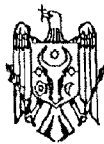




MD/EP 3707203 T2 2022.05.31

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) MD/EP 3707203 (13) T2

(51) Int. Cl: C08L 95/00 (2006.01.01)
C08L 23/12 (2006.01.01)
E01C 7/26 (2006.01.01)
C04B 26/00 (2006.01.01)
C08L 23/06 (2006.01.01)
C04B 26/26 (2006.01.01)
C04B 111/00 (2006.01.01)

(12) BREVET DE INVENȚIE EUROPEAN VALIDAT

(21) Numărul de depozit: e 2020 0933 (22) Data de depozit: 2018.11.05 (96) Numărul cererii și data de depozit a cererii de brevet european: 18796946.4, 2018.11.05 (97) Numărul de publicare și data publicării de către OEB a cererii de brevet european: 3707203, 2020.09.16 (31) Numărul cererii prioritare: 201700126622 (32) Data de depozit a cererii prioritare: 2017.11.07 (33) Țara cererii prioritare: IT	(49) Data publicării traducerii fasciculului de brevet european validat: BOPI nr. 05/2022, 2022.05.31 (80) Data publicării mențiunii acordării de către OEB: EPB nr. 51/2021, 2021.12.22 (82) Data publicării solicitării de validare a brevetului european: BOPI nr. 10/2020, 2020.10.31
(71) Solicitant: ITERCHIMICA S.P.A., IT (72) Inventatori: GIANNATTASIO Federica, IT; CISANI Sergio, IT; BERTULETTI Elisa, IT (73) Titular: ITERCHIMICA S.P.A., IT (74) Mandatar autorizat: GLAZUNOV Nicolae	

(54) Compoziție de aditiv pentru conglomerate bituminoase cu performanțe mecanice crescute

(57) Rezumat:

1

Compoziție aditivă destinată pentru a fi amestecată în conglomerate bituminoase pentru asfaltarea drumurilor, incluzând un polimer termoplastice, un compus polimeric selectat din grupul constând din polivinilbutiral (PVB), polietilacrilat (PEA), polimetilacrilat (PMA), polibutilacrilat (PBA), lignină și amestecuri ale acestora și grafen, de preferință, în care grafenul este conținut într-o cantitate

2

cuprinsă între 0.005 și 1% de masă raportată la masa totală a compoziției; este descris, de asemenea, un conglomerat bituminos potrivit pentru fabricarea unei acoperiri rutiere, incluzând agregate, material de umplutură, bitum și aditivul menționat.

Revendicări: 14

MD/EP 3707203 T2 2022.05.31

(54) Additive composition for bituminous conglomerates with high mechanical performances

(57) Abstract:

1

Additive composition intended to be mixed into bituminous conglomerates for road paving, comprising a thermoplastic polymer, a polymeric compound selected from the group consisting of polyvinylbutyral (PVB), polyethylacrylate (PEA) polymethylacrylate (PMA), polybutylacrilate (PBA), lignin and mixtures thereof, and graphene, preferably

2

wherein the graphene is contained in quantity between 0.005 and 1% by weight based on the total weight of the composition; it is also described a bituminous conglomerate suitable for making a road paving, comprising aggregates, filler, bitumen and said additive.

Claims: 14

Descriere:**(Descrierea se publică în varianta redactată de solicitant)****Domeniul de aplicare**

Prezenta invenție se referă la domeniul tehnic al producerii de conglomerate bituminoase pentru asfaltarea drumurilor.

În particular, invenția se referă la o compoziție de aditivi pentru conglomerate bituminoase care permite îmbunătățirea performanțelor mecanice ale conglomeratului bituminos care cuprinde respectivul aditiv, precum și prelungirea duratei de viață a pavajului rutier realizat cu un astfel de conglomerat bituminos.

Stadiul tehnicii

Necesitatea dezvoltării de tehnologii și produse cât mai prietenoase cu mediul este încă actuală în tot domeniul industriei petrochimice, în special în domeniul asfaltului și conglomeratelor bituminoase.

Această necesitate presupune căutarea materialelor cât mai compatibile posibil cu mediul natural și antropic, precum și încercarea de optimizare a proceselor de producție a acestora, scăzând exploatarea globală a materiilor prime, deci a amprentei de carbon datorată acestor procese.

De asemenea, este bine-cunoscută în domeniu utilizarea aditivilor pentru îmbunătățirea performanțelor conglomeratelor bituminoase și a asfalturilor în general, de exemplu, astfel de aditivi pot fi compoziții cuprinzând polimeri termoplastici pentru îmbunătățirea proprietăților mecanice ale asfaltului bituminos care conține astfel de aditivi, în particular rezistența la rupere și rezistența la formarea fisurilor în conglomeratul bituminos, utilizat în mod obișnuit ca suprafață de acoperire a drumurilor.

O compoziție de asfalt, cuprinzând agregate, material granular sau pulbere derivat din resturi de cauciuc, de exemplu anvelope, și un amestec de polimeri termoplastici și copolimeri, precum și aditivi suplimentari și materiale de umplutură, este descrisă în cererea internațională de brevet WO2015179553.

Cererea de brevet chinezesc CN106280505 se referă la un aditiv pentru asfalt sub formă de amestec, cuprinzând poliolefine în granule și alte materiale incluzând un plastifiant, de preferință dioctilftalat. Acest aditiv este de asemenea eficient în reducerea formării de fisuri în asfaltul fabricat cu acesta.

