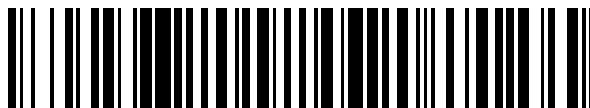


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 524 192**

21 Número de solicitud: 201431569

51 Int. Cl.:

C08K 5/521 (2006.01)

C08L 95/00 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

24.10.2014

43 Fecha de publicación de la solicitud:

04.12.2014

71 Solicitantes:

KAO CORPORATION, S.A. (100.0%)
Puig dels Tudons, 10
08210 Barberá del Vallés (Barcelona) ES

72 Inventor/es:

BUENO PERISÉ, Agustí;
MUNDÓ BLANCH, Miquel y
RIAZA MARTÍNEZ, Joan Antoni

74 Agente/Representante:

ARIAS SANZ, Juan

54 Título: **ADITIVO PARA USO EN MEZCLAS ASFÁLTICAS**

57 Resumen:

Aditivo para uso en mezclas asfálticas.

La presente invención se refiere a un aditivo para betún para mezclas asfálticas que comprende al menos un éster fosfórico de amina alcoxilada. El aditivo para betún para mezclas asfálticas de la invención puede comprender además al menos un compuesto obtenido mediante la reacción de una alquilamina alcoxilada con ácido fosfórico, pentóxido de fósforo o mezclas de los mismos. La invención además se refiere a los usos de los aditivos como componentes en composiciones bituminosas y mezclas asfálticas, y a los métodos de preparación de los mismos.

DESCRIPCIÓN

ADITIVO PARA USO EN MEZCLAS ASFÁLTICAS

CAMPO DE LA INVENCION

La presente invención está relacionada con el área de mezclas asfálticas. Más específicamente la presente invención está relacionada con los aditivos que se incorporan al betún antes de mezclarse con el material pétreo o compuesto equivalente para fabricar la mezcla asfáltica y colocarla como pavimento estructural o tratamiento superficial.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Las capas asfálticas utilizadas para la construcción y pavimentación de carreteras (de ahora en adelante, el asfalto) consisten generalmente en una mezcla de un material pétreo (árido), constituido por componentes de diferente índole y tamaño, y un componente aglutinante o ligante, derivado del petróleo, tal como el betún o el asfalto. Un árido genérico está constituido por una mezcla de agregados gruesos, por ejemplo material pétreo triturado, y materiales finos como arena, polvo u otras cargas inorgánicas. Una composición típica de pavimentación de mezcla asfáltica puede contener alrededor del 54% de agregado grueso, agregado fino alrededor del 35%, alrededor de 5% de polvo de piedra, y cerca del 6% de betún o asfalto que sirve de aglutinante.

Idealmente, para conseguir que la capa asfáltica tenga unas propiedades mecánicas óptimas, las partículas de árido deben quedar cubiertas por una película continua y homogénea del ligante. Para conseguir dicho fin se han desarrollado diferentes metodologías de fabricación y puesta en obra, que son fundamentalmente 3 tipos:

- Mezclas asfálticas en caliente: Este método de preparación es el método más tradicional. Consiste en la mezcla de los áridos con productos bituminosos a una temperatura elevada, entre 140°C y 180°C para fluidificar suficientemente el aglutinante y conseguir tanto la cobertura del árido como la manejabilidad de la mezcla. La puesta en obra (colocación y compactación en la carretera) también se realiza a temperaturas muy superiores a la ambiental.
- Mezclas asfálticas en frío: La preparación de mezclas asfálticas en frío y su puesta en obra se realiza a temperatura ambiente. Lo que posibilita trabajar a esta

temperatura es la modificación del ligante. Dicho componente se encuentra en forma de emulsión bituminosa (de bitumen en agua, aditivada con componentes emulsificantes).

Sin embargo, el campo de aplicación de las mezclas preparadas en frío se limita principalmente a vías de baja intensidad de tráfico y a operaciones de rehabilitación de superficies (riegos y lechadas).

- Mezclas asfálticas semicalientes o tibias: Los métodos para la preparación de mezclas semicalientes, o en su nomenclatura en inglés “Warm Mix Asphalt”, tienen como fundamento la modificación de las propiedades del ligante y de su interacción con el árido que permita su mezclado y su posterior uso para la pavimentación a temperaturas desde 20°C hasta 55°C (más bajas que las utilizadas en los métodos tradicionales), sin pérdida de las propiedades mecánicas de la mezcla asfáltica resultante.

Mezclas asfálticas semicalientes

La ventaja principal que se deriva de la disminución de temperatura del proceso de fabricación de mezclas asfálticas semicalientes es el ahorro energético. Esto es debido a que el consumo de fuel para la producción de las mezclas asfálticas disminuye entre un 20 y un 35% respecto el método tradicional (mezclas asfálticas calientes).

Otro claro beneficio es la posibilidad de realizar la pavimentación en lugares en los que no se dispone de un equipo de calentamiento in situ. En tales lugares el enfriamiento que puede producirse durante el transporte del asfalto conllevaría problemas cuando se utilizan mezclas asfálticas convencionales.

Por otra parte, las técnicas semicalientes o “Warm Mix” permiten una reducción considerable de emisiones de humos tóxicos, respecto a las mezclas asfálticas calientes, tales como el monóxido de carbono, óxidos nitrosos y sulfurosos. Esta reducción no sólo supone una ventaja medioambiental, sino que permite incrementar la seguridad de las condiciones del entorno de trabajo de los operarios del sector, al reducir su exposición a dichos humos tóxicos.

El principal reto en las tecnologías de preparación de mezclas semicalientes o “Warm Mix” es igualar las propiedades mecánicas obtenidas mediante las técnicas convencionales (en

caliente). Como se ha descrito anteriormente, una de las estrategias utilizadas es la adición de aditivos al betún o asfalto que modifiquen las propiedades reológicas del ligante y/o su interacción con el árido. Dichas modificaciones deben posibilitar temperaturas de mezcla del pavimento entre 100°C y 140°C sin impactar negativamente en las propiedades mecánicas de la mezcla asfáltica obtenida a temperaturas de mezclado tradicional.

Algunas de estas propiedades mecánicas de la mezcla asfáltica resultante a tener en cuenta son:

- la fluidez de la mezcla asfáltica en caliente y su manejabilidad, que impactan en la energía y tiempo necesarios para su homogenización y compactación;
 - la adherencia del árido al betún en la mezcla asfáltica;
 - la resistencia a la compresión del betún en la mezcla asfáltica.
- la resistencia al envejecimiento, relacionada con la temperatura a la que el betún se ve sometido durante las operaciones de preparación, extendido y compactación de la mezcla bituminosa.

Además de las propiedades mecánicas resultantes en la mezcla asfáltica, el aditivo debe cumplir con una serie de requerimientos, que incluyen que:

- el aditivo se pueda dispersar fácilmente en el betún caliente;
- el aditivo no cause una separación de fases con el betún durante el almacenamiento del betún fundido;
- el betún aditivado se pueda mantener en estado fundido durante un tiempo mayor sin pérdidas en el desempeño del aditivo;
- el betún aditivado tenga un buen desempeño para distintos tipos de árido.

Para obtener estas propiedades mecánicas en mezclas asfálticas semicalientes y los requerimientos de los aditivos anteriormente descritos, se han propuesto una gran variedad de composiciones de productos bituminosos y procedimientos de aplicación.

El documento WO2010/092300 A1 describe un sistema de aditivos para mezclas asfálticas semicalientes que comprende un primer componente siendo un agente de adhesión y un segundo componente seleccionado entre una (poli)amina etoxilada grasa y una amido(poli)amina etoxilada grasa. El sistema de aditivos permite reducir la temperatura de trabajo de la mezcla asfáltica sin disminución de la manejabilidad de la mezcla asfáltica, la dureza ni la resistencia a la deformación plástica.

El documento EP 2 209 853 B1 describe una combinación de agentes tensioactivos con uno o más modificadores de la reología del asfalto o betún, que incluyen ceras o resinas. Los

agentes tensioactivos comprenden aminas, diaminas, poliaminas y alquil(poli)aminas etoxiladas, amidoaminas, amidopoliaminas, imidazolinas y/o cualquiera de sus sales o mezclas de las mismas. Esta combinación de aditivos permite disminuir las temperaturas de mezcla y compactación de 9.44 a 15.56°C sin disminuir las propiedades de resistencia a la humedad de la mezcla ni su capacidad de recubrimiento a las superficies del agregado.

Forman también parte del estado de la técnica los aditivos descritos en el documento EP 2 185 649 A0, que describe una composición asfáltica semicaliente para pavimentación que comprende un aditivo lubricante. El aditivo lubricante comprende un agente tensioactivo lubricante, un agente no tensioactivo lubricante, un ácido lubricante o una combinación de los mismos. El agente tensioactivo lubricante comprende un agente tensioactivo catiónico tal como alquilamina, amidoamina, sal de alquilamonio cuaternario o sebodiamina etoxilada. La adición del aditivo lubricante permite disminuir la temperatura de mezclado y compactación de 16.66 a 27.77°C en comparación con una composición asfáltica sin aditivo lubricante.

El documento US 2010/192805 B2 describe una mezcla asfáltica que comprende el agregado, betún o asfalto y un aditivo que comprende un éster fosfórico. La mezcla asfáltica permite mantener propiedades mecánicas tales como solidez, fluidez, cohesión y fragilidad en frío, así como proporciona una distribución uniforme de los aditivos en los agregados, y permite trabajar con temperaturas de mezcla de árido con el ligante entre 20 y 50°C por debajo de temperaturas tradicionales de mezclado.

A pesar de la variedad de composiciones de productos bituminosos y procedimientos de aplicación descritos en el estado de la técnica, todavía existe la necesidad de obtener betunes aditivados para mezclas asfálticas semicalientes o "Warm Mix" que permitan reducir la temperatura de trabajo de la mezcla asfáltica con un comportamiento mecánico satisfactorio de las mezclas asfálticas.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

Los autores de la presente invención han encontrado que incluyendo un aditivo para betún que comprende al menos un éster fosfórico de amina alcoxilada consiguen modificar la interacción del betún con el árido, permitiendo temperaturas de mezcla y compactación del pavimento o mezcla asfáltica de al menos 15°C por debajo de las temperaturas de mezclado y compactación tradicional (que son aproximadamente de 140 a 180°C). Las temperaturas de mezcla y compactación que se emplean con el aditivo de la presente invención son

preferiblemente de entre 100°C y 160°C, más preferiblemente entre 100°C y 140°C, y aún más preferiblemente entre 50 y 130°C. Las propiedades mecánicas de la mezcla asfáltica de la invención son las mismas que las de las composiciones tradicionales.

- 5 Por lo tanto, un primer aspecto de la invención es la provisión de un aditivo para betún para mezclas asfálticas que comprende al menos un éster fosfórico de amina alcoxilada.

Otro aspecto de la presente invención proporciona un aditivo para betún para mezclas asfálticas que comprende al menos un compuesto obtenido mediante la reacción de una
10 alquilamina alcoxilada con ácido fosfórico, pentóxido de fósforo o mezclas de los mismos.

En una realización particular, el aditivo para betún para mezclas asfálticas de la invención comprende al menos un compuesto obtenido mediante la reacción de una alquilamina alcoxilada con ácido fosfórico, pentóxido de fósforo o mezclas de los mismos, y además al
15 menos un compuesto obtenido mediante la reacción de un alcohol graso con ácido fosfórico, pentóxido de fósforo o mezclas de los mismos.

En una realización particular, el aditivo para betún para mezclas asfálticas de la invención comprende además un éster fosfórico de alcohol graso o, alternativamente o
20 adicionalmente, un agente fluidificante.

Otro aspecto de la presente invención proporciona una composición bituminosa para mezclas asfálticas que comprende el aditivo de la invención y betún.

- 25 Un aspecto adicional de la presente invención se refiere a una mezcla asfáltica que comprende la composición bituminosa para mezclas asfálticas de la invención y un agregado pétreo o árido.

Otro aspecto de la presente invención proporciona un método para la preparación del aditivo
30 para betún para mezclas asfálticas de la invención que consiste en:

- calentar la amina precursora,
- adición gradual del pentóxido de fósforo, ácido fosfórico, o mezclas de los mismos, y
- posterior calentamiento de los componentes de reacción a una temperatura entre 50°C y 130°C durante al menos 4 horas.

Otro aspecto de la presente invención se refiere a un método para la preparación de la composición bituminosa de la invención que comprende la preparación del aditivo previamente a su adición al betún, fundido y posterior homogeneización.

