




(12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 29517 B1** (51) Cl. internationale : **C08L 95/00**
- (43) Date de publication : **02.06.2008**
-
- (21) N° Dépôt : **30363**
- (22) Date de Dépôt : **12.11.2007**
- (86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT : **PCT/ES2005/070040 12.04.2005**
- (71) Demandeur(s) : **DANNERT, DIETER., P° PASCUAL SAORIN 13, TORRELODONES E-28250 MADRID (ES)**
- (72) Inventeur(s) : **DANNERT, Dieter**
- (74) Mandataire : **CABINET PATENTMARK**
-
- (54) Titre : **PROCEDE DE MODIFICATION DU BITUME**
- (57) Abrégé : L'INVENTION CONCERNE UN PROCÉDÉ DESTINÉ À MODIFIER DU BITUME AVEC UNE POUDRE DE CAOUTCHOUC DE DÉCHET QUI COMPREND UNE PREMIÈRE ÉTAPE AU COURS DE LAQUELLE ON MÉLANGE UNE POUDRE DE CAOUTCHOUC AVEC DE L'ACIDE AROMATIQUE, DANS DES PROPORTIONS COMPRISSES, RESPECTIVEMENT, ENTRE 98-60 % ET 2-40 % ET UNE SECONDE ÉTAPE AU COURS DE LAQUELLE ON MÉLANGE LA POUDRE DE CAOUTCHOUC OBTENUE DANS LA PREMIÈRE ÉTAPE AVEC LE BITUME, DANS DES PROPORTIONS COMPRISSES, RESPECTIVEMENT, ENTRE 3-30 % ET 97-70 % À UNE TEMPÉRATURE COMPRISE ENTRE 140-200 °C ET DURANT UN TEMPS COMPRIS ENTRE 5-40 MINUTES. LES PRINCIPAUX AVANTAGES DE CE PROCÉDÉ RÉSIDENT DANS LE FAIT QUE L'ON PARVIENT À MODIFIER LE BITUME EN UN TEMPS INFÉRIEUR À CELUI DES PROCÉDÉS CONNUS ET QU'IL EST POSSIBLE DE CONTRÔLER LES SPÉCIFICATIONS DU BITUME MODIFIÉ CE QUI REND POSSIBLE SON UTILISATION D'UN POINT DE VUE COMMERCIAL, CONTRIBUANT AINSI À RÉSOUDRE LE PROBLÈME ENVIRONNEMENTAL CAUSÉ PAR LES EXCÉDENTS DE PNEUMATIQUES.

RESUME

L'invention concerne un procédé de modification du bitume avec de la poudre de caoutchouc de déchets
5 comprenant une première étape dans laquelle la poudre de caoutchouc est mélangée avec de l'huile aromatique dans des proportions comprises entre 98-60% et 2-40% respectivement, et une seconde étape dans laquelle la poudre de caoutchouc résultant de l'étape précédente est mélangée avec du bitume
10 dans des proportions comprises entre 3-30% et 97-70% respectivement, à une température comprise entre 140-200°C et pendant une durée comprise entre 5-40 minutes. Les principaux avantages du procédé sont que le bitume est modifié en moins de temps que dans les procédés connus et
15 les spécifications du bitume modifié peuvent être contrôllées, rendant son utilisation réalisable d'un point de vue commercial, contribuant ainsi à la résolution du problème environnemental dû aux excédents de pneus.



PROCEDE DE MODIFICATION DU BITUME

Domaine de l'invention

5 La présente invention se rapporte à un procédé de modification de bitumes utilisés pour la fabrication d'agglomérés d'asphalte et pour la fabrication de produits utilisés dans la construction à des fins d'étanchéité, de scellement et similaires.

10 Plus précisément, l'invention concerne un procédé de modification de bitumes avec des granules ou poudre de produit de caoutchouc de rebut, en particulier provenant de pneus d'automobiles, qui peuvent être utilisés de manière satisfaisante pour fabriquer des agglomérés d'asphalte destinés à la construction de routes, de grandes routes, 15 d'autoroutes, de routes urbaines, etc., ainsi que pour la fabrication de membranes, de feuilles, d'étanchéité, de scellants pour les fissures, les fentes et les joints, les émulsions et similaires.

20 **Historique de l'Invention**

Les personnes du métier généralement savent intégrer les matériaux thermoplastiques et les élastomères dans le bitume, en fonction de ce qui est connu comme "la modifica- 25 tion du bitume" et qui constitue une technique bien connue dans la construction des routes, censée améliorer toute une série de caractéristiques des agglomérés d'asphalte.

