(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

COURBEVOIE

(11) **N° de publication :** ***3 141 173***

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

(21) **N° d'enregistrement national :** **22 10944**

(51) Int Cl[8] : ***C 07 C 31/125*** *(2023.01), C 07 C 33/20, C 08 K 5/06, C 08 L 95/00*

(12) **BREVET D'INVENTION** **B1**

(54) COMPOSITION DE TENSIOACTIFS NON IONIQUESPOUR LA PRÉPARATION D'ÉMULSIONS AQUEUSES.

(22) **Date de dépôt :** 21.10.22.

(30) **Priorité :**

(43) **Date de mise à la disposition du public de la demande :** 26.04.24 Bulletin 24/17.

(45) **Date de la mise à disposition du public du brevet d'invention :** 27.06.25 Bulletin 25/26.

(56) **Liste des documents cités dans le rapport de recherche :**

Se reporter à la fin du présent fascicule

(60) **Références à d'autres documents nationaux apparentés :**

◯ **Demande(s) d'extension :**

(71) **Demandeur(s) :** *ARKEMA FRANCE Société Anonyme* — FR.

(72) **Inventeur(s) :** DEVES Lise.

(73) **Titulaire(s) :** ARKEMA FRANCE Société Anonyme.

(74) **Mandataire(s) :** ARKEMA FRANCE.

FR 3 141 173 - B1

Description

Titre de l'invention : COMPOSITION DE TENSIOACTIFS NON IONIQUESPOUR LA PRÉPARATION D'ÉMULSIONS AQUEUSES

[0001] La présente invention concerne des compositions, en particulier des compositions à base de tensio-actifs utiles notamment à la préparation d'émulsions, plus spécifiquement pour la préparation d'émulsions de bitume, et plus spécifiquement encore des compositions à base de tensio-actifs non-ioniques, présentant de bonnes propriétés de stabilité particulièrement adaptés à la préparation d'émulsions dans diverses applications, notamment pour la préparation d'émulsions de bitume.

[0002] Le marché des tensio-actifs pour émulsions de bitume est aujourd'hui sans cesse grandissant. Ces additifs revêtent une importance toute particulière pour les émulsions bitumineuses, en ce qu'ils jouent un rôle important non seulement dans la stabilité des émulsions de bitume mais aussi dans la robustesse des enrobés bitumineux préparés à partir desdites émulsions.

[0003] L'utilisation de tensioactifs de type non ionique, notamment en formulation, est bien connue de l'homme du métier et pour la préparation d'émulsions de bitumes, des émulsifiants non-ioniques sont le plus souvent utilisés avec des co-émulsifiants cationiques. Des émulsifiants non-ioniques sont également souvent utilisés, par exemple pour compatibiliser la lignine présente dans certaines formulations d'émulsions pour bitumes.

[0004] Le brevet US3126350 décrit la fabrication d'émulsions cationiques de bitume surstabilisées à l'aide d'une lignine modifiée chimiquement. Les modifications chimiques imposent des opérations et des contraintes supplémentaires, ce qui peut être un inconvénient sur le plan de la préparation industrielle et du coût de revient des émulsions bitumineuses qui en résultent.

[0005] D'autres types de tensio-actifs ont fait l'objet d'études extensives, et par exemple dans le brevet US3859227, sont citées des formulations bitumineuses cationiques à rupture lente comprenant au moins un alkylphénol alcoxylé. Cependant, de tels akylphénols alcoxylés sont strictement contrôlés, ces produits étant aujourd'hui considérés comme pouvant présenter des risques pour la santé humaine. En effet, les alkylphénols éthoxylés utilisés dans les émulsions de bitume sont certes reconnus comme étant de très bons émulsifiants mais il a été démontré que ceux-ci se dégradent en alkylphénols, aujourd'hui reconnus comme perturbateurs endocriniens.

[0006] L'art antérieur fournit encore d'autres exemples de tensio-actifs non-ioniques pour utilisation en émulsions bitumineuses. Ainsi, le brevet US3366500 revendique une composition de revêtement d'agrégats pour enrobé routier comprenant un bitume, un

éther d'alcool aromatique éthoxylé en tant que tensio-actif non-ionique hydrophile, et un ester d'acide gras et alcool, comme tensio-actif non-ionique lipophile. Les exemples citent des compositions comprenant des nonylphénols éthoxylés et des esters d'acides gras présentant une longue chaine alkyle.

[0007] Le brevet FR2076630, divulgue quant à lui un liant bitumineux sous forme d'émulsion comprenant un émulsifiant non ionique de type éthoxylat d'alkyle à chaîne longue, cet émulsifiant étant en particulier un éthoxylat d'alcool gras à longue chaîne, linéaire ou ramifié.

[0008] La demande CN105013391 présente une méthode de préparation d'un cardanol éthoxylé présentant 2 à 30 motifs éthylène-oxy (OE). Ce composé est décrit comme un tensioactif pouvant se substituer aux nonylphénols éthoxylés pour la préparation d'émulsions de bitume présentant une viscosité élevée et contrôlée. Toutefois ce tensio-actif ne permet pas d'obtenir une émulsion suffisamment stable dans le temps.

[0009] La demande FR2782724 divulgue également des émulsions de bitume de viscosité contrôlée, cette fois-ci comprenant deux émulsifiants, le premier favorisant l'émulsion huile-dans-eau et le second favorisant l'émulsion eau-dans-huile. Cette combinaison spécifique de tensio-actifs conduit à des émulsions à rupture rapide.

[0010] Il ressort des éléments de l'état de la technique que les alkylphénols éthoxylés sont connus comme étant des émulsifiants ou dispersants dans de nombreux domaines divers et variés, comme par exemple la polymérisation en émulsion, les émulsions de bitume, les peintures et revêtements en général, pour ne citer que leurs principales utilisations. Ils permettent d'obtenir des émulsions ou dispersions qui se démarquent par leur grande stabilité. Toutefois, et comme déjà indiqué plus haut, certains alkylphénols éthoxylés ne doivent aujourd'hui plus être utilisés en raison de leurs produits de dégradation reconnus comme perturbateurs endocriniens, ou ne sont simplement plus utilisés en raison de leurs propriétés stabilisantes des émulsions trop faibles.

[0011] L'objectif de la présente invention consiste par conséquent à trouver de nouveaux émulsifiants ou des combinaisons d'émulsifiants non ioniques permettant d'obtenir des émulsions stables et présentant une polyvalence importante pour substituer les alkylphénols éthoxylés, notamment ceux liés à leurs produits de dégradation jugés aujourd'hui toxiques, dans l'ensemble de ses applications et plus particulièrement pour les préparations de compositions bitumineuses, et plus particulièrement encore pour la préparation d'émulsions de bitume. D'autres objectifs encore apparaîtront au cours de la description de l'invention qui suit.

