(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 739 179**

(51) Int. Cl.:

C08K 5/372 (2006.01)
C08L 19/00 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.08.2016** **PCT/EP2016/069498**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **02.03.2017** **WO17032661**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.08.2016** **E 16753372 (8)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.07.2019** **EP 3337851**

(54) Título: **Procedimiento mejorado para la preparación de bitumen modificado con caucho usando caucho vulcanizado**

(30) Prioridad:

21.08.2015 EP 15181924

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
29.01.2020

(73) Titular/es:

LANXESS DEUTSCHLAND GMBH (100.0%)
Kennedyplatz 1
50569 Köln, DE

(72) Inventor/es:

KLEIN, THOMAS y
ZISER, TORSTEN

(74) Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 739 179 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

Procedimiento mejorado para la preparación de bitumen modificado con caucho usando caucho vulcanizado

El objetivo de la presente invención es un procedimiento mejorado para la preparación de bitumen modificado con caucho usando caucho vulcanizado.

El bitumen modificado con caucho, el denominado bitumen ennoblecido, presenta en comparación con el bitumen no modificado la ventaja de las propiedades viscoelásticas en gran parte constantes con la temperatura con variación de la temperatura: Así es en gran calor no tan blando y a bajas temperaturas no tan quebradizo y dispone también de un tiempo de duración elevado.

El bitumen modificado en este sentido puede prepararse a este respecto mediante mezclado de un polímero no reticulado o de un caucho reticulado. La adición de polímero no reticulado requiere probablemente una reticulación posterior con azufre o polisulfuros, véase el documento US-A 4 554 313. Esta vía es muy cara ya únicamente mediante los materiales usados.

Debido a los altos costes para los polímeros se ha valido en el pasado de los neumáticos producidos en gran cantidad como fuente para un sustituto.

Sin embargo, el caucho (reticulado) vulcanizado con azufre es relativamente insoluble en bitumen, de modo que su reutilización en bitumen especial es problemática (Shell Bitumen Handbook, Shell UK, 2003 ISBN 0 7277 3220 X, página 79). El bitumen se almacena o bien se transporta en caliente, debiendo mantenerse la homogeneidad. Los polímeros mezclados, poco solubles o que pueden dispersarse mal o también caucho vulcanizado sedimentan en la mezcla almacenada en caliente. Las propiedades técnicas de aplicación de bitumen modificado de zonas de almacenamiento distintas se diferencian, de modo que resultan problemas de calidad en la construcción de carreteras. Así describe el documento DE-A 3885974 los problemas de la estabilidad de mezclas de harina de caucho-bitumen a partir de un periodo de almacenamiento de 6 horas a 200 °C, que se hace notable en una caída de la viscosidad. Como solución del problema se propone la adición de aceites pesados con carácter naftenoaromático así como de un elastómero sintético con olefinas insaturadas con pesos moleculares por encima de 100000 d. Las cantidades del polímero adicionalmente necesario del 2-3 % hacen desaparecer sin embargo la ventaja económica de la sustitución de un polímero mediante material reciclado de caucho. El documento US 3 338 849 describe el uso de polietileno en unión con gilsonita, un mineral de bitumen natural, como agente de dispersión para material reciclado de caucho. Tampoco esta solución resulta rentable.

Para mejorar la solubilidad o bien capacidad de dispersión de goma reticulada o bien caucho se desarrollaron otros procedimientos con el uso de alta temperatura, alta presión en unión con vapor y/o energía mecánica (por ejemplo en la prensa extrusora de doble husillo; documento US-A 6.335.377) o también por medio de radiación con microondas, documento US-A 4104205). Estos procedimientos no eran sin embargo ni suficientemente eficaces ni rentables; Además éstos no eran selectivos en cuanto a la degradación de puentes de azufre. Así se destruye también la cadena de polímero y con ello se reducen las ventajas unidas con el uso de polímeros.

