

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 884 150**

51 Int. Cl.:

C08K 3/10 (2008.01)

C08L 95/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **06.01.2017 PCT/US2017/012468**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.07.2017 WO17120430**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.01.2017 E 17703821 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.06.2021 EP 3400260**

54 Título: **Composiciones secuestrantes para especies de azufre**

30 Prioridad:

08.01.2016 US 201662276472 P

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

10.12.2021

73 Titular/es:

**INNOPHOS, INC. (100.0%)
259 Prospect Plains Road Bldg. A
Cranbury, NJ 08512, US**

72 Inventor/es:

**ONNEMBO, GIOVANNI;
MARTIN, JEAN-VALERY;
CARTON, WILLIAM;
OLANIPEKUN, EVELYN;
KEMPTON, KEVIN, M. y
IBRAIMI, ARBNOR**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 884 150 T3

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

DESCRIPCIÓN

Composiciones secuestrantes para especies de azufre

5 Antecedentes de la invención

La presente invención se dirige a una composición secuestrante para reducir las emisiones de sulfuro de hidrógeno de asfalto. La invención se dirige, además, al betún o al asfalto que comprende la composición secuestrante de acuerdo con la invención. Adicionalmente, la invención se dirige a un proceso para preparar una composición secuestrante de acuerdo con la invención. Finalmente, la invención se dirige a un proceso para reducir las emisiones de sulfuro de hidrógeno del asfalto o el betún.

De acuerdo con la Sociedad Americana de Pruebas de Materiales ('ATSM'), asfalto se define como "un material cementoso de color marrón oscuro a negro en el que los constituyentes predominantes son betunes que se producen en la naturaleza o se obtienen en el procesamiento del petróleo" (es decir, obtenido por destilación fraccionada del petróleo). En la industria, los términos asfalto y betún se utilizan indistintamente, con asfalto más comúnmente usado en los Estados Unidos y el betún más comúnmente utilizados fuera de los Estados Unidos. Para el propósito de la presente solicitud, así como por motivos de claridad, el término betún se usa para referirse al 'material cementoso de color marrón oscuro a negro', mientras que asfalto se utiliza para referirse al concreto asfáltico o al cemento asfáltico; es decir, la combinación de al menos betún y los agregados.

El betún usado en la formación de asfalto está disponible en diferentes grados, dependiendo de la fuente del petróleo crudo a partir del cual se deriva el betún. Además, hay varias maneras de clasificar el betún, tales como el grado de penetración, el grado de viscosidad y el grado de desempeño. Para el grado de penetración, el betún se clasifica por la profundidad a la que una aguja estándar penetra el betún bajo condiciones de prueba especificadas. Esta caracterización de la prueba de aguja indica la dureza del betún, con una penetración menor indica un betún más duro. Las especificaciones para betunes con penetración gradual normalmente establecen el rango de penetración para un grado (por ejemplo, 50/70). Los betunes clasificados por viscosidad se clasifican y se especifican por su viscosidad a una temperatura estándar (normalmente 135 °C). Las especificaciones para el betún clasificado con viscosidad normalmente dan la viscosidad nominal precedida por una V (por ejemplo, V1500). Desafortunadamente, el grado de penetración y viscosidad son algo limitadas en su capacidad para caracterizar completamente el betún para su uso en el pavimento asfáltico de mezcla caliente ('HMA', Hot mixture asphalt).

El grado de desempeño incorpora ensayos y especificaciones que caracterizan de manera más precisa y completa el betún para su uso en pavimentos HMA. Para el betún, esto implica condiciones climáticas esperadas, así como las consideraciones de envejecimiento. Al igual que los sistemas de clasificación de penetración y de viscosidad, el grado de desempeño utiliza una batería común de pruebas, sin embargo, pero también especifica que un betún particular debe pasar estas pruebas a temperaturas específicas que dependen de las condiciones climáticas específicas en el área de uso. El grado de desempeño es reportado utilizando dos números, siendo el primero la temperatura promedio máxima del pavimento de siete días (°C) y siendo el segundo la temperatura mínima de diseño del pavimento (°C) que probablemente experimente. Por ejemplo, un betún grado de desempeño ('PG') 58-28 está destinado a ser utilizado donde la temperatura promedio máxima de siete días es de 58 °C y la temperatura mínima del pavimento esperada es de -28 °C. Como regla general, el grado de desempeño del betún que difiere en la especificación de temperatura alta y baja en 90 °C o más, normalmente requiere algún tipo de modificación.

Los betunes modificados son aglutinantes bituminosos cuyas propiedades de desempeño (por ejemplo, elasticidad, adhesividad o resistencia cohesiva) han sido modificados por uno o más aditivos. Estos aditivos incluyen rellenos, extensores, polímeros, oxidantes, rejuvenecedores, antioxidantes, aditivos de adherencia, materiales de desecho (por ejemplo, caucho en migajas) y ácido polifosfórico, entre otros.

Los asfaltos a menudo requieren modificaciones para cumplir con las especificaciones. Se pueden agregar aditivos al betún o asfalto para ayudarlo a cumplir esas especificaciones. A este respecto, se pueden agregar diversos tipos de aditivos para satisfacer diferentes tipos de mejoras. Estas mejoras incluyen una menor rigidez (o viscosidad) a las altas temperaturas asociadas a la construcción con el fin de facilitar el bombeo del betún líquido, así como la mezcla y compactación de HMA; mayor rigidez a altas temperaturas de servicio para reducir la formación de surcos y empujones; menor rigidez y propiedades de relajación más rápidas a bajas temperaturas de servicio a fin de reducir el agrietamiento térmico; y mayor adhesión entre el betún y el agregado en presencia de humedad para reducir la probabilidad de desprendimiento (es decir, la separación del betún del agregado).

Los modificadores incluyen diversos tipos de polímeros que se pueden agregar al betún para aumentar la rigidez del HMA a altas temperaturas de servicio, aumentar la elasticidad del HMA a temperaturas de servicio medianas para resistir el agrietamiento por fatiga, o disminuir la rigidez del HMA a bajas temperaturas para resistir el craqueo térmico. Se pueden agregar aditivos de adherencia al betún o asfalto para minimizar la separación del betún de los agregados. Los extensores pueden agregarse como un sustituto de una porción del betún para disminuir una porción del betún requerido, por ejemplo, cuando se recicla el asfalto.

A menudo el betún que recibe un productor de asfalto no cumple con el grado de desempeño requerido para la ubicación en la que el asfalto se va a colocar. Por ejemplo, el betún disponible para el productor pueden ser betún PG 64-22 adecuado para el tráfico normal, pero las regulaciones o geografía requieren betún PG 70-22 para tráfico pesado más lento, o incluso un betún PG 76-22 para condiciones pesadas o interestatales. Para cumplir con el grado requerido, el betún puede modificarse químicamente agregando una cantidad apropiada de ácido polifosfórico ('PPA'). Esta modificación con PPA mejora las propiedades reológicas a alta temperatura del betún sin afectar sus propiedades reológicas a baja temperatura (es decir, la adición PPA aumenta la temperatura máxima promedio de 7 días de 64 a 70 o más, dependiendo de la cantidad de PPA añadido, mientras que la temperatura mínima sigue siendo la misma). La adición de la PPA también puede aumentar la rigidez del betún, dependiendo de la fuente del betún.

La mayoría de los betunes contienen compuestos orgánicos de azufre, resultando en un contenido total de azufre de hasta el 4 % del betún. A medida que el betún se calienta, se libera azufre del betún en forma de sulfuro de hidrógeno (H_2S) u otros compuestos volátiles de azufre (por ejemplo, mercaptanos). Las emisiones de sulfuro de hidrógeno están reguladas a fin de limitar la exposición operacional por razones de salud y seguridad. Por lo tanto, hay una necesidad de limitar la cantidad de H_2S emitida por el betún en el procesamiento del asfalto a través tanto de controles de ingeniería y/o químicos.

