

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 80 12444

(54)

Composition liante asphaltique et procédé pour réparer les chaussées d'asphalte.

(51)

Classification internationale (Int. Cl.³). E 01 C 23/06; C 08 L 95/00; E 01 C 23/09.

(22)

Date de dépôt..... 4 juin 1980.

(33) (32) (31)

Priorité revendiquée : *EUA*, 4 juin 1979, n° 045.480.

(41)

Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 1 du 2-1-1981.

(71)

Déposant : Société dite : MOBIL OIL CORPORATION, résidant aux EUA.

(72)

Invention de : Tsoung-Yuan Yan et Costandi Amin Audeh.

(73)

Titulaire : *Idem* (71)

(74)

Mandataire : Cabinet Beau de Loménie,
55, rue d'Amsterdam, 75008 Paris.

La présente invention concerne une composition liante asphaltique et un procédé pour réparer les chaussées d'asphalte.

Les chaussées d'asphalte sont soumises à des contraintes de plus en plus sévères. La déformation répétée de la chaussée
5 provoque sa rupture élastique et sa rupture par fatigue qui se manifestent sous forme de réseaux de fissures superficielles et de fractures. Les procédés classiques de réparation consistent à appliquer des couches de recouvrement d'asphalte ou à remplacer la surface de la chaussée.

10 On a mis au point diverses compositions d'asphalte pour pavage pour améliorer les propriétés physiques et mécaniques des chaussées soumises à une circulation importante. On peut en citer comme exemples les compositions décrites dans les brevets des Etats-Unis d'Amérique n° 2 871 212, n° 3 338 849, n° 3 374 104, n° 3 821 144,
15 n° 3 879 323, n° 4 105 612 et similaires.

Egalement pour des raisons d'économie et de commodité, les procédés et les matériaux pour la réparation et la réfection de la surface des chaussées d'asphalte rompues prennent une importance croissante. Un objectif important a été la mise au point de matériaux
20 pour la réparation des chaussées d'asphalte présentant une flexibilité accrue et une meilleure résistance à la rupture par fatigue. Les efforts visant à obtenir des matériaux asphaltiques de liaison ayant les propriétés élastomères désirées pour la réparation des chaussées d'asphalte sont illustrés par les brevets des Etats-Unis d'Amérique
25 n° 2 310 972, n° 3 578 001, n° 2 700 655, n° 3 049 836, n° 3 253 521, n° 3 270 631 et n° 3 340 780.

Le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3 891 585 décrit un matériau élastomère pour la réparation des chaussées constitué essentiellement d'un mélange gélifié d'asphalte pour pavage et
30 d'un caoutchouc soluble dans l'asphalte et ne résistant pas à l'huile.

Le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3 919 149 décrit un matériau élastomère pour la réparation des chaussées qui est le produit de la réaction d'un asphalte pour pavage, d'un caoutchouc soluble dans l'asphalte et d'un solvant de faible viscosité de l'as-
35 phalte.

Le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 4 021 393 décrit un matériau élastomère pour la réparation des chaussées qui est le produit de la réaction d'un asphalte pour pavage, d'un caoutchouc ne résistant pas à l'huile et de malthènes de pétrole.

5 On recherche toujours un ciment asphaltique convenant à la réparation des chaussées d'asphalte qui soit économique et pratique à mettre en oeuvre dans les conditions de réparation des chaussées et qui présente une combinaison améliorée d'élasticité et de résistance à l'usure.

10 L'invention a pour objet :
une composition liante asphaltique améliorée convenant à la réparation et à la réfection des surfaces des chaussées d'asphalte endommagées ;

une nouvelle composition asphaltique composée d'un
15 résidu de raffinerie de pétrole de faible valeur et d'une matière polymère de rebut ; et

un procédé pour la réparation et la réfection des surfaces des chaussées endommagées, selon lequel l'asphalte vieilli de la surface de la chaussée se dissout et s'incorpore dans une composition
20 liante liquide que l'on applique à la surface de la chaussée comme matériau de réparation.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention ressortiront de la description détaillée qui suit.

Le procédé de l'invention pour la réparation et la
25 réfection des chaussées d'asphalte endommagées consiste à appliquer à la surface d'une chaussée endommagée une composition liante asphaltique fluide en une quantité suffisante pour qu'elle pénètre dans les espaces vides et les remplisse, cette composition liante asphaltique étant constituée d'un mélange homogène de (1) un composant solvant
30 fortement aromatique ayant une gamme d'ébullition supérieure à environ 343°C et ayant une distribution de la teneur en hydrogène telle que la teneur en protons H_{Ar} soit comprise entre environ 30 et 50%, la teneur en protons H_{α} soit d'au moins 30% et le rapport des protons H_{α}/H_{β} soit supérieur à environ 1,4 et (2) entre environ 1 et 20% en
35 poids d'un composant polymère qui est fortement solvato par le composant solvant et qui confère une élasticité et une résistance à l'usure améliorées à la composition liante.