- 5 Otro aspecto de la presente invención se refiere a un método para la preparación de las mezclas asfálticas de la invención, que comprende la preparación del aditivo previamente a su adición al betún, y posterior adición al árido.

- 10 Un aspecto adicional de la presente invención se refiere al uso del aditivo para betún de la invención como componente en composiciones bituminosas y mezclas asfálticas.

Otro aspecto de la presente invención se refiere al uso de la composición bituminosa de la invención como componente en mezclas asfálticas.

- 15 Un aspecto adicional de la presente invención se refiere al uso de las mezclas asfálticas de la invención para la pavimentación de carreteras.

- 20 En una realización particular, las mezclas asfálticas de los usos de la invención son mezclas asfálticas semicalientes, con temperaturas de mezclado y compactación en la fabricación y colocación de las mezclas asfálticas de al menos 15°C menores a las temperaturas de mezclado y compactación tradicional. Las temperaturas de mezclado y compactación son preferiblemente entre 100°C y 160°C, más preferiblemente entre 100°C y 140°C, más preferiblemente entre 50 y 130°C.

25 **DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION**

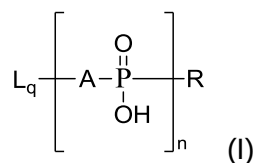
Aditivo

- 30 El objeto principal de la presente invención es proporcionar un aditivo para betún para mezclas asfálticas que permite temperaturas de mezcla y compactación del pavimento de al menos 15°C menores a las temperaturas de mezclado tradicional, lo que implica poder emplear unas temperaturas de entre 100°C y 160°C, más preferiblemente entre 100°C y 140°C, más preferiblemente entre 50 y 130°C.

- 35 En el contexto de la presente invención, el término “aditivo” se refiere a una composición química que mejora la afinidad química entre el aglutinante y el árido así como el desempeño de la mezcla asfáltica.

Por lo tanto, el objetivo de la presente invención se cumple por medio de un aditivo para betún para mezclas asfálticas que comprende al menos un éster fosfórico de amina alcoxilada que se representa por la fórmula (I)

5

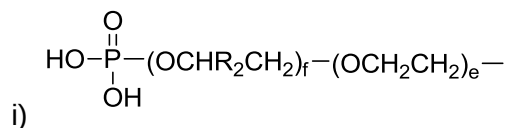


donde

q se selecciona de 0 y 1;

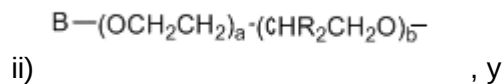
L se selecciona de -H y el grupo

10



cuando q es 1;

A representa el grupo

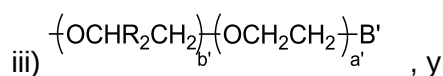


15

donde A se enlaza al grupo fosfórico mediante el oxígeno terminal de $-(\text{CHR}_2\text{CH}_2\text{O})_b-$;

R se selecciona de un grupo -OH y A';

A' representa el grupo

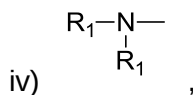


20

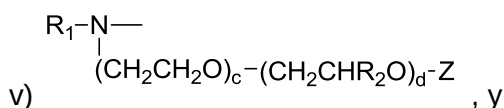
donde A' se enlaza al grupo fosfórico mediante el oxígeno terminal de $-(\text{OCHR}_2\text{CH}_2)_{b'}-$

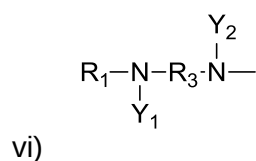
B se selecciona

- de los grupos



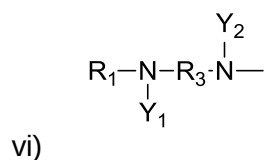
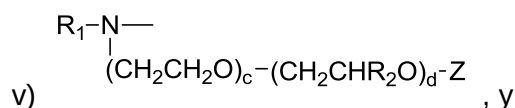
25





cuando q es 0; y
- de los grupos

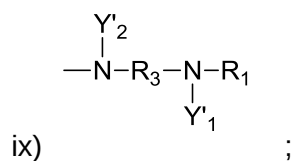
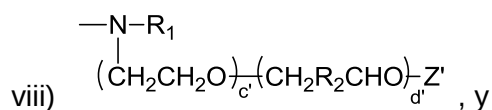
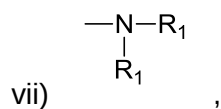
5



cuando q es 1; y

donde B se enlaza con el resto de A mediante el nitrógeno terminal de los grupos iv), v) y vi);

10 B' se selecciona de los grupos

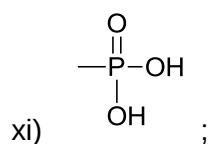


15 donde B' se enlaza con el resto de A' mediante el nitrógeno terminal de los grupos vii), viii) y ix);

Z se selecciona

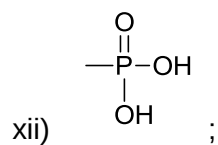
- de un enlace simple cuando q es 1 y donde B se enlaza a L mediante dicho enlace simple, y

20 - de -H y el grupo



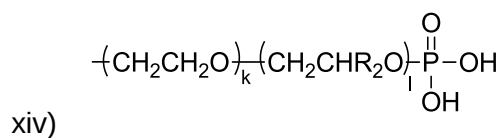
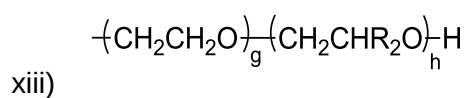
cuando q es 0;

Z' se selecciona de -H y el grupo



Y₁ se selecciona

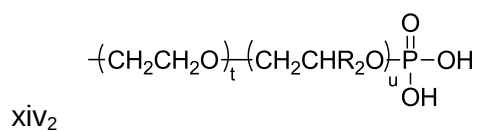
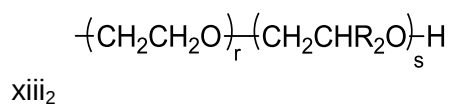
5 de -H y de los grupos



Y₂ se selecciona

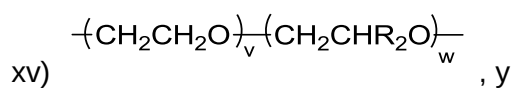
de H y de los grupos

10

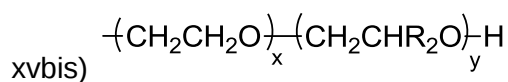


cuando q es 0;

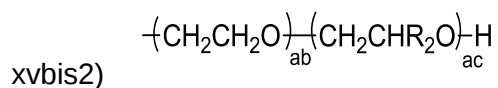
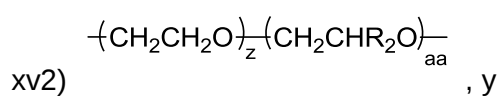
Y₁ se selecciona de uno de los siguientes grupos



15



Y₂ se selecciona de uno de los siguientes grupos

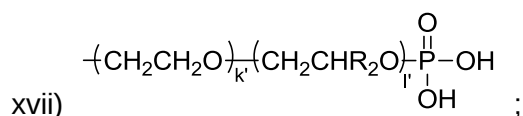
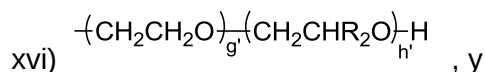


cuando q es 1; con el proviso de que cuando Y_1 es XV, entonces Y_2 es XVbis2, y que cuando Y_1 es XVbis, entonces Y_2 es XV2;

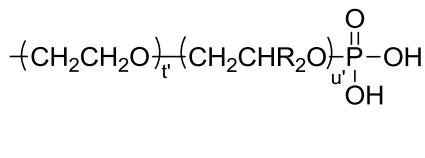
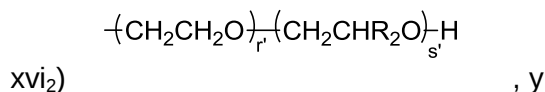
y donde B se enlaza a L mediante el oxígeno terminal de

$-(OCH_2CHR_2)_w-$ o de $(OCH_2CHR_2)_{aa}-$;

- 5 Y_1' se selecciona de $-H$ y los grupos



- 10 Y_2' se selecciona de $-H$ y los grupos



15 cada R_1 se selecciona independientemente de un grupo alquilo y de un alquenilo terminal, lineal o ramificado, que tiene de 6 a 22 átomos de carbono; preferentemente entre 12 y 22 átomos de carbono, y de 0 a 3 insaturaciones, donde el grupo alquilo y el grupo alquenilo terminal pueden estar opcionalmente substituidos por un grupo carboxilo;

cada R_2 se selecciona independientemente de hidrógeno y un grupo alquilo terminal que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, preferentemente un grupo metilo;

R_3 representa un grupo alquilo no terminal que tiene de 1 a 5 átomos de carbono;

- 20 R_4 es un grupo alquilo o alquenilo que tiene de 6 a 22 átomos de carbono, lineal o ramificado, saturado o insaturado.

cada uno de los subíndices:

a, a', c, c', e, e', g, g', k, k', r, r', t, t', v, x, z, ab se selecciona independientemente de un número de 0 a 10; preferentemente un número de 1 a 7;

- 25 cada uno de los subíndices:

b, b', d, d', f, f', h, h', l, l', s, s', u, u', w, z, aa, ac' se selecciona independientemente de un número de 0 a 10;

El grado de alcoxilación queda establecido por la suma de los subíndices:

$a+a'+b+b'+c+c'+d+d'+e+e'+f+f'+g+g'+h+h'+k+k'+l+l'+r+r'+s+s'+t+t'+u+u'+v+w+x+z+aa+ab+ac$, y corresponde a un número de 1 a 20; preferentemente un número de 1 a 10; y

n se selecciona de un número de 1 a 4.

5

Ejemplos de grupos alquilos y alquenilos lineales y ramificados son alquilos y alquenilos derivados de aceites y grasas de plantas y animales, tales como palma, coco, girasol, soja, "palm olein", oliva, canola, sebo y tall oil, eventualmente total o parcialmente hidrogenado y purificado. Alternativamente se puede usar un ácido graso sintético, tal como ácido palmitoleico, ácido oleico, ácido elaidínico, ácido petroselínico, ácido linoleico, ácido linolénico, ácido esteárico, ácido mirístico, ácido gadoleico, ácido behénico, ácido erúcico o mezclas de los mismos. Preferiblemente se utilizan aceite de palma, aceite de coco, sebo y sebo hidrogenado, más preferiblemente sebo y sebo hidrogenado.

10

15 En una realización preferida, los éster fosfóricos de amina alcoxilada de la presente invención pueden estar etoxilados, propoxilados o mezcla de los mismos.

En el contexto de la presente invención, el término "etoxilado" se refiere a la adición de óxido de etileno a la amina precursora de la invención.

20

En el contexto de la presente invención, el término "propoxilado" se refiere a la adición de óxido de propileno a la amina precursora de la invención.

En el contexto de la presente invención, el término "grado de alcoxilación" se refiere al valor de número de moles de óxido de etileno y/o óxido de propileno por molécula de fórmula (I)

25

En el contexto de la presente invención los números indicados por los subíndices de las fórmulas de la presente solicitud, así como los números correspondientes a los grados de alcoxilación corresponden a números enteros.

30

El orden o secuencia de los grupos de óxido de etileno y de óxido de propileno no es crítico para la invención. Por lo tanto, los éster fosfóricos de amina alcoxilada de la invención pueden contener óxido de etileno y óxido de propileno en bloques separados o distribuidos de forma aleatoria.

35

En una realización preferida el aditivo para betún para mezclas asfálticas comprende una mezcla de ésteres fosfóricos de amina alcoxilada que se representan por la fórmula (I).

En una realización preferida, el aditivo de la presente invención comprende al menos un éster fosfórico de dialquilmonoamina alcoxilada según la fórmula (I), donde

q es 0,

A es el grupo ii),

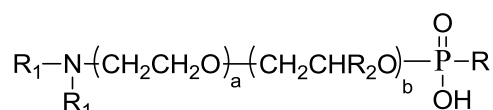
B es el grupo iv),

El grado de alcoxilación queda establecido por la suma de los subíndices:

$a+b+a'+b'+c'+d'+g'+h'+k'+l'+r'+s'+t'+u'$, y corresponde a un número de 1 a 20, preferiblemente de 1 a 7,

n es 1; y

que presenta la fórmula (I1)



(I1)

donde

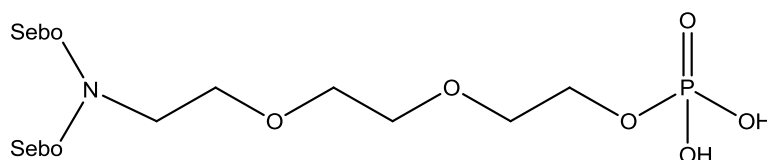
R, R₁, R₂, a y b, son como se han definido para la fórmula (I).

