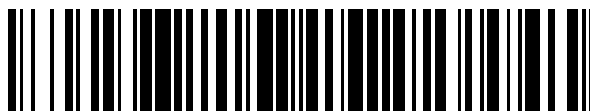


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 877 155**

51 Int. Cl.:

**C08L 95/00** (2006.01)

**C08L 91/00** (2006.01)

**C08K 3/013** (2008.01)

**C08K 3/04** (2006.01)

**C08K 3/00** (2008.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.09.2015 PCT/TR2015/000312**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.05.2016 WO16076804**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.09.2015 E 15788237 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.04.2021 EP 3218431**

54 Título: **Composición bituminosa modificada dopada con coque de petróleo y extracto para su uso en la producción de asfalto y procedimiento de producción de la misma**

30 Prioridad:

**13.11.2014 TR 201413421**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**16.11.2021**

73 Titular/es:

**TURKIYE PETROL RAFINERILERI A.S. TUPRAS (100.0%)**

**Tupras Genel Mudurlugu, Guney, Mahallesi Petrol Caddesi, No:25, Korfez 41780 Kocaeli, TR**

72 Inventor/es:

**CANIAZ, RAMAZAN OGUZ;  
CETINTAS, REFIKA;  
BASKENT, EMEL;  
ARCA, SERHAT y  
YASAR, MUZAFFER**

74 Agente/Representante:

**DE ARPE TEJERO, Manuel**

### Observaciones:

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes**

ES 2 877 155 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 modificada dopada con coque de petróleo y extracto para su uso en la producción de asfalto y procedimiento de producción de la misma

### Campo de la invención

- 5 La presente invención se refiere a una composición bituminosa modificada utilizada en carreteras asfaltadas como materia prima aglutinante y que comprende coque de petróleo, un derivado del petróleo crudo a base de carbono, un subproducto unitario de aceite base, como aditivos, y a un procedimiento de producción de la misma.

### Antecedentes de la técnica

- 10 En refineries de petróleo, el bitumen generado como producto de fondo/residuo en columnas de destilación después del tratamiento del petróleo crudo se usa ampliamente en carreteras asfaltadas como materia prima aglutinante, así como en sus áreas de uso tal como la impermeabilización.

- 15 Las carreteras asfaltadas construidas usando bitumen que es un producto de refinería, sufren con el tiempo fisuras térmicas, fisuras por fatiga y problemas de ahuellamiento, dependiendo del área de uso y las condiciones climáticas. Dependiendo de la creciente densidad de vehículos, estas degradaciones también tienden a aumentar. Sin embargo, con las composiciones bituminosas utilizadas en la técnica anterior, en áreas en las que se observa una alta densidad de vehículos o en las que prevalecen condiciones climáticas extremadamente cálidas/frías, dichos problemas experimentados en carreteras no pueden resolverse.

- 20 Además de dichos problemas, es necesario almacenar los derivados de petróleo crudo a base de carbono y procesar subproductos/residuos en refineries de petróleo para hacerlos inocuos para el medio ambiente o desarrollar procedimientos para su uso económico.

- 25 Basándose en el estado de la técnica, se utilizan diversos aditivos y se desarrollan composiciones bituminosas modificadas, con el fin de incrementar la resistencia y rendimiento de las composiciones bituminosas para evitar dichos problemas. En las composiciones bituminosas modificadas de acuerdo con la presente invención, la resistencia del bitumen aglutinante y por tanto de los revestimientos asfálticos se incrementa mediante la adición de rellenos reductores de la viscosidad tales como azufre y cenizas, y principalmente polímero, y diferentes aditivos que inducen la reticulación.

- 30 El documento del estado de la técnica US5807478A desvela una modificación del bitumen usando cenizas derivadas del coque de petróleo bituminoso. En dicho procedimiento, se añaden cenizas que contienen vanadio y níquel al bitumen para reducir la viscosidad y el peso específico del bitumen, por lo que se convierte en apto para conductos. En este caso, la ceniza se agrega al bitumen en una cantidad de aproximadamente 5 a 25 % en peso. Por lo tanto, el problema técnico que debe resolver el documento US5807478A consiste en cambiar la viscosidad y el peso específico del bitumen para hacerlo apto para conductos, en el que no se menciona el aumento de la resistencia del bitumen.

- 35 En el documento del estado de la técnica US5449401A, se desvela que con la adición de cenizas volantes en combinación con el agregado en el asfalto de mezcla en caliente, se mejora la resistencia del asfalto a grietas y baches. En dichas cenizas volantes hay presente calcio, magnesio, arsénico, boro, cadmio, cromo, cobalto, cobre, hierro, plomo, manganeso, molibdeno, níquel, vanadio, cinc, selenio, estroncio, aluminio y circonio. Las cenizas volantes añadidas mejoran las propiedades mecánicas del asfalto, tal como la fuerza de tracción, la flexibilidad, etc. y reducen los costos con respecto a la cantidad de uso. Sin embargo, dado que algunos materiales de las cenizas volantes son tóxicos, el procedimiento de producción del bitumen modificado desvelado en el documento US5449401A se convierte en inseguro especialmente para los trabajadores.

