



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



① Número de publicación: **2 343 399**

② Número de solicitud: 200900243

⑤ Int. Cl.:

B01F 3/08 (2006.01)

C08L 95/00 (2006.01)

C08J 3/03 (2006.01)

⑫

SOLICITUD DE PATENTE

A1

⑫ Fecha de presentación: **28.01.2009**

⑬ Fecha de publicación de la solicitud: **29.07.2010**

⑭ Fecha de publicación del folleto de la solicitud:
29.07.2010

⑰ Solicitante/s: **REPSOL YPF, S.A**
Paseo de la Castellana, 278
28046 Madrid, ES

⑱ Inventor/es: **Páez Dueñas, Antonio;**
Moreno Martínez, Emilio;
Romero Palazón, Eduardo;
Martínez Boza, Francisco José;
Partal López, Pedro;
Navarro Domínguez, Francisco Javier;
Gallegos Montes, Crispulo y
Bardesi Orue-Echevarría, Alberto

⑳ Agente: **Pons Ariño, Ángel**

⑳ Título: **Procedimiento de preparación en continuo de emulsiones submicrónicas de betún.**

㉑ Resumen:

Procedimiento de preparación en continuo de emulsiones submicrónicas de betún.

Procedimiento para la preparación, en continuo, de emulsiones bituminosas con tamaño medio de partícula inferior a una micra, mediante una emulsificación por inversión de fases combinando mezcladores estáticos de baja cizalla y homogeneizadores de alta cizalla. Además, la invención se refiere a las emulsiones bituminosas obtenidas y a su aplicación para la construcción y/o mantenimiento de carreteras.

ES 2 343 399 A1

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de preparación en continuo de emulsiones submicrónicas de betún.

5 La presente invención se refiere a un método de fabricación, en continuo, de emulsiones de betún directas de betún (o/w) con un tamaño medio volumétrico ($D_{4,3}$) inferior a $1\ \mu\text{m}$, preferiblemente entre $0,1$ y $0,9\ \mu\text{m}$. El tamaño de partícula deseado puede ser controlado seleccionando las condiciones de operación de la planta, tales como caudales de alimentación, volúmenes de las cámaras de cizalla, velocidad de homogeneización, etc. Además, las emulsiones o/w
10 obtenidas se caracterizan por distribuciones de tamaño de partícula estrechas (con polidispersidad no muy acusada), lo que mejora su estabilidad al almacenamiento.

Estado de la técnica anterior

15 En el ámbito de la industria vial, coexisten dos técnicas de preparación de mezclas bituminosas: las técnicas denominadas “en caliente”, en las que tanto los componentes minerales como los ligantes asfálticos utilizados se calientan con vistas a la fabricación y puesta en obra de la mezcla bituminosa, y las técnicas a base de emulsiones, denominadas “en frío”, que se aplican a componentes minerales no calentados. Entre éstas últimas destacan, principalmente, las mezclas densas, semidensas, abiertas, la grava-emulsión, las mezclas bituminosas en frío y los tratamientos superficiales. El interés de técnicas en frío reside en su menor coste energético y en sus ventajas medioambientales. Este es
20 el ámbito técnico en el que se sitúa la invención.

Las emulsiones bituminosas han sido utilizadas durante más de 70 años, siendo su principal uso en obra civil, como construcción y mantenimiento de carreteras, cubiertas y cerramientos, impermeabilizaciones, etc. Las emulsiones bituminosas acuosas, dispersión estable de un ligante hidrocarbonado en agua, se pueden presentar bajo cuatro formas:
25 catiónicas, aniónicas, no iónicas y anfóteras, en función de la naturaleza química de los emulgentes utilizados que se añaden a la fase acuosa.

Los emulgentes amónicos han sido generalmente jabones de ácidos grasos de largas cadenas. Estos sistemas tenían la desventaja de que la adhesión al material pétreo era bastante pobre. Los emulgentes catiónicos, generalmente ácidos grasos, presentan la ventaja de su mayor amplitud de uso.
30

En particular, el uso de emulsiones submicrónicas puede tener diversas aplicaciones, tal como la imprimación de carreteras por su facilidad de penetración en el lecho granular, relacionado con el pequeño tamaño de partícula y la baja viscosidad de la emulsión. Además, este bajo tamaño de partícula, junto a su carácter altamente monodisperso, hace que estas emulsiones presenten una estabilidad mejorada durante su almacenamiento.
35