Certaines propositions de modification du bitume avec des déchets de caoutchouc en poudre sont connues, qui d'une part ont le but de contribuer à résoudre le problème 30 environnemental provenant de l'énorme excédent de pneus



utilisés, et d'autre part se proposent de transmettre une série de qualités de la poudre de caoutchouc à la route, telles que le noir de carbone, fournissant une résistance à l'influence du rayonnement ultraviolet, les antioxydants, les antiozonants, le soufre, fournissant une résistance à la traction, et naturellement, le caoutchouc naturel et le caoutchouc synthétique, augmentant ainsi l'élasticité et l'adhésivité.

Certaines tentatives d'intégrer de la poudre ou des granules de pneus dans l'aggloméré, soit par le système "sec", c'est-à-dire l'addition de la poudre aux agrégats, soit par le système "mouillé", c'est-à-dire l'intégration de la poudre dans le bitume, n'ont pas dépassé l'essai en laboratoire.

Dans le cas spécifique du système "mouillé", l'obstacle le plus difficile qui doit être surmonté dans le mélange de la poudre de caoutchouc avec le bitume est la longue durée exigée par ce mélange jusqu'à ce que la réaction chimique entre le bitume et la poudre de caoutchouc se produise, également connue intentionnellement en tant que "durée de la digestion", s'étendant habituellement entre 60 et 90 minutes et plusieurs jours dans certains procédés et par quoi le bitume a des caractéristiques permettant de le considérer comme modifié. En vue d'atteindre une production raisonnable, ce long procédé nécessite l'utilisation de grands réservoirs et installations qui ont besoin naturellement d'espace dans les usines d'agglomérés. La consommation d'énergie est également considérable. Ces circonstances ont considérablement limité cette modification à de très faibles niveaux jusqu'à présent.

Résumé de l'Invention

La présente invention vise à résoudre les problèmes mentionnés en fournissant un procédé de modification du bitume avec de la poudre de caoutchouc obtenant le résultat recherché dans une durée qui est beaucoup plus inférieure à celle des procédés connus.

Comme on le sait, le procédé de modification du bitume avec de la poudre de caoutchouc implique une augmentation de sa dureté (c'est-à-dire une diminution de la pénétration) et de son point d'amollissement. Selon la technique connue, ce procédé est réalisé en mélangeant les deux matériaux avec agitation ou au moyen d'un moulin à des températures de 190/200°C au cours desquelles les particules de la poudre de caoutchouc absorbent une partie de l'huile aromatique contenue dans le bitume et deviennent "gonflés", retrouvant les propriétés du caoutchouc avec cette absorption. À son tour, la pénétration du bitume diminue en raison de la perte de l'huile aromatique. Ce procédé est considéré comme ayant pris fin lorsque l'augmentation de la dureté et du point d'amollissement est arrêtée, ce qui nécessite plus d'une heure de temps de traitement.

Mis à part le temps de traitement long du procédé, un inconvénient de cette technique est la difficulté de contrôler les spécifications du bitume modifié. On sait que l'addition de moins de 3% de poudre de caoutchouc ne cause aucun effet et que l'addition de plus de 30% produit un bitume modifié inutile, mais jusqu'à présent, le contrôle de toutes les variables du procédé de prédéterminer les

spécifications du bitume modifié n'a pas été réalisé d'une manière satisfaisante.

Dans ce contexte, l'inventeur a trouvé curieusement un procédé pour modifier le bitume avec de la poudre de caoutchouc provenant de pneus de véhicules ou d'autres déchets de produits de caoutchouc industriels, comprenant essentiellement les étapes suivantes:

a) le mélange de la poudre de caoutchouc avec une huile aromatique dans une proportion comprise entre 98-60% de poudre de caoutchouc et 2-40% d'huile aromatique à la température ambiante jusqu'à l'obtention d'un mélange homogène.

b) le mélange de la poudre de caoutchouc résultante de l'étape précédente avec le bitume, avec agitation ou au moyen d'un moulin ou d'un autre élément de mélange à une température comprise entre 140 et 200°C pendant une durée comprise entre 5 et 40 minutes.

Les avantages suivants sont obtenus au moyen de ce processus:

- Le temps de mélange du bitume et de la poudre de caoutchouc est réduit à 5-40 minutes.

- La température de travail pour le mélange du bitume et de la poudre de caoutchouc est réduite de 190/200°C à 140/200°C avec la réduction consécutive des coûts.

- La taille de l'installation de mélange est réduite, moins de surface étant occupée dans l'usine d'agglomérés à la suite de la simplification du procédé de mélange du bitume avec la poudre de caoutchouc.

On estime que les avantages indiqués proviennent du mélange du bitume avec la poudre de caoutchouc, dont les particules sont "gonflées" en raison de l'addition d'huile aromatique dans la première étape du procédé, ce qui se traduit par une faible absorption de l'huile aromatique contenue dans le bitume pendant la deuxième étape du procédé, et par la suite par une faible réduction de pénétration. La réduction de pénétration est proportionnelle à la quantité d'huile aromatique ajoutée à la poudre de caoutchouc pendant la première étape ce qui permet de contrôler les spécifications du bitume modifié.