- 40 El documento US 8062413 B1 utiliza agregado y cenizas volantes con un alto contenido de carbono para aumentar el rendimiento de una mezcla asfáltica. Se sabe que las cenizas volantes en una cantidad del 3 % al 10 % junto con el bitumen y el agregado aumentan la resistencia y estabilidad frente a la formación de grietas en el asfalto. Sin embargo, el uso de cenizas volantes resultantes de la combustión de combustibles en los documentos US5449401A y US 8062413B1 provoca contaminación atmosférica y emisiones de combustión contaminante. Asimismo, las cenizas volantes utilizadas en documentos de patente similares a los documentos US 5449401 A y US 8062413 B1 se utilizan en combinación con agregado en la mezcla asfáltica, no como aditivo bituminoso.

- 45 En las referencias bibliográficas, algunas de las modificaciones para mejorar las propiedades de los revestimientos asfálticos se pueden realizar en la composición asfáltica y otras se pueden realizar en las composiciones bituminosas. De acuerdo con la norma EN 13108-4, la cantidad de bitumen utilizado en la composición asfáltica es del 4 % al 11 %. Aunque la cantidad de bitumen utilizado en el asfalto parece ser baja según la norma, es uno de los factores más importantes que afectan directa y predominantemente a las propiedades del asfalto.

- 50 Por último, en el estado de la técnica, no existe un producto o procedimiento que aumente el grado de rendimiento del bitumen mediante el uso de coque de petróleo, un subproducto de un procedimiento de refinería, y extracto, un

subproducto unitario de aceite base, y que permita obtener bitumen modificado y asfalto de alta calidad.

### **Breve descripción de la invención**

La composición bituminosa modificada de acuerdo con la presente invención contiene bitumen en fase continua con una penetración en el intervalo de 40 a 110 según la norma EN 1426, y coque de petróleo con un tamaño de partícula de preferentemente menos de 300 micrómetros, y extracto que tiene una densidad de 8-17 API y una viscosidad de 35-300 SSU y que es un subproducto de una unidad de aceite base generada a partir de la producción de aceite base para husillo, aceite base neutro ligero, aceite base lubricante pesado o aceite base neutro pesado, como aditivos. La composición bituminosa de la invención comprende al menos 55 % en peso de bitumen, 1-40 % en peso de coque de petróleo y 2-5 % en peso de extracto. La presente invención incluye la determinación de la cantidad de aditivos de coque de petróleo y extracto que se agregarán al bitumen, los valores óptimos de parámetros tales como la temperatura de mezcla y la velocidad de mezcla requerida para que se distribuyan en el bitumen de manera homogénea y las condiciones en las que el bitumen modificado puede ser almacenado y/o transportado sin perder sus propiedades mejoradas. Dado que el coque de petróleo y el extracto se utilizan en la composición bituminosa modificada de la presente invención como aditivos, la resistencia de la composición bituminosa modificada así como la de la composición de revestimiento asfáltico obtenida mezclando dicha composición bituminosa modificada con una mezcla agregada de basalto, piedra caliza y calcita, aumenta.

### **Objeto de la invención**

Un objeto de la presente invención es producir una composición bituminosa modificada de alta calidad usando, como aditivos, coque de petróleo, un subproducto de un procedimiento de refinería, y extracto, un subproducto unitario de aceite base, y crear un aumento sistemático y medible del grado de rendimiento del bitumen según la norma Superpave.

Otro objeto de la invención es aumentar la resistencia del asfalto en el cual la composición bituminosa modificada se usa como materia prima aglutinante y disminuir dichos problemas en carreteras asfaltadas como grietas térmicas, grietas por fatiga y ahuellamiento.

Otro objeto de la invención es proporcionar un procedimiento para producir una composición bituminosa modificada que minimice los efectos nocivos de las sustancias sobre el medio ambiente, procesando los aditivos contenidos en las mismas de manera estable y no sometiéndolos a procesos de combustión.

Otro objeto adicional de la invención es obtener una composición bituminosa modificada con un coste reducido, gracias a que los aditivos que contiene tienen un coste unitario menor que otros aditivos del estado de la técnica y bitumen puro, con una calidad/rendimiento/resistencia superior a la de los demás en comparación con el bitumen puro y el asfalto, y con un mayor volumen de producción.

Incluso otro objeto más de la invención es aumentar la viabilidad de los trabajos de escalado de aditivos/mezcla ya que el tamaño de partícula del coque de petróleo usado como aditivo es mayor que el de las cenizas volantes.

### **Descripción de la invención**

En refinerías de petróleo, además de diferentes combustibles obtenidos por tratamiento del petróleo crudo, también se obtiene bitumen inutilizable como combustible. El bitumen se utiliza en carreteras asfaltadas o en el sector de la construcción como material aislante. En carreteras asfaltadas en las que se incluye bitumen en la composición como materia prima aglutinante, se experimentan problemas tales como grietas térmicas, grietas por fatiga y ahuellamiento. Por lo tanto, con la presente invención, se proporciona una composición bituminosa modificada resistente que reduce especialmente dichos problemas.

