

①⑨



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

①① Numéro de publication:

0 178 199
B1

①②

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

④⑤ Date de publication du fascicule du brevet:
20.04.88

⑤① Int. Cl.⁴: **C 10 L 1/04**

②① Numéro de dépôt: **85401714.2**

②② Date de dépôt: **04.09.85**

⑤④ **Composition combustible liquide renfermant de l'asphalte et son procédé de préparation.**

③⑩ Priorité: **07.09.84 FR 8413897**

④③ Date de publication de la demande:
16.04.86 Bulletin 86/16

④⑤ Mention de la délivrance du brevet:
20.04.88 Bulletin 88/16

⑧④ Etats contractants désignés:
BE DE GB NL

⑤⑥ Documents cités:
FR - A - 1 321 666

⑦③ Titulaire: **INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE, 4, Avenue de Bois-Préau, F-92502 Rueil-Malmaison (FR)**

⑦② Inventeur: **Audibert, François, 6, rue du Prieuré, F-69130 Ecully (FR)**
Inventeur: **Busson, Christian, 11, Chemin du Cogny, F-69570 Dardilly (FR)**

EP O 178 199 B1

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

Description

L'invention concerne un nouveau procédé de préparation de compositions combustibles liquides, renfermant de l'asphalte, et dont la combustion, avec des brûleurs industriels courants, s'effectue avec une émission réduite de particules d'imbrûlés.

L'évolution de la nature des approvisionnements en pétroles bruts, ainsi que la demande croissante en produits raffinés légers font que l'industrie pétrolière du raffinage a développé un grand nombre de procédés divers permettant de convertir les huiles lourdes naturelles ainsi que les huiles résiduelles, telles que résidus de distillation atmosphérique ou de distillation sous vide, en fractions plus légères et donc de plus grande valeur.

La combustion de ces huiles résiduelles demeure néanmoins une utilisation très largement appliquée; cependant, afin de respecter les spécifications de viscosité des fuels commerciaux, ces huiles résiduelles sont diluées par des coupes d'hydrocarbures de diverses provenances, notamment des coupes de distillation directe (kérosène, gazoles) ou des effluents d'unités de cracking, de point d'ébullition essentiellement entre 150 et 400°C.

Les fuels lourds ainsi préparés présentent le plus souvent des teneurs élevées en carbone Conradson et en asphaltènes, ce qui se traduit, lors de la combustion, par une émission importante de particules imbrûlées.

C'est la raison pour laquelle un grand nombre de travaux ont été effectués, tendant à réduire cette émission d'imbrûlés lors de la combustion de ces fuels lourds, et en particulier de façon que ces fuels lourds répondent à la norme NF X 43-003 limitant l'émission de particules solides entraînées par les gaz de combustion.

Parmi les procédés utilisés pour réduire cette émission d'imbrûlés, on peut citer l'emploi d'injections utilisant un fluide auxiliaire tel que l'air comprimé ou la vapeur d'eau, l'utilisation d'additifs de combustion, ou encore l'addition d'eau sous forme d'émulsion dans les fuels.

Les huiles résiduelles se composent habituellement d'une fraction huileuse et d'une fraction asphalténique. La fraction huileuse, qui peut être isolée par des procédés tels que le désasphaltage aux hydrocarbures aliphatiques légers (C₃ à C₇ par exemple), peut être valorisée par des traitements catalytiques appropriés.

La fraction lourde, dite fraction asphalténique, présente des teneurs en asphaltènes et en métaux lourds élevées; elle peut subir divers traitements destinés à la débarrasser du solvant de désasphaltage et de la fraction huileuse qu'elle peut encore contenir et être isolée dans les unités de désasphaltage traitant soit des pétroles bruts soit des fractions résiduelles de distillation. La fraction résiduaire ainsi obtenue est nommée asphalte.

L'art antérieur révèle un certain nombre de procédés basés sur la combustion d'asphaltes solides, seuls ou en mélange avec d'autres produits combustibles tels que carbone ou biomasse, ou d'asphaltes dispersés dans différents milieux.

