

OCT-365-2013

Piedecuesta, 18 de Octubre de 2013

Señores

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

Atn: Dr. JOSE LUIS SALAZAR LÓPEZ

Director de Nuevas Creaciones

Carrera 13 No.27-00 Pisos 5º y 10º

Tel: 091-5920400

Fax: 091-5870284

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 12-142253- -00003-0000

Fecha: 2013-10-21 16:44:54 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act. 444 RESPUESTAREQUE Folios: 27

ASUNTO: Radicación: 12-142253-2
Trámite: 2
Evento: 1
Actuación: 519
Oficio: 13303

Respetado Dr. Salazar,

Por medio del presente escrito damos respuesta, dentro del término legal, a las distintas observaciones o requerimientos planteados por la Dirección de Nuevas Creaciones, siguiendo el mismo orden que contiene la radicación No. 12- 142253 notificada por lista el 30 de Julio de 2013.

Objeto de la Invención

El objeto de la Invención es modificar un asfalto con un polímero estireno-butadieno-estireno SBS nanocompuesto con nanotubos de carbono de paredes múltiples funcionalizados (MMWCNT).

La modificación de asfalto con este polímero, tiene por objeto retardar el envejecimiento, la deformabilidad y susceptibilidad térmica, así como también mejorar la resistencia mecánica a las solicitudes del tráfico, la calidad del servicio y la vida útil de un pavimento flexible.

(Para efectos de una mejor comprensión se transcribe en negrilla los aspectos planteados en el Oficio de la Dirección de Nuevas Creaciones, y en letra cursiva se presenta el nuevo texto que contiene las modificaciones pertinentes)

"De la Solicitud de Patente

Reivindicaciones (Art 30 D 486, Art 22 PCT)

Las reivindicaciones 8, 9 y 11 están definidas por el resultado a alcanzar y no por sus características esenciales, es así que no se puede aceptar, ya que equivaldría a definir el problema técnico a resolver y el alcance de esta reivindicación incluirá todas las alternativas presentes o futuras que lleguen a ese resultado así,

"para producir laminas de nanocompuesto polimérico SBS/MMWCNT", "se cortaron en pequeñas piezas con una dimensión máxima entre 0,2 cm y 4 cm", "para la fabricación de mezclas de alto modulo a partir de un asfalto convencional, respectivamente lo cual no es permitido

f

Las reivindicaciones 8, 9 y 11 son reivindicaciones dependientes de la reivindicación principal No. 1, donde se está definiendo el objeto de la invención, el cual consiste en un procedimiento para la modificación de asfalto comprendiendo las etapas de preparación de un polímero nanocompuesto, y la modificación de los asfaltos con dicho polímero.

En la reivindicación No.8 se dan características más detalladas de la invención, donde se especifica como a las láminas de nanocompuesto polimérico SBS/MMWCNT se le extrae el solvente utilizando un horno de vacío u horno de convección forzada especificando la temperatura a la cual se lleva a cabo, solvente del cual se había hablado en la reivindicación No. 4.

La reivindicación No.9, nos da detalles más específicos del proceso indicándonos que las láminas de nanocompuesto obtenidas de la mezcla del polímero SBS y MMWCNT homogenizada se cortan en pequeñas piezas especificándose su dimensión, condición para ser utilizadas en el momento de modificar el asfalto objeto de la invención.

La reivindicación No. 11 especifica que para obtener el asfalto de "alto módulo" se parte de un asfalto convencional.

Como se puede observar de ninguna manera se trata de definir la invención por resultados a alcanzar sino se dan detalles específicos de las características esenciales de la invención.

Para aclarar más la invención se anexa un nuevo Capítulo Descriptivo y nuevo Capítulo Reivindicatorio donde se precisa aún más el objeto de la solicitud sin ampliar su objeto inicial.

4. Determinación del Estado de la Técnica

El estado de la técnica se determinó con base en la fecha de presentación de la solicitud de patente nacional: agosto 22 de 2012, y se encontraron los siguientes documentos que anticipan el objeto de esta solicitud:

Ítem	Documento	Título	Fecha de Publicación*
D1	EP 1969066	"Process for forming modified asphalt binders and asphalt paving compositons"	12/Febrero/2009
D2	US 2002/0058740	"Nanocomposite compositions and methods for making and using same"	16/Mayo/2002
D3	US 2007/0213418	"Asphalt-filled polymers "	13/Septiembre/2010

El documento D1 divulga un método para formar una composición de aglutinante de asfalto útil para preparar composiciones de pavimento asfáltico (Párr.0009).

El documento D2 divulga un proceso para preparar una dispersión acuosa de nanocompositos que puede ser aplicada como a un sustrato como asfalto (Reivindicación 1, Párr. 0089).

El documento D3 divulga una espuma polimérica rígida donde el asfalto es añadido para aumentar la capacidad aislante del tablero polimérico (Resumen).

Para realizar el examen de patentabilidad en lo referente al Nivel Inventivo (art.18 Dec.486) se tiene como base el Estado de la Técnica considerado como el Estado de la Técnica más cercano debido a que la información contenida en sus documentos pertenecen al mismo campo técnico (modificación de asfaltos), tienen el mismo propósito (modificación de asfalto para mejorar sus propiedades como ligantes en la producción de pavimentos flexibles), tratan de solucionar el mismo problema técnico



(falta de resistencia a altas temperaturas, enhuellamiento, envejecimiento rápido etc.) o tienen algunas características técnicas principales (aditivos con SBS, nanocompuestos).

Al analizar los documentos (D1, D2, y D3) encontrados por el examinador se puede observar que el único documento que se puede considerar dentro del Estado de la Técnica más cercano es D1 por referirse a Modificaciones de Asfalto con el propósito de mejorar sus propiedades como ligantes en la producción de pavimentos flexibles.

El D2 tiene como objetivo proporcionar una Dispersión Acuosa, útil como recubrimiento, sellante, masillas etc. para aplicar en cartón, madera y sustratos asfálticos etc., saliéndose así del propósito de la invención, problema técnico, solución a dicho problema, ni contar con características técnicas esenciales de la invención en estudio como son aditivos con SBS o nanocompuesto.

El documento D3 se encuentra en el campo técnico correspondiente a Espumas Poliméricas aislantes térmicamente. No se pretende dentro de este documento solucionar el problema de la invención (mejorar las propiedades del ligante asfáltico) ni contienen características técnicas esenciales de la invención).

El D3 se relaciona con productos poliméricos que contienen aditivos a base de asfaltos para lograr diferentes propiedades y/o reducir el costo.

En una forma de realización, esta invención se refiere al uso del asfalto como un reemplazo de resina y/o como colorante en un producto plástico.

En otra realización de esta invención se refiere a la obtención de Tableros de espuma Polimérica en donde el asfalto se agrega para aumentar la capacidad de aislamiento de dicho tablero de espuma polimérica. (Reivindicación No.1).

De esta manera no se puede considerar que estos documentos anticipan el objeto de esta solicitud.



5. Examen de Patentabilidad (Art 14 D486)
Nivel Inventivo (Art18 D486).

La reivindicación 1 consiste en “*Procedimiento para la modificación de asfalto...*”
(Ver página 15 del radicado No 12-0086445-00000-0000).