Tradicionalmente, las emulsiones de betún se han obtenido, tanto de forma continua como discontinua, en molinos coloidales, rotor-estator y homogenizadores, tal como se describe en las patentes DE3818453 y US4773883. En estos equipos, tanto la fase oleosa (betún) como la acuosa, se adicionan al mismo tiempo (y de una sola vez) y se hacen pasar por una cámara de alta agitación. Este método se conoce como “emulsificación directa” por alta cizalla y, en general, el tamaño se reduce al aumentar la energía debida a la agitación. Así, las emulsiones correspondientes se preparan, en la actualidad, por inyección en caliente. En general, el betún se calienta a una temperatura superior a 120°C , mientras que la fase continua, generalmente agua, se calienta, por su parte, aproximadamente a 60°C . La mezcla del betún y de la fase acuosa se inyecta en una turbina bajo velocidad muy elevada de agitación, del orden de 5.000 revoluciones por minuto y bajo una presión que puede llegar hasta 3 atmósferas. Como consecuencia de un tratamiento de este tipo se obtienen, generalmente, emulsiones de betún que tienen una concentración que no sobrepasa el 70% en peso de betún, un tamaño medio de partícula importante (de forma típica mayor de $5\ \mu\text{m}$) y una polidispersidad igualmente elevada. Las emulsiones así obtenidas, con una amplia distribución de tamaños de partículas, y, por tanto, con gran número de gotas de elevado tamaño (“cola de la distribución”) presentan una limitada estabilidad durante el almacenamiento.
40
45

El método de emulsificación por inversión de fases consiste en la adición lenta de un líquido de baja viscosidad a uno de alta viscosidad obteniendo una emulsión del líquido poco viscoso en el líquido más viscoso. A una determinada concentración crítica del fluido poco viscoso ocurre la inversión de la emulsión y se forma una emulsión del líquido más viscoso en el menos viscoso. Un ejemplo de este método puede encontrarse en US5670087, según el cual, mediante dispositivos de baja cizalla, se pueden obtener emulsiones de 2 a $50\ \mu\text{m}$.
50
55

Para obtener emulsiones con tamaño de partícula inferior a $1\ \mu\text{m}$ (submicrónicas), se utilizan mezcladores discontinuos de baja cizalla, del tipo tanque agitado, donde los elevados tiempos de mezclado permiten, tras la inversión de fases, emulsiones con un tamaño de partícula inferior a $1\ \mu\text{m}$. Ejemplos de este método pueden encontrarse en US2006/0086288A1, EP0999890 y W02007/074225A1. También, en US6951891B2, se describe un método de obtención de emulsiones submicrónicas por inversión de fases que requiere del uso de membranas de separación. Este método, además de los problemas derivados del ensuciamiento de las membranas, requiere de elevados costes de bombeo.
60

En resumen, todos los procedimientos descritos para obtener emulsiones por el método de inversión de fases requieren de mezcladores discontinuos de baja cizalla, con un alto tiempo de residencia, para obtener emulsiones submicrónicas de betún, lo que va en contra de un rendimiento adecuado del proceso.
65

Descripción de la invención

La presente invención, se refiere a un proceso continuo de obtención de emulsiones de betún en agua (o/w) con un tamaño de partícula inferior a 1 micra, que se basa en el uso combinado de mezcladores de baja y alta cizalla. Así, para la obtención en continuo de emulsiones submicrónicas de betún, se requiere realizar el método de emulsificación por inversión de fases con una combinación de mezcladores estáticos de baja cizalla y homogeneizadores de alta cizalla.

La combinación de mezcladores de baja y alta cizalla permite la obtención de emulsiones con diámetro medio de partícula volumétrico (D 4,3) inferior a una micra, con una capacidad de producción de la planta equivalente a las tradicionalmente utilizadas en emulsificación directa. Mediante el procedimiento aquí descrito se obtienen emulsiones con una distribución de tamaño de partícula muy estrecha, sin “colas” apreciables, y, por tanto, con estabilidad mejorada. Además, mediante el procedimiento de la presente invención se obtiene un mayor rendimiento en la obtención de emulsiones bituminosas.

Por tanto, un primer aspecto de la presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención, en continuo, de emulsiones bituminosas (o/w) con tamaño medio de partícula de betún inferior a una micra, caracterizado porque se realiza la emulsificación por inversión de fases con una combinación de mezcladores estáticos de baja cizalla y homogeneizadores de alta cizalla (a partir de ahora procedimiento de la invención).

Por “emulsificación por inversión de fases” se refiere en la presente invención a la adición lenta de un líquido de baja viscosidad a uno de alta viscosidad bajo condiciones combinadas de alta y baja cizalla, obteniendo una emulsión del líquido poco viscoso en el líquido más viscoso, en este caso w/o, y a una determinada concentración crítica del fluido poco viscoso ocurre la inversión de la emulsión a o/w.

Los mezcladores de baja cizalla pueden ser tanques agitados o mezcladores estáticos. Ejemplos no limitativos de mezcladores estáticos se fabrican por las marcas comerciales de Sulzer, Kenics o Ross, entre otros. Si se utilizaran mezcladores estáticos estos deben ser de suficiente longitud, en todo caso superior a seis elementos de mezclado.

Para llevar a cabo el procedimiento de la invención se puede utilizar desde un solo elemento de baja cizalla hasta varios de ellos con configuraciones en serie y/o en paralelo y/o serie/paralelo, a su vez combinando los tanques agitados y los mezcladores estáticos.

El dispositivo de dispersión de alta cizalla puede ser cualquiera de los emulsificadores en línea que tradicionalmente se utilizan en la emulsificación directa, como molinos coloidales, turbinas rotor-estator, homogeneizadores o emulsificadores multicámara de alta cizalla.