[0012] Les inventeurs ont maintenant découvert que les objectifs précités peuvent être résolus en totalité ou au moins en partie grâce à la composition selon la présente invention. En effet, les inventeurs ont découvert une nouvelle combinaison d'émulsifiants permettant d'obtenir des émulsions stables dans de nombreuses ap-

plications et plus particulièrement pour les préparations de compositions bitumineuses, et plus particulièrement encore pour la préparation d'émulsions de bitume.

[0013] Ainsi, et selon un premier aspect, la présente invention concerne une composition comprenant :

a) au moins un tensioactif non ionique TA_1 qui est un alcoxylat d'alcool gras, et

b) au moins un tensioactif non ionique TA_2 qui est un alcoxylat de phénol substitué par au moins une chaîne hydrocarbonée comportant de 10 à 60 atomes de carbone.

[0014] Le tensioactif non ionique TA_1 est un alcool gras alcoxylé. Par alcool gras, on entend un alcool de formule R^1-OH primaire, secondaire ou tertiaire, où R^1 est choisi parmi un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, comportant de 4 à 30 atomes de carbone, de préférence de 5 à 30 atomes de carbone, de préférence encore de 6 à 30 atomes de carbone, plus généralement de 6 à 20 atomes de carbone, avantageusement de 6 à 18 atomes de carbone. Le radical hydrocarboné R^1 peut contenir une ou plusieurs insaturations sous forme de double liaison et/ou de triple liaison et/ou de cycle saturé ou partiellement ou totalement insaturé. L'alcool gras de formule R^1-OH est un alcool non phénolique, c'est-à-dire que le groupement -OH n'est pas fixé sur un noyau aromatique à 6 atomes de carbone. Pour les besoins de l'invention, on préfère les chaînes hydrocarbonées R^1 saturées ou comportant au moins une double ou une triple liaison, de préférence encore la chaîne hydrocarbonée R^1 est une chaîne alkyle linéaire ou ramifiée.

[0015] En outre, il doit être compris que l'expression « alcool gras », comprend également des mélanges de deux ou plusieurs alcools de formule R^1-OH, primaire(s), secondaire(s) ou tertiaire(s), et tout particulièrement lorsque les alcools gras sont issus de matières premières renouvelables, par exemple sont issus de produits naturels.

[0016] Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, l'alcool de formule R^1-OH est un alcool primaire choisi parmi le n-butanol, le n-pentanol, le n-hexanol, le 2,2-diméthylbutanol, le 2,3-diméthylbutanol, le 3,3-diméthylbutanol, le n-heptanol, le n-octanol, le 2-éthylhexanol, le n-nonanol, le n-décanol, l'isodécanol, le n-undécanol, le n-dodécanol, l'isotridécanol. Cette liste n'est cependant pas limitative et d'autres alcools primaires pourraient être également cités.

[0017] Selon un autre mode de réalisation de l'invention, l'alcool de formule R^1-OH est un alcool secondaire choisi parmi le 2-butanol, le 2-pentanol, le 2-hexanol, le 3,3-diméthyl-2-butanol, le 2-heptanol, le 3-heptanol, le 4-méthyl-2-pentanol, le 2-octanol, le 3-octanol, le 4-octanol, le 2-nonanol, le 3-nonanol, le 4-nonanol, le 2-décanol, le 3-décanol, le 2-undécanol, le 3-undécanol, le 2-dodécanol, le 3-dodécanol. De même, Cette liste n'est cependant pas limitative et d'autres alcools secondaires pourraient être également cités.

[0018] Parmi les alcools de formule R^1-OH, on préfère tout particulièrement les alcools

choisis parmi le 2-octanol, le 2-éthylhexanol, l'isodécanol, l'isotridécanol, le 4-méthyl-2-pentanol.

[0019] Pour former le tensioactif non ionique TA_1, l'alcool gras de formule R^1-OH décrit ci-dessus est alcoxylé, selon toute méthode bien connue de l'homme du métier. Le nombre de motifs alcoxyle du tensioactif non ionique TA_1 est compris entre 6 et 100, de préférence entre 7 et 50, de préférence encore entre 8 et 50, mieux entre 8 et 30.

[0020] Le motif alcoxyle comporte généralement de 1 à 4 atomes de carbone, plus généralement de 2 à 4 atomes de carbone, et peut éventuellement comporter une ou plusieurs fonctions hydroxyle, plus spécifiquement éventuellement une fonction hydroxyle.

[0021] Selon un mode de réalisation de l'invention, le motif alcoxyle est choisi parmi les motifs éthylène-oxy, propylène-oxy, butylène-oxy et glycidyl-oxy. Par « éthylène-oxy », on entend le motif $-CH_2-CH_2-O$, par « propylène-oxy », on entend le motif $-O-CH_2-CH(CH_3)-$ ou le motif $-CH_2-CH(CH_3)-O-$, par « butylène-oxy », on entend le motif $O-CH_2-C(C_2H_5)H-$, ou le motif $-CH_2-C(C_2H_5)H-O$, et par « glycidyl-oxy », on entend le motif $-O-CH(CH_2OH)-CH_2-$, le motif $-CH(CH_2OH)-CH_2-O-$, le motif $-O-CH_2-CH(OH)-CH_2-$, ou le motif $-CH_2-CH(OH)-CH_2-O-$. Il est bien entendu que les motifs alcoxyle du tensioactif non ionique TA_1 peuvent être identiques ou différents, et lorsqu'ils sont différents peuvent être distribués de manière aléatoire, de manière alternée, par ou blocs ou toute combinaison de ces distributions. En règle générale, et de manière habituelle, la chaîne alcoxylée du tensioactif non ionique TA_1 est terminée par un groupement hydroxyle (-OH).

[0022] Pour les besoins de l'invention, et selon un mode de réalisation préféré, le tensioactif non ionique TA_1 comporte des motifs alcoxyle identiques, et de préférence encore le tensioactif non ionique TA_1 comporte des motifs éthoxyle. Des exemples de tensioactifs non ioniques TA_1 sont ceux commercialisés sous les dénominations Neoliens®, Sensio®, Ensoline® par Arkema, Berol® par Nouryon, Lutensol®, Pluronic® ou Plurafac® par BASF, Emulsogen® ou Genapol® par Clariant, Marlipal® ou Lialet® par Sasol, Greenbentin® ou Imbentin® par Kolb.

[0023] Parmi les tensioactifs non ionique TA_1 préférés, on peut citer, à titre d'exemples non limitatifs, le 2-octanol porteur de 15 motifs éthoxyle (noté également 2-octanol 15OE), le 2-octanol porteur de 8 à 30 motifs éthoxyle, le 2-éthylhexanol porteur de 8 à 30 motifs éthoxyle, le 4-méthyl-2-pentanol porteur de 8 à 30 motifs éthoxyle, l'isodécanol porteur de 8 à 30 motifs éthoxyle, l'isotridécanol porteur de 8 à 30 motifs éthoxyle.