Comparación de las características técnicas esenciales, con las del Estado de la Técnica

Características Técnicas Esenciales	D1	D2	D3
Procedimiento para la modificación de asfalto	Un método para formar una composición de asfalto modificado (Reivindicación 1)	Un proceso para preparar una dispersión acuosa de nanocompositos que puede ser aplicada como a un sustrato como asfalto (Reivindicación 1, Párr. 0089)	Un compuesto que comprende la combinación de materiales incluyendo asfalto y un material polimérico (Reivindicación 1 y 2; Párr. 0002).
La preparación de polímero nanocompuesto	No menciona	Un proceso para un Polímero nanocompuesto (Reivindicación 1)	Una composición que comprende asfalto, una resina y un nanocompuesto (Párr. 0088).
La modificación de los asfaltos con el polímero nanocompuesto a concentraciones entre 0,5 y 10% y temperatura 100 y 200°C	La concentración del aglutinante polimérico es mayor a 5 partes en peso de polímero por cada 100 partes en peso de asfalto (Reivindicaciones 1 a 4; Párr. 0033) La introducción del asfalto en con la cantidad deseada de polímero se lleva a cabo a una temperatura mayor a 120°C, o de 140 a 210°C (Párr. 0039).	No menciona	No menciona

Teniendo en cuenta el Cuadro de Comparación de las Características Técnicas Esenciales, con las del Estado de la Técnica se deben hacer ciertas precisiones y aclaraciones para, de esta manera, poder realizar una comparación real de las Características Técnicas Esenciales de la invención con las del Estado de la Técnica encontrado por el examinador.



En primer lugar, se debe tener en cuenta que las características técnicas esenciales son:

1. Las que definen la invención (características estructurales), por ejemplo los elementos que conforman un compuesto o en el campo de la química su estructura química.
2. Las que hacen o pudieran hacerla diferente del estado de la técnica y
3. Las que constituyen la solución al problema técnico que intenta resolver la invención.

Con el cuadro presentado por el Examinador no se puede realizar una correcta comparación, ya que no muestra los elementos que componen los diferentes compuestos propuestos en cada documento y que constituyen la solución al problema técnico.

Entre la invención y el D1 existe una gran diferencia, no solo el hecho que el polímero utilizado como modificador del asfalto no presenta nanocompositos, como también lo ha percibido el examinador, sino que el método para modificar el asfalto consiste en preparar un concentrado de aglutinante de penta sulfuro de fósforo mezclando el pentasulfuro de fósforo y el ligante de asfalto; preparar un aglutinante concentrado de polímero aglutinante introduciendo y mezclando el polímero y el ligante de asfalto e introduciendo y mezclando el concentrado de aglutinante de pentasulfuro de fósforo con el concentrado de aglutinante de polímero para obtener una composición de ligante de asfalto modificado. (Reivindicación 1).

Además de eso, el procedimiento de D1 reporta como beneficios de su invención, que ese asfalto modificado puede almacenarse a temperaturas elevadas sin afectar perjudicialmente el punto de separación del polímero y el ligante asfáltico. Sin embargo, no reporta la influencia de la invención sobre el envejecimiento termo-oxidativo del ligante asfáltico, ni tampoco los cambios en la respuesta dinámica del asfalto modificado, luego de ser sometido al envejecimiento termo-oxidativo que puede ser simulado mediante el ensayo RTFO (Rolling thin film oven test). Esto es muy importante debido a que el ensayo de oxidación térmica RTFO es el que simula el envejecimiento que ha sufrido un ligante asfáltico después del proceso de producción y colocación de una mezcla asfáltica y, por ende, es necesario para estimar el desempeño de un ligante asfáltico durante su vida útil en un pavimento. Por lo tanto, no se considera que la invención D1 divulgue un procedimiento para la modificación de un asfalto que sea útil en la construcción de pavimentos de alto desempeño y larga vida.

El documento D2 divulga un proceso para preparar una dispersión acuosa de nanocomposito compuesto de nanoarcilla y un monómero insaturado etilénico que es polimerizado antes o después del mezclado con la nanoarcilla, dicho compuesto es útil en la producción de RECUBRIMIENTOS, SELLANTES, MASILLAS, ADHESIVOS Y ADITIVOS PLÁSTICOS que pueden aplicarse sobre múltiples sustratos, entre esos sustratos asfálticos. En este caso, se adiciona un material arcilloso al polímero para mejorar sus propiedades y emplearlo en las aplicaciones ya mencionadas. Por lo tanto, el nanocompuesto propuesto en el documento D2 contiene agua, una arcilla al menos parcialmente exfoliada (considerada la fase nanométrica dentro del nanocompuesto) y un polímero etilénico, los cuales pueden emplearse para recubrir diversos sustratos. Como puede verse, la composición del nanocompuesto divulgado en el documento D2 es completamente diferente de la planteada en esta solicitud, igual sucede con la aplicación propuesta para los nanocompuestos del documento D2 y de esta solicitud.

En la tabla de comparación de las características técnicas esenciales, en la columna de comparación correspondiente a la anterioridad D2 es necesario hacer las siguientes precisiones así:

FILA 1: la dispersión acuosa nanocompuesta del documento D2 puede aplicarse SOBRE un sustrato que puede ser de tipo asfáltico, esto no implica que se esté formando un nanocompuesto con el asfalto, solo se trata de una composición para ser usada como recubrimiento. La dispersión acuosa nanocompuesta obtenida mediante el procedimiento de la invención D2, es usada para aplicarse

como recubrimiento, sellante, masilla, adhesivo y/o aditivo plástico, sobre un sustrato como el asfalto. Vale la pena mencionar que esto no implica que el material de la invención D2 pueda aplicarse sobre una mezcla asfáltica, o pavimento flexible (mezcla de asfalto, agregados pétreos y llenantes), sencillamente porque disminuiría sensiblemente el rozamiento de una vía, atentando contra la seguridad vial. Es más factible que los autores hagan referencia a la aplicación de este recubrimiento a superficies de asfalto, como tejas de asfalto (asphalt roofing) o recubrimientos impermeabilizadores basados en asfalto.

Adicionalmente, se puede observar la diferencia existente entre el proceso de la invención definida en la reivindicación 1, con el proceso de obtención de la dispersión acuosa del D2. En el D2 se hace referencia a un sistema de dos (2) fases: una es un sustrato de asfalto y la otra es una dispersión acuosa que se puede aplicar sobre él para formar un recubrimiento nanocompuesto de polímero/nanoarcilla parcialmente exfoliada; este recubrimiento dice ser resistente al desgaste (weathering) y que tiene propiedades mejoradas de resistencia. La presente solicitud describe un polímero nanocompuesto (polímero SBS / nanotubos de carbono de paredes múltiples funcionalizados) que se empleará en la modificación de ligantes asfálticos para la construcción de pavimentos de alto desempeño, proponiéndose su uso final como un solo material nanocompuesto (asfalto/polímero SBS/nanotubos de carbono de paredes múltiples funcionalizados).

Por lo tanto, no se encuentra ninguna relación entre los materiales que componen la invención D2 y los materiales de la presente solicitud, así como tampoco en los procesos descritos. Por lo cual no se puede afirmar que la utilización de nanocompositos en una composición usada para la modificación de asfaltos, ya está divulgada en el documento D2, debido a que en el documento D2 no se menciona ningún método para modificar el asfalto a partir de un nanocompuesto. Como se dijo anteriormente, se propone la aplicación de una película de nanocomposito sobre un sustrato de asfalto, lo cual NO se puede considerar como una modificación del asfalto, dado que la fase que contiene asfalto permanece invariable.

FILA 2: el proceso enunciado para la preparación del polímero nanocompuesto del documento D2, es sustancialmente diferente del proceso empleado para la producción del polímero nanocompuesto de la presente solicitud.

El documento D2 produce el polímero nanocompuesto, a partir de diferentes procesos de polimerización; proceso que no se lleva a cabo en la presente solicitud, debido a que se emplea un material ya polimerizado, como punto de partida, un polímero de estireno-butadieno-estireno.

Los polímeros mencionados en el documento D2 y la presente solicitud son diferentes, y los materiales que componen la fase nanométrica también son de naturaleza muy distinta, tanto en su composición elemental, como en su morfología.