En una realización preferida el aditivo para betún para mezclas asfálticas comprende una mezcla de ésteres fosfóricos de dialquilamina alcoxilada que se representa por la fórmula (I1).

En una realización preferida, el éster fosfórico de dialquilmonoamina alcoxilada de la invención según la fórmula (I1) comprende una mezcla de al menos un monoéster fosfórico de dialquilmonoamina alcoxilada y al menos un diéster fosfórico de dialquilmonoamina alcoxilada.

Un ejemplo de éster fosfórico de dialquilmonoamina alcoxilada de la invención según la fórmula (I1) es el siguiente:

Ejemplo I



En el contexto de la presente invención, el término “sebo” se refiere al grupo alquílico sebo que se refiere a mezclas de cadenas alquílicas derivadas de una mezcla de derivados de ácidos grasos con una composición mayoritaria entre 14 y 20 átomos de carbono, y de 0 a 3 insaturaciones, que se enlaza al grupo amino del éster fosfórico de la amina alcoxilada a través del carbono terminal de las cadenas hidrocarbonadas.

En otra realización preferida, el éster fosfórico de monoalquilmonoamina alcoxilada según la fórmula (I), donde

q es 0,

A es el grupo ii),

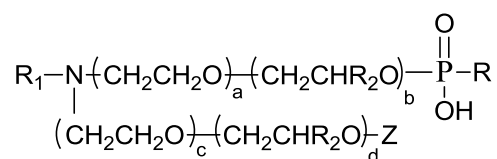
B es el grupo v),

El grado de alcoxilación queda establecido por la suma de los subíndices:

$a+b+c+d+a'+b'+c'+d'+g'+h'+k'+l'+r'+s'+t'+u'$, y corresponde a un número de 1 a 20, preferiblemente de 2 a 7,

n es 1; y

que presenta la fórmula (I2)



(I2)

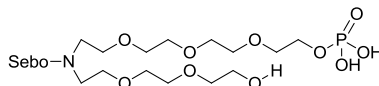
donde

R, R₁, R₂, Z, a, b, c y d, son como se han definido para la fórmula (I).

En una realización preferida el aditivo para betún para mezclas asfálticas comprende una mezcla de ésteres fosfóricos de monoalquilmonoamina alcoxilada que se representa por la fórmula (I2).

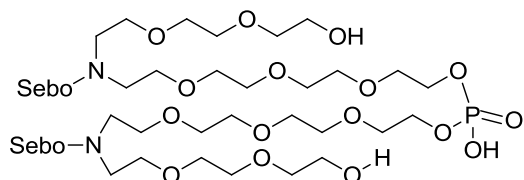
En una realización preferida, el éster fosfórico de monoalquilmonoamina alcoxilada de la invención según la fórmula (I2) comprende una mezcla de al menos un monoéster fosfórico de monoalquilmonoamina alcoxilada y al menos un diéster fosfórico de monoalquilmonoamina alcoxilada.

Ejemplos de éster fosfórico de monoalquilmonoamina alcoxilada representado por la fórmula (I2) son los siguientes:



Ejemplo II

5 Ejemplo III



En una realización preferida, el aditivo de la presente invención comprende al menos un éster fosfórico de monoalquildiamina alcoxilada según la fórmula (I)

10 donde

q es 0,

A es el grupo ii),

B es el grupo vi),

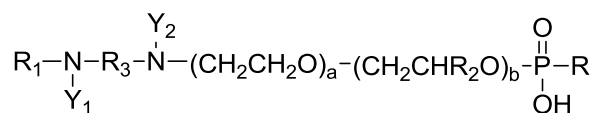
El grado de alcoxilación queda establecido por la suma de los subíndices:

15 $a+b+g+h+k+l+r+s+t+u+v+w+x+y+z+aa+ab+ac+a'+b'+c'+d'+g'+h'+k'+l'+r'+s'+t'+u'$, y

corresponde a un número de 1 a 20, preferiblemente de 3 a 7,

n es 1; y

que presenta la fórmula (I3)



20

(I3)

donde

R, R₁, R₂, R₃, Y₁, Y₂, a y b, son como se han definido para la fórmula (I).

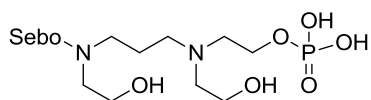
En una realización preferida el aditivo para betún para mezclas asfálticas comprende una mezcla de ésteres fosfóricos de monoalquildiamina alcoxilada que se representa por la
25 fórmula (I3).

En una realización preferida, el éster fosfórico de monoalquildiamina alcoxilada de la invención según la fórmula (I3) comprende una mezcla de al menos un monoéster fosfórico de monoalquildiamina alcoxilada y al menos un diéster fosfórico de monoalquildiamina alcoxilada.

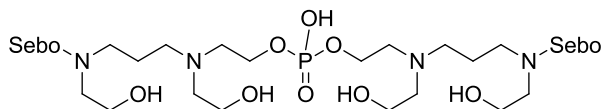
30

Ejemplos de éster fosfórico de monoalquildiamina alcoxilada representado por la fórmula (I3) son los siguientes:

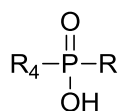
Ejemplo III



Ejemplo IV



En una realización particular, el aditivo para betún para mezclas asfálticas de la invención comprende además un éster fosfórico de alcohol graso que presenta la fórmula (I4)

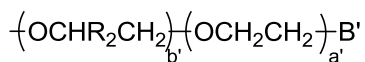


(I4)

donde

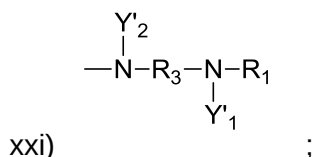
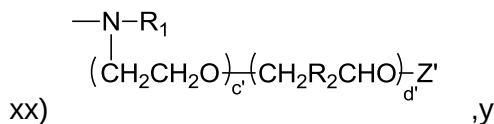
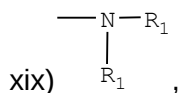
R se selecciona de un grupo -OH y A';

A' representa el grupo



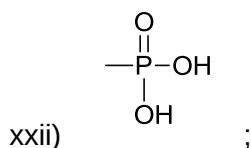
xviii);

B' se selecciona de los grupos

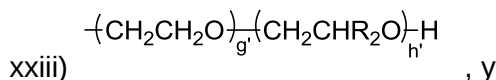


donde B' se enlaza con el resto de A' mediante el nitrógeno terminal de los grupos xix), xx) y xxi);

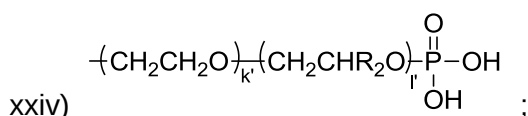
Z' se selecciona de -H y el grupo



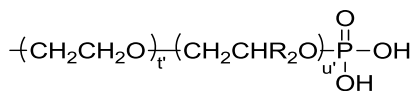
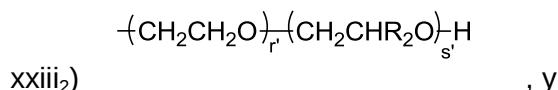
Y_1' se selecciona de $-\text{H}$ y los grupos



5



Y_2' se selecciona de $-\text{H}$ y los grupos



10 cada R_1 se selecciona independientemente de un grupo alquilo y de un grupo alquenilo terminal, lineal o ramificado, que tiene de 6 a 22 átomos de carbono; preferentemente entre 12 y 22 átomos de carbono, y de 0 a 3 insaturaciones, donde el grupo alquilo y el grupo alquenilo terminal pueden estar opcionalmente substituidos por un grupo carboxilo;

15 cada R_2 se selecciona independientemente de hidrógeno y un grupo alquilo terminal que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, preferentemente un grupo metilo;

R_3 representa un grupo alquilo no terminal que tiene de 1 a 5 átomos de carbono;

R_4 es un grupo alquilo o alquenilo que tiene de 6 a 22 átomos de carbono, lineal o ramificado, saturado o insaturado;

20 cada uno de a', c', g', k', r', t' se selecciona independientemente de un número de 0 a 10; preferentemente un número de 1 a 7;

cada uno de b', d', h', l', s', u' se selecciona independientemente de un número de 0 a 10,;

El grado de alcoxilación queda establecido por la suma de $a'+b'+c'+d'+g'+h'+k'+l'+r'+s'+t'+u'$, y corresponde a un número de 1 a 20; preferentemente un número de 1 a 10; y

n se selecciona de un número de 1 a 4.

En una realización particular, los éster fosfóricos de alcohol graso de la presente invención pueden estar etoxilados.

- 5 En el contexto de la presente invención, el término “etoxilado” se refiere a la adición de óxido de etileno al alcohol precursor de la invención.

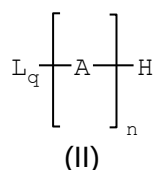
El orden o secuencia de los grupos de óxido de etileno no es crítico para la invención. Por lo tanto, los éster fosfóricos de alcohol graso etoxilado de la invención pueden contener óxido
10 de etileno en bloques separados o distribuidos de forma aleatoria.

En una realización preferida, los éster fosfóricos de alcohol graso de la presente invención no están etoxilados.

El aditivo de la invención puede ser obtenido por reacción de una monoalquilmonoamina
15 alcoxilada, monoalquildiamina alcoxilada, dialquilmonoamina alcoxilada o mezclas de las mismas con un alcohol graso, con ácido fosfórico o pentóxido de fósforo, siendo las condiciones de reacción conocidas, por ejemplo, tal como están descritas en los documentos EP1204318 y WO2011009171.

Una preparación típica implica calentar en primer lugar la amina alcoxilada, y opcionalmente
20 el alcohol graso, a 50-85°C, y posteriormente añadir gradualmente al recipiente de reacción pentóxido de fósforo o ácido polifosfórico (denominada “etapa de fosfatación”). Los componentes de reacción se calientan luego a una temperatura comprendida entre 50 y 130°C, bajo nitrógeno, durante al menos tres horas.

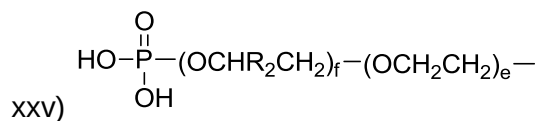
25 Por tanto, otro aspecto de la presente invención proporciona un aditivo para betún para mezclas asfálticas que comprende al menos un compuesto obtenido mediante la reacción de una alquilamina alcoxilada de fórmula (II) con ácido fosfórico, pentóxido de fósforo o mezclas de los mismos



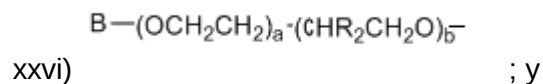
donde

q se selecciona de 0 y 1;

L se selecciona de -H y el grupo

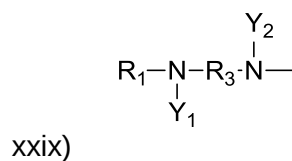
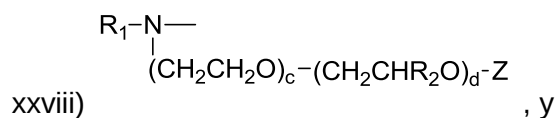
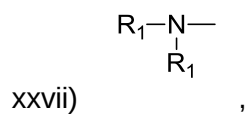


A representa el grupo



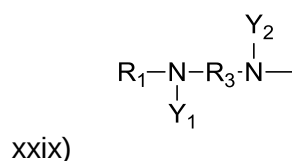
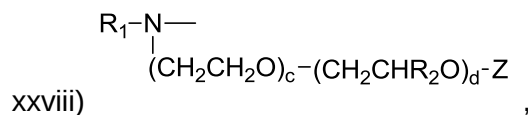
B se selecciona

5 - de los grupos



cuando q es 0; y

10 - de los grupos



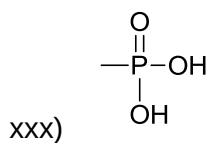
cuando q es 1; y

donde B se enlaza con el resto de A mediante el nitrógeno terminal de los grupos xxvii),

15 xxviii) y xxix);

Z se selecciona

- de un enlace simple cuando q es 1 y donde B se enlaza a L mediante dicho enlace, y
- de -H y el grupo