[0024] Comme indiqué précédemment, la composition selon l'invention comprend, outre ledit au moins un tensioactif non-ionique TA_1 explicité ci-dessus, au moins un tensioactif non ionique TA_2 qui est un alcoxylat de phénol substitué par au moins une chaîne hydrocarbonée R^2 comportant de 10 à 60 atomes de carbone.

[0025] La chaîne hydrocarbonée R^2, substituant du groupe phénolique du tensioactif non ionique TA_2, est linéaire ou ramifiée et comprend généralement de 10 à 60 atomes de carbone, de préférence de 12 à 50 atomes de carbone, de préférence encore de 12 à 30 atomes de carbone. La chaîne hydrocarbonée R^2 peut contenir une ou plusieurs insaturations sous forme de double liaison et/ou de triple liaison et/ou de cycle saturé ou partiellement ou totalement insaturé. Pour les besoins de l'invention, on préfère les chaînes hydrocarbonées R^2 saturées ou comportant au moins une double ou une triple liaison, de préférence encore la chaîne hydrocarbonée R^2 est une chaîne hydrocarbonée linéaire ou ramifiée, saturée ou comportant de une à trois doubles liaisons.

[0026] Le groupe phénolique du tensioactif non ionique peut comprendre également un ou plusieurs autres substituants, tels que, par exemple et à titre non limitatif un ou plusieurs substituants choisis parmi radical alkyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone en chaîne linéaire ou ramifiée, et groupe hydroxyle (-OH).

[0027] Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, le phénol substitué par au moins une chaîne hydrocarbonée R^2 est choisi parmi les composés phénoliques substitués par une chaîne hydrocarbonée à 15 atomes de carbone, et comportant éventuellement une, deux ou trois double(s) liaison(s), les composés phénoliques substitués à la fois par une seconde fonction hydroxyle et par une chaîne hydrocarbonée à 15 atomes de carbone, et comportant éventuellement une, deux ou trois double(s) liaison(s), les composés phénoliques substitués à la fois par une seconde fonction hydroxyle, par un groupement méthyle ($-CH_3$) et par une chaîne hydrocarbonée à 15 atomes de carbone, et comportant éventuellement une, deux ou trois double(s) liaison(s). Parmi les composés listés ci-dessus, on préfère tout particulièrement les composés connus sous les noms cardanol, cardol et méthylcardol qui sont des mélanges de phénols substitués par des chaînes hydrocarbonées linéaires à 15 atomes de carbone saturées et insaturées (1, 2 et 3 doubles liaisons).

[0028] Pour former le tensioactif non ionique TA_2, le phénol substitué par au moins une chaîne hydrocarbonée R^2 décrit ci-dessus est alcoxylé, selon toute méthode bien connue de l'homme du métier. Le nombre de motifs alcoxyle du tensioactif non ionique TA_2 est compris entre 2 et 100, de préférence entre 4 et 100, de préférence encore entre 10 et 100, de préférence encore entre 10 et 80, par exemple entre 15 et 70.

[0029] Le motif alcoxyle du tensioactif non ionique TA_2 comporte généralement de 1 à 4 atomes de carbone, plus généralement de 2 à 4 atomes de carbone, et peut éventuellement comporter une ou plusieurs fonctions hydroxyle, plus spécifiquement éventuellement une fonction hydroxyle.

[0030] Selon un mode de réalisation de l'invention, le motif alcoxyle du tensioactif non ionique TA_2 est choisi parmi les motifs éthylène-oxy, propylène-oxy, butylène-oxy et glycidyl-oxy, où éthylène-oxy, propylène-oxy, butylène-oxy et glycidyl-oxy sont tels

que définis précédemment. Il est bien entendu que les motifs alcoxyle du tensioactif non ionique TA_2 peuvent être identiques ou différents, et lorsqu'ils sont différents peuvent être distribués de manière aléatoire, de manière alternée, par ou blocs ou toute combinaison de ces distributions.

[0031] Pour les besoins de l'invention, et selon un mode de réalisation préféré, le tensioactif non ionique TA_2 comporte des motifs alcoxyle identiques, et de préférence encore le tensioactif non ionique TA_2 comporte des motifs éthoxyle. Comme pour le tensioactif non ionique TA_1, en règle générale, et de manière habituelle, la chaîne alcoxylée du tensioactif non ionique TA_2 est terminée par un groupement hydroxyle (-OH).

[0032] Parmi les tensioactifs non ionique TA_2 préférés, on peut citer, à titre d'exemples non limitatifs, les cardanols porteurs de 15 à 60 motifs éthoxyle, par exemple le cardanol porteur de 30 motifs éthoxyle (noté également cardanol 30OE).

[0033] La composition de la présente invention peut être aisément préparée par simple mélange d'au moins un tensioactif non ionique TA_1 et d'au moins un tensioactif non ionique TA_2, selon toute méthode de mélange classique et bien connue de l'homme du métier. En alternative, la composition de l'invention peut être directement préparée par mélange dudit au moins un tensioactif non ionique TA_1 et dudit au moins un tensioactif non ionique TA_2, au moment de l'utilisation.

[0034] Dans la composition selon la présente invention, les proportions de tensioactif(s) non ionique(s) TA_1 et de tensioactif(s) non ionique(s) TA_2 peuvent varier dans de grandes proportions, selon l'effet souhaité et l'utilisation pour laquelle la composition est destinée. De manière générale, la proportion pondérale TA_1/TA_2 est comprise entre 1/99 et 99/1, de préférence entre 5/95 et 95/5, de préférence encore entre 10/90 et 90/10, mieux encore entre 15/85 et 85/15, et le plus souvent entre 20/80 et 80/20, par exemple 25/75 et 75/25, ou encore 40/60 et 60/40.