Sumario de la invención

La invención se dirige a una composición secuestrante para reducir las emisiones de sulfuro de hidrógeno del asfalto que comprende un vehículo en una cantidad del 1,0 % en peso al 99,0 % en peso, basado en el peso total de la composición, un metal activo en una cantidad del 99,0 % en peso al 1,0 % en peso, basado en el peso total de la composición, un dispersante en una cantidad del 0,01 % en peso al 10,0 % en peso, basado en el peso total de la composición, y un auxiliar de suspensión en una cantidad del 0,01 % en peso al 10,0 % en peso, basado en el peso total de la composición. El metal activo es una sal metálica o un quelato metálico y en donde el metal se selecciona de hierro, cobre, molibdeno, níquel y zinc.

Dado que no todos los metales activos se pueden suspender fácilmente en el vehículo en sí mismo, la adición de un auxiliar de suspensión y el dispersante es ventajoso para producir una suspensión estable del metal activo en el vehículo.

El metal activo está normalmente en forma de polvo con un diámetro de aproximadamente 100 micrómetros o menos. Preferiblemente, el metal activo tiene un diámetro de aproximadamente 20 micrómetros o menos.

Como se indicó anteriormente, el metal activo es una sal metálica o un quelato metálico y se selecciona de hierro, cobre, molibdeno, níquel y zinc. Los ejemplos de tal metal activo adecuado incluyen aspartato de cobre; carbonato de cobre; citrato de cobre; gluconato de cobre; bis-glicinato de cobre; óxidos de cobre; oxalato de cobre; sulfato de cobre; aspartato de hierro; hierro bis-glicina; citrato de hierro; fumarato de hierro; gluconato de hierro; bis-glicinato de hierro; sulfato de hierro; aspartato de molibdeno; molibdeno bis-glicina; citrato de molibdeno; fumarato de molibdeno; gluconato de molibdeno; glicinato de molibdeno; sulfato de molibdeno; aspartato de níquel; níquel bis-glicina; citrato de níquel; fumarato de níquel; gluconato de níquel; bis-glicinato de níquel; sulfato de níquel; acetato de zinc; arginato de zinc; ascorbato de zinc; aspartato de zinc; carboxilato de zinc; gluconato de zinc; bis-glicinato de zinc; metionato de zinc; óxido de zinc; picolinato de zinc y sulfato de zinc. En ciertas realizaciones, el metal activo es un metal activo a base de cobre.

La presente invención se dirige, además, a un betún o asfalto que comprende la composición secuestrante de acuerdo con la invención. En ciertas realizaciones, el betún o asfalto se modifica con uno o más aditivos. Cuando el betún o asfalto es modificado con ácido polifosfórico, el metal activo es preferiblemente un metal activo a base de cobre.

Cuando el betún o asfalto se modifica con la composición secuestrante y se calienta a 100 °C o más, particularmente 130 °C o más, las emisiones de sulfuro de hidrógeno del betún o asfalto se reducen a aproximadamente 10 ppm o menos.

La invención se dirige, además, a un proceso para preparar una composición secuestrante de acuerdo con la invención, que comprende añadir el metal activo al vehículo en una proporción de 1,0:4,0 a 4,0:1,0 de vehículo respecto a metal activo, en donde la composición secuestrante es capaz de reducir las emisiones de sulfuro de hidrógeno.

Debido a que el metal activo está normalmente en forma de polvo, uno o más de los metales activos cuando se agregan al vehículo pueden sedimentar. Por lo tanto, en ciertas realizaciones en las que cuando el metal activo no es capaz de permanecer suspendido en el vehículo, el proceso comprende, además, añadir al vehículo un auxiliar de suspensión en una cantidad de aproximadamente el 0,01 % en peso a aproximadamente el 10,0 % en peso y un dispersante en una cantidad de aproximadamente el 0,01 % en peso a aproximadamente el 10,0 % en peso, basado en el peso total de la composición, en donde el auxiliar de suspensión y dispersante son capaces de proporcionar

una suspensión estable del metal activo en el vehículo. Preferiblemente, el auxiliar de suspensión y el dispersante se añaden al vehículo antes de añadir el metal activo.

La presente invención proporciona, además, un proceso para reducir las emisiones de sulfuro de hidrógeno del asfalto o betún que comprende añadir al asfalto o betún la composición secuestrante de acuerdo con la invención. En aquellas realizaciones en las que el betún o el asfalto se modifican adicionalmente con ácido polifosfórico, el metal activo es preferiblemente un metal activo a base de cobre.

Descripción detallada de la invención

Se describe en el presente documento una composición en forma de una suspensión, dispersión o lodo que es útil como un secuestrante de sulfuro de hidrógeno (H_2S). Tal como se usa en el presente documento los términos de lodo, dispersión y suspensión pueden utilizarse indistintamente. La presente invención puede usarse con múltiples sustancias, más preferiblemente betún o asfalto, para proporcionar los beneficios de un captador de sulfuro de hidrógeno, así como una reología mejorada de la sustancia a la que se añade (por ejemplo, asfalto que contiene la suspensión). La composición secuestrante o suspensión o lodo proporciona, además, la capacidad de añadir ácido polifosfórico ('PPA') y/o el lodo en cualquier punto de la cadena de suministro de asfalto (es decir, desde la preparación de asfalto en la refinería hasta la aplicación de asfalto y uso final).

Los ejemplos de puntos de adición de la composición secuestrante en la cadena de suministro de asfalto incluyen, tanto en la mezcla en línea como por lotes:

- 1) Línea de descarga del betún de una refinería hasta un tanque de almacenamiento.
- 2) Tanque de almacenamiento de la refinería para vagones, camiones o barcazas.
- 3) Línea de descarga del betún del vagón, camión o barcaza al tanque de almacenamiento.
- 4) Cualquier punto del tanque de almacenamiento y líneas de inyección del polímero y/o azufre hasta el destino final (tanque, camión, barcaza).
- 5) Cualquier punto desde el tanque de almacenamiento y punto de inyección del PPA hasta el destino final (tanque, camión, barcaza).
- 6) La creación de un concentrado de secuestrante/betún para bajar al betún no eliminado.
- 7) Adición directa al tanque de almacenamiento, camión, barcaza con o sin capacidades de mezcla.
- 8) Adición en cualquiera de los puntos de presión positiva o negativa de una línea de inyección.

La composición secuestrante de acuerdo con la presente invención se compone de un medio o vehículo de suspensión, un auxiliar de suspensión, un dispersante y un metal activo en la forma de una sal metálica o quelato metálico. La composición de acuerdo con la presente invención se puede utilizar con varias sustancias, preferiblemente asfalto, para actuar como un secuestrante de sulfuro de hidrógeno y mejorar la reología de la sustancia a la que se añade. Además, cuando se usa en asfalto modificado con ácido polifosfórico ('PPA'), la composición secuestrante es compatible con dicho asfalto modificado-PPA y permite la adición del PPA y/o la composición en cualquier punto de la cadena de suministro de asfalto (por ejemplo, desde la preparación de asfalto en la refinería hasta la aplicación y uso del asfalto).

Los medios o vehículos de suspensión útiles en la composición de la presente invención incluyen glicerol, polipropilenglicol, polietilenglicol, aceite mineral blanco, alcoholes minerales (por ejemplo, disolvente de hidrocarburo de petróleo), destilado de petróleo ligero hidrotratado, espíritu de petróleo, disolvente Stoddard, nafta alifático con un punto de inflamación ('FP') de aproximadamente 38-42 °C, espíritus minerales inodoros (por ejemplo, nafta (petróleo), alquilato pesado con FP de aproximadamente 43 °C) y destilado pesado de petróleo hidrotratado (por ejemplo, líquido isoparafínico C_{11} - C_{13} con punto de inflamación > a aproximadamente 61 °C). El medio de suspensión está presente normalmente en la composición en una cantidad de aproximadamente el 1,0 a aproximadamente el 99,0 % en peso, basado en el peso total de la composición, más normalmente en una cantidad de aproximadamente el 30,0 a aproximadamente el 80,0 % en peso, e incluso más normalmente en una cantidad de aproximadamente el 40,0 a aproximadamente el 60,0 % en peso.

