

(12) SOLICITUD INTERNACIONAL PUBLICADA EN VIRTUD DEL TRATADO DE COOPERACIÓN EN MATERIA DE PATENTES (PCT)

(19) Organización Mundial de la Propiedad
Intelectual
Oficina internacional



(43) Fecha de publicación internacional
14 de abril de 2011 (14.04.2011)

PCT

(10) Número de Publicación Internacional
WO 2011/042843 A2

- (51) **Clasificación Internacional de Patentes:** Sin clasificar
- (21) **Número de la solicitud internacional:**
PCT/IB2010/054427
- (22) **Fecha de presentación internacional:**
30 de septiembre de 2010 (30.09.2010)
- (25) **Idioma de presentación:** español
- (26) **Idioma de publicación:** español
- (30) **Datos relativos a la prioridad:**
1943-2009 7 de octubre de 2009 (07.10.2009) CL
- (71) **Solicitantes** (para todos los Estados designados salvo US): THENOUX ZEBALLOS, Guillermo Alfonso [CL/CL]; 831 El Convento, Las Condes, Santiago 7610471 (CL). LEIGHTON PUGA, Federico Mariano [CL/CL]; 4850 Francisco de Ginebra, Vitacura, Santiago 7630028 (CL).
- (72) **Inventor; e**
- (71) **Solicitante :** WORTELBOER, Johan Petrus [NL/NL]; 2 Veenvoort, NL-9465 TN Anderen (NL).
- (74) **Mandatario:** CLARKE MODET & CO - CHILE; 835, Huérfanos, Piso 10, of. 1001, Santiago 8320176 (CL).
- (81) **Estados designados** (a menos que se indique otra cosa, para toda clase de protección nacional admisible): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG,

KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

- (84) **Estados designados** (a menos que se indique otra cosa, para toda clase de protección regional admisible): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), euroasiática (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europea (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Declaraciones según la Regla 4.17:

- sobre la identidad del inventor (Regla 4.17(i))
- sobre el derecho del solicitante para solicitar y que le sea concedida una patente (Regla 4.17(ii))
- sobre el derecho del solicitante a reivindicar la prioridad de la solicitud anterior (Regla 4.17(iii))
- sobre la calidad de inventor (Regla 4.17(iv))

Publicada:

- sin informe de búsqueda internacional, será publicada nuevamente cuando se reciba dicho informe (Regla 48.2(g))

(54) **Title:** ANTI-AGEING ADDITIVE FOR BITUMEN

(54) **Título :** ADITIVO DE ANTI-ENVEJECIMIENTO PARA BITUMEN

(57) **Abstract:** Anti-ageing additive for bitumen that comprises grape bagasse that is dried and ground to a particle size having a diameter of between 10 µm and 10 000 µm, with free-radical scavengers, which essentially comprises: 1.5 to 12 wt.% phenol; 2.5 to 20 wt.% tannins; 0.5 to 5 wt.% procyanidins; and 0.0 to 0.8 wt.% anthocyanins. Method for preparing said additive, bitumen with anti-ageing properties, method for preparing said bitumen; asphalt with anti-ageing properties and methods preparing said asphalt with anti-ageing properties.

(57) **Resumen:** Aditivo de anti-envejecimiento para bitumen que consiste en bagazo de uva deshidratado y molido con un diámetro entre 10 µm y 10.000 µm, con captadores de radicales libre que comprende esencialmente: 1,5 a 12 %peso de fenoles; 2,5 a 20 %peso de taninos; 0,5 a 5 %peso de procianidinas; y 0,0 a 0,8 %peso de antocianinas. Método de preparación de dicho aditivo, bitumen con propiedades de anti-envejecimiento, método de preparación de dicho bitumen; asfalto con propiedades de anti-envejecimiento y métodos de preparación de dicho asfalto con propiedades de anti-envejecimiento.



WO 2011/042843 A2

ADITIVO DE ANTI-ENVEJECIMIENTO PARA BITUMEN

CAMPO DE APLICACIÓN

La presente invención se relaciona con la industria del bitumen. En particular,
5 la presente invención consiste en un aditivo anti-envejecimiento para bitumen con
captadores de radicales libres derivados de las vides, más específicamente del
bagazo de la uva, método de preparación de dicho aditivo, un asfalto modificado con
dicho aditivo y método de preparación de dicho asfalto modificado que tiene
propiedades mejoradas disminuyendo su envejecimiento.

10 En la presente descripción se entiende por "bitumen", la fracción residual
resultante de la destilación fraccionada del petróleo también conocida como ligante
bituminoso; y por "asfalto" o "mezcla asfáltica", la mezcla de bitumen, piedras y
agregados utilizados en la industria vial como por ejemplo para recubrir carreteras
con pavimento asfáltico. Se entiende por "agregado" la materia mineral utilizada con
15 el bitumen para generar el asfalto, como por ejemplo, arenas, arcilla y piedras para
obtener un agregado de diferente granulometría.

ESTADO DEL ARTE

Existen tendencias tradicionales para aumentar la durabilidad de los
20 pavimentos asfálticos conocidos en el arte, las cuales corresponden a:

- Maximizar el espesor de la película bituminosa a través del aumento del
contenido de bitumen y la adecuada graduación granulométrica y
selección de agregados.

- Compactar la mezcla asfáltica de manera de alcanzar un porcentaje de vacíos máximo del orden 8%.
- Diseñar mezclas con granulometrías densas de agregados resistentes a la humedad.

5 Una reconocida forma para mejorar la durabilidad de los pavimentos asfálticos corresponde a la adición de finos, lo que provoca un aumento en la viscosidad del bitumen, permitiendo aumentar el espesor de la película que recubre los agregados, reduciendo así la tasa de envejecimiento del bitumen.

También se conoce del arte previo el documento de patente EP 1.645.595 de
10 Colas, que consiste en un ligante de hidrocarburo para realizar capas y/o revestimientos de construcción vial y/o ingeniería civil, que comprende al menos bitumen y un fluidizante oleoso para bitumen basado en sustancias grasas de origen natural con cadenas de hidrocarburos grasos, donde dichas sustancias grasas que tienen origen natural fueron sometidas a al menos una reacción de funcionalización
15 química que resultó en la introducción de al menos un grupo funcional oxigenado. Este aceite se utiliza para disminuir la viscosidad del bitumen como ligante para asfalto de baja temperatura y tratamiento de superficie, si bien facilita el flujo del ligante y también permite una disminución de la temperatura, no aborda el problema técnico del envejecimiento del bitumen.

20 La principal característica del proceso de envejecimiento del bitumen es un incremento en la viscosidad, tornándolo un material cuyas propiedades mecánicas comienzan a parecerse más a las de un sólido (por ejemplo, Xiaohu L., Ulf Isacson, (2002), "Effect of Ageing on Bitumen Chemistry and Rheology", Construction and Building Materials, 16, pp 15-22).