[0035] Des exemples de compositions selon l'invention tout particulièrement préférées comprennent, à titre non limitatif des mélanges de mélanges de 2-octanol alcoxylé et de cardanol alcolxylé, de 2-éthylhexanol alcoxylé et de cardanol alcolxylé, de 4-méthyl-2-pentanol alcoxylé et de cardanol alcolxylé, d'isodécanol alcoxylé et de cardanol alcolxylé, d'isotridécanol alcoxylé et de cardanol alcolxylé. Plus spécifiquement, on peut citer à titre d'exemples non limitatifs les mélanges de 2-octanol éthoxylé et de cardanol éthoxylé, et plus particulièrement les mélanges de 2-octanol 15OE et de cardanol 30OE, les mélanges de 2-octanol 20OE et de cardanol 30OE, les mélanges de 2-octanol 15OE et de cardanol 60OE, les mélanges de 2-octanol 20OE et de cardanol 60OE, et tout particulièrement :

- les mélanges 2-octanol 15OE / cardanol 30OE, en proportion pondérale 3/1,
- les mélanges 2-octanol 15OE / cardanol 30OE, en proportion pondérale 1/1,
- les mélanges 2-octanol 15OE / cardanol 30OE, en proportion pondérale 1/3

- les mélanges 2-octanol 15OE / cardanol 60OE, en proportion pondérale 3/1,
- les mélanges 2-octanol 15OE / cardanol 60OE, en proportion pondérale 1/1,
- les mélanges 2-octanol 15OE / cardanol 60OE, en proportion pondérale 1/3,
- les mélanges 2-octanol 20OE / cardanol 30OE, en proportion pondérale 3/1,
- les mélanges 2-octanol 20OE / cardanol 30OE, en proportion pondérale 1/1,
- les mélanges 2-octanol 20OE / cardanol 30OE, en proportion pondérale 1/3,
- les mélanges 2-octanol 20OE / cardanol 60OE, en proportion pondérale 3/1,
- les mélanges 2-octanol 20OE / cardanol 60OE, en proportion pondérale 1/1, et
- les mélanges 2-octanol 20OE / cardanol 60OE, en proportion pondérale 1/3.

[0036] La composition selon la présente invention peut en outre comprendre un ou plusieurs autres tensioactifs, choisis parmi les tensioactifs anioniques, cationiques, amphotères et les zwitterions, tels que, et à titre d'exemples non limitatifs les tensioactifs choisis parmi les tensioactifs aminés, les tensioactifs phosphatés, les tensioactifs à fonction amine quaternaire, les tensioactifs à fonction sulfate, les tensioactifs à fonction sulfonate, les tensioactifs à fonction carboxylate, les bétaïnes, et autres.

[0037] De même la composition selon l'invention peut comprendre, si souhaité ou si nécessaire, un ou plusieurs additifs et charges bien connus de l'homme du métier et le plus souvent choisis parmi les modificateurs de rhéologie, les modificateurs de viscosité, les modificateurs de pH, les colorants, pigments, arômes, conservateurs, les polymères naturels ou synthétiques et autres pour ne citer que ceux les plus couramment utilisés.

[0038] La composition selon l'invention peut avantageusement être utilisée pour former des émulsions, et en particulier des émulsions bitumineuses. À cet effet, la composition selon l'invention peut être additionnée d'eau et d'acide afin de former un savon. La quantité d'eau pouvant être présente dans le savon peut varier dans de très grandes proportions et peut généralement être comprise entre 0 et 99,99% en poids d'eau par rapport au poids total du savon, bornes exclues, de préférence entre 1% et 99% en poids d'eau par rapport au poids total du savon, bornes incluses.

[0039] Selon un mode de réalisation préféré, le savon tel que défini ci-dessus, se présente sous forme de savon « acide ». Par « acide », au sens de la présente invention, on entend que le pH du savon est inférieur à 7, de préférence inférieur à 6, de préférence encore, il est compris entre 0 et 7, de préférence entre 1 et 6, de préférence entre 1 et 4 par exemple 2. La valeur de pH peut être ajustée par ajout d'un acide fort ou faible, organique ou minéral.

[0040] De préférence, la valeur de pH est ajustée par exemple par ajout d'au moins un acide choisi, par exemple et à titre non imitatif, parmi les acides phosphoriques, l'acide chlorhydrique, l'acide acétique, l'acide méthanesulfonique, et les mélanges de deux ou plusieurs d'entre eux en toutes proportions.

[0041] La composition selon la présente invention, et les savons préparés à partir de ladite composition, sont généralement sous forme liquide à température ambiante, d'aspect homogène, et sans précipité.

[0042] Comme indiqué précédemment, la composition selon la présente invention, ainsi que les savons préparés à partir de ladite composition, peuvent éventuellement comprendre un ou plusieurs additifs couramment utilisés dans le domaine, parmi lesquels on peut citer de manière non limitative, les agents rhéologiques, les colorants, stabilisants, tensio-actifs, ainsi que tout autre additif bien connu de l'homme du métier. Selon un aspect préféré, les additifs pouvant être présents ne comportent pas de noyau (hétéro)aromatique, de manière tout à fait préféré, la composition de l'invention, et les savons qui la contiennent, ne contiennent pas de nonylphénol alcoxylé.

[0043] Il a été observé de manière tout à fait surprenante que, contrairement aux tensioactifs non ioniques TA_1 et TA_2 pris séparément, la composition de la présente invention, qui comprend au moins un tensioactif non ionique TA_1 et au moins un tensioactif non ionique TA_2, permet d'obtenir des émulsions stables et présentant de bonnes propriétés, notamment lorsqu'utilisées pour la fabrication d'émulsion, en termes de viscosité et de granulométrie, entre autres. La composition de la présente invention permet par conséquent d'envisager son utilisation dans tous les domaines d'application où sont généralement utilisés les nonylphénols éthoxylés, qui peuvent qui se dégrader en nonylphénols, aujourd'hui listés comme perturbateurs endocriniens.

[0044] Des exemples d'application de la composition selon la présente invention comprennent de manière non limitative le domaine des revêtements, des peintures, des engrais, du bitume, du pétrole, de la détergence, de la cosmétique, de la polymérisation en émulsion, du traitement des cultures végétales, des biocarburants pour ne citer que les principales d'entre elles, et plus particulièrement toutes les utilisations possibles où il est nécessaire de disposer d'émulsions stables. Il est à noter que les tensioactifs non ioniques TA_1 et TA_2 sont tout particulièrement adaptés pour des utilisations en tant que tensioactifs pour émulsions de type huile-dans-eau.

[0045] Parmi les utilisations possibles, la composition selon la présente invention trouve un intérêt tout particulier pour la préparation d'émulsions de bitume. Ainsi, et selon un second aspect, la présente invention concerne l'utilisation d'une composition comprenant au moins un tensioactif non ionique TA_1 et au moins un tensioactif non ionique TA_2, telle que définie plus haut pour la réalisation d'émulsions bitumineuses.

[0046] L'invention concerne ainsi l'utilisation d'au moins deux tensioactifs non ioniques TA_1 et TA_2 tels qu'ils viennent d'être définis pour réaliser des émulsions aqueuses, et en particulier des émulsions de bitume. Les émulsions préparées avec les tensioactifs non ioniques TA_1 et TA_2 tels qu'ils viennent d'être définis, et qui s'affranchissent des nonylphénols éthoxylés, présentent, notamment en termes de granulométrie et de

stabilité, et quel que soit le domaine d'application, des propriétés tout à fait équivalentes à celles observées avec les dits nonylphénols éthoxylés qui ne sont plus souhaitées pour les raisons déjà évoquées précédemment. Ainsi, la présente invention concerne l'utilisation de la composition décrite ci-dessus comme tensioactif pour la préparation d'une émulsion bitumineuse.