En el documento EP 2164895 se describe un procedimiento para la desvulcanización de vulcanizados de caucho reticulados con azufre para la incorporación en masas de caucho usando polisulfuros de alquilo. Éste se caracteriza por que a) el polisulfuro usado se usa en particular en concentraciones del 5 - 20 %, con respecto al caucho vulcanizado usado, y b) la desvulcanización se realiza a una temperatura preferente de 60 °C, o 130 °C o, en el caso de caucho de estireno-butadieno o caucho natural, a 80-150 °C. No se indica un uso posterior del caucho tratado en mezclas de bitumen.

En mezclas de bitumen de caucho se plantea concretamente tal como se ha mencionado la problemática de la extensa insolubilidad de caucho en bitumen. El objetivo de una desvulcanización especialmente para la aplicación de caucho residual en bitumen debía ser sin embargo, mejorar de manera clara precisamente la solubilidad.

En el documento EP 2395046 se indica un procedimiento para la preparación de bitumen modificado con caucho, de manera que se trata el caucho residual (material reciclado de neumáticos usados) preferentemente con del 5 % al 20 % en peso de polisulfuro de alquilo y a continuación se introduce mediante mezclado el caucho residual así tratado en bitumen. Se indica un ejemplo de acuerdo con la invención, maleabilizándose el granulado de caucho residual con 7 % de polisulfuro de alquilo a 150 °C durante 4 horas. La mezcla así preparada se evaluó con el ensayo de almacenamiento según la norma DIN EN 13399 como conforme, es decir la mezcla es estable en almacenamiento. Sin embargo es desventajoso que sean necesarias altas cantidades de polisulfuro, que encarecen el procedimiento y tienen también en parte repercusiones negativas en la consistencia del bitumen.

El objetivo de la presente invención era por tanto facilitar un procedimiento económico para la preparación de bitumen modificado con caucho usando caucho vulcanizado, que no presentase las desventajas del estado de la técnica.

Sorprendentemente se encontró que ya a temperaturas de al menos 140 °C durante la maleabilización es suficiente del 1,5 % al 4 % en peso de polisulfuro de dialquilo para aumentar así la solubilidad de caucho en bitumen caliente, de modo que se aproxime el comportamiento viscoelástico al de bitumen sin adición de caucho. A este respecto son suficientes de manera sorprendente incluso ya tiempos para la desvulcanización de 20 min a 60 min.

El objetivo de la presente invención es, por tanto, un procedimiento mejorado para la preparación de bitumen modificado con caucho usando caucho vulcanizado, según lo cual los puentes de sulfuro del caucho vulcanizado con un polisulfuro de dialquilo de fórmula general (1)

$$R^1—S_x—R^2 \qquad (1),$$

en la que R^1 y R^2 son iguales o distintos y representan un resto alquilo C_1-C_{18} lineal o ramificado y x representa los números 3 a 12,
se rompen (se desvulcanizan) a temperaturas de al menos 140 °C, en el que la proporción del polisulfuro de dialquilo asciende a del 1,5 al 4 % en peso, con respecto a caucho vulcanizado,
y el caucho desvulcanizado se añade mediante mezclado a continuación al bitumen. En el caso de los polisulfuros de dialquilo usados en el procedimiento de acuerdo con la invención se trata de compuestos de fórmula general (1),

$$R^1—S_x—R^2 \qquad (1),$$

en la que
en la que R^1 y R^2 son iguales o distintos y representan un resto alquilo C_1-C_{18} lineal o ramificado y x representa los números 3 a 8.

Además es más preferente cuando se usan como polisulfuros de dialquilo aquéllos en los que R^1 y R^2 en la fórmula general representan restos alquilo C_5 a C_{15} lineales o ramificados.

Igualmente es preferente cuando se usan como polisulfuros de dialquilo aquéllos en los que x en la fórmula general (1) representa los números 3 a 5 y R^1 a R^3 en la fórmula general representan restos alquilo C_5 a C_{15} lineales o ramificados.

Como polisulfuro de dialquilo se prefieren pentasulfuro de dioctilo y/o tetrasulfuro de dioctilo, de manera especialmente preferente pentasulfuros de dioctilo o tetrasulfuros de dioctilo ramificados.