C'est ainsi que le brevet japonais J 57 034 198

indique l'utilisation de particules d'asphaltes comme combustible dans des tuyères de hauts fourneaux fonctionnant avec un excès d'air chaud, un agent désulfurant tel que CaO pouvant être utilisé.

L'application de la technique du lit fluidisé à la combustion de résidus tels que les asphaltes a été souvent décrite; on peut citer, par exemple, l'article de G. CHRYSOSTOME et A. FEUGIER, Revue de l'INSTITUT FRANÇAIS DU PETROLE, vol. 34, N° 5, 1979, p. 813 à 839. Cependant, si ce procédé présente un certain nombre d'avantages, il implique la mise en place d'un appareillage spécial de grandes dimensions, et est mal adapté à des installations de chauffe de petites ou moyennes capacités. Le brevet japonais J 58 160 710 revendique l'utilisation de cette technique, avec addition de scories ou de cendres d'aluminium et d'agents désulfurants afin d'améliorer la combustion et de diminuer le taux d'imbrûlés.

Parmi les documents traitant de l'utilisation des asphaltes solides comme combustibles en mélange, on peut citer le brevet japonais J 84 012 712 qui décrit une composition solide, à base d'asphaltes oxydés et de résines oléfiniques, et éventuellement de la biomasse telle que de la sciure de bois. Cette composition peut être utilisée soit comme combustible sous forme pulvérulente, soit sous forme liquide après mélange avec des huiles lourdes. Le brevet japonais J 59 006 290 décrit également un «bio-fuel» solide composé de résidus pétroliers tels que les asphaltes mélangés avec de la sciure de bois, des copeaux ou de la paille hachée.

Un combustible similaire fait l'objet du brevet japonais J 57 151 697 dans lequel le mélange résidu pétrolier-biomasse est effectuée à chaud.

Le brevet US 4 302 209 décrit un combustible solide préparé par un mélange de lignite broyée et l'asphalte en émulsion aqueuse.

En ce qui concerne la possibilité d'utilisation d'asphaltes comme combustibles en suspension, le brevet japonais J 56 115 395 propose un combustible formé par une dispersion de méthanol et d'eau dans des résidus lourds tels que des asphaltes, un agent tensio-actif pouvant être ajouté au méthanol. Le brevet W 082/01376 concerne une dispersion de particules contenant du carbone dans un mélange de liquides; la phase liquide est constituée d'eau, d'huile hydrocarbonée et de tensio-actif, sous forme de micro-émulsion.

Cependant aucun de ces procédés ne permet, d'une façon pratique et économique, d'obtenir à partir d'asphaltes un combustible utilisable dans des appareils de chauffe usuels pour combustibles liquides et produisant peu d'émissions de particules d'imbrûlés.

L'objet de la présente invention est de pallier cette lacune en décrivant un nouveau procédé d'obtenir, à partir d'asphaltes, un combustible liquide utilisable dans des chaudières classiques équipées de brûleurs industriels traditionnels, en produisant une émission de particules imbrûlées réduite.

Plus particulièrement, l'invention vise à produire, à partir d'asphaltes, des combustibles dont la viscosité à 100°C soit comprise entre 20 mm²/s (1 mm²/s = 1 cSt) et 3000 mm²/s, et, de préférence,

des combustibles de type fuel lourd N° 2 dont la viscosité satisfasse à la norme NFT 60-100, c'est à dire présentant à 50°C une viscosité supérieure à 110 mm²/s et, à 100°C, une viscosité inférieure à 40 mm²/s.

Les proportions relatives d'asphalte et de diluant sont choisies de manière à satisfaire aux conditions de viscosité précédentes. En règle générale, plus l'asphalte présente un point de ramollissement élevé et plus grande doit être la quantité de diluant. En utilisant des proportions pondérales d'asphalte (non dilué) et de diluant allant de 20 à 80 parties d'asphalte pour 80 à 20 parties de diluant, on obtient la plupart du temps des combustibles dont la viscosité mesurée à 100°C est comprise dans la fourchette 20 mm²/s à 3000 mm²/s indiquée ci-dessus.