On applique la composition liante asphaltique, que l'on utilise dans le procédé, à la surface de la chaussée d'asphalte endommagée sous une forme suffisamment liquide pour qu'elle pénètre dans les interstices de la chaussée endommagée et les remplisse. Généralement pour faciliter cette pénétration, on chauffe la composition liante à une température voisine ou supérieure à son point de ramollissement.

Lorsqu'on a appliqué la composition liante et qu'elle a pris une forme ferme, la chaussée réparée présente une excellente résistance à la rupture par fatigue. La composition liante conserve de bonnes propriétés d'élasticité, de cohésion et d'adhésivité lorsqu'on la soumet à des contraintes importantes, même lorsqu'on l'applique à des surfaces orthotropes telles que des chaussées de ponts.

Comme décrit plus en détail ci-après, une caractéristique remarquable du procédé et de la composition liante asphaltique de l'invention est le pouvoir solvatant exceptionnel du composé solvant hydrocarboné fortement aromatique de la composition liante vis-à-vis de l'asphalte et des matières polymères. Lorsqu'on applique la composition liante à l'état liquide à la surface d'une chaussée, le solvant hydrocarboné fortement aromatique extrait en solution l'asphalte vieilli pour pavage de la chaussée. Le milieu asphaltique plastique obtenu fait prise sous forme d'une masse à structure relativement unitaire. Les fissures et les vides de la chaussée sont "cicatrisés" plutôt que simplement remplis.

25 Composant solvant hydrocarboné fortement aromatique.

Les solvants hydrocarbonés que l'on préfère pour la préparation de la composition liante asphaltique de l'invention sont des mélanges aromatiques fortement polycycliques stables à chaud ayant une gamme d'ébullition supérieure à 343°C qui proviennent d'une ou plusieurs opérations de raffinage du pétrole. On peut citer comme exemples caractéristiques de solvants hydrocarbonés fortement aromatiques, le résidu de colonne principale de craquage catalytique fluide (FCC), le résidu de tour de synthèse de craquage catalytique Thermoform (TCC), un goudron déasphalté par un alcane, un gasoil d'unité de cokéfaction, une huile lourde de recyclage, une huile trouble clarifiée de colonne principale de craquage catalytique fluide (FCC), leurs mélanges et similaires.

Un solvant hydrocarboné fortement aromatique tel qu'un résidu de colonne principale de FCC ou un résidu de tour de synthèse de TCC contient une proportion importante d'hydrocarbures aromatiques polycycliques tels que le naphthalène, le diméthyl-naphtalène, l'anthracène, le phénanthrène, le fluorène, le chrysène, le pyrène, le pérylène, le diphényle, le benzothiophène et similaires. Ces composés réfractaires de pétrole résistent à la conversion en molécules plus petites selon les procédés classiques non hydrogénants. De façon typique, ces résidus et fractions de recyclage de raffinerie du pétrole sont des mélanges hydrocarbonés ayant un rapport moyen du carbone à l'hydrogène supérieur à environ 1/1 et un point d'ébullition supérieur à environ 232°C. Pour l'utilisation dans l'invention, on élimine par distillation les constituants hydrocarbonés des résidus, fractions de recyclage et similaires de raffinerie de pétrole qui bouillent en dessous d'environ 343°C pour obtenir un mélange d'hydrocarbures fortement aromatiques donnant à la composition liante asphaltique de l'invention la combinaison désirée de propriétés de viscosité et de pouvoir de solvatation.

Le résidu de colonne principale de FCC et le résidu de tour de synthèse de TCC sont des résidus de raffinerie de pétrole provenant des opérations de craquage catalytique du gasoil.

Dans une opération de FCC, on introduit un gasoil préchauffé par la canalisation d'entrée d'un réacteur pour qu'il se charge d'un catalyseur finement divisé (par exemple 150 μ m) régénéré, provenant de l'injecteur d'un régénérateur de catalyseur et l'entraîne dans le réacteur. La chaleur sensible de la charge de gasoil et la chaleur sensible du catalyseur chaud que l'on a régénéré à des températures atteignant 649°C, apportent suffisamment de chaleur pour maintenir la réaction de craquage catalytique à la température désirée. On ajuste l'écoulement ascendant des hydrocarbures dans le réacteur de FCC de façon à maintenir un lit fluidisé du catalyseur finement divisé et favoriser ainsi le contact entre le catalyseur et la charge. Dans une opération typique, on transforme un gasoil lourd de Californie (343-538°C) sur un catalyseur en zéolite (par exemple comme décrit dans le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3 140 249) selon une opération de FCC entre 510 et 524°C avec une vitesse spatiale pondérale horaire de 11 et un rapport du catalyseur à l'huile de 8. On conduit

ensuite les produits réactionnels dans une colonne de distillation, dans le fond de laquelle on les refroidit à environ 316°C pour condenser les hydrocarbures les plus lourds. Pour effectuer le refroidissement, on fait circuler le condensat lourd à travers un réfrigérant et on le renvoie dans le fond de la colonne. Le condensat circulant élimine les fines de catalyseur des produits réactionnels en écoulement ascendant. On conduit la suspension de catalyseur ainsi produite dans un décanteur pour concentrer le catalyseur et on sépare le catalyseur concentré que l'on renvoie dans le réacteur. L'huile séparée du résidu concentré est appelée résidu de colonne principale de FCC, résidu de FCC ou huile trouble clarifiée et peut être soumise à un traitement complémentaire selon la pratique de l'invention.