En el caso de los polisulfuros de dialquilo mencionados anteriormente se trata de productos disponibles comercialmente, que pueden obtenerse por ejemplo por Rhein Chemie Rheinau GmbH.

Los polisulfuros de dialquilo pueden usarse tanto de manera individual como también en mezcla discrecional entre sí en el procedimiento de acuerdo con la invención.

Los polisulfuros de dialquilo se usan en cantidades del 1,5 al 4 % en peso, en particular del 1,5 al 3 % en peso, en cada caso con respecto al vulcanizado de caucho que va a desvulcanizarse.

El bitumen en el sentido de la invención designa una mezcla tanto que se produce de manera natural como también obtenida mediante destilación de petróleo, de distintas sustancias orgánicas. Debido al origen biológico, el bitumen está constituido principalmente por carbono e hidrógeno. Éste es una mezcla de múltiples sustancias poco volátil, de color oscuro de sustancias orgánicas, cuyo comportamiento elastoviscoso se modifica con la temperatura. Como bitumen en el sentido de la invención pueden usarse todos los tipos de bitumen habituales en el comercio, tal como por ejemplo 50/70 o 70/100. Esto comprende preferentemente bitumen de construcción de carretera según la norma DIN EN 12591.

Las temperaturas en el procedimiento de acuerdo con la invención son preferentemente de 140-170 °C, en particular de 150°-160 °C. El tiempo para la desvulcanización asciende a de 20-60 min, preferentemente a de 30-50 min, de manera especialmente preferente a de 35-45 min.

En el procedimiento de acuerdo con la invención se realiza la ruptura de los puentes de sulfuro y/o la adición mediante mezclado al bitumen preferentemente con solicitación mecánica.

La solicitación mecánica en el sentido de la invención significa el uso de unidades de mezclado, tal como

preferentemente prensas extrusoras, mezcladores internos, homogeneizadores de alta presión, tal como en particular aparatos de mezclado de alto cizallamiento, tal como por ejemplo Ultra-Turrax®, amasadoras y/o laminadoras. En el sector a gran escala es especialmente preferente a este respecto el uso de prensas extrusoras y/o mezcladores internos, no estando sujeto el tipo de prensa extrusora y/o de mezclador interno a ninguna limitación especial. A escala de laboratorio se prefiere especialmente el aparato de mezclado de alto cizallamiento, por ejemplo un Ultra-Turrax®.

A modo de ejemplo se mencionan a continuación prensas extrusoras de doble husillo o prensas extrusoras de cilindros planetarios.

En el caso de la realización en la presenta extrusora se realiza ésta preferentemente con un alto cizallamiento.

El caucho vulcanizado se dosifica preferentemente en forma de partículas que pueden fluir de manera fría, es decir a temperaturas de 0 a 30 °C, y después dado el caso se calienta. La dosificación de las partículas de los vulcanizados de caucho se realiza preferentemente al inicio de la longitud del procedimiento de la prensa extrusora y a continuación de esto la dosificación del polisulfuro de dialquilo.

En otra forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención se usa el polisulfuro de dialquilo junto con aceite, preferentemente aceite mineral, de manera especialmente preferente aceite nafténico.

La cantidad de aceite se encuentra entre el 0 y el 30 % en peso %, de manera especialmente preferente en del 0 al 20 % en peso, de manera muy especialmente preferente en del 0 al 12 % en peso y en particular preferentemente en del 1-6 % en peso, en cada caso con respecto a la mezcla de caucho que va a desvulcanizarse.

En el caso del uso de un mezclador interno para la solicitación mecánica se prefieren mezcladores internos con rotores que engranan uno en otro o con rotores que se tocan tangencialmente. A este respecto se prefiere especialmente una mezcladora interna con rotores que engranan uno en otro, dado que de esta manera puede introducirse más energía de cizallamiento en las partículas individuales del vulcanizado de caucho.

También en el caso de la realización en el mezclador interno puede mezclarse en otra forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención el polisulfuro de dialquilo antes de la adición con aceite, por ejemplo aceite mineral, tal como por ejemplo aceite nafténico.