La composición del bitumen modificado de acuerdo con la presente invención contiene bitumen de grado de pavimentación sin aditivos de al menos 55 % en peso y con una penetración en el intervalo de 40 a 110 según la norma EN 1426. Asimismo, la composición bituminosa de la invención comprende coque de petróleo (preferentemente un subproducto de la unidad de coquización retardada), como un aditivo, en el intervalo de 1 %-40 % en peso, preferentemente 5 %-30 % en peso y con un tamaño de partícula de menos de 300 micrómetros, preferentemente en el intervalo de 25-150 micrómetros. Después de triturar el aditivo coque de petróleo en el intervalo de tamaño de grano deseado, este se mezcla directamente con el bitumen sin someterse a ningún procesamiento adicional (es decir, sin combustión). Por tanto, contrariamente a las aplicaciones en las que se añaden cenizas volantes al bitumen, la producción del bitumen modificado de la invención es más segura y más respetuosa con el medio ambiente. Además, con el aditivo añadido al bitumen en la composición bituminosa modificada de la presente invención, aumenta la resistencia del bitumen. De esta manera, se evitan fisuras térmicas, fisuras por fatiga y problemas de ahuellamiento en carreteras asfaltadas construidas mezclando la composición bituminosa modificada con una mezcla de agregado de basalto, piedra caliza y calcita. Dicha composición bituminosa modificada comprende extracto que tiene una densidad de 8-17 API y una viscosidad de 35-300 SSU y que es un subproducto de una unidad de aceite base generada a partir de la producción de aceite base para husillo, aceite base neutro ligero, aceite base lubricante pesado o aceite base neutro pesado, como un aditivo. De forma detallada, dicho extracto se obtiene como un subproducto en la conversión de un destilado para husillo, ligero,

lubricante pesado o pesado obtenido a partir del producto de fondo de la destilación atmosférica en una unidad de destilación al vacío, en un refinado para husillo, ligero, lubricante pesado o pesado en una unidad de extracción de furfural. A continuación el refinado para husillo, ligero, lubricante pesado o pesado se convierte en aceite base para husillo, aceite base neutro ligero, aceite base lubricante pesado o aceite base neutro pesado en una unidad de descerado. Preferentemente, dicho extracto está presente en la composición en una cantidad del 2 % al 5 % en peso.

En la invención, el aditivo coque de petróleo comprende al menos 80 % en peso de carbono, 0,5 %-6 % en peso de hidrógeno, como máximo 8 % en peso de azufre y 0,5 %-4 % en peso de nitrógeno. Se observa en las pruebas que tal grado de coque de petróleo aumenta aún más la resistencia del bitumen.

Un procedimiento para producir la composición bituminosa modificada de la invención incluye las siguientes etapas;

- calentar el bitumen de 130 °C a 140 °C durante 2,5 a 3,5 horas con el fin de fluidificarlo y suministrarlo en un tanque principal de 160 °C a 170 °C,
- añadir un extracto y coque de petróleo, respectivamente, al bitumen, como aditivos, con el fin de obtener una fase fluida y una mezcla homogénea,
- dejar reposar la mezcla durante al menos 2-4 minutos cada vez que se le añade un aditivo en la cantidad de 1 % en peso, con el fin de evitar que dichos aditivos se aglomeren,
- agitar a  $250 \pm 25$  rpm solo con un agitador de varilla hasta que se agregue la cantidad deseada de aditivo,
- obtener la composición bituminosa modificada agitando la mezcla durante 1,5 a 2,5 horas después de que se añaden los aditivos, con el agitador de varilla ajustado a  $250 \pm 25$  rpm y el homogeneizador ajustado a  $2800 \pm 25$  rpm.

En la invención, el bitumen se calienta preferentemente a 135 °C durante 3 horas y se suministra a un tanque principal preferentemente a 165 °C. Adicionalmente, el agitador de varilla funciona preferentemente a 250 rpm y el homogeneizador funciona a 2800 rpm, y el último procedimiento de agitación se continúa durante 2 horas. Dicho homogeneizador recibe la muestra del fondo del tanque y la devuelve a la región superior, de manera que se obtiene una mezcla homogénea en aquellas regiones cercanas a las paredes internas del tanque.

A continuación se resumen ejemplos de la composición bituminosa modificada de la invención con diferentes contenidos, y trabajos de diseño de asfalto realizados utilizando las composiciones bituminosas modificadas proporcionadas en estos ejemplos.

Ejemplo 1; En una realización ilustrativa de la invención, la composición bituminosa modificada comprende 20 % en peso de coque de petróleo, 2,5 % en peso de extracto y 77,5 % en peso de bitumen con una penetración de 50 a 70 de acuerdo con la norma EN 1426. Los resultados de dicha composición bituminosa modificada obtenida de acuerdo con las normas EN 12591 (Bitumen de calidad pavimentación) y AASHTO MP 1 (SUPERPAVE) se presentan en la Tabla 1. Como se presenta en la tabla 1, con el procedimiento del Ejemplo 1, se puede obtener un grado de rendimiento de PG 64-22.

