

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 813 949**

51 Int. Cl.:

C08L 95/00	(2006.01)
C08K 3/30	(2006.01)
C08L 21/00	(2006.01)
C08K 5/098	(2006.01)
C08L 53/02	(2006.01)
C08K 3/011	(2008.01)
C08K 5/00	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.12.2012 PCT/EP2012/075861**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **27.06.2013 WO13092531**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.12.2012 E 12801755 (5)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.06.2020 EP 2794762**

54 Título: **Procedimiento de producción de una composición reticulada de betún/polímero con reducción de emisiones de H₂S**

30 Prioridad:

20.12.2011 FR 1161986

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
25.03.2021

73 Titular/es:

**TOTAL MARKETING SERVICES (100.0%)
24 Cours Michelet
92800 Puteaux, FR**

72 Inventor/es:

SCHROEDER, SOENKE

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 813 949 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de producción de una composición reticulada de betún/polímero con reducción de emisiones de H₂S

Campo técnico

5 La presente invención se refiere al campo de las composiciones reticuladas de betún/polímero. Más específicamente, se refiere a un procedimiento para la producción de una composición reticulada de betún/polímero con una reducción de las emisiones de sulfuro de hidrógeno (H₂S)

La invención se refiere igualmente a una unidad de producción para la realización de dicho procedimiento.

Técnica anterior

10 La utilización de betún en la fabricación de materiales para aplicaciones en carreteras e industriales se conoce desde hace tiempo: el betún es el principal aglutinante hidrocarbonado utilizado en el campo de la construcción de carreteras o de la ingeniería civil. Para poderlo utilizar como aglutinante en estas diferentes aplicaciones, el betún debe presentar ciertas propiedades mecánicas y principalmente propiedades elásticas o cohesivas. Las propiedades mecánicas de las composiciones bituminosas se determinan por ensayos normalizados de las diferentes características mecánicas, tales como la temperatura de reblandecimiento, la penetrabilidad y las características reológicas de tracción determinadas.

15 En general, los betunes convencionales no presentan simultáneamente el conjunto de cualidades requeridas y desde hace tiempo se sabe que la adición de polímeros variados a estos betunes convencionales permite modificar favorablemente sus propiedades mecánicas y formar composiciones de betún-polímero que tienen cualidades mecánicas mejoradas en comparación con las de los betunes solos.

20 Los polímeros que se pueden añadir a los betunes son más frecuentemente elastómeros. Entre los polímeros añadidos a los betunes, los copolímeros estadísticos o secuenciados de un hidrocarburo monovinil-aromático y de un dieno conjugado, y principalmente de estireno y butadieno o de estireno e isopreno, son particularmente eficaces por que se disuelven muy fácilmente en los betunes y les confieren excelentes propiedades mecánicas y dinámicas y principalmente muy buenas propiedades de viscoelasticidad.

25 Se sabe también que la estabilidad de las composiciones de betún/polímero se puede mejorar por acoplamiento químico del polímero al betún, permitiendo esta mejora además ampliar el campo de utilización de las composiciones de betún-polímero. El acoplamiento químico del polímero al betún consiste en reticular el polímero por medio de un agente de reticulación, habitualmente un compuesto donador de azufre. Las composiciones de betún-polímero para las cuales un copolímero estadístico o secuenciado de estireno y un dieno conjugado, tal como butadieno o isopreno, se acopla al betún se pueden preparar recurriendo a los procedimientos descritos en los documentos FR-A-2376188, FR-A-2429241, FR-A-2528439 y EP- A-0360656.

30 En estos procedimientos, la fuente de azufre consiste en azufre químicamente no unido (FR-A-2376188 y FR-A-2429241), en un polisulfuro (FR-A-2528439) o en un acelerador de vulcanización donador de azufre utilizado solo o en asociación con azufre químicamente no unido y/o un polisulfuro o un acelerador de vulcanización no donador de azufre (EP-A-0360656).

35 Las composiciones reticuladas de betún/polímero así obtenidas son conocidas por el acrónimo inglés «PmB», para betún modificado con polímero o «PmA» para asfalto modificado con polímero. La reticulación de las composiciones de betún/polímero les confiere muy buenas propiedades en términos de estabilidad al almacenamiento, cohesión, capacidad de alargamiento y resistencia al envejecimiento.

40 Sin embargo, la utilización de agente de reticulación donador de azufre, en particular, la utilización de azufre elemental para la etapa de reticulación induce una importante emisión de sulfuro de hidrógeno, de fórmula H₂S, durante el procedimiento de producción de los PmB. El sulfuro de hidrógeno (H₂S) es un gas incoloro y tóxico, que presenta un olor característico a muy baja concentración. En las unidades de producción de PmB, la concentración de H₂S liberado durante la fabricación de una composición reticulada de betún/polímero es particularmente importante. El desprendimiento de H₂S es mucho más importante para las composiciones reticuladas de betún/polímero que para las bases de betún desprovistas de agente de reticulación. Por razones de seguridad y restricciones medioambientales, la reducción o incluso la supresión de las emisiones de sulfuro de hidrógeno durante la producción de PmB constituye un objetivo industrial crucial.

45 En la bibliografía se han propuesto soluciones para reducir las emisiones de sulfuro de hidrógeno durante la fabricación de PmB. En particular, para remediar este inconveniente se ha propuesto la adición de un agente capaz de atrapar el sulfuro de hidrógeno (H₂S) durante la reticulación de composiciones de betún/polímero. Como ejemplo, se pueden citar las sales metálicas orgánicas o inorgánicas descritas en la solicitud internacional WO2005065177 como agentes capaces de atrapar el H₂S. El procedimiento aplicado para reducir el desprendimiento de H₂S consiste en introducir en

un reactor que contiene una composición de betún/polímero previamente mezclados, una sal metálica orgánica o inorgánica disuelta en betún. La sal metálica añadida en masa al reactor se agita a continuación en el reactor durante la reacción de reticulación.

5 El documento «*Plant for modified bitumen production consisting of one skid structure*», ELSAMEX Internacional, 2007-11-19- [en línea - descargado el 2012-08-17], descargado de <www.elsamexinternacional.com/econtent/Library/Images/Polymer.pdf> describe una instalación para la producción de una composición reticulada de betún/polímero.

10 J. GARCÍA, «*Sulfa-Check, Hydrogen Sulfide Abatement*», Crude Oil Quality Group Conference, 2005-09-29 [en línea - descargado el 2012-08-17], descargado de <www.coqa-inc.org/20050929nalco.pdf> describe un procedimiento para tratamiento del petróleo para extraer sulfuro de hidrógeno H₂S por medio de un eliminador de sulfuro de hidrógeno a base de amina.

M. NICHOLSON et al., «*Hydrogen Sulfide in Petroleum*», 2009-06-17 [en línea - descargado el 2012-08-17], descargado de <www.coqa-inc.org/20010531H2S.pdf> es una publicación general sobre el sulfuro de hidrógeno H₂S en productos petrolíferos. Este documento describe varias familias de compuestos útiles como eliminador de sulfuro de hidrógeno.

15 El documento US 5,277,250 describe un dispositivo que permite la inyección de productos químicos en oleoductos. Este dispositivo es particularmente adecuado para la industria del petróleo, principalmente para la inyección de eliminadores de sulfuro de hidrógeno de tipo amina.