La realización de la regeneración puede realizarse tanto con presión normal como también con presión elevada. Una presión de regeneración preferente se encuentra entre 1 y 20 bar, una presión de regeneración especialmente preferente se encuentra entre 1 y 10 bar y una presión de regeneración especialmente muy preferente se encuentra entre 1 y 3 bar.

En otra forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención se dosifican otros aditivos, tal como compuestos/ sales de metal, en particular compuestos/sales de cinc orgánicos entre otros como captadores de sulfuro y con ello agentes reductores de olor, tal como los ofrece Rhein Chemie Rheinau GmbH con el nombre Additin® RC 4530 y Additin® RC 4580.

La cantidad de aditivos adicionales asciende preferentemente a del 0,1 % al 1 % en peso.

En el caso del caucho vulcanizado se trata de cauchos reticulados a base de polidienos del grupo R, que comprende cauchos naturales (NR), cauchos de butadieno (BR), cauchos de estireno-butadieno (SBR), cauchos de acrilonitrilo-butadieno (NBR) y cauchos de butilo (IIR), de vulcanizados de cauchos con pocos enlaces dobles o cadenas principales de polímero libres de dobles enlaces del grupo M, que comprende caucho de etileno-propileno-dieno (EPDM), y mezclas de los cauchos mencionados anteriormente del grupo R y M.

Los bitumenes modificados con caucho preparados según el procedimiento de acuerdo con la invención se usan en la construcción elevada para el aislamiento de partes de edificios frente al agua (telas de cubiertas de bitumen para el aislamiento de tejados), protección de acero frente a la corrosión y en la construcción de carreteras como aglutinante para los granulados de roca en el asfalto (firme).

El objeto de la invención es además bitumen modificado con caucho, que puede obtenerse mediante introducción por mezclado de caucho vulcanizado, cuyos puentes de sulfuro con al menos un polisulfuro de dialquilo de fórmula general (1)

$$R^1—S_x—R^2 \qquad (1),$$

en la que

R^1 y R^2 son iguales o distintos y representan un resto alquilo C_1-C_{18} lineal o ramificado y x representa los números 3 a 12,
se rompen (se desvulcanizan) a temperaturas de al menos 140 °C, en el que la proporción del polisulfuro de dialquilo asciende a hasta el 5 % en peso, con respecto al caucho vulcanizado, y éste se añade mediante mezclado a continuación al bitumen.

El marco de la invención abarca todas las definiciones de restos, índices, parámetros y explicaciones generales que se encuentran arriba y explicados a continuación o mencionados en intervalos preferentes, así, incluso en los respectivos intervalos e intervalos preferentes en cualquier combinación.

La presente invención se explica en más detalle por medio de los siguientes ejemplos, no estando limitada la presente invención de ningún modo a los ejemplos.

Ejemplos de ensayo:

Como recipientes de mezcla se usaron recipientes de aluminio con una cantidad de carga de como máx. 900 ml. Para la agitación de la mezcla de caucho se usó un agitador de ancla modificado con dos aletas. Sobre el recipiente se colocó una tapa. Los gases producidos se descargaron a través de botellas de lavado. Una medición de la temperatura se realizó a través de un termómetro de varilla, que se condujo al espacio interior a través de otra abertura.

En la primera etapa se añadió el granulado de caucho en el recipiente de aluminio y se cerró con la tapa. El recipiente de fijó en el baño de aceite y se arrancó el mecanismo de agitación. El pentasulfuro de dioctilo como polisulfuro de dialquilo se mezcló con el aceite portador y se dosificó lentamente con ayuda de una jeringuilla a través de la pequeña abertura en la tapa.

Tras la dosificación se agitó la mezcla de caucho a la temperatura y tiempo indicados en el respectivo número de ensayo y con la velocidad de agitación de aprox. 180 rpm.