Mediante el sistema de emulsificación de alta cizalla se produce una emulsión de agua en betún que luego se convierte en emulsión de betún en agua mediante el concurso de los mezcladores estáticos de baja cizalla. Asimismo, si se desea, los mezcladores de baja cizalla pueden utilizarse previamente a los mezcladores de alta cizalla para crear una premezcla que hace que disminuya el tamaño de partícula de las gotas de betún de la emulsión final.

La temperatura a la que se lleva a cabo el procedimiento de la invención es variable dependiendo de la etapa y está comprendida entre 50°C y 180°C. En cuanto a la presión, el procedimiento puede llevarse a cabo a presión atmosférica aunque es conveniente llevar a cabo el proceso a una presión superior o igual a 1 bar y preferiblemente entre 2 y 4 bar.

Por tanto, el procedimiento de la invención se puede llevar a cabo en dos o más etapas.

Una realización preferida del procedimiento de la invención, comprende las siguientes dos etapas:

(a) en una primera etapa se hacen pasar por uno o más dispositivos de dispersión de alta cizalla un betún asfáltico o betún modificado, denominada fracción bituminosa, preferiblemente a una temperatura de entre 50°C y 180°C, y una disolución acuosa, preferiblemente a una temperatura de entre 25 y 110°C. La fracción acuosa tiene un contenido de emulsionante o mezclas de emulsionantes, que preferiblemente es de entre el 5% y el 35% en peso, sumando todos los componentes el 100%. La relación entre la disolución acuosa y la fracción bituminosa preferiblemente está comprendida entre 0,05 y 0,3. De esta forma se obtiene una emulsión de agua en betún.

(b) en la segunda etapa se mezcla la emulsión obtenida en la primera etapa (a) en uno o más dispositivos de dispersión de baja cizalla, con una disolución acuosa, preferiblemente a una temperatura de entre 10°C y 95°C, que puede contener emulsionante o mezcla de emulsionantes con una concentración en peso de entre el 0% y el 5% a una relación tal que el contenido final de la fracción bituminosa esté entre el 10% y el 70% y el del emulsionante entre el 0,01% y el 10% y más preferiblemente entre el 0,05% y el 5% en peso de la emulsión total.

Otra realización preferida del procedimiento de la presente invención, comprende llevar a cabo dicho procedimiento mediante tres etapas, de esta forma se obtiene un tamaño de partícula menor que cuando se realiza el procedimiento de la invención en dos etapas. Previamente al dispositivo de dispersión de alta cizalla, se coloca uno o más mezcladores dispositivos de dispersión de baja cizalla por donde se hace pasar la fracción bituminosa, preferiblemente a una temperatura de entre 50°C y 180°C, y una disolución acuosa, preferiblemente a una temperatura de entre 25 y 110°C. La fracción acuosa contiene emulsionante o mezclas de emulsionantes, que preferiblemente está en una proporción

ES 2 343 399 A1

de entre el 5% y el 35% en peso de dicha fracción. La relación entre la disolución acuosa y la fracción bituminosa preferiblemente está entre 0,05 y 0,3. Así se obtiene una emulsión de agua en betún que, en una segunda etapa, se alimenta al dispositivo de dispersión de alta cizalla que homogeniza la emulsión de agua en betún disminuyendo el tamaño de partícula de las gotas de agua. En la tercera etapa se mezcla, en un mezclador de baja cizalla, la emulsión de agua en aceite de la etapa anterior con una disolución acuosa, preferiblemente a una temperatura de entre 10°C y 95°C, que puede contener emulsionante o mezcla de emulsionantes con una concentración en peso de entre el 0% y el 5% a una relación tal que el contenido final de la fracción bituminosa esté comprendido entre el 30% y el 70% y el del emulsionante entre el 0,01% y el 10% y preferiblemente entre el 0,05% y el 5% en peso de la emulsión total.

Para que el sistema sea estable es necesario el uso de emulsionantes en la fracción acuosa de la primera etapa del procedimiento de la invención. El emulsionante puede ser catiónico, aniónico, no iónico, anfótero o una mezcla de éstos en cualquier proporción, siempre y cuando no sean incompatibles. Así nunca pueden estar juntos en una mezcla un emulsionante aniónico y uno catiónico. La concentración total de emulsionante está comprendida entre el 0,01% y el 10% y preferiblemente entre el 0,05% y el 5% en peso de la emulsión total.

Como emulsionantes catiónicos se utilizan sales de poliaminas, diaminas, amidoaminas o imidazolinas de sebo o mezclas de los mismos de los que existen suficientes productos en el mercado.

Para formar la sal, se hacen reaccionar en medio acuoso con un ácido mineral, seleccionado de la lista que comprende ácido clorhídrico, bromhídrico, sulfúrico, fosfórico o cualquier mezcla de los mismos en una cantidad tal que el pH de la solución acuosa esté comprendido entre 1 y 7.

En cuanto a los emulsionantes aniónicos pueden usarse sales de la resina Vinsol, del tall oil o de la colofonia o una mezcla de ambos, los ésteres del ácido sulfúrico y sus sales, preferiblemente los alquil sulfatos, y los derivados de los ácidos sulfónicos como las sales sódicas de los alquil aril sulfonatos o de los alquil sulfonatos.