[0047] Il a ainsi été découvert, et ceci représente encore un autre aspect de la présente invention, que des émulsions de bitume, préparées à partir des compositions selon l'invention telles que définies ci-dessus, sont stables et présentent de bonnes propriétés applicatives en enrobage.

[0048] Selon un mode de réalisation de l'invention, la composition est employée à faible dosage, typiquement compris entre 0,1% et 5%, de préférence entre 0,1% et 3%, de préférence encore entre 0,5% et 2,0%, en poids de composition, bornes incluses, par rapport au poids total de l'émulsion de bitume.

[0049] Les émulsions de bitume ainsi réalisées comprennent de 30% à 75% en poids de bitume et de préférence de 40% à 75% en poids de bitume, par rapport au poids total de l'émulsion, le complément à 100% en poids étant apporté par de l'eau.

[0050] Plus spécifiquement, l'invention concerne une émulsion de bitume comprenant :

- de 30% à 75% en poids de bitume et de préférence de 40% à 75% en poids de bitume, par rapport au poids total de l'émulsion,
- de 0,1% à 5%, de préférence de 0,1% à 3%, de préférence encore de 0,5% à 2,0%, en poids de composition définie précédemment, bornes incluses, par rapport au poids total de l'émulsion de bitume, et
- de l'eau, q.s.p. 100% en poids.

[0051] Comme déjà indiqué plus haut, l'émulsion selon la présente invention peut éventuellement en outre comprendre un ou plusieurs autres additifs visant à modifier sa viscosité, à ajuster son pH ou l'adhésivité de l'émulsion de bitume.

[0052] Il a été observé, de manière tout à fait surprenante que les émulsions comprenant la composition de tensioactifs TA_1 et TA_2 telle que définie précédemment présentent des propriétés tout à fait remarquables, et en particulier en termes de stabilité dans le temps. Ces émulsions sont en outre dénuées de composés susceptibles de générer des produits de dégradation reconnus aujourd'hui comme perturbateurs endocriniens.

[0053] Un autre avantage des émulsions de l'invention comprenant la composition de tensioactifs TA_1 et TA_2 réside dans le fait qu'elle est non ionique, ce qui permet la réalisation d'émulsions non ioniques, cationiques ou anioniques. Enfin, une utilisation tout particulièrement appropriée de la composition de tensioactifs TA_1 et TA_2 est la préparation d'émulsions de bitume dites à rupture lente.

[0054] La présente invention concerne également un procédé de préparation d'une émulsion de bitume à l'aide d'au moins une composition telle que décrite précédemment, ledit

procédé comprenant au moins une étape de mélange, de préférence sous fort cisaillement, d'au moins un bitume, d'au moins une composition telle que définie précédemment et d'eau. L'ordre d'addition (bitume, composition, eau) sera adapté en fonction de la nature du bitume, de la composition, ainsi que des connaissances de l'homme du métier. Le procédé comprend également une éventuelle étape d'acidification du milieu afin d'obtenir une valeur de pH telle qu'indiquée précédemment.

[0055] Le procédé est généralement effectué à une température suffisante pour assurer une bonne homogénéisation, en fonction du type de bitume utilisé. En règle générale, l'émulsion est préparée à une température comprise entre la température ambiante et 160°C, de préférence entre 40°C et 160°C et de préférence encore entre 60°C et 150°C, plus généralement entre 60°C et 140°C, par exemple entre 70°C et 140°C. La température de préparation de l'émulsion bitumineuse peut typiquement être adaptée en fonction de la pénétrabilité du bitume utilisé, comme cela est bien connu de l'homme du métier.

[0056] Selon un aspect préféré du procédé de préparation de l'émulsion selon la présente invention, on prépare, à température ambiante, ou sous léger chauffage (par exemple de 30°C à 80°C, de préférence de 40°C à 70°C, de préférence encore de 40°C à 50°C), un savon par dispersion d'au moins une composition telle que définie précédemment dans de l'eau, puis ce savon est acidifié (généralement à pH compris entre 1,5 et 5 et de préférence entre 2 et 3,5) par ajout d'au moins un acide. Le savon « acide » ainsi obtenu est ensuite mélangé sous fort cisaillement avec au moins un bitume aux températures indiquées ci-dessus.

[0057] Le mélange sous fort cisaillement peut être effectué à l'aide de tout appareillage connu de l'homme du métier. À titre d'exemple non limitatif, on peut citer les appareils de type moulin colloïdal, dont celui de la marque Atomix® est un représentant.

[0058] Ainsi, et selon un mode de réalisation préféré, la présente invention concerne un procédé de préparation d'une émulsion de bitume telle que définie ci-dessus, ledit procédé comprenant :

[0059] - au moins une étape de mélange, de préférence sous fort cisaillement, d'au moins un bitume, d'au moins une composition telle que décrite précédemment et d'eau,

[0060] - une éventuelle étape d'acidification du milieu afin d'obtenir une valeur de pH inférieure à 7, de préférence inférieure à 6, de préférence encore, comprise entre 0 et 7, de préférence entre 1 et 6, de préférence entre 1 et 4 par exemple 2,

[0061] ledit procédé étant effectué à une température comprise entre la température ambiante et 160°C, de préférence entre 40°C et 160°C et de préférence encore entre 60°C et 150°C, plus généralement entre 60°C et 140°C, par exemple entre 70°C et

140°C.

[0062] L'émulsion de bitume peut éventuellement comprendre un ou plusieurs additifs couramment utilisés dans le domaine, parmi lesquels on peut citer de manière non limitative, les viscosifiants, les latex naturels ou synthétiques, les épaississants, les fluxants, les plastifiants, ainsi que tout autre additif permettant d'ajuster les propriétés de l'émulsion, tels que par exemple les additifs de procédé cités dans les documents EP1057873, EP2035504, EP 2766320 et EP3978456.

[0063] Les bitumes utilisés dans l'invention peuvent être tout type connu de l'homme du métier, et être issus de différentes origines, et par exemple ceux d'origine naturelle, ceux contenus dans des gisements de bitume naturel, d'asphalte naturel ou les sables bitumineux. Dans le cadre de la présente invention, les bitumes peuvent également être des bitumes provenant du raffinage du pétrole brut (distillation atmosphérique et/ou sous vide du pétrole), ces bitumes pouvant être éventuellement soufflés, visco-réduits et/ou désasphaltés.

[0064] Les bitumes peuvent être des bitumes de grade dur ou de grade mou. Les différents bitumes obtenus par les procédés de raffinage peuvent être combinés entre eux pour obtenir le meilleur compromis technique.