Este fenómeno es conocido como “endurecimiento por envejecimiento”. Existen dos tipos de envejecimiento: químico y físico. El envejecimiento químico es de carácter irreversible. Muchos son los factores que afectan el proceso de envejecimiento químico, entre los principales están: endurecimiento, pérdida de
5 componentes volátiles, y exudación, siendo el más importante el endurecimiento. El proceso físico en tanto, corresponde a una reorganización de moléculas para alcanzar un estado termodinámico óptimo bajo un específico set de condiciones. Éste proceso es reversible.

El proceso de endurecimiento en el bitumen ocurre con mayor severidad
10 durante la mezcla y puesta en terreno (Xiaohu L., Ulf Isacsson, (2002), “Effect of Ageing on Bitumen Chemistry and Rheology”, Construction and Building Materials, 16, pp 15-22).

Durante el proceso de mezclado, el volumen de bitumen necesario para producir la mezcla asfáltica se estira hasta cubrir totalmente la superficie de los
15 agregados, quedando expuesto al contacto con el oxígeno a alta temperatura en forma de película de espesores que van entre los 6 a 8 micrones. A este primer proceso de envejecimiento se le ha denominado envejecimiento de corto plazo.

En esta etapa, el proceso de envejecimiento ocurre fundamentalmente debido a la pérdida de componentes volátiles producto de las altas temperaturas de
20 mezclado y compactación, y a la elevada tasa de endurecimiento debido a la exposición del bitumen durante el proceso de mezclado a temperaturas elevadas entre 150 y 200 °C. Los patrones de envejecimiento pueden ser muchos dependiendo de la combinación de factores que se presenten.

Algunos investigadores han observado que la primera causa de envejecimiento es producto de la volatilización y endurecimiento resultante de un mecanismo dual por el cual el oxígeno es combinado con elementos de hidrocarburo altamente reactivos.

5 Este proceso es la base para la formación de compuestos cíclicos aromáticos. Finalmente, estos compuestos se oxidan más lentamente dejando como producto final grupos carbonilos como cetonas y ácidos carboxílicos.

Por otra parte, en Xiaolu L., Ulf I., (2002), "Effect of Ageing on Bitumen Chemistry and Rheology", Construction and Building Materials, 16, pp 15-22; se
10 propone que la combinación de alta temperatura y adición de oxígeno influye en la separación de cadenas de hidrocarburos, esto sumado a la alta polaridad del sistema debido a la generación de cetonas, ácidos carboxílicos y sulfóxidos, provoca posteriormente una polimerización de las moléculas de bitumen. Los grupos polares formados durante el proceso de endurecimiento tienden a asociarse formando
15 moléculas más complejas y de mayor peso molecular, lo que provoca un aumento en la viscosidad del bitumen, endureciéndolo y haciéndolo menos flexible. Este aumento de polaridad finalmente se traduce en el incremento de la fracción de asfaltenos ligado a una disminución de compuestos aromáticos, los cuales a través de un proceso asociativo se transforman; Aromáticos → Resinas → Asfaltenos.

20

PROBLEMA TÉCNICO

El endurecimiento por envejecimiento es una de las principales causas del deterioro de los pavimentos asfálticos, incluso hay quien la señala como la principal causa del agrietamiento y otras formas de deterioro de los pavimentos asfálticos. El

daño por humedad por ejemplo, es causa de un debilitamiento entre las fuerzas de adhesión bitumen-agregado, donde este debilitamiento de las fuerzas de adhesión se potencia con el envejecimiento del bitumen, ya que producto del daño oxidativo se forman ácidos carboxílicos y sulfóxidos los cuales son solubles en agua
5 contribuyendo al desprendimiento entre bitumen y agregados.

En el caso del bitumen, durante el proceso de envejecimiento, en condiciones de alta temperatura y presencia de oxígeno y/o rayos UV, los grupos funcionales activos se descomponen formando radicales libres. Estos reaccionan con el oxígeno dando origen a hidroperóxidos, moléculas oxidantes y altamente inestables, las
10 cuales posteriormente se descomponen formando grupos carbonilos. Por otra parte, los peróxidos pueden actuar como generadores de radicales libres y reaccionar con compuestos azufrados dando origen a sulfóxidos.

Los pavimentos asfálticos a diferencia de los pavimentos de hormigón presentan un grado de flexibilidad que en sus primeros años de vida le permite
15 “acomodarse” a la deformación resiliente que experimentan la base y sub-base granular así como a la deformación resiliente, o consolidación, que experimenta la sub-rasante, producto del paso de las cargas de tránsito.

El bitumen comienza a perder sus características visco-elásticas desde el primer día en servicio, proceso que ocurre aceleradamente durante la etapa de
20 construcción y se mantiene a un ritmo relativamente acelerado durante los primeros 2 a 3 años. Es en la etapa inicial de servicio en donde el bitumen tendrá un comportamiento visco-elástico que le permitirá “acomodarse” a las deformaciones resilientes que experimenten las capas subyacentes de la estructura y del suelo de fundación.

Una vez que el bitumen y por lo tanto la mezcla asfáltica comienzan a perder sus propiedades visco-elásticas, la mezcla asfáltica comienza responder más como un material rígido el cual, tendrá menos posibilidad de disipar energía por deformación frente a las cargas de tránsito. En otras palabras, el material comenzará a tomar el total de las tensiones de trabajo y comenzará su proceso de deterioro por fatiga debido a la repetición de las cargas de tránsito. Obviamente, el diseño estructural, es decir el diseño de espesor de las capas, tiene en consideración este fenómeno por lo cual el diseño limita el estado de deformación total de la estructura para prolongar la vida útil de la carpeta asfáltica. Sin embargo, principalmente por un aspecto económico, no se pueden diseñar espesores excesivos de capas de bitumen por lo cual los pavimentos siempre estarán sometidos a deformaciones y tensiones.

Por otra parte, una gran cantidad de pavimentos asfálticos en países subdesarrollados fallan por una combinación de un mal diseño estructural y envejecimiento de la mezcla asfáltica, situación menos común en países desarrollados donde el envejecimiento del bitumen es un aspecto relevante para la planificación de la conservación durante la vida útil de un pavimento.

SOLUCIÓN TÉCNICA

Al incorporar captadores de radicales libres provenientes del bagazo de uva, se ha observado que disminuye el daño por la formación de radicales peróxidos a través de la neutralización de moléculas de hidroperóxido, evitando la posterior reacción en cadena con lo cual se disminuye la formación de grupos carbonilos y sulfóxidos. Esto disminuye la polaridad del sistema reduciendo las nuevas uniones

moleculares con lo cual el incremento de asfaltenos será menor, lo que contribuirá finalmente a que el incremento en la viscosidad del bitumen sea menor y los consecuentes cambios en las propiedades físicas y reológicas se reduzcan.

5 VENTAJAS TÉCNICAS

La búsqueda de aditivos que reduzcan la tasa de envejecimiento del bitumen, tanto durante su proceso de construcción como en sus primeros años de servicio, permite extender la vida útil de los pavimentos asfálticos producto de extender sus propiedades visco-elásticas por un período mayor. Adicionalmente, las ventajas técnicas de la presente invención serán la consecuencia de las condiciones prácticas de la disminución del incremento de la viscosidad y del módulo del bitumen, por lo cual se considera un aumento de la vida útil del pavimento asfáltico en un 20% o más.