Tabla 1. Resultados de EN 12591 y SUPERPAVE de la composición bituminosa modificada

|           | Prueba                                               | N.º de norma   | Unidad | Bitumen modificado |
|-----------|------------------------------------------------------|----------------|--------|--------------------|
| EN 12591  | Penetración                                          | TS EN 1426     | 0,1 mm | 62                 |
|           | Punto de reblandecimiento                            | TS EN 1427     | °C     | 48,8               |
|           | Prueba de película delgada rotante en horno (RT-FOT) | TS EN 12607-1  | -      | -                  |
|           | Cambio de masa                                       | -              | %      | 0,3                |
|           | Penetración permanente                               | TS EN 1426     | %      | 58                 |
|           | Punto de reblandecimiento después de la RT-FOT       | TS EN 1427     | °C     | 54,2               |
|           | Elevación del punto de reblandecimiento              | -              | °C     | 5,4                |
|           | Punto de inflamabilidad                              | TS EN ISO 2592 | °C     | 294                |
| SUPERPAVE | Reómetro dinámico de cizalla (DSR)                   | TS EN 14770    | °C     | 67,3               |
|           | DSR después de RT-FOT                                | TS EN 14770    | °C     | 66,6               |
|           | Vaso de envejecimiento presurizado (PAV)             | TS EN 14769    | -      | -                  |
|           | DSR después de PAV                                   | TS EN 14770    | °C     | 25,8               |
|           | Prueba de reómetro de deflexión de probeta (BBR)     | TS EN 14771    | °C     | -12                |
|           |                                                      |                |        | PG 64-22           |

Ejemplo 2; no de acuerdo con la invención, la composición bituminosa modificada comprende 20 % en peso de coque de petróleo y 80 % en peso de bitumen con una penetración de 70 a 100 de acuerdo con la norma EN 1426.

Los resultados de dicha composición bituminosa modificada obtenida de acuerdo con las normas EN 12591 (bitumen de calidad pavimentación) se presentan en la Tabla 2.

Tabla 2. Resultados según la norma EN 12591 de la composición bituminosa modificada

|          | Prueba                                               | N.º de norma   | Unidad | Bitumen modificado |
|----------|------------------------------------------------------|----------------|--------|--------------------|
| EN 12591 | Penetración                                          | TS EN 1426     | 0,1 mm | 60                 |
|          | Punto de reblandecimiento                            | TS EN 1427     | °C     | 47,6               |
|          | Prueba de película delgada rotante en horno (RT-FOT) | TS EN 12607-1  | -      |                    |
|          | Cambio de masa                                       | -              | %      | 0,08               |
|          | Penetración permanente                               | TS EN 1426     | %      | 71,7               |
|          | Punto de reblandecimiento después de la RT-FOT       | TS EN 1427     | °C     | 51                 |
|          | Elevación del punto de reblandecimiento              | -              | °C     | 3,4                |
|          | Punto de inflamabilidad                              | TS EN ISO 2592 | °C     | 346                |

- 5 Ejemplo 3; no de acuerdo con la invención, la composición bituminosa modificada comprende 30 % en peso de coque de petróleo y 70 % en peso de bitumen con una penetración de 50 a 70 de acuerdo con la norma EN 1426. La Tabla 3 muestra las comparaciones de las pruebas de dicha composición bituminosa modificada y composición bituminosa sin aditivos realizadas de acuerdo con la norma SUPERPAVE.

Tabla 3. Resultados de SUPERPAVE de la composición bituminosa modificada

|           | Prueba                                           | N.º de norma | Unidad | Bitumen sin aditivos | Bitumen modificado |
|-----------|--------------------------------------------------|--------------|--------|----------------------|--------------------|
| SUPERPAVE | Reómetro dinámico de cizalla (DSR)               | TS EN 14770  | °C     | 64,0                 | 81,6               |
|           | DSR después de RT-FOT                            | TS EN 14770  | °C     | 64,5                 | 85,3               |
|           | Vaso de envejecimiento presurizado (PAV)         | TS EN 14769  | -      | -                    | -                  |
|           | DSR después de PAV                               | TS EN 14770  | °C     | 26,1                 | 29,4               |
|           | Prueba de reómetro de deflexión de probeta (BBR) | TS EN 14771  | °C     | -12                  | -12                |
|           |                                                  |              |        | PG 64-22             | PG 82-22           |

- 10 De acuerdo con los resultados de la Tabla 3, es evidente que el valor del reómetro dinámico de cizalla (valor de rendimiento a alta temperatura) del bitumen modificado obtenido en el ejemplo relevante se aproxima a 82, que es el valor máximo de la norma Superpave. En otras palabras, el rendimiento a alta temperatura del bitumen modificado de la presente invención es bastante alto.

- 15 Ejemplo 4; no de acuerdo con la invención, la composición bituminosa modificada comprende 30 % en peso de coque de petróleo y 70 % en peso de bitumen con una penetración de 70 a 100 de acuerdo con la norma EN 1426. La Tabla 4 muestra las comparaciones de las pruebas de dicha composición bituminosa modificada y bitumen sin aditivos realizadas de acuerdo con la norma SUPERPAVE. Por consiguiente, con el procedimiento del Ejemplo 4, se puede obtener un bitumen modificado de alta calidad de grado de rendimiento de PG 76-16.