Brevetul chinezesc CN102585520 se referă la un aditiv pentru asfalt, cuprinzând polipropilenă, polietilenă, PVB, cuprinzând și dioctilftalat ca plastifiant și, în plus: un agent de dispersie, un agent tixotrop și o pulbere pe bază de metal. Acest aditiv îmbunătățește performanțele amestecurilor asfaltice.

Cererea de brevet chinezesc CN103509356 se referă de asemenea la un amestec asfaltic cuprinzând poliolefine (polietilenă, stiren-butadienă-stiren, polietilen tereftalat), polivinilbutiral ca agent de legare și un material de umplutură.

În orice caz, deși aditivii pentru îmbunătățirea proprietăților chimice și mecanice ale asfalturilor disponibile comercial, precum și asfalturile care pot fi realizate cu aditivii respectivi, sunt în general formulați ținând cont de impactul asupra mediului, de exemplu cuprinzând materiale deșeurilor din alte procese industriale sau materiale reciclate, cum este cazul de exemplu al compoziției de asfalt descrisă în cererea WO2015179553, astfel de produse încă nu sunt capabile să îmbine îmbunătățirea proprietăților mecanice ale conglomeratelor bituminoase cu o scădere concretă a impactului asupra mediului în producerea acestora, atât la nivel calitativ, cât și cantitativ al materiei prime utilizate.

Având în vedere stadiul tehnicii menționat mai sus, problema care stă la baza prezentei invenții a fost aceea de a furniza o compoziție aditivă destinată a fi amestecată în conglomeratele bituminoase pentru pavajul drumurilor, în care compoziția era adecvată pentru îmbunătățirea proprietăților mecanice ale conglomeratului bituminos obținut prin amestecarea respectivei compoziții cu alte componente adecvate și, în același timp, nu are dezavantajele menționate mai sus, prin urmare fiind în același timp mai durabilă din punct de vedere ecologic.

Rezumatul invenției

Problema menționată a fost rezolvată prin furnizarea unei compoziții aditive destinată a fi amestecată într-un conglomerat bituminos pentru asfaltarea drumurilor și adecvată pentru îmbunătățirea proprietăților mecanice ale conglomeratului bituminos menționat, cuprinzând cel puțin un polimer termoplastic, un compus polimeric selectat din grupul constând din polivinilbutiral (PVB), polietilacrilat (PEA) polimetilacrilat (PMA), polibutilacrilat (PBA), lignină și amestecuri ale acestora și grafen.

Mai preferabil, cel puțin un polimer termoplastic menționat este o poliolefină, de preferință, este polietilenă sau polipropilenă sau orice alt amestec de polietilenă și polipropilenă.

Mai preferabil, polimerul termoplastic menționat este un amestec de polietilenă și polipropilenă cuprinzând o cantitate de polietilenă între 25 și 75% în greutate raportat la greutatea totală a amestecului.

Chiar mai preferabil, polimerul termoplastic menționat este un amestec de polietilenă și polipropilenă, așa cum este raportat în următorul Tabel 1, în care valorile în greutate sunt calculate raportat la greutatea totală a amestecului de polietilenă și polipropilenă.

Tabelul 1

Polietilenă (%)	Polipropilenă (%)
30	70
40	60
50	50
60	40
70	30

De preferință, cel puțin un polimer termoplastic menționat este material reciclat.

Alternativ, polimerul termoplastic utilizat în compoziția de aditiv conform prezentei invenții este material nou sau un amestec de material reciclat menționat mai sus și material nou.

În mod avantajos, compoziția de aditiv conform prezentei invenții, destinată a fi amestecată în conglomerate bituminoase, poate consta în esență din componentele menționate mai sus, fără ajutorul altor componente, cum ar fi plastifianți, compuși de sulf, săruri și/sau alte materiale.

Într-un mod la fel de preferat, compusul polimeric conținut în compoziția de aditiv conform invenției este polivinilbutiral (PVB).

Conform unui exemplu de realizare preferat, compusul polimeric menționat mai sus este un compus reciclat, de preferință, PVB reciclat, mai preferabil obținut printr-un proces de recuperare a acestuia din tratamentul post-utilizare al parbrizului vehiculului și/sau geamului dublu al clădirilor.

Alternativ, compusul polimeric menționat mai sus, în particular polivinilbutiral, utilizat în compoziția de aditiv conform prezentei invenții este material nou sau un amestec de material reciclat menționat mai sus și material nou.

În conformitate cu prezenta invenție, prin termenul „grafen” se înțelege un material de carbon cu structură bidimensională de straturi monoatomice de carbon cu matrice hexagonală, în care fiecare atom de carbon este legat de alți trei atomi de carbon printr-o legătură covalentă și legat de atomii straturilor adiacente prin forțele Van Der Waals, precum și orice derivat funcționalizat dintr-un astfel de material carbonic, de exemplu oxidul de grafen, adică grafenul funcționalizat parțial cu grupări cuprinzând oxigen.

Grafenul utilizat în compoziția de aditiv conform prezentei invenții are, de preferință, o densitate aparentă între 2 și 100 g/dm³, mai preferabil între 10 și 70 g/dm³; în același timp, grafenul utilizat în compoziția de aditiv conform prezentei invenții are o suprafață superficială între 10 și 300 m²/g.