En el documento D2 se habla de una arcilla parcialmente exfoliada (contiene elementos químicos como el Aluminio, Silicio, Oxígeno e Hidrógeno que tradicionalmente se encuentran presentes como una estructura de múltiples capas donde se combinan capas de tetraedros SiO_4 unidos a capas de octaedros $\text{AlO}(\text{OH})_2$, según se indica en el Parr. 0003 del documento D2); en la presente solicitud la fase nanométrica del nanocompuesto se compone de nanotubos de carbono de paredes múltiples funcionalizados (compuestos principalmente por Carbono, estos son una forma alotrópica del Carbono, a los cuales se les ha adicionado en su superficie algunos grupos funcionales para aumentar su reactividad con el polímero SBS y el asfalto). Si se analizan morfológicamente los dos nanomateriales, el correspondiente al documento D2 consiste en láminas dispersas de arcilla, cuyo grosor es del orden de nanómetros, mientras que el de la presente solicitud consiste en nanotubos de carbono, cuyo diámetro es del orden de nanómetros.

8/2

En la tabla de comparación de características técnicas esenciales no se menciona la composición de los materiales propuestos, lo cual debería ser una base mínima para efectuar una correcta comparación. Debido a que las propiedades que exhiben los nanomateriales son tan diversas como las de los materiales a escala macro, inclusive la brecha que puede existir en sus propiedades puede ser mucho mayor que la que se presenta en los materiales a escala macro, dado que los nanomateriales presentan propiedades extraordinarias que no se consiguen a la escala macro.

Por otro lado, se quiere llamar la atención al Examinador en cuanto que el documento D2 no hace referencia a un compuesto que comprende la combinación de materiales como asfalto, una resina y un nanocompuesto en los párr. 0002 ni 0088, ni tampoco lo hace en la reivindicación 1 ni 2, como lo afirmó en su requerimiento.

De la misma manera en cuanto las reivindicaciones 4, 5, 6 y 7 de D2 se hacen las aclaraciones siguientes:

En la presente solicitud no se emplea ningún solvente para conseguir la polimerización, ya que no se trata de ningún proceso de polimerización. El uso de ultrasonido, megasonidos, entre otros, en el D2 es para separar las múltiples capas paralelas que componen una arcilla, para producir así una nanoarcilla.

En la presente solicitud se indica el uso del ultrasonido para dispersar los nanotubos de carbono que vienen originalmente en forma de racimos o enredados, maximizar su área expuesta y minimizar la cantidad de nanotubos de carbono empleados.

Por otra parte, el Examinador hace referencia a la reivindicación 10 del D2 así:

“Reivindicación 10: La introducción del asfalto en con la cantidad deseada de polímero se lleva a cabo a una temperatura mayor a 120°C, o de 140 a 210°C (Párr. 0039; 0047). Para formar la composición de pavimento es realizada en un mezclador caliente (Párr. 0049)”.

Esta información no se menciona en ninguno de los párrafos señalados.

Por otro lado, ninguno de los materiales que compone el nanocompuesto del documento D2 es común a los materiales que componen el nanocompuesto de la presente solicitud.

En la tabla de comparación de las características técnicas esenciales, en la columna de comparación correspondiente a la anterioridad D3 es necesario hacer las siguientes precisiones así:

FILA 2: El párrafo 88 se refiere a una composición que puede tener una mezcla de asfalto, resina y un nanomaterial, no un nanocompuesto como afirma el Evaluador. Cabe resaltar que existe una amplia diferencia entre los dos términos, ya que un NANOMATERIAL es el que compone la FASE DISPERSA en un NANOCOMPUESTO.

Por otro lado, la aplicación específica del material correspondiente al documento D3 es “UN MATERIAL PARA LA FABRICACIÓN DE UN PRODUCTO PLÁSTICO”, cuya función principal es para fabricar espumas poliméricas aislantes térmicamente.

Por otro lado, el documento D3 revela las características de las Reivindicaciones dependientes así:

Reivindicaciones 3: Nano materiales adecuados para la composición como nanotubos de carbono. Nanofibras de carbono con capas de grafeno envueltos en cilindros perfectos llamados nanotubos de carbono. Los nanotubos de carbono pueden ser de pared simple o de pared múltiple. El nanofibras / nanotubos de carbono son largas y delgadas (Párr. 0089).

8

La existencia de las diferentes clases de nanomateriales son parte del estado del arte disponible para cualquier persona versada en la materia. Sin embargo, en el documento D3 no se hace mención a que particularmente LOS NANOTUBOS DE CARBONO DE PAREDES MÚLTIPLES FUNCIONALIZADOS puedan contribuir a la formación de un nanocompuesto polimérico que sea útil en la modificación de asfalto para la construcción de pavimentos de alto desempeño. Tampoco se dice de que este nanomaterial pueda contribuir a la producción de nuevos compuestos resistentes al ahuellamiento, al envejecimiento termo-oxidativo, de mayor resistencia mecánica y menor susceptibilidad a la humedad.

Con estas precisiones y aclaraciones sobre la invención y los documentos D1, D2, y D3 hacemos a continuación un cuadro comparativo de las características técnicas esenciales que se encontraron tanto de la invención, con las del estado de la Técnica.

Cuadro comparativo de las Características Técnicas Esenciales de la Invención, con las del Estado de la Técnica

INVENCION	D1	D2	D3
Ligante Asfático	Aglutinante asfáltico	Dispersión Acuosa	Espumas poliméricas aislantes térmicamente
Polímero Estireno-Butadieno-Estireno SBS	Aglutinante Penta-sulfuro de fósforo	Nano arcilla	Nano fibras de Carbono con Grafeno
Nanotubos de Carbono de paredes múltiples funcionalizado (MMWCNT)	Polímero Aglutinante insaturado	Monómero insaturado etilénico polimerizado	Nano tubos de carbón

A pesar que de acuerdo a la Búsqueda del Estado de la Técnica realizada por el examinador, solo el documento D1 constituye el estado de la Técnica más cercano; para demostrar como la Invención no es obvia y por lo tanto cumple con el requisito de Nivel Inventivo para ser patentable se analizaron en su conjunto todos los documentos. Al observar las diferentes características técnicas esenciales de cada una de las invenciones, sus efectos técnicos y problemas técnicos a resolver ya vistos anteriormente, no se encontró una indicación o enseñanza que pudiera utilizar una persona versada en la materia para modificar o adaptar la solución del estado de la Técnica más cercano para llegar a la invención en estudio o para modificar las soluciones diferentes y luego combinarlas con el estado de la técnica más cercano (D1) para llegar a la Invención reivindicada.

Con esto, se puede concluir que la Invención en estudio NO ES OBVIA ni se deriva de manera evidente del estado de la Técnica y por lo tanto tiene NIVEL INVENTIVO para ser patentada.

Quedamos atentos a resolver cualquier inquietud adicional.

Atentamente,


LUIS ENRIQUE SANABRIA GRAJALES
Director Ejecutivo

ASFALTO MODIFICADO CON UN NANOCOMPOSITO DE SBS/MMWCNT Y EL PROCEDIMIENTO PARA SU OBTENCIÓN

SECTOR TÉCNICO

Esta invención se encuadra tanto en el sector de la industria química como en el responsable de construcción vial y producción de mezclas asfálticas. La aplicación de la invención es en la producción de un nuevo aditivo polimérico para la modificación de ligantes asfálticos empleados en la producción de mezclas asfálticas para la construcción de vías con pavimentos flexibles.

TÉCNICA ANTERIOR

Un problema económico, social y ambiental en el sector de construcción de vías, es el deterioro de los pavimentos, causado principalmente por el envejecimiento, la frecuencia de carga, el volumen del tráfico y por fenómenos ambientales como los cambios bruscos de temperatura. Ante la problemática, los avances científicos han propuesto la modificación de asfaltos con polímeros.