Dans une opération de TCC, des pastilles de catalyseur de 1,6 mm de diamètre s'élèvent dans un réacteur sous forme d'un lit compact. Dans les unités de TCC les plus modernes, l'écoulement de la charge de gasoil se fait dans le sens de l'avancement du catalyseur dans le réacteur. Comme dans le FCC, la chaleur de la réaction endothermique est apportée par la chaleur sensible de la charge de gasoil et du catalyseur. On introduit comme charge une coupe large de gasoil (204-538°C) provenant de bruts canadiens mélangés et on utilise un catalyseur (par exemple comme décrit dans le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3 140 249) entre 468 et 496°C avec une vitesse spatiale liquide horaire de 2 et un rapport du catalyseur à l'huile de 5, puis on fractionne l'effluent du réacteur pour obtenir un résidu de TCC (c'est-à-dire un résidu de tour de synthèse) ayant une gamme d'ébullition supérieure à 343°C qui convient comme composant solvant hydrocarboné fortement aromatique de la composition liante asphaltique de l'invention.

Les propriétés nominales des divers produits fortement aromatiques de raffinage du pétrole avant l'élimination des constituants hydrocarbonés bouillant en dessous d'environ 343°C sont les suivants :

<u>Résidu de tour de sytnhèse</u>	
soufre	1,13%
azote	450 ppm
point d'écoulement	10°C
point d'ébullition (5%)	338°C
point d'ébullition (95%)	485°C
carbone Conradson	9,96

Huile trouble clarifiée de FCC

	soufre	1,04%
	azote	440 ppm
	point d'écoulement	10°C
5	point d'ébullition (5%)	332°C
	point d'ébullition (95%)	496°C
	carbone Conradson	10,15

Huile lourde de recyclage

	soufre	1,12%
10	azote	420 ppm
	point initial d'ébullition	189°C
	point d'ébullition (95%)	400°C
	carbone Conradson	10,15

Un résidu de colonne principale de FCC typique (ou une
 15 huile trouble clarifiée de FCC) contient un mélange de constituants
 chimiques correspondant à l'analyse de spectrométrie de masse suivante :

	<u>composés</u>	<u>aromatiques</u>	<u>naphéniques/aromatiques</u>
	alkylbenzènes	0,4	
	naphène-benzènes		1,0
20	dinaphène-benzènes		3,7
	naphalènes	0,1	
	acénaphènes, (biphényles)		7,4
	fluorènes		10,1
	phénanthrènes	13,1	
25	naphène-phénanthrènes		11,0
	pyrènes, fluoranthènes	20,5	
	chrysènes	10,4	
	benzofluoranthènes	6,9	
	pérylènes	5,2	
30	benzothiophènes	2,4	
	dibenzothiophènes	5,4	
	naphetobenzothiophènes		<u>2,4</u>
	total	64,4	35,6

Avant l'élimination des fractions légères bouillant
 35 en dessous d'environ 343°C, un résidu de colonne de FCC typique a
 l'analyse nominale et les propriétés suivantes :

Analyse élémentaire, % en poids :

	C	89,93
	H	7,35
	O	0,99
5	N	0,44
	S	<u>1,09</u>
	total	99,80

Point d'écoulement : 10°CTaux de compression critique, % : 9,9610 Distillation :

point initial de distillation, °C : 254

5%, °C : 338

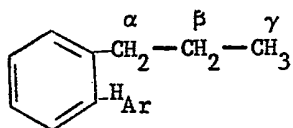
95%, °C : 485

- On obtient le résidu de colonne principale de FCC
 15 (comme précédemment indiqué) par craquage catalytique de gasoil en présence d'un catalyseur poreux solide. On trouvera une description plus complète de la production de cette fraction de pétrole dans le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3 725 240.