[0065] Les bitumes utilisés peuvent également être des bitumes fluxés par addition de solvants volatils, de fluxants d'origine pétrolière, de fluxants carbochimiques et/ou de fluxants d'origine végétale.

[0066] Les bitumes modifiés par des polymères peuvent également être utilisés. Comme polymère, on peut citer par exemple, et de manière non limitative, les élastomères thermoplastiques comme les copolymères statistiques ou séquencés de styrène et de butadiène, linéaire ou en étoile (SBR, SBS) ou de styrène et d'isoprène (SIS), éventuellement réticulés, les copolymères d'éthylène et d'acétate de vinyle, les homopolymères et copolymères oléfiniques d'éthylène (ou propylène, ou butylène), les polyisobutylènes, les polybutadiènes, les poly-isoprènes, les poly(chlorure de vinyle), les poudrettes de caoutchouc ou encore tout polymère utilisé pour la modification des bitumes ainsi que leurs mélanges. On utilise en général une quantité de polymère de 2% à 10% en poids par rapport au poids de bitume.

[0067] On peut aussi utiliser des bitumes synthétiques également appelés bitumes clairs, pigmentables ou colorables. Ces bitumes contiennent peu ou pas d'asphaltènes et peuvent être par conséquent colorés. Ces bitumes synthétiques sont à base de résine de pétrole et/ou de résine indène-coumarone et d'huile lubrifiante comme décrit par exemple dans le brevet EP179510.

[0068] Avantageusement, le bitume est un bitume de pénétrabilité mesurée selon la norme EN 1426 comprise entre 10 et 300, de préférence entre 20 et 220, plus préférentiellement entre 70 et 220.

[0069] L'invention concerne également les enrobés préparés avec les émulsions de bitume précitées et des granulats. Plus particulièrement l'invention concerne les enrobés comprenant au moins une émulsion de bitume telle que décrite précédemment dans la présente description et des granulats.

[0070] Les granulats qui peuvent être utilisés pour la préparation des enrobés selon la présente invention peuvent être de tout type connu de l'homme du métier. Parmi les granulats utilisables pour les enrobés de la présente invention, on peut notamment citer, de manière non limitative, les granulats de nature minéralogique, par exemple de nature éruptive, tels les granites, les porphyres, les basaltes, de nature métamorphique, tels les schistes, les gneiss, et de nature sédimentaire de type siliceux, tels les silex, les quartzites, et de type carbonaté, tels les calcaires, les dolomites, mais aussi les agrégats d'enrobés (ou recyclés), les mâchefers, les bétons concassés, et autres, ainsi que les mélanges de tels granulats.

[0071] Les enrobés de la présente invention peuvent être préparés à partir d'au moins une émulsion de bitume et des granulats selon toute méthode connue de l'homme du métier, et par exemple par malaxage de l'émulsion avec les granulats.

[0072] Les émulsions de la présente invention sont ainsi particulièrement adaptées pour la préparation d'enrobés, par exemple d'enrobés semi-tièdes, c'est-à-dire dont la température des granulats lors de la phase de mélange avec l'émulsion de bitume est comprise entre la température ambiante et 100°C, par exemple encore d'enrobés à froid, parmi lesquels on peut citer, de manière non limitative, les grave-émulsions (structurantes ou de reprofilage), les bétons bitumineux à froid, les enrobés stockables denses, semi-denses ou ouverts, et autres.

[0073] Les émulsions de la présente invention sont également particulièrement adaptées pour réaliser des couches d'accrochage, pour la stabilisation des sols et les travaux d'imprégnation, tels que par exemple « prime coat » en langue anglaise, le recyclage en place (ou « CIPR » pour « Cold-In-Place Recycling » en langue anglaise), la préparation d'enduits, en association ou non avec un ou plusieurs autres additifs et/ou charges, tels que par exemple, argiles, calcaire en poudre, ciment, afin de préparer des enduits d'étanchéité et autres.

[0074] L'utilisation selon la présente invention permet notamment le remplacement des nonylphénols éthoxylés, dans les émulsions de bitume, qui sont reconnus comme étant de très bons émulsifiants mais qui se dégradent en nonylphénols, listés aujourd'hui comme étant des perturbateurs endocriniens.

[0075] Les exemples qui suivent sont destinés à illustrer la présente invention, sans toutefois en limiter la portée qui est définie par les revendications annexées.

Exemples

[0076] Les exemples qui suivent permettent d'évaluer l'efficacité de la composition selon

l'invention. En particulier, ces exemples montrent que la composition selon l'invention fournit de meilleurs résultats en comparaison avec les tensioactifs pris séparément et par rapport à une référence. Comme indiqué plus loin, la stabilité des émulsions de bitume peut en particulier être mesurée par les tests de stabilité ciment (NF EN 12848) et par la mesure de l'indice de rupture (application de NF EN 13075-1 pour une émulsion cationique, non-ionique ou anionique).

Descriptif des méthodes de tests

[0077] La tendance à la sédimentation après 7 jours de stockage est appréciée selon la norme NF EN 12847 (juillet 2009), « Détermination de la tendance à la décantation des émulsions de bitume ». Les émulsions sont placées dans une éprouvette graduée de 100 mL. À l'issue de 7 jours de stockage à température ambiante sans agitation, la teneur en eau est déterminée sur les 10 mL supérieurs et les 10 mL inférieurs. L'émulsion est considérée comme stable si la différence de teneur en liant entre les deux fractions est inférieure à 5%.

[0078] L'indice de rupture est mesuré selon la norme NF EN 13075-1 de décembre 2016, « Bitumes et liants bitumineux - Détermination du comportement à la rupture - Partie 1 : détermination de l'indice de rupture des émulsions cationiques de bitume, méthode des fines minérales » avec un filler Sikaisol. Le test consiste à ajouter du filler progressivement à une émulsion de bitume en l'agitant simultanément. La rupture est évaluée visuellement à partir du moment où l'émulsion se solidifie.

[0079] L'homogénéité par tamisage est évaluée selon la norme NF EN 1429 (août 2013) « Bitumes et liants bitumineux - Détermination du résidu sur tamis des émulsions de bitume et détermination de la stabilité au stockage par tamisage ». L'émulsion est passée à travers un tamis de maille 500 µm. Le refus tamis est le résidu d'émulsion restant sur le tamis à l'issue de cette opération.