En 1930, las investigaciones relacionaban el endurecimiento y la rigidez de la mezcla asfáltica con el envejecimiento de los asfaltos; esto generaba los problemas de grietas y deformaciones permanentes en el pavimento. Para mitigar estos problemas; en los años 60 en Italia, Francia y Alemania se llevaron a cabo las primeras modificaciones de asfalto. Esta modificación se hacía mediante la incorporación de un polímero en el asfalto para modificar la resistencia mecánica del mismo. En esa misma época, Estados Unidos realizó el primer proyecto de construcción de vías utilizando esta técnica; desde entonces, ha sido utilizada para darle estabilidad al asfalto y mejorar la resistencia mecánica de la mezcla asfáltica utilizada para la construcción de pavimentos.

En 1961 Taxler, concluye que el envejecimiento de las mezclas asfálticas se debe a la oxidación y a la pérdida de peso del asfalto en la mezcla asfáltica durante los procesos de: mezclado, compactado y tiempo de servicio como pavimento.

Marzocchi et al. en 1981; patentan la producción de asfalto modificado con caucho; por reacción química de un material bituminoso con un polímero mono-aromático, para utilizarlo en techos con fibra de vidrio y pavimentos.

Moran, en 1991; patentó un método para mejorar la estabilidad de asfaltos modificados durante el almacenamiento; en esta modificación se utilizó polímeros tratados con ácidos inorgánicos; el producto obtenido se aplicó a las carpetas asfálticas utilizadas para pavimentos; mientras que en 1992 patentó la modificación de asfaltos usando polímeros ramificados tratados con ácidos. Estas invenciones tienen como fin mejorar la estabilidad de los asfaltos a los cambios de temperatura durante el almacenamiento.

Zhang et. al, en el 2002; en su investigación modifican el asfalto utilizando un polímero de estireno-butadieno-estireno y adición de Azufre elemental como aditivo; la incorporación del SBS y Azufre en el asfalto disminuye la fragilidad, mejora la estabilidad durante el almacenamiento del asfalto modificado y aumenta la vida útil del pavimento.

Lan Lu et. al., en el 2007; en su investigación reforzaron el polímero de estireno butadieno-estireno SBS con nanotubos de carbono de pared múltiple (MWCNT) solubilizados en tetrahidrofurano; para obtener un nanocomposito SBS/MWCNT con mayor resistencia mecánica que el polímero SBS convencional.

Saeed et al y Shaopeng et al en el 2009; en su investigación, estudiaron los efectos que ejercen las nanoarcillas en las propiedades reológicas del ligante asfáltico, demostrando que este nanocompuesto aumenta la rigidez y la resistencia al envejecimiento de los asfaltos.

Eidt, Jr. et. al., patentaron en el 1997 un nanocomposito que contiene concentraciones entre 0,1% y 15% en p/p de mineral arcilloso (mormorillonita) en asfalto, para mejorar el comportamiento de la capa inferior de rodadura y absorber el ruido producido por el tráfico.

Mehta et. al. en el 2009 patentó un nanocomposito de asfalto con nano-partículas de material arcilloso; este incluye un contenido de mineral entre el 1 hasta el 15% de material arcilloso laminado; este material es útil para utilizarlo como material de recubrimientos en tejas y otros accesorios.

Guoliang Wu, et. al., en el 2010; en su investigación; prepararon y estudiaron las propiedades de un nanocompuesto de copolímero tribloque estireno-butadieno-estireno hidroxilado (HO-SBS) con nanotubos de carbono de pared múltiple funcionalizados con cloruro de acilo (MWCNTs-COCl); sus resultados demostraron que el nuevo nanocompuesto tiene estructura reticulada y alta resistencia a los disolventes.

Berzinis en el 2011; patentó un método para la preparación de un nanocomposito que contiene: polímero de estireno, nanopartículas de arcillas y un emulsificante; el material obtenido mejora la rigidez y la resistencia al calor del polímero.

Zhanping et al, en el 2011; en su investigación realizó la adición de nanoarcillas en asfaltos, usando porcentajes superiores al 4% y encontró que: a esta concentración se reduce potencialmente el ahuellamiento y el agrietamiento de la mezcla.

DIVULGACION DE LA INVENCION

La modificación de asfalto con polímeros, tiene por objeto retardar el envejecimiento, la deformabilidad y susceptibilidad térmica, así como también para mejorar la resistencia mecánica a las solicitudes del tráfico, la calidad del servicio y la vida útil de un pavimento flexible.

La susceptibilidad térmica es un fenómeno característico del asfalto, que depende de los cambios de temperatura. A temperatura ambiente, su consistencia es semisólida, se comporta como un material termoplástico; a bajas temperaturas y bajo cargas rápidas se vuelve frágil alcanzan una consistencia de sólido quebradizo, ocasionando grietas transversales y agrietamiento térmico; mientras que, a altas temperaturas y bajo cargas sostenidas, se comporta como un líquido viscoso, lo cual provoca ahuellamiento en las mezclas asfálticas del pavimento.

Por su parte, los polímeros son compuestos orgánicos de alto peso molecular, obtenidos a partir de la unión de monómeros por polimerización, este proceso forma una estructura de red que le confiere resistencia mecánica y mejoran el desempeño del mismo. En estos materiales el aumento en la temperatura hace que se ablanden, pero al enfriarse recuperan su estado sólido, esto hace que se comporten como: termoplásticos, termoelásticos o termoelastoplastos; por ejemplo el SBS y el EVA son termoelastoplastos.

El uso de polímeros, para la modificación de asfaltos busca mejorar las propiedades viscoelásticas del bitumen como: la elasticidad, la flexibilidad, la consistencia y la durabilidad, para evitar las deformaciones o fisuraciones en el pavimento; también mitigan las deficiencias que presenta el asfalto en sus propiedades mecánicas. La selección del polímero depende de las propiedades que se deseen mejorar y del comportamiento que se espera para el asfalto.

Los modificadores poliméricos utilizados en materiales asfálticos se clasifican así:

Polímero Tipo I. Mejora el comportamiento de mezclas asfálticas tanto a altas como a bajas temperaturas. Es fabricado con base en bloques de estireno en polímeros elastoméricos radiales de tipo bibloque o tribloque, mediante configuraciones como Estireno-Butadieno-Estireno (SBS) o Estireno-Butadieno (SB), entre otras.

Polímero Tipo II. Mejora el comportamiento de mezclas asfálticas a bajas temperaturas. Es fabricado con base en polímeros elastoméricos lineales, mediante una configuración de caucho de Estireno, Butadieno- látex o Neopreno-látex. Se utilizan en pavimentos para climas fríos y templados, así como para elaborar emulsiones que se utilicen en tratamientos superficiales.

Polímero Tipo III. Mejora la resistencia a las roderas de las mezclas asfálticas, disminuye la susceptibilidad a la temperatura del cemento asfáltico y mejora su comportamiento a altas temperaturas. Es fabricado con base en un polímero de tipo elastómero, mediante configuraciones como Etil-Vinil-Acetato (EVA) o polietileno de alta o baja densidad, entre otras. Se utilizan en climas calientes, en mezclas asfálticas para carpetas estructurales de pavimentos con elevados índices de tránsito, así como para elaborar emulsiones que se usan en tratamientos superficiales.

Los polímeros de (estireno-butadieno-estireno) SBS y el EVA (etil-vinil-acetato) son los materiales convencionales más comúnmente utilizados para la modificación de asfaltos. El estireno-butadieno-estireno (SBS) a bajas y altas temperaturas, optimiza las propiedades del asfalto como son: penetración, punto de ablandamiento, susceptibilidad térmica, etc. El Etil Vinil Acetato (EVA) contiene un grupo carbonilo en su estructura y mejora la rigidez y elasticidad a altas temperaturas y altas cargas.