El documento EP 0 421 683 describe el uso, en un procedimiento de refinación para la preparación de betún, de una sal metálica de un ácido orgánico para reducir el contenido de sulfuro de hidrógeno.

20 **Objeto de la invención**

El objeto de la presente invención es mejorar el procedimiento de producción de una composición reticulada de betún/polímero descrita en la técnica anterior, principalmente en términos de reducción de las emisiones de sulfuro de hidrógeno.

25 Otro objeto consiste en proponer un procedimiento para la producción de una composición reticulada de betún/polímero, adaptado para la producción industrial y que cumpla con los requisitos de seguridad y las limitaciones medioambientales. En particular, el objetivo de la invención es reducir las emisiones de H₂S de una composición reticulada de betún/polímero hasta un nivel aceptable en términos de seguridad y respeto del medio ambiente, en particular reducir la liberación de H₂S durante la carga y/o descarga de dicha composición.

Otro objetivo de la invención es proponer una unidad de producción para la realización de dicho procedimiento.

30 **Breve descripción**

Según la invención, este objetivo se logra por el hecho de que el procedimiento para la producción de una composición reticulada de betún/polímero comprende las siguientes etapas sucesivas:

(i) preparación de una composición reticulada de betún/polímero (PmB) en un reactor y,

35 (ii) transferencia de una cantidad predeterminada de dicha composición desde el reactor a un depósito de almacenamiento y/o directamente a una estación de carga por medio de una tubería de distribución, manteniéndose dicha composición a una temperatura comprendida entre 100°C y 220°C, preferiblemente entre 120°C y 190°C, más preferiblemente entre 140°C y 190°C, incluso más preferiblemente entre 160°C y 190°C, durante dicha transferencia,

40 y por el hecho de que una reducción de las emisiones de sulfuro de hidrógeno (H₂S) se consigue por inyección en línea de una cantidad eficaz de un eliminador de sulfuro de hidrógeno (H₂S) durante la etapa de transferencia (ii), efectuándose dicha inyección por la introducción continua de dicho eliminador de sulfuro de hidrógeno (H₂S) en la tubería de distribución aguas abajo del reactor y aguas arriba del depósito de almacenamiento y de la estación de carga.

En particular, este objetivo se logra por el hecho de que la tubería de distribución comprende una bomba de transferencia capaz de generar un flujo turbulento y por el hecho de que la inyección en línea se realiza aguas arriba de la bomba de transferencia.

45 Según un modo de realización preferido, la relación en masa del eliminador de sulfuro de hidrógeno (H₂S) inyectado en línea con relación a la cantidad predeterminada de la composición reticulada de betún/polímero (PmB) está comprendida entre 0,05% y 0,4%, preferiblemente entre 0,1 y 0,35%, más preferiblemente entre 0,15% y 0,3%.

Según un modo de realización particular, el eliminador de sulfuro de hidrógeno (H₂S) se elige entre sales metálicas orgánicas, sales metálicas inorgánicas y sus mezclas, preferiblemente entre el grupo que consiste en sales metálicas de

carboxilatos, óxidos, naftenato, sulfonato y sus mezclas, más preferiblemente entre las sales metálicas de carboxilatos, en particular carboxilatos de zinc.

5 Según otro modo de realización particular, la transferencia consiste en descargar del reactor la cantidad determinada de composición reticulada de betún/polímero (PmB) en forma de un flujo canalizado por medio de la tubería de distribución. La introducción del eliminador de sulfuro de hidrógeno (H₂S) se realiza desde el inicio de dicho flujo y de forma ininterrumpida hasta el final de dicho flujo.

Según un desarrollo particular de la invención, la preparación de la composición reticulada de betún/polímero (PmB) comprende:

10 - la mezcla en el reactor de 90% a 99,7%, preferiblemente de 94% a 99% en masa de una base de betún y de 0,7% a 10%, preferiblemente de 1% a 6% en masa de un polímero elastomérico, a una temperatura comprendida entre 90°C y 220°C, preferiblemente entre 140°C y 190°C, hasta la obtención de una mezcla homogénea de betún/polímero,

15 - la reticulación de dicha mezcla de betún/polímero por adición de 0,05 a 5% en masa de un agente de reticulación donador de azufre y el calentamiento a una temperatura de reticulación comprendida entre 160°C y 195°C durante al menos 15 minutos, calculándose los porcentajes en masa con relación a la masa total de la composición reticulada de betún/polímero (PmB) así obtenida.

Según otro desarrollo de la invención, el agente de reticulación donador de azufre se elige entre el grupo que consiste en azufre elemental, polisulfuros de hidrocarbilo, aceleradores de vulcanización donadores de azufre y sus mezclas.

Según otro desarrollo de la invención, el polímero elastomérico se elige entre copolímeros estadísticos o secuenciados de un hidrocarburo monovinil-aromático y de un dieno conjugado.

20 Según otro desarrollo, el procedimiento comprende una etapa de introducción de una cantidad eficaz de al menos un aditivo y/o al menos un agente fluidificante y/o al menos un diluyente en la composición reticulada de betún/polímero (PmB) durante la etapa de transferencia, efectuándose dicha introducción por inyección en línea en la tubería de distribución aguas abajo del reactor y aguas arriba del depósito de almacenamiento y de la estación de carga.

25 Según la invención, este objetivo se logra igualmente por una unidad de producción de una composición reticulada de betún/polímero (PmB) para la realización de dicho procedimiento.

La unidad de producción según la invención comprende:

- un reactor equipado con un dispositivo de agitación y medios de calentamiento,

- un depósito de almacenamiento de dicha composición reticulada de betún/polímero (PmB),

30 - una estación de carga destinada a la carga de dicha composición reticulada de betún/polímero (PmB) en al menos una cisterna de un medio de transporte y,

35 - medios de transferencia de dicha composición (PmB) desde el reactor a la estación de carga y/o al depósito de almacenamiento. La unidad comprende además un depósito destinado a contener un eliminador de H₂S. Los medios de transferencia comprenden una tubería de distribución provista de una bomba de transferencia capaz de generar un flujo turbulento. El depósito de eliminador de H₂S está conectado a la tubería de distribución por fijación de una conexión aguas arriba del reactor y aguas abajo de la bomba de transferencia.

Según un desarrollo particular, la bomba de transferencia es una bomba de extracción equipada con al menos un filtro.

Según otro desarrollo particular, una bomba dosificadora está montada sobre la conexión a la salida del depósito antes de la fijación sobre la tubería de distribución.

Descripción detallada

40 Otras ventajas y características surgirán más claramente de la descripción siguiente. Los modos particulares de realización de la invención se dan como ejemplos no limitativos y se representan en el único dibujo adjunto en el que la figura 1 representa esquemáticamente una unidad de producción de una composición reticulada de betún/polímero según un modo de realización particular de la invención.

45 La presente invención consiste en producir una composición reticulada de betún/polímero (PmB) con una reducción de emisiones de sulfuro de hidrógeno (H₂S). En relación con la higiene, seguridad y medio ambiente, el Ministerio de Trabajo francés impone normas sobre la exposición de un individuo a ciertos compuestos. En particular, este Ministerio ha definido un valor límite de exposición (VLE) y un valor medio de exposición (VME) para cada uno de estos compuestos. Respecto a la exposición al sulfuro de hidrógeno (H₂S), el Ministerio de Trabajo francés ha fijado el VLE en

ES 2 813 949 T3

15 mg/m³ es decir 10 ppm de H₂S y el VME en 7,5 mg/m³ es decir 5 ppm de H₂S (valor calculado durante 8 h). El criterio de aceptabilidad de las concentraciones de H₂S emitido durante la carga y/o descarga de PmB se basa, en particular, en estos valores VLE y VME de referencia.