Tabla 4. Resultados de SUPERPAVE de la composición bituminosa modificada

|           | Prueba                                           | N.º de norma | Unidad | Bitumen sin aditivos | Bitumen modificado |
|-----------|--------------------------------------------------|--------------|--------|----------------------|--------------------|
| SUPERPAVE | Reómetro dinámico de cizalla (DSR)               | TS EN 14770  | °C     | 64,0                 | 75,5               |
|           | DSR después de RT-FOT                            | TS EN 14770  | °C     | 64,5                 | 80,2               |
|           | Vaso de envejecimiento presurizado (PAV)         | TS EN 14769  | -      | -                    | -                  |
|           | DSR después de PAV                               | TS EN 14770  | °C     | 26,1                 | 28,2               |
|           | Prueba de reómetro de deflexión de probeta (BBR) | TS EN 14771  | °C     | -12                  | -6                 |
|           |                                                  |              |        | PG 64-22             | PG 76-16           |

- 20 En una realización preferida de la presente invención, la composición bituminosa modificada del Ejemplo 1 se mezcla con una mezcla de agregado de basalto, piedra caliza y calcita, cuyas características se dan en las Tablas 5 y 6, para su uso en carreteras asfaltadas.

Tabla 5. Características del agregado usado en los trabajos de diseño de asfalto

| Prueba                                                                              | Procedimiento de prueba | Unidad                                 | Límites de especificación (Especificación técnica de carreteras 2013) | Características del agregado usado en el diseño |
|-------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------|----------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------|
| Resistencia a la fragmentación (Pérdida de abrasión Los Ángeles) 500 rpm            | TS EN 1097-2 *          | %                                      | Máx. 25                                                               | 11,9                                            |
| Resistencia a los efectos del aire (Pérdida con MgSO <sub>4</sub> )                 | TS EN 1367-2 *          | %                                      | Max.14                                                                | 2,8                                             |
| Índice de planicidad (para agregados de 5-12 mm)                                    | TS EN 933-3 *           | %                                      | Máx. 20                                                               | 20                                              |
| Índice de planicidad (para agregados de 12-19 mm)                                   | TS EN 933-3 *           | %                                      | Máx. 20                                                               | 12                                              |
| Densidad de grano de agregados rugosos (Peso específico en volumen - seco)          | TS EN 1097-6 *          | g/cm <sup>3</sup><br>g/cm <sup>3</sup> | .....                                                                 | 2,865                                           |
| Absorción de agregados rugosos                                                      | TS EN * 1097-6          | %                                      | Máx. 2,0                                                              | 1,02                                            |
| Densidad de grano de agregados finos (Peso específico en volumen - seco - promedio) | TS EN 1097-6 *          | 3 g/cm                                 | .....                                                                 | 2,624                                           |
| Absorción de agregados finos - promedio                                             | TS EN 1097-6 *          | %                                      | Máx. 2,0                                                              | 1, 5                                            |
| Azul de metileno (hasta 0/2 mm de agregado fino)                                    | TS EN 933-9 *           | g/kg                                   | Máx.1,5                                                               | 1,25                                            |
| Índice de plasticidad                                                               | TS 1900-1               | %                                      | NP                                                                    | NP                                              |
| Ensayo de densidad del grano del relleno                                            | TS EN 1097-7 *          | g/cm <sup>3</sup>                      | .....                                                                 | 2,753                                           |

Tabla 6. Proporción de uso de agregado y gradación de la mezcla

| Proporción de uso                 |       | 10 %             | 47 %            | 43 %                 | Gradación de la mezcla | Especificación técnica de carreteras 2013<br>Abrasión Límites de la capa tipo 1 |     |                      |    |
|-----------------------------------|-------|------------------|-----------------|----------------------|------------------------|---------------------------------------------------------------------------------|-----|----------------------|----|
| Abertura de tamiz (pulgadas) (mm) |       | 12-19 mm basalto | 5-12 mm basalto | 0-5 mm piedra caliza |                        | Especificación                                                                  |     | Fórmula de la mezcla |    |
| %"                                | 19,0  | 100,0            |                 |                      | 100,0                  |                                                                                 | 100 | 100                  |    |
| 1/2"                              | 12,5  | 19,4             | 98,9            |                      | 91,4                   | 88                                                                              | 100 | 88                   | 95 |
| 3/8"                              | 9,5   | 1,1              | 77,6            | 100,0                | 79,6                   | 72                                                                              | 90  | 76                   | 84 |
| N.º 4                             | 4,75  | 0,8              | 15,1            | 96,8                 | 48,8                   | 42                                                                              | 52  | 45                   | 52 |
| N.º 10                            | 2,00  | 0,8              | 2,0             | 59,9                 | 26,8                   | 25                                                                              | 35  | 25                   | 30 |
| N.º 40                            | 0,425 | 0,7              | 1,6             | 27,0                 | 12,4                   | 10                                                                              | 20  | 10                   | 15 |
| N.º 80                            | 0,180 | 0,6              | 1,2             | 19,6                 | 9,1                    | 7                                                                               | 14  | 7                    | 12 |
| N.º 200                           | 0,075 | 0,6              | 1,0             | 12,0                 | 5,7                    | 3                                                                               | 8   | 4                    | 8  |

La Tabla 7 muestra los datos de los trabajos de diseño de revestimientos asfálticos que comprenden bitumen sin aditivos y el bitumen modificado preparado con la composición del Ejemplo 1, y los resultados de los trabajos de durabilidad/caracterización realizados de acuerdo con la Especificación técnica de carreteras 2013.

