

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

⑫

N° 81 00568

⑤4 Liants bitumineux pour la construction des routes.

⑤1 Classification internationale (Int. Cl.³). E 01 C 7/00.

⑫② Date de dépôt..... 14 janvier 1981.

③③ ③② ③① Priorité revendiquée : RFA, 14 janvier 1980, n° P 30 01 078.7.

④1 Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 29 du 17-7-1981.

⑦1 Déposant : Société dite : RUTGERSWERKE AG, résidant en RFA.

⑦2 Invention de : Jürgen Stadelhofer, Heinz-Gerhard Franck et Heinrich Luis.

⑦3 Titulaire : *Idem* ⑦1

⑦4 Mandataire : Cabinet Plasseraud,
84, rue d'Amsterdam, 75009 Paris.

Liants bitumineux pour la construction des routes.

L'invention concerne l'utilisation de nouveaux liants bitumineux pour la construction des routes.

Le bitume constitue un produit important du raffinage du pétrole que l'on utilise, directement, ou sous une forme modifiée par traitement thermique, comme liant notamment dans la construction de routes.

Le bitume a remplacé comme liant pour construction de routes des produits provenant du goudron de houille étant donné qu'il était disponible à bon marché à une époque où les ressources pétrolières étaient abondantes ; de plus il présente l'insensibilité thermique nécessaire pour une charge de trafic devenue plus forte pour un domaine de plasticité plus grand.

Etant donné la diminution croissante des disponibilités en pétrole et de la conversion croissante des produits de raffinage lourds en fraction d'essence et de mazout extra léger il y aura des insuffisances également dans l'approvisionnement en bitume. Il existe donc un besoin pressant en liants bitumineux qui seraient plus indépendants en ce qui concerne leur base de matière première du pétrole devenant de plus en plus insuffisante.

On classifie les liants provenant du bitume utilisés jusqu'ici selon la norme DIN 1995 en différentes classes selon leur degré de dureté (pénétration déterminée en 1/10 mm par 5 s à 25°C pour 100 g) ; selon la pénétration on distingue sept sortes de bitume. Le bitume de distillation est désigné par la lettre B et un chiffre indiquant la pénétration moyenne. Les sortes de bitumes les plus utilisés dans la construction des routes ont une pénétration de 80 à 45.

A côté du bitume, on utilise maintenant des mélanges bitume/brai ; on prépare le brai nécessaire lors de la distillation du goudron de houille.

Avec la demande croissante pour la construction des routes modernes en liants bitumineux il s'ensuit un

inconvenient des liants provenant du charbon proposés jusqu'ici du fait que le brai du goudron de houille n'est disponible pour cette application que de façon limitée étant donné qu'on l'utilise comme matière première de grande qualité pour la fabrication de produits en carbone. Si on veut utiliser le brai comme seul composant de liants, on ne peut de plus obtenir l'intervalle de plasticité nécessaire (différence entre le point de ramollissement (bille et anneau) et la fragilité au froid (Fraass)) que par modification chimique coûteuse du brai (voir par exemple Velske, Baustofflehre - Bituminöse Stoffe, Werner Editeur, Düsseldorf, 1976).

On a recommandé, comme autre méthode d'obtention de l'espace de plasticité nécessaire, la suspension de charbon finement pulvérisé dans le brai de goudron de houille. D'après les procédés décrits dans la littérature la part du charbon peut aller jusqu'à 10%. (voir par exemple P.A. Bradley, Austr. Coal Ind. Res. Lab., Rep. PR 68-5 ou S. Bagchee, Res. Ind. (India), 1971, 16, 102). Dans ces méthodes le charbon n'est dissous que pour une très petite partie qui ne sert donc pas de vrai composant de liant.

Les données sur les propriétés pour les sortes de bitumes aujourd'hui utilisés sont réunies dans la norme allemande DIN 1995 (tableau 1).

Les produits de substitution pour les bitumes doivent correspondre dans de larges mesures à ces exigences pour garantir une mise en oeuvre et une résistance aux efforts sans problème après incorporation dans la route.

L'invention avait donc pour but d'utiliser un nouveau liant bitumineux pour la construction des routes répondant aux exigences de la construction des routes modernes et reposant en grande partie comme base de matière première sur le charbon qui sera disponible pendant longtemps.

Selon l'invention, on résout ce problème par l'utilisation, comme liant pour construction de routes, d'un produit intermédiaire carboné du type du brai préparé par désintégration de charbon broyé et/ou

5 d'autres matières premières semblables contenant du carbone par une combinaison de solvants aromatiques provenant du pétrole et du charbon avec une température d'ébullition moyenne supérieure à 350°C, produit éventuellement étêté de ses constituants volatils représentant jusqu'à 15% et bouillant jusqu'à une température

10 finale d'environ 300°C et auquel on ajoute des fractions d'hydrocarbures aromatiques à point d'ébullition élevé dans le domaine de 320-480°C en une proportion de 0 - 30% à chaud en homogénéisant. Les indications de pourcentages

15 sont des pourcentages en poids. On peut ainsi régler la pénétration voulue dans chaque cas du liant pour construction de route nouveau par réglage de la proportion et du point d'ébullition des constituants légers ététés ainsi que par l'addition et le domaine de distillation

20 de la fraction de goudron fortement aromatique.