Para formar la sal de la resina vinsol, del tall oil y de la colofonia, se hace reaccionar el emulsionante en medio acuoso con una base, como por ejemplo pero sin limitarse hidróxido sódico, hidróxido potásico o amoníaco hasta que el pH de la disolución acuosa esté comprendido entre 7 y 14.

Ejemplos no limitativos de alquil sulfatos son el lauril sulfato de sodio, el cetil-estearil sulfato sódico, el lauril sulfato amónico, el lauril sulfato de trietanolamina solos o mezclados en cualquier proporción.

Ejemplo no limitativo de los derivados de los ácidos sulfónicos es el dodecil benceno sulfonato de sodio.

Los emulsionantes no iónicos útiles para esta invención son los ésteres de glicol, de glicerol, los poligliceril ésteres, los alquil fenoles polioxietilenados, o los alcoholes polioxietilenados, solos o mezclados entre sí en cualquier proporción.

Los emulsionantes anfóteros útiles para esta invención son las sulfobetaínas, la N-alquil betaína, los derivados del beta-N-alquil-amino-ácido propiónico o los derivados de los N-alquil-beta-imido-ácidos propiónicos.

Para fabricar las emulsiones de la presente invención puede utilizarse cualquier tipo de betún asfáltico. Así cabe citar los betunes procedentes de las unidades de destilación a vacío, de las unidades de desasfaltado o de las unidades de visbreaking de las operaciones de Refino de Petróleo.

También pueden utilizarse betunes modificados con polímeros. Ejemplos no limitativos de modificadores de betunes son el SBS, el SBR, el EVA, el polietileno, el EPDM (caucho de etileno propileno dieno), tanto solos como mezclados entre sí en cualquier proporción.

También pueden utilizarse betunes fluidificados en lugar del betún asfáltico. Los betunes fluidificados se fabrican adicionando un fluidificante a un betún en una proporción de entre el 0 y el 20% en peso con respecto al betún final. Los fluidificantes son bien conocidos en el Estado de la Técnica y provienen tanto de la destilación de la hulla como del Refino del petróleo. Estos productos presentan un intervalo de destilación de entre 60°C y 300°C aunque son preferidos los que presentan un intervalo de destilación de entre 150°C y 250°C.

Otra variante consiste en adicionar al betún de partida cortes o fracciones aromáticas procedentes de operaciones de refino del petróleo con lo que se le dota a la emulsión submicrónica de propiedades útiles para el reciclado de pavimentos bituminosos envejecidos.

El porcentaje de betún asfáltico tal cual, modificado con polímeros, fluidificado o mezclado con cortes o fracciones aromáticas procedentes de operaciones de refino del petróleo, está entre el 10% y el 70% en peso de la emulsión total.

Un segundo aspecto de la presente invención se refiere a una emulsión bituminosa con un tamaño medio de partícula inferior a una micra obtenible por el procedimiento de la invención y con un contenido en fracción bituminosa de entre el 10% y el 70% en peso con respecto a la emulsión final y un contenido en emulsionante de entre el 0,01% y el 10% en peso con respecto a la fracción acuosa. Preferiblemente con un contenido de emulsionante de entre 0,05% y el 5% en peso con respecto a la fracción acuosa.

ES 2 343 399 A1

En una realización preferida de la emulsión de la invención, contiene partículas con un tamaño medio de entre $0,1 \mu\text{m}$ y $0,9 \mu\text{m}$.

Otro aspecto de la presente invención se refiere al uso de las emulsiones bituminosas para pavimentación, es decir, para la construcción y/o el mantenimiento de carreteras.

A lo largo de la descripción y las reivindicaciones la palabra “comprende” y sus variantes no pretenden excluir otras características técnicas, aditivos, componentes o pasos. Para los expertos en la materia, otros objetos, ventajas y características de la invención se desprenderán en parte de la descripción y en parte de la práctica de la invención. Los siguientes ejemplos y dibujos se proporcionan a modo de ilustración, y no se pretende que sean limitativos de la presente invención.

Breve descripción de las figuras

Fig. 1.- Muestra la curva de distribución de tamaños de partícula de la emulsión del ejemplo 1.

Fig. 2.- Muestra la curva de distribución de tamaños de partícula de la emulsión del ejemplo 2.

Fig. 3.- Muestra la curva de distribución de tamaños de partícula de la emulsión del ejemplo 3.

Fig. 4.- Muestra la curva de distribución de tamaños de partícula de la emulsión del ejemplo 4.

Fig. 5.- Muestra la curva de distribución de tamaños de partícula de la emulsión del ejemplo 5.

Exposición detallada de modos de realización

A continuación se ilustrará la invención mediante unos ensayos realizados por los inventores, que pone de manifiesto las ventajas del procedimiento reivindicado.