5 En el resto de la descripción, por razones de claridad, utilizaremos el acrónimo PmB y la fórmula química H₂S con referencia, respectivamente, a una composición reticulada de betún/polímero y al sulfuro de hidrógeno.

10 En el marco de los procedimientos de producción de PmB que utilizan un agente capaz de neutralizar el sulfuro de hidrógeno (H₂S), la sociedad solicitante ha descubierto que el modo de introducción de dicho agente tiene un efecto sorprendente sobre la emisión de H₂S durante la carga y/o descarga del PmB. Más particularmente, se ha descubierto que la introducción de dicho agente por inyección en línea permite reducir de manera importante las emisiones de H₂S, en comparación con la introducción en masa practicada según la técnica anterior.

Según un modo de realización particular representado en la figura 1, una unidad de producción de una composición reticulada de betún/polímero (PmB) comprende al menos un reactor 1, un depósito de almacenamiento 2 del PmB, una estación de carga 3 destinada a la carga de dicho PmB en al menos una cisterna 4 de un medio de transporte 5, usualmente, un camión cisterna o un vagón cisterna.

15 El reactor 1 tiene una capacidad comprendida preferiblemente entre 20 y 60 toneladas, más preferiblemente entre 25 y 55 toneladas.

El depósito de almacenamiento 2 tiene una capacidad comprendida preferiblemente entre 20 y 300 toneladas, más preferiblemente entre 100 y 200 toneladas.

20 La capacidad de la cisterna 4 de un camión cisterna 5 está comprendida habitualmente entre 10 y 40 toneladas, habitualmente, entre aproximadamente 25 a 26 toneladas.

La estación de carga 3 está equipada con una pasarela (no representada) sobre la que el conductor debe subir con el fin de acceder a la cisterna 4. El PmB se carga en la cisterna 4 según cualquier procedimiento conocido, por ejemplo, por gravedad cuando la estación de carga 3 está situada cerca o debajo del depósito de almacenamiento 2 o, por bombeo cuando la estación está lejos del depósito de almacenamiento 2.

25 La unidad de producción comprende igualmente un depósito 6 destinado a contener un agente capaz de neutralizar el sulfuro de hidrógeno (H₂S). Se entiende por agente capaz de neutralizar el sulfuro de hidrógeno (H₂S), un compuesto o una mezcla de compuestos que en presencia de H₂S se asocia con este último para capturarlo y/o atraparlo, reduciendo o suprimiendo así la emisión y/o la liberación de H₂S, a las temperaturas de almacenamiento, de transferencia y de transporte de los PmB.

30 El intervalo de temperaturas de almacenamiento, de transferencia y de transporte es determinado por la necesidad de mantener un producto líquido y bombeable. El intervalo de temperaturas se fija en aproximadamente 110°C por encima de la temperatura del anillo y la bola para los betunes modificados. Además, es igualmente preferible poder suministrar productos que tengan una temperatura próxima a las temperaturas de utilización en sus aplicaciones en carreteras o industriales. Las temperaturas de almacenamiento, de transferencia y de transporte de los PmB están comprendidas entre 100°C y 220°C, preferiblemente entre 120°C y 190°C, más preferiblemente entre 140°C y 190°C, incluso más preferiblemente entre 160°C y 190°C.

Por razones de simplificación, el término eliminador se utilizará en el resto de la descripción para nombrar al agente capaz de neutralizar el H₂S.

40 La utilización de un eliminador de H₂S permite reducir significativamente, o ventajosamente suprimir, el desprendimiento de H₂S durante la carga y/o descarga de la composición reticulada de betún/polímero en camiones cisterna 5. El depósito 6 tiene capacidad suficiente para proporcionar al menos la cantidad eficaz de eliminador para reducir o suprimir el H₂S. La cantidad eficaz de eliminador de H₂S está comprendida habitualmente entre 20 y 210 kg, preferiblemente entre 50 y 165 kg.

45 Según un modo de realización preferido, el eliminador de H₂S se elige entre sales metálicas orgánicas, sales metálicas inorgánicas y sus mezclas. En efecto, las sales metálicas orgánicas e inorgánicas han demostrado ser eliminadores de H₂S particularmente eficaces para reducir las emisiones de H₂S durante la producción de PmB, principalmente en el marco de un procedimiento de producción que realiza una introducción de dicho eliminador por inyección en línea.

50 Los eliminadores de H₂S preferidos son sales metálicas orgánicas y sales metálicas inorgánicas de hierro o zinc, preferiblemente de zinc. El eliminador de H₂S se selecciona preferiblemente entre el grupo que consiste en sales metálicas de carboxilatos, óxidos, naftenatos, sulfonatos y sus mezclas. Como ejemplo, se pueden citar estearato de zinc, octanoato de zinc, octoato de zinc (bis(2-etilhexanoato) de zinc), óxido de zinc, sulfonato de zinc, naftenato de

ES 2 813 949 T3

hierro y sus mezclas. El eliminador de H₂S se elige más preferiblemente entre sales metálicas de carboxilatos, ventajosamente carboxilatos de zinc.

En función de la importancia de la producción de PmB, la unidad de producción puede comprender varios reactores 1, depósitos de almacenamiento 2 y/o estaciones de carga 3.

5 Una composición reticulada de betún/polímero (PmB) se prepara inicialmente, según cualquier procedimiento conocido, en el reactor 1 provisto de un dispositivo de agitación y de medios de calentamiento (no representados).

10 Medios de transferencia 7 permiten descargar una cantidad determinada de composición reticulada de betún/polímero (PmB) del reactor 1, en forma de un flujo de PmB mantenido a una temperatura comprendida entre 100°C y 220°C, preferiblemente entre 120°C y 190°C, más preferiblemente entre 140°C y 190°C, incluso más preferiblemente entre 160°C y 190°C.

El flujo de PmB es canalizado por los medios de transferencia 7 para transferir la cantidad predeterminada de PmB desde el reactor 1 a un depósito de almacenamiento 2 y/o directamente a la estación de carga 3.

15 Los medios de transferencia 7 comprenden al menos una tubería de distribución 8 provista de una bomba de transferencia 9 capaz de generar un flujo turbulento. Se entiende por flujo turbulento, un flujo cuyos vectores de velocidades instantáneas son desiguales (diferentes en dirección, sentido, intensidad), formando así remolinos. Generalmente, el flujo turbulento del mismo modo que el flujo laminar donde todos los vectores son paralelos induce un aumento de la viscosidad del fluido.

La bomba de transferencia 9 es ventajosamente una bomba de extracción equipada con al menos un filtro.

20 La tubería de distribución 8 está dispuesta de manera que permita la transferencia del PmB a la estación de carga 3 y/o al depósito de almacenamiento 2. La tubería de distribución 8 se utiliza igualmente para descargar una cantidad determinada de PmB del depósito de almacenamiento 2 a la estación de carga 3. En este caso, el flujo de PmB está representado por la flecha discontinua en la figura 1.