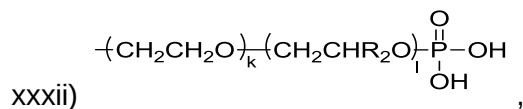
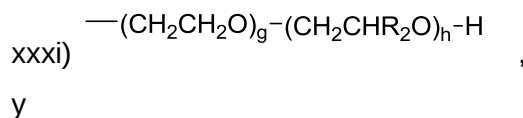


cuando q es 0;

Y₁ se selecciona

- de -H y de los grupos

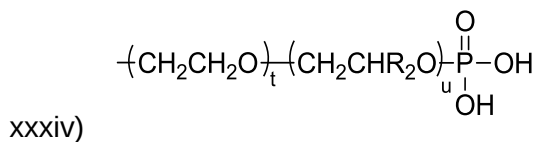
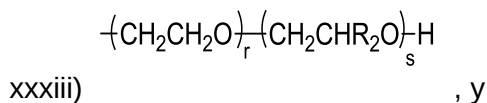
5



Y₂ se selecciona de

10

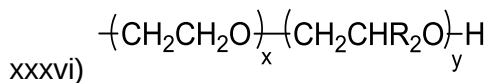
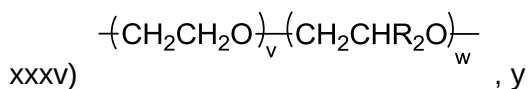
-H y de los grupos



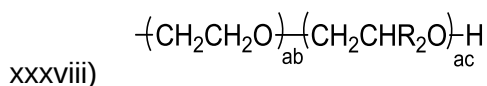
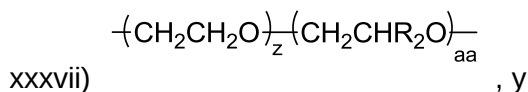
cuando q es 0;

Y₁ se selecciona de los siguientes grupos:

15



e Y₂ se selecciona de uno de los siguientes grupos:



20 cuando q es 1; con el proviso de que cuando Y₁ es XXXV, entonces Y₂ es XXXViii, y que cuando Y₁ es XXXVi, entonces Y₂ es XXXVii;

y donde B se enlaza a L mediante el oxígeno terminal de

$-(\text{OCH}_2\text{CHR}_2)_w-$ o $-(\text{OCH}_2\text{CHR}_2)_{aa}$;

cada R_1 se selecciona independientemente de un grupo alquilo y de un grupo alqueno terminal, lineal o ramificado, que tiene de 6 a 22 átomos de carbono; preferentemente entre 12 y 22 átomos de carbono, y de 0 a 3 insaturaciones, donde el grupo alquilo y el grupo alqueno terminal pueden estar opcionalmente substituidos por un grupo carboxilo;

cada R_2 se selecciona independientemente de hidrógeno y un grupo alquilo terminal que tiene de 1 a 4 átomos de carbono; preferentemente un grupo metilo;

R_3 es un grupo alquilo no terminal que tiene de 1 a 5 átomos de carbono;

cada uno de a,c,e,g,k,r,t,v,x,z,ab se selecciona independientemente de un número de 0 a 10; preferentemente un número de 1 a 7;

cada uno de b,d,f,h,l,s,u,w,y,aa,ac se selecciona independientemente de un número de 0 a 10,; y

El grado de alcoxilación queda establecido por la suma de $a+b+c+d+e+f+g+h+k+l+r+s+t+u+v+w+x+y+z+aa+ab+ac$, y corresponde a un número de 1 a 20; preferentemente un número de 1 a 10; y

n se selecciona de un número entero de 1 a 4.

En una realización preferida el aditivo para betún para mezclas asfálticas comprende una mezcla de compuestos obtenidos mediante la reacción de una alquilamina alcoxilada de fórmula (II) con ácido fosfórico, pentóxido de fósforo o mezclas de los mismos.

En una realización particular, el aditivo para betún para mezclas asfálticas de la invención comprende al menos un compuesto obtenido mediante la reacción de una amina alcoxilada según la fórmula (II) con ácido fosfórico, pentóxido de fósforo o mezclas de los mismos; donde

A es el grupo xxvi),

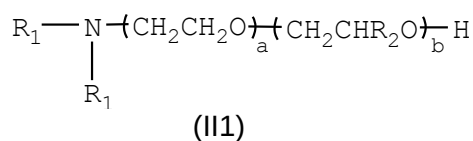
B es el grupo xxvii),

q es 0,

n es 1

; y

la amina alcoxilada es una dialquilmonoamina alcoxilada que presenta la fórmula (II1)



donde

R_1 , R_2 , a y b , son como se ha definido para la fórmula (II). El grado de alcoxilación queda establecido por la suma de los subíndices $a+b$, y corresponde a un número de 1 a 20, preferiblemente de 1 a 7.

En una realización preferida el aditivo para betún para mezclas asfálticas comprende una mezcla de compuestos obtenidos mediante la reacción de una dialquilmonoamina alcoxilada de fórmula (II1) con ácido fosfórico, pentóxido de fósforo o mezclas de los mismos.

El porcentaje molar de monoéster fosfórico de dialquilmonoamina alcoxilada sobre el total de fósforo cargado en la etapa de fosfatación está comprendido entre un valor mayor que 0 y 100%, más preferiblemente entre 50-100%; aún más preferiblemente entre 75-100%.

En una realización preferida, el porcentaje de fosfatación, expresado como la relación entre equivalentes de fósforo cargados en la reacción y los equivalentes de hidroxilo terminales de la amina precursora, está en el intervalo de 33-100%.

En una realización particular, el aditivo para betún para mezclas asfálticas de la invención comprende al menos un compuesto obtenido mediante la reacción de una amina alcoxilada según la fórmula (II) con ácido fosfórico, pentóxido de fósforo o mezclas de los mismos; donde

A es el grupo xxvi),

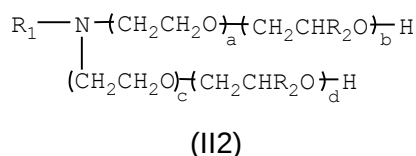
B es el grupo xxviii),

q es 0,

n es 1,

Z es H; y

la amina alcoxilada es una monoalquilmonoamina alcoxilada que presenta la fórmula (II2)



donde

R_1 , R_2 , Z , a , b , c y d , son como se han definido para la fórmula (II). El grado de alcoxilación queda establecido por la suma de los subíndices $a+b+c+d$, y corresponde a un número de 1 a 20, preferiblemente de 2 a 7.

- 5 En una realización preferida el aditivo para betún para mezclas asfálticas comprende una mezcla de compuestos obtenidos mediante la reacción de una monoalquilmonoamina alcoxilada de fórmula (II2) con ácido fosfórico, pentóxido de fósforo o mezclas de los mismos.
- 10 El porcentaje molar de monoéster fosfórico de monoalquilmonoamina alcoxilada sobre el total de fósforo cargado en la etapa de fosfatación está comprendido entre un valor mayor que 0 y 100%, más preferiblemente entre 50-100%; aún más preferiblemente entre 75-100%.
- 15 En una realización preferida, el porcentaje de fosfatación, expresado como la relación entre equivalentes de fósforo cargados en la reacción y los equivalentes de hidroxilo terminales de la amina precursora, está en el intervalo de 33-100%.

En una realización particular, el aditivo para betún para mezclas asfálticas de la invención
20 comprende al menos un compuesto obtenido mediante la reacción de una amina alcoxilada según la fórmula (II) con ácido fosfórico, pentóxido de fósforo o mezclas de los mismos; donde

A es el grupo xxvi),

B es el grupo xxix),

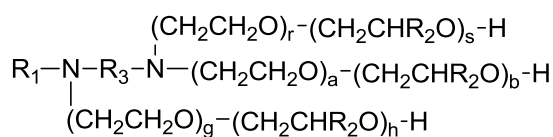
25 q es 0,

n es 1,

Y_1 es el grupo xxxi,

Y_2 es el grupo xxxiii; y

la amina alcoxilada es una monoalquildiamina alcoxilada que presenta la fórmula (II3)



30

(II3)

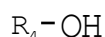
donde

R, R₁, R₂, R₃, a, b, g, h, r y s son como se han definido para la fórmula (II). El grado de alcoxilación queda establecido por la suma de los subíndices a+b+g+h+r+s, y corresponde a un número de 1 a 20, preferiblemente de 3 a 7.

- 5 En una realización preferida el aditivo para betún para mezclas asfálticas comprende una mezcla de compuestos obtenidos mediante la reacción de una monoalquildiamina alcoxilada de fórmula (II3) con ácido fosfórico, pentóxido de fósforo o mezclas de los mismos. El porcentaje molar de monoéster fosfórico de monoalquildiamina alcoxilada sobre el total de fósforo cargado en la etapa de fosfatación está comprendido entre un valor mayor que 0 y
10 100%, más preferiblemente entre 50-100%; aún más preferiblemente entre 75-100%.

En una realización preferida, el porcentaje de fosfatación, expresado como la relación entre equivalentes de fósforo cargados en la reacción y los equivalentes de hidroxilo terminales de la amina precursora, está en el intervalo de 33-100%.

- 15 En una realización particular, el aditivo para betún para mezclas asfálticas de la invención que comprende al menos un compuesto obtenido mediante la reacción de una alquilamina alcoxilada de fórmula (II) con ácido fosfórico, pentóxido de fósforo o mezclas de los mismos; comprende, además, al menos un compuesto obtenido mediante la reacción de un alcohol
20 graso de fórmula (II4) con ácido fosfórico, pentóxido de fósforo o mezclas de los mismos



(II4)

donde

- R₄ es un grupo alquilo alquenilo que tiene de 6 a 22 átomos de carbono, lineal o ramificado,
25 saturado o insaturado; con ácido fosfórico, pentóxido de fósforo o mezclas de los mismos.

- Ejemplos de alcoholes grasos utilizados como precursores son los procedentes de aceites y grasas vegetales y animales, así como los de origen sintético. Ejemplos de alcoholes grasos incluyen alcohol caprílico (1-octanol), alcohol 2-etilhexílico, alcohol pelargónico (1-nonanol),
30 alcohol cáprico (1-decanol), alcohol láurico (1-dodecanol), alcohol isotridecílico, alcohol mirístico (1-tetradecanol), alcohol cetílico (1-hexadecanol), alcohol palmitoleico (cis-9-hexadecan-1-ol), alcohol esterárico (1-octadecanol), alcohol isoesteárico (16-metilheptadecan-1-ol), alcohol elaídico (9E-octadecen-1-ol), alcohol oleico (cis-9-octadecen-1-ol), alcohol linoleico (9Z, 12Z, 15Z-octadecatrien-1-ol), alcohol elaidolinoleico (9E, 12E,
35 15E-octadecatrien-1-ol), alcohol ricinoleico (12-hidroxi-9-octadecen-1-ol), alcohol araquidílico (1-eicosanol), alcohol behenílico (1-docosanol) y alcohol erucílico (cis-13-docosen-1-ol).

Preferentemente son utilizados el alcohol esterárico (1-octadecanol), alcohol 2-etilhexílico, alcohol isotridecílico.

5 En una realización preferida, el alcohol graso de la invención se selecciona de alcohol esterárico (1-octadecanol), alcohol 2-etilhexílico y alcohol isotridecílico.

El porcentaje molar de amina alcoxilada sobre el total de fósforo cargado en la etapa de fosfatación está comprendido entre un valor mayor que 0 y 100%, más preferiblemente entre 50-100%; aún más preferiblemente entre 75-100%.

10 En una realización preferida, el porcentaje de fosfatación, expresado como la relación entre equivalentes de fósforo cargados en la reacción y los equivalentes de hidroxilo terminales de la amina precursora, está en el intervalo de 33-100%.

15 En una realización preferida, la relación entre equivalentes de grupos hidroxilo de la amina alcoxilada precursora y equivalentes de alcohol graso está entre 30-70%, preferiblemente entre el 40-60%.

20 Por tanto, en una realización particular, el aditivo para betún para mezclas asfálticas de la invención comprende además el compuesto resultante de la reacción del alcohol graso de fórmula (II4) con ácido fosfórico, pentóxido de fósforo o mezclas de los mismos, o adicionalmente o alternativamente, un agente fluidificante.

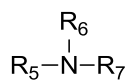
25 El agente fluidificante permite un manejo más conveniente del aditivo para betún. El agente fluidificante consiste en una sustancia orgánica o inorgánica que no presenta reactividad con los materiales precursores de la reacción y que permite mejorar la reología del medio de reacción, de modo que la manejabilidad del medio de reacción aumenta.