Les combustibles produits par le procédé de la présente invention, utilisés dans les chaudières à brûleurs traditionnels, présentent un indice pondéral, mesuré suivant la norme NF X 43.003 inférieur à 450 mg/kWh (1 kWh = 3,6 · 10⁶ J) et, dans certains cas, inférieur à 300 mg/kWh, au lieu d'indices pondéraux de l'ordre de 1000 à 1200 mg/kWh qui sont observés lorsque l'on n'utilise pas le procédé de l'invention.

Ce procédé concerne les asphaltes pouvant se présenter notamment sous les deux formes suivantes:

- les asphaltes solides, présentant préférentiellement des températures de ramollissement, déterminées par la méthode bille et anneau suivant la norme ASTM 66.008 supérieure à 100°C et comprises de préférence entre 120 et 170°C; leur teneur en asphaltènes (déterminée au n-heptane) est habituellement supérieure à 30% en poids;

- les asphaltes sous forme liquide, qui sont des asphaltes solides tels que définis ci-dessus, ayant été dilués par un solvant directement à la sortie des unités de désasphaltage, lorsque l'asphalte est à l'état fondu, ce mélange étant généralement fait en ligne pendant un temps très court, la plupart de temps inférieur à une minute, le mélange étant rapidement ramené à une température de l'ordre de 80°C.

Dans le cas d'asphaltes solides, le procédé consiste à mélanger ceux-ci avec des diluants, qui sont, de manière classique, les diluants utilisés pour la préparation des fuels lourds. Ces diluants sont en proportion convenable pour obtenir les viscosités indiquées plus haut. Dans le cadre de l'invention, on utilise de préférence une coupe provenant d'unité de cracking catalytique présentant par exemple un intervalle de distillation compris entre 150 et 400°C, communément appelée «light cycle oil» (L.C.O.). Ce type de coupe de distillation est obtenu, d'une façon générale, dans les unités de cracking catalytique traditionnelles, telles que, par exemple, les unités de cracking catalytique en lit fluidisé. Ces unités traitent généralement des charges constituées de gazoles sous vide ou d'huile désasphaltée qui sont introduits dans le réacteur («riser») sous forme partiellement vaporisée, généralement avec de la vapeur d'eau surchauffée. Les catalyseurs les plus utilisés sont du type zéolite, la température du réacteur étant le plus souvent de l'ordre de 450 à 700°C et les temps de séjour préférentiellement compris entre 0,5 et 4 secondes. Les produits obtenus sont séparés du ca-

talyseur, qui est régénéré en présence d'oxygène. On sépare par distillation les effluents, dont environ 40 à 60% sont constitués par des essences et environ 15 à 30% constituent le «light cycle oil»; il s'agit d'une coupe de type gazole, très aromatique, présentant un mauvais indice de cétane, dont l'utilisation principale est de servir de diluant pour l'obtention de fuels lourds.

On porte l'ensemble à une température généralement comprise entre 150 et 300°C, et, de préférence, entre 220 et 275°C et on le maintient dans ce domaine pendant une durée d'au moins 0,5 heure et utilement comprise entre 0,5 et 10 h, et, préférentiellement, entre 1,5 et 4 h. On opère très avantageusement à 220 - 275°C pendant 1,5 à 3 heures.

Le rapport pondéral de diluant à l'asphalte est fonction de la nature de l'asphalte et des caractéristiques du diluant; il est déterminé de façon à obtenir les caractéristiques viscosimétriques énoncées ci-dessus.

Le procédé concerne également les asphaltes liquides obtenus par mélange rapide d'asphaltes et de solvant, comme indiqué auparavant. Si nécessaire la viscosité de ces asphaltes liquides est ajustée pour obtenir les valeurs précisées plus haut.

En effet, la demanderesse a découvert avec surprise que le fait de soumettre ces asphaltes dilués à un chauffage ultérieur, effectué dans les domaines de température et de durée tels que définis ci-dessus dans le cas d'asphaltes solides, permettaient d'obtenir un combustible liquide dont les propriétés de combustibilité, déterminées par la mesure de son indice pondéral, étaient considérablement améliorées par rapport au combustibles obtenu par simple dilution rapide.