La cantidad determinada de PmB corresponde a la cantidad de PmB que se ha de transferir y dependerá principalmente de la capacidad de la cisterna 4 y/o del depósito de almacenamiento 2.

25 El depósito 6 del eliminador de H₂S está conectado a la tubería de distribución 8 por fijación de una conexión 10 aguas arriba del reactor 1 y aguas abajo de la bomba de transferencia 9. Los términos aguas arriba y aguas abajo se definen con relación al sentido de flujo del PmB representado por las flechas continuas en la figura 1.

La tubería de distribución 8 puede comprender ventajosamente una o varias válvulas y/o intercambiadores térmicos que permiten regular el flujo de PmB.

30 Una bomba dosificadora 13 está montada preferiblemente sobre la conexión 10 a la salida del depósito 6 antes de la fijación en la tubería de distribución 8 para permitir que se regule la introducción del eliminador de H₂S en línea.

Como se representa en la figura 1, la tubería de distribución 8 puede estar equipada de una o varias electroválvulas 11 y/o uno o varios intercambiadores térmicos 12 que pueden ser accionados individualmente.

35 La tubería de distribución 8 presenta una unión 14 que separa la tubería de distribución 8 en una primera conexión 15 que permite conectar el reactor 1 con al menos un depósito de almacenamiento 2 y una segunda conexión 16 que permite conectar el reactor 1 con la estación de carga 3. La bomba de transferencia 9 está situada en la tubería de distribución 8 aguas arriba de la unión 14.

40 La unidad de producción comprende preferiblemente un dispositivo de control del caudal del flujo y de la temperatura del PmB y del eliminador de H₂S. El dispositivo de control comprende, en particular, un sistema mecánico y/o electrónico capaz de accionar las válvulas 11, los intercambiadores térmicos 12 y/o la bomba dosificadora 13. El dispositivo de control permite así programar las condiciones de transferencia del PmB desde el reactor 1 al depósito de almacenamiento 2 y/o desde el reactor 1 a la estación de carga 3 y/o desde el depósito de almacenamiento 2 a la estación de carga 3. Además, el dispositivo de control permite principalmente aplicar las instrucciones específicas de temperatura y cantidad de eliminador H₂S que se ha de inyectar en línea según la cantidad predeterminada de PmB que se ha de transferir, la naturaleza del eliminador de H₂S y del PmB.

45 Según un modo de realización preferido, la preparación del PmB comprende la mezcla en el reactor 1 de una base de betún y un polímero elastomérico a una temperatura comprendida entre 90°C y 220°C, preferiblemente entre 140°C y 190°C, más preferiblemente entre 170°C y 190°C.

La base de betún utilizada en el procedimiento de la invención comprende uno o varios betunes procedentes de diferentes orígenes. Se pueden citar en primer lugar los betunes de origen natural, los contenidos en yacimientos de betún natural, de asfalto natural o arenas bituminosas.

5 Los betunes pueden ser un betún procedente del refino de petróleo crudo. Los betunes provienen de la destilación atmosférica y/o al vacío del petróleo. Estos betunes pueden ser opcionalmente soplados, viscorreducidos y/o desasfaltados. Los betunes pueden ser de grado duro o de grado suave. Los diferentes betunes obtenidos por los procedimientos de refino se pueden combinar entre sí para obtener el mejor compromiso técnico. Los betunes utilizados pueden ser igualmente betunes fluidificados por adición de disolventes volátiles, agentes fluidificantes de origen petrolífero, agentes fluidificantes carboquímicos y/o agentes fluidificantes de origen vegetal.

10 Los betunes se eligen ventajosamente entre los betunes para carreteras de las clases 10/20 a 160/220 y los betunes especiales de todas las clases.

Las proporciones preferidas de la base de betún presente en la mezcla de betún/polímero representan entre 90% y 99,3% en masa, preferiblemente entre 94% y 99% en masa. Los porcentajes en masa se calculan con relación a la masa total de la mezcla de polímero/betún.

15 Los polímeros elastoméricos utilizables en el procedimiento según la invención son los polímeros que pueden ser reticulados de manera que formen un retículo que mejore las propiedades reológicas de la mezcla de betún/polímero. Se pueden citar, como ejemplo, polibutadienos, poliisoprenos, cauchos de butilo, poliacrilatos, polimetacrilatos, policloroprenos, polinorbornenos, polibutenos, poliisobutenos, poliolefinas tales como polietilenos o polietilenos de alta densidad, polipropilenos, copolímeros de etileno y acetato de vinilo, copolímeros de etileno y acrilato de metilo, 20 copolímeros de etileno y acrilato de butilo, copolímeros de etileno y anhídrido maleico, copolímeros de etileno y metacrilato de glicidilo, copolímeros de etileno y acrilato de glicidilo, copolímeros de etileno y propeno, terpolímeros de etileno/propeno/dieno (EPDM), terpolímeros de acrilonitrilo/butadieno/estireno (ABS), terpolímeros de etileno/acrilato o metacrilato de alquilo/acrilato o metacrilato de glicidilo y principalmente terpolímero de etileno/acrilato de metilo/metacrilato de glicidilo y terpolímeros de etileno/acrilato o metacrilato de alquilo/anhídrido maleico y 25 principalmente el terpolímero de etileno/acrilato de butilo/anhídrido maleico. Los polímeros pueden ser igualmente los polímeros descritos en las patentes EP-A-1572807, EP-A-0837909 y EP-A-1576058 de la sociedad solicitante.

El polímero elastomérico se elige ventajosamente entre copolímeros estadísticos o secuenciados de estireno y un dieno conjugado, tal como butadieno, isopreno, cloropreno, butadieno carboxilado, isopreno carboxilado y, más 30 particularmente, consiste en uno o varios copolímeros elegidos entre copolímeros secuenciados, con o sin bisagra estadística, de estireno y butadieno, de estireno e isopreno, de estireno y cloropreno, de estireno y butadieno carboxilado o incluso de estireno e isopreno carboxilado.

El copolímero de estireno y dieno conjugado, y en particular cada uno de los copolímeros antes citados, posee ventajosamente un contenido ponderal de estireno que varía de 5% a 50% con relación al copolímero. La masa 35 molecular media en peso del copolímero de estireno y dieno conjugado, y principalmente la de los copolímeros mencionados anteriormente, puede estar comprendida, por ejemplo, entre 10.000 y 600.000 daltones y se encuentra preferiblemente entre 30.000 y 400.000 daltones.

Un polímero preferido es un copolímero a base de restos de butadieno y de restos de estireno, tal como el copolímero de bloques de estireno/butadieno SB o el copolímero de bloques de estireno/butadieno/estireno SBS.

40 Las proporciones preferidas del polímero elastomérico presente en la mezcla de betún/polímero representan entre 0,7% y 10% en masa, preferiblemente entre 1 y 6% en masa. Los porcentajes en masa se calculan con relación a la masa total de la mezcla de polímero/betún.

La mezcla de betún/polímero así formada se mantiene a esta temperatura con agitación hasta la obtención de una mezcla homogénea de betún/polímero. La duración de esta etapa depende de varios factores, principalmente, de la 45 masa molecular del polímero elastomérico que se ha de disolver en la base de betún y de la composición química inicial de la base de betún.

A continuación se añade un agente de reticulación donador de azufre a la mezcla de betún/polímero que provoca la reticulación del polímero elastomérico en el seno de la matriz de betún.