- On peut exprimer le pouvoir de solvatation des matières
 20 asphaltiques et des matières polymères d'un solvant hydrocarboné fortement aromatique par la distribution particulière de sa teneur en hydrogène déterminée par la résonance magnétique nucléaire protonique. La caractérisation des huiles hydrocarbonées lourdes par résonance magnétique nucléaire est bien au point. On divise les spectres (60 μ c/s)
 25 en quatre liaisons (H_{α} , H_{β} , H_{γ} et H_{Ar}) selon les fréquences suivantes en hertz (Hz) et les déplacements chimiques (δ) :

	H_{α}	H_{β}	H_{γ}	H_{Ar}
Hz	0-60	60-100	120-200	360-560
δ	0-1,0	1,0-1,8	2,0-3,3	6,0-9,2

- 30 Les protons H_{Ar} sont fixés aux cycles aromatiques et mesurent l'aromaticité d'un solvant. Les protons H_{α} sont fixés à des atomes de carbone non aromatiques unis directement à une structure cyclique aromatique, par exemple des radicaux alkyles et des structures cycliques naphténiques. Les protons H_{β} sont fixés à des atomes
 35 de carbone qui sont distants de deux positions d'un cycle aromatique et les protons H_{γ} sont ceux qui sont distants de trois positions d'un cycle aromatique :



Les protons H_{Ar} sont importants en raison de leur pouvoir solvatant puissant. Une teneur élevée en protons H_{α} est particulièrement importante dans un solvant hydrocarboné de l'invention car les protons H_{α} sont labiles et sont des donneurs potentiels d'hydrogène dans un processus de solvatation. Les protons H_{β} et H_{γ} sont de nature paraffinique et ne contribuent pratiquement pas au pouvoir de solvatation des matières asphaltiques et polymères d'un solvant hydrocarboné.

On préfère particulièrement que le composant solvant hydrocarboné fortement aromatique de la composition asphaltique de l'invention ait une distribution de la teneur en hydrogène telle que la teneur en protons H_{Ar} soit comprise entre environ 30 et 50%, la teneur en protons H_{α} soit d'au moins environ 30% et le rapport des protons H_{α}/H_{β} soit supérieur à environ 1,4. Simultanément, il est souhaitable que la teneur en protons H_{β} soit inférieure à 20% et la teneur en protons H_{γ} soit inférieure à 13%. On préfère que le composant solvant hydrocarboné fortement aromatique de la composition asphaltique soit un résidu solvant fortement aromatique de raffinerie de pétrole ayant la distribution précitée de la teneur en hydrogène et en particulier qu'il soit un résidu solvant très aromatique de raffinerie de pétrole choisi parmi le résidu de colonne principale de FCC et le résidu de tour de synthèse de TCC.

La distribution des protons dans divers exemples de sous-produits hydrocarbonés fortement aromatiques figurent ci-dessous.

Exemple	H_{α}	H_{β}	H_{γ}	H_{Ar}	H_{α}/H_{β}
<u>Résidu de colonne principale de FCC</u>					
30 n° 1	36,0	19,3	12,7	32,0	1,87
n° 2	36,4	13,6	5,2	44,8	2,68
n° 3	18,5	50,0	14,3	17,1	0,37
n° 4	18,1	48,8	18,9	14,2	0,37

Exemple	H_{α}	H_{β}	H_{γ}	H_{Ar}	H_{α}/H_{β}
<u>Résidu de tour de synthèse de TCC</u>					
5 n° 1	29,8	20,9	7,9	41,4	1,42
5 n° 2	16,3	48,1	20,0	15,6	0,35
<u>Huile trouble cla- rifiée</u>	19,4	48,5	16,5	15,5	0,40
<u>Résidu Agha Jari (454+°C)</u>	12,0	60,0	24,0	5,0	0,20
10 <u>Huile de recyclage de procédé SRC</u>	27,1	14,7	6,9	46,3	1,84
<u>Goudron de houille</u>	5,0	-	-	91,0	-

Les valeurs ci-dessus montrent que des hydrocarbures obtenus selon le même procédé général peuvent ou non avoir la distribution désirée des protons précédemment décrite. Par exemple, les résidus de colonne prin-
 15 cipale de FCC n° 1 et n° 2 ont la distribution désirée des protons tandis que les résidus de colonne principale de FCC n° 3 et n° 4 ne l'ont pas.

De plus, il n'est pas nécessaire que le composant solvant hydrocarboné fortement aromatique de la nouvelle composition
 20 asphaltique de l'invention dérive uniquement du pétrole. Dans le tableau ci-dessus, on notera que le solvant de recyclage de procédé SRC ressemble beaucoup aux résidus de colonne principale de FCC n° 1 et n° 2 en particulier en ce qui concerne le rapport H_{α}/H_{β} . Le ta-
 25 bleau suivant, qui provient d'un article intitulé "Recycle Solvent Techniques for the SRC Process" de R. P. Arderson, publié dans Coal Processing Technology, Volume 2, Am. Inst. of Chem. Engr., pages 130-132 (1975) montre que certains solvants de recyclage du procédé SRC conviennent comme composants solvants hydrocarbonés fortement aro-
 30 matiques des compositions asphaltiques de l'invention. Le tableau montre les modifications de la distribution de la teneur en hydrogène qui se produisent lors des passes multiples du solvant de recyclage dans le stade d'extraction de la houille d'un procédé SRC. Le solvant initial utilisé est du Gulf Carbon Black Feedstock FS 120. A titre comparatif, la distribution de la teneur en hydrogène de diverses
 35 huiles anthracéniques est également indiquée.