30 Ejemplos de agentes fluidificantes son aminas terciarias, amidoaminas terciarias, ácidos grasos, siliconas, olefinas, amidas o parafinas.

El agente fluidificante se añade preferiblemente previamente a la etapa de fosfatación de la amina precursora, aunque también es posible una adición posterior a la etapa de fosfatación.

35

En una realización preferida, el agente fluidificante comprende una trialquilamina de fórmula (III)



(III)

5 donde

R5 representa un grupo alquilo o alquenilo, lineal o ramificado que tiene de 6 a 22 átomos de carbono, preferiblemente de 10 a 16 átomos de carbono;

R6 y R7 representan independientemente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, preferiblemente un grupo metilo.

10

En una realización particular, el contenido de trialquilamina de fórmula (III) está comprendido entre 20-80% en peso respecto al peso del aditivo de la invención.

Composición bituminosa

15 Otro aspecto de la presente invención se refiere a una composición bituminosa para mezclas asfálticas que comprende el aditivo para betún de la invención, y betún.

En el contexto de la presente invención, el término “betún” se refiere a ligantes hidrocarbonados sólidos o viscosos, preparados a partir de hidrocarburos naturales por
20 destilación, oxidación o cracking, que contienen una baja proporción de productos volátiles, poseen propiedades aglomerantes características y son esencialmente solubles en sulfuro de carbono.

En el contexto de la presente invención, el término “betún” no sólo se refiere al producto de
25 petróleo obtenido por destilación directa o por destilación a bajas presiones, sino también al producto procedente de la extracción de alquitrán y arenas bituminosas, asfalto sintético, resinas de alquitrán de petróleo y/o hidrocarburos parafínicos y mezclas de los mismos.

Los betunes se pueden definir según su comportamiento con la temperatura y la presencia,
30 o no, de distintos agentes modificadores.

En una realización preferida, el betún de la invención es un betún con un grado de penetración del tipo B50/70, con una temperatura recomendada de mezcla de 150-160°C y una temperatura recomendada de compactación de 145-155°C.

En una realización preferida, la composición bituminosa de la invención comprende:

- entre 0.2% y 3% en peso, preferiblemente entre 0.3% y 1%, del aditivo para betún, y
- entre 99.8% y 97% en peso, preferiblemente entre 99.7% y 99%, del betún.

5

Las composiciones bituminosas de la presente invención pueden comprender además, opcionalmente, otros aditivos conocidos. Ejemplos de tales aditivos incluyen, sin ser una lista limitativa, modificadores de reología, agentes plastificantes, agentes reticulantes, agentes estabilizantes, agentes dispersantes, agentes antidecapantes, colorantes, fibras,

10

Mezcla asfáltica

Otro aspecto de la invención se refiere a una mezcla asfáltica que comprende la composición bituminosa de la invención y un agregado pétreo o árido.

15

El agregado pétreo o árido constituye el esqueleto mineral de la mezcla asfáltica. Puede tener un origen natural proveniente del machaqueo de rocas duras no meteorizables, o un origen artificial, así como proceder del fresado de una mezcla asfáltica preexistente. El árido debe estar exento de arcillas, materia orgánica y margas; y no debe ser susceptible a ningún tipo de meteorización o alteración físico-química apreciable bajo las condiciones más desfavorables que puedan darse en la zona de empleo del árido. Está constituido por partículas no plásticas y no hidrosolubles.

20

La normativa según el Pliego de Prescripciones Técnicas Generales para obras de carreteras y puentes (PG-3) establece requerimientos en la forma de las partículas de árido, así como en la distribución del tamaño de las partículas, existiendo distintos tipos de husos granulométricos.

25

En una realización particular, el agregado pétreo o árido de la invención es un árido de composición silíceo con una distribución granulométrica del tipo AC16S según la citada normativa.

30

Condiciones de mezclado y compactación de las mezclas asfálticas

Otro aspecto de la presente invención se refiere a un método de preparación del aditivo para betún de la invención que comprende:

35

- el calentamiento de la amina precursora,
- una adición gradual del pentóxido de fósforo, ácido fosfórico o mezclas de los mismos; y
- un posterior calentamiento de los componentes de reacción a una temperatura entre 50°C y 130°C durante al menos 4 horas.

5

En una realización particular, el método de preparación del aditivo para betún de la presente invención comprende:

- el calentamiento de la amina precursora y opcionalmente el alcohol graso precursor,
- una adición gradual del pentóxido de fósforo, ácido fosfórico o mezclas de los mismos; y
- 10 - un posterior calentamiento de los componentes a una temperatura entre 50°C y 130°C durante al menos 4 horas.

En una realización particular, el método de preparación del aditivo para betún de la presente invención comprende:

15

- el calentamiento de la amina precursora, opcionalmente el alcohol graso precursor, y una trialkilamina como fluidificante del medio de reacción,
- una adición gradual del pentóxido de fósforo, ácido fosfórico o mezclas de los mismos; y
- un posterior calentamiento de los componentes a una temperatura entre 50°C y 130°C
- 20 durante al menos 4 horas.

Otro aspecto de la presente invención se refiere al método de preparación de las composiciones bituminosas de la invención que comprende preparación del aditivo previamente a su adición al betún, fundido y posterior homogeneización.

25

Otro aspecto de la presente invención se refiere a un método de preparación de las mezclas asfálticas de la invención que comprende la preparación del aditivo previamente a su adición al betún, y posterior adición al árido.

30 La presente invención se refiere también al uso de los aditivos para betún de la presente invención como componente en composiciones bituminosas y mezclas asfálticas.

La presente invención se refiere también al uso de las composiciones bituminosas de la invención como componentes en mezclas asfálticas.

35

La presente invención se refiere también al uso de las mezclas asfálticas de la presente invención para la pavimentación de carreteras.

En una realización preferida, las mezclas asfálticas de los usos anteriormente descritos son mezclas asfálticas semicalientes o "Warm Mix", con temperaturas de mezclado y compactación en la fabricación y colocación de las mezclas asfálticas de al menos 15°C menores a las temperaturas de mezclado tradicional, esto es preferiblemente entre 100°C y 160°C, más preferiblemente entre 100°C y 140°C, y aún más preferiblemente entre 50°C y 130°C.

EJEMPLOS

La primera parte de la sección experimental (ejemplos 1 a 3) se refiere a la preparación del aditivo para betún de la presente invención, a la preparación de composiciones de productos bituminosos para mezclas asfálticas de la presente invención y a la preparación de mezclas asfálticas de la presente invención.

La segunda parte de la sección experimental (ejemplo 4) se refiere a la evaluación de las propiedades mecánicas de las mezclas asfálticas preparadas a partir de la presente invención.

Ejemplo 1: Preparación del aditivo

- **Preparación de éster fosfórico de monoalquilmonoamina alcoxilada: Aditivos 1-5**

- ✓ **Preparación de éster fosfórico de monoalquilmonoamina alcoxilada (Aditivo 1)**

En un reactor de vidrio equipado con agitador y sonda de temperatura se cargan 220.1 g de amina de sebo etoxilada con 7 moles de óxido de etileno y se calienta a 60°C; se adicionan 3.3 g de pentóxido de fósforo (P_2O_5) durante 1 hora y se deja reaccionar sin subir la temperatura por encima de 80°C. A continuación se adicionan 27.6 g de ácido polifosfórico (APP 116%) durante una hora y se deja reaccionando entre 80-85°C durante 8 horas hasta completar la reacción.

- ✓ **Preparación de éster fosfórico de monoalquilmonoamina alcoxilada (Aditivo 2 a 4)**

La preparación de los aditivos 2 a 4 se hace de manera análoga a la preparación del aditivo 1.

✓ Preparación de éster fosfórico de monoalquilmonoamina alcoxilada (Aditivo 5)

En un reactor de vidrio equipado con agitador y sonda de temperatura se cargan 250.1 g de amina de sebo propoxilada con 4.5 moles de óxido de propileno y se calienta a 50°C; se
5 adicionan 11.7 g de ácido fosfórico (85%) durante 30 minutos y se deja reaccionar 30 minutos a la temperatura de 55-60°C. A continuación se adicionan 28.2 g de pentóxido de fósforo (P_2O_5) durante una hora manteniendo la temperatura por debajo de 80°C. se deja reaccionando entre 85°C-90°C durante 9 horas hasta completar la reacción.

10 • Preparación de éster fosfórico de dialquilmonoamina alcoxilada: Aditivos 7-8

La preparación de los aditivos 7-8 se hace de manera análoga a la preparación del aditivo 1.

• Preparación de éster fosfórico de dialquilmonoamina alcoxilada: Aditivo 6

En un reactor de vidrio equipado con agitador y sonda de temperatura se cargan 199.9 g de
15 dialquilmonoamina de sebo hidrogenado y etoxilado con 3 moles de óxido de etileno; se calienta la mezcla a 75°C y se adicionan 18.7 g de pentóxido de fósforo durante 4 horas sin permitir que la temperatura suba por encima de los 80°C, se deja reaccionar durante 10 horas manteniendo la temperatura entre 80°C-85°C.

20 • Preparación de mezclas de éster fosfórico de monoalquilmonoamina alcoxilada y éster fosfórico de alcohol graso: Aditivos 9-10

✓ Preparación de mezclas de éster fosfórico de monoalquilmonoamina alcoxilada y éster fosfórico de alcohol graso (Aditivo 9)

En un reactor de vidrio equipado con agitador y sonda de temperatura se cargan 150.0 g de
25 amina de sebo etoxilada con 4.5 moles de óxido de etileno y 126.7 g de alcohol isotridecílico; se calienta la mezcla a 60°C y se adicionan 43.7 g de pentóxido de fósforo durante 1 hora. Se deja reaccionar sin permitir que la temperatura suba por encima de 80°C. A continuación se adicionan 44.6 g de ácido polifosfórico durante una hora y se deja reaccionando entre 80°C y 85°C durante 8 horas.

30

✓ Preparación de mezclas de éster fosfórico de monoalquilmonoamina alcoxilada y éster fosfórico de alcohol graso (Aditivo 10)

En un reactor de vidrio equipado con agitador y sonda de temperatura se cargan 100.0g de amina de sebo etoxilada con 4.5 moles de óxido de etileno y 118.0 g de alcohol esteárico;

se calienta la mezcla a 60°C y se adicionan 40.1 g de pentóxido de fósforo durante 2 horas sin permitir que la temperatura suba por encima de los 80°C, se deja reaccionar durante 8 horas manteniendo la temperatura entre 80°C y 85°C.

- 5 • Preparación de mezclas de éster fosfórico de monoalquilmonoamina alcoxilada y fluidificante (trialquilamina): Aditivo 11-12

- ✓ Preparación de mezclas de éster fosfórico de monoalquilmonoamina alcoxilada y fluidificante (dimetil alquil amina) (Aditivo 11)

10 En un reactor de vidrio equipado con agitador y sonda de temperatura se cargan 150.0 g de amina de sebo etoxilada con 4.5 moles de óxido de etileno, y 151.3 g de dimetil lauril amina; se calienta la mezcla a 70°C y se adicionan 73.2 g de ácido polifosfórico durante 1 hora a 75°C, se deja reaccionar durante 8 horas manteniendo la temperatura entre 80°C y 85°C hasta completar la reacción.

- 15 ✓ Preparación de mezclas de éster fosfórico de monoalquilmonoamina alcoxilada y fluidificante (dimetil alquil amina) (Aditivo 12)

20 En un reactor de vidrio equipado con agitador y sonda de temperatura se cargan 150.0 g de amina de sebo etoxilada con 4.5 moles de óxido de etileno, y 142.5 g de dimetil lauril amina, se calienta a 60°C y a continuación se adicionan 24.9 g de pentóxido de fósforo durante 1 hora; se deja reaccionar sin dejar subir la temperatura por encima de 80°C. A continuación se adicionan 25.4 g de ácido polifosfórico durante 1 hora y se deja reaccionando durante 8 horas manteniendo la temperatura entre 80-85°C hasta completar la reacción.