El SBS y EVA son polímeros que, de acuerdo a su comportamiento mecánico, son preferentes para la modificación de asfaltos. Otros polímeros poco convencionales como el estireno butadieno rubber (SBR), Polipropileno (PP), Poliestireno, entre otros, tienen el mismo objetivo en la modificación de asfaltos; ya que a temperaturas elevadas, reducen la deformación permanente de la capa de rodadura de las vías como consecuencia de la frecuencia de las cargas y los cambios climáticos bruscos.

En el campo de la producción de nanocompuestos de polímero, los nanotubos de carbono han atraído un gran interés por sus únicas propiedades estructurales y de conducción, tales como una excelente resistencia, módulo, conductividades eléctricas y térmicas, además de su baja densidad. Tales compuestos prometen suministrar propiedades mecánicas excepcionales y características multifuncionales, sin embargo, si estos materiales quieren utilizarse como refuerzo efectivo en compuestos, debe garantizarse

una apropiada dispersión y un buen enlace interfacial entre los nanotubos de carbono y la matriz. Por lo tanto, el grado de eficiencia de los nanotubos de carbono en la mejora de las propiedades del medio receptor está fuertemente ligado a la dispersión de los mismos. De hecho, la dispersión homogénea de los nanotubos en el medio receptor, ya sea en estado sólido o líquido, es uno de los principales retos encontrados en el área de sus aplicaciones. Los nanotubos de carbono son un material aglomerado que se agrupa entre sí y enreda; por lo tanto, la funcionalización de los nanotubos de carbono es una de las formas utilizadas para mejorar la compatibilidad de los nanotubos y el material receptor. Igualmente, la solubilidad de los nanotubos de carbono en solventes comunes puede mejorarse por la presencia de grupos funcionales en su superficie; además que los nanotubos de carbono funcionalizados químicamente pueden producir enlaces interfaciales fuertes con muchos polímeros y, por otro lado, ayudar a reticular aun mas la estructura polimérica debido a los múltiples enlaces que generan a lo largo de su superficie con el polímero matriz.

Por su parte, el asfalto se compone de dos fracciones; una de maltenos (viscosa) conformada por las parafinas, resinas y aromáticos y otra sólida que contiene los asfaltenos. Esta última juega un papel importante en la compatibilidad con polímeros, ya que cuanto menor sea el contenido de asfaltenos en los asfaltos, será más afín con el polímero cuando forman estructura tipo red en el asfalto. El asfalto modificado, adquiere la capacidad de absorber los esfuerzos siendo más resistentes a fisurarse y deformarse, características que producen defectos físicos como: agrietamiento y ahuellamiento. Estos problemas mecánicos son frecuentes; además, son los que justifican el mejoramiento en las propiedades mecánicas de los asfaltos.

La incorporación de un polímero para la modificación de asfalto, no depende únicamente de la compatibilidad química de estos, también es importante conocer el proceso de adición del polímero. El proceso, se da en dos etapas; en la primera, el polímero se dispersa en el asfalto sin ejercer efecto en las propiedades; en la segunda las partículas del polímero absorben los maltenos hinchándose para dispersarse, siendo esta la etapa en que tienen lugar los cambios reológicos más significativos en la mezcla; cabe notar, además, que algunos polímeros pueden reaccionar con ciertos componentes del asfalto.

Las propiedades reológicas del asfalto modificado, dependen de la composición y naturaleza de los aditivos empleados. Estas propiedades determinan las condiciones de mezclado y compactación en la preparación de la mezcla asfáltica. Un mezclado y compactación ideal se dan cuando el asfalto modificado se comporta como un material equi-viscoso a una temperatura determinada, esto minimiza el efecto que puede causar la

rigidez del ligante sobre las propiedades volumétricas de la mezcla durante el mezclado caliente en planta.

Hasta el momento, las investigaciones que se han presentado en lo que respecta a la modificación de asfaltos, muestran el uso de aditivos como: caucho, polímeros tratados con ácido, polímeros SBS con azufre, compuestos de nanoarcilla-polímero o nanoarcillas como aditivos para: mejorar la estabilidad del asfalto a los cambios de temperatura durante el almacenamiento, disminuir la fragilidad del asfalto, aumentar la vida útil del pavimento, aumentar la rigidez, aumentar la resistencia al envejecimiento, absorber el ruido en pavimentos, reducir potencialmente el ahuellamiento y el agrietamiento de la mezcla. No se han utilizado hasta la fecha nanocompuestos poliméricos basados en nanotubos de carbono aplicados en la modificación de asfaltos, ni se ha implementado como modificador de asfalto polímero SBS nanocompuesto con nanotubos de carbono de paredes múltiples funcionalizados.

Esta invención tiene como objetivo la preparación de un polímero nanocompuesto SBS/MMWCNT diseñado para usarse como modificador de un asfalto; esto tiene como fin proponer al sector de la construcción vial, pavimentos asfálticos larga-vida (basados en mezclas asfálticas de alto módulo). Además, el uso de esta invención tiene un impacto importante para la estructura vial, la cual ayuda a satisfacer de manera eficaz las necesidades de la sociedad moderna y, mas aún, es un desafío para las actividades industriales y económicas, a tal punto que se considera una nueva era de revolución industrial.

En esta invención se modifica un asfalto con: un polímero estireno-butadieno-estireno SBS nanocompuesto con nanotubos de carbono de paredes múltiples funcionalizados (MMWCNT). La preparación y funcionalización de un polímero SBS nanocompuesto diseñado para usarse como modificador de asfalto, la modificación del asfalto y la evaluación de algunas propiedades reológicas de los asfaltos modificados, permiten conocer la influencia del nanocompuesto polimérico de SBS/MMWCNT en dichas propiedades. El asfalto se modifica con tal polímero nanocompuesto permitiendo obtener un asfalto apto para producir mezclas de alto módulo a partir de un bitumen de dureza media, útil en la construcción de pavimentos larga vida.

De acuerdo a la invención, el asfalto a modificar se trata de un asfalto base. Para su modificación se obtiene inicialmente el polímero nanocompuesto (SBS/MMWCNTs) para luego ser mezclado con el asfalto base así:

1. En una realización de la invención el polímero nanocompuesto se obtiene de un polímero SBS en forma de pellets o migas (crumbs), nanotubos de carbono de paredes múltiples funcionalizados (MMWCNTs) y uno o más disolventes.

2. Los nanotubos de carbono de paredes múltiples deben tener un diámetro que oscila entre los 5-50nm y una longitud entre 1-30 μm . El solvente empleado puede ser xilenos, tolueno, acetona, tetrahidrofurano, cloroformo, ciclohexano, etanol, metanol, propanol, dimetilformamida, o una combinación de ellos. Los nanotubos de carbono de pared múltiple empleados en la preparación del nanocompuesto (MMWCNT) pueden ser funcionalizados con grupos hidroxilo, MWCNT-OH, con grupos de ácido carboxílico, MWCNT-COOH, con grupos amino, MWCNT-Amina, con fenol, MWCNT-Fenol, o con grupos alquilo.
3. La preparación del aditivo nanocompuesto SBS/MMWCNT se realiza empleando ultrasonido y agitación mecánica (proceso de "solution casting"). Los MMWCNT se dispersan inicialmente en un solvente mediante ultrasonido y/o agitación mecánica, mientras tanto, los pellets/migas de SBS se disuelven en un disolvente empleando agitación mecánica.
4. Las soluciones preparadas de SBS y MMWCNT según el paso 3; se deben mezclar mediante ultrasonido y agitación mecánica. La solución homogenizada se somete a evaporación del solvente, mediante un rotoevaporador, un secador, un evaporador, un sistema de destilación al vacío o algún otro medio que permita la evaporación del solvente hasta que la solución se torne viscosa.
5. La solución viscosa homogénea de SBS/MMWCNT del paso 4, se sirve sobre platos, bandejas metálicas o bandas transportadoras, de vidrio u algún material que sea químicamente estable con el solvente utilizado; los cuales se deben introducir en un horno de vacío u horno de convección a una temperatura entre 30°C y 100°C, hasta obtener la evaporación del solvente remanente y las láminas del polímero nanocompuesto secas. Posteriormente, las láminas de polímero se cortan para obtener piezas con una dimensión máxima entre 0,2cm y 4cm.
6. La preparación del aditivo SBS convencional se realiza a partir de pellets/migas del polímero y se disuelve en un disolvente para obtener una mezcla homogénea, la cual se introduce en un rotoevaporador, evaporador, secador, sistema de destilación al vacío u algún otro medio que permita la evaporación del solvente hasta que la solución se torne viscosa; así mismo, se crean películas del polímero SBS puro según el procedimiento indicado en los pasos 4 y 5.