Ejemplo 1

Preparación de la emulsión por inversión de fase utilizando sólo mezcladores de baja cizalla

En la Tabla 1 se reflejan las condiciones de operación y formulación de emulsiones obtenidas por el método de inversión de fases, utilizando sólo mezcladores de baja cizalla. El tensioactivo utilizado fue CTAB (bromuro de hexadecil trimetilamonio), en una concentración inicial del 27%. Aunque la distribución de tamaño de partícula obtenida es estrecha (Fig. 1), el tamaño medio de partícula de la emulsión es muy superior a $1 \mu\text{m}$ (Tabla 1). Sin embargo, se observa que este método se puede utilizar con betunes de muy diferente penetración.

TABLA 1

PRUEBA	Betún	Relación de alimentación	emulsión (sólidos)	Temperatura (°C)	D 3,2	D 4,3
A	150/200	0,11	55%	104	4,665	7,443
B	80/100	0,11	65%	104	5,088	8,262

Donde:

D 4,3 es el diámetro medio de las partículas de la emulsión utilizando como base de cálculo el peso total de las partículas;

D 3,2 es el diámetro medio de las partículas de la emulsión utilizando como base de cálculo la superficie de las partículas;

Betún 150/200 es un betún que presenta una Penetración según la norma EN 1426 comprendida entre 150 y 200 $1/10 \text{ mm}$;

Betún 80/100 es un betún que presenta una Penetración según la norma EN 1426 comprendida entre 80 y 100 $1/10 \text{ mm}$; y

rpm se refiere a la velocidad de agitación del elemento de alta cizalla en revoluciones por minuto.

Ejemplo 2

Preparación de la emulsión por inversión de fases en dos etapas, según la presente invención utilizando el mismo emulsionante del ejemplo 1

En la Tabla 2 se reflejan las condiciones de operación y formulación de la emulsión obtenida por el método de inversión de fases, utilizando sólo un dispositivo de dispersión de alta cizalla y un mezclador de baja cizalla para la inversión a emulsión o/w. El tensioactivo utilizado fue CTAB (bromuro de hexadecil trimetilamonio), en una concentración inicial del 27%. Como puede observarse (Fig. 2), tanto la distribución como el tamaño medio de partícula son inferiores al ejemplo 1.

TABLA 2

PRUEBA	Betún	Relación de alimentación	emulsión (sólidos)	Temperatura (°C)	rpm	D 4,3
C	150/200	0,2	55%	104	10000	0,796

donde: D 4,3, Betún 150/200 y rpm tiene el mismo significado que el descrito en la tabla 1.

Ejemplo 3

Preparación de la emulsión por inversión de fases en dos etapas, según la presente invención con un emulsionante diferente al del ejemplo 2

En la Tabla 3 se reflejan las condiciones de operación y formulación de la emulsión obtenida por el método de inversión de fases, utilizando sólo un dispositivo de dispersión de alta cizalla y un mezclador de baja cizalla para la inversión a emulsión o/w. El tensioactivo utilizado fue Dodecil benceno sulfonato de sodio, en una concentración inicial del 20%. Como se puede observar en la Fig. 3, al cambiar de emulsionante se siguen manteniendo los tamaños y distribución de partículas bajos.

TABLA 3

PRUEBA	Betún	Relación de alimentación	emulsión (sólidos)	Temperatura (°C)	rpm	D 4,3
D	150/200	0,2	55%	104	10000	0,83

donde: D 4,3, Betún 150/200 y rpm tiene el mismo significado que el descrito en la tabla 1.

Ejemplo 4

Preparación de la emulsión por inversión de fases en tres etapas según un procedimiento de la invención, y con un emulsionante diferente al ejemplo 3 e igual a los ejemplos 1 y 2

En la Tabla 4 se reflejan las condiciones de operación y formulación de la emulsión obtenida por el método de inversión de fases en tres etapas, utilizando una disposición en serie de mezcladores de baja cizalla y dispositivos de dispersión de alta cizalla. El tensioactivo utilizado fue CTAB (bromuro de hexadecil trimetilamonio), en una concentración inicial del 27%. Como puede observarse (Fig. 4), tanto la distribución como el tamaño medio de partícula son inferiores a los de los ejemplos 1 y 2, así como una estrecha distribución de tamaños de partícula. Los resultados indican lo ventajoso de operar en tres etapas según una variación preferida de la invención.

TABLA 4

PRUEBA	Betún	Relación de alimentación	emulsión (sólidos)	Temperatura (°C)	rpm	D 4,3
E	150/200	0,11	55%	118	10000	0,62

donde: D 4,3, Betún 150/200 y rpm tiene el mismo significado que el descrito en la tabla 1.

ES 2 343 399 A1

Ejemplo 5

Preparación de la emulsión por inversión de fases en tres etapas según el procedimiento preferido, y con un emulsificante diferente a los ejemplos 1 a 4

5

En la Tabla 5 se reflejan las condiciones de operación y formulación de la emulsión obtenida por el método de inversión de fases en tres etapas, utilizando una disposición en serie de mezcladores de baja cizalla y dispositivos de dispersión de alta cizalla. El tensioactivo utilizado fue lauril sulfato de sodio, en una concentración inicial del 14%. En este caso se obtiene un tamaño medio de partícula de la emulsión (Tabla 2) inferior al obtenido en el ejemplo 2 y 10 3, así como una estrecha distribución de tamaños de partícula (Fig. 5). En este ejemplo, se incrementó el caudal de alimentación al doble del utilizado en el ejemplo 1, para aumentar la capacidad de la planta.