Tras la maleabilización se añadió bitumen, hasta que la proporción de caucho constituía el 15 % de la mezcla total. La mezcla de caucho-bitumen se agitó durante 2 h a 180 °C, para permitir una distribución a ser posible buena del caucho en bitumen.

Se usó:

bitumen 50/70, de la empresa Shell, Nynas T 22, un aceite base nafténico, pentasulfuro de dioctilo ramificado como polisulfuro de dialquilo (polisulfuro) así como neumáticos de coches y camiones triturados como caucho residual con un tamaño de partícula de 0,2-0,8 mm.

En una serie de ensayos se realizaron los siguientes ensayos:

Tabla 1: Condiciones del tratamiento previo de granulado de caucho residual vulcanizado

N.º	**Tipo de bitumen y dado el caso mezcla para la desvulcanización de caucho**	**Temperatura durante la desvulcanización [°]**	**Duración de la desvulcanización [min]**
	Bitumen de referencia		
1	Bitumen 50/70 + 10 % de caucho residual (no tratado previamente)	-	-
2	Bitumen 50/70 + caucho residual (15 %), tratado previamente con 1,5 % de polisulfuro de dialquilo y 5,5 % de Nynas T 22	120	40
3	Bitumen 50/70 + caucho residual (15 %), tratado previamente con 1,5 % de polisulfuro de dialquilo y 5,5 % de Nynas T 22	140	40
4	Bitumen 50/70 + caucho residual (15 %), tratado previamente con 1,5 % de polisulfuro de dialquilo y 5,5 % de Nynas T 22	160	40
5	Bitumen 50/70 + caucho residual (10 %), Tratado previamente con 7 % de polisulfuro de dialquilo+ 10,5 % de Nynas T22	150	240
6	Bitumen 50/70 + caucho residual (10 %), Tratado previamente con 3,5 % de polisulfuro de dialquilo+ 3,5 % de Nynas T22	160	40

Mediciones reológicas:

Las propiedades viscoelásticas de las mezclas de caucho-bitumen que contienen cauchos modificados obtenidos en los ensayos 1-6 se determinaron a través de un "barrido de temperatura" de los parámetros reológicos módulo de cizallamiento complejo G* y ángulo de fases δ con el "reómetro de cizallamiento dinámico" según la norma DIN EN 14770. Las indicaciones con respecto al método se encuentran por ejemplo en "Rahmenbedingungen für DSR-Messungen an Bitumen", Boletín del Instituto Federal de Caminos y Carreteras, Folleto de construcción de carreteras pág. 43 y siguientes o en la conferencia de Herrn Wörner "Bitumen: Bewertung anhand konventioneller und rheologischer Kennwerte, XVI. Simposio de construcción de carreteras y materiales de construcción de Weimar, 27 de marzo de 2014, Weimar.

A este respecto se incorporó la muestra de aglutinante entre dos placas de metal paralelas y se expuso a una solicitación por cizallamiento de vibración, en este caso oscilante.

El diámetro de las dos placas paralelas ascendió a 25 mm. Se usó una distancia de hueco de 2 mm. La frecuencia de la carga en forma de onda sinusoidal asciende a 1,59 Hz (pulsación ω = 10 s-1) y la deformación máxima al 10 % de la distancia entre placas. El tiempo del calentamiento entre los intervalos de prueba ascendía a 15 min.

Tabla 2: Datos característicos reológicos dependiendo de la temperatura de bitumen 50/70 o bitumines modificados con caucho (GmB) con caucho residual no tratado o tratado previamente de manera correspondiente a la tabla 1