		$\frac{H_{\alpha}}{\gamma}$	$\frac{H_{\beta}}{\gamma}$	$\frac{H_{\gamma}}{\gamma}$	$\frac{H_{Ar}}{\gamma}$	$\frac{H_{\alpha}/H_{\beta}}{\gamma}$
	Gulf FS 120	29,7	31,4	9,2	29,7	0,94
	Passe 1	30,8	30,2	8,2	30,8	1,02
	2	31,3	28,4	7,1	33,2	1,10
5	3	29,9	26,7	7,4	36,0	1,12
	4	30,3	24,7	6,9	38,1	1,23
	5	30,1	23,9	6,2	39,8	1,26
	6	28,8	22,3	7,0	41,9	1,29
	7	28,7	21,2	6,3	43,8	1,35
10	8	29,4	20,1	5,8	44,7	1,46
	9	29,7	19,3	4,9	46,1	1,54
	10	30,0	18,8	4,7	46,5	1,60
	11	29,8	18,8	4,9	46,5	1,58

15 Huile anthracénique brute 18,9 3,4 0,6 77,1 5,6

Huile anthracénique partiellement hydrogénée 20,5 8,6 1,6 69,3 2,4

20 Huile anthracénique de recyclage 23,3 15,2 4,7 56,7 1,53

Bien que cela ne soit pas préférable, on peut utiliser, comme composant solvant hydrocarboné fortement aromatique de la composition asphaltique de l'invention, un des solvants de recyclage tels que ceux des passes 9 à 11 du tableau précédent.

25 Composant polymère.

La composition liante asphaltique contient un polymère pour améliorer sa ductilité et ses propriétés de résistance à la rupture par fatigue. On incorpore le composant polymère à la composition liante en une quantité comprise entre environ 1 et 20% en poids par rapport au poids combiné total et de préférence en une quantité comprise entre environ 5 et 20% en poids.

Pour obtenir l'effet optimal, il est essentiel que le composant polymère ait des propriétés de solubilité telles que pratiquement il ne résiste pas à l'huile et il soit soluble dans l'asphalte.

35 Le composant polymère doit avoir un poids moléculaire moyen compris entre environ 5 000 et 10 000 000. Par exemple un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle ayant un indice de fluidité compris entre environ 20 et 50 possède des propriétés physiques et mécaniques qui le

rendent particulièrement utile comme composant polymère de la composition liante de l'invention.

On entend par composant polymère soluble dans l'asphalte un composant polymère qui est dissous ou solvaté en une quantité atteignant environ 80% en poids lorsqu'on le mélange et le chauffe avec un poids égal du solvant hydrocarboné fortement aromatique. La fraction de poids moléculaire élevé du composant polymère qui ne se dissout pas ou ne se solvate pas peut de façon avantageuse se comporter comme une phase en suspension compatible.

10 On peut citer comme exemples de types de matières résineuses que l'on peut utiliser comme composants polymères, les poly(hydrocarbures halogénés), les polyoléfinés et les polyvinylaryles tels que le chlorure de polyvinyle, le polyéthylène et le polystyrène. Des composés polymères particulièrement souhaitables
15 sont des caoutchoucs naturels et synthétiques tels que le caoutchouc de plantation, les thiokols, les néoprènes, les nitrilecaoutchoucs, les caoutchoucs de styrène, le polybutadiène, les caoutchoucs d'acrylate, les polyuréthanes et leurs mélanges qui de façon importante ne résistent pas à l'huile et sont solubles dans l'asphalte.

20 Bien que l'on puisse utiliser des matières résineuses vierges comme composants polymères de la composition liante asphaltique de l'invention, il est particulièrement avantageux pour des raisons d'économie et de protection de l'environnement d'utiliser des déchets de caoutchouc ou du caoutchouc régénéré. Dans la présente
25 description, le terme déchets de caoutchouc englobe le caoutchouc régénéré.

Les déchets de caoutchouc peuvent être sous forme de (1) du caoutchouc broyé de pneumatiques entiers (avec ou sans les fibres de la carcasse), (2) des déchets de caoutchouc non traité, par
30 exemple un sous-produit de rechapage des pneumatiques, (3) des chambres à air broyées, (4) du caoutchouc régénéré, (5) du caoutchouc régénéré partiellement dévulcanisé et similaires.

Le caoutchouc régénéré peut être dévulcanisé ou partiellement dévulcanisé et on peut le préparer selon le procédé au
35 digesteur, le procédé de régénération par la vapeur et l'huile, le procédé de régénération à la vapeur sous haute pression, le procédé

Lancaster-Banbury et d'autres procédés classiques de régénération décrits plus en détail dans le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3 891 585.

5 On peut broyer du caoutchouc de pneumatiques entiers, le tamiser et le traiter pour éliminer les matières métalliques, les cordes et la toile avant l'emploi dans la composition liante asphaltique de l'invention. Cependant on peut broyer en particules fines des carcasses de pneumatiques et les utiliser directement sans aucun traitement préalable.