5

Tabla 7. Diseño y resultados de durabilidad de revestimientos asfálticos que comprenden bitumen sin aditivos y el bitumen modificado preparado con el Ejemplo 1

| Prueba                                 | Procedimiento de prueba | Límites de especificación<br>Tipo de abrasión<br>(Especificación técnica de carreteras 2013) |     | Asfalto que comprende bitumen sin aditivos | Bitumen modificado preparado con el Ejemplo 1 |
|----------------------------------------|-------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------|-----|--------------------------------------------|-----------------------------------------------|
|                                        |                         | Mín                                                                                          | Máx |                                            |                                               |
| Estabilidad Marshall, kg y, kg         | TS EN 12697-34          | 900                                                                                          | -   | 1110                                       | 1140                                          |
| Hueco, %                               | TS EN 12697-8           | 3                                                                                            | 5   | 4,0                                        | 4,0                                           |
| Hueco relleno con asfalto, %           | TS EN 12697-8           | 65                                                                                           | 75  | 70,0                                       | 71,50                                         |
| Huecos en el agregado mineral, (VMA) % | TS EN 12697-8           | 14                                                                                           | 16  | 14,0                                       | 14,10                                         |

(continuación)

| Prueba                                                                                                                         | Procedimiento de prueba | Límites de especificación<br>Tipo de abrasión<br>(Especificación técnica de carreteras 2013) |        | Asfalto que comprende bitumen sin aditivos | Bitumen modificado preparado con el Ejemplo 1 |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------|--------|--------------------------------------------|-----------------------------------------------|
|                                                                                                                                |                         | Mín                                                                                          | Máx    |                                            |                                               |
| Caudal, mm (10 <sup>-2</sup> in)                                                                                               | TS EN 12697-34          | 2 (8)                                                                                        | 4 (16) | 3,20                                       | 3,10                                          |
| Proporción Relleno/Bitumen                                                                                                     | -                       | -                                                                                            | 1,5    | 1,2                                        | 1,1                                           |
| Bitumen (hasta 100, en peso)                                                                                                   | TS EN 12697-1           | 4                                                                                            | 7      | 4,80 ± 0,2                                 | 5,20 ± 0,2                                    |
| Ahuellamiento (a 30000 rpm y 60 °C), máx. %                                                                                    | TS EN 12697-22          | -                                                                                            | 8      | 7,1                                        | 6,2                                           |
| Resistencia al desprendimiento de la superficie revestida con bitumen % (después de mantener en agua a 60 °C durante 24 horas) | TS EN 12697-11          | 60                                                                                           | -      | 60-65                                      | 70-75                                         |

En otra realización preferida de la presente invención, la composición bituminosa modificada preparada de acuerdo con el Ejemplo 2 se mezcla con una mezcla de agregado de basalto, piedra caliza y calcita, cuyas características se dan en las Tablas 5 y 6, para su uso en carreteras asfaltadas. La Tabla 8 muestra los datos y los resultados de durabilidad de los trabajos de diseño de asfalto.

Tabla 8. Diseño y resultados de durabilidad de revestimientos asfálticos que comprenden bitumen sin aditivos y el bitumen modificado preparado con el Ejemplo 2

| Prueba                                                                                                                         | Procedimiento de prueba | Límites de especificación<br>Tipo de abrasión<br>(Especificación técnica de carreteras 2013) |        | Asfalto que comprende bitumen sin aditivos | Bitumen modificado preparado con el Ejemplo 2 |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------|--------|--------------------------------------------|-----------------------------------------------|
|                                                                                                                                |                         | Mín                                                                                          | Máx    |                                            |                                               |
| Estabilidad Marshall, kg y, kg                                                                                                 | TS EN 12697-34          | 900                                                                                          | -      | 1110                                       | 1045                                          |
| Hueco, %                                                                                                                       | TS EN 12697-8           | 3                                                                                            | 5      | 4,0                                        | 4,0                                           |
| Hueco relleno con asfalto, %                                                                                                   | TS EN 12697-8           | 65                                                                                           | 75     | 70,0                                       | 71,0                                          |
| Huecos en el agregado mineral, (VMA) %                                                                                         | TS EN 12697-8           | 14                                                                                           | 16     | 14,0                                       | 14,0                                          |
| Caudal, mm (10 <sup>-2</sup> in)                                                                                               | TS EN 12697-34          | 2 (8)                                                                                        | 4 (16) | 3,20                                       | 3,70                                          |
| Proporción Relleno/Bitumen                                                                                                     | -                       | -                                                                                            | 1,5    | 1,2                                        | 1,1                                           |
| Bitumen (hasta 100, en peso)                                                                                                   | TS EN 12697-1           | 4                                                                                            | 7      | 4,80 ± 0,2                                 | 5,40 ± 0,2                                    |
| Ahuellamiento (a 30000 rpm y 60 °C), máx. %                                                                                    | TS EN 12697-22          | -                                                                                            | 8      | 7,1                                        | 7,0                                           |
| Resistencia al desprendimiento de la superficie revestida con bitumen % (después de mantener en agua a 60 °C durante 24 horas) | TS EN 12697-11          | 60                                                                                           | -      | 60-65                                      | 70-75                                         |