TABLA 5

15

PRUEBA	Betún	Relación de alimentación	emulsión (sólidos)	Temperatura (°C)	rpm	D 4,3
F	150/200	0,11	55%	118	10000	0,56

20

donde: D 4,3, Betún 150/200 y rpm tiene el mismo significado que el descrito en la tabla 1.

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la preparación, en continuo, de emulsiones bituminosas con tamaño medio de partícula inferior a una micra, **caracterizado** porque se realiza una emulsificación por inversión de fases mediante la combinación de mezcladores estáticos de baja cizalla y homogeneizadores de alta cizalla.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende los siguientes pasos:
- a. hacer pasar una fracción bituminosa y una fracción acuosa por uno o más mezcladores de alta cizalla, obteniéndose una emulsión del tipo agua en betún (w/o);
 - b. invertir en continuo la emulsión obtenida en el paso (a) al tipo betún en agua (o/w), mediante la adición de una disolución acuosa en uno o más mezcladores de baja cizalla.
- 15 3. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende los siguientes pasos:
- a. hacer pasar la fracción bituminosa y la fracción acuosa por uno o más mezcladores de baja cizalla seguido del uso combinado en serie de uno o más mezcladores de alta cizalla, obteniéndose una emulsión del tipo agua en betún (w/o);
 - b. invertir en continuo la emulsión obtenida en el paso (a) al tipo betún en agua (o/w), mediante la adición de una disolución acuosa en uno o más mezcladores de baja cizalla.
- 20 4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 o 3 donde la fracción bituminosa del paso (a) se incorpora a una temperatura de entre 50 y 180°C y la disolución acuosa a una temperatura de entre 25 y 110°C.
- 25 5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 4, donde la fracción acuosa contiene al menos un emulsionante en una proporción de entre el 5 y el 35% con respecto al peso total de la fracción.
- 30 6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 5, donde la disolución acuosa de paso (b) contiene al menos un emulsionante a una temperatura de entre 10 y 95°C.
- 35 7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 donde el/los mezcladores de baja cizalla son tanques agitados y/o mezcladores estáticos, que presentan un número de elementos superior a seis y se encuentran configurados en serie y/o en paralelo.
- 40 8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, donde el/los mezcladores de alta cizalla se seleccionan de la lista que comprende molinos coloidales, turbinas rotor-estator, homogeneizadores o emulsificadores multicámara o cualquier combinación de ellos en configuraciones en serie y/o en paralelo.
- 45 9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 donde el proceso se lleva a cabo a una presión superior o igual a 1 bar.
- 50 10. Procedimiento según la reivindicación 9, donde el proceso se lleva a cabo a una presión de entre 2 y 4 bar.
- 55 11. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 10 **caracterizado** porque la fracción bituminosa es un betún asfáltico o betún modificado.
- 60 12. Procedimiento según la reivindicación 11, donde el betún se modifica con un polímero, un fluidizante, cortes o fracciones aromáticas procedentes de operaciones de refinado del petróleo o cualquiera de sus combinaciones.
- 65 13. Procedimiento según la reivindicación 12, donde el polímero se selecciona de la lista que comprende SBS, SBR, EVA, polietileno, EPDM o cualquiera de sus combinaciones.
14. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, donde el emulsionante es catiónico, no iónico, anfótero o una mezcla de éstos en cualquier proporción o aniónico, no iónico, anfótero o una mezcla de éstos en cualquier proporción.
15. Procedimiento según la reivindicación 14, donde el emulsionante es catiónico.
16. Procedimiento según la reivindicación 14, donde el emulsionante es aniónico y se seleccionan de entre un éster del ácido sulfúrico y sus sales o un derivado de los ácidos sulfónicos.
17. Procedimiento según la reivindicación 16, donde el emulsionante aniónico es un alquil sulfato o un alquil aril sulfonato.

ES 2 343 399 A1

18. Procedimiento según la reivindicación 14, donde el emulsionante es no iónico y se selecciona de la lista que comprende un éster de glicol, un éster de glicerol, un poligliceril éster, un alquil fenol polioxietileno, o un alcohol polioxietileno, solos o mezclados entre sí en cualquier proporción.

5 19. Procedimiento según reivindicación 14, donde el emulsionante es anfótero y se selecciona de la lista que comprende una las sulfobetaína, una N-alquil betaína, un derivado del beta-N-alquil-amino-ácido propiónico o un derivado de los N-alquil-beta-imido-ácidos propiónicos.

10 20. Emulsión bituminosa obtenible por el procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 19 con un contenido en fracción bituminosa de entre el 10% y el 70% en peso con respecto a la emulsión final, un contenido en emulsionante de entre el 0,01% y el 10% en peso con respecto a la fracción acuosa.