Dans les exemples qui suivent, destinés à illustrer l'invention, on montre que, grâce au procédé de l'invention, le taux d'imbrûlés peut être réduit d'une façon importante, d'un facteur de 2 à 3 ou quelquefois même supérieur.

La figure 1 illustre un mode particulier de mise en œuvre de l'invention appliquée au traitement d'asphaltes solides.

L'installation comprend une enceinte de traitement des asphaltes (1) dont la partie inférieure (2) est inclinée et aboutit à un réservoir de collecte (3). Un dispositif approprié (4) permet de faire pénétrer le conteneur (5) à l'intérieur de l'enceinte en passant par la porte étanche (6). Le conteneur d'asphalte solide a des parois permettant le passage du solvant qui s'enrichit en asphaltes (7) au cours de l'avancement de la mise en solution.

Une ou plusieurs rampes d'arrosage telles que la rampe (8) sont disposées dans la partie supérieure et/ou sur les côtés de l'enceinte (1). Elles sont orientées vers le chargement d'asphalte solide.

Le fonctionnement est le suivant:

Après la mise en place du conteneur chargé d'asphalte solide et fermeture de la porte, on met en fonctionnement la pompe (9) qui aspire le solvant introduit par la ligne (12) ou contenu dans le réservoir de collecte (3) et l'envoie à travers le réchauffeur (10) à la rampe (8) par la ligne (11).

Le solvant est projeté sur l'asphalte solide, ruisselle librement et apporte les calories nécessaires à la fusion et à la dissolution de l'asphalte. Lorsque le

passage en solution de l'asphalte est terminé, on observe le temps de séjour désiré à la température choisie. Suivant la nature du solvant utilisé et la température de traitement, une fraction légère de faible volume peut distiller par la ligne (19). Elle est condensée dans le réfrigérant (13) et envoyée dans le ballon (14). L'enceinte est en communication avec l'atmosphère par la ligne d'évent (15). La fraction liquide du ballon (14) est déchargée par la ligne (16) et/ou recyclée tout ou partie par la ligne (17) pour ajuster le point éclair du fuel obtenu. Le combustible liquide est déchargé par la ligne (18). Un autre mode de réalisation peut consister à effectuer les traitements décrits ci-dessus dans des appareillages similaires, mais maintenus sous pression.

Dans le cas où l'on utilise des asphaltes déjà dilués, on peut procéder au traitement thermique de l'invention dans tout appareil permettant le chauffage de liquides dans la gamme de températures désirée, ces appareils pouvant être ou non équipés de systèmes d'agitation. On peut, comme dans le cas où l'on traite des asphaltes solides, recueillir et recycler tout ou partie de la fraction distillant à la température du traitement; on peut également utiliser des appareils fonctionnant sous pression.

Exemple 1 donné à titre de comparaison

De l'asphalte dont l'analyse est donnée dans le tableau III est mélangé à 250°C avec une coupe pétrolière de «L.C.O.» dont les caractéristiques sont données dans le tableau I. La durée du mélange est de l'ordre de 30 secondes, après quoi le mélange est ramené rapidement à une température de l'ordre de 80°C avant stockage. On utilise 45 parties en poids d'asphalte pour 55 parties en poids de «L.C.O.».

Les principales caractéristiques du mélange combustible ainsi obtenu sont portées dans le tableau II.

On procède à la combustion de ce mélange dans une chaudière de type industriel (générateur de vapeur à tubes d'eau), dont la capacité est de 150 kg/h de combustible. La combustion est réalisée avec 25% d'excès d'air, sans injection de vapeur d'eau.

La mesure du taux d'imbrûlés, déterminée suivant la norme NF X 43-003 donne un indice pondéral de 1150 mg/kWh.

Tableau I

Caractéristiques du diluant «L.C.O.»

Densité à 20°C	0,955
Indice de réfraction à 20°C	1,5548
Viscosité à 20°C (mm ² /s)	4,89
Viscosité à 50°C (mm ² /s)	2,39
Soufre (% pondéral)	2,36
Azote (ppm)	860
Distillation ASTM:	
P.I.	152°C
5%	220°C
50%	287°C
95%	367°C
P.F.	386°C

Tableau II

Caractéristiques du mélange asphalte - L.C.O.