Temperatura	Bitumen de referencia 50/70		1 (V)		2 (V)		3 (E)	
	Mod. de cizallamiento	Ángulo de fases	Mod. de cizallamiento	Ángulo de fases	Mod. de cizallamiento	Ángulo de fases	Mod. de cizallamiento	Ángulo de fases
°C	Pa	o	Pa	o	Pa	o	Pa	o
30	362.400	68,9	951.95 0	47,7	40784 5	55,1	35539 5	57,2
40	70.385	74,8	290.96 5	47,9	11438 5	54,7	95500	57,8
50	14.337	79,8	100.11 3	47,2	36826	55,1	28907	59,2
60	3.329	84,0	39.783	49,2	13511	58,7	9902	63,5
70	890	86,8	16.614	54,0	5215	64,3	3591	69,5
80	281	88,6	7.069	59,4	2107	69,6	1378	74,9
90	102	89,4	3.159	61,7	912	72,6	566	78,8
100	43	90,0	1.612	58,5	438	72,2	254	80,5
110	20	90,0	993	50,9	239	68,7	127	80,2
120	10	90,0	744	41,5	154	62,4	72	77,9
130	6	90,0	635	32,8	119	54	46	73,6
140	3	90,0	601	25,4	111	43,7	33	67,7
150	2	90,0	602	19,7	114	34,4	28	60,2
Temperatura	**4 (E)**				**5 (V)**		**6 (E)**	
	Módulo de cizallamiento			**Ángulo de fases**	**Módulo de cizallamiento**	**Ángulo de fases**	**Módulo de cizallamiento**	**Ángulo de fases**
°C	Pa			o	Pa	o	Pa	o
30	281.310			58,5	490.000	63,7	482.000	56,6
40	75.024			59,2	104.000	66,7	125.000	57,5
50	22.383			61,5	25.700	70,1	37.900	59,8
60	7.400			66,9	7.220	74,6	12.900	64,4
70	2.547			73,7	2.250	79,1	4.640	69,9
80	928			79,3	799	82,6	1.800	75
90	366			83,1	320	84,7	765	78,8
Temperatura	**4 (E)**				**5 (V)**		**6 (E)**	
	Módulo de cizallamiento			**Ángulo de fases**	**Módulo de cizallamiento**	**Ángulo de fases**	**Módulo de cizallamiento**	**Ángulo de fases**
100	157			85,1	137	86	351	81,2
110	73			86,1	65	87	172	82,4
120	38			86,3	33,1	87,2	89,5	82,6
130	21			86,4	18,2	86,8	50	81,8
140	13			86,6	10,9	86,1	29,9	80,1
150	9			87,2	6,9	86,2	19,1	77,8

(E) = de acuerdo con la invención, (V)= comparación

Tal como muestra la tabla 2 o bien la figura 1, se modifica el bitumen modificado de acuerdo con la invención (véanse ejemplos 3, 4 y 6) en particular en el intervalo que se aproxima a la temperatura de procesamiento (170°-180 °C) de 140°-150 °C en cuanto al ángulo de fases con respecto al comportamiento conocido de bitumen no modificado. Esto corresponde a un bitumen más homogéneo y con ello a un comportamiento de solución mejor.

De manera impresionante se muestra a este respecto que ya es suficiente el 1,5 % en peso (ensayo 3 y en particular ensayo 4) o bien el 3,5 % en peso (ensayo 6) de polisulfuro de dialquilo, siempre que la temperatura durante la desvulcanización se encuentra en al menos 140 °C. Esto se vuelve evidente sobre todo en comparación con el ensayo de comparación 5, donde se usó el 7 % de polisulfuro de dialquilo.

La comparación del ensayo 2 (1,5 %) de polisulfuro de dialquilo a una temperatura de tratamiento previo de 120 °C) y el ensayo 4 (1,5 % de polisulfuro de dialquilo a una temperatura de tratamiento previo de 160 °C) muestra muy claramente la importancia de la temperatura durante la desvulcanización. En el ensayo 4 (de acuerdo con la invención) casi se consigue el comportamiento de bitumen no modificado en el intervalo de temperatura más alta, en el caso del ensayo 2 se aproxima aún más al caso de GmB con el 15 % de granulado de caucho no tratado (ensayo 1).