Debido a que una o más de las sales metálicas o quelatos metálicos tienen una propensión a depositarse en uno o más de los medios de suspensión, la composición secuestrante también puede incluir un auxiliar de suspensión o modificador de la reología para suspender el metal activo en el vehículo. Los ejemplos de auxiliares de suspensión adecuados incluyen polisacáridos, tales como xantana o goma guar (incluyendo polisacáridos aniónicos, hidrófobos y/o catiónicos modificados), sílice pirógena, bentonita modificada (montmorillonita), hectoritas, derivados de aceite de ricino (por ejemplo, derivados modificados de poliamida), poliamidas y poliamidas modificadas y poliolefinas y poliolefinas modificadas. También son útiles los polímeros, tales como poliácridatos que tienen propiedades espesantes. Cuando se utiliza, el auxiliar de suspensión está presente normalmente en la composición en una cantidad de aproximadamente el 0,01 a aproximadamente el 10,0 % en peso, basado en el peso total de la composición, más normalmente en una cantidad de aproximadamente el 0,01 a aproximadamente el 5,0 % en peso, e incluso más normalmente en una cantidad de aproximadamente el 0,01 a aproximadamente el 2,0 % en peso.

Además del vehículo y auxiliar de suspensión, la composición secuestrante de acuerdo con la invención incluye un

agente dispersante o humectante. Los dispersantes útiles incluyen pirofosfato ácido de sodio, polisulfonato de sodio (por ejemplo, poli-naftalen sulfonato de sodio y poli-naftalen sulfonato de sodio potasio), sulfosuccinato de alquilo de sodio, lecitina de soja (fosfolípido), ésteres de ácido carboxílico con funcionalidad hidroxilo, sales de amida de poliamina insaturadas y poliésteres ácidos de peso molecular más bajo y sulfonatos de alquil amina (por ejemplo, isopropilamina dodecilbenceno sulfonato). Cuando está presente, el dispersante está presente normalmente en la composición en una cantidad de aproximadamente el 0,01 a aproximadamente el 10,0 % en peso, basado en el peso total de la composición, más normalmente en una cantidad de aproximadamente el 0,01 a aproximadamente el 5,0 % en peso, e incluso más normalmente en una cantidad de aproximadamente el 0,01 a aproximadamente el 2,0 % en peso.

Los metales activos útiles en la presente invención incluyen sales metálicas y quelatos metálicos capaces de reducir o prevenir o atrapar la formación de sulfuro de hidrógeno a partir de compuestos orgánicos de azufre. El metal activo está presente normalmente en la composición en una cantidad de aproximadamente el 1,0 a aproximadamente el 99,0 % en peso, basado en el peso total de la composición, más normalmente en una cantidad de aproximadamente el 20,0 a aproximadamente el 70,0 % en peso, e incluso más normalmente en una cantidad de aproximadamente el 40,0 a aproximadamente el 60,0 % en peso. Estos metales activos vienen en varios tamaños y formas de partículas. Para que el metal activo esté mejor suspendido en el vehículo, se prefiere que la partícula o polvo de metal activo tenga un menor tamaño, por ejemplo, aproximadamente 100 micrómetros o menos de diámetro, preferiblemente aproximadamente 20 micrómetros o menos. La proporción de metal activo al vehículo puede ser de aproximadamente 1,0:4,0 a aproximadamente 4,0:1,0, e incluso más normalmente de aproximadamente 2,0:3,0 a aproximadamente 3,0:2,0.

Ejemplos de metales activos (tanto sales como quelatos) útiles en composiciones secuestrantes de acuerdo con la invención incluyen hierro, cobre, sales de molibdeno y zinc y quelatos de carboxilatos, policarboxilatos de amino (por ejemplo, EDTA y glicina), fosfatos, sulfatos y óxidos (por ejemplo, I, II, III o IV). Estos incluyen, por ejemplo, aspartato de cobre; carbonato de cobre; citrato de cobre; gluconato de cobre; bis-glicinato de cobre; óxidos de cobre (por ejemplo, I y II); oxalato de cobre; sulfato de cobre; aspartato de hierro; hierro bis-glicina; citrato de hierro; fumarato de hierro; gluconato de hierro; bis-glicinato de hierro; sulfato de hierro; aspartato de molibdeno; molibdeno bis-glicina; citrato de molibdeno; fumarato de molibdeno; gluconato de molibdeno; glicinato de molibdeno; sulfato de molibdeno; aspartato de níquel; níquel bis-glicina; citrato de níquel; fumarato de níquel; gluconato de níquel; bis-glicinato de níquel; sulfato de níquel; acetato de zinc; arginato de zinc; ascorbato de zinc; aspartato de zinc; carboxilato de zinc; gluconato de zinc; zinc bis-glicinato; metionato de zinc; óxido de zinc; picolinato de zinc y sulfato de zinc. Preferiblemente, el metal activo es un metal activo a base de cobre.

La presente invención comprende, además, un proceso para preparar una composición secuestrante de sulfuro de hidrógeno que comprende añadir a un vehículo un metal activo en una proporción de aproximadamente 1,0:4,0 a aproximadamente 4,0:1,0. Cuando el metal activo no puede suspenderse en el vehículo, el proceso puede comprender, además, añadir al vehículo un auxiliar de suspensión, que normalmente está presente en la composición en una cantidad de aproximadamente el 0,001 % en peso a aproximadamente el 10,0 % en peso, basado en peso total de la composición, y un dispersante en una cantidad de aproximadamente el 0,001 % en peso a aproximadamente el 10,0 % en peso, basado en el peso total de la composición. Preferiblemente, el auxiliar de suspensión y el dispersante se añaden antes de añadir el metal activo.

La presente invención se refiere, además, a betún o asfalto modificado con la composición secuestrante de sulfuro de hidrógeno descrita en este documento. En otra realización, la presente invención se refiere a un método para reducir las emisiones de sulfuro de hidrógeno del betún o asfalto que comprende añadir al betún o asfalto la composición secuestrante de sulfuro de hidrógeno descrita en este documento en una cantidad de aproximadamente el 0,001 % en peso a aproximadamente el 10,0 % en peso, basado en el peso total del betún o asfalto modificado, más preferiblemente en una cantidad de aproximadamente el 0,10 % en peso a aproximadamente el 3,0 % en peso. En una realización adicional, el betún o asfalto se ha modificado con PPA. Cuando se modifica con PPA, la composición secuestrante contiene preferiblemente un metal activo a base de cobre, en donde el metal activo está presente en la composición secuestrante en una cantidad suficiente para reducir las emisiones de sulfuro de hidrógeno del betún o asfalto cuando se calienta a una cantidad de aproximadamente 10 ppm o menos. Preferiblemente, el metal activo a base de cobre está presente en la composición secuestrante en una cantidad de aproximadamente el 40,0 al 60,0 % en peso, basado en el peso total de la composición secuestrante.

