(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 743 744**

(51) Int. CI.:

C08L 95/00	(2006.01)
C08L 17/00	(2006.01)
C08J 11/04	(2006.01)
D06N 5/00	(2006.01)
D06N 7/00	(2006.01)
E04D 5/10	(2006.01)
E04D 11/02	(2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.08.2015 E 15180377 (2)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.05.2019 EP 2987821**

(54) Título: **Composición de betún que comprende un material de caucho de desecho degradado**

(30) Prioridad:

20.08.2014 EP 14181683

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
20.02.2020

(73) Titular/es:

VEDAG GMBH (100.0%)
Geisfelder Strasse 85-91
96050 Bamberg, DE

(72) Inventor/es:

MERTEN, THOMAS;
HÖRNIG, ANDREAS y
GRÖGER, GERD

(74) Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

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

Composición de betún que comprende un material de caucho de desecho degradado

La presente invención se refiere a composiciones de betún que comprenden un material de caucho de desecho degradado, y al uso de tales composiciones de betún.

Las composiciones de betún son productos bien establecidos usados, por ejemplo, en aplicaciones en techumbre, aplicaciones en sótano, construcción de carreteras y construcción de puentes. Con el fin de mejorar las propiedades mecánicas y reológicas de betún, se han desarrollado composiciones de betún modificadas con polímeros que comprenden un elastómero o un plastómero. En este contexto, se han utilizado preferiblemente los copolímero en bloque de estireno-butadieno-estireno (SBS) y copolímero en bloque de estireno-isopreno-estireno (SIS) como elastómeros. Los plastómeros adecuados incluyen polialfaolefinas amorfas, por ejemplo polipropileno atáctico (aPP), copolímeros de polipropileno-polietileno, y terpolímeros de polipropileno-polietileno-polibutileno.

Los copolímeros en bloque de estireno proporcionan varios beneficios técnicos, incluyendo flexibilidad a baja temperatura, buena recuperación elástica, alta durabilidad y excelente resistencia al envejecimiento. Sin embargo, el uso de altas cantidades de copolímeros en bloque de estireno en composiciones de betún hace los correspondientes productos relativamente costosos. Por tanto, existe una necesidad de reducir la cantidad de copolímeros en bloque de estireno en composiciones de betún modificadas con polímeros mientras se mantienen o incluso se mejoran las características favorables del producto logrado mediante la adición de tales polímeros.

Con el fin de resolver este problema, se ha propuesto la sustitución parcial de copolímeros en bloque de estireno por un material de caucho de desecho tal como, por ejemplo, polvo de caucho de neumático. Las composiciones de betún que comprenden un material de caucho de desecho derivado de neumáticos de automóviles se dan a conocer, por ejemplo, en los documentos WO 94/14896 A1, EP 1 873 212 A1, WO 2006/107179 A2, WO 2007/061173 A1, WO 2008/120053 A2, WO 2011/074003 A2 y US 2012/0309872 A1. Sin embargo, la cantidad de material de caucho de desecho que puede usarse en composiciones de betún modificadas con polímeros se limita por los perfiles reológicos y mecánicos complejos que las composiciones de betún modificadas con polímeros deben cumplir durante su vida útil.

Un problema fundamental asociado con el uso de material de caucho de desecho es la alta viscosidad de la composición de betún modificada con polímeros que va a producirse. Es decir, al aumentar la cantidad de material de caucho de desecho en una composición de betún modificada con polímeros, la viscosidad de la composición de betún modificada con polímeros se aumenta de manera significativa. En consecuencia, puesto que no es posible procesar las composiciones de betún modificadas con polímeros que contienen una alta cantidad de material de caucho de desecho, se limita el uso de material de caucho de desecho en composiciones de betún modificadas con polímeros.

