicerol, seguida por la reacción con ácido polifosfórico o pentóxido de difósforo; en donde dicha composición no es una emulsión de betún asfáltico en aqua.
- 10 2. Una composición según la reivindicación 1, donde el compuesto fosfatado tiene la fórmula

donde Z = $-PO_3H$, H o R-(C=O)-, donde R-(C=O)- es un grupo acilo que tiene 8-24 átomos de carbono; y n = 0-3; con la condición de que al menos un Z es R-(C=O)- y al menos un Z es $-PO_3H$, con la condición de que cuando n = 2 o 3 entonces al menos dos Z son R-(C=O)-.

15 o la fórmula

30

5

$$\begin{array}{ccc} & X & \\ Z - OH_2C - C - CH_2O - Y & & (II) \\ & CH_2O - Z & & \end{array}$$

donde X = -CH₂O-Z o -CH₂CH₃; Z tiene el mismo significado que en la fórmula I; y

con la condición de que al menos un Z es -PO₃H y al menos un Z es R-(C=O)-.

- 20 3. Una composición según la reivindicación 2, donde en la fórmula (I) n = 0.
 - 4. Una composición según la reivindicación 2, donde en la fórmula (I) n = 3.
 - 5. Una composición según la reivindicación 2, donde en la fórmula (II) X es CH₂O-Z e Y es Z.
 - 6. Una composición según la reivindicación 2, donde en la fórmula (II) X es - CH_2CH_3 y

- 25 7. Una composición según la reivindicación 3, en donde dicho compuesto de fosfato se obtiene por transesterificación de un triglicérido con glicerol, seguido por la reacción con un reactivo de fosfatación.
 - 8. Una composición según las reivindicaciones 1-7, que comprende < 5 % en peso de agua.
 - 9. Una composición según las reivindicaciones 1-8, que comprende > 90 % en peso de betún asfáltico.
 - 10. Una composición según las reivindicaciones 8-9, que comprende 0,05 a 5 % en peso del compuesto fosfatado, basado en la cantidad de betún asfáltico.
 - 11. Un método para reforzar la adherencia entre el betún asfáltico y los áridos mediante la adición de la composición que contiene el betún asfáltico como se define en cualquiera de las reivindicaciones 1-10 a dichos áridos, o

ES 2 717 015 T3

añadiendo en primer lugar el compuesto fosfatado como se define en cualquiera de las reivindicaciones 1-7, a los áridos y añadiendo después el betún asfáltico a la mezcla de compuesto fosfatado-áridos.

- 12. Una composición de asfalto que comprende la composición que contiene betún asfáltico de cualquiera de las reivindicaciones 1-10 y áridos.
- 5 13. Una composición de asfalto según la reivindicación 12, que comprende de 1 a 25 % en peso de una composición que contiene betún asfáltico según una cualquiera de las reivindicaciones 1-10 y 75 a 99 % en peso de áridos.
 - 14. Uso de la composición de asfalto como se define en la reivindicación 12 o 13, para pavimentar una carretera, una acera, un estacionamiento o una pista de aeropuerto.
- 15. Uso según la reivindicación 14, en un procedimiento de pavimentación con mezcla caliente o con mezcla templada.
 - 16. Un método para pavimentar que comprende las etapas de
 - mezclar la composición de betún asfáltico como se define en las reivindicaciones 1-10, con áridos para formar una mezcla que tiene una temperatura de 100 - 190 °C
 - aplicar dicha mezcla a una superficie.
- opcionalmente compactar dicha mezcla.