Această zonă superficială este măsurată prin metoda BET prin absorbția de gaz inert (azot), în special conform procedurii ISO 9277:2010.

Mai mult, dimensiunile laterale ale straturilor de grafen sunt mai mici de 200 μm, de preferat, mai mici de 100 μm, mai preferabil, mai mici de 50 μm.

Conform unui exemplu de realizare preferat, grafenul utilizat în compoziția de aditiv conform prezentei invenții este grafenul reciclat.

Alternativ, grafenul utilizat în compoziția de aditiv conform prezentei invenții este grafen nou sau un amestec de grafen reciclat și grafen nou.

De aceea, într-o manieră absolut avantajoasă, compoziția de aditiv destinată a fi amestecată în conglomerate bituminoase pentru asfaltarea drumurilor conform invenției poate exista ca amestec de materiale parțial sau total reciclate; compoziția de aditiv conform invenției este, în consecință, deosebit de durabilă din punct de vedere ecologic, determinând nu numai o economisire netă clară de materii prime, ci și o scădere asociată a emisiilor de dioxid de carbon (care altfel ar fi emise în mediu în timpul proceselor de sinteză a materialelor în cauză).

De preferință, grafenul inclus în compoziția de aditiv conform invenției este conținut într-o cantitate între 0,005 și 1%, mai preferabil, între 0,005 și 0,15%, chiar mai preferabil, între 0,01 și 0,1% în greutate raportat la greutatea totală a compoziției.

Într-o manieră la fel de preferată, polimerul termoplastic menționat mai sus cuprins în compoziția de aditiv conform invenției este conținut într-o cantitate între 45 și 95 %, mai preferabil, între 50 și 90 % în greutate raportat la greutatea totală a compoziției.

Într-o manieră la fel de preferată, compusul polimeric menționat mai sus cuprins în compoziția de aditiv conform invenției, de preferință polivinilbutiral, este conținut într-o cantitate între 5 și 55 %, mai preferabil, între 10 și 50 % în greutate raportat la greutatea totală a compoziției.

O compoziție de aditiv, în mod particular preferată, destinată pentru a fi amestecată în conglomerate bituminoase constă din următoarele componente, exprimate în procente în greutate raportate la greutatea totală a compoziției:

material termoplastic 50-95
polivinilbutiral 5-50
grafen 0,005-1

Toate procentele indicate în textul prezentei cereri trebuie să fie înțelese ca procente greutate/greutate, dacă nu se specifică altfel.

Compoziția de aditiv conform invenției este produsă sub formă de particule, de exemplu, sub formă granulară sau sub formă de fărâme, de preferință, cu particule având un diametru mediu între 0,5 și 10 mm, mai preferabil, între 4 și 6 mm, sau sub formă de pulbere, de preferință, cu particule având un diametru mediu între 0,08 și 3 mm, mai preferabil, între 0,5 și 3 mm.

În mod constant, compoziția de aditiv conform invenției poate fi obținută printr-un procedeu care cuprinde măcinarea separată a polimerului termoplastic mai sus menționat, a compusului polimeric, de preferință polivinilbutiral, și a grafenului și amestecarea ulterioară a acestora.

Într-o manieră total preferată, procedeul menționat mai sus de obținere a compoziției aditive conform invenției are ca rezultat obținerea unei compoziții aditive conform invenției sub formă de pulbere sau sub formă granulară cu particule având un diametru mediu între 0,08 și 3 mm, de preferință între 0,5 și 3 mm.

De preferință, etapa de măcinare menționată mai sus poate fi realizată cu ajutorul unei mori cu rotor răcit sau cu un rotor granulador sau prin măcinare criogenică.

În mod avantajos, se are în vedere utilizarea compoziției aditive conform prezentei invenții, în oricare dintre exemplele sale de realizare, de asemenea, pentru a produce conglomerate bituminoase, pentru a îmbunătăți performanțele lor mecanice, precum și pentru a prelungi durata de viață a pavajului rutier realizat cu astfel de conglomerate bituminoase.

Compoziția de aditiv menționată mai sus conform invenției poate fi utilizată la rândul său pentru a prepara un conglomerat bituminos adecvat pentru realizarea pavajelor rutiere cu performanțe mecanice ridicate. Un astfel de conglomerat bituminos include agregate, inclusiv, de exemplu, materiale inerte, anorganice, cum ar fi piatră mărunțită, zgură granulară și mărunțită, agregate artificiale produse, de exemplu, prin topirea la temperatură ridicată a anumitor minerale sau roci (de exemplu, bauxită sau anumite argile), umpluturi, bitum, precum și compoziția de aditiv menționată mai sus, care este în general conținută într-o cantitate între 0,09 și 15%, de preferat, între 2 și 6%, mai preferabil, 5% în greutate, raportată la greutatea totală a bitumului menționat. De preferat, conglomeratul bituminos menționat include o cantitate de bitum între 3 și 7% în greutate raportat la greutatea totală a conglomeratului bituminos, mai preferabil, o cantitate de bitum între 4 și 6,5% în greutate, raportat la greutatea totală a conglomeratului bituminos.