No obstante, el material de caucho de desecho sigue siendo un producto industrial que está disponible en grandes cantidades. Por consiguiente, aún se considera atractivo desde una perspectiva económica y ambiental reutilizar material de caucho de desecho, o bien directamente o bien en forma reciclada. Con respecto al material de caucho de desecho reciclado, deben mencionarse los procedimientos de reciclaje mecánicos, termomecánicos y termoquímicos, ejemplos de los que comprenden los dados a conocer en el documento EP 0 887 371 A1, Adhikari *et al.* (Prog. Polim. Sci. 25, 909-948) y Saiwari *et al.* (KGK - Kautschuk, Gummi, Kunststoffe 66(7-8), 20-25).

En particular, se considera atractivo usar cantidades crecientes de material de caucho de desecho en la producción de productos bituminosos, para reducir de ese modo la cantidad de polímeros de agotamiento que demandan energía de producción y recurso de petróleo bruto, relativamente costosos en composiciones de betún modificadas con polímeros, sin afectar de manera negativa las características de rendimiento sofisticadas de las composiciones. Simultáneamente, debe garantizarse que el producto bituminoso todavía tiene viscosidad aceptable, con el fin de permitir el fácil procesamiento del mismo incluso a bajas temperaturas.

El documento WO 2011/138412 A1 da a conocer una composición de betún modificada con caucho que comprende un material de caucho desvulcanizado, en el que el material de caucho desvulcanizado se obtiene desvulcanizando un material de caucho vulcanizado tal como, por ejemplo, caucho de desecho en presencia de al menos un polisulfuro de dialquilo. Para lograr el efecto deseado, los polisulfuros de dialquilo se emplean obligatoriamente en una cantidad del 1 al 30% en peso, y en particular en una cantidad del 5 al 20% en peso, basándose en el peso del material de caucho que va a desvulcanizarse.

El documento WO 2014/044856 A1 da a conocer una composición de betún modificada con caucho que se obtiene mediante (i) mezcla de un material de caucho vulcanizado tal como, por ejemplo, caucho en migajas de neumáticos con betún, en el que la cantidad de betún es menos que la cantidad del material de caucho vulcanizado pero es al menos el 5% en peso de la cantidad total de betún y material de caucho vulcanizado, (ii) calentamiento de dicha mezcla a una temperatura por encima de 200ºC, y (iii) preferiblemente mezcla de la mezcla, en la que al menos las etapas (ii) y (iii) se llevan a cabo en un reactor presurizado tal como, por ejemplo, una prensa extrusora.

Sin embargo, el uso de agentes de desvulcanización químicos tales como los propuestos por el documento WO 2011/138412 A1 es desfavorable por diferentes razones. En particular, las composiciones de betún modificadas con polímeros producidas en presencia de un agente de desvulcanización químico contienen normalmente tanto el agente

de desvulcanización sin reaccionar y subproductos químicos, que no es ni económico ni deseable desde un punto de vista ambiental. A diferencia de esto, el procedimiento dado a conocer en el documento WO 2014/044856 A1 requiere temperaturas relativamente altas de hasta 370ºC, con el fin de permitir la extrusión de la mezcla que va a procesarse.

En vista de lo anterior, el objeto subyacente a la invención era proporcionar una composición de betún en la que la cantidad de elastómero o plastómero se reduce en comparación con las composiciones de betún modificadas con polímeros convencionales, sin afectar de manera negativa las propiedades reológicas y mecánicas de composiciones de betún modificadas con polímeros convencionales. Además, la composición de betún debe tener baja viscosidad incluso a bajas temperaturas y/o a contenido relativamente alto de material de caucho de desecho, debe poder obtenerse a bajo coste, y debe ser esencialmente libre de agentes de desvulcanización químicos. Este objeto se logra mediante una composición de betún tal como se define en la reivindicación 1.