15 DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

La figura 1 ilustra la Reducción en el factor de incremento de la viscosidad post envejecimiento según procedimiento de Horno Rotatorio de Película Delgada (RTFOT, Rolling-Thin Film Oven Test) para un bitumen con el aditivo de la presente invención.

20 Las figuras 2a y 2b muestran gráficos de espectro infrarrojo de una muestra de asfalto sin aditivo y con aditivo de la presente invención, sin envejecimiento en la figura 2a y con envejecimiento RTFOT en la figura 2b; lo que muestra la verificación química de la reducción de compuestos oxidados en muestras bituminosas post envejecimiento RTFOT.

La figura 3 ilustra una comparación de punto de fragilidad FRAASS pre y post envejecimiento RTFOT en bitumen con diferentes concentraciones del aditivo de la presente invención.

5 DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

El objetivo principal de la invención es proveer un aditivo anti-envejecimiento para bitumen que permita prolongar la vida útil del mismo. Dicho aditivo anti-envejecimiento para bitumen contiene captadores de radicales libres que provienen de un extracto preparado a partir de bagazo de uva. Dicho bagazo de uva es
10 sometido a un proceso especial que permite la preparación de un polvo seco que mantiene las propiedades de captador de radicales libres que originalmente se encuentran en la uva. En particular, el bagazo de uva está compuesto por piel de uva, semillas, tallos e incluso pulpa de uva. Las proporciones de dichos componentes varían dependiendo de la cepa de uva considerada. También son
15 conocidos varios compuestos captadores de radicales libres que están presentes en el bagazo de uva. La presente invención también consiste en el método de preparación de dicho aditivo anti-envejecimiento para bitumen, un bitumen con propiedades de anti-envejecimiento, método de preparación de bitumen con propiedades de anti-envejecimiento, un asfalto con propiedades de anti-
20 envejecimiento y método de preparación de asfalto con propiedades de anti-envejecimiento.

El aditivo anti-envejecimiento para bitumen de la presente invención consiste en bagazo de uva deshidratado y molido con un diámetro entre 10 μm y 10.000 μm ,

de preferencia entre 20 μm y 1.000 μm y más preferentemente entre 50 μm y 300 μm , que comprende entre:

- a) 2 a 13 %peso de humedad;
- b) 85 a 97 %peso de materia orgánica;
- 5 c) 7 a 18 %peso de proteína;
- d) 3 a 14 %peso de grasa;
- e) 10 a 35 %peso de fibra;
- f) 1,5 a 12 %peso de fenoles;
- g) 2,5 a 20 %peso de taninos;
- 10 h) 0,5 a 5 %peso de procianidinas; y
- i) 0,0 a 0,8 %peso de antocianas.

En general, dicho bagazo de uva proviene preferentemente de la industria vitivinícola del vino tinto con cepas de uvas como por ejemplo Carménère, Cabernet Sauvignon, Merlot, Petit Verdot, Sangiovese, Dolcetto, Pinotage, Syrah, etc. Pero
15 igualmente, dicho bagazo de uva puede provenir de la industria vitivinícola del vino blanco, así como de la fabricación de jugos de uvas y otras industrias que procesen uvas y generen bagazo de uva en su producción.

La preparación del aditivo de la presente invención comprende varios pasos que buscan proteger la integridad de los compuestos captadores de radicales libres
20 Dichos pasos se describen y detallan a continuación.

El proceso para obtener el aditivo antienviejecimiento para bitumen de la presente invención comprende las siguientes etapas:

- a) recolectar bagazo de uva desde una planta de procesamiento de uva como por ejemplo desde una prensa o una cuba de fermentación vitivinícola;
- b) secar el bagazo de uva con temperaturas inferiores a 95 °C, preferentemente inferiores a 70 °C y más preferentemente entre 30 y 45 °C, para evitar la descomposición de la materia orgánica hasta un rango de 0 a 12% de humedad, más preferentemente 1 a 5% de humedad; el secado puede realizarse con secadores rotatorios, como por ejemplo secador rotatorio de cascada con calentamiento directo, secador directo con persianas periféricas para el aire caliente, secador por calentamiento indirecto, secador tipo anillo, como también secador solar o estufas de ventilación forzada;
- c) moler el bagazo de uva seco, con por ejemplo un molino de granos;
- d) tamizar con una malla entre 10 µm y 10.000 µm, de preferencia entre 20 µm y 1.000 µm y más preferentemente entre 50 µm y 300 µm.

Opcionalmente, el proceso para obtener el aditivo antienviejecimiento para bitumen de acuerdo de la presente invención comprende después de la etapa a) de recolectar el bagazo de uva:

- i. envasar al vacío y congelar el bagazo de uva entre -20 y -30 °C, de modo de minimizar la pérdida de la capacidad de captadores de radicales libres del material recolectado; y luego
- ii. descongelar el bagazo de uva con temperaturas inferiores a 95 °C, de preferencia inferior a 70 °C.

De acuerdo a otro aspecto de la presente invención, se provee un bitumen con propiedades de anti-envejecimiento que comprende:

- a) 80 a 98% en peso de bitumen con índice de penetración entre 20 y 200 mm/10; más preferentemente entre 30 y 200 mm/10; y
- 5 b) 2 a 20 % en peso del aditivo antienviejecimiento de la presente invención que consiste en bagazo de uva deshidratado y molido con un diámetro entre 10 μm y 10.000 μm , de preferencia entre 20 μm y 1.000 μm y más preferentemente entre 50 μm y 300 μm , que comprende entre:
 - i. 2 a 13 %peso de humedad;
 - 10 ii. 85 a 97 %peso de materia orgánica;
 - iii. 7 a 18 %peso de proteína;
 - iv. 3 a 14 %peso de grasa;
 - v. 10 a 35 %peso de fibra;
 - vi. 1,5 a 12 %peso de fenoles;
 - 15 vii. 2,5 a 20 %peso de taninos;
 - viii. 0,5 a 5 %peso de procianidinas; y
 - ix. 0,0 a 0,8 %peso de antocianas.

De preferencia, dicho bitumen con propiedades de anti-envejecimiento que comprende:

- 20 a) 80 a 90% en peso de dicho bitumen corriente; y
- b) 10 a 20% de dicho aditivo antienviejecimiento de la presente invención.

De mayor preferencia, dicho bitumen con propiedades de anti-envejecimiento que comprende:

- a) 80 a 85% en peso de dicho bitumen corriente; y

- b) 15 a 20% de dicho aditivo antienviejecimiento de la presente invención.

De acuerdo a otro aspecto de la presente invención, se provee un proceso de preparación de bitumen con propiedades de anti-envejecimiento que comprende:

- 5 a) calentar un bitumen con índice de penetración entre 20 y 200 mm/10; más preferentemente entre 30 y 200 mm/10 a una temperatura entre 100 y 180°C, preferentemente entre 125 y 150 °C, de modo de obtener en el bitumen una viscosidad de 300 a 400 cP que permita realizar una mezcla homogénea;
- 10 b) agregar aditivo antienviejecimiento de la presente invención que consiste en bagazo de uva deshidratado y molido con un diámetro entre 10 µm y 10.000 µm, de preferencia entre 20 µm y 1.000 µm y más preferentemente entre 50 µm y 300 µm en una concentración de 2 a 20% en peso; y
- c) mezclar dicho bitumen con dicho aditivo antienviejecimiento hasta obtener
- 15 un producto homogéneo, por un período de tiempo de entre 0,5 y 60 minutos, preferentemente entre 1 a 10 minutos.