10 On peut introduire les déchets de caoutchouc broyés dans la composition liante asphaltique sous forme d'une poudre fine en particules séparées aux tamis d'environ 4,75 mm et 75 μ m d'ouverture de maille. Un procédé pour produire des déchets de caoutchouc en poudre fine est décrit dans le brevet des Etats-Unis d'Amérique
15 n° 2 853 742. Il est également pratique d'utiliser les déchets de caoutchouc sous forme d'une matière déchiquetée ou coupée en cubes. La taille des cubes ou des fragments de caoutchouc peut être comprise entre environ 1,3 mm et environ 13 mm.

Propriétés de la composition liante asphaltique.

20 De façon pratique, pour préparer la composition liante asphaltique de l'invention, on mélange et on chauffe ensemble le solvant hydrocarboné fortement aromatique et le composant polymère ne résistant pas à l'huile. Si on le désire, on peut retarder le cycle de chauffage jusqu'au moment où on applique la composition liante as-
25 phaltique à la surface d'une chaussée. On préfère que l'intensité et la durée du cycle de chauffage soient suffisantes pour provoquer la solubilisation et l'homogénéisation complètes du mélange des composants.

On peut citer, comme exemples illustratifs des proprié-
30 tés nominales d'une composition liante asphaltique de l'invention, un point de ramollissement bille et anneau (selon la norme américaine ASTM D-36) compris entre environ 38 et 66°C et une viscosité (selon la norme américaine ASTM D-2170) comprise entre environ 80 et 300 cSt à 135°C.

35 Selon un autre mode de réalisation, l'invention concerne une composition asphaltique ductile convenant à la réparation

et à la réfection des surfaces des chaussées d'asphalte endommagées qui est constituée d'un mélange de (1) entre environ 30 et 80% en poids d'un composant asphaltique choisi parmi les asphaltes pour pavage et les asphaltes marginaux ; (2) entre environ 10 et 60% en poids d'un composant solvant aromatique ayant une gamme d'ébullition supérieure à environ 343°C et ayant une distribution de la teneur en hydrogène telle que la teneur en protons H_{Ar} soit comprise entre environ 30 et 50%, la teneur en protons H_{α} soit d'au moins 30% et le rapport des protons H_{α}/H_{β} soit supérieur à environ 1,4 et (3) entre environ 1 et 20% en poids d'un composant polymère qui est fortement soluble dans l'asphalte ; cette composition asphaltique ayant un point de ramollissement bille et anneau compris entre environ 43 et 85°C, une ductilité supérieure à 100 cm à 25°C et une pénétration comprise entre environ 70 et 300.

On mesure la ductilité de la composition asphaltique précédemment définie selon la méthode de la norme américaine ASTM D 113-44. On mesure les pénétrations à 25°C selon l'essai standard de pénétration des matières bitumineuses (norme américaine ASTM D 5-52), les pénétrations étant exprimées par les dixièmes de millimètre dont une aiguille standard conique (ayant une extrémité de 0,14 à 0,16 mm de diamètre) pénètre dans l'asphalte en 5 secondes avec une charge de 100 g.

Comme précédemment défini, la composition asphaltique contient un asphalte choisi parmi les asphaltes pour pavage et les asphaltes marginaux. Un asphalte typique pour pavage a un indice de viscosité-pénétration supérieur à environ $2,5 \times 10^5$.

On entend par "indice de viscosité-pénétration" le produit de la viscosité de l'asphalte exprimée en stokes à 60°C par la pénétration à 25°C/100 g/5 secondes. Les matières premières asphaltiques qui présentent un accroissement élevé de l'indice de viscosité-pénétration lors d'un traitement par insufflation d'air constituent des matières premières supérieures, car un indice de viscosité-pénétration plus élevé indique un accroissement proportionnellement plus important de la viscosité (ou du point de ramollissement) que la diminution de la pénétration.

On peut évaluer la qualité d'une matière première asphaltique pour le traitement par insufflation d'air à partir de (1) la comparaison de l'indice de viscosité-pénétration pour la même pénétration ou par (2) la comparaison de la réponse de la matière première asphaltique à l'insufflation d'air, c'est-à-dire la pente de la variation de l'indice de viscosité-pénétration en fonction de la pénétration α , dans l'équation

$$\log(\text{viscosité-pénétration}) = \alpha(\text{pénétration}) + \beta$$

ou le changement de l'indice de viscosité-pénétration pour chaque pénétration γ ayant une valeur de 45.