Después de preparadas las láminas del aditivo SBS/MMWCNT, se procede a modificar el asfalto. Las muestras de asfalto modificado con SBS se preparan por medio de agitación mecánica.

Para iniciar el proceso de modificación; el asfalto base se calienta hasta condición fluida ($150 \pm 50^{\circ}\text{C}$), para luego añadir las piezas de polímero nanocompuesto al bitumen base, durante el proceso se mantuvo agitación mecánica y temperatura durante un periodo comprendido entre 0,5 a 7 horas, hasta que se logra la homogeneidad del ligante asfáltico. El mismo proceso se aplica para modificar el asfalto base con el polímero SBS convencional. Las concentraciones de polímero en el asfalto base se encuentran entre 3, 5 y 7% en peso.

DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

Figura 1. Curvas reológicas del asfalto acondicionado y los asfaltos modificados.

Figura 2. Curvas reológicas del asfalto acondicionado y los asfaltos modificados, luego del envejecimiento RTFOT.

Figura 3. Resultados de pérdida de masa del ensayo de envejecimiento RTFOT para los asfaltos modificados.

MEJOR MANERA DE REALIZAR LA INVENCION

En esta invención se presenta un método de preparación de un nanocompuesto polimérico de SBS/MMWCNT (polímero estireno-butadieno-estireno/nanotubos de carbono de paredes múltiples funcionalizados) empleado para modificar un asfalto de penetración media, también se presenta el procedimiento de modificación del asfalto, el cual no requiere del uso de maquinaria adicional a la que emplean las plantas productoras de asfalto modificado con polímero. La modificación de asfalto con tal polímero nanocompuesto permite obtener un asfalto apto para producir mezclas de alto módulo, a partir de un bitumen de dureza media que permite producir, además, mezclas asfálticas que no son susceptibles a la humedad.

EJEMPLOS DE REALIZACIÓN

Ejemplo 1. Se modificó un asfalto 60/70 con nanocompuesto polimérico SBS/MMWCNT, en el que los MMWCNT eran MWCNT-OH (nanotubos de carbono de paredes múltiples funcionalizados con grupos hidroxilo), de acuerdo al proceso relatado en esta invención, y

se caracterizó mediante los ensayos de viscosidad, envejecimiento RTFOT y deformación "Multiple Stress Creep and Recovery" (MSCR).

Ejemplo 2. Los ensayos de viscosidad se realizaron empleando un Reómetro de Corte Dinámico (DSR) AR-2000ex con accesorio de platos paralelos de 25mm de diámetro. Las mediciones se tomaron a temperaturas de 60°C, 80°C, 100°C, 120°C y 140°C. Los resultados obtenidos se muestran en la figura 1.

Ejemplo 3. En la figura 1 se reportan las gráficas de las curvas reológicas del asfalto acondicionado y los asfaltos modificados, resultantes de las mediciones de viscosidad; estos muestran que la viscosidad de los asfaltos modificados fué la misma para cada una de las diferentes concentraciones, para con el polímero convencional o el polímero nanocompuesto.

Ejemplo 4. Las curvas reológicas que se muestran en la figura 2, reportan las mediciones de viscosidad realizadas al asfalto acondicionado y los asfaltos modificados luego del envejecimiento RTFOT. En este caso, puede observarse un comportamiento diferente en la muestra de asfalto modificado con 7% en peso de polímero nanocompuesto SBS/MWCNT-OH, la cual exhibió un aumento mayor en su viscosidad en comparación del cambio mostrado con la muestra de asfalto modificado con 7% de polímero SBS convencional. Los asfaltos modificados con 3% en peso de polímero y polímero nanocompuesto siguieron presentando aproximadamente la misma viscosidad; en el ligante asfáltico modificado con 5% en peso de polímero nanocompuesto se observa un leve aumento en su viscosidad en comparación con el ligante modificado con 5% en peso de polímero convencional. Esto podría indicar que durante el proceso de envejecimiento RTFOT, que simularía la oxidación y acondicionamiento que sufre el ligante asfáltico durante la preparación de la mezcla asfáltica, se podrían generar una serie de interacciones del nanocompuesto polimérico en el asfalto que refuerzan la estructura de red polimérica disminuyendo la susceptibilidad térmica del ligante cuando este se adiciona a concentraciones superiores a un 5% en peso.

Ejemplo 5. El ensayo de envejecimiento RTFOT se utiliza para conocer el grado de envejecimiento y pérdida de masa del asfalto al someterlo a una temperatura de 163 °C en película rotatoria durante 85 minutos, simulando el envejecimiento que sufre el ligante bajo las condiciones de preparación de la mezcla asfáltica en caliente. La figura 3 muestra los resultados de este ensayo.

Ejemplo 6. La Figura 3 muestra los resultados del ensayo de RTFOT. La pérdida de masa en RTFOT fué menor para el asfalto acondicionado y aumentó con la concentración de

polímero en los ligantes, pero fué inferior para todos los bitúmenes modificados con el polímero nanocompuesto que con el polímero puro, la principal diferencia se encontró para el asfalto modificado con 7% en peso de polímero nanocompuesto, el cual exhibió alrededor de un 40% de menor pérdida de masa que el modificado con 7% en peso de polímero convencional. En este caso, se evidencia que a altas temperaturas el asfalto modificado con polímero SBS nanocompuesto presenta características de "nanofluido", gracias a que los nanotubos de carbono tienen propiedades térmicas de difusión excepcionales y esto hace que un asfalto que contenga una buena dispersión de nanotubos de carbono mejore sus propiedades, ya que dispersan el calor más rápido, mejor y de una manera más eficiente. Por lo tanto, un asfalto modificado con polímero SBS-MMWCNT es menos susceptible al envejecimiento térmico.

Ejemplo 7. Los ensayos de MSCR, "Múltiple Stress Creep and Recovery". En las tablas del 1 al 4 se muestran los resultados de los ensayos MSCR realizados a los asfaltos modificados envejecidos en RTFOT y su clasificación de acuerdo a las especificaciones para el ensayo de MSCR.

Ejemplo 8. Los ensayos de MSCR, mostraron que la deformación no recuperable (non-recoverable compliance J_{nr}) disminuye con el aumento en la concentración del polímero convencional y del polímero nanocompuesto, mientras que la Recuperación elástica aumenta con el aumento en la concentración de modificadores a todas las temperaturas evaluadas, y ambas propiedades exhiben aproximadamente la misma magnitud cuando el asfalto se modifica con cualquiera de estos materiales a concentraciones hasta de un 5% en peso. A mayor concentración de polímero nanocompuesto o convencional en el asfalto, la deformación no-recuperable J_{nr} del bitumen modificado con el polímero nanocompuesto está entre un 35-45% menor que la J_{nr} del bitumen modificado con el polímero convencional, siendo el primero menos deformable (más rígido); además, el bitumen modificado con 7% en peso de polímero nanocompuesto no es sensible a las cargas a temperaturas hasta de 82°C, mientras que el bitumen modificado con 7% en peso de polímero tradicional es sensible a las cargas a temperaturas de 76°C y superiores. Estos resultados permiten apreciar una mayor rigidez en el asfalto modificado con 7% en peso de SBS nanocompuesto, a pesar de su menor pérdida de peso en comparación con el asfalto modificado con SBS tradicional.