De preferencia, dicho proceso de preparación de bitumen con propiedades de anti-envejecimiento comprende en la etapa b) agregar aditivo antienviejecimiento de

20 la presente invención en una concentración de 10 a 20 % en peso.

De mayor preferencia, dicho proceso de preparación de bitumen con propiedades de anti-envejecimiento comprende en la etapa b) agregar aditivo antienviejecimiento de la presente invención en una concentración de 15 a 20 % en peso.

El bitumen con propiedades anti-envejecimiento así obtenido queda listo para ser utilizado en por ejemplo la producción de todo tipo de asfalto mezclado en caliente, productos de mantenimiento de caminos, membranas impermeables para techumbres, etc.

5 De acuerdo a otro aspecto de la presente invención, se provee un asfalto con propiedades de anti-envejecimiento que comprende esencialmente:

- a) bitumen con índice de penetración entre 20 y 200 mm/10; más preferentemente entre 30 y 200 mm/10;
- b) agregados; y
- 10 c) aditivo antienvjecimiento de la presente invención que consiste en bagazo de uva deshidratado y molido a un tamaño de diámetro entre 10 μm y 10.000 μm , de preferencia entre 20 μm y 1.000 μm y más preferentemente entre 50 μm y 300 μm que comprende entre:
 - i. 2 a 13 %peso de humedad;
 - 15 ii. 85 a 97 %peso de materia orgánica;
 - iii. 7 a 18 %peso de proteína;
 - iv. 3 a 14 %peso de grasa;
 - v. 10 a 35 %peso de fibra;
 - vi. 1,5 a 12 %peso de fenoles;
 - 20 vii. 2,5 a 20 %peso de taninos;
 - viii. 0,5 a 5 %peso de procianidinas; y
 - ix. 0,0 a 0,8 %peso de antocianas.

De acuerdo a otro aspecto de la presente invención, se provee un proceso de preparación de asfalto con propiedades de anti-envejecimiento que comprende esencialmente:

- 5 a) introducir agregado seco y caliente en un molino de cerámica de tamaño industrial para producción de asfalto;
- b) agregar bitumen anti-envejecimiento de acuerdo a la presente invención que comprende:
 - x. 80 a 98% en peso de bitumen con índice de penetración entre 20 y 200 mm/10; más preferentemente entre 30 y 200 mm/10; y
 - 10 xi. 2 a 20 % en peso de aditivo anti-envejecimiento de la presente invención que consiste en bagazo de uva deshidratado y molido a un tamaño de diámetro entre 10 μm y 10.000 μm , de preferencia entre 20 μm y 1.000 μm y más preferentemente entre 50 μm y 300 μm ; y
- 15 c) mezclar en dicho molino para producción de asfalto.

De acuerdo a otro aspecto de la presente invención, se provee un proceso de preparación de asfalto con propiedades de anti-envejecimiento que comprende esencialmente:

- 20 a) introducir en un molino de cerámica de tamaño industrial para producción de asfalto agregado seco y caliente;
- b) agregar en dicho molino de cerámica bitumen con índice de penetración entre 20 y 200 mm/10; más preferentemente entre 30 y 200 mm/10;

- c) agregar en dicho molino de cerámica aditivo antienvjecimiento de la presente invención con un fluidizante oleoso, dicho aditivo antienvjecimiento consiste en bagazo de uva deshidratado y molido a un diámetro entre 10 μm y 10.000 μm , de preferencia entre 20 μm y 1.000 μm y más preferentemente entre 50 μm y 300 μm ; y
- d) mezclar el contenido de dicho molino de cerámica.

EJEMPLOS DE APLICACIÓN

Ejemplo 1: Preparación de aditivo de anti-envjecimiento para bitumen a partir de bagazo de uva Cabernet Sauvignon (CS).

Se obtuvieron varias muestras de 50 kg de material directamente desde la prensa y cubas de fermentación vitivinícolas donde fue procesada uva Cabernet Sauvignon. El material fue envasado al vacío, en bolsas plásticas con 10 kg cada una y fue congelado a una temperatura de -25°C , en el lugar de recolección.

El material congelado fue transportado a la planta de secado, donde se procedió a descongelarlo a una temperatura de 25°C por 24 horas hasta que fue posible desgranarlo y extenderlo en capas.

El material descongelado se extendió sobre bandejas con rejillas y se aplicó una ventilación homogénea a una temperatura de 40°C por 8 días. El secado fue comprobado midiendo la humedad por calentamiento a 100°C , obteniéndose un 4% de humedad.

El material seco obtenido fue sometido a molienda en un molino de granos. El material molido fue tamizado con una malla 100 μm .

Ejemplo 2: Preparación de aditivo de anti-envejecimiento para bitumen a partir de bagazo de uva Cabernet Sauvignon (CS) de acuerdo a otra modalidad de la presente invención.

Al igual que para el ejemplo 1, se obtuvieron varias muestras bagazo de uva
5 de 50 kg de material directamente desde la prensa y cubas de fermentación vitivinícolas donde fue procesada uva Cabernet Sauvignon.

El bagazo de uva fue sometido a secado mediante un secador tipo anillo hasta obtener un 4% de humedad.

El bagazo de uva seco fue entonces sometido a molienda en un molino de
10 granos. El material molido fue tamizado con una malla 100 μm .

Ejemplo 3: Evaluación de la capacidad de los captadores de radicales libres de los modificadores preparados en base a Cabernet Sauvignon.

Se midió la capacidad de los captadores de radicales libres y la estabilidad de dicha capacidad a través de distintas técnicas de laboratorio. A continuación en las
15 tablas 1 a 3, se describen los valores obtenidos para cada uno de los aditivos preparados en el Ejemplo 1.

Tabla 1: Capacidad de Captadores de Radicales Libres de Bagazo de Uva (ORAC: Oxygen Radical Absorbance Capacity) en micromoles trolox equivalente por gramos ($\mu\text{moles TE/gr}$)

Cepa de Origen	ORAC ($\mu\text{moles TE/gr}$)	
	Promedio	Desv. Est.
Cabernet Sauvignon, CS	578,01	24,88

5 Tabla 2: Datos de Procianidinas totales de Bagazo de Uva.

Cepa de Origen	Procianidinas totales (mg/g)
Cabernet Sauvignon, CS	11,5

Tabla 3: Estabilidad de la Capacidad Captadores de Radicales Libres ORAC ($\mu\text{moles TE/gr}$)

Cepa de Origen	tiempo 0	2 días	6 días	9 días	15 días	% disminución
Cabernet Sauvignon (CS)	446	440	455	480	442	-1%

- 10 En la tabla 1 se puede apreciar la capacidad captadora de radicales libres presente en la Cepa de Cabernet Sauvignon (CS) mediante su valor ORAC, la tabla 2 muestra la concentración de Procianidinas presente en la cepa Cabernet Sauvignon y la tabla

3 muestra la buena estabilidad de la actividad capacidad captadora de radicales libres de esta cepa Cabernet Sauvignon.