În conformitate cu prezenta invenție, prin termenul „bitum” se înțelege în general un material care cuprinde o fază solidă de dispersie la temperatura camerei, având un comportament termoplastic, faza de dispersie menționată include compuși organici cu greutate moleculară mare, în principal hidrocarburi cu un număr de atomi de carbon mai mare de 25. În faza de dispersie menționată pot fi în general dispersate urme de sulf, azot, oxigen și metal, cum ar fi nichel, fier și vanadiu.

Astfel, într-unul dintre aspectele sale suplimentare, prezenta invenție se referă la o metodă de producere a unui conglomerat bituminos adecvat pentru realizarea unui pavaj rutier cu performanțe mecanice ridicate, cuprinzând etapa de adăugare la agregatele menționate, sub agitare și la o temperatură variabilă între 130°C și 200°C, de preferat, între 165°C și 185°C, mai preferabil, între 170°C și 180°C, o compoziție de aditiv așa cum este descrisă mai sus conform invenției, precum și care cuprinde bitum și o umplutură.

Într-o manieră absolut avantajoasă, compoziția de aditiv conform prezentei invenții, când este adăugată la conglomerate bituminoase pentru asfaltarea drumurilor, permite obținerea unui pavaj rutier cu performanțe mecanice ridicate, cum ar fi rezistență mare la tracțiune, rigiditate mare și rezistență la oboseală ridicată, așa cum este explicat pe larg în descrierea detaliată.

În mod constant, o suprafață de drum realizată cu un conglomerat bituminos cuprinzând compoziția de aditiv conform prezentei invenții are, de asemenea, o tendință limitată în raport cu fenomenul de brăzdare, față de o suprafață de drum realizată cu un conglomerat bituminos care nu cuprinde compoziția de aditiv conform invenției, așa cum va fi explicat mai detaliat cu referire în descrierea detaliată.

Proprietățile mecanice ridicate conferite pavajului rutier de compoziția de aditiv amestecată în conglomeratul bituminos, precum și scăderea considerabilă a fenomenului de brăzdare, determină o creștere substanțială a duratei de viață a pavajului rutier, precum și a siguranței acestuia, în comparație cu o asfaltare tradițională a drumurilor.

Într-o manieră total avantajoasă, atunci când un conglomerat bituminos cuprinzând compoziția de aditiv conform prezentei invenții este utilizat la realizarea unui pavaj rutier, straturile acestuia din urmă (strat de bază, strat de liant și strat de suprafață) pot avea o grosime mai mică, având în vedere aceeași

durată de viață, în comparație cu un pavaj de drum realizat cu un conglomerat bituminos care nu cuprinde compoziția de aditiv conform invenției.

Prin urmare, utilizarea unui conglomerat care cuprinde o astfel de compoziție de aditiv presupune nu numai necesitatea unei cantități mai mici de agregate și bitum, determinând o scădere a emisiilor de dioxid de carbon care altfel ar avea loc în producerea/extracția și în transportul materiilor prime menționate mai sus, dar și o economie substanțială de energie (și aferent, a unui impact mai mic asupra mediului) datorită producției mai mici de conglomerat bituminos care, după cum s-a ilustrat anterior, necesită manipulări la temperaturi destul de ridicate.

Mai mult, compoziția conform prezentei invenții este ușor și sigur de manevrat, deoarece nu conține pulberi fine, care ar putea fi inhalate de operatorii care o folosesc.

Compoziția conform prezentei invenții poate fi, de asemenea, păstrată pe perioade prelungite de timp, chiar și pentru mai multe luni, fără riscuri de împachetare, și își menține proprietățile de curgere nealterate în timp, proprietăți care sunt importante la adăugarea acestei compoziții la conglomeratul bituminos, în scopul de a asigura dozarea sa exactă și reproductibilă.

Caracteristicile și avantajele prezentei invenții vor fi evidențiate în continuare prin unele exemple de realizare ale acesteia, care sunt expuse în continuare cu titlu de ilustrare și nu de limitare.

Descrierea detaliată

În continuare sunt prezentate câteva exemple de compoziții de aditiv conform prezentei invenții, care au fost preparate și testate cu rezultate favorabile în raport cu efectul lor de creștere a performanțelor mecanice la producerea conglomeratului bituminos. În final, urmează un exemplu comparativ, în care este prezentată o posibilă compoziție de aditiv, care nu conține grafen și nu este conform prezentei invenții.

Exemplul 1

Amestec de polietilenă și polipropilenă (70:30)	49,995%
polivinilbutiral	49,995%
grafen nou	0,01%

Exemplul 2

Amestec de polietilenă și polipropilenă (50:50)	49,95%
polivinilbutiral	49,95%
grafen nou	0,1%

Exemplul 3

Amestec de polietilenă și polipropilenă (60:40)	49,95%
polivinilbutiral	49,95%
grafen reciclat	0,1%

Exemplul 4

Amestec de polietilenă și polipropilenă (30:70)	74,995%
polivinilbutiral	24,995%
grafen nou	0,01%

Exemplul 5

Amestec de polietilenă și polipropilenă (50:50)	74,95%
polivinilbutiral	24,95%
grafen nou	0,1%

Exemplul 6

Amestec de polietilenă și polipropilenă (70:30)	79,995%
polivinilbutiral	19,995%
grafen nou	0,01%

Exemplul 7

5

Amestec de polietilenă și polipropilenă (40:60)	79,95%
polivinilbutiral	19,95%
grafen nou	0,1%