25 La tabla 1.a resume las composiciones de los aditivos que han sido preparados de acuerdo con la invención (Aditivos 1-10)

La tabla 1.b muestra las composiciones preparadas que comprenden un aditivo de acuerdo con la invención y un fluidificante (Aditivos 11-12)

Tabla 1.a

Aditivo	Componente precursor	amina precursora (g)	P₂O₅ (g)	APP 116% (g)	H₃PO₄ (g)	alcohol graso (g)	EO	PO	% P	% m
1	amina de sebo	220.1	3.3	27.6	-	-	7	0	50	90
2	amina de sebo	194.9	16.3	16.6	-	-	4.5	0	50	75
3	amina de sebo	220.0	6.6	55.3	-	-	7	0	100	90
4	amina de sebo	220.2	14.6	14.9	-	-	7	0	50	75
5	amina de sebo	250.1	28.2	-	11.7	-	0	4.5	50	75
6	dialquilamina de sebo hidrogenado	199.9	18.7	-	7.7	-	3	0	33	75
7	N-(3-aminopropil) amina de sebo	200.0	3.6	30.0	-	-	3	0	50	75
8	N-(3-aminopropil) amina de sebo	300.1	3.3	27.6	-	-	6.5	0	50	75
9	amina de sebo hidrogenado	150.0	43.7	44.6	-	-	4.5	0	50	75
	alcohol isotridecílico	-	-	-	-	126.7	0	0	100	
10	amina de sebo hidrogenado	100.0	40.1	-	-	-	4.5	0	50	50
	alcohol oleocetílico	-	-	-	-	118.0	0	0	100	

EO/ PO: respectivamente, moles de óxido de etileno y óxido de propileno cargados por mol de amina inicial

%P: relación entre equivalentes de hidroxilo terminales y equivalentes de fósforo cargados en la etapa de fosfatación

- 5 % m: porcentaje previsto según cargas, de monoéster fosfórico sobre equivalentes de fósforo cargados en la etapa de fosfatación

Tabla 1.b

Aditivo	Componente precursor	amina grasa (g)	P ₂ O ₅ (g)	APP 116% (g)	dimetil alquil amina (g)	EO	PO	% P	% m
11	Amina de sebo	150.0	-	73.2	-	4.5	0	66	75
	Dimetil lauril amina	-	-	-	151.3	-	-	-	
12	Amina de sebo	150.0	24.9	25.4	-	4.5	0	50	75
	Dimetil lauril amina	-	-	-	142.5	-	-	-	

EO/ PO: respectivamente, moles de óxido de etileno y óxido de propileno cargados por mol de amina inicial

%P: relación entre equivalentes de hidroxilo terminales y equivalentes de fósforo cargados en la etapa de fosfatación

% m: porcentaje previsto según cargas, de monoéster fosfórico sobre equivalentes de fósforo cargados en la etapa de fosfatación

Ejemplo 2: Aditivación del betún

Los ensayos se realizan utilizando un betún asfáltico proporcionado por Proas (Refinería de Tarragona), que cumple con las especificaciones del B50/70 del artículo 211 del Pliego de Prescripciones Técnicas Generales para Obras de Carreteras y Puentes (PG-3) y las recogidas en el Anexo Nacional de la norma UNE EN 12591 para el betún 50/70. La temperatura de mezclado recomendada para este betún es de 150-160°C, y la de compactación 145-155°C.

Los aditivos preparados en el Ejemplo 1 se dosifican sobre el betún fundido a 160°C, a una relación de 0.4 g de aditivo por cada 100 g de betún, homogeneizando la muestra mediante agitación manual con ayuda de una espátula.

La tabla 2 resume los betunes aditivados según el método de aditivación descrito.

Tabla 2

Betún aditivado	Betún original	aditivo	% aditivo
A0*	B 50/70	--	0
A1	B 50/70	1	0.4
A2	B 50/70	2	0.4
A3	B 50/70	3	0.4
A4	B 50/70	4	0.4
A5	B 50/70	5	0.4
A6	B 50/70	6	0.4
A7	B 50/70	7	0.4
A8	B 50/70	8	0.4
A9	B 50/70	9	0.4
A10	B 50/70	10	0.4
A11	B 50/70	11	0.4
A12	B 50/70	12	0.4

*Betún sin aditivar (blanco)

Ejemplo 3: Preparación de las mezclas asfálticas: mezclas de betún aditivado con árido mineral

La preparación de las mezclas de betún aditivado con árido mineral se realiza de dos maneras diferentes: por recubrimiento del árido con betún (ejemplo 3.1), y por preparación de probetas de dicha mezcla asfáltica (ejemplo 3.2).

• 3.1 Recubrimiento de árido con betún

Se toman 100 g de árido de tipo pórfido de tamaño 12/18 mm, limpio y seco y se calientan a la temperatura de mezclado por un mínimo de 2 h. A continuación se vierten 4 g de betún aditivado fundido a la misma temperatura y se mezclan con ayuda de una espátula hasta el total recubrimiento del árido. A continuación se vierte la mezcla sobre una superficie no porosa y se deja curar de 18 a 24h a temperatura ambiente.

Para cada muestra de betún se preparan dos muestras de árido recubierto: una primera con el betún recién aditivado, y una segunda después de envejecer el betún aditivado a 160°C en un envase cerrado durante cinco días.

- 5 La tabla 3 resume los áridos recubiertos preparados:

Tabla 3

Árido recubierto	Betún aditivado	Temperatura mezclado (°C)
B0	A0	160
B1	A1	120
B2	A2	120
B3	A3	120
B4	A4	120
B5	A5	120
B6	A6	120
B7	A7	120
B8	A8	120
B9	A9	120
B10	A10	120
B11	A11	120
B12	A12	120

- 3.2 Preparación de probetas de mezcla asfáltica

La preparación de las probetas se realiza según lo descrito en el apartado 3.1 de la norma NLT-161/84. El árido empleado es de tipo pórfido, con una distribución granulométrica del tipo AC16S, según lo descrito en el artículo 542 del pliego de prescripciones técnicas generales para obras de carreteras y puentes (PG-3). El mezclado se realiza utilizando una amasadora mecánica provista de calefacción. La compactación tiene lugar de forma inmediata al mezclado atemperando los moldes a la temperatura de mezclado. Se preparan un mínimo de seis probetas de cada tipo de mezcla asfáltica. Para la preparación de cada probeta se emplean 1800 g de árido y 90 g de betún.

La tabla 4 resume las mezclas asfálticas preparadas, describe el tipo de betún y la temperatura de mezclado y compactación empleados en cada caso:

Tabla 4

Mezcla asfáltica	Betún aditivado	T mezclado (°C)
C0	A0	160
C00	A0	120
C1	A1	120
C2	A2	120
C3	A3	120
C4	A4	120
C5	A5	120
C6	A6	120
C7	A7	120
C8	A8	120
C9	A9	120
C10	A10	120
C11	A11	120
C12	A12	120

Ejemplo 4: Desempeño de las mezclas asfálticas preparadas con las composiciones de la presente invención

- Ensayos de adhesividad del betún a la superficie del árido

Para este ensayo se utilizan las mezclas asfálticas con betún aditivado preparadas en el apartado 3.1.

Se llena un vaso de precipitados con 1000 mL de agua y se calienta sobre una placa calefactora hasta ebullición. Se sumerge la muestra de árido recubierto evitando que ésta entre en contacto con el fondo del vaso interponiendo una malla metálica a unos 2-3 cm del fondo. Se mantiene la ebullición durante 10 minutos. A continuación, se retira el vaso de la placa calefactora y se añade agua fría hasta el total enfriamiento del contenido, evitando que la corriente de agua incida directamente sobre la superficie del árido recubierto. Se deja secar la mezcla a temperatura ambiente sobre papel secante. Finalmente se cuantifica visualmente el porcentaje de superficie recubierta de betún.

Para cada modo de aditivación, el ensayo se realiza con ambas muestras de árido recubierto descritas en el ejemplo 3.1: con betún recién aditivado, y con betún aditivado y envejecido durante 5 días a 160°C.

- 5 La tabla 5 resume los resultados de recubrimiento restante obtenidos con betún blanco, y betún aditivado a un 0.4% con los distintos aditivos.

Tabla 5

Ref. ensayo	Árido recubierto	% de recubrimiento restante	
		Recubierto con betún fresco	Recubierto con betún envejecido
D0	B0	46	34
D1	B1	97	97
D2	B2	97	96
D3	B3	98	96
D4	B4	98	97
D5	B5	94	94
D6	B6	97	86
D7	B7	99	97
D8	B8	98	97
D9	B9	97	94
D10	B10	90	89
D11	B11	95	82
D12	B12	93	82

- 10 Los resultados muestran como los aditivos proporcionan una buena adhesividad del betún sobre el árido, incluso cuando la temperatura a la que tiene lugar el mezclado (120°C) es inferior a la utilizada habitualmente. Se observa también que los aditivos no pierden su habilidad mejoradora de la adhesividad después de haberse almacenado el betún aditivado a temperaturas incluso superiores a las utilizadas para el mezclado.

- 15 • Ensayos de resistencia a la compresión de las probetas de mezcla asfáltica

Para este ensayo se utilizan las mezclas asfálticas con betún aditivado preparadas en el apartado 3.2.

Se realizan ensayos en seco y en húmedo sobre las probetas de mezcla asfáltica, de acuerdo con las normas NLT-161/84, y NLT-162/84.

La tabla 6 resume los resultados de compresión obtenidos con betún blanco (sin aditivar), y
5 betún aditivado.

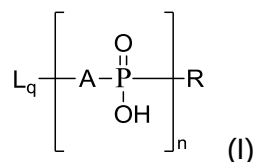
Tabla 6

Ref. ensayo	Mezcla asfáltica	Compresión máxima en seco (kPa)	Compresión máxima en húmedo (kPa)
E0	C0	2930	2470
E00	C00	2460	1200
E1	C1	2740	2330
E2	C2	3040	2410
E3	C3	2590	2120
E4	C4	2600	2230
E5	C5	2810	2172
E6	C6	2584	2445
E7	C7	2678	2384
E8	C8	2730	1995
E9	C9	2844	2451
E10	C10	2793	2267
E11	C11	2659	2248
E12	C12	2803	2364

Se puede observar como los aditivos mejoran la resistencia a la compresión de las mezclas
10 asfálticas preparadas a temperaturas reducidas (120°C), obteniéndose valores similares a los obtenidos con mezclas asfálticas sin aditivo elaboradas a más alta temperatura (160°C).

REIVINDICACIONES

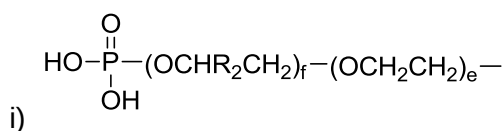
1. Aditivo para betún para mezclas asfálticas que comprende al menos un éster fosfórico de amina alcoxilada representado por la fórmula (I)



5 donde

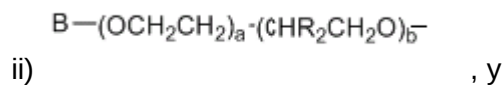
q se selecciona de 0 y 1;

L se selecciona de -H y el grupo



cuando q es 1;

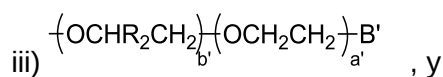
10 A representa el grupo



donde A se enlaza al grupo fosfórico mediante el oxígeno terminal de $-(\text{CHR}_2\text{CH}_2\text{O})_b-$;

15 R se selecciona de un grupo -OH y A';

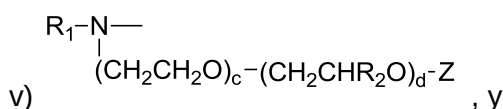
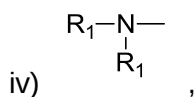
A' representa el grupo

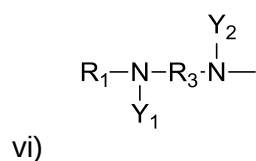


donde A' se enlaza al grupo fosfórico mediante el oxígeno terminal de $-(\text{OCHR}_2\text{CH}_2)_b-$

B se selecciona

20 - de los grupos

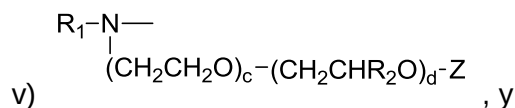




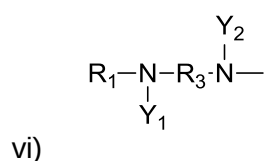
vi)

cuando q es 0; y

- de los grupos



v)

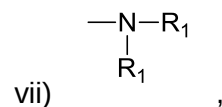


vi)

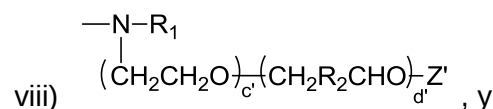
cuando q es 1; y

donde B se enlaza con el resto de A mediante el nitrógeno terminal de los grupos iv), v) y vi);

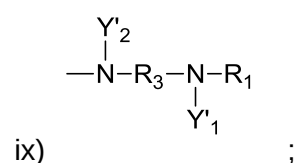
B' se selecciona de los grupos



vii)



viii)



ix)