La composición de betún de la invención comprende una base de betún como primer componente obligatorio. La base de betún no se limita particularmente y puede elegirse por un experto en la técnica basándose en los requisitos del producto final. Las bases de betún típicas adecuadas para su uso en la composición de betún de la invención incluyen betún de destilación de diferentes grados de penetración, betún de alto vacío y betún de oxidación, todos de ellos están disponibles comercialmente en una pluralidad de variedades. En este contexto, se hace referencia, por ejemplo, al manual “E. Braun, Bitumen: Anwendungsbezogene Baustoffkunde für Dach-und Bauwerksabdichtungen, Rudolf Müller, Köln, 1987”, así como a las normas DIN EN 12591, DIN EN 13304 y DIN EN 13305.

Como un experto en la técnica entenderá, la cantidad de base de betún comprendida por una composición de betún depende de varios factores, incluyendo el tipo de aplicación y la variedad de betún específico empleada. Sin embargo, en la composición de betún de la invención, la base de betún está contenida en una cantidad del 30 al 85% en peso, basándose en el peso total de la composición de betún. Preferiblemente, la cantidad de base de betún en la composición de betún de la invención es del 40 al 85% en peso, más preferiblemente del 50 al 85% en peso, lo más preferiblemente del 60 al 85% en peso.

La composición de betún de la invención comprende además del 0,5 al 30% en peso, más preferiblemente del 1 al 25% en peso, lo más preferiblemente del 3 al 20% en peso de al menos un elastómero o plastómero, basándose en el peso total de la composición de betún, en la que dicho elastómero o plastómero no es preferiblemente un material de caucho de desecho o un material derivado del mismo. Elastómeros y plastómeros adecuados para su uso en composiciones de betún se describen, por ejemplo, en el manual “E. Braun, Bitumen: Anwendungsbezogene Baustoffkunde für Dach-und Bauwerksabdichtungen, Rudolf Müller, Köln, 1987”, y están disponibles comercialmente de una pluralidad de fabricantes de polímeros conocida por los expertos en la técnica.

Si la composición de betún comprende un elastómero, el elastómero es preferiblemente un copolímero en bloque de estireno radial o lineal. Más preferiblemente, el elastómero se selecciona del grupo que consiste en un copolímero en bloque de estireno-butadieno-estireno (SBS), un copolímero en bloque de estireno-isopreno-estireno (SIS), un copolímero en bloque de estireno-etileno/propileno-estireno (SEPS) y un copolímero en bloque de estireno-etileno/butileno-estireno (SEBS). Lo más preferiblemente, el elastómero es un copolímero en bloque de SBS radial o lineal. En una realización, la composición de betún comprende una combinación de al menos dos elastómeros, por ejemplo una combinación de un copolímero en bloque de SBS lineal y un copolímero en bloque de SBS radial o una combinación de dos copolímeros en bloque de SBS radiales.

Si la composición de betún comprende un plastómero, el plastómero se selecciona preferiblemente del grupo que consiste en una polialfaolefina amorfa, un copolímero de acrilato de etileno-butilo y un copolímero de acetato de etileno-vinilo, con polialfa-olefinas que se prefiere particularmente. Lo más preferiblemente, el plastómero es una polialfaolefina amorfa seleccionada del grupo que consiste en polipropileno atáctico, un copolímero de polipropileno-polietileno y un terpolímero de polipropileno-polietileno-polibutileno. Sin embargo, según la invención el uso de elastómeros se prefiere con respecto al uso de plastómeros.

La composición de betún de la invención comprende además un material de caucho de desecho degradado (es decir parcial o completamente degradado) como un segundo componente obligatorio. Tal como se usa dentro de la presente solicitud, la expresión “material de caucho de desecho degradado” designa un material de caucho de desecho que se ha sometido a condiciones dando como resultado al menos desvulcanización parcial y/o al menos despolimerización parcial del material de caucho de desecho. Materiales de caucho de desecho adecuados para su uso en la presente invención están disponibles comercialmente de una pluralidad de proveedores y preferiblemente incluyen material de caucho de neumático de desechos, es decir materiales de caucho de desecho derivados de neumáticos de automóviles o camiones.