La reticulación de la mezcla de betún/polímero se realiza con agitación, por calentamiento a una temperatura de reticulación comprendida entre 160 y 195°C durante al menos 15 minutos.

50 La cantidad de agente de reticulación donador de azufre está comprendida preferiblemente entre 0,05% y 5% en masa, más preferiblemente entre 0,05 y 0,5% en masa. Los porcentajes en masa se calculan con relación a la masa total de la composición reticulada de betún/polímero (PmB).

El agente de reticulación donador de azufre se elige ventajosamente entre el grupo que consiste en azufre elemental, polisulfuros de hidrocarbilo, aceleradores de vulcanización donadores de azufre y sus mezclas.

5 El azufre elemental capaz de ser utilizado para constituir, en parte o en su totalidad, el agente de reticulación es ventajosamente azufre en flor y, preferiblemente, azufre cristalizado en la forma ortorrómbica y conocido con el nombre de azufre alfa.

Los polisulfuros de hidrocarbilo capaces de ser empleado para formar parte o la totalidad del agente de reticulación se pueden elegir entre los que están definidos en la solicitud de patente FR-A-2528439.

10 Los aceleradores de vulcanización donadores de azufre se pueden elegir entre mercaptobenzotiazol (MBT), tiurams, polisulfuros de tiuram, disulfuros de alquifenoles, disulfuros, ditiocarbamatos y sus derivados. Para más detalles sobre los aceleradores de vulcanización utilizables como o en la constitución del agente de reticulación, se puede hacer referencia, como ejemplo, a los documentos citados EP-A-0360656, EP-A-0409683 y EP-A-0582703 cuyo contenido se incorpora a la presente descripción como referencia, así como el contenido del documento citado FR-A-2528439.

Para esta etapa de preparación del PmB, la base de betún, el polímero y el agente de reticulación se introducen sucesiva o simultáneamente en el reactor 1 por una o varias entradas 17 situadas aguas arriba del reactor 1.

15 El PmB así preparado se puede transferir a continuación desde el reactor 1 a un depósito de almacenamiento 2 y/o directamente a una estación de carga 3 por medio de la tubería de distribución 8. La transferencia está destinada a llenar uno o varios depósitos de almacenamiento 2 y/o uno o varios camiones cisterna 5. La carga del PmB en un camión cisterna 5 se realiza habitualmente por la parte superior 18 de la cisterna 4.

20 Durante la transferencia, el PmB se mantiene a una temperatura comprendida entre 100°C y 220°C, preferiblemente entre 120°C y 190°C, más preferiblemente entre 140°C y 190°C, incluso más preferiblemente entre 160°C y 190°C.

La reducción de las emisiones de sulfuro de hidrógeno (H₂S) se realiza por inyección en línea de una cantidad eficaz de un eliminador de H₂S, durante la etapa de transferencia de una cantidad predeterminada de la composición reticulada de betún/polímero (PmB).

25 La inyección en línea se efectúa por introducción continua de dicho eliminador de H₂S en la tubería de distribución 8 aguas abajo del reactor 1 y aguas arriba del depósito de almacenamiento 2 y de la estación de carga 3.

Además, la inyección en línea se efectúa ventajosamente aguas arriba de la bomba de transferencia 9 de manera que se introduzca el eliminador de H₂S bajo un régimen turbulento y mejore su reactividad.

30 La introducción del eliminador de H₂S se realiza, ventajosamente, desde el inicio del flujo y de manera ininterrumpida hasta el final del flujo. Para hacer esto, se acciona la bomba dosificadora 13 y luego se detiene al mismo tiempo que la bomba de transferencia 9, respectivamente, al inicio y al final de la transferencia. El eliminador de H₂S se introduce preferiblemente en la tubería de distribución 8 por medio de la conexión 10 antes de la bomba de transferencia 9 para favorecer el mezclamiento del eliminador de H₂S en el PmB.

35 Con el fin de garantizar el tratamiento continuo de H₂S sobre todo el flujo, la bomba dosificadora 13 se acciona, de preferencia, ligeramente antes de la bomba de transferencia 9 al comienzo de la transferencia y luego se detiene ligeramente después de la bomba de transferencia 9 al final del tratamiento.

40 La cantidad de eliminador de H₂S que se ha de inyectar en línea se calcula previamente en función de la cantidad de la composición reticulada de betún/polímero (PmB) que se ha de descargar del reactor 1 al depósito de almacenamiento 2 y/o a la estación de carga 3. Un esquema de supervisión de las transferencias de PmB hacia el o los depósitos de almacenamiento 2 y/o hacia la o las estaciones de carga 3 se puede elaborar según cualquier procedimiento conocido. El esquema de supervisión de transferencias de PmB determina, en particular, el caudal del eliminador de H₂S inyectado en línea en función de varios parámetros principalmente la cantidad de PmB transferida, la eficiencia del eliminador de H₂S y la temperatura del flujo de PmB procedente del reactor 1. La temperatura del flujo de PmB tiene principalmente una influencia significativa sobre la cantidad de H₂S emitido, produciendo una temperatura más elevada una mayor emisión de H₂S.

45 La relación en masa del eliminador de H₂S inyectado en línea con relación a la cantidad predeterminada de composición reticulada de betún/polímero (PmB) está comprendida ventajosamente entre 0,10% y 0,35%, preferiblemente entre 0,2 y 0,3%.

50 Según otro modo de realización particular, el procedimiento para la producción de una composición reticulada de betún/polímero (PmB) comprende ventajosamente una etapa de introducción de una cantidad eficaz de al menos un aditivo y/o al menos un agente fluidificante y/o al menos un diluyente en la composición reticulada de betún/polímero (PmB) durante la etapa de transferencia. El aditivo y/o el agente fluidificante y/o el diluyente se pueden introducir por separado o simultáneamente por una fijación independiente en la tubería de distribución 8. En cuanto al eliminador de

H₂S, la introducción se efectúa por inyección en línea en la tubería de distribución 8 aguas abajo del reactor 1 y, aguas arriba del depósito de almacenamiento 2 y de la estación de carga 3. La inyección en línea del aditivo y/o del agente fluidificante y/o del diluyente se efectúa ventajosamente aguas arriba de la bomba de transferencia 9.

5 La unidad de producción comprende, por ejemplo, una fijación suplementaria constituida por un montaje de depósito/bomba/conexión idéntico al de la inyección en línea del eliminador de H₂S (depósito 6/bomba dosificadora 13/conexión 10).

10 Alternativamente, el mismo montaje de depósito 6/bomba dosificadora 13/conexión 10 utilizado para introducir el eliminador de H₂S puede servir igualmente para introducir en línea el aditivo y/o el agente fluidificante y/o el diluyente por separado o en mezcla. Una mezcla de aditivo, agente fluidificante, diluyente y/o eliminador de H₂S se puede introducir al mismo tiempo con la condición de que cada uno de los constituyentes de dicha mezcla sea inerte frente a los otros constituyentes de la mezcla. La mezcla del aditivo, el agente fluidificante, el diluyente y/o el eliminador de H₂S se puede realizar según cualquier procedimiento conocido, por ejemplo, por simple adición de los constituyentes de la mezcla al único depósito 6.

15 La cantidad de aditivo y/o agente fluidificante y/o diluyente inyectada en línea depende del uso final del PmB en la instalación y puede variar entre 0,1% y 40%, más particularmente entre 0,1% y 30% en masa con relación al PmB.