Exemplul 8

Amestec de polietilenă și polipropilenă (70:30)	89,995%
polivinilbutiral	9,995%
grafen nou	0,01%

Exemplul 9

10

Amestec de polietilenă și polipropilenă (70:30)	89,95%
polivinilbutiral	9,95%
grafen nou	0,1%

Exemplul 10

Amestec de polietilenă și polipropilenă (60:40)	89,5%
polivinilbutiral	9,5%
grafen nou	1%

15

Exemplul 11

Amestec de polietilenă și polipropilenă (70:30)	89,990%
polivinilbutiral	9,995%
grafen nou	0,005%

Exemplul 12 (exemplu de referință nu este conform invenției)

Amestec de polietilenă și polipropilenă (70:30)	90,00%
polivinilbutiral	10,00%

20

Compozițiile din Exemplele 1-11 au fost preparate prin măcinarea separată a amestecului de polietilenă și polipropilenă, polivinilbutiral și grafen, și apoi amestecând componentele măcinate în interiorul unui mixer, obținându-se un amestec omogen cu particule cu diametrul mediu de 2 mm.

Compoziția din Exemplul 12 a fost preparată în același mod, pornind numai de la amestecul de polietilenă și polipropilenă și din polivinilbutiral.

25

Exemplul 13

Utilizând compoziția conform exemplului 8, s-au preparat în laborator optsprezece brichete de conglomerat bituminos cu un diametru de 100 mm și o grosime de aproximativ 25 mm, conținând o astfel de compoziție conform proporțiilor ingredientelor indicate în următorul Tabel 2 (Conglomeratul A). De asemenea, optsprezece brichete de conglomerat bituminos cu aceeași compoziție, dar cuprinzând compoziția de aditiv conform exemplului 12 (Conglomeratul B), și optsprezece brichete de conglomerat bituminos care nu cuprind compoziția de aditiv conform exemplului 8 și nici compoziția conform

30

exemplului 12 (Conglomeratul C), precum și nouă panouri de conglomerat bituminos, câte trei pentru fiecare tip de conglomerat A, B și C.

Tabelul 2

	Conglomerat bituminos A, care conține compoziția din Exemplul 8	Conglomerat bituminos B, care conține compoziția din Exemplul 12	Conglomerat bituminos C, fără aditivi
Materiale	Părți în greutate	Părți în greutate	Părți în greutate
Pietriș inert 12/20	25	25	25
Pietriș inert 6/12	35	35	35
Pietriș inert 3/6	10	10	10
Nisip 0/4	25	25	25
Umplutură (CaCO ₃)	5	5	5
Bitum 70/100	4,5	4,5	4,5
Compoziție de aditiv	0,27	0,27	0
Total	104,77	104,77	104,5

Conglomeratul bituminos este preparat în laborator prin procedeul care urmează, folosind dispozitive care simulează, în funcțiune, utilaje la scară superioară, utilizate de obicei în instalațiile de producere a conglomeratului bituminos:

- selectarea unei curbe granulometrice, în funcție de pavajul drumului care se dorește a fi realizat cu conglomeratul bituminos în curs de preparare;

- selectarea agregatelor conform curbei granulometrice menționate mai sus, în cazul de față agregatele conform Tabelului 2 și aducerea agregatelor la o temperatură de 170-180°C în interiorul unui mixer;

- adăugarea unei cantități adecvate de compoziție de aditiv, în cazul de față compoziția de aditiv conform Exemplului 8 în cantitatea exprimată în tabelul 2, apoi amestecarea timp de 40-60 de secunde astfel încât să se obțină un amestec;

- adăugarea în amestec a unei cantități corespunzătoare de bitum, în cazul de față cantitatea exprimată în tabelul 2, apoi amestecarea timp de cel puțin 20-30 de secunde;

- adăugarea în amestec a unei cantități corespunzătoare de umplutură, în cazul de față cantitatea exprimată în Tabelul 2, apoi amestecarea timp de cel puțin 5 minute (conform standardului EN 12697-35), obținându-se un amestec omogen de conglomerat bituminos.

În particular, amestecul este menținut la o temperatură între 170 și 180°C în timpul tuturor etapelor de prelucrare a acestuia.

În cazul conglomeratului bituminos B, în locul compoziției din Exemplul 8 conform invenției, se adaugă compoziția din Exemplul 12 care nu este conform invenției (care nu conține grafen). În cazul conglomeratului bituminos C, după etapa de încălzire a agregatelor urmează direct o etapă de adăugare a bitumului la acestea.

Amestecul de conglomerat bituminos astfel obținut este apoi evacuat din malaxor, dozat într-o cantitate egală cu aproximativ 1210 g în recipiente și ulterior este condiționat în cuptor la temperatura de 150°C timp de aproximativ 3 h (pentru a simula condițiile de transport).

Conglomeratul bituminos astfel obținut, după etapa de condiționare în cuptor, este apoi introdus în interiorul unui șablon. Apoi, pentru a obține un procent de goluri de aproximativ 2,5%, se efectuează o compactare cu ajutorul compactatorului giratoriu (alternativ la compactorul giratoriu este posibil să se utilizeze orice alt tip de compactor adecvat scopului, de exemplu un compactor Marshall) :

- Presiune de sarcină: 600 kPa;
- Unghi giratoriu: 1,25°;
- Densitate limită: 2400 kg/m³.