Asphalte (% pondéral)	45
«L.C.O.» (% pondéral)	55
Densité à 15°C	1,041
Viscosité à 50°C (mm ² /s)	498
Viscosité à 100°C (mm ² /s)	38,5
Point éclair (°C)	161
Carbone Conradson (% pondéral)	20,3
Asphaltènes au nC ₇ (% pondéral)	20,8
Soufre (% pondéral)	4,84
Nickel (ppm en poids)	55
Vanadium (ppm en poids)	187
PCI (kJ/kg) (pouvoir calorifique inférieur)	39.980

Exemple 2

Dans cet exemple, on utilise le mélange d'asphalte et de «L.C.O.» tel que décrit dans l'exemple comparatif précédent, et dont les caractéristiques sont données dans le tableau II.

On soumet ce mélange à un traitement thermique qui consiste à l'amener rapidement à 250°C et à le maintenir pendant 2 h à cette température, en recyclant l'intégralité des fractions qui distillent, puis à le refroidir rapidement.

Le mélange obtenu après ce traitement présente pratiquement les mêmes caractéristiques que celui dont on est parti (cf. tableau II).

On soumet ce mélange à un test de combustion effectué exactement dans les mêmes conditions que celles décrites dans l'exemple 1 (appareillage identique, débit d'injection du combustible inchangé et excès d'air identique). La mesure de rejet d'imbrûlés donne un indice pondéral de 500 mg/kWh.

On voit donc que, grâce au traitement de l'invention, l'indice pondéral du combustible initial a été réduit d'un facteur 2, 3.

Exemple 3

Dans cet exemple, on utilise le même asphalte que dans l'exemple 1. Les caractéristiques de cet asphalte sont portées sur le tableau III.

On utilise, pour diluer cet asphalte, le diluant «L.C.O.» décrit dans le tableau I, utilisé dans l'exemple 1 comparatif. On utilise l'appareillage décrit dans la figure 1: on dispose en vrac dans le conteneur 606,7 kg d'asphalte solide, et l'on introduit par la ligne (12) 726,7 kg de «L.C.O.»; on élève en 1 heure la température du liquide circulant jusqu'à 250°C. Lorsque cette température est atteinte, on la maintient pendant 2 h; l'intégralité des liquides distillant par la ligne (19) est recyclée pendant l'opération.

Après avoir refroidi le mélange obtenu à l'aide d'un échangeur de température non représenté, le liquide résultant est stocké. Ses caractéristiques sont portées sur le tableau IV.

Ce combustible, brûle dans des conditions identiques à celles décrites dans l'exemple 1, présente un indice pondéral de 320 mg/kWh; cet indice pondéral

est de 3,6 fois inférieur à celui obtenu dans l'exemple 1 comparatif.

Tableau III

Caractéristiques de l'asphalte solide

Température de ramollissement (bille-anneau) mesuré suivant la norme ASTM 66-008, en °C	150
Densité à 25°C	1,10
Asphaltènes au nC ₇ (% pondéral)	47,5
Carbone Conradson (% pondéral)	44,0
Soufre (% pondéral)	6,5
Azote et oxygène (% pondéral)	1,2
Vanadium (ppm en poids)	350
Nickel (ppm en poids)	110
Carbone (% pondéral)	83
Hydrogène (% pondéral)	8,3
PCI (kJ/kg)	37.390

Tableau IV

Caractéristiques du combustible obtenu à partir d'asphalte solide traité

Asphalte (% pondéral)	45,5
«L.C.O.» (% pondéral)	54,5
Densité à 15°C	1,046
Viscosité à 50°C (mm ² /s)	414
Viscosité à 100°C (mm ² /s)	39
Point éclair (°C)	140
Carbone Conradson (% pondéral)	20,5
Asphaltènes au nC ₇ (% pondéral)	21,1
Soufre (% pondéral)	5,0
Nickel (ppm en poids)	60
Vanadium (ppm en poids)	190
Azote (% pondéral)	0,47
Eau (% pondéral)	0,05
PCI (kJ/kg)	38.130

Revendications

1. Procédé de préparation d'une composition combustible liquide renfermant de l'asphalte, le-dit asphalte étant le produit résiduel du désasphaltage d'une huile asphaltique au moyen d'un hydrocarbure aliphatique légère, caractérisé en ce que le-dit asphalte est mélangé à une fraction d'huile non-asphaltique, distillant essentiellement entre 150 et 400°C, les proportions respectives d'asphalte et d'huile non-asphaltique étant telles que le mélange résultant présente, à 100°C, une viscosité comprise entre 20 mm²/s et 3000 mm²/s, et en ce que la composition résultante est maintenue à 150 - 300°C pendant au moins 0,5 heure.