Ejemplos

Los siguientes secuestrantes fueron utilizados en los Ejemplos proporcionados a continuación:

Tabla 1 - Secuestrantes

Secuestrante A	40 % de bis-glicinato de cobre en 60 % de glicerol
Secuestrante B	Bis-glicinato de cobre (polvo)
Secuestrante C	Composición secuestrante de carbonato de cobre
Secuestrante D	Carbonato de cobre (polvo de baja densidad aparente)

(continuación)

Secuestrante E	Carbonato de cobre (polvo de alta densidad aparente)
Secuestrante F	Carboxilato de zinc en aceite de nafta al 10-30 %
Secuestrante G	Oxido de cobre (I)
Secuestrante H	Oxido de cobre (II)
Secuestrante I	Bis-glicinato de hierro
Secuestrante J	Bis-glicinato de zinc
¹ El secuestrante C es una composición secuestrante de acuerdo con la invención y se compone de un medio de suspensión, auxiliar de suspensión, dispersante y quelato metálico. El metal activo es carbonato de cobre suspendido en aceite mineral (medio o vehículo de suspensión) con poliolefina modificada (auxiliar de suspensión) y sulfonato de alquil amina (dispersante).	

Además del secuestrante C anterior, los siguientes son ejemplos no limitativos de otras composiciones secuestrantes de acuerdo con la invención:

5

Formulación del secuestrante Ejemplo 1:

Se preparó una formulación secuestrante mezclando 479,8 gramos ('g') de carbonato de cobre de baja densidad (hidróxido de cobre (II) con $d_{50} = 2,5$ micrómetros) (metal activo) con 500,02 g de glicerol (vehículo), 0,201 g de goma xantana (auxiliar de suspensión) y 20,07 g de polisulfonato de sodio (dispersante) en un vaso de precipitados de 2 litros. La formulación se mezcló durante 60 minutos a una velocidad suficiente para lograr una suspensión estable que tiene un valor de calibre Hegman de 6. La formulación contenía aproximadamente el 48 % en peso de carbonato de cobre con una viscosidad de 542 cP a 66 °C.

Formulación del secuestrante Ejemplo 2:

Se preparó una formulación secuestrante cargando 1166 kg (2571 libras) de aceite mineral blanco (vehículo) en un recipiente de mezclado. Luego, se añadieron 17,69 kg (39 libras) de poliolefina modificada (auxiliar de suspensión, 25 % activo) y 25,40 kg (56 libras) de sulfonato de alquil amina (dispersante) al recipiente con mezclado. Una vez uniforme, se añadieron 1208 kg (2665 libras) de carbonato de cobre (hidróxido de carbonato de cobre (II)) (metal activo) bajo agitación. La formulación se mezcló durante 30 minutos y, luego, se procesó en un molino de medios pequeño durante 180 minutos dando como resultado una suspensión estable que tenía un valor de calibre Hegman de 6,75. La formulación contenía aproximadamente el 50 % en peso de carbonato de cobre con una viscosidad de 1008 cP a 25 °C.

Formulación del secuestrante Ejemplo 3:

Se preparó una formulación secuestrante cargando 1170 kg (2581 libras) de aceite mineral blanco (vehículo) en un recipiente de mezclado. Luego, se añadieron al recipiente 17,69 kg (39 libras) de poliolefina modificada (auxiliar de suspensión, 25 % activo) y 26,08 kg (57,5 libras) de sulfonato de alquil amina (dispersante) con mezclado. Una vez uniforme, se añadieron 1217 kg (2684 libras) de carbonato de cobre (hidróxido de carbonato de cobre (II)) (metal activo) bajo agitación. La formulación se mezcló durante 30 minutos y, luego, se procesó en un molino de medios pequeño durante 235 minutos dando como resultado una suspensión estable que tiene un valor de calibre Hegman de 6,5. La formulación contenía aproximadamente el 50 % en peso de carbonato de cobre con una viscosidad de 1245 cP a 25 °C.

Formulación del secuestrante Ejemplo 4:

Una formulación secuestrante se preparó cargando 1207 kg (2661 libras) de aceite mineral blanco (vehículo) en un recipiente de mezcla. Luego, se añadieron al recipiente 17,69 kg (39 libras) de poliolefina modificada (auxiliar de suspensión, 25 % activo) y 26,08 kg (57,5 libras) de sulfonato de alquil amina (dispersante) con mezclado. Una vez uniforme, se añadieron 1217 kg (2684 libras) de carbonato de cobre (hidróxido de carbonato de cobre (II)) (metal activo) bajo agitación. La formulación se mezcló durante 30 minutos y, luego, se procesó en un molino de medios pequeño durante 180 minutos dando como resultado una suspensión estable que tenía un valor de calibre Hegman de 6,75. La formulación contenía aproximadamente el 50 % en peso de carbonato de cobre con una viscosidad de 1047 cP a 25 °C.

Ejemplo 1 - Eficacia de diferentes quelatos metálicos como secuestrantes:

Varios quelatos metálicos en forma de polvo (véase la Tabla 1 anterior) se compararon uno contra el otro como secuestrantes en dos diferentes fuentes de betún para determinar su eficacia en la reducción de las emisiones de H_2S . Los secuestrantes se añadieron al betún en una cantidad del 0,5 % en peso basado en el peso total del betún modificado del secuestrante después de que el betún se calentó a 160 °C o 180 °C y se mantuvo a esa temperatura durante una hora. Fueron tomadas mediciones de H_2S a los 5 minutos después de la adición y 1 hora después de la

adición. Los resultados de la eficacia de los secuestrantes en la reducción de las emisiones de H₂S se presentan en la siguiente tabla:

Tabla 1 - Liberación de H₂S del betún con secuestrante agregado

Betún PG 64-22 a 160 °C	Secuestrante	Emisión máxima de H ₂ S (ppm)	Emisión de H ₂ S, 5 minutos después de la adición	Emisión de H ₂ S, 60 minutos después de la adición
	I	57	17	3
	B	15	7	3
	J	25	9	5
Betún PG 64-22 a 180 °C	I	3	1	2
	B	2	1	2
	J	4	2	3
Betún PG 70-22 a 160 °C	I	5	1	4
	B	2	1	1
	J	6	2	6
Betún PG 70-22 a 180 °C	I	52	8	12
	B	12	4	1
	J	10	5	1

Los resultados anteriores ilustran que para el betún PG 64-22, la adición de secuestrantes I (hierro) y B (cobre) dio como resultado menores emisiones de H₂S que el secuestrante J (zinc). Además, el betún PG 64-22 no digirió al secuestrante J tan fácilmente como a los secuestrantes I y B (es decir, algo del secuestrante J conglomerado en la superficie del betún en lugar de mezclarse con el betún), dando como resultado una mezcla menos homogénea. Para el betún PG 70-22, solo el secuestrante B fue digerido completamente por el betún. Los secuestrantes I y J no lo fueron, lo que resulta en mezclas menos homogéneas para estos dos secuestrantes. El secuestrante B también exhibió las emisiones más bajas de H₂S en ambas temperaturas. Estos resultados sugieren que el cobre funciona como un mejor quelato metálico en el betún que el hierro o el zinc.

Ejemplo 2 - Análisis de H₂S del betún (Sistema abierto): betún con azufre (0,005 %), pero sin secuestrante:

Se evaluó betún con azufre añadido, pero libre de cualquier secuestrante se evaluó la generación de sulfuro de hidrógeno (H₂S) de la siguiente manera. Se cargaron 300 g de betún BP PG 64-22 en una lata de acero de un cuarto de galón equipada con una tapa que tenía puertos para una pala de hélice, termopar y llave de paso (para mediciones de H₂S). El betún se calentó a 160 °C mientras se agitaba a 300 rpm. Una vez que se alcanzó la temperatura deseada, el betún se mantuvo a esa temperatura durante 15 minutos. A continuación, se añadió azufre al betún en una cantidad del 0,005 % en peso total de betún (tiempo = 0 minutos). Se tomó una lectura de H₂S después de mantener a 160 °C durante 15 minutos, con mediciones de H₂S continuas cada 10 minutos hasta que no se detectó H₂S. Los resultados de liberación de H₂S fueron los siguientes:

Tabla 2 - Liberación de H₂S del betún con aditivo de azufre

Tiempo (minutos)	Liberación de H ₂ S (ppm)
15	380
25	100
35	100
45	5

Como se ve en el Ejemplo 1 anterior, el betún no modificado genera una baja cantidad de emisión de H₂S. Por lo tanto, para mostrar el efecto de los diversos aditivos sobre la emisión de H₂S en este Ejemplo y los Ejemplos a continuación, se añadió azufre para generar una mayor emisión de H₂S.