18 brichete s-au realizat pentru fiecare tip de conglomerat bituminos pentru efectuarea probelor mecanice, simultan s-au format trei panouri de dimensiunea 50 cm x 70 cm, câte unul pentru fiecare tip de conglomerat bituminos.

Cele optsprezece brichete de conglomerat A, cele optsprezece brichete de conglomerat B și cele optsprezece brichete de conglomerat C, precum și panourile de conglomerat A, panourile de conglomerat

B și panourile de conglomerat C au fost în cele din urmă plasate în camere climatice pentru condiționarea adecvată pentru efectuarea încercărilor mecanice.

Exemplul 14 (Determinarea rezistenței la tracțiune)

Pentru a efectua o încercare de rezistență la tracțiune au fost utilizate șase brichete de conglomerat A, șase brichete de conglomerat B și șase brichete de conglomerat C.

Fiecare brichetă a fost respectiv adăpostită într-o presă mecanică a coșului de testare desemnat, apoi a fost efectuată o încercare de rezistență la tracțiune conform metodologiei UNI EN 12697-23.

Caracterizarea mecanică a avut loc cu rezistența la tracțiune indirectă (ITS). ITS simulează stresul maxim generat de trecerea vehiculului care poate fi tolerat de pavajul drumului.

Rezultatele testelor individuale sunt prezentate în *Tabelul 3*, care urmează.

Tabelul 3

Amestec	ITS (MPa)
Conglomeratul A	1,71
Conglomeratul B	1,57
Conglomeratul C	1,07
Amestec (comparație)	Modificare procentuală (%)
A vs. B	+ 8,9
A vs. C	+ 59,8
B vs C.	+ 46,7

Din datele raportate în Tabelul 3 se poate observa că compoziția de aditiv conform prezentei invenții permite creșterea rezistenței indirecte la tracțiune cu aproximativ 60% într-un conglomerat bituminos realizat cu acesta (conglomeratul A) în comparație cu un conglomerat bituminos obișnuit cu bitum ca atare (conglomerat C) și cu 9% în comparație cu un conglomerat bituminos care cuprinde o compoziție de aditiv substanțial identică în ceea ce privește conținutul de polietilenă/propilenă și PVB, dar care nu conține grafen (conglomeratul B). O creștere a rezistenței la tracțiune indirectă implică deci o rezistență mai mare a conglomeratului bituminos supus sarcinii și, prin urmare, compoziția de aditiv conform prezentei invenții permite formularea unui conglomerat bituminos care permite realizarea unui pavaj rutier caracterizat printr-o durată de viață mai lungă. Creșterea considerabilă a rezistenței directe la tracțiune obținută cu compoziția conform prezentei invenții, în comparație cu o compoziție care este identică, cu excepția faptului că nu are o cantitate de grafen de numai 0,01% în greutate, trebuie considerată total surprinzătoare.

Exemplul 15 (Determinarea modulului de rigiditate)

Șase brichete de conglomerat A, șase brichete de conglomerat B și șase brichete de conglomerat C au fost utilizate pentru a efectua un test de determinare a modulului de rigiditate, reprezentând capacitatea conglomeratelor bituminoase de a propaga în suprastructură sarcina exercitată în suprafața drumului de zonele profilate ale anvelopelor vehiculului.

Fiecare brichetă a fost, respectiv, plasată pe o carcasă desemnată a unui sistem servo-pneumatic pentru teste dinamice, care a fost la rândul său conținut într-o celulă climatică pentru controlul temperaturii; ulterior s-a efectuat un test pentru determinarea modulului de rigiditate conform metodologiei UNI EN 12697-26.

Condițiile de încercare utilizate pentru determinarea modulului de rigiditate au fost:

- Temperatura: variabilă;
- Tensiune orizontală impusă: 5 μ m;
- Moment de vârf: 124 ms (frecvență 2 Hz);
- Coeficientul Poisson: 0,35.

Rezultatele testelor individuale sunt prezentate în Tabelul 4, care urmează.

Tabelul 4

Amestec	Rigiditatea probelor la diferite temperaturi (MPa)		
	T=5°C	T=20°C	T=40°C
Conglomeratul A	21124	7809	3003
Conglomeratul B	20866	6685	2691
Conglomeratul C	10169	5711	1096
Amestec (comparație)	Modificare procentuală (%)		
A vs. B	+ 1,2%	+ 16,8%	+ 11,6%
A vs. C	+ 107,7%	+ 36,7%	+ 174,0%
B vs C.	+ 105,2%	+ 17,1%	+ 145,5%

După cum este evident, compoziția de aditiv conform invenției (Exemplul 8), atunci când este utilizată pentru formularea unui conglomerat bituminos, determină la acesta din urmă o creștere substanțială a modului de rigiditate atât față de conglomeratul tradițional (conglomeratul C), cât și față de conglomeratul cuprinzând compoziția de aditiv conform Exemplului 12, care nu conține grafen (conglomeratul B). În acest sens, conglomeratul A se dovedește a fi deosebit de performant la temperaturi moderat ridicate (T=20°C; T=40°C). Creșterea modului de rigiditate găsită pentru conglomeratul A în raport cu conglomeratul B este chiar mai mare față de creșterea deja considerabilă a rezistenței la tracțiune găsită în exemplul anterior și, prin urmare, și mai surprinzătoare.