21. Uso de la emulsión bituminosa de la reivindicación 20 para la construcción y/o mantenimiento de carreteras.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

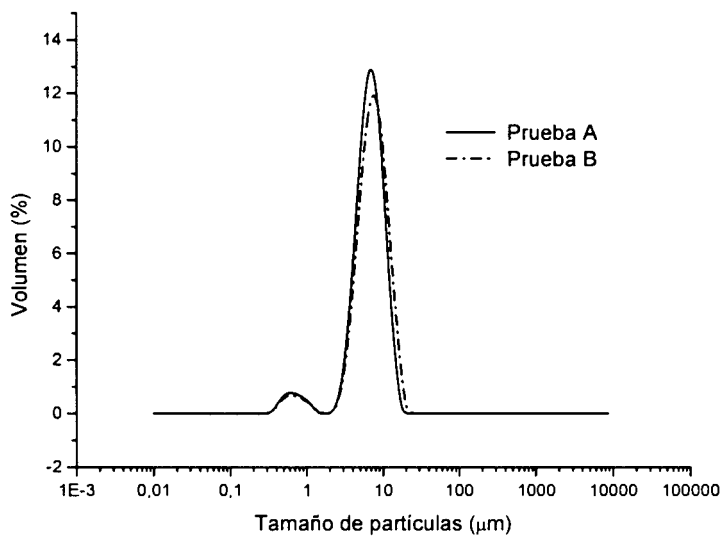


FIG.1

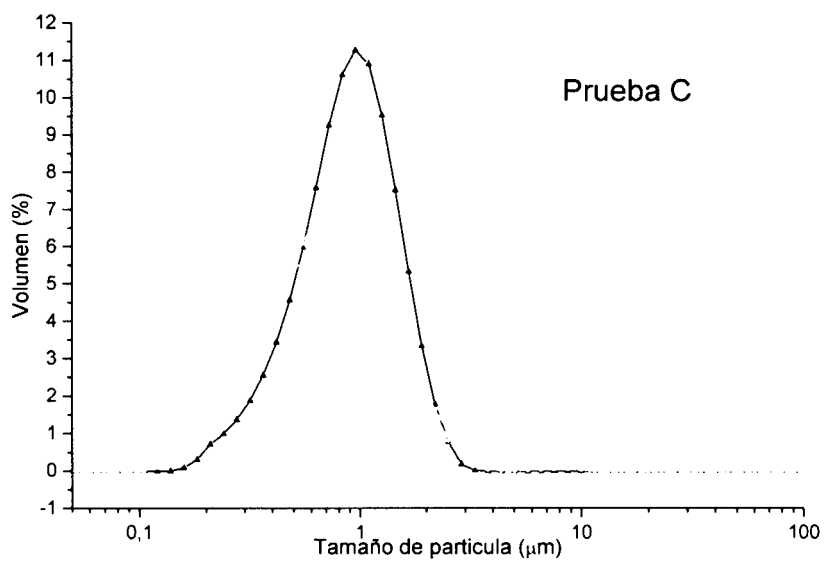


FIG.2

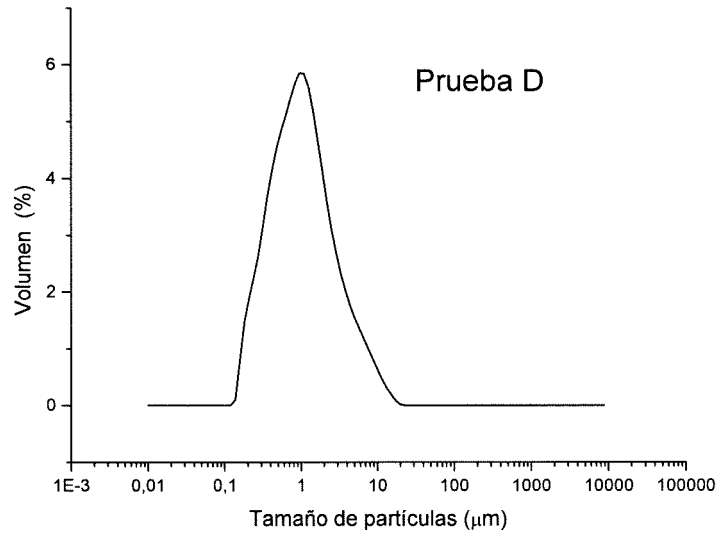


FIG.3

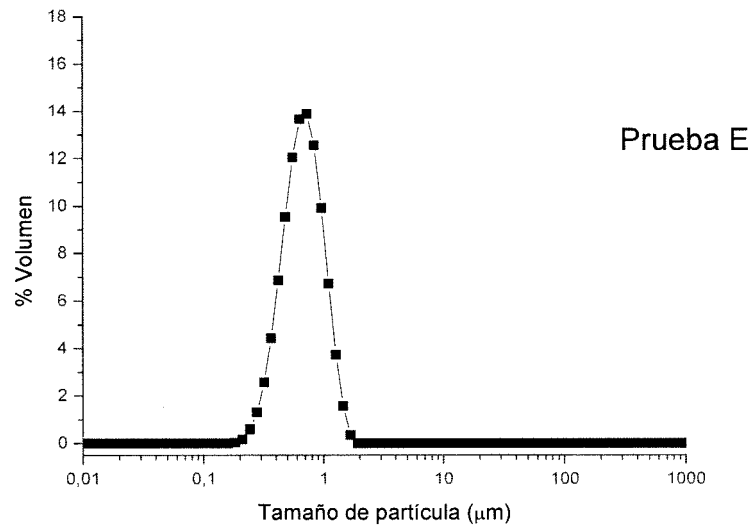


FIG.4

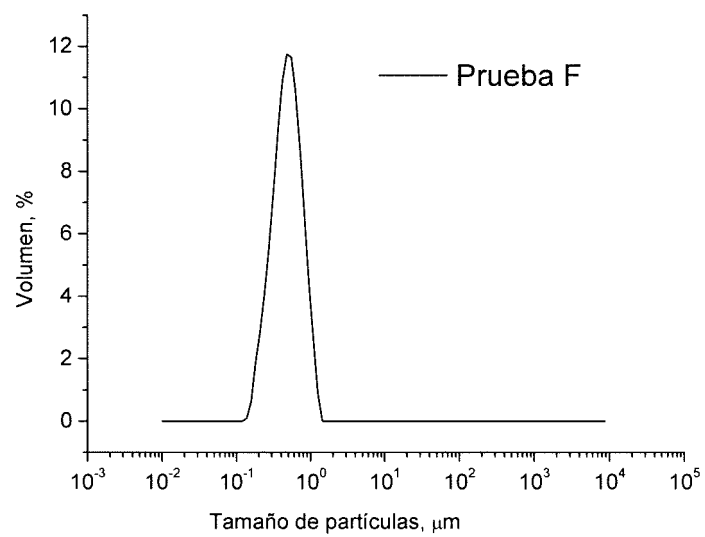


FIG.5



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

① ES 2 343 399

② N° de solicitud: 200900243

③ Fecha de presentación de la solicitud: **28.01.2009**

④ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤ **Int. Cl.:** Ver hoja adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	US 5670087 A (CHIRINOS et al.) 23.09.1997, columna 3, líneas 8-12; ejemplos 1,2; tabla 1; resumen.	20-21
X	US 2006086288 A1 (BOURREL et al.) 27.04.2006, párrafos [16]-[21],[37]-[47]; tabla 1.	20-21
A	ES 2192786 T3 (CENTRE NAT RECH SCIENT) 16.10.2003, columna 2, líneas 44-61; columna 6, líneas 50-63; columna 7, líneas 15-41.	1-21

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe

05.05.2010

Examinador

I. Gonzalez Balseyro

Página

1/4

CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

B01F 3/08 (2006.01)

C08L 95/00 (2006.01)

C08J 3/03 (2006.01)

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

B01F, C08L, C08J

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, TXTUS, XPESP, HCAPLUS

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 05.05.2010

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones	1-19	SÍ
	Reivindicaciones	20-21	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones	1-19	SÍ
	Reivindicaciones	20-21	NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de **aplicación industrial**. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión:

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como ha sido publicada.

1. Documentos considerados:

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	US 5670087 A	23-09-1997