Ejemplo 3 - Análisis de H₂S del betún (Sistema abierto): betún con azufre añadido (0,02 %), pero sin secuestrante:

Se evaluó betún con azufre añadido libre de cualquier secuestrante para la generación de sulfuro de hidrógeno (H₂S) de la siguiente manera. Se cargaron 300 g de betún Lion PG 64-22 en una lata de acero de un cuarto de galón equipada con una tapa que tenía puertos para una pala de hélice, termopar y llave de paso (para mediciones de H₂S). El betún se calentó a 160 °C mientras se agitaba a 300 rpm. Una vez que se alcanzó la temperatura deseada, se añadió azufre al betún en una cantidad del 0,02 % en peso total de betún (tiempo = 0). Se tomó una lectura de H₂S después de 15 minutos, con mediciones de H₂S continuas cada 10 minutos durante un total de 90 minutos. Los resultados de la liberación de H₂S fueron los siguientes:

Tabla 3 - Liberación de H₂S del betún con aditivo de azufre

Tiempo (minutos)	Liberación de H ₂ S (ppm)
15	3078
25	1758

(continuación)

Tiempo (minutos)	Liberación de H ₂ S (ppm)
35	1458
45	883
55	500
60	292
70	208
80	158
90	98

Ejemplo 4 - Análisis de H₂S del betún (Sistema abierto): betún con azufre y secuestrante:

- 5 Se evaluó betún con azufre añadido y secuestrante para la generación de sulfuro de hidrógeno de (H₂S) de la siguiente manera. Se cargaron 300 g de betún Lion PG 64-22 en una lata de acero de un cuarto de galón equipada con una tapa que tenía puertos para una pala de hélice, termopar y llave de paso (para mediciones de H₂S). El betún se calentó a 160 °C mientras se agitaba a 300 rpm. Una vez que se alcanzó la temperatura deseada, se añadió azufre al betún en una cantidad del 0,02 % en peso total de betún (tiempo = 0). Después de mantener a 160 °C durante 15 minutos, se tomó una lectura de H₂S y se añadió secuestrante (letra de referencia proporcionada en la
- 10 Tabla a continuación) a los 20 minutos en una cantidad del 0,25 % en peso de betún total, con mediciones de H₂S tomadas cada 10 minutos para un total de 90 minutos. Los resultados de la liberación de H₂S fueron los siguientes:

Tabla 4 - Liberación de H₂S de betún con azufre y secuestrante

15

Tiempo (minutos)	Liberación de H ₂ S (ppm) (C)	Liberación de H ₂ S (ppm) (D)	Liberación de H ₂ S (ppm) (E)	Liberación de H ₂ S (ppm) (B)	Liberación de H ₂ S (ppm) (F)	Liberación de H ₂ S (ppm) (G)	Liberación de H ₂ S (ppm) (H)
15	3078 ¹	3078	3078	3078	3078	3078	3078
25	195	20	40	90	0	2225	1800
35	0 ²	0	0	0	0	950	1800
45	0	0	0	0	0	195	1450
55	0	0	0	0	0	40	775
60	0	0	0	0	0	30	400
70	0	0	0	0	0	30	225
80	0	0	0	0	0	20	160
90	0	0	0	0	0	20	70

¹ Solamente para 15 minutos, el valor de ppm es el valor promedio de las siete corridas.
² Valores de "0" en la tabla indican valores por debajo del nivel de detección.

Los resultados anteriores ilustran que la adición de secuestrantes al betún no modificado da como resultado una reducción en la liberación de H₂S a partir del betún. Además, el cobre activo en la composición del lodo de acuerdo con la invención (Secuestrante C) es tan eficaz como el polvo de cobre activo (Secuestrantes B, D y E), aunque

20 presente en el betún en una cantidad menor.

Ejemplo 5 - Análisis de H₂S del betún (Sistema abierto): betún con azufre, PPA y secuestrante:

- 25 Se evaluó betún con azufre y secuestrante añadidos para la generación de sulfuro de hidrógeno (H₂S) de la siguiente manera. Se cargaron 300 g de betún Lion PG 64-22 en una lata de acero de un cuarto de galón equipada con una tapa que tenía puertos para una pala de hélice, termopar y llave de paso (para mediciones de H₂S). El betún se calentó a 160 °C mientras se agitaba a 300 rpm. Una vez que se alcanzó la temperatura deseada, se añadió azufre al betún en una cantidad del 0,02 % en peso total de betún (tiempo = 0). Después de mantener a 160 °C durante 15 minutos, se tomó una lectura de H₂S con mediciones de H₂S tomadas cada 10 minutos para un total de
- 30 90 minutos. Se añadió secuestrante (letra de referencia proporcionada en la Tabla a continuación) en el minuto 20 en una cantidad del 0,25 % en peso de betún total. En el minuto 30, se añadió PPA en una cantidad del 1,0 % en peso de betún total. Los resultados de la liberación de H₂S fueron los siguientes:

Tabla 5 - Liberación de H₂S de betún con azufre, PPA y aditivos secuestrantes

Tiempo (minutos)	Liberación de H ₂ S (ppm) (C)	Liberación de H ₂ S (ppm) (E)	Liberación de H ₂ S (ppm) (F)	Liberación de H ₂ S (ppm) (G)	Liberación de H ₂ S (ppm) (H)
15	1383 *	1383	1383	1383	1383
25	0	90	0	680	2000
35	0	50	2100	400	2000
45	0	10	775	110	1500
55	0	0	375	50	925

35

(continuación)

Tiempo (minutos)	Liberación de H ₂ S (ppm) (C)	Liberación de H ₂ S (ppm) (E)	Liberación de H ₂ S (ppm) (F)	Liberación de H ₂ S (ppm) (G)	Liberación de H ₂ S (ppm) (H)
60	0	0	225	20	800
70	0	0	200	10	700
80	0	0	190	10	425
90	0	0	180	10	375
* Valor promedio al minuto 15 para las cinco corridas.					

Los resultados anteriores ilustran que la adición de PPA al betún con secuestrante ilustra que no todos los secuestrantes son compatibles con PPA en la reducción de emisiones de H₂S del betún.

5

Ejemplo 6 - Análisis de H₂S del betún (Sistema abierto): betún con azufre y secuestrante añadidos:

Se evaluó betún con azufre añadido y secuestrante para la generación de sulfuro de hidrógeno (H₂S) de la siguiente manera. Se cargaron 300 g de betún BP PG 58-28 en una lata de acero de un cuarto de galón equipada con una tapa que tenía puertos para una pala de hélice, termopar y llave de paso (para mediciones de H₂S). El betún se calentó a 160 °C mientras se agitaba a 300 rpm. Una vez que se alcanzó la temperatura deseada, el betún se mantuvo a esa temperatura durante 15 minutos. A continuación, se añadió azufre al betún en una cantidad del 0,005 % en peso total de betún (t = 0). Se tomó una lectura de H₂S después de mantenerla a 160 °C durante 15 minutos, con mediciones de H₂S continuas tomadas cada 10 minutos hasta que no se detectó H₂S. Se añadió secuestrante A al betún en una cantidad del 0,4 % por peso total de betún con mezclado al minuto 20. El mismo proceso se corrió de nuevo, pero esta vez con secuestrante B en lugar de secuestrante A. Los resultados de la liberación de H₂S fueron los siguientes:

10

15

Tabla 6 - Liberación de H₂S de betún con azufre y secuestrante añadidos

Tiempo (minutos)	Liberación de H ₂ S (ppm) (A)	Liberación de H ₂ S (ppm) (B)
15	520	600
25	200	80
34	35	8
45	5	2

20

Los resultados anteriores ilustran que la adición de un secuestrante a base de cobre para betún modificado con azufre da como resultado una disminución de la liberación de H₂S a partir del betún, tanto en forma de polvo como en forma dispersa. Además, como el secuestrante A tiene solo el 40 % de secuestrante de cobre activo en comparación con el secuestrante B, los datos anteriores ilustran que, en una forma dispersada, el H₂S puede reducirse con menos metal activo y que la forma dispersa distribuye al secuestrante por todo el betún más eficazmente que la forma en polvo.