De acuerdo con los datos obtenidos, se determina que la composición bituminosa modificada presenta un mejor rendimiento en las propiedades del asfalto que el bitumen sin aditivos, y esta se puede usar en la construcción de carreteras como producto comercial. Dado que el coque de petróleo y el extracto se utilizan en la composición bituminosa modificada de la presente invención como aditivos, la resistencia de la composición bituminosa modificada y la del asfalto obtenido usando la composición bituminosa modificada aumenta. El efecto del bitumen sobre el ahuellamiento, las fisuras por fatiga y térmicas que se consideran las causas de degradación de los revestimientos asfálticos es del 40 %, 60 % y 90 %, respectivamente. Como se ve en las Tablas 7 y 8, se logra un aumento del 15 % en la resistencia al desprendimiento del agregado (EN TS EN 12697-11) que es uno de los parámetros significativos que simulan deterioros en las carreteras y en los resultados de la prueba de ahuellamiento (EN TS EN 12697-22), en comparación con los trabajos con bitumen puro. Por lo tanto, una de las principales

ventajas de la invención es proporcionar refinerías que produzcan tanto bitumen como coque de petróleo y extraigan un nuevo producto modificado y un procedimiento de producción. Asimismo, dado que el coque de petróleo utilizado como aditivo es un producto de una refinería de petróleo, se reduce la dependencia de la refinería de fuentes extranjeras y se obtiene un funcionamiento eficaz de la refinería.

- 5 Se realizan pruebas de estabilidad para determinar si las composiciones de bitumen modificado de la presente invención son adecuadas para el almacenamiento y transporte, y se observa que la composición bituminosa modificada del Ejemplo 1, si se almacena tanto con agitación como sin agitación, mantiene su homogeneidad antes de su adición al asfalto (durante el almacenamiento en el campo de la refinería y/o el transporte a las plantas de asfalto). Después de mantener la composición bituminosa modificada del Ejemplo 1 a 160 °C durante 10 días, sin agitar, se toman muestras de diferentes puntos para realizar las mediciones de los puntos de penetración y reblandecimiento, cuyos resultados se dan en la Tabla 9.

Tabla 9. Resultados de punto de reblandecimiento y penetración del almacenamiento del ejemplo 1 sin agitar

| Muestra                         | Punto de reblandecimiento (°C) | Penetración (0,1 mm) |
|---------------------------------|--------------------------------|----------------------|
| Muestra en el día 1 (inferior)  | 48,8                           | 66,3                 |
| Muestra en el día 1 (superior)  | 48,2                           | 68,3                 |
| Muestra en el día 10 (inferior) | 48,5                           | 69,3                 |
| Muestra                         | Punto de reblandecimiento (°C) | Penetración (0,1 mm) |
| Muestra en el día 10 (superior) | 48,5                           | 69,6                 |

- 15 Otra medida para la determinación de la estabilidad durante el almacenamiento es aplicar el procedimiento de la norma EN 13399. En esta norma, las muestras tomadas de los puntos inferior y superior del bitumen mantenido a 180 °C durante 3 días, sin agitar, se miden para determinar el punto de reblandecimiento; y si la diferencia entre el punto inferior y superior es de 5 °C e inferior, la muestra se considera estable. La Tabla 10 representa los resultados de la norma EN 13399 aplicada al bitumen modificado según la invención.

Tabla 10. Mediciones del punto de reblandecimiento obtenidas según la norma EN 13399

| Muestra                                                    | Punto de reblandecimiento (°C) |
|------------------------------------------------------------|--------------------------------|
| Composición bituminosa modificada del Ejemplo 1 (inferior) | 49,4                           |
| Composición bituminosa modificada del Ejemplo 1 (superior) | 54,4                           |

- 20 Los resultados muestran que dado que las condiciones de producción pueden dar lugar a productos modificados con distribución homogénea, se demuestra que se puede utilizar como parámetros de almacenamiento en períodos de almacenamiento a largo plazo. Si no se agita y se mantiene a 160 °C, no se observa degradación en la homogeneidad del producto hasta 10 días. Asimismo, también se ve, en los análisis realizados según la norma, que el producto es estable.