Exemplul 16 (Determinarea rezistenței la oboseală)

Pentru efectuarea testului de rezistență la oboseală au fost utilizate șase brichete de conglomerat A, șase brichete de conglomerat B și șase brichete de conglomerat C. Deteriorarea datorată oboselii unui pavaj se produce din cauza repetării în timp a stărilor de deformare, induse de solicitările de tracțiune care sunt cauzate atât de circulația vehiculelor cât și de ciclurile sezoniere și de schimbarea temperaturii.

Fiecare brichetă a fost, respectiv, plasată pe o carcasă desemnată a unui sistem servo-pneumatic pentru teste dinamice, care a fost la rândul său conținut într-o celulă climatică pentru controlul temperaturii; ulterior s-a efectuat un test pentru determinarea rezistenței la oboseală conform metodologiei UNI EN 12697-24.

Condițiile de încercare pentru determinarea rezistenței la oboseală au fost:

- Temperatura: 20°C;
 - Deformare orizontală impusă: 300 kPa;
 - Moment de vârf: 248 ms;
 - Timp de odihnă: 252 ms;
 - Frecvență: 2 Hz;
 - Coeficientul Poisson: 0,35;
 - Condiție de defecțiune: 10% din modulul complex inițial.
- Rezultatele testelor individuale sunt prezentate în Tabelul 5, care urmează.

Tabelul 5

Amestec	Numărul de cicluri la defecțiune
Conglomeratul A	1.056.933
Conglomeratul B	473.167
Conglomeratul C	157.639
Amestec (comparație)	Modificare procentuală (%)
A vs. B	+ 123,4%
A vs. C	+ 570,5%
B vs C.	+ 200,2%

Din datele din tabelul 5 se poate înțelege că conglomeratul A, cuprinzând compoziția de aditiv conform invenției (Exemplul 8), are un număr de cicluri de oboseală crescut cu 123% în comparație cu conglomeratul bituminos B, cuprinzând compoziția de aditiv de referință conform Exemplului 12, care nu conține grafen și a crescut la 570% în comparație cu un conglomerat bituminos obișnuit (conglomeratul

C). Aceasta este o altă dovadă, impresionantă, a îmbunătățirii surprinzătoare a performanțelor mecanice ale conglomeratului, în care respectiva îmbunătățire este realizată datorită prezenței grafenului, deși adăugat într-o cantitate extrem de mică (0,01% din greutatea totală a compoziției de aditiv adăugată la conglomeratul bituminos).

5 **Exemplul 17 (Monitorizarea fenomenului de brăzdare)**

Trei panouri de conglomerat A, trei panouri de conglomerat B și trei panouri de conglomerat C au fost folosite pentru efectuarea testului de monitorizare a brăzdării, înțeles ca fenomen de deformare longitudinală cauzată de o îngroșare sub axa de încărcare cu deplasarea laterală consecutivă a amestecului bituminos în timpul trecerii roții. Fiecare panou a fost, respectiv, plasat pe o carcasă desemnată într-o mașină de brăzdare (mașină de profilare a roților), care a fost la rândul său conținută într-o celulă climatică pentru controlul temperaturii; ulterior s-a efectuat un test pentru determinarea rezistenței la oboseală conform metodologiei UNI EN 12697-22.

Testul de laborator care permite simularea unui astfel de fenomen oferă următoarele rezultate:

- ADÂNCIMEA: indică fizic cât de adâncă este brăzdarea (adâncimea mai mare înseamnă rezistență mai mică);
- PRD (Proportional Ruth Depth): indică procentul de brăzdare generat în timpul testului la ciclul prestabilit; prin reducerea parametrului menționat, deformarea este redusă și, prin urmare, durata de viață a pavajului este mărită;
- WTS (Wheel Tracking Slope): indică viteza cu care conglomeratul bituminos se deformează; prin reducerea acestei valori se mărește rezistența la deformare și se scade deformarea în timp, măbind durata de viață a pavajului.

Condiția de testare impusă pentru determinarea rezistenței la brăzdare a fost o temperatură de 60°C.

Rezultatele testelor individuale sunt prezentate în Tabelul 6, care urmează.

Tabelul 6

	Adâncimea brăzdării la 5.000 de cicluri (mm)	Adâncimea brăzdării la 10.000 de cicluri (mm)	Aer PRD 10.000 (%)	Aer WTS (mm/1000 cicluri)
Conglomeratul A	0,43	0,48	0,8	0,009
Conglomeratul B	0,88	0,98	1,6	0,022
Conglomeratul C	1,39	1,55	2,5	0,025
Amestec (comparație)	Modificare procentuală (%)			
A vs. B	-51,1%	-51,0%	-50,0%	-59,1%
A vs. C	-69,1%	-69,0%	-68,0%	-64,0%
B vs. C	-36,7%	-36,8%	-36,0%	-12,0%

Testele efectuate permit evidențierea performanțelor ridicate ale conglomeratului A, cuprinzând compoziția de aditiv conform prezentei invenții, cu o scădere considerabilă a fenomenului de brăzdare (-51%) față de conglomeratul bituminos B, cu o creștere ulterioară în continuare a duratei de viață a pavajului și a siguranței rutiere, în comparație cu pavajul tradițional (conglomerat C).