Exemple 1 : Préparation d'émulsions de bitumes

[0080] Des émulsions de bitume sont réalisées avec deux tensioactifs non ioniques séparément ou en combinaison et avec du nonylphénol éthoxylé. Sauf indication contraire, les dosages sont exprimés en kilogrammes par tonne (kg/to). Les teneurs des émulsions sont détaillées dans le Tableau 1 suivant :

[Tableaux1]

	R1	**R2**	**R3**	**E1**	**E2**	**E3**
	Phase bitume : 650 kg/to					
bitume EXXON 70/100	650	650	650	650	650	650
	Phase aqueuse : 350 kg/to					
Cardanol 30OE	10	-	-	1,75	3,5	5,25
2-octanol 15OE	-	7	-	5,25	3,5	1,75
Nonylphénol 30OE	-	-	7	-	-	-
Acide chlorhydrique	0,7	0,7	0,7	0,8	0,8	0,7
Eau	339,3	342,3	342,3	342,2	342,2	342,3

[0081] L'émulsion R1 est une émulsion de référence contenant uniquement un tensioactif non ionique de type cardanol alcoxylé, le cardanol à 30 motifs éthoxyle. L'émulsion R2 est une émulsion de référence contenant uniquement un tensioactif non ionique de type alcool gras ramifié éthoxylé, le 2-octanol à 15 motifs éthoxyle. L'émulsion R3 est une émulsion de référence contenant du nonylphénol éthoxylé. Les émulsions E1, E2 et E3 sont des émulsions selon l'invention contenant des mélanges de 2-octanol 15OE et de cardanol 30OE en diverses proportions.

[0082] Les émulsions sont préparées selon un protocole identique avec un moulin de laboratoire à enrichissement progressif (commercialisé par Herbert Rink Elektromaschinenbau GmbH). Les propriétés des émulsions obtenues sont présentées dans le Tableau 2 suivant :

[Tableaux2]

	R1	**R2**	**R3**	**E1**	**E2**	**E3**
pH de la phase aqueuse (NF EN 12850)	2	2	2	2	2	2
Homogénéité par tamisage (% de refus à 500 µm) (NF EN 1429)	3,89	7,57	0,21	0,09	0,03	0,21
Indice de rupture (NF EN 13075-1)	164	38	171	193	194	180
Tendance à la sédimentation après 7 jours de stockage (NF EN 12847)	21,7	*	3,1	5,7	3,3	5,0

* non réalisable, début de rupture

[0083] Cet exemple montre une très forte amélioration de la stabilité de l'émulsion (IREC plus élevé et stabilité au stockage améliorée) en utilisant une composition comportant deux tensioactifs non ioniques selon l'invention, par rapport à des émulsions préparées

avec chacun de tensioactifs non ioniques séparément.

[0084] Il est en outre observé que les propriétés des émulsions selon l'invention se rapprochent fortement de celles de l'émulsion réalisée avec un nonylphénol éthoxylé démontrant ainsi que la composition selon l'invention peut tout à fait remplacer le nonylphénol éthoxylé pour la préparation d'émulsions.

[0085] **Exemple 2 : Compatibilité avec les tensioactifs cationiques**

[0086] Des émulsions cationiques de bitume de type répandage sont réalisées. Sauf indication contraire, les dosages sont exprimés en kilogrammes par tonne (kg/to). Les teneurs des émulsions sont détaillées dans le Tableau 3 ci-dessous.

[Tableaux3]

	R4	**E4**
	Phase bitume : 570 kg/to	
Bitume 70/100 PETROINEOS	570	570
	Phase aqueuse : 430 kg/to	
Cardanol 30OE	-	2,5
2-octanol 15OE	-	2,5
Nonylphénol 30OE	5	-
Tensioactif cationique ammonium quaternaire*	0,8	0,8
Acide chlorhydrique	0,7	0,8
Eau	423,5	423,4

* Stabiram® MS6 (Arkema)

[0087] L'émulsion R4 est une émulsion de référence contenant du nonylphénol éthoxylé et un co-tensioactif cationique à ammonium quaternaire. L'émulsion E4 est une émulsion selon l'invention comprenant un tensioactif non ionique TA_1, un tensioactif non ionique TA_2, et le même co-tensioactif cationique à ammonium quaternaire.

[0088] Les émulsions ont été préparée selon un protocole identique avec un moulin de laboratoire Emulbitume automatique comprenant un mélangeur de marque Atomix®. Les propriétés des émulsions obtenues sont présentées dans le Tableau 4 suivant :

[Tableaux4]

	R4	**E4**
pH de la phase aqueuse (NF EN 12850)	2	2
Homogénéité par tamisage (% de refus à 500 µm) (NF EN 1429)	0,38	0,13
Indice de rupture (NF EN 13075-1)	202	193
Tendance à la sédimentation après 7 jours de stockage (NF EN 12847)	8,8	9,8

[0089] Cet exemple montre que la composition selon l'invention, en association avec un tensioactif cationique, permet d'obtenir une émulsion aux propriétés similaires, voire meilleures, notamment en termes de stabilité, en comparaison aux propriétés obtenues avec une émulsion sur base nonylphénol éthoxylé et le même tensioactif cationique. Il est ainsi également démontré ici que la composition selon l'invention peut tout à fait remplacer le nonylphénol éthoxylé pour la préparation d'émulsions.

Revendications

[Revendication 1] Composition comprenant :
a) au moins un tensioactif non ionique TA_1 qui est un alcoxylat d'alcool gras, et
b) au moins un tensioactif non ionique TA_2 qui est un alcoxylat de phénol substitué par au moins une chaîne hydrocarbonée comportant de 10 à 60 atomes de carbone,
le nombre de motifs alcoxyle du tensioactif non ionique TA_1 étant compris entre 6 et 100.

[Revendication 2] Composition selon la revendication 1, dans laquelle le tensioactif non ionique TA_1 est un alcool gras alcoxylé, l'alcool gras étant un alcool de formule R^1-OH primaire, secondaire ou tertiaire, où R^1 est choisi parmi un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, comportant de 4 à 30 atomes de carbone, de préférence de 5 à 30 atomes de carbone, de préférence encore de 6 à 30 atomes de carbone, plus généralement de 6 à 20 atomes de carbone, avantageusement de 6 à 18 atomes de carbone.

[Revendication 3] Composition selon la revendication 1 ou la revendication 2, dans laquelle le tensioactif non ionique TA_1 est un alcool gras alcoxylé, l'alcool gras étant un alcool choisi parmi le n-butanol, le n-pentanol, le n-hexanol, le 2,2-diméthylbutanol, le 2,3-diméthylbutanol, le 3,3-diméthylbutanol, le n-heptanol, le n-octanol, le 2-éthylhexanol, le n-nonanol, le n-décanol, l'isodécanol, le n-undécanol, le n-dodécanol, l'isotridécanol, le 2-butanol, le 2-pentanol, le 2-hexanol, le 3,3-diméthyl-2-butanol, le 2-heptanol, le 3-heptanol, le 4-méthyl-2-pentanol, le 2-octanol, le 3-octanol, le 4-octanol, le 2-nonanol, le 3-nonanol, le 4-nonanol, le 2-décanol, le 3-décanol, le 2-undécanol, le 3-undécanol, le 2-dodécanol, et le 3-dodécanol.