Ejemplo 4: Preparación de un bitumen modificado con el aditivo preparado de
5 acuerdo al ejemplo 1.

Se prepararon distintos bitúmenes con los aditivos descritos en el Ejemplo 1. Cada uno de los bitúmenes incluye un porcentaje distinto de contenido del aditivo anti-envejecimiento de la presente invención. El procedimiento de preparación que se describe a continuación solo varía en el porcentaje de aditivo en base bagazo de
10 uva de cepa Cabernet Sauvignon agregado al bitumen.

El bitumen se calentó a una temperatura de 85°C. Posteriormente se adicionó el aditivo en forma de polvo descrito en el Ejemplo 1 y se mezcló hasta obtener un producto homogéneo, por 1 hora. El aditivo agregado correspondió a cepa CS en distintas concentraciones, desde un 1% hasta un 20%, obteniéndose bitumen
15 modificado con aditivo a base de bagazo de uva de cepa CS (aditivo CS) con distintas concentraciones. Todas las muestras obtenidas fueron sometidas a pruebas de envejecimiento y resistencia que se detallan en los Ejemplos siguientes.

Ejemplo 5: Determinación de efecto Captadores de Radicales Libres del
20 Aditivo de la invención en un pavimento asfáltico por medio del procedimiento Horno Rotatorio de Película Delgada (Rolling-Thin-Film Oven Test, RTFOT)

Las muestras asfálticas fueron sometidas a un proceso de envejecimiento. Para comparar el efecto anti-envejecimiento del aditivo de la presente invención, se emplea una muestra sin aditivo como muestra de control. Se ensayaron distintos

estados de envejecimiento: Sin envejecer y envejecimiento de corto plazo de laboratorio según procedimiento RTFOT (ASTM D 2872, 2004).

En el aditivo CS, la adición de un 20% de aditivo disminuye el incremento de viscosidad post envejecimiento RTFOT en un 33%. El envejecimiento RTFOT, representa el envejecimiento que experimenta el bitumen durante el proceso de mezcla asfáltica y compactación del pavimento, es decir, corresponde al punto 0 en el ciclo de vida del pavimento. En la Tabla 4, se muestran los resultados específicos obtenidos en la medición de la viscosidad en estado original y post envejecimiento RTFOT, de la muestra de control (0% aditivo CS) y muestras modificadas con distintos porcentajes de aditivo CS. Se muestra además el porcentaje de reducción en el incremento de viscosidad post envejecimiento RTFOT, de las muestras modificadas versus la muestra de control.

Tabla 4: Reducción en el factor de incremento de la viscosidad post envejecimiento RTFOT.

Concentración % peso	viscosidad (cP) 60 grados C			
Aditivo a base de Cabernet Sauvignon	pavimento sin envejecimiento	RTFOT	% de Aumento de viscosidad	Diferencia relativa con pavimento sin envejecimiento
0%	319,128	804,210	252%	
1%	347,922	875,578	252%	0%
2%	339,225	824,135	243%	4%

4%	317,981	747,353	235%	7%
6%	339,650	768,076	226%	10%
8%	318,762	732,377	230%	9%
12%	326,893	719,693	220%	13%
16%	308,841	669,663	217%	14%
20%	315,443	637,683	202%	20%

En la figura 1, se muestra el efecto en la reducción del incremento de la viscosidad post envejecimiento RTFOT, para el aditivo CS.

- 5 Ejemplo 6: Determinación de efecto de captador de radicales libre del aditivo de la presente invención en un pavimento asfáltico por medio del procedimiento Horno Rotatorio de Película Delgada (Rolling-Thin-Film Oven Test, RTFOT).

Respecto de la efectividad química de la reacción de captador de radicales libre, se realizó sobre las muestras de asfalto preparado de acuerdo al Ejemplo 4
10 ensayos de espectroscopía infrarroja (FTIR), que permite estimar tendencias respecto del incremento de compuestos oxidados C=O y eventualmente S=O presentes en el bitumen, lo que se puede comparar en los distintos estados de envejecimiento.

15

Como puede apreciarse en las figuras 2a y 2b, se realizaron espectros infrarrojos para verificar efectos de la adición del aditivo en la reducción de la generación de compuestos oxidados. En la figura 2a se muestra el espectro

infrarrojo para el pavimento asfáltico sin aditivo y con 4% de aditivo CS sin envejecimiento y en la figura 2b se muestra el espectro infrarrojo para el pavimento asfáltico sin aditivo y con 4% de aditivo CS post envejecimiento post RTFOT.

Se observa que en ambas muestras existe un incremento de los dobles y triples enlaces de carbono, versus una disminución en los compuestos alifáticos, sin embargo, este incremento de especies oxidadas es menor en la muestra de pavimento asfáltico tratada con aditivo CS con captadores de radicales libre.

Ejemplo 7: Influencia del aditivo sobre las propiedades mecánicas del bitumen a baja temperatura

Se realizaron experimentos exploratorios para verificar el comportamiento mecánico del bitumen anti-envejecimiento a baja temperatura. Se determinó el punto de fragilidad del bitumen mediante el ensayo de Punto de Fragilidad (FRAASS), según Procedimiento 8.302.17, descrito en el Volumen N°8 del Manual de Carreteras del Ministerio de Obras Públicas de Chile (2003), a muestras en estado original y post envejecimiento RTFOT, para la muestra de control y muestras de bitumen modificados con 4%, 8%, 12% y 20% de aditivo CS, cuyos resultados se muestran en la Figura 3. Este ensayo nos indica la temperatura en que el bitumen evidencia un comportamiento frágil, esta temperatura es muy baja en estado original, sin embargo, a medida que el bitumen envejece comienza a elevarse tornándolo frágil en un mayor rango de temperatura. En el Figura 3, se observa que si bien la aplicación del aditivo CS empeora, es decir aumenta, la temperatura de fragilidad en estado original, para el envejecimiento post RTFOT, se logra mantener temperaturas de fragilidad más bajas que en la muestra de control sin aditivo CS, lo cual implica

que en el punto de partida de servicio del pavimento asfáltico, el bitumen modificado con aditivo de la presente invención estará menos envejecido producto de los procesos de mezcla y compactación del asfalto, iniciando su ciclo de servicio con un menor potencial de agrietamiento.