Los aditivos seleccionados son los empleados habitualmente para reducir las temperaturas de aplicación y compactación de hormigones asfálticos y asfaltos formulados a partir de estos PmB. La inyección en línea de estos aditivos permite ventajosamente reducir el rechazo de gases de combustión, emisiones de humo y de H₂S.

20 El aditivo se elige preferiblemente entre el grupo que consiste en resinas naturales de origen vegetal, compuestos resinosos a base de aceite de tall en sus diferentes formas (en crudo, ácido graso, ácido de resina o brea), ceras del tipo Fischer-Tropsch, ceras de ésteres de ácido graso de origen sintético, vegetal o fósil y sus mezclas. Para más detalles sobre los compuestos resinosos a base de aceite de tall utilizables como aditivos, se puede hacer referencia, por ejemplo, a la solicitud WO2010/134024 cuyo contenido se incorpora en la presente descripción como referencia.

25 El aditivo se puede seleccionar igualmente para mejorar las propiedades mecánicas, elásticas o reológicas del PmB o para facilitar la realización del PmB. El aditivo se elige ventajosamente entre el grupo constituido por compuestos organogelantes, poliaminas, ácidos fosfóricos, ácidos polifosfóricos, poliolefinas eventualmente sustituidas con un grupo epoxi o ácido carboxílico, derivados de anhídrido succínico y sus mezclas, por ejemplo, el producto de reacción del poliisobutileno de anhídrido succínico y una poliamina. Como ejemplo de compuestos organogelantes, se puede hacer referencia a la solicitud WO2008/107551 cuyo contenido se incorpora en la presente descripción como referencia. Para más detalles sobre los derivados de anhídrido succínico utilizables como aditivo, se puede hacer referencia, por ejemplo, a los documentos citados FR-A-201057845 y PCT/IB2011/054241 cuyo contenido se incorpora en la presente descripción como referencia.

35 El agente fluidificante se elige preferiblemente entre aceites hidrocarbonados que presentan un intervalo de destilación a presión atmosférica determinado según la norma ASTM D 86-67, comprendido entre 100 y 450°C y situado más especialmente entre 150 y 400°C. Este aceite hidrocarbonado que puede ser principalmente una fracción de petróleo de carácter aromático, una fracción de petróleo de carácter nafteno-aromático, una fracción de petróleo de carácter nafteno-parafínico, una fracción de petróleo de carácter parafínico o un aceite de hulla. Este aceite hidrocarbonado es lo suficientemente "pesado" para limitar la evaporación en el momento de su adición al PmB y al mismo tiempo lo suficientemente "ligero" para ser eliminado al máximo después del esparcimiento del PmB que lo contiene, de manera que se encuentren las mismas propiedades mecánicas que habría presentado, después del esparcimiento en caliente, el PmB preparado sin usar agente fluidificante.

40 Se puede utilizar igualmente un fluidificante vegetal o una mezcla de al menos un fluidificante vegetal con al menos un aceite hidrocarbonado de petróleo. Como ejemplo, se puede citar la solicitud WO2008/077888 cuyo contenido se incorpora en la presente descripción como referencia.

45 El diluyente puede ser un betún o una mezcla de betunes tal como se ha descrito anteriormente. En este último caso, el PmB preparado en el reactor 1 es un PmB concentrado destinado a ser diluido.

50 Las composiciones reticuladas de betún/polímero (PmB) obtenidas directamente por el procedimiento de producción según la invención tienen propiedades notables en términos de estabilidad de almacenamiento, cohesión, capacidad de alargamiento y resistencia al envejecimiento, garantizando al mismo tiempo una emisión y una liberación de H₂S reducidas que responden a las exigencias administrativas de seguridad. Las composiciones obtenidas por el procedimiento según la invención son candidatas particularmente adecuadas para la fabricación de aglutinantes bituminosos, que pueden aplicarse tal cual, en forma anhidra, en forma de emulsión o en forma de betunes fluidificados. Estos aglutinantes bituminosos se pueden asociar a continuación mezclados con granulados para fabricar un revestimiento superficial, un hormigón asfáltico en caliente, un hormigón asfáltico en frío, un hormigón asfáltico colado en frío, una grava en emulsión. Las composiciones obtenidas por el procedimiento según la invención se pueden usar

en aplicaciones en carreteras y/o industriales, para fabricar una capa de rodamiento, un revestimiento impermeabilizante, una membrana o una capa de impregnación.

Ejemplos

Procedimiento para la producción de una composición reticulada de betún/polímero según la técnica anterior T₁ (control)

Se prepara una composición reticulada de betún/polímero de control T₁ según un procedimiento de producción en el que el eliminador de H₂S se introduce en masa en un reactor 1 equipado con un dispositivo de agitación y medios de calentamiento antes de la etapa de transferencia.

El procedimiento de producción comprende una primera etapa para la preparación de 52 toneladas de una composición reticulada de betún/polímero de clase 25/55-60 (según la norma EN 14023) en un reactor que tiene una capacidad de aproximadamente 52 toneladas.

- Primera etapa: preparación de una composición reticulada de betún/polímero

Se introducen en el reactor:

- 95% en masa de un betún de destilación directa con penetrabilidad 40 1/10 mm según la norma NF EN 1426:

- 5% en masa de un copolímero secuenciado de estireno/butadieno, con 25% en peso de estireno y 75% en peso de butadieno, que tiene una masa molecular en peso, Mw de 128.000 daltones.

La mezcla se agita a alta intensidad, es decir a una alta tasa de cizallamiento para obtener una mezcla homogénea a escala de micrómetros y se calienta a 185°C durante aproximadamente 4 horas.

Se añade a continuación 0,13% en masa de azufre (azufre en flor).

La mezcla se agita a baja intensidad y se calienta a 190°C durante 45 min.

- Segunda etapa: tratamiento de emisiones de H₂S y operación de transferencia

La segunda etapa consiste en añadir 2000 ppm de octoato de zinc que contiene 23% de zinc (eliminador). El octoato de zinc líquido se introduce en masa en el reactor 1 y luego la mezcla se agita manteniendo la temperatura a 190°C durante 4 horas. El porcentaje de eliminador se calcula con relación a las 52 toneladas de la composición reticulada de betún/polímero procedente de la primera etapa.

Las cantidades utilizadas son las siguientes: 49,3324 toneladas de betún, 2,6 toneladas de copolímero secuenciado de estireno/butadieno, 0,0676 toneladas de azufre y 120 litros, es decir aproximadamente 2000 ppm, de eliminador.

Las 52 toneladas de composiciones reticuladas de betún/polímero así tratadas por el eliminador se transfieren directamente a la estación de carga 3, para cargar dos camiones cisterna 5 que tienen una capacidad de 26 m³ por portador. La carga en el camión cisterna 5 se realiza habitualmente por la parte superior 18 de la cisterna 4 por medio de un brazo de carga (no representado). El tiempo de carga es aproximadamente 30 min.

Procedimiento para la producción de composiciones reticuladas de betún/polímero C₁ y C₂ según la invención

Se preparan dos composiciones reticuladas de betún/polímero según la invención, C₁ y C₂, según un procedimiento de producción en el que el eliminador de H₂S se inyecta en línea en la tubería de distribución aguas abajo del reactor 1 y aguas arriba de la bomba de transferencia 9.