Además pudo reducirse drásticamente con el procedimiento de acuerdo con la invención no solo la cantidad de polisulfuro de dialquilo, siempre que la temperatura se encuentre en al menos 140 °C, también se llega a reducir la duración de la desvulcanización hasta por debajo de una hora.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de bitumen modificado con caucho usando caucho vulcanizado, **caracterizado por que** sus puentes de sulfuro con al menos un polisulfuro de dialquilo de fórmula general (1)

$$R^1—S_x—R^2 \qquad (1),$$

en la que R^1 y R^2 son iguales o distintos y representan un resto alquilo C_1-C_{18} lineal o ramificado y x representa los números 3 a 12,
se rompen (se desvulcanizan) en un tiempo de 20 a 60 minutos a temperaturas de al menos 140 °C, en donde la proporción del polisulfuro de dialquilo asciende a del 1,5 al 4 % en peso, con respecto a caucho vulcanizado, y el caucho desvulcanizado se añade a continuación mediante mezclado al bitumen.

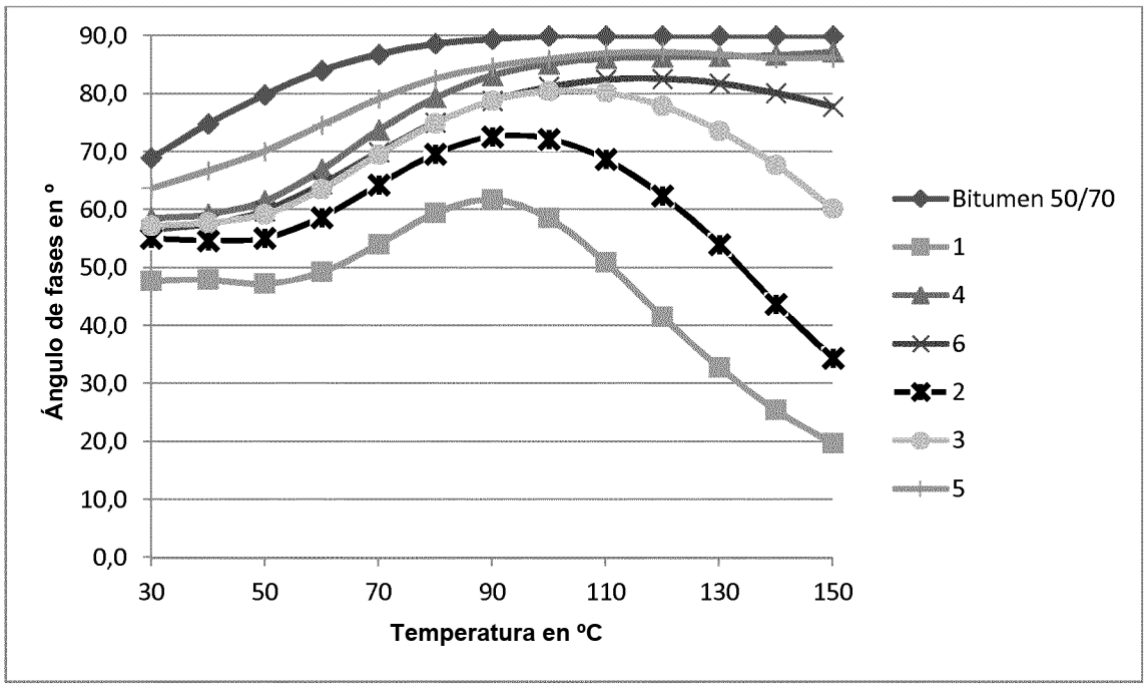
2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado por que** se usa el polisulfuro de dialquilo junto con aceite, preferentemente aceite mineral.

3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado por que** la ruptura de los puentes de sulfuro y/o la adición mediante mezclado al bitumen se realiza con solicitación mecánica.

4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por que** se usa como polisulfuro de dialquilo pentasulfuro de dioctilo o tetrasulfuro de dioctilo ramificado.

5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado por que** el tiempo para la desvulcanización asciende a 30-50 min, preferentemente a 35-45 min.

Fig. 1:


90,0
80,0
70,0
60,0
50,0
40,0
30,0
20,0
10,0
0,0
Ángulo de fases en °
30
50
70
90
110
130
150
Temperatura en ºC
Bitumen 50/70
1
4
6
2
3
5