REIVINDICACIONES

1. Aditivo de anti-envejecimiento para bitumen, CARACTERIZADO porque consiste en bagazo de uva deshidratado y molido con un diámetro entre 10 μm y 10.000 μm , con captadores de radicales libre que comprende esencialmente:
 - a. 1,5 a 12 %peso de fenoles;
 - b. 2,5 a 20 %peso de taninos;
 - c. 0,5 a 5 %peso de procianidinas; y
 - d. 0,0 a 0,8 %peso de antocianas.
2. Aditivo de acuerdo a la reivindicación 1, CARACTERIZADO porque dicho diámetro está de preferencia entre 20 μm y 1.000 μm y más preferentemente entre 50 μm y 300 μm .
3. Método de preparación del aditivo de anti-envejecimiento para bitumen, CARACTERIZADO porque comprende los pasos de:
 - a. recolectar bagazo de uva desde una planta de procesamiento de uva;
 - b. secar el bagazo de uva con un rango de temperaturas entre 30 y 95°C hasta un rango de 0 a 12% de humedad;
 - c. moler el bagazo de uva seco con un molino de granos;
 - d. tamizar con una malla entre 10 μm y 10.000 μm .
4. Método de acuerdo a la reivindicación 3, CARACTERIZADO porque dicho bagazo de uva proviene de la industria vitivinícola del vino tinto.
5. Método de acuerdo a la reivindicación 3, CARACTERIZADO porque el secado se realiza con un secador rotatorio de cascada con calentamiento directo, un secador directo con persianas periféricas para aire caliente, un secador por

calentamiento indirecto, un secador tipo anillo, un secador solar o con estufas de ventilación forzada.

6. Método de la reivindicación 3, CARACTERIZADO porque después de la etapa a) comprende adicionalmente las etapas

5 i. envasar al vacío y congelar el bagazo de uva entre -20 y -30 °C, de modo de minimizar la pérdida de la capacidad de captadores de radicales libres del material recolectado; y luego

 ii. descongelar el bagazo de uva con temperaturas inferiores a 95 °C, de preferencia inferior a 70 °C.

10 7. Método de la reivindicación 3, CARACTERIZADO porque en la etapa b) dicho rango de temperaturas es preferentemente de 30 a 70 °C y más preferentemente de 30 a 45 °C y con una humedad está en el rango de 1 a 5%.

8. Método de la reivindicación 3, CARACTERIZADO porque en la etapa d) dicha malla está preferentemente entre 20 µm y 1.000 µm y más preferentemente entre 50
15 µm y 300 µm.

9. Bitumen con propiedades de anti-envejecimiento, CARACTERIZADO porque comprende esencialmente:

 a. 80 a 98% en peso de bitumen que tiene un índice de penetración entre 20 y 200 mm/10; y

20 b. 2 a 20 % en peso del aditivo anti-envejecimiento de acuerdo a la reivindicación 1 ó 2.

10. Bitumen de acuerdo a la reivindicación 9, CARACTERIZADO porque preferentemente dicho bitumen tiene un índice de penetración entre 30 y 200 mm/10.

11. Bitumen de acuerdo a la reivindicación 9, CARACTERIZADO porque comprende:

- a. 80 a 90% en peso de dicho bitumen corriente; y
- b. 10 a 20% de aditivo anti-envejecimiento de acuerdo a la reivindicación

5 1 ó 2.

12. Bitumen de acuerdo a la reivindicación 11, CARACTERIZADO porque comprende:

- a. 80 a 85% en peso de dicho bitumen corriente; y
- b. 15 a 20% de aditivo anti-envejecimiento de acuerdo a la reivindicación

10 1 ó 2.

13. Proceso de preparación de bitumen con propiedades de anti-envejecimiento, CARACTERIZADO porque comprende las etapas de:

a. calentar bitumen a una temperatura entre 100 y 180°C, de modo de obtener en el bitumen una viscosidad de 300 a 400 cP que permita realizar una
15 mezcla homogénea;

b. agregar aditivo anti-envejecimiento de acuerdo a la reivindicación 1 ó 2 en una concentración de 2 a 20% en peso; y

c. mezclar dicho bitumen con dicho bagazo deshidratado y molido hasta obtener un producto homogéneo, por un período de tiempo de entre 0,5 y 60
20 minutos, preferentemente entre 1 a 10 minutos.

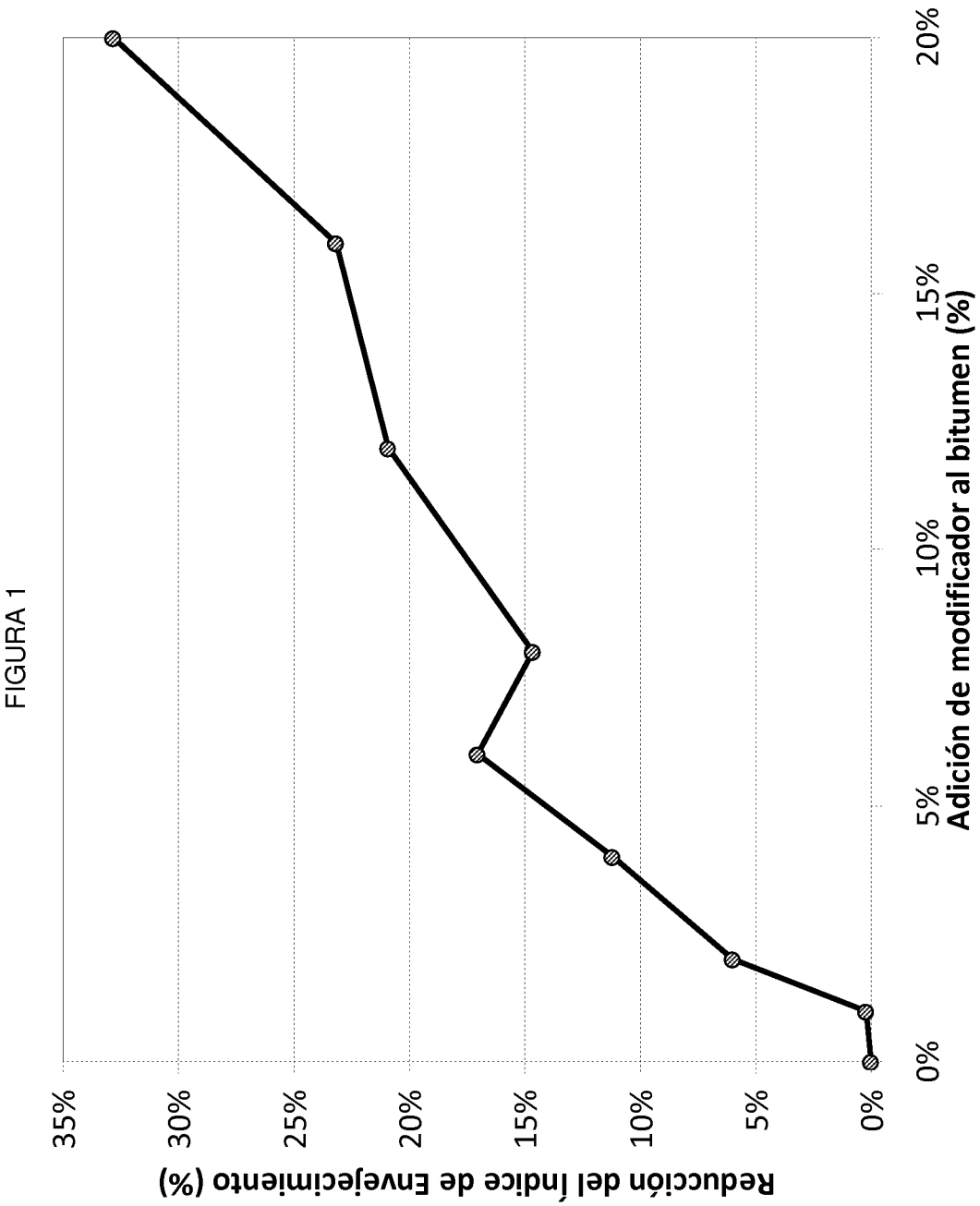
14. Proceso de preparación de bitumen de acuerdo a la reivindicación 13, CARACTERIZADO porque en la etapa b) se agrega dicho aditivo anti-envejecimiento de acuerdo a la reivindicación 1 ó 2 en una concentración de 10 a 20 % en peso.