L'élimination des longues durées de réaction ou "digestion" du mélange du bitume avec la poudre de caoutchouc et l'utilisation de températures beaucoup plus réduites comporte non seulement une diminution importante des coûts mais également une réduction substantielle des émissions nocives, ce qui est recherché selon le protocole de Kyoto.

D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention seront compris à partir de la description détaillée suivante de l'un de ses modes de réalisation.

Description Détaillée de l'Invention

La première étape du procédé selon l'invention est d'ajouter de l'huile aromatique dans une proportion comprise entre 2 et 40%, et de préférence entre 3 et 25%, à la poudre de caoutchouc avant qu'elle soit mélangée au bitume.

Aux fins de cette invention, l'huile aromatique est entendue comme huile de procédé ayant une teneur élevée de

composé aromatique obtenu à partir du raffinage du pétrole. Les huiles aromatiques ayant une teneur aromatique polycyclique élevée (dénommée PCA) et les huiles ayant une teneur aromatique polycyclique de moins de 3% peuvent être distinguées selon leur origine, qui peut être des bases lourdes ou des bases légères ou moyennes, et leur degré de raffinage. Les premières huiles ont un certain degré de toxicité et par conséquent nécessitent une manipulation spéciale pour satisfaire aux règles correspondantes de sûreté, d'hygiène et d'environnement. Les dernières huiles ne sont pas dangereuses.

Les deux huiles sont utiles aux fins de la présente invention, bien que les dernières huiles soient de préférence utilisées. Le tableau suivant indique les spécifications des huiles aromatiques ayant une faible teneur polycyclique.

Caractéristiques techniques	Méthode	Test	Unité	Valeur
Aspect	Visuelle			Brun foncé
Densité relative 15°C	ASTM	D4052	kg/m ³	950
Viscosité cinématique 40°C	ASTM	D445	mm ² /s	410
Viscosité cinématique 100° C	ASTM	D445	mm ² /s	19
Point d'inflammabilité	ASTM	D92	°C	270
Point de congélation	ASTM	D97	°C	+27
Indice de réfraction nD 20°C	ASTM	D1218		1,528
Teneur en soufre	ASTM	Q4294	M%	1,0
Distribution de carbone	ASTM	D2140		
C.A.	ASTM		M%	25
NC	ASTM		M%	30

PC	ASTM		M%	45
Valeur de neutralisation	ASTM	D974	mg/KOH/g	0,6
Point d'aniline	ASTM	D611	°C	68

L'opération de mélange de la poudre de caoutchouc avec l'huile aromatique peut être exécutée dans une zone centralisée avec des machines appropriées à cette fin. La
5 poudre de caoutchouc mélangée avec l'huile aromatique, dans une proportion comprise entre 2% et 40% et de préférence entre 3% et 25%, est stockée jusqu'à son utilisation ultérieure dans des usines d'agglomérés, où elle est
10 mélangée avec du bitume à une température comprise entre 140°C et 200°C et de préférence entre 150°C et 170°C pendant une période comprise entre 5 et 40 minutes et de préférence entre 12 et 15 minutes, sans addition de temps de réaction ou de "digestion".

L'équipement de mélange peut être petit par conséquent il n'exige pas une aire de surface considérable dans
15 l'usine d'agglomérés et ne gêne pas son fonctionnement.

Plusieurs exemples spécifiques de la réalisation du procédé sont décrits ci-dessous.

20 EXEMPLE 1

Un bitume ayant les spécifications suivantes est modifié. Pénétration: 98 dmm ; Anneau et Bille: 49°C.

25 Le bitume est mélangé pendant 15 minutes à 170°C, avec agitation, avec 15% de poudre de caoutchouc contenant 5% d'huile aromatique.

Les spécifications du bitume modifié résultant sont les suivantes. Pénétration: 62 dmm; Anneau et Bille: 58°C.

EXEMPLE 2

Un bitume avec les mêmes spécifications que l'exemple précédent est modifié.

5 Le bitume est mélangé pendant 15 minutes à 170°C, avec agitation, avec 15% de poudre de caoutchouc contenant 20% d'huile aromatique.

Les spécifications du bitume modifié résultant sont les suivantes. Pénétration: 72dmm ; Anneau et Bille: 53°C.

10 EXEMPLE 3

UN bitume avec les spécifications suivantes est modifié. Pénétration: 40 dmm; Anneau et Bille: 55°C.

15 Le bitume est mélangé pendant 15 minutes à 170°C, avec agitation, avec 15% de poudre de caoutchouc contenant 5% d'huile aromatique.