;

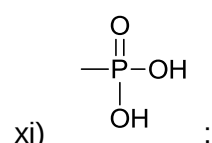
donde B' se enlaza con el resto de A' mediante el nitrógeno terminal de los grupos vii), viii) y

ix);

Z se selecciona

- de un enlace simple cuando q es 1 y donde B se enlaza a L mediante dicho enlace simple, y

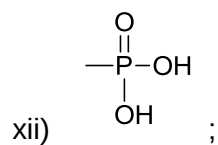
- de -H y el grupo



xi)

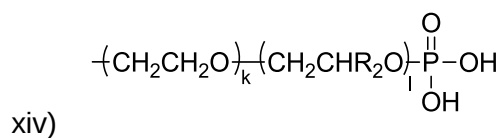
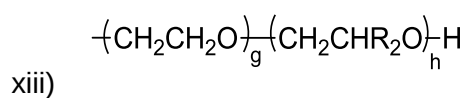
cuando q es 0;

Z' se selecciona de -H y el grupo



Y₁ se selecciona

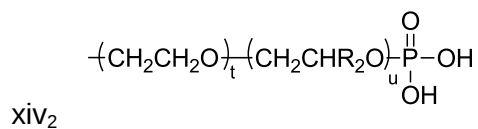
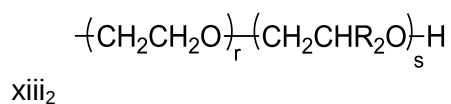
5 de -H y de los grupos



Y₂ se selecciona

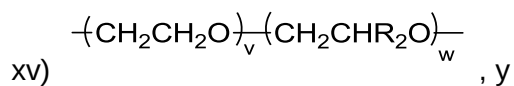
de H y de los grupos

10

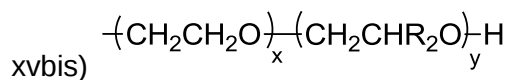


cuando q es 0;

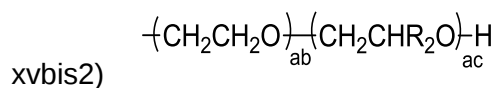
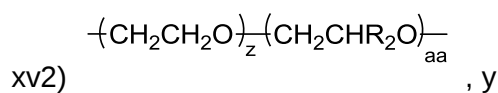
Y₁ se selecciona de uno de los siguientes grupos



15



Y₂ se selecciona de uno de los siguientes grupos

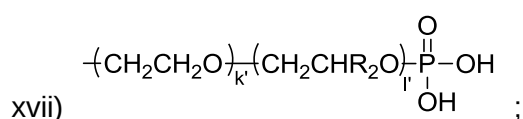
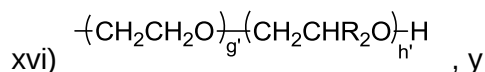


cuando q es 1; con el proviso de que cuando Y_1 es XV, entonces Y_2 es XVbis2, y que cuando Y_1 es XVbis, entonces Y_2 es XV2;

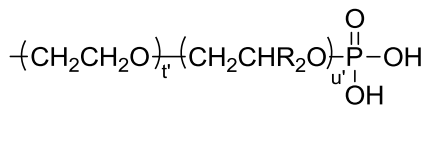
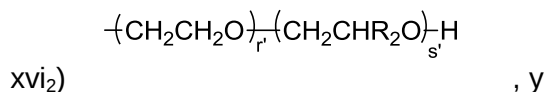
y donde B se enlaza a L mediante el oxígeno terminal de

$-(OCH_2CHR_2)_w-$ o de $(OCH_2CHR_2)_{aa}-$;

- 5 Y_1' se selecciona de $-H$ y los grupos



- 10 Y_2' se selecciona de $-H$ y los grupos



cada R_1 se selecciona independientemente de un grupo alquilo y de un alquenilo terminal, lineal o ramificado, que tiene de 6 a 22 átomos de carbono; preferentemente entre 12 y 22 átomos de carbono, y de 0 a 3 insaturaciones, donde el grupo alquilo y el grupo alquenilo terminal pueden estar opcionalmente substituidos por un grupo carboxilo;

cada R_2 se selecciona independientemente de hidrógeno y un grupo alquilo terminal que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, preferentemente un grupo metilo;

R_3 representa un grupo alquilo no terminal que tiene de 1 a 5 átomos de carbono;

- 20 R_4 es un grupo alquilo o alquenilo que tiene de 6 a 22 átomos de carbono, lineal o ramificado, saturado o insaturado.

cada uno de los subíndices:

a, a', c, c', e, e', g, g', k, k', r, r', t, t', v, x, z, ab se selecciona independientemente de un número de 0 a 10; preferentemente un número de 1 a 7;

- 25 cada uno de los subíndices:

b, b', d, d', f, f', h, h', l, l', s, s', u, u', w, z, aa, ac' se selecciona independientemente de un número de 0 a 10;

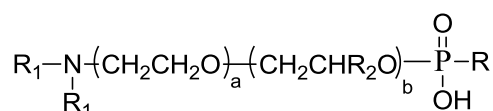
el grado de alcoxilación, establecido por la suma de los subíndices

$a+a'+b+b'+c+c'+d+d'+e+e'+f+f'+g+g'+h+h'+k+k'+l+l'+r+r'+s+s'+t+t'+u+u'+v+w+x+z+aa+ab+ac$, es un número de 1 a 20; preferentemente un número de 1 a 10; y

n se selecciona de un número de 1 a 4.

5

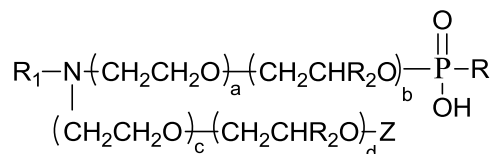
2. Aditivo para betún según la reivindicación 1, donde el éster fosfórico de dialquilmonoamina alcoxilada según la fórmula (I) presenta la fórmula (I1)



(I1)

10 donde el grado de alcoxilación, establecido por la suma de los subíndices $a+b+a'+b'+c'+d'+g'+h'+k'+l'+r'+s'+t'+u'$, es un número de 1 a 20, preferiblemente de 1 a 7; y R, R₁, R₂, a y b son como se definen en la reivindicación 1.

15 3. Aditivo para betún según la reivindicación 1, donde el éster fosfórico de dialquilmonoamina alcoxilada según la fórmula (I) presenta la fórmula (I2),

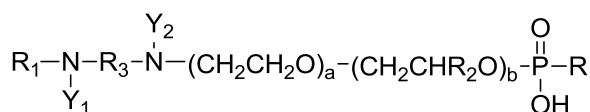


(I2)

20 donde el grado de alcoxilación, establecido por la suma de los subíndices, $a+b+c+d+a'+b'+c'+d'+g'+h'+k'+l'+r'+s'+t'+u'$, es un número de 1 a 20, preferiblemente de 2 a 7; y

R, R₁, R₂, Z, a, b, c y d, son como se definen en la reivindicación 1.

4. Aditivo para betún según la reivindicación 1, donde el éster fosfórico de dialquilmonoamina alcoxilada según la fórmula (I) presenta la fórmula (I3),



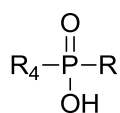
(I3)

25

donde el grado de alcoxilación, establecido por la suma de los subíndices, $a+b+g+h+k+l+r+s+t+u+v+w+x+y+z+aa+ab+ac+a'+b'+c'+d'+g'+h'+k'+l'+r'+s'+t'+u'$, es un número de 1 a 20, preferiblemente de 3 a 7; y

R, R₁, R₂, R₃, Y₁, Y₂, a y b, son como se definen en la reivindicación 1.

- 5 5. Aditivo para betún de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, que comprende además un éster fosfórico de alcohol graso que presenta la fórmula (I4)

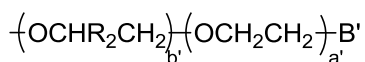


(I4)

donde

- 10 R se selecciona de un grupo -OH y A';

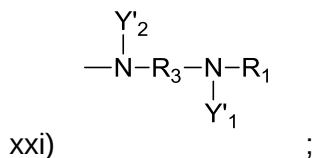
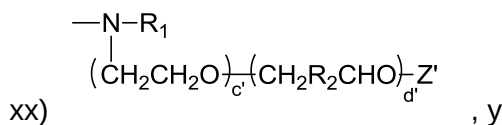
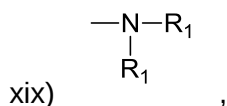
A' representa el grupo



xviii);

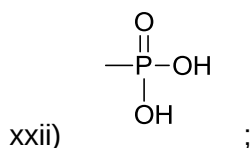
B' se selecciona de los grupos

15

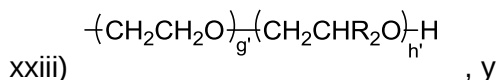


- 20 donde B' se enlaza con el resto de A' mediante el nitrógeno terminal de los grupos xix), xx) y xxi);

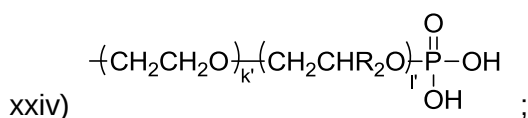
Z' se selecciona de -H y el grupo



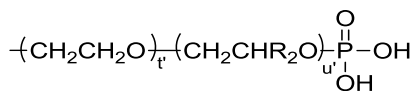
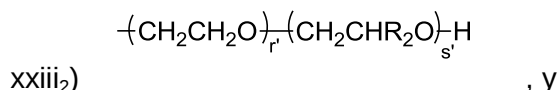
Y_1' se selecciona de $-\text{H}$ y los grupos



5



Y_2' se selecciona de $-\text{H}$ y los grupos



10 cada R_1 se selecciona independientemente de un grupo alquilo y de un grupo alqueno terminal, lineal o ramificado, que tiene de 6 a 22 átomos de carbono; preferentemente entre 12 y 22 átomos de carbono, y de 0 a 3 insaturaciones, donde el grupo alquilo y el grupo alqueno terminal pueden estar opcionalmente substituidos por un grupo carboxilo;

15 cada R_2 se selecciona independientemente de hidrógeno y un grupo alquilo terminal que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, preferentemente un grupo metilo;

R_3 representa un grupo alquilo no terminal que tiene de 1 a 5 átomos de carbono;

R_4 es un grupo alquilo o alqueno que tiene de 6 a 22 átomos de carbono, lineal o ramificado, saturado o insaturado;

20 cada uno de a', c', g', k', r', t' se selecciona independientemente de un número de 0 a 10; preferentemente un número de 1 a 7;

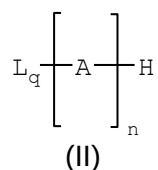
cada uno de b', d', h', l', s', u' se selecciona independientemente de un número de 0 a 10,;

el grado de alcoxilación, establecido por la suma de $a'+b'+c'+d'+g'+h'+k'+l'+r'+s'+t'+u'$, es un número de 1 a 20; preferentemente un número de 1 a 10; y

n se selecciona de un número de 1 a 4.

6. Aditivo para betún de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, que comprende además un agente fluidificante.