Un avantage particulier de l'invention est que l'on peut utiliser un asphalte marginal comme composant asphaltique de la composition précédemment définie au lieu d'un asphalte pour pavage. On entend par asphalte marginal, l'un quelconque des divers types d'asphaltes de raffinage du pétrole et d'asphaltes naturels qui après insufflation d'air ont un indice de viscosité-pénétration inférieur à environ $2,5 \times 10^5$. Les asphaltes marginaux ne conviennent généralement pas comme matières premières des liants pour pavage. On peut citer comme exemples caractéristiques d'asphaltes marginaux :

20 A. Asphaltes de pétrole

1. Asphaltes de distillation directe

- a. distillation atmosphérique ou sous vide,
- b. précipitation au solvant

2. Asphaltes thermiques constituant des résidus des opérations de craquage de raffinerie

25

B. Asphaltes naturels

1. Teneur en matière minérale inférieure à 5%

- a. asphaltites tels que la gilsonite, la grahamite et l'asphaltite de la Barbade
- b. asphalte des Bermudes et d'autres gisements naturels

30

2. Teneur en matière minérale supérieure à 5%

- a. roches asphaltiques
- b. asphaltes de la Trinité et d'autres gisements naturels.

35

Il existe deux types de roches asphaltiques qui sont bien connus pour se prêter médiocrement à un traitement par insufflation d'air :

(1) Un résidu à teneur élevée en hydrogène, c'est-à-dire présentant un rapport carbone/hydrogène faible. Ce type de matières premières contient des composés paraffiniques supérieurs qu'il est difficile de transformer en résines et en asphaltènes par insufflation d'air.

(2) Un résidu court. Lorsqu'on élimine des pétroles bruts des quantités croissantes de distillats utiles, la pénétration des résidus diminue et éventuellement on obtient un asphalte de distillation directe. Si on élimine des distillats additionnels, le résidu court obtenu ne peut plus être insufflé à une viscosité élevée sans qu'on dépasse la limite inférieure de pénétration.

De plus, en raison du pouvoir solvatant exceptionnel du composant solvant hydrocarboné fortement aromatique de la composition asphaltique précédemment définie, on peut introduire le composant asphaltique sous forme d'un revêtement d'asphalte vieilli régénéré. On peut incorporer un granulat si la composition asphaltique est destinée à être utilisée pour réparer des chaussées présentant des vides et des fissures de grande taille ou si l'on doit effectuer la réfection en surface d'une chaussée.

L'invention est illustrée par les exemples suivants. Les composés réagissants et les autres ingrédients particuliers sont caractéristiques et diverses modifications peuvent être apportées sans qu'on sorte pour cela du cadre de l'invention.

Exemple 1.

On étête un résidu de colonne principale de FCC pour obtenir une fraction résiduelle ayant un point de coupe de 343°C. La fraction résiduelle a une distribution de la teneur en hydrogène telle que la teneur en H_{Ar} est de 35%, la teneur en H_{α} est de 37% et la teneur en H_{β} de 18%.

On chauffe à environ 204°C un lot de cette fraction résiduelle ayant un point de coupe de 343°C et on ajoute à la masse chauffée un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle (à 33% en poids d'acétate de vinyle) ayant un indice de fluidité de 43 en une

quantité suffisante pour qu'il constitue environ 20% du poids total du mélange asphaltique. En maintenant une température d'environ 190°C, on étale le mélange asphaltique sur une chaussée d'asphalte fatiguée présentant un réseau de fissures et de fractures. Alors que le mélange asphaltique étalé est encore plastique, on applique une couche de granulats fin à la surface de la chaussée revêtue. On n'observe pas de fissuration par fatigue lorsque la surface réparée est à nouveau soumise aux contraintes de la circulation normale.

Exemple 2.

10 On chauffe à 204°C un résidu d'asphalte marginal ayant une teneur élevée en matières paraffiniques (indice de viscosité-pénétration inférieur à $2,5 \times 10^5$). On ajoute au lot chauffé du caoutchouc broyé de pneumatiques (SBR en particules séparées aux tamis de 707 et 297 μm d'ouverture de maille) et un résidu de tour de synthèse de
15 TCC ayant une distribution de la teneur en hydrogène équivalente à celle du résidu de colonne principale de FCC décrit dans l'exemple 1, et on poursuit le chauffage pendant une heure. Les composants sont présents dans un rapport pondéral asphalte/résidu de tour de synthèse de TCC/déchets de caoutchouc de 40/50/10.

20 Le mélange asphaltique présente des propriétés asphaltiques aux températures ordinaires. La composition est pratiquement homogène et a un point de ramollissement bille et anneau de 54°C, une ductilité d'environ 110 cm à 25°C et une pénétration d'environ 150.

Bien entendu diverses modifications peuvent être ap-
25 portées par l'homme de l'art aux dispositifs ou procédés qui viennent d'être décrits uniquement à titre d'exemples non limitatifs sans sortir du cadre de l'invention.