Les spécifications du bitume modifié résultant sont les suivantes. Pénétration: 20 dmm; Anneau et Bille: 65°C.

EXEMPLE 4

20 Un bitume avec les mêmes spécifications que l'exemple précédent est modifié.

Le bitume est mélangé pendant 15 minutes à 170°C, avec agitation, avec 15% de poudre de caoutchouc contenant 20% d'huile aromatique.

25 Les spécifications du bitume modifié résultant sont les suivantes. Pénétration: 28 dmm; Anneau et Bille: 61°C.

30 Il est clairement déduit à partir des exemples précédents qu'il y a une relation considérablement proportionnelle entre l'augmentation de la dureté et le point d'amollissement du bitume modifié et la quantité d'huile

aromatique ajoutée à la poudre de caoutchouc dans la première étape du procédé.

5 Différentes quantités d'huile aromatique (5% et 20%) ont été utilisées dans les exemples mentionnés mais la personne du métier comprendra que d'autres quantités peuvent être utilisées pour obtenir un bitume modifié avec certaines spécifications de pénétration et d'anneau et bille, facilitant le changement dans les spécifications du bitume modifié qui peut être requis pour le même travail
10 pour différentes sections.

Cette possibilité de contrôler les spécifications du bitume modifié avec de la poudre de caoutchouc nécessite un avantage additionnel important du procédé.

15 Outre la possibilité de déterminer les spécifications du liant modifié par la teneur en huile aromatique dans la poudre, il y a un moyen pour une telle approche par le moyen de l'utilisation de différents pourcentages de poudre de caoutchouc. Si la teneur en poudre de caoutchouc était 15% dans les exemples précédents, une augmentation de
20 ce pourcentage implique également une amélioration de la qualité du bitume modifié comme indiqué dans l'exemple suivant.

EXEMPLE 5

25 Un bitume ayant les spécifications suivantes est modifié. Pénétration: 98 dmm; Anneau et Bille: 49°C.

Le bitume est mélangé pendant 15 minutes à 170°C, avec agitation, avec 20% de poudre de caoutchouc contenant 5% d'huile aromatique.

Les spécifications du bitume modifié résultant sont les suivantes. Pénétration: 62 dmm; Anneau et Bille: 58°C.

5 La personne du métier comprendra clairement à partir de ce qui a été énoncé que la modification des bitumes utilisés dans le commerce - pénétration 40/50, 60/70, avec différents pourcentages 80/100 - avec différents pourcentages de poudre de caoutchouc contenant également différents pourcentages d'huile aromatique ouvre pour le fabricant une gamme extraordinaire de possibilités pour
10 appliquer le liant le plus approprié, le plus efficace et le plus durable dans différentes sections de la route et dans ses différentes couches, avec l'économie consécutive dans les coûts, ce qui est très important dans le secteur des travaux publics.

15 Bien qu'un mode de réalisation de l'invention ait été décrit et révélé, il est évident que des modifications comprises dans la portée de l'invention peuvent y être introduites, et l'invention ne doit pas être considérée comme limitée au dit mode de réalisation mais seulement au
20 contenu des revendications suivantes.



REVENDICATIONS

5 1.- Un procédé de modification du bitume avec de la
poudre de caoutchouc provenant de pneus de véhicules ou
d'autres déchets de produits caractérisé en ce qu'il
comprend les étapes suivantes:

10 a) le mélange de la poudre de caoutchouc avec une
huile aromatique à la température ambiante, dans une
proportion comprise entre 98-60% de poudre de caoutchouc et
2-40% d'huile aromatique, jusqu'à l'obtention d'un mélange
homogène, obtenant ainsi une poudre de caoutchouc modifiée;
et

15 b) le mélange de la poudre de caoutchouc modifiée
résultante de l'étape précédente avec le bitume avec
agitation ou au moyen d'un moulin ou d'un autre élément de
mélange, dans une proportion comprise entre 5-20% de poudre
de caoutchouc modifiée et 95-80% de bitume, à une
température comprise entre 140 et 200°C pendant une durée
comprise entre 5 et 40 minutes.

20 2.- Un procédé de modification du bitume avec de la
poudre de caoutchouc selon la revendication 1, caractérisé
en ce qu'une proportion d'huile aromatique de 3-25% est
utilisée dans l'étape a).

25 3.- Un procédé de modification du bitume avec de la
poudre de caoutchouc selon n'importe laquelle des revendi-
cations précédentes, caractérisé en ce que la température
de l'étape b) est comprise entre 150 et 170°C.

4.- Un procédé de modification du bitume avec de la poudre de caoutchouc selon n'importe laquelle des revendications précédentes, caractérisé en ce que le temps de traitement de l'étape b) est compris entre 12-15 minutes.

5

FEUILLE DE REMPLACEMENT