[Revendication 4] Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans laquelle le tensioactif non ionique TA_1 est un alcool gras alcoxylé, le nombre de motifs alcoxyle du tensioactif non ionique TA_1 étant compris entre 7 et 50, de préférence entre 8 et 50, mieux entre 8 et 30.

[Revendication 5] Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans laquelle le tensioactif non ionique TA_1 est choisi parmi le 2-octanol porteur de 15 motifs éthoxyle, le 2-octanol porteur de 8 à 30 motifs éthoxyle, le 2-éthylhexanol porteur de 8 à 30 motifs éthoxyle, le 4-méthyl-2-pentanol porteur de 8 à 30 motifs éthoxyle, l'isodécanol porteur de 8 à 30 motifs éthoxyle, et l'isotridécanol porteur de 8 à 30

motifs éthoxyle.

[Revendication 6] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle le tensioactif non ionique TA_2 est un alcoxylat de phénol substitué par au moins une chaîne hydrocarbonée R^2 linéaire ou ramifiée comportant de 10 à 60 atomes de carbone, de préférence de 12 à 50 atomes de carbone, de préférence encore de 12 à 30 atomes de carbone.

[Revendication 7] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle le tensioactif non ionique TA_2 est un alcoxylat de phénol substitué et choisi parmi le cardanol, le cardol et le méthylcardol.

[Revendication 8] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle le tensioactif non ionique TA_2 est un alcoxylat de phénol substitué par au moins une chaîne hydrocarbonée comportant de 10 à 60 atomes de carbone, et comportant un nombre de motifs alcoxyle compris entre 2 et 100, de préférence entre 4 et 100, de préférence encore entre 10 et 100, de préférence encore entre 10 et 80, par exemple entre 15 et 70.

[Revendication 9] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle le tensioactif non ionique TA_2 est choisi parmi les cardanols porteurs de 15 à 60 motifs éthoxyle.

[Revendication 10] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle la proportion pondérale TA_1/TA_2 est comprise entre 1/99 et 99/1, de préférence entre 5/95 et 95/5, de préférence encore entre 10/90 et 90/10, mieux encore entre 15/85 et 85/15, et le plus souvent entre 20/80 et 80/20, avantageusement entre 25/75 et 75/25, ou encore entre 40/60 et 60/40.

[Revendication 11] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant les mélanges choisi parmi :

- les mélanges 2-octanol 15OE / cardanol 30OE, en proportion pondérale 3/1,
- les mélanges 2-octanol 15OE / cardanol 30OE, en proportion pondérale 1/1,
- les mélanges 2-octanol 15OE / cardanol 30OE, en proportion pondérale 1/3
- les mélanges 2-octanol 15OE / cardanol 60OE, en proportion pondérale 3/1,
- les mélanges 2-octanol 15OE / cardanol 60OE, en proportion pondérale 1/1,
- les mélanges 2-octanol 15OE / cardanol 60OE, en proportion

pondérale 1/3,
- les mélanges 2-octanol 20OE / cardanol 30OE, en proportion pondérale 3/1,
- les mélanges 2-octanol 20OE / cardanol 30OE, en proportion pondérale 1/1,
- les mélanges 2-octanol 20OE / cardanol 30OE, en proportion pondérale 1/3,
- les mélanges 2-octanol 20OE / cardanol 60OE, en proportion pondérale 3/1,
- les mélanges 2-octanol 20OE / cardanol 60OE, en proportion pondérale 1/1, et
- les mélanges 2-octanol 20OE / cardanol 60OE, en proportion pondérale 1/3.

[Revendication 12] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant en outre un ou plusieurs autres tensioactifs, choisis parmi les tensioactifs anioniques et cationiques, amphotères, et zwitterions tels que, et à titre d'exemples non limitatifs les tensioactifs choisis parmi les tensioactifs aminés, les tensioactifs phosphatés, les tensioactifs à fonction amine quaternaire, les tensioactifs à fonction sulfate, les tensioactifs à fonction sulfonate, les tensioactifs à fonction carboxylate, et les bétaïnes.

[Revendication 13] Utilisation d'une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, pour réaliser des émulsions aqueuses.

[Revendication 14] Utilisation de la composition selon la revendication 13 comme tensioactif pour la préparation la préparation d'une émulsion bitumineuse.

[Revendication 15] Émulsion de bitume comprenant :
- de 30% à 75% en poids de bitume et de préférence de 40% à 75% en poids de bitume, par rapport au poids total de l'émulsion,
- de 0,1% à 5%, de préférence de 0,1% à 3%, de préférence encore de 0,5% à 2,0%, en poids de composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, bornes incluses, par rapport au poids total de l'émulsion de bitume, et
- de l'eau, q.s.p. 100% en poids.

RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-53 à 69 du code de la propriété intellectuelle

OBJET DU RAPPORT DE RECHERCHE

L'I.N.P.I. annexe à chaque brevet un "RAPPORT DE RECHERCHE" citant les éléments de l'état de la technique qui peuvent être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention, au sens des articles L. 611-11 (nouveauté) et L. 611-14 (activité inventive) du code de la propriété intellectuelle. Ce rapport porte sur les revendications du brevet qui définissent l'objet de l'invention et délimitent l'étendue de la protection.
Après délivrance, l'I.N.P.I. peut, à la requête de toute personne intéressée, formuler un "AVIS DOCUMENTAIRE" sur la base des documents cités dans ce rapport de recherche et de tout autre document que le requérant souhaite voir prendre en considération.

CONDITIONS D'ETABLISSEMENT DU PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

[x] Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.

☐ Le demandeur a maintenu les revendications.

[x] Le demandeur a modifié les revendications.

☐ Le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n'étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.

☐ Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.

☐ Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.

DOCUMENTS CITES DANS LE PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées.

[x] Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention.

☐ Les documents énumérés à la rubrique 2 ci-après illustrent l'arrière-plan technologique général.

☐ Les documents énumérés à la rubrique 3 ci-après ont été cités en cours de procédure, mais leur pertinence dépend de la validité des priorités revendiquées.

☐ Aucun document n'a été cité en cours de procédure.

1. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE SUSCEPTIBLES D'ETRE PRIS EN CONSIDERATION POUR APPRECIER LA BREVETABILITE DE L'INVENTION
CA 2 101 651 A1 (INST NEORGANICHESKOI KHIM SIB [SU]) 30 mai 1993 (1993-05-30)
2. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE ILLUSTRANT L'ARRIERE-PLAN TECHNOLOGIQUE GENERAL
NEANT
3. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE DONT LA PERTINENCE DEPEND DE LA VALIDITE DES PRIORITES
NEANT