15. Proceso de preparación de bitumen de acuerdo a la reivindicación 14, CARACTERIZADO porque en la etapa b) se agrega dicho aditivo anti-envejecimiento de acuerdo a la reivindicación 1 ó 2 en una concentración de 15 a 20% en peso.
16. Proceso de preparación de bitumen de acuerdo a la reivindicación 13, 5 CARACTERIZADO porque en la etapa a) dicha temperatura está entre 125 y 150 °C.
17. Asfalto con propiedades de anti-envejecimiento, CARACTERIZADO porque comprende esencialmente:
- a. bitumen anti-envejecimiento de acuerdo a una de las reivindicaciones 9 a 12; y
 - 10 b. agregados.
18. Proceso de preparación de asfalto con propiedades de anti-envejecimiento CARACTERIZADOR porque comprende esencialmente:
- a. introducir en un molino de cerámica de tamaño industrial para producción de asfalto agregado seco y caliente;
 - 15 b. agregar bitumen anti-envejecimiento de acuerdo a una de las reivindicaciones 9 a 12; y
 - c. mezclar en dicho molino para producción de asfalto.
19. Proceso de preparación de asfalto con propiedades de anti-envejecimiento CARACTERIZADOR porque comprende esencialmente:
- 20 a. introducir en un molino de cerámica de tamaño industrial para producción de asfalto agregado seco y caliente;
 - b. agregar en dicho molino de cerámica bitumen con índice de penetración entre 20 y 200 mm/10;

c. agregar aditivo anti-envejecimiento de acuerdo a la reivindicación 1 ó 2 con un fluidizante oleoso en dicho molino de cerámica; y

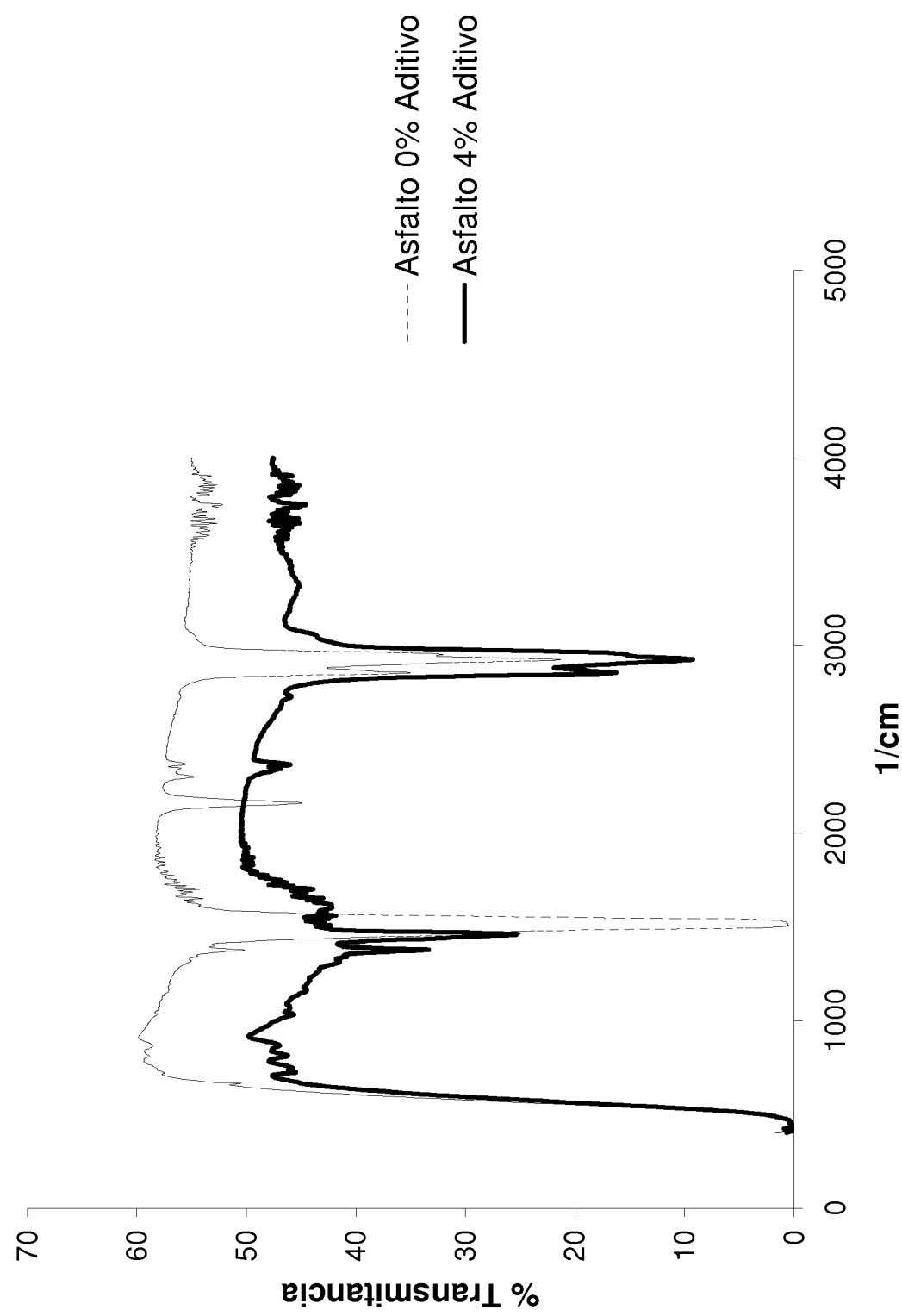
d. mezclar el contenido de dicho molino de cerámica.

20. Proceso de preparación de asfalto de acuerdo a la reivindicación 19,
5 CARACTERIZADO porque en la etapa b) dicho índice de penetración está preferentemente entre 30 y 200mm/10.