## REIVINDICACIONES

1. Una composición bituminosa modificada adecuada para ser utilizada como materia prima aglutinante en carreteras asfaltadas y que contiene bitumen con una penetración en el intervalo de 40 a 110 según la norma EN 1426, **caracterizada porque** comprende coque de petróleo con un tamaño de partícula menor de 300 micrómetros y extracto que tiene una densidad de 8-17 API y una viscosidad de 35-300 SSU y que es un subproducto de una unidad de aceite base generado a partir de la producción de aceite base para husillo, aceite base neutro ligero, aceite base lubricante pesado o aceite base neutro pesado.
2. Una composición bituminosa modificada de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizada por** comprender al menos 55 % en peso de bitumen, de 1 % a 40 % en peso de coque de petróleo y de 2 % a 5 % en peso de extracto.
3. Una composición bituminosa modificada de acuerdo con la reivindicación 2, **caracterizada porque** dicho coque de petróleo está en el intervalo de 5 % a 30 % en peso y tiene un tamaño de partícula de 25-150 micrómetros.
4. Una composición bituminosa modificada de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizada por** comprender 20 % en peso de coque de petróleo, 2,5 % en peso de extracto y 77,5 % en peso de bitumen con una penetración de 50 a 70.
5. Una composición bituminosa modificada de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizada porque** dicho coque de petróleo comprende al menos 80 % en peso de carbono, 0,5 %-6 % en peso de hidrógeno, como máximo 8 % en peso de azufre y 0,5 %-4 % en peso de nitrógeno.
6. Un procedimiento de producción de una composición bituminosa modificada adecuada para ser utilizada como materia prima aglutinante en carreteras asfaltadas y que contiene bitumen y con una penetración en el intervalo de 40 a 110 según la norma EN 1426, **caracterizado por** comprender las siguientes etapas de procedimiento:
  - calentar el bitumen de 130 °C a 140 °C durante 2,5 a 3,5 horas con el fin de fluidificarlo y suministrarlo en un tanque principal de 160 °C a 170 °C,
  - añadir extracto, que tiene una densidad de 8-17 API y una viscosidad de 35-300 SSU y que es un subproducto de una unidad de aceite base generado a partir de la producción de aceite base para husillo, aceite base neutro ligero, aceite base lubricante pesado o aceite base neutro pesado y coque de petróleo con un tamaño de partícula de menos de 300 micrómetros, respectivamente, al bitumen, como aditivos, con el fin de obtener una fase fluida y una mezcla homogénea,
  - agitar solo con un agitador de varilla hasta que se agregue la cantidad deseada de aditivo,
  - obtener la composición bituminosa modificada agitando la mezcla durante 1,5 a 2,5 horas después de que se añaden los aditivos, estando el agitador de varilla y el homogeneizador ajustados.
7. Un procedimiento de producción de acuerdo con la reivindicación 6, **caracterizado porque** dicho bitumen se calienta a 135 °C durante 3 horas y se suministra a un tanque principal a 165 °C.
8. Un procedimiento de producción de acuerdo con la reivindicación 6, **caracterizado por** comprender la etapa de dejar que la mezcla repose durante al menos 2-4 minutos cada vez que se le añade un aditivo en una cantidad de 1 % en peso, con el fin de evitar que dichos aditivos se aglomeren.
9. Un procedimiento de producción de acuerdo con la reivindicación 6, **caracterizado porque** el dicho agitador de varilla funciona a  $250 \pm 25$  rpm y el homogeneizador funciona a  $2800 \pm 25$  rpm, y el último procedimiento de agitación se continúa durante 2 horas.
10. Un procedimiento de producción de acuerdo con la reivindicación 6, **caracterizado porque** dicho bitumen es al menos el 55 % en peso, el coque de petróleo es del 1 % al 40 % en peso y el extracto es del 2 % al 5 % en peso.
11. Un procedimiento de producción de acuerdo con la reivindicación 10, **caracterizado porque** dicho coque de petróleo está en el intervalo de 5 % a 30 % en peso y tiene un tamaño de partícula de 25-150 micrómetros.
12. Un procedimiento de producción de acuerdo con las reivindicaciones 6 a 11, **caracterizado porque** dicho coque de petróleo es el 20 % en peso, el extracto es el 2,5 % en peso y el bitumen es el 77,5 % en peso y con una penetración de 50 a 70.
13. Un procedimiento de producción de acuerdo con la reivindicación 6, **caracterizado porque** dicho coque de petróleo comprende al menos 80 % en peso de carbono, 0,5 %-6 % en peso de hidrógeno, como máximo 8 % en peso de azufre y 0,5 %-4 % en peso de nitrógeno.
14. Una composición de revestimiento asfáltico producida mezclando la composición bituminosa modificada obtenida de acuerdo con las reivindicaciones 1-13, con una mezcla de agregado de basalto, piedra caliza y calcita.

#### **REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN**

La lista de referencias citada por el solicitante lo es solamente para utilidad del lector, no formando parte de los documentos de patente europeos. Aún cuando las referencias han sido cuidadosamente recopiladas, no pueden excluirse errores u omisiones y la OEP rechaza toda responsabilidad a este respecto.

#### **Documentos de patente citados en la descripción**

- US 5807478 A [0006]
- US 5449401 A [0007] [0008]
- US 8062413 B1 [0008]