La préparation des produits carbonés intermédiaires hautement aromatiques comme matières premières pour les liants pour construction des routes fait l'objet d'une demande de brevet allemand antérieure P 29 35 039.8

25 de la Demanderesse. Cette préparation est réalisée en désintégrant le charbon avec une teneur plus ou moins grande en matières volatiles par des résidus aromatiques de la pyrolyse à la vapeur de fractions pétrolières en combinaison avec des mélanges d'aromatiques provenant du

30 charbon avec une température d'ébullition moyenne supérieure à 350°C comme solvant complémentaire, le cas échéant avec addition avec d'autres solvants, par exemple de l'huile d'anthracène.

Il s'est avéré de façon surprenante que les

35 produits intermédiaires carbonés du type du brai selon l'invention préparés surtout sur une base provenant du charbon remplissent les critères d'exigence importants

pour les liants routiers bitumineux tels que la pénétration, le comportement de ramollissement et le point de rupture comme ils sont décrits dans la norme DIN 1995.

Ceci est surprenant notamment pour le domaine de

- 5 plasticité étant donné que jusqu'ici les liants préparés directement sur la base de brai de goudron de houille ne remplissent pas les exigences d'un intervalle de plasticité important d'au moins 50°C environ mais ne montrent qu'une différence entre la température de ramollissement
10 (bille et anneau) et le point de fragilité au froid (Fraass) de 30°C.

Exemple 1

- On prépare un produit intermédiaire carboné du type du brai par désintégration de 25 parties en poids de
15 charbon de Westerholt (teneur en matière volatile 37-38%) par 33,3 parties en poids d'huile de pyrolyse provenant de la décomposition du gasoil, 25 parties en poids de distillat de brai provenant du traitement thermique sous pression de brai de goudron de houille et 16,7 parties en
20 poids d'huile d'antracène filtrée (voir H.G. Franck, G. Collin ; Steinkohlenteer, Springer, Berlin, 1968, page 56) par réaction du mélange des solvants avec le charbon à 370°C et une durée de 3 heures pour une
25 jusqu'à environ 300°C 10% de constituants volatils de ce produit intermédiaire carboné.

- On étudie le liant ainsi obtenu en ce qui concerne ses propriétés en comparaison avec des sortes stabilisées de bitume ; il s'avère que le liant selon
30 l'invention répond aux critères d'exigence les plus importants pour un bitume B 25 (tableau 2).

Exemple 2

- On mélange à 82 parties du liant préparé selon l'exemple 1, 18 parties d'une fraction aromatique de
35 goudron à point d'ébullition élevé (domaine de distillation 350 - 450°C) de façon homogène en chauffant.

Le liant ainsi obtenu correspond en ce qui concerne les critères de qualité les plus importants à un bitume B 65 (tableau 2).

Exemple 3

5 On désintègre 25 parties en poids d'un flambant (Ensdorf, Saar, teneur en matières volatiles 39-40%) par 33,3 parties en poids d'une huile de pyrolyse provenant du craquage d'essence brute, 25 parties en poids de distillat de brai provenant du traitement thermique sous
10 pression de brai de goudron d'huile et 16,7 parties en poids d'huile d'anthracène filtrée à 370°C et une durée réactionnelle de 3 h. La pression maximale est de 45 bars.

A partir du produit carboné intermédiaire ainsi
15 obtenu on enlève par distillation jusqu'à environ 300°C, 12 parties en poids.

On homogénéise le liant obtenu avec 15 parties en poids d'une fraction aromatique à point d'ébullition élevé (voir exemple 2), et on obtient ainsi un liant
20 correspondant au bitume B 45 (tableau 2).

Exemple 4

On sépare du produit carboné intermédiaire du type du pétrole préparé selon l'exemple 3 12 parties en poids de constituants à point d'ébullition bas comme
25 décrit plus haut. On homogénéise le liant avec 20 parties en poids d'un mélange aromatique à point d'ébullition élevé conformément à l'exemple 2. Le liant ainsi obtenu correspond à un bitume B 80 (tableau 2).

On peut évidemment obtenir également les
30 liants préparés selon les exemples 1-4 en ne séparant les parties à bas point d'ébullition qu'après addition de la fraction aromatique à point d'ébullition élevé. Cette façon d'opérer est particulièrement avantageuse quand on doit atteindre des intervalles de plasticité extrêmement
35 élevés. On examine la possibilité d'utilisation d'un liant selon l'invention avec la pénétration 65 en comparaison avec un bitume B 65 sur un mélange minéral

pour la préparation d'un mélange asphalte-béton.