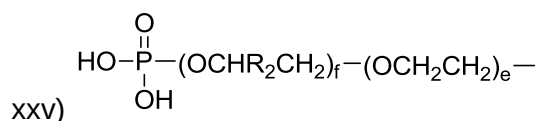
- 5 7. Aditivo para betún para mezclas asfálticas que comprende al menos un compuesto obtenido mediante la reacción de una alquilamina alcoxilada de fórmula (II) con ácido fosfórico, pentóxido de fósforo o mezclas de los mismos



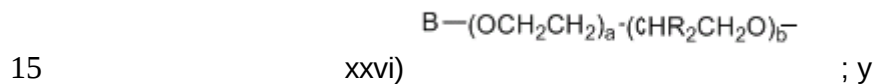
10 donde

q se selecciona de 0 y 1;

L se selecciona de -H y el grupo

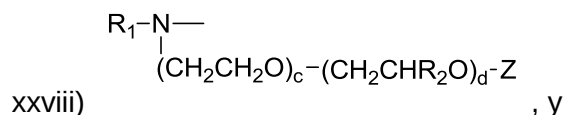
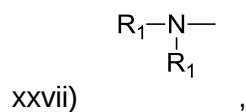


A representa el grupo



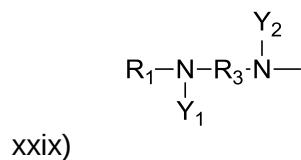
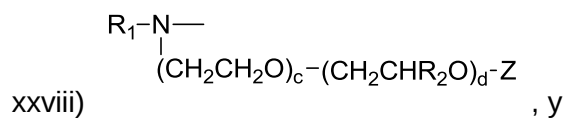
B se selecciona

- de los grupos



20 cuando q es 0; y

- de los grupos

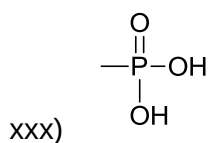


cuando q es 1; y

donde B se enlaza con el resto de A mediante el nitrógeno terminal de los grupos xxvii),
5 xxviii) y xxix);

Z se selecciona

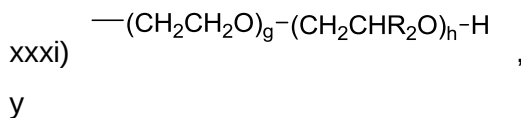
- de un enlace simple cuando q es 1 y donde B se enlaza a L mediante dicho enlace, y
- de -H y el grupo



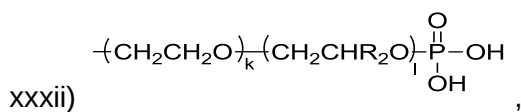
10 cuando q es 0;

Y₁ se selecciona

- de -H y de los grupos

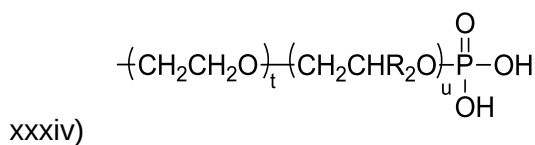
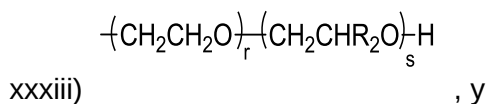


15



Y₂ se selecciona de

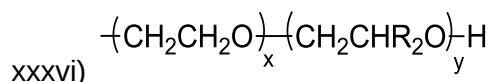
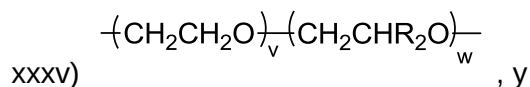
- H y de los grupos



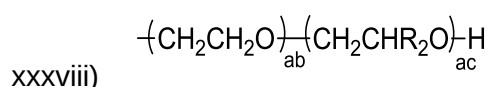
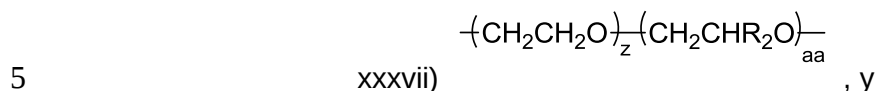
20

cuando q es 0;

Y_1 se selecciona de los siguientes grupos:

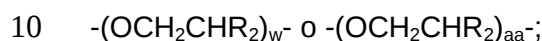


e Y_2 se selecciona de uno de los siguientes grupos:



cuando q es 1; con el proviso de que cuando Y_1 es XXXV, entonces Y_2 es xxxviii, y que cuando Y_1 es xxxvi, entonces Y_2 es xxxvii;

y donde B se enlaza a L mediante el oxígeno terminal de



cada R_1 se selecciona independientemente de un grupo alquilo y de un grupo alqueno terminal, lineal o ramificado, que tiene de 6 a 22 átomos de carbono; preferentemente entre 12 y 22 átomos de carbono, y de 0 a 3 insaturaciones, donde el grupo alquilo y el grupo alqueno terminal pueden estar opcionalmente substituidos por un grupo carboxilo;

15 cada R_2 se selecciona independientemente de hidrógeno y un grupo alquilo terminal que tiene de 1 a 4 átomos de carbono; preferentemente un grupo metilo;

R_3 es un grupo alquilo no terminal que tiene de 1 a 5 átomos de carbono;

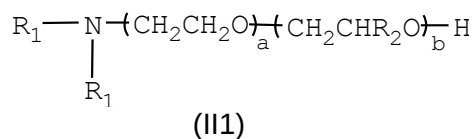
cada uno de a,c,e,g,k,r,t,v,x,z,ab se selecciona independientemente de un número de 0 a 10; preferentemente un número de 1 a 7;

20 cada uno de b,d,f,h,i,s,u,w,y,aa,ac se selecciona independientemente de un número de 0 a 10,; y

el grado de alcoxilación, establecido por la suma de $a+b+c+d+e+f+g+h+k+l+r+s+t+u+v+w+x+y+z+aa+ab+ac$, corresponde a un número de 1 a 20; preferentemente un número de 1 a 10; y

25 n se selecciona de un número entero de 1 a 4.

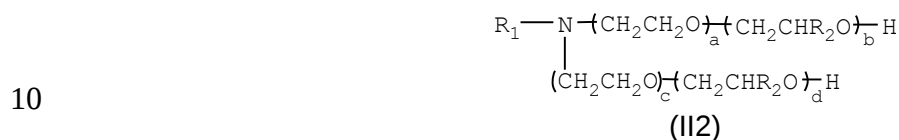
8. Aditivo para betún de acuerdo con la reivindicación 7, donde la alquilamina alcoxilada de fórmula (II) presenta la fórmula (II1),



donde el grado de alcoxilación, establecido por la suma de los subíndices a+b, es un número de 1 a 20, preferiblemente de 1 a 7; y

5 R_1 , R_2 , a y b, son como se definen en la reivindicación 7.

9. Aditivo para betún para mezclas asfálticas según la reivindicación 7, donde la alquilamina alcoxilada de fórmula (II) presenta la fórmula (II2)

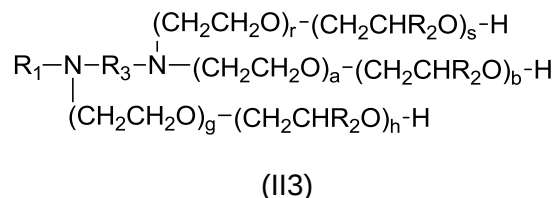


donde el grado de alcoxilación, establecido por la suma de los subíndices a+b+c+d, es un número de 1 a 20, preferiblemente de 2 a 7; y

R_1 , R_2 , Z, a, b, c y d, son como se definen en la reivindicación 7.

15

10. Aditivo para betún para mezclas asfálticas de acuerdo con la reivindicación 7, donde la alquilamina alcoxilada de fórmula (II) presenta la fórmula (II3)



20 donde el grado de alcoxilación, establecido por la suma de los subíndices a+b+g+h+r+s, es un número de 1 a 20, preferiblemente de 3 a 7; y

R_1 , R_2 , R_3 , a, b, g, h, r y s son como se definen en la reivindicación 7.

11. Aditivo para betún para mezclas asfálticas según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 10, que comprende además al menos un compuesto obtenido mediante la reacción de un alcohol graso de fórmula (II4)



con ácido fosfórico, pentóxido de fósforo o mezclas de los mismos; donde

30 R_4 es un grupo alquilo alquenilo que tiene de 6 a 22 átomos de carbono, lineal o ramificado, saturado o insaturado; con ácido fosfórico, pentóxido de fósforo o mezclas de los mismos.

12. Aditivo para betún para mezclas asfálticas según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 11, que comprende además un agente fluidificante.
- 5 13. Composición bituminosa para mezclas asfálticas que comprende un aditivo para betún según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, que además comprende betún.
14. Composición bituminosa según la reivindicación 13, que comprende:
- 10 - entre 0.2 y 3% en peso, preferiblemente entre 0.3 y 1% en peso, del aditivo para betún según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, y
- entre 99.8 y 97% en peso, preferiblemente entre 99.7 y 99% en peso del betún.
15. Mezcla asfáltica que comprende una composición bituminosa para mezclas asfálticas según cualquiera de las reivindicaciones 13 y 14, que además comprende un agregado
- 15 pétreo o árido.
16. Método de preparación de un aditivo para betún para mezclas asfálticas de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11 que consiste en:
- 20 - calentar la amina precursora según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12,
- adición gradual de pentóxido de fósforo, ácido fosfórico, o mezclas de los mismos, a la amina precursora, y
- posterior calentamiento de los componentes de reacción a una temperatura entre 50°C y 130°C durante al menos 4 horas.
- 25 17. Método de preparación de una composición bituminosa según cualquiera de las reivindicaciones 13 y 14, que comprende la preparación del aditivo previamente a su adición al betún, fundido de la mezcla de aditivo y betún, y su posterior homogeneización.
18. Método de preparación de mezclas asfálticas según la reivindicación 15, que comprende
- 30 la preparación del aditivo previamente a su adición al betún, y posterior adición al árido.
19. Uso de un aditivo para betún tal y como se define en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, como componente en composiciones bituminosas y mezclas asfálticas.

20. Uso de una composición bituminosa tal y como se define en cualquiera de las reivindicaciones 13 y 14, como componente en mezclas asfálticas.

21. Uso de una mezcla asfáltica tal y como se define en la reivindicación 15, para
5 pavimentación de carreteras.

22. Uso según cualquiera de las reivindicaciones 19 a 21 donde las mezclas asfálticas son mezclas asfálticas semicalientes, con temperaturas de mezclado y compactación en la fabricación y colocación de las mezclas asfálticas de entre 100°C y 160°C.



OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

②① N.º solicitud: 201431569

②② Fecha de presentación de la solicitud: 24.10.2014

③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤① Int. Cl.: **C08K5/521** (2006.01)
C08L95/00 (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	WO 2010/092300 A1 (COLAS) 19-08-2010, reivindicaciones 1-7	1-22
A	ES 2192469 A1 (KAO CORP) 01-10-2003, todo el documento	1-22
A	US 2010/0192805 A1 (CECA) 05-08-2010, reivindicaciones	13-22

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
21.11.2014

Examinador
M. Fernández Fernández

Página
1/4

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

C08K, C08L

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, ESPACENET

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 21.11.2014

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones 1-22	SI
	Reivindicaciones	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones 1-22	SI
	Reivindicaciones	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 se publica.

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	WO 2010/092300 A1 (COLAS)	19.08.2010
D02	ES 2192469 A1 (KAO CORP)	01.10.2003
D03	US 2010/0192805 A1 (CECA)	05.08.2010

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

La solicitud se refiere a un aditivo para betún de mezclas asfálticas que comprende al menos un éster fosfórico de amina alcoxilada de fórmula (I), ver reivindicación 1. El éster fosfórico de dialquilamina etoxilada es de fórmula (I1), (I2) ó (I3) según las reivindicaciones 2-4, el aditivo para betún comprende además un éster fosfórico de alcohol graso de fórmula (I4) / (II4) y un agente fluidificante (reivindicaciones 5 y 6 y 11 y 12). Las reivindicaciones 7-10 se refieren al procedimiento de obtención del éster fosfórico de la reivindicación 1 por reacción de una alquilamina etoxilada de fórmula (II), (II1), (II2) ó (II3) con ácido fosfórico o pentóxido de fósforo.

También se reivindica una composición bituminosa para mezclas asfálticas que comprende el aditivo para betún anterior (reivindicaciones 13, 14, 19 y 20) y su uso y la mezcla asfáltica que comprende la composición bituminosa (reivindicaciones 15, 21 y 22) y los métodos de preparación del aditivo, del betún y de la mezcla asfáltica en las reivindicaciones 16-18.

El documento D1 divulga (ver reivindicaciones 1-7) poliaminas grasas etoxiladas como aditivos en mezclas bituminosas para mezclas asfálticas tibias (warm mix asphalt) para utilizar en carreteras.

El documento D2 divulga (ver reivindicaciones) poliaminas ramificadas y sus sales de adición con varios ácidos (clorhídrico, fosfórico, nítrico...) y su uso en emulsiones bituminosas.

El documento D3 divulga un aditivo derivado de ácido fosfórico para mezclas bituminosas y su uso para preparar mezclas asfálticas.

Ninguno de los documentos D1 - D3 divulga ésteres fosfóricos de aminas etoxiladas como los descritos en la solicitud como aditivos de betún para fabricar asfaltos, luego la invención es nueva, además se considera inventiva pues un técnico en la materia no podría deducir en base al estado de la técnica las características del betún y la mezcla asfáltica preparados con los aditivos de la solicitud, sería necesario disponer de datos experimentales para comprobar que el asfalto resultante tiene propiedades mejoradas respecto a los divulgados anteriormente.

En consecuencia, se considera que las reivindicaciones 1-22 de la solicitud son nuevas e inventivas, de acuerdo con lo establecido en los Art. 6.1 y 8.1 de la Ley de Patentes 11/1986.