D02	US 2006086288 A1	27-04-2006
D03	ES 2192786 T3	16-10-2003

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

El objeto de la invención es una emulsión bituminosa así como su procedimiento de obtención y uso.

El documento D01 divulga una emulsión de betún en agua con un contenido en betún del 70% y un contenido en emulsionante del 1,5-1,7% en peso con respecto a la fracción acuosa, así como su uso para la construcción de carreteras (ver ejemplo 1 y 2 y tabla 1; columna 3, líneas 8-12; resumen).

El documento D02 divulga una emulsión de betún en agua con tamaño de partícula inferior a una micra, con un contenido en betún del 60% y un contenido en surfactante del orden del 3% en peso con respecto a la fracción acuosa, así como su uso para carreteras (ver párrafos [20], [37]-[47]; tabla 1).

A la luz de lo divulgado en los documento D01 y D02, se considera que el objeto de la invención, según se define en las reivindicaciones 20 y 21 no es nuevo (Art. 6.1 LP).

Por otro lado, el documento D02 divulga un procedimiento de obtención de emulsiones submicrónicas de betún en agua por emulsificación por inversión de fases mediante sistemas de agitación de baja cizalla (ver párrafos [16]-[21]).

El documento D03 divulga un procedimiento de obtención de emulsiones submicrónicas de betún en agua mediante sistemas de agitación de baja cizalla (ver columna 2, líneas 44-61; columna 6, líneas 50-63; columna 7, líneas 15-41).

Ninguno de los documentos D01-D03 citados o cualquier combinación relevante de los mismos revela un procedimiento de obtención de emulsiones submicrónicas de betún en agua por emulsificación por inversión de fases mediante la combinación de sistemas de agitación de alta y baja cizalla.

Por lo tanto, se considera que la invención recogida en las reivindicaciones 1-19 cumple los requisitos de novedad y actividad inventiva, según lo establecido en los Artículos 6.1 y 8.1 de la Ley de Patentes.