Las composiciones reticuladas de betún/polímero según la invención, C₁ y C₂, se preparan según un procedimiento idéntico a la composición de control T₁ con la excepción en la segunda etapa, de los valores en porcentaje de eliminador de H₂S y, específicamente para la composición C₂, de la naturaleza del betún usado.

- Segunda etapa: tratamiento de las emisiones de H₂S y operación de transferencia

La segunda etapa consiste en añadir el eliminador por inyección en línea de dicho eliminador aguas abajo del reactor 1, es decir al nivel de la salida del reactor 1, por medio de una bomba dosificadora 13 y aguas arriba de la bomba de transferencia 9. El eliminador almacenado en un depósito 6 se inyecta por medio de un tubo de inyección biselado. La bomba dosificadora 13 se programa en función del caudal del flujo de la composición reticulada de betún/polímero procedente de la primera etapa, para inyectar de manera continua en el flujo de PmB una cantidad apropiada de eliminador. La temperatura de la composición reticulada de betún/polímero en la tubería de distribución a la salida del reactor 1 es aproximadamente 177°C.

Ejemplo 1:

- primera etapa: preparación de una composición reticulada de betún/polímero de clase 25/55-60 (según la norma EN 14023) a partir de un betún de destilación directa con penetrabilidad 40 1/10 mm según la norma NF EN 1426,

5 - segunda etapa: tratamiento de la emisión de H₂S por inyección en línea de 2900 ppm de octoato de zinc (eliminador).

Ejemplo 2

- primera etapa: preparación de una composición reticulada de betún/polímero de clase 25/25-65 (según la norma EN 14023) a partir de betún de destilación directa con penetrabilidad 60 1/10 mm según la norma NF EN 1426,

10 - segunda etapa: tratamiento de la emisión de H₂S por inyección en línea de 2500 ppm de octoato de zinc (eliminador).

Como para T₁, las composiciones reticuladas de betún/polímero C₁ y C₂ son transferidas directamente a la estación de carga 3, para cargar dos camiones cisterna 5 que tienen una capacidad de 26 m³ por portador.

Medición de las emisiones de H₂S

15 Para cada composición reticulada de betún/polímero, T₁, C₁ y C₂, contenida en un camión cisterna 5, se tomaron muestras en la fase líquida y en la fase gaseosa (cielo de la cisterna 4) durante la carga y luego la descarga (transvase) del PmB después de haber recorrido aproximadamente 200 km, con un trayecto principalmente por autopista.

20 Para los muestreos en la fase líquida, las muestras se tomaron por tanto a la temperatura del betún cargado, es decir, próxima a 170°C y a la temperatura del betún descargado superior a 160°C. Las muestras se analizaron por borboteo de nitrógeno en la composición reticulada de betún/polímero (PmB) seguido por una medición del nivel de H₂S atrapado en el nitrógeno por medio de un detector de gas del tipo tubo Draeger.

Para la fase gaseosa, un método rápido es la dosimetría colorimétrica que utiliza una bomba de muestreo y tubos colorimétricos de tipo Gastec, comercializados por la sociedad GASTEC. Las tomas de muestras se efectuaron aproximadamente a 50 cm en el cielo gaseoso de la cisterna 4 del camión cisterna 5.

25 Los resultados se recogen en la Tabla I siguiente y corresponden, para cada composición T₁, C₁ y C₂, a los valores medios obtenidos para las tomas de muestras de dos camiones cisterna 5.

Tabla I

Referencia	Carga		Descarga	
	H ₂ S en la fase líquida (ppm)	H ₂ S en la fase gaseosa (ppm)*	H ₂ S en la fase líquida (ppm)	H ₂ S en la fase gaseosa (ppm)*
T ₁	73	380	81	1500
C ₁	<10	37	<<10	<2
C ₂	<1	<1	<1	1,5

* toma de muestra efectuada al final de la carga o antes del transvase

30 Los resultados muestran que las emisiones de H₂S son reducidas eficazmente por el procedimiento de producción según la invención. En efecto, en comparación con la composición de control T₁, las composiciones C₁ y C₂ emiten claramente menos H₂S. En particular, las emisiones de H₂S para C₁ y C₂ son inferiores a 10 ppm en la fase líquida. La composición C₂ es particularmente poco emisora de H₂S con una emisión en fase gaseosa y líquida inferior a 5 ppm, ya sea en la carga o en la descarga del camión cisterna 5.

35 La presente invención no se limita a los ejemplos descritos. En particular, la preparación del PmB se puede realizar por medio de varios reactores dispuestos según cualquier procedimiento conocido para permitir la circulación de los productos contenidos en dichos reactores en cualquier etapa de la preparación del PmB. Uno de los reactores puede servir, por ejemplo, como bandeja de maduración. La unidad de producción puede comprender ventajosamente dos

reactores unidos entre sí por una canalización equipada con un mezclador, por ejemplo, un molino coloidal de tipo Siefert y dispuestos según cualquier procedimiento conocido de manera que permita homogeneizar las composiciones de betún/polímero y reticulada de betún/polímero pasando a través de dicho mezclador durante la etapa de preparación del PmB.