25

Los siguientes ejemplos ilustran la liberación de H₂S del betún en un sistema cerrado. Los Ejemplos anteriores eran sistemas abiertos, es decir, la lata de acero de un cuarto de galón puede tener puertos. En el sistema cerrado, el betún se selló como se describe a continuación y se calienta en un horno.

30

Ejemplo 7 - Análisis de H₂S del betún (Sistema cerrado): betún con azufre añadido, pero sin secuestrante:

Se evaluó betún con azufre añadido para la generación de sulfuro de hidrógeno (H₂S) de la siguiente manera. Una lata de un galón de betún BP PG 64-22 se calentó a fluidez a aproximadamente 177 °C y, luego, se vertieron 3298,35 g del betún fluido en otra lata. Esta muestra se calentó a 180 °C bajo cizallamiento. Una vez que se alcanzaron los 180 °C, se añadieron 1,65 g de azufre (0,05 % en peso) para una mezcla total de 3300 g y se mezclaron durante 60 minutos mientras se mantenía la temperatura. Esta mezcla se cargó en latas de acero de un cuarto de galón separadas en cantidades de 500 g cada una (con una sola que tenía 300 g). Cada lata de un cuarto de galón se tapó (sistema cerrado) y después se calentó durante aproximadamente 24 horas a fluidez a aproximadamente 177 °C en un horno. Una lata fue perforada y se tomó una medición H₂S. La lectura de H₂S mostró una liberación de 60.000 ppm de H₂S a partir del betún modificado con azufre. NOTA: una lectura de H₂S del betún no modificado (es decir, sin azufre) solo mostró una liberación nominal de H₂S. Por lo tanto, se añadió azufre en los Ejemplos para generar artificialmente una cantidad medible de H₂S con el fin de demostrar la eficacia del secuestrante.

35

40

45

Ejemplo 8 - Análisis de H₂S del betún (Sistema cerrado): betún con azufre y PPA añadidos, pero sin secuestrante:

Se evaluó betún con azufre y PPA añadidos para la generación de sulfuro de hidrógeno (H₂S) de la siguiente manera. Una lata de un galón de betún BP PG 64-22 se calentó a fluidez a aproximadamente 177 °C y, luego, se vertieron 3281,85 g del betún fluido en otra lata. Esta muestra se calentó a 180 °C bajo cizallamiento. Una vez que se alcanzaron los 180 °C, se añadieron 1,65 g de azufre (0,05 % en peso) y se mezclaron durante 30 minutos

50

mientras se mantenía la temperatura. Luego, se añadieron 16,5 g de PPA (0,50 % en peso), para una mezcla total de 3300 g y se mezclaron durante 30 minutos adicionales mientras se mantenía la temperatura. Esta mezcla se cargó en latas de acero de un cuarto de galón separadas en cantidades de 500 g cada una (con una sola que tenía 300 g). Cada lata de un cuarto de galón se tapó (sistema cerrado) y después se calentó a fluidez a aproximadamente 177 °C en un horno y se mantuvo a esa temperatura durante 24 horas. Una lata fue perforada y se tomó una medición H₂S. La lectura de H₂S mostró una liberación de 105.000 ppm de H₂S a partir del betún modificado con azufre y PPA, lo que indica que la adición de PPA aumenta la cantidad de H₂S liberado.

Ejemplo 9 - Análisis de H₂S del betún (Sistema cerrado): betún con azufre polímero añadidos, pero sin secuestrante:

Se evaluó betún con azufre y polímero añadido para la generación de sulfuro de hidrógeno (H₂S) la siguiente manera. Una lata de un galón de betún BP PG 64-22 se calentó a fluidez a aproximadamente 177 °C y, luego, se vertieron 3199,35 g del betún fluido en otra lata. Esta muestra se calentó a 180 °C bajo alto cizallamiento (3000-4000 rpm). Una vez que se alcanzaron los 180 °C, se añadieron 99,00 g de polímero SBS (3,0 % en peso de estireno-butadieno-estireno) y se mezclaron durante 180 minutos a alto cizallamiento mientras se mantenía la temperatura. A continuación, se añadieron 1,65 g de azufre (0,05 % en peso), para una mezcla total de 3300 g, y se mezclaron durante 60 minutos adicionales a cizalla media (2000 rpm) mientras se mantenía la temperatura. Esta mezcla se cargó en latas de un cuarto de galón de acero separadas en cantidades de 500 g cada una (con una sola que tenía 300 g). Cada lata de un cuarto de galón se tapó (sistema cerrado) y después se calentó a fluidez a aproximadamente 177 °C en un horno durante 24 horas. Una lata fue perforada y se tomó una medición H₂S. La lectura de H₂S mostró una liberación de 31.000 ppm de H₂S a partir del betún modificado con azufre y polímero.

Ejemplo 10 - Análisis de H₂S del betún (Sistema cerrado): betún con polímero, azufre y PPA añadidos, pero sin secuestrante:

Se evaluó betún con polímero, azufre y PPA añadidos para la generación de sulfuro de hidrógeno (H₂S) de la siguiente manera. Una lata de un galón de betún BP PG 64-22 se calentó a fluidez a aproximadamente 177 °C y, luego, se vertieron 3182,85 g del betún fluido en otra lata. Esta muestra se calentó a 180 °C bajo alto cizallamiento (3000-4000 rpm). Una vez que se alcanzaron los 180 °C, se añadieron 99,00 g de polímero SBS (3,0 % en peso de estireno-butadieno-estireno) y se mezclaron durante 180 minutos a alto cizallamiento mientras se mantenía la temperatura. A continuación, se añadieron 1,65 g de azufre (0,05 % en peso) y se mezclaron durante 30 minutos adicionales a cizalla media (2000 rpm) mientras se mantenía la temperatura. Luego, se añadieron 16,5 g de PPA (0,50 % en peso) y se mezclaron durante 30 minutos adicionales a cizalla media (2000 rpm) mientras se mantenía la temperatura. Esta mezcla se cargó en latas de un cuarto de galón de acero separadas en cantidades de 500 g cada una (con una sola que tenía 300 g). Cada lata de un cuarto de galón se tapó (sistema cerrado) y después se calentó a fluidez a aproximadamente 177 °C en un horno y se mantuvo allí durante 24 horas. Las latas se sacaron del horno y una lata fue perforada y se tomó una medición H₂S. La lectura de H₂S mostró una liberación de 13.000 ppm de H₂S a partir del betún modificado con polímero y azufre.

Los siguientes Ejemplos ilustran el efecto de la adición de secuestrante a los cuatro sistemas cerrados descritos anteriormente.