Și în acest caz, se poate observa că grafenul conținut în compoziția de aditiv conform prezentei invenții, deși grafenul menționat este prezent într-o cantitate clar mică (0,01% în greutate în compoziția conform exemplului 8), determină o creștere considerabilă și surprinzătoare a rezistenței la brăzdare.

În ultimă instanță, toate dovezile experimentale arată că compoziția de aditiv conform invenției permite producerea de conglomerate bituminoase cu performanțe sporite din punct de vedere al proprietăților mecanice, determinând în consecință o prelungire a duratei totale de viață a pavajului rutier realizat cu acestea. Aceasta determină nu doar o economie (întreținere mai redusă a pavajului), ci și o scădere considerabilă a impactului asupra mediului (posibilitatea de a realiza un strat mai subțire de conglomerat, în comparație cu un conglomerat fără compoziția de aditiv conform invenției, având în vedere aceeași durată de viață, cu reducerea emisiilor de dioxid de carbon ca urmare a producerii conglomeratului propriu-zis), precum și o creștere a siguranței generale în utilizarea asfaltării rutiere în cauză.

(56) Referințe bibliografice citate în raportul de documentare:

- WO-A1-2013/053882
- US-A1- 2009 016 325
- US-A1- 2011 260 116
- US-A1- 2014 058 046

(57) Revendicări:

1. Compoziție de aditiv pentru amestecare într-un conglomerat bituminos pentru asfaltarea drumurilor și adecvată pentru îmbunătățirea proprietăților mecanice ale conglomeratului bituminos menționat, cuprinzând cel puțin un polimer termoplastic, un compus polimeric selectat din grupul constând din polivinilbutiral (PVB), polietilacrilat (PEA), polimetilacrilat (PMA), polibutilacrilat (PBA), lignină și amestecuri ale acestora și grafen.

2. Compoziție de aditiv conform revendicării 1, în care cel puțin un polimer termoplastic menționat este o poliolefină, de preferat, selectată din grupul constând din polietilenă, polipropilenă și amestecuri ale acestora și, mai preferabil, este un amestec de polietilenă și polipropilenă cuprinzând o cantitate de polietilenă între 25 și 75% în greutate raportat la greutatea totală a amestecului.

3. Compoziție de aditiv conform revendicării 1 sau 2, în care polimerul termoplastic menționat este un material reciclat.

4. Compoziție de aditiv conform oricăreia dintre revendicările precedente, în care compusul polimeric menționat este polivinilbutiral (PVB).

5. Compoziție de aditiv conform oricăreia dintre revendicările precedente, în care compusul polimeric menționat este un compus polimeric reciclat.

6. Compoziție de aditiv conform oricăreia dintre revendicările precedente, în care grafenul menționat este grafen reciclat.

7. Compoziție de aditiv conform oricăreia dintre revendicările precedente, în care grafenul menționat este conținut în compoziția de aditiv menționată într-o cantitate între 0,005 și 1%, de preferat, între 0,005 și 0,15%, mai preferabil, între 0,01 și 0,1%, în greutate raportat la greutatea totală a compoziției.

8. Compoziție de aditiv conform oricăreia dintre revendicările precedente, în care polimerul termoplastic menționat este conținut în compoziția de aditiv menționată într-o cantitate între 45 și 95%, de preferință între 50 și 90% în greutate raportat la greutatea totală a compoziției.

9. Compoziție de aditiv conform oricăreia dintre revendicările de la 4 la 8, în care compusul polimeric menționat este conținut în compoziția de aditiv menționată într-o cantitate între 5 și 55%, de preferat, între 10 și 50% în greutate raportat la greutatea totală a compoziției.

10. Compoziție de aditiv conform oricăreia dintre revendicările de la 4 la 9, constând din următoarele componente, exprimate în procente în greutate raportat la greutatea totală a compoziției:

material termoplastic 50-95

polivinilbutiral 5-50

grafen 0,005-1

11. Compoziție de aditiv conform oricăreia dintre revendicările precedente, caracterizată prin aceea că se prezintă sub formă granulară sau sub formă de așchii, cu particule având un diametru mediu cuprins între 0,5 și 10 mm, de preferat, între 4 și 6 mm sau sub formă de pulbere, cu particule având un diametru mediu cuprins între 0,08 și 3 mm, de preferat, între 0,5 și 3 mm.

12. Utilizare a unei compoziții de aditiv, conform oricăreia dintre revendicările precedente pentru producerea de conglomerate bituminoase.

13. Conglomerat bituminos adecvat pentru realizarea unui pavaj rutier cu proprietăți mecanice îmbunătățite, cuprinzând agregate, umplutură, bitum și o compoziție de aditivi conform oricăreia dintre revendicările de la 1 la 11, în care respectiva compoziție de aditiv este conținută în respectivul conglomerat bituminos într-o cantitate între 0,09 și 15 %, de preferat, între 2 și 6%, mai preferabil, 5% în greutate raportat la greutatea totală a bitumului menționat.

14. Procedeu de obținere a unui conglomerat bituminos adecvat pentru realizarea unui pavaj rutier cu performanțe mecanice ridicate, cuprinzând etapa de adăugare la agregatele menționate, sub agitare și la o temperatură între 130°C și 200°C, de preferință, între 165°C și 185°C, mai preferabil, între 170°C și 180°C, a compoziției de aditiv menționată conform oricăreia dintre revendicările de la 1 la 11, bitum și material de umplutură.