- 5 El procedimiento de producción según la invención, así como la unidad de producción para la realización de dicho procedimiento, son notables porque permiten cumplir las exigencias de seguridad y medioambientales en términos de regulación de las emisiones de H₂S. En particular, el procedimiento para la producción de PmB permite lograr ventajosamente una concentración de H₂S inferior o igual a 10 ppm, preferiblemente inferior o igual a 5 ppm.
- 10 El procedimiento de producción, así como la unidad de producción según la invención, permiten disminuir en gran medida los riesgos de exposición de los operarios al H₂S durante la carga y/o descarga de las composiciones reticuladas de betún/polímero en camiones o vagones cisterna.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción de una composición reticulada de betún/polímero con reducción de emisiones de sulfuro de hidrógeno que comprende las etapas sucesivas siguientes:
- (i) preparación de una composición reticulada de betún/polímero (PmB) en un reactor (1) y,
- 5 (ii) transferencia de una cantidad predeterminada de dicha composición desde el reactor (1) a un depósito de almacenamiento (2) y/o directamente a una estación de carga (3) por medio de una tubería de distribución (8), manteniéndose dicha composición (PmB) a una temperatura comprendida entre 100°C y 220°C durante dicha transferencia, realizándose una reducción de las emisiones de sulfuro de hidrógeno (H₂S) por inyección en línea de una cantidad eficaz de un eliminador de sulfuro de hidrógeno (H₂S) durante la etapa de transferencia (ii), efectuándose dicha
- 10 inyección por introducción continua de dicho eliminador de sulfuro de hidrógeno (H₂S) en la tubería de distribución (8) aguas abajo del reactor (1) y aguas arriba del depósito de almacenamiento (2) y de la estación de carga (3).
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que la tubería de distribución (8) comprende una bomba de transferencia (9) capaz de generar un flujo turbulento y por que la inyección en línea se efectúa aguas arriba de la bomba de transferencia (9).
- 15 3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por que el eliminador de sulfuro de hidrógeno (H₂S) se elige entre sales metálicas orgánicas, sales metálicas inorgánicas y sus mezclas.
4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que el eliminador de sulfuro de hidrógeno (H₂S) se elige del grupo que consiste en sales metálicas de carboxilatos, óxidos, naftenatos, sulfonatos y sus mezclas, preferiblemente entre las sales metálicas de carboxilatos.
- 20 5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que la temperatura de la composición reticulada de betún/polímero (PmB) durante la transferencia está comprendida entre 140°C y 190°C.
6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que la transferencia consiste en descargar del reactor (1) la cantidad determinada de composición reticulada de betún/polímero (PmB) en forma de un flujo canalizado por medio de la tubería de distribución (8) y por que la introducción del eliminador de sulfuro de hidrógeno (H₂S) se realiza desde el comienzo de dicho flujo y de manera ininterrumpida hasta el final de dicho flujo.
- 25 7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que la relación en masa del eliminador de sulfuro de hidrógeno (H₂S) inyectado en línea con relación a la cantidad predeterminada de composición reticulada de betún/polímero (PmB) está comprendida entre 0,10% y 0,35%, preferiblemente entre 0,2% y 0,3%.
8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que la preparación de la
- 30 composición reticulada de betún/polímero (PmB) comprende:
- la mezcla en el reactor (1) de 90% a 99,7%, preferiblemente de 94% a 99% en masa de una base de betún y de 0,7% a 10%, preferiblemente de 1% a 6% en masa de un polímero elastomérico, a una temperatura comprendida entre 90°C y 220°C, preferiblemente entre 140°C y 190°C, hasta la obtención de una mezcla homogénea de betún/polímero,
 - la reticulación de dicha mezcla de betún/polímero por adición de 0,05 a 5% en masa de un agente de reticulación donador de azufre y el calentamiento a una temperatura de reticulación comprendida entre 160°C y 195°C durante al menos 15 minutos, calculándose los porcentajes en masa con relación a la masa total de la composición reticulada de betún/polímero (PmB).
- 35 9. Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado por que el agente de reticulación donador de azufre se elige entre el grupo que consiste en azufre elemental, polisulfuros de hidrocarbilo, aceleradores de vulcanización donadores de azufre y sus mezclas.
- 40 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 8 y 9, caracterizado por que el polímero elastomérico se elige entre copolímeros estadísticos o secuenciados de un hidrocarburo monovinil-aromático y de un dieno conjugado.
11. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10, caracterizado por que la cantidad de agente de reticulación donador de azufre está comprendida entre 0,05 y 0,5% en masa con relación a la masa total de la
- 45 composición reticulada de betún/polímero (PmB).
12. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado por que comprende una etapa de introducción de una cantidad eficaz de al menos un aditivo y/o al menos un agente fluidificante y/o al menos un diluyente en la composición reticulada de betún/polímero (PmB) durante la etapa de transferencia y por que dicha introducción se efectúa por inyección en línea en la tubería de distribución (8) aguas abajo del reactor (1) y aguas arriba del depósito de
- 50 almacenamiento (2) y de la estación de carga (3).

13. Unidad para la producción de una composición reticulada de betún/polímero (PmB) para la realización de un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, que comprende:

- un reactor (1) equipado con un dispositivo de agitación y con medios de calentamiento,
- un depósito de almacenamiento (2) de dicha composición reticulada de betún/polímero (PmB),

5 - una estación de carga (3) destinada a la carga de dicha composición reticulada de betún/polímero (PmB) en al menos una cisterna (4) de un medio de transporte (5), y

- medios para la transferencia (7) de dicha composición (PmB) desde el reactor (1) a la estación de carga (3) y/o al depósito de almacenamiento (2),

10 caracterizada por que comprende un depósito (6) destinado a contener un eliminador de H₂S y por que los medios de transferencia (7) comprenden una tubería de distribución (8) equipada con una bomba de transferencia (9) capaz de generar un flujo turbulento y por que el depósito (6) de eliminador de H₂S está conectado a la tubería de distribución (8) por una fijación de una conexión (10) aguas arriba del reactor (1) y aguas abajo de la bomba de transferencia (9).

14. Unidad de producción según la reivindicación 13, caracterizada por que la bomba de transferencia (9) es una bomba de extracción equipada con al menos un filtro.

15 15. Unidad de producción según una de las reivindicaciones 13 y 14, caracterizada por que una bomba dosificadora (13) está montada sobre la conexión (10) a la salida del depósito (6) antes de la fijación en la tubería de distribución (8).

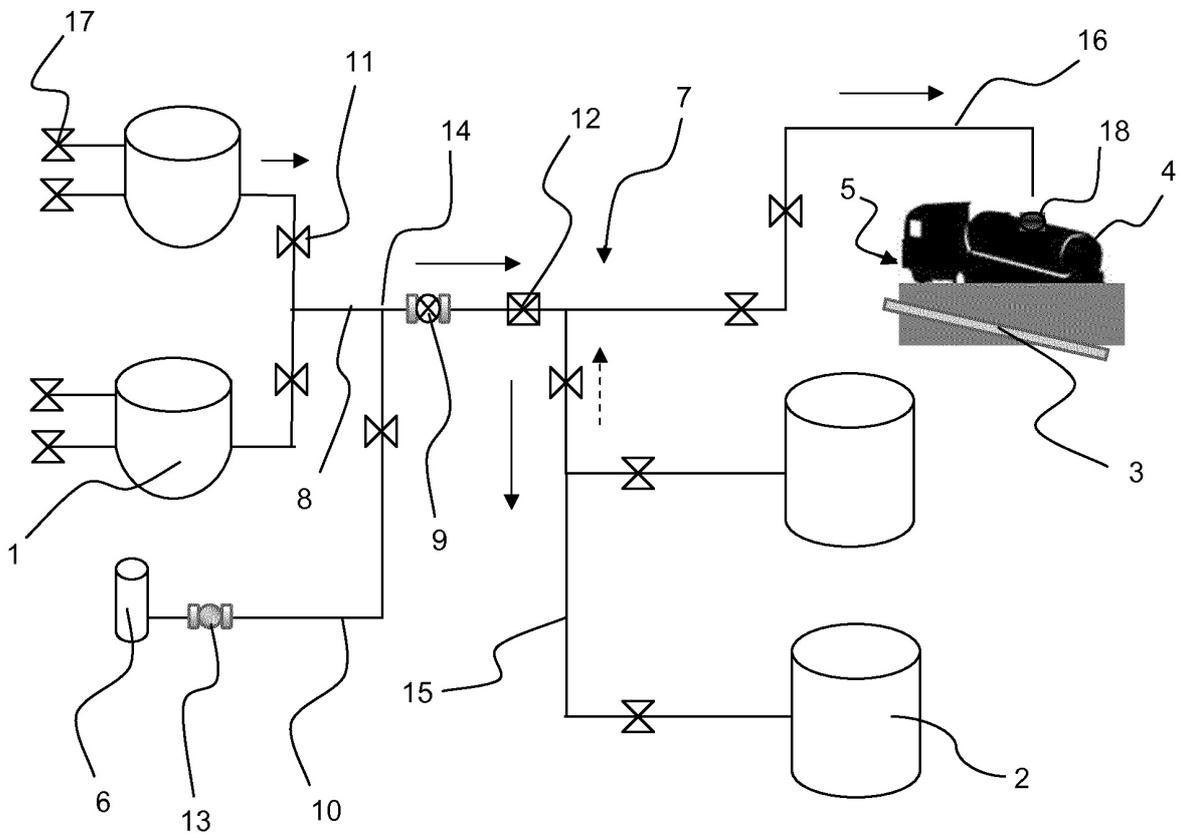


Figura 1