Ejemplo 11 - Análisis de H₂S del betún (Sistema cerrado): betún con azufre y secuestrante añadidos:

Se evaluó betún con azufre y dos secuestrantes diferentes añadidos para la generación de sulfuro de hidrógeno (H₂S) de la siguiente manera. Dos latas separadas de un galón de betún BP PG 64-22 se calentaron a fluidez a aproximadamente 177 °C y, luego, se vertieron 3298,35 g del betún fluido en otra lata. Las muestras se calentaron a 180 °C a bajo cizallamiento. Una vez que se alcanzaron los 180 °C, se añadieron 1,65 g de azufre (0,05 % en peso) a cada muestra para una mezcla total de 3300 g y se mezclaron durante 60 minutos mientras se mantenía la temperatura. Los 3300 g mezclados se cargaron luego en latas de acero separadas de un cuarto de galón en cantidades de 500 g cada una (con dos que solo tenían 300 g). Cada lata de un cuarto de galón se tapó (sistema cerrado) y, luego, se recalentó durante aproximadamente 20 minutos a fluidez a aproximadamente 177 °C en un horno equipado. Se sacaron cuatro latas del horno y se inyectaron con un solo secuestrante de la siguiente manera:

Tabla 7 - Betún con azufre y secuestrante añadidos

Mezcla	Tipo de secuestrante y cantidad
PG 64-22 + 0,05 % de Azufre	0,125 % en peso de Secuestrante C
	0,250 % en peso de Secuestrante C
	0,125 % en peso de Secuestrante F
	0,250 % en peso de Secuestrante F

Las latas se rodaron durante aproximadamente 10 minutos para mezclarlas y, luego, se colocaron de nuevo en el horno durante 24 horas a 177 °C. Luego, cada lata se perforó y se tomó una medición de H₂S. Los resultados de

H₂S fueron los siguientes:

Tabla 8 - Liberación de H₂S de betún con azufre y secuestrante añadidos

Mezcla	Tipo de secuestrante y cantidad	H ₂ S (ppm)
PG 64-22 + 0,05 % de Azufre	Ninguno (Ej. 11 anterior)	60.000
	0,125 % en peso de Secuestrante C	15.000
	0,250 % en peso de Secuestrante C	Demasiado bajo para detectar
	0,125 % en peso de Secuestrante F	13.000
	0,250 % en peso de Secuestrante F	Demasiado bajo para detectar

- 5 Los resultados anteriores ilustran que los diferentes secuestrantes pueden reducir la cantidad de H₂S liberado del betún.

Ejemplo 12 - Análisis de H₂S del betún (Sistema cerrado): betún con azufre, PPA y secuestrante añadidos:

- 10 Se evaluó betún con azufre, PPA y dos secuestrantes diferentes añadidos para la generación de sulfuro de hidrógeno (H₂S) de la siguiente manera. Dos latas separadas de un galón de betún BP PG 64-22 se calentaron a fluidez a aproximadamente 177 °C y, luego, se vertieron 3281,85 g del betún fluido en otra lata. Esta muestra se calentó a 180 °C a bajo cizallamiento. Una vez que se alcanzaron los 180 °C, se añadieron 1,65 g de azufre (0,05 % en peso) y se mezclaron durante 30 minutos mientras se mantenía la temperatura. Luego, se añadieron 16,5 g de
- 15 PPA (0,50 % en peso), para una mezcla total de 3300 g y se mezclaron durante 30 minutos adicionales mientras se mantenía la temperatura. Los 3300 g mezclados se cargaron luego en latas de acero separadas de un cuarto de galón en cantidades de 500 g cada una (con dos que solo tenían 300 g). Cada lata de un cuarto de galón se tapó (sistema cerrado) y, luego, se recalentó durante aproximadamente 20 minutos a fluidez a aproximadamente 177 °C en un horno equipado. Se sacaron cuatro latas del horno y se inyectaron con un secuestrante de la siguiente
- 20 manera:

Tabla 9 - Betún con azufre, PPA y secuestrante añadidos

Mezcla	Tipo de secuestrante y cantidad
PG 64-22 + 0,05 % de Azufre + 0,50 % de PPA	0,125 % en peso de Secuestrante C
	0,250 % en peso de Secuestrante C
	0,125 % en peso de Secuestrante F
	0,250 % en peso de Secuestrante F

- 25 Las latas se rodaron durante aproximadamente 10 minutos para mezclarlas y, luego, se colocaron de nuevo en el horno durante 24 horas a 177 °C. Luego, cada lata se perforó y se tomó una medición de H₂S. Los resultados de H₂S fueron los siguientes:

Tabla 10 - Liberación de H₂S de betún con azufre, PPA y secuestrante añadidos

Mezcla	Tipo de secuestrante y cantidad	H ₂ S (ppm)
PG 64-22 + 0,05 % de Azufre + 0,50 % de PPA	Ninguno (Ej. 12 anterior)	105.000
	0,125 % en peso de Secuestrante C	7.500
	0,250 % en peso de Secuestrante C	700
	0,125 % en peso de Secuestrante F	90.000
	0,250 % en peso de Secuestrante F	85.000

- 30 Los resultados anteriores ilustran que el secuestrante C (de acuerdo con la presente invención) puede reducir la cantidad de H₂S liberado del betún cuando se modifica con PPA y azufre, mientras que un secuestrante F disponible en el mercado no puede.

Ejemplo 13 - Análisis de H₂S del betún (Sistema cerrado): betún con polímero, azufre y secuestrante añadidos:

- 35 Se evaluó betún con polímero, azufre y secuestrante C añadidos para la generación de sulfuro de hidrógeno (H₂S) de la siguiente manera. Una lata de un galón de betún BP PG 64-22 se calentó a fluidez a aproximadamente 177 °C y, luego, se vertieron 3199,35 g del betún fluido en otra lata. Esta muestra se calentó a 180 °C bajo alto cizallamiento (3000-4000 rpm). Una vez que se alcanzaron los 180 °C, se añadieron 99,00 g de polímero SBS (3,0 % en peso de estireno-butadieno-estireno) y se mezclaron durante 180 minutos a alto cizallamiento mientras se mantenía la
- 40 temperatura. A continuación, se añadieron 1,65 g de azufre (0,05 % en peso), para una mezcla total de 3300 g, y se mezclaron durante 60 minutos adicionales a cizalla media (2000 rpm) mientras se mantenía la temperatura. Los

3300 g mezclados se cargaron luego en latas de acero separadas de un cuarto de galón en cantidades de 500 g cada una (con una sola que tenía 300 g). Cada lata de un cuarto de galón se tapó (sistema cerrado) y, luego, se recalentó durante aproximadamente 20 minutos a fluidez a aproximadamente 177 °C en un horno equipado. Se sacaron dos latas del horno y se inyectaron con un secuestrante C de la siguiente manera:

5

Tabla 11 - Betún con azufre, polímero y secuestrante añadidos

Mezcla	Tipo de secuestrante y cantidad
PG 64-22 + 3,00 % de SBS + 0,05 % de Azufre	0,125 % en peso de Secuestrante C
	0,250 % en peso de Secuestrante C

Las latas se rodaron durante aproximadamente 10 minutos para mezclarlas y, luego, se colocaron de nuevo en el horno durante 24 horas a 177°C. Luego, cada lata añadida con secuestrante se perforó y se tomó una medición de H₂S. Los resultados de H₂S fueron los siguientes:

10

Tabla 12 - Liberación de H₂S de betún con azufre, polímero y secuestrante añadidos

Mezcla	Tipo de secuestrante y cantidad	H ₂ S (ppm)
PG 64-22 + 3,00 % de SBS + 0,05 % de Azufre	Ninguno (Ej. 13 anterior)	31.000
	0,125 % en peso de Secuestrante C	2.000
	0,250 % en peso de Secuestrante C	Demasiado bajo para detectar

Los resultados anteriores ilustran que el secuestrante C (de acuerdo con la presente invención) puede reducir la cantidad de H₂S liberado del betún cuando se modifica con polímero reticulado con azufre.