Si on prépare un mélange asphalte-béton à partir de :

- 15 % de gravier de basalte 8/11 mm
- 5 18 % de gravier de basalte 5/8 mm
- 18 % de gravier de basalte 2/5 mm
- 25 % de sable de concassage de basalte 0/2 mm
- 17 % de sable naturel 0/2 mm
- 7 % de poussière de calcaire

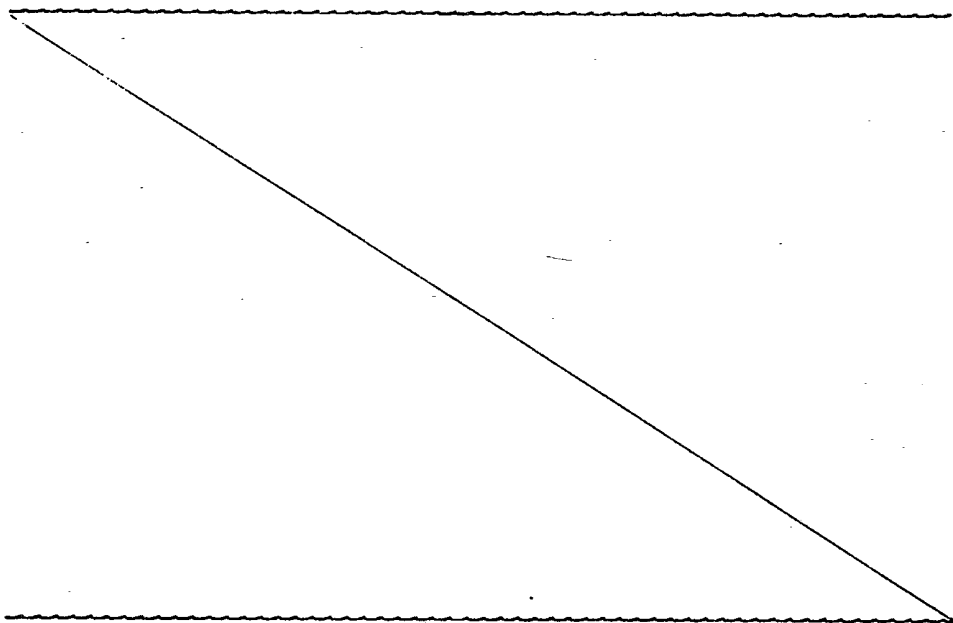
10 100 %

et 7,2 parties en poids (par rapport à 100 parties en poids du mélange) du liant préparé selon l'exemple 2, on obtient selon la norme DIN 1996 une stabilité Marshall de 20,0 kN.

15 Un solide Marshall correspondant préparé à partir du même mélange minéral et d'un bitume B 65 donne une stabilité Marshall de 11,1 kN seulement.

On voit ainsi l'excellente stabilité à la déformation des liants selon l'invention.

20 (voir tableau 1 page suivante)



T a b l e a u 1

Bitume routier DIN 1995

Sorte de bitume	B 300	B 200	B 80	B 65	B 45	B 25	B 15
Pénétration	1/10 mm 250-320	160-210	70-100	50-75	35-50	20-30	10-20
Point de ramollissement (bille et anneau)	27-37	37-44	44-49	49-54	54-59	59-67	67-72
Point de rupture selon Frass max.	- 20	- 15	- 10	- 8	- 6	- 2	+ 3

°C

°C

T a b l e a u 2

Liant routier par désintégration de charbon

liant selon liant selon liant selon liant selon
l'exemple 1 l'exemple 2 l'exemple 3 l'exemple 4

Pénétration 1/10 mm	24	65	45	98
Température de ramol- lissement (bille et anneau) °C	65	52	56	48
Température de fragilité selon Fraass °C	-4	- 10	- 8	- 12
intervalle de plasticité °C	69	62	64	60
sorte de bitume correspondante	B 25	B 65	B 45	B 80

REVENDECATIONS

1. Utilisation comme liant pour la construction de routes d'un produit intermédiaire carboné du type du brai obtenu par désintégration de charbon broyé et/ou
5 d'autres matières premières semblables contenant du carbone par une combinaison de solvants aromatiques provenant du pétrole et du charbon et avec une température d'ébullition moyenne supérieure à 350°C, é.été le cas échéant jusqu'à 15% de ses constituants à bas point
10 d'ébullition jusqu'à une température d'ébullition finale d'environ 300°C et auquel on a ajouté le cas échéant des fractions d'hydrocarbures aromatiques à point d'ébullition élevé, dans un domaine d'ébullition de 320-480°C en une proportion de 0 - 30% à chaud en homogénéisant comme
15 liant routier.

2. Utilisation d'un liant selon la revendication 1, caractérisé par le fait que dans la préparation de ce liant on utilise un produit intermédiaire carboné fortement aromatique du type du brai que l'on obtient par
20 désintégration de charbon par des résidus aromatiques provenant de la pyrolyse à la vapeur de fractions pétrolières en combinaison avec des mélanges aromatiques provenant du charbon le cas échéant avec addition
25 jusqu'à 50 bars et des températures de 250 - 420°C.