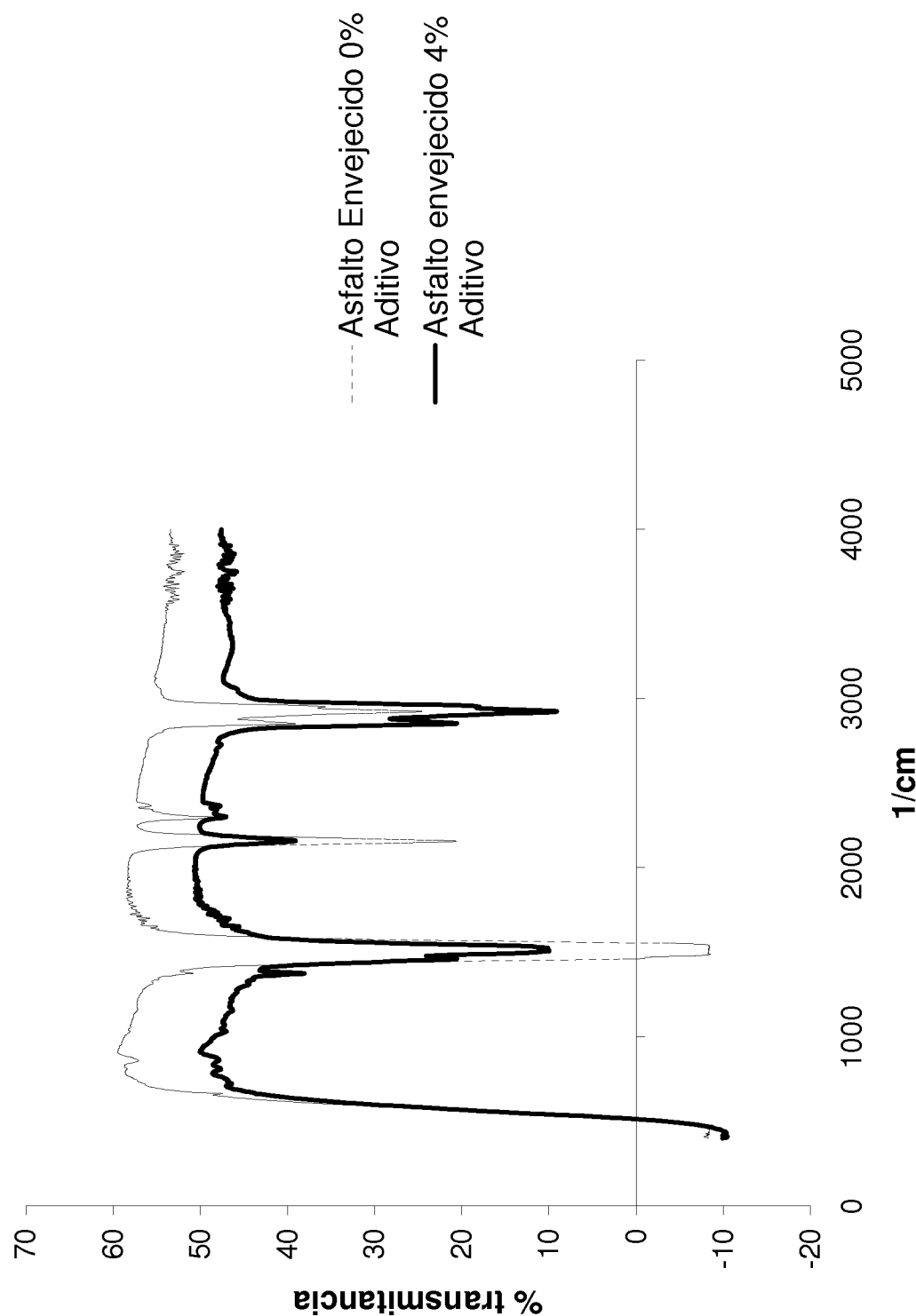
2/4

FIGURA 2a



3/4

FIGURA 2b



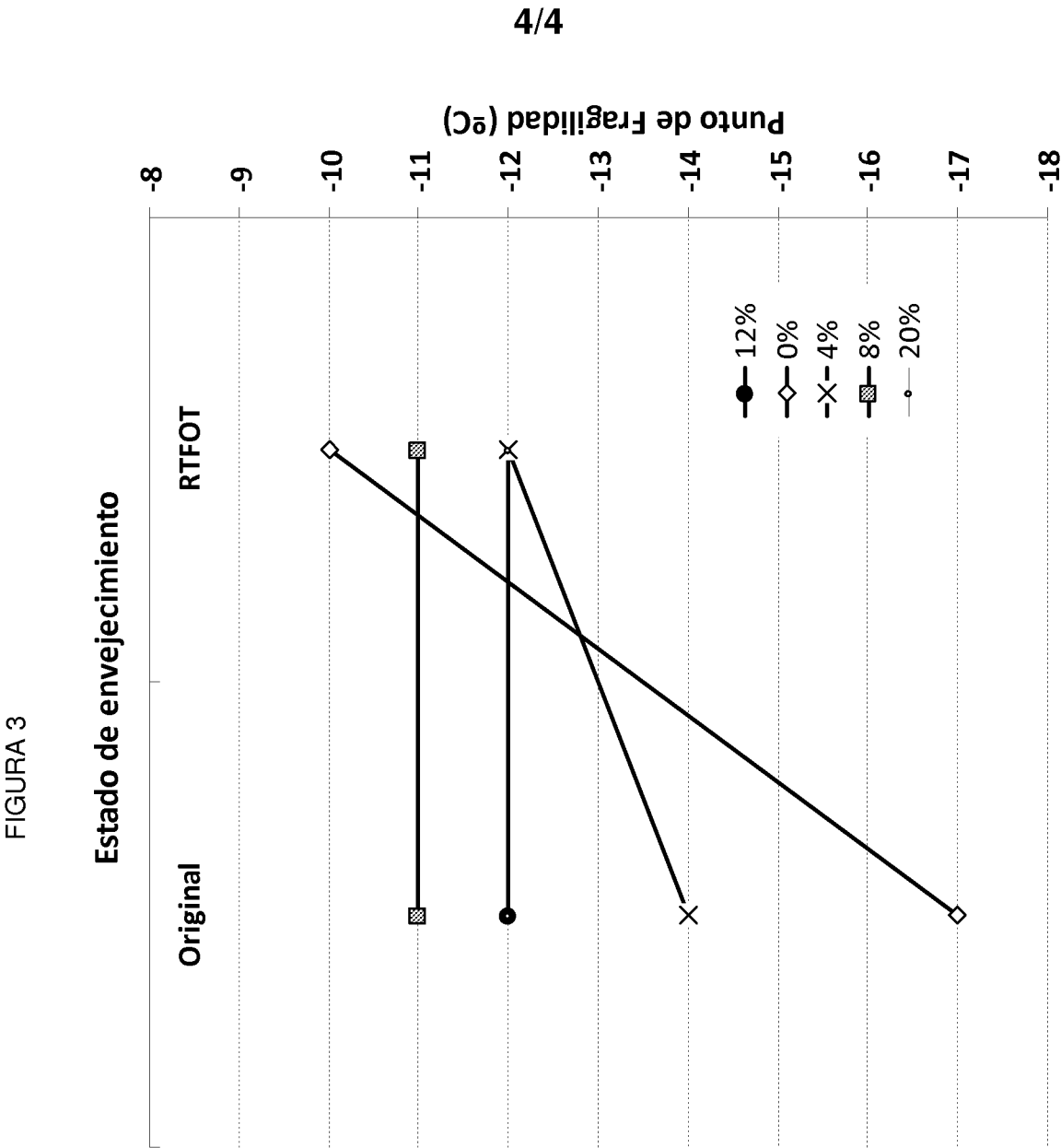


FIGURA 3