La cantidad de material de caucho de desecho degradado contenido en la composición de betún de la invención es del 1 al 40% en peso, preferiblemente del 1,5 al 30% en peso, más preferiblemente del 2 al 25% en peso, lo más preferiblemente del 2,5 al 20% en peso, basándose en el peso total de la composición de betún. Si la cantidad de material de caucho de desecho degradado es inferior al 1% en peso, la ventaja económica y ambiental resultante de la substitución (parcial) de elastómeros o plastómeros relativamente costosos por el material de caucho de desecho más económico es baja. Por otro lado, si la cantidad de material de caucho de desecho degradado es superior al 40% en peso, la viscosidad de la composición de betún se vuelve muy alta para el procesamiento adicional.

Puesto que la adición de hasta el 40% en peso de material de caucho de desecho sin tratar al betún produciría una composición de betún que tiene una viscosidad no aceptable, la composición de betún de la invención incluye un material de caucho de desecho degradado que tiene un grado de reticulación del 0 al 90%, preferiblemente del 15 al 60%, más preferiblemente del 20 al 50%, lo más preferiblemente del 25 al 45%. Al usar tal material de caucho de desecho degradado, es posible reducir de manera significativa la cantidad de elastómeros o plastómeros contenida en composiciones de betún modificadas con polímeros convencionales sin deteriorar sus propiedades reológicas y mecánicas. Como resultado del mismo, es posible ahorrar recursos naturales y producir simultáneamente composiciones de betún modificadas con polímeros a un coste más bajo.

Puesto que el grado de reticulación del material de caucho de desecho sin tratar que va a degradarse normalmente se desconoce, el grado de reticulación mencionado anteriormente del material de caucho de desecho degradado no es un valor absoluto pero un valor relativo determinado basándose en el material de caucho de desecho sin tratar, con el grado de reticulación del material de caucho de desecho sin tratar que se ajusta al 100%. Tal como se usa en el presente documento, un material de caucho de desecho degradado que tiene un grado de reticulación de, por ejemplo, el 35% significa, por tanto, un material de caucho de desecho en el que el grado de reticulación del material de caucho de desecho sin tratar sometido a degradación se reduce por el 65%.

Con el fin de poder calcular el grado de reticulación del material de caucho de desecho degradado a partir del grado de reticulación del material de caucho de desecho sin tratar, el grado de hinchamiento de tanto el material de caucho de desecho sin tratar como el material de caucho de desecho degradado se determina en una primera etapa. Los métodos para determinar el grado de hinchamiento de materiales poliméricos tales como materiales de caucho de desecho se conocen ampliamente en la técnica, e incluyen especialmente métodos de hinchamiento del disolvente tal como se describe en Hirschl *et al.* (Sol. Energ. Mat. Sol. Cells 116, 203-218) y la norma ASTM D2765.

El material de caucho de desecho degradado se produce mediante un procedimiento de efectuar la desvulcanización y/o la despolimerización termomecánica del material de caucho de desecho que va a degradarse. Es decir, el material de caucho de desecho degradado descrito en el presente documento se produce preferiblemente en ausencia esencial o en ausencia de un agente químico que puede promover la desvulcanización y/o despolimerización del material de caucho de desecho, la expresión “en ausencia esencial o en ausencia de un agente químico que puede promover la desvulcanización y/o despolimerización” significa la presencia de una cantidad de menos del 1% en peso, preferiblemente de menos del 0,01% en peso, lo más preferiblemente del 0% en peso, del agente químico, basándose en el peso del material de caucho de desecho que va a degradarse.

Los ejemplos específicos de agentes químicos que puede promover la desvulcanización y/o despolimerización de material de caucho de desecho incluyen, pero no se limitan a, agua, polisulfuros de dialquilo como aquellos dados a conocer en el documento WO 2011/138412 A1, disulfuro de difenilo tal como se describe en Saiwari *et al.* (KGK - Kautschuk, Gummi, Kunststoffe 66(7-8), 20-25), y agentes de hinchamiento como aquellos mencionados tanto en Saiwari *et al.* (KGK - Kautschuk, Gummi, Kunststoffe 66(7-8), 20-25) y Adhikari *et al.* (Prog. Polim. Sci. 25, 909-948).