Ejemplo 9. La tabla 5 muestra los resultados de los ensayos de deformación acumulada en mezclas asfálticas preparadas con asfalto 60/70, asfalto 60/70 modificado con SBS y asfalto 60/70 modificado con SBS nanocompuesto SBS/MWCNT-OH. La deformación acumulada para la mezcla asfáltica preparada con el ligante nanocompuesto es inferior en más de un 30% a la sufrida por la mezcla asfáltica preparada con el ligante modificado con

SBS e inferior en más de un 60% a la sufrida por la mezcla asfáltica fabricada con el asfalto 60/70.

Ejemplo 10. La tabla 6 muestra los resultados de los ensayos de módulos dinámicos en mezclas asfálticas preparadas con asfalto 60/70, asfalto 60/70 modificado con SBS y asfalto 60/70 modificado con SBS nanocompuesto SBS/MWCNT-OH. El módulo dinámico promedio para la mezcla asfáltica preparada con el ligante nanocompuesto permite que ésta sea clasificada como una Mezcla de Alto Módulo ($>10\text{MPa}$), éste es superior en más de un 20% al presentado por la mezcla asfáltica preparada con el ligante modificado con SBS y superior en más de un 50% al presentado por la mezcla asfáltica fabricada con el asfalto 60/70.

Ejemplo 11. La tabla 7 muestra los resultados de los ensayos de susceptibilidad a la humedad en mezclas asfálticas preparadas con asfalto 60/70, asfalto 60/70 modificado con SBS y asfalto 60/70 modificado con SBS nanocompuesto SBS/MWCNT-OH. El resultado indica que la mezcla asfáltica preparada con el ligante nanocompuesto no es susceptible al deterioro por humedad, al igual que la mezcla asfáltica preparada con el ligante modificado con SBS, por lo tanto, los nanomateriales presentes en el asfalto nanocompuesto no ejercen un efecto negativo en la interfase asfalto – agregado pétreo.

Tabla 1. Especificaciones de desempeño del Ensayo MSCR a 64°C

LIGANTE	J_{NR} a 3.2Kpa	Sensibilidad a la carga ($J_{NR@0,1\text{KPa}}$ – $J_{NR@3.2\text{KPa}}$)/ $J_{NR@0,1\text{KPa}}$	% Recuperación @ 3.2KPa, ϵ_r	Clasificación
Asfalto acondicionado	0.233	0.117	1.91	Tránsito muy alto
3% SBS	0.083	0.292	25.77	Tránsito muy alto
5% SBS	0.038	0.479	42.97	Tránsito muy alto
7% SBS	0.015	0.309	74.13	Tránsito muy alto
3% SBS nanocompuesto	0.095	0.264	22.93	Tránsito muy alto
5% SBS nanocompuesto	0.038	0.296	44.31	Tránsito muy alto
7% SBS nanocompuesto	0.009	0.086	55.93	Tránsito muy alto

Tabla 2. Especificaciones de desempeño del Ensayo MSCR a 70°C

LIGANTE	J_{NR} a 3.2Kpa	Sensibilidad a la carga ($J_{NR@0.1KPa}$ – $J_{NR@3.2KPa}$)/ $J_{NR@0.1KPa}$	% Recuperación @ 3.2KPa, ϵ_r	Clasificación
Asfalto acondicionado	0.579	0.128	0.56	Tránsito muy alto
3% SBS	0.208	0.360	21.26	Tránsito muy alto
5% SBS	0.093	0.318	32.71	Tránsito muy alto
7% SBS	0.038	0.632	64.24	Tránsito muy alto
3% SBS nanocompuesto	0.236	0.404	17.67	Tránsito muy alto
5% SBS nanocompuesto	0.096	0.533	36.62	Tránsito muy alto
7% SBS nanocompuesto	0.023	0.222	45.57	Tránsito muy alto

Tabla 3. Especificaciones de desempeño del Ensayo MSCR a 76°C

LIGANTE	J_{NR} a 3.2Kpa	Sensibilidad a la carga ($J_{NR@0.1KPa}$ – $J_{NR@3.2KPa}$)/ $J_{NR@0.1KPa}$	% Recuperación @ 3.2KPa, ϵ_r	Clasificación
Asfalto acondicionado	1.266	0.122	0.40	Tránsito alto
3% SBS	0.513	0.580	14.48	Tránsito muy alto
5% SBS	0.257	0.631	22.18	Tránsito muy alto
7% SBS	0.094	1.411	56.29	Tránsito muy alto, sensible a la carga
3% SBS nanocompuesto	0.556	0.594	11.98	Tránsito muy alto
5% SBS nanocompuesto	0.253	0.821	26.70	Tránsito muy alto, sensible a la carga
7% SBS nanocompuesto	0.063	0.367	32.34	Tránsito muy alto

Tabla 4. Especificaciones de desempeño del Ensayo MSCR a 82°C

LIGANTE	J_{NR} a 3.2Kpa	Sensibilidad a la carga ($J_{NR@0.1KPa}$ – $J_{NR@3.2KPa}$)/ $J_{NR@0.1KPa}$	% Recuperación @ 3.2KPa, ϵ_r	Clasificación
Asfalto acondicionado	2.615	0.149	1.12	Tránsito estándar
3% SBS	1.366	0.635	2.66	Tránsito alto
5% SBS	0.647	1.026	12.36	Tránsito muy alto, sensible a la carga
7% SBS	0.316	3.173	42.13	Tránsito muy alto, sensible a la carga
3% SBS nanocompuesto	1.248	0.597	2.77	Tránsito alto
5% SBS nanocompuesto	0.654	1.213	13.29	Tránsito muy alto, sensible a la carga
7% SBS nanocompuesto	0.174	0.601	19.25	Tránsito muy alto

Tabla 5. Deformación acumulada de las mezclas asfálticas evaluadas*

LIGANTE	% DEFORMACIÓN
Asfalto 60/70	0.7314
Asfalto 60/70 modificado con SBS	0.4143
Asfalto 60/70 modificado con SBS nanocompuesto	0.2831

Condiciones del ensayo: esfuerzo aplicado 100 KPa, 3600 ciclos de carga y 40°C.

Tabla 6. Módulos dinámicos de las mezclas asfálticas evaluadas*

LIGANTE	MÓDULO DINÁMICO, MPa
Asfalto 60/70	6784
Asfalto 60/70 modificado con SBS	8488
Asfalto 60/70 modificado con SBS nanocompuesto	10467

*Temperatura del ensayo: 20°C.