R E V E N D I C A T I O N S

1. Procédé pour la réparation et la réfection des surfaces des chaussées d'asphalte brisées qui consiste à appliquer à la surface de la chaussée endommagée une composition liante asphaltique fluide en une quantité suffisante pour qu'elle pénètre dans les espaces
5 vides et les remplisse, caractérisé en ce que la composition liante asphaltique est constituée d'un mélange homogène de (1) un composant solvant fortement aromatique ayant une gamme d'abulition supérieure à environ 343°C et une distribution de la teneur en hydrogène telle que la teneur en protons H_{Ar} soit comprise entre environ 30 et 50%,
10 la teneur en protons H_{α} soit d'au moins 30% et le rapport des protons H_{α}/H_{β} soit supérieur à environ 1,4 et (2) entre environ 1 et 20% en poids d'un composant polymère qui est fortement solvate par le composant solvant et qui confère une élasticité et une résistance à l'usure améliorées à la composition liante.
- 15 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la composition liante a un point de ramollissement bille et anneau compris entre environ 38 et 66°C et une viscosité comprise entre environ 80 et 300 centistokes à 135°C.
3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce
20 que le composant solvant fortement aromatique de la composition liante est choisi parmi un résidu de colonne principale de craquage catalytique fluide et un résidu de tour de synthèse de craquage catalytique Thermoform.
4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce
25 que le composant polymère de la composition liante est constitué de déchets de caoutchouc finement divisés.
5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le composant polymère de la composition liante est un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle ayant un indice de fluidité compris
30 entre environ 20 et 50.
6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le mélange homogène contient comme composant additionnel entre environ 0,5 et 20% en poids d'hydrocarbures bitumineux choisis parmi les fractions d'asphaltène dérivant du pétrole et de la houille.

7. Composition liante asphaltique convenant à la réparation et la réfection des surfaces des chaussées d'asphalte endommagées caractérisée en ce qu'elle est constituée d'un mélange homogène de (1) un composant solvant fortement aromatique ayant une gamme d'ébullition supérieure à environ 343°C et ayant une distribution de la teneur en hydrogène telle que la teneur en protons H_{Ar} soit comprise entre environ 30 et 50%, la teneur en protons H_{α} soit d'au moins 30% et le rapport des protons H_{α}/H_{β} soit supérieur à environ 1,4 et (2) entre environ 1 et 20% en poids d'un composant polymère qui est fortement solvaté par le composant solvant et qui confère une élasticité et une résistance à l'usure améliorées à la composition liante.
8. Composition liante asphaltique selon la revendication 7, caractérisée en ce qu'elle a un point de ramollissement bille et anneau compris entre environ 38 et 66°C et une viscosité comprise entre environ 80 et 300 centistokes à 135°C.
9. Composition liante asphaltique selon la revendication 7, caractérisée en ce que le composant solvant fortement aromatique est choisi parmi un résidu de colonne principale de craquage catalytique fluide et un résidu de tour de synthèse de craquage catalytique Thermofor.
10. Composition liante asphaltique selon la revendication 7, caractérisée en ce que le composant polymère de la composition liante est constitué de déchets de caoutchouc finement divisés.
11. Composition liante asphaltique selon la revendication 7, caractérisée en ce que le composant polymère est un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle ayant un indice de fluidité compris entre environ 20 et 50.
12. Composition liante asphaltique selon la revendication 7, caractérisée en ce que le mélange homogène contient comme composant additionnel entre environ 0,5 et 20% en poids d'hydrocarbures bitumineux choisis parmi les fractions d'asphaltène dérivant du pétrole et de la houille.
13. Composition asphaltique ductile convenant à la réparation et à la réfection des surfaces des chaussées d'asphalte endommagées, caractérisée en ce qu'elle est constituée d'un mélange de (1) entre environ 30 et 80% en poids d'un composant asphaltique choisi

parmi les asphaltes pour pavage et les asphaltes marginaux, (2) entre environ 10 et 60% en poids d'un composant solvant aromatique ayant une gamme d'ébullition supérieure à environ 343°C et ayant une distribution de la teneur en hydrogène telle que la teneur en protons H_{Ar} soit
5 comprise entre environ 30 et 50%, la teneur en protons H_{α} soit d'au moins 30% et le rapport des protons H_{α}/H_{β} soit supérieur à environ 1,4 et (3) entre environ 1 et 20% en poids d'un composant polymère qui est fortement soluble dans l'asphalte, cette composition asphaltique ayant un point de ramollissement bille et anneau compris entre
10 environ 43 et 85°C, une ductilité supérieure à 100 centimètres à 25°C et une pénétration comprise entre environ 70 et 300.

14. Composition asphaltique ductile selon la revendication 13, caractérisée en ce que le composant asphaltique est un asphalte marginal ayant un indice de viscosité-pénétration inférieur à
15 environ $2,5 \times 10^5$.

15. Composition asphaltique ductile selon la revendication 13, caractérisée en ce que le composant solvant fortement aromatique est choisi parmi un résidu de colonne principale de craquage catalytique fluide et un résidu de tour de synthèse de craquage catalytique Thermoform.
20

16. Composition asphaltique ductile selon la revendication 13, caractérisée en ce que le composant polymère de la composition liante est constitué de déchets de caoutchouc finement divisés.

17. Composition asphaltique ductile selon la revendication 13, caractérisée en ce que le composant polymère est un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle ayant un indice de fluidité compris entre environ 20 et 50.
25