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel la fraction d'huile non-asphaltique est un condensat, distillant essentiellement entre 150 et 400°C, provenant d'un cracking catalytique d'hydrocarbures.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel la composition obtenue présente une viscosité supérieure à 110 mm²/s à 50°C et inférieure à 40 mm²/s à 100°C.

4. Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel la composition est maintenue à 150 - 300°C pendant 0,5 - 10 heures.

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, dans lequel la composition est maintenue à 220 à 275°C pendant 1,5 - 3 heures.

6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, dans lequel on mélange 20 - 80 parties d'asphalte de température de ramollissement supérieur à 100°C avec 80 - 20 parties de fraction d'huile non-asphaltique.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Herstellen einer Asphalt enthaltenden flüssigen Brennstoffzusammensetzung, wobei der Asphalt ein Restprodukt der Entasphaltierung eines Asphaltöls mittels eines leichten aliphatischen Kohlenwasserstoffs ist, dadurch gekennzeichnet, dass dieser Asphalt gemischt wird mit einer Fraktion aus einem nicht-asphaltartigen Öl, das im wesentlichen zwischen 150 und 400°C destilliert, wobei die jeweiligen Anteile an Asphalt und nicht-asphaltartigem Öl derart sind, dass das resultierende Gemisch bei 100°C eine Viskosität zwischen 20 mm²/sec und 3000 mm²/sec aufweist und dass die resultierende Zusammensetzung bei 150 bis 300°C während wenigstens 0,5 Stunden gehalten wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Fraktion aus nicht-asphaltartigem Öl ein Kondensat ist, das im wesentlichen zwischen 150 und 400°C destilliert und aus einem katalytischen Cracken der Kohlenwasserstoffe stammt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die erhaltene Zusammensetzung eine Viskosität von mehr als 110 mm²/sec bei 50°C und weniger als 40 mm²/sec bei 100°C aufweist.

4. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Zusammensetzung bei 150-300°C 0,5-10 Stunden lang gehalten wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Zusammensetzung bei 220-275°C 1,5 bis 3 Stunden lang gehalten wird.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass man 20-80 Teile Asphalt von einer Erweichungstemperatur von mehr als 100°C mit 80-20 Teilen der nicht-asphaltartigen Ölfraction mischt.

Claims

1. Process for preparing a liquid combustible composition containing asphalt, the said asphalt being the waste product of the deasphalting of an

asphaltic oil by means of a light aliphatic hydrocarbon, which process comprises blending the said asphalt with a non-asphaltic oil fraction which essentially distills between 150 and 400°C, the respective proportions of asphalt and non-asphaltic oil being such that the resulting mixture shows a viscosity between 20 mm²/s and 3000 mm²/s at 100°C, and maintaining the resulting composition at 150-300°C for at least 0.5 hour.

2. The process of claim 1 wherein the non-asphaltic oil fraction is a condensate that essentially distills between 150 and 400°C and results from a hydrocarbon catalytic cracking.

3. The process of claim or 2 wherein the obtained composition shows a viscosity higher than 110 mm²/s at 50°C and lower than 40 mm²/s at 100°C.

4. The process of claim 1 or 2 wherein the composition is maintained at 150-300°C for 0.5-10 hours.

5. The process of one of claims 1 to 4 wherein the composition is maintained at 220-275°C for 1.5-3 hours.

6. The process of one of claims 1 to 5 wherein 20-80 asphalt parts with a softening temperature higher than 100°C are blended with 80-20 parts of the non-asphaltic oil fraction.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

6