Tabla 7. Susceptibilidad a la humedad de las mezclas asfálticas evaluadas

LIGANTE	VALOR DE TSR, %
Asfalto 60/70	63
Asfalto 60/70 modificado con SBS	98
Asfalto 60/70 modificado con SBS nanocompuesto	97

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la obtención de asfalto modificado con nanocomposito, SBS/MMWCNT caracterizado porque el proceso comprende las etapas de:
 - 1) Preparar un aditivo de polímero nanocompuesto mediante un polímero de estireno-butadieno-estireno SBS con nanotubos de carbono de pared múltiple funcionalizados (MMWCNTs) y la ayuda de disolventes.
 - 2) Introducir y mezclar el polímero nanocompuesto con el asfalto base para formar la composición de asfalto modificado.
2. Procedimiento para la obtención de asfalto modificado con nanocomposito SBS/MMWCNT, según reivindicación 1, caracterizado porque en la etapa de preparación del polímero nanocompuesto, el polímero de estireno-butadieno-estireno se encuentra en forma de pellets o migas (crumbs), y los nanotubos de carbono de pared múltiple (MMWCNT) son funcionalizados.
3. Procedimiento para la obtención de asfalto modificado con nanocomposito SBS/MMWCNT, según reivindicación 2, caracterizado porque los nanotubos de carbono de pared múltiple (MMWCNT) son funcionalizados con grupos hidroxilo, MWCNT-OH, con grupos de ácido carboxílico, MWCNT-COOH, con grupos amino, MWCNT-Amina, con fenol, MWCNT-Fenol, o con grupos alquilo.
4. Procedimiento para la obtención de asfalto modificado con nanocomposito SBS/MMWCNT, según reivindicación 3, caracterizado porque el polímero SBS y los nanotubos funcionalizados se disuelven separadamente mediante uno o mas solventes.
5. Procedimiento para la obtención de asfalto modificado con nanocomposito SBS/MMWCNT, según reivindicación 4, caracterizado porque el solvente empleado puede ser xilenos, tolueno, acetona, tetrahidrofurano, cloroformo, ciclohexano, etanol, metanol, propanol, dimetilformamida, o una combinación de ellos, con una relación en peso solvente/polímero entre 1 a 20 y con una relación en peso solvente/MMWCNT entre 10 a 10000.
6. Procedimiento para la obtención de asfalto modificado con nanocomposito SBS/MMWCNT, según reivindicación 5, caracterizado porque los nanotubos

funcionalizados MMWCNT, se dispersan en el solvente mediante la aplicación de ultrasonido durante un periodo no superior a 24 horas.

7. Procedimiento para la obtención de asfalto modificado con nanocomposito SBS/MMWCNT, según reivindicación 6, caracterizado porque los nanotubos de carbono de paredes múltiples tienen un diámetro entre los 5-50nm y una longitud entre 1-30 μm .
8. Procedimiento para la obtención de asfalto modificado con nanocomposito SBS/MMWCNT, según reivindicación 7, caracterizado porque la solución de polímero SBS y la dispersión de nanotubos MMWCNT se mezclan y homogenizan mediante ultrasonido y/o agitación mecánica, por un periodo no superior a 4 horas.
9. Procedimiento para la obtención de asfalto modificado con nanocomposito SBS/MMWCNT, según reivindicación 8, caracterizado porque las soluciones preparadas de SBS y MMWCNT; se mezclan mediante ultrasonido y agitación mecánica hasta su homogenización.
10. Procedimiento para la obtención de asfalto modificado con nanocomposito SBS/MMWCNT, según reivindicación 9, caracterizado porque la solución homogenizada se somete a evaporación del solvente, mediante un rotoevaporador, un secador, un evaporador, un sistema de destilación al vacío o algún otro medio que permita la evaporación del solvente hasta que la solución se torne viscosa.
11. Procedimiento para la obtención de asfalto modificado con nanocomposito SBS/MMWCNT, según reivindicación 10, caracterizado porque la solución viscosa homogénea de SBS/MMWCNT se sirve sobre platos, bandejas metálicas o bandas transportadoras, de vidrio u algún material que sea químicamente estable con el solvente utilizado; los cuales se introducen en un horno de vacío u horno de convección a una temperatura entre 30°C - 100°C, hasta obtener la evaporación del solvente remanente y producir las láminas del polímero nanocompuesto SBS/MMWCNT secas.
12. Procedimiento para la obtención de asfalto modificado con nanocomposito SBS/MMWCNT, según reivindicación 11, caracterizado porque las láminas de nanocompuesto SBS/MMWCNT se cortan con una dimensión máxima de 0,2 cm - 4 cm.

13. Procedimiento para la obtención de asfalto modificado con nanocomposito SBS/MMWCNT, según reivindicación 1, caracterizado por introducir y mezclar el polímero nanocompuesto SBS/MMWCNT con el asfalto base.
14. Procedimiento para la obtención de asfalto modificado con nanocomposito SBS/MMWCNT, según reivindicación 13, caracterizado porque el asfalto base se calienta hasta condición fluida a una temperatura entre 100°C y 200°C para adicionar las piezas de naocompuesto SBS/MWCNT.
15. Procedimiento para la obtención de asfalto modificado con nanocomposito SBS/MMWCNT, según reivindicación 14, caracterizado porque la mezcla de bitumen base y el polímero nanocompuesto se homogenizan mediante agitación mecánica durante un período comprendido entre 0,5 a 7 horas.
16. Procedimiento para la obtención de asfalto modificado con nanocomposito SBS/MMWCNT, según reivindicación 15, caracterizado porque la concentración de polímero nanocompuesto en el asfalto base se encuentra entre 3– 7 % en peso.

RESUMEN

Esta invención está relacionada con el proceso para la modificación de un ligante asfáltico usando como aditivo un nanocomposito de: nanotubos de carbono de paredes múltiples funcionalizados dispersos en una matriz de polímero estireno-butadieno-estireno (SBS / MMWCNT). El asfalto modificado con el nanocomposito SBS/MMWCNT mejora sustancialmente su resistencia mecánica a las deformaciones y a cargas a alta temperatura; de manera que esto aumente la vida del pavimento flexible. Las mezclas asfálticas producidas con este nuevo ligante asfáltico modificado presentan una reducción importante en su ahuellamiento, se clasifican como mezclas asfálticas de alto módulo cuando se producen a partir de asfalto de dureza media (60/70) o superior y no son susceptibles a la humedad.

ESPACIO PARA EL TIMBRE

Referencia 2

FORMA DE PAGO

Efectivo	\$	150.000 =	
Cheque	\$		
TOTAL A PAGAR	\$	150.000 =	
Código Banco	No. de cuenta del cheque	Número del cheque	Ciudad o plaza

ANEXO

☐ Sin Anexo ☐ Papel
☐ Disquete ☐ Otro

Banco de Bogota 881 Centro de Pagos Cab
Srv 2160 ORXP88103 Usu6364 T692
CC*****4387 21/10/13 11:28 H.NO
SUPERINTENDENCIA DE INDU CEO 785
Us:8040011790
Valor Efectivo:0.00
Valor Cheque:150,000.00 1
Valor TC:0.00
Valor ND:0.00
Valor Total:150,000.00

Nota: antes de presentar este comprobante, sírvase diligenciarlo completamente con base en la información que le suministra la empresa. Si paga con cheque, favor anotar al respaldo del mismo. El número de este comprobante, el nombre y número de la cuenta de la empresa y sus datos personales (Nombre, dirección y teléfono).

Nombre del depositante: CORIA ALTO Teléfono: 6550807

2-1-303-353 (CC-035/Febrero/2013)

Esta transacción está sujeta a verificación posterior. El(los) cheque(s) depositado(s) se reciben "Salvo buen cobro" de manera que la operación solo se entiende efectiva si el(los) cheque(s) son pagado(s) por el(los) banco(s) librados. En caso de que el(los) cheque(s) no sean efectivos, el(los) cheque(s) serán devueltos sin pago, esta operación se revertirá y el(los) título(s) se entregará(n) por parte del Banco al titular de la cuenta en la que se depositó(ron). En consecuencia, la copia del comprobante de pago que se entrega al depositante al momento de depositarlo, no implica constancia de pago respecto al las sumas no consignadas en efectivo.

- 2a COPIA : PARA EL DEPOSITANTE

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
NIT : 800.176.089-2 **No. 13 - 106354**
Bogotá D.C., Octubre 21 de 2013 - 17:06:53

RECIBIDO DE: CORPORACION PARA LA INVESTIGACION Y DESA
CONS., BANCO DE BOGOTA 062754387 57603260/ 21/10/2013 \$150.000
550005-01-01 SOLICITUDES
1607 REMINDICACION PATENTE UNITARIA ADICIONAL A LAS 10 I
Valor Recaudado \$150.000.00 -***-**

27