15

Ejemplo 14 - Análisis de H₂S del betún (Sistema cerrado): betún con polímero, azufre, PPA y secuestrante añadidos:

Se evaluó betún con polímero, azufre, PPA y secuestrante C añadidos para la generación de sulfuro de hidrógeno (H₂S) de la siguiente manera. Una lata de un galón de betún BP PG 64-22 se calentó a fluidez a aproximadamente 177 °C y, luego, se vertieron 3182,85 g del betún fluido en otra lata. Esta muestra se calentó a 180 °C bajo alto cizallamiento (3000-4000 rpm). Una vez que se alcanzaron los 180 °C, se añadieron 99,00 g de polímero SBS (3,0 % en peso de estireno-butadieno-estireno) y se mezclaron durante 180 minutos a alto cizallamiento mientras se mantenía la temperatura. A continuación, se añadieron 1,65 g de azufre (0,05 % en peso) y se mezclaron durante 60 minutos adicionales a cizalla media (2000 rpm) mientras se mantenía la temperatura. Luego, se añadieron 16,5 g de PPA (0,50 % en peso) y se mezclaron durante un período adicional de 30 minutos a cizalla media (2000 rpm) mientras se mantenía la temperatura. Los 3300 g mezclados se cargaron luego en latas de acero separadas de un cuarto de galón en cantidades de 500 g cada una (con dos que solo tenían 300 g). Cada lata de un cuarto de galón se tapó (sistema cerrado) y, luego, se recalentó durante aproximadamente 20 minutos a fluidez a aproximadamente 177 °C en un horno equipado. Se sacaron dos latas del horno y se inyectaron con secuestrante C de la siguiente manera:

20

25

30

Tabla 13 - Betún con azufre, polímero, PPA y secuestrante añadidos

Mezcla	Tipo de secuestrante y cantidad
PG 64-22 + 3,00 % de SBS + 0,05 % de Azufre + 0,05 % de PPA	0,125 % en peso de Secuestrante C
	0,250 % en peso de Secuestrante C

Las latas se rodaron durante aproximadamente 10 minutos para mezclarlas y, luego, se colocaron de nuevo en el horno durante 24 horas a 177 °C. Luego, cada lata se perforó y se tomó una medición de H₂S. Los resultados de H₂S fueron los siguientes:

35

Tabla 14 - Liberación de H₂S de betún con azufre, polímero, PPA y secuestrante añadidos

Mezcla	Tipo de secuestrante y cantidad	H ₂ S (ppm)
PG 64-22 + 3,00 % de SBS + 0,05 % de Azufre + 0,05 % de PPA	Ninguno (Ej. 14 anterior)	13.000
	0,125 % en peso de Secuestrante C	9.800
	0,250 % en peso de Secuestrante C	1.400

40

Los resultados anteriores ilustran que el secuestrante C (de acuerdo con la presente invención) puede reducir la cantidad de H₂S liberado del betún cuando se modifica con polímero reticulado y PPA.

La composición secuestrante de acuerdo con la presente invención como se describió anteriormente ofrece varias ventajas sobre los secuestrantes en polvo. Estos incluyen (a) facilidad de dosificación en el betún o asfalto, como una composición secuestrante líquida es más fácil de medir que una en polvo; (b) eliminación o reducción de polvo potencial; (c) la capacidad de inyectar la composición líquida para contrarrestar la acumulación de presión en la tubería, ya que los líquidos son sustancialmente no compresibles; y (d) como se señaló anteriormente, la compatibilidad de la sal de cobre o componente quelato con PPA.

La descripción anterior describe varios métodos y materiales de la presente invención. Esta invención es susceptible a modificaciones en los métodos y materiales, así como a alteraciones en los métodos y equipos de fabricación. Dichas modificaciones resultarán evidentes para los expertos en la materia a partir de una consideración de esta descripción o práctica de la invención descrita en el presente documento. En consecuencia, no se pretende que esta invención esté limitada a las realizaciones específicas descritas en el presente documento, sino que cubre todas las modificaciones y alternativas que se encuentren dentro del verdadero alcance y espíritu de la invención, tal como se materializa en las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Una composición secuestrante para reducir las emisiones de sulfuro de hidrógeno del asfalto, que comprende:
 - 5 un vehículo en una cantidad del 1,0 % en peso al 99,0 % en peso, basado en el peso total de la composición, un metal activo en una cantidad del 99,0 % en peso al 1,0 % en peso, basado en el peso total de la composición, un dispersante en una cantidad del 0,01 % en peso al 10,0 % en peso, basado en el peso total de la composición, y
 - 10 un auxiliar de suspensión en una cantidad del 0,01 % en peso al 10,0 % en peso, basado en el peso total de la composición, en donde el metal activo es una sal metálica o un quelato metálico y en donde el metal se elige de hierro, cobre molibdeno, níquel y zinc.
2. La composición secuestrante de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el metal activo tiene un diámetro de
 - 15 100 micrómetros o menos.
3. La composición secuestrante de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el metal activo se elige de aspartato de cobre; carbonato de cobre; citrato de cobre; gluconato de cobre; bis-glicinato de cobre; óxidos de cobre; oxalato de
 - 20 cobre; sulfato de cobre; aspartato de hierro; hierro bis-glicina; citrato de hierro; fumarato de hierro; gluconato de hierro; bis-glicinato de hierro; sulfato de hierro; aspartato de molibdeno; molibdeno bis-glicina; citrato de molibdeno; fumarato de molibdeno; gluconato de molibdeno; glicinato de molibdeno; sulfato de molibdeno; aspartato de níquel; níquel bis-glicina; citrato de níquel; fumarato de níquel; gluconato de níquel; bis-glicinato de níquel; sulfato de níquel; acetato de zinc; arginato de zinc; ascorbato de zinc; aspartato de zinc; carboxilato de zinc; gluconato de zinc; bis-glicinato de zinc; metionato de zinc; óxido de zinc; picolinato de zinc y sulfato de zinc.
 - 25
4. La composición secuestrante de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el metal activo es un metal activo a base de cobre.
5. El betún o asfalto que comprende la composición secuestrante de acuerdo con la reivindicación 1.
 - 30
6. El betún o asfalto de acuerdo con la reivindicación 5, en donde el betún o asfalto se modifica adicionalmente con ácido polifosfórico y el metal activo es un metal activo a base de cobre.
7. El betún o asfalto de acuerdo con la reivindicación 5, en donde las emisiones de sulfuro de hidrógeno del betún o
 - 35 asfalto cuando se calienta hasta 100 °C o más son de 10 ppm o menos.
8. Un proceso para preparar una composición secuestrante de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende añadir el metal activo al vehículo en una proporción de 1,0:4,0 a 4,0:1,0 de vehículo respecto a metal activo, en donde la composición secuestrante es capaz de reducir las emisiones de sulfuro de hidrógeno.
 - 40
9. El proceso de acuerdo con la reivindicación 8, en donde el metal activo se elige de aspartato de cobre; carbonato de cobre; citrato de cobre; gluconato de cobre; bis-glicinato de cobre; óxidos de cobre; oxalato de cobre; sulfato de
 - 45 cobre; aspartato de hierro; hierro bis-glicina; citrato de hierro; fumarato de hierro; gluconato de hierro; bis-glicinato de hierro; sulfato de hierro; aspartato de molibdeno; molibdeno bis-glicina; citrato de molibdeno; fumarato de molibdeno; gluconato de molibdeno; glicinato de molibdeno; sulfato de molibdeno; aspartato de níquel; níquel bis-glicina; citrato de níquel; fumarato de níquel; gluconato de níquel; bis-glicinato de níquel; sulfato de níquel; acetato de zinc; arginato de zinc; ascorbato de zinc; aspartato de zinc; carboxilato de zinc; gluconato de zinc; bis-glicinato de zinc; metionato de zinc; óxido de zinc; picolinato de zinc y sulfato de zinc.
10. El proceso de acuerdo con la reivindicación 8, en donde el metal activo es un metal activo a base de cobre.
 - 50
11. Un proceso para reducir las emisiones de sulfuro de hidrógeno del asfalto o betún, que comprende añadir al asfalto o betún la composición secuestrante de acuerdo con la reivindicación 1.
12. El proceso de acuerdo con la reivindicación 11, en donde el betún o asfalto se modifica adicionalmente con ácido polifosfórico y el metal activo es un metal activo a base de cobre.
 - 55