Con el fin de garantizar la despolimerización y/o la desvulcanización termomecánica del material de caucho de desecho que va a degradarse, el procedimiento mencionado anteriormente requiere hacer pasar el material de caucho de desecho a través de una prensa extrusora. Una prensa extrusora adecuada para su uso en el procedimiento mencionado anteriormente comprende medios para introducir el material de caucho de desecho en la prensa extrusora (por ejemplo una entrada de inyección), medios para controlar la temperatura del material de caucho de desecho dentro de la prensa extrusora (por ejemplo uno o más medios de calentamiento para el reblandecimiento del material de caucho de desecho), medios para garantizar una alta deformación por cizallamiento dentro de la prensa extrusora (por ejemplo uno o más husillos configurados para un alto cizallamiento), medios para retirar el material de caucho de desecho degradado de la prensa extrusora (por ejemplo una salida de extrusión), y opcionalmente medios para retirar subproductos gaseosos obtenidos en el procedimiento de la prensa extrusora (por ejemplo una o más salidas de gas).

Prensas extrusoras que se dan cuenta de estas características se conocen en la técnica o pueden proporcionarse por los expertos en el campo de la tecnología de prensa extrusora sin cualquier dificultad al adaptar una prensa extrusora conocida basándose en un bajo número de experimentos de rutina. Es decir, la prensa extrusora empleada en el procedimiento mencionado anteriormente no se limita básicamente a un tipo específico de prensa extrusora, e incluye prensas extrusoras de doble husillo, prensas extrusoras de rodillos planetarios, etc. Preferiblemente, sin embargo, el material de caucho de desecho que va a degradarse se introduce en una prensa extrusora de doble husillo, más preferiblemente en una prensa extrusora de doble husillo contrarrotante, o en una prensa extrusora de rodillos planetarios, para realizar de ese modo desvulcanización y/o despolimerización del material de caucho de desecho en ausencia esencial o en ausencia de agentes químicos que tiene el mismo efecto técnico.

En el procedimiento descrito anteriormente, el material de caucho de desecho que va a degradarse puede estar en cualquier forma o tamaño que permite teóricamente la extrusión del mismo. Los ejemplos comprenden polvos, migajas, gránulos y aglomerados, pero no se limitan a eso. Preferiblemente, sin embargo, el material de caucho de desecho sin tratar se proporciona en forma de un polvo, las partículas de ellos normalmente tienen un diámetro promedio de 0,01 a 1,0 mm, preferiblemente de 0,01 a 0,6 mm, lo más preferiblemente de 0,01 a 0,4 mm. Tras la selección del material de caucho de desecho que va a degradarse, se lo introduce en la prensa extrusora.

Entonces, el material de caucho de desecho se hace pasar a través de la prensa extrusora, cuya etapa se lleva a cabo en ausencia esencial o en ausencia de betún, la expresión “en ausencia esencial o en ausencia de betún” significa la presencia de una cantidad de menos del 5% en peso, preferiblemente de menos del 1% en peso, lo más preferiblemente del 0% en peso de betún, basándose en el peso total de betún y el material de caucho de desecho. Además, el material de caucho de desecho se hace pasar a través de la prensa extrusora en ausencia de negro de carbón derivado de material de caucho de no desecho (es decir en ausencia de negro de carbón ya no contenido en el material de caucho de desecho que va a degradarse), y se hace pasar preferiblemente a través de la prensa extrusora en ausencia de cualquier agente químico que puede promover la revulcanización del material de caucho de desecho degradado obtenido del procedimiento de extrusión.

En la prensa extrusora, se somete el material de caucho de desecho a condiciones que, en combinación con la alta deformación por cizallamiento proporcionada por el/los husillo(s), para efectuar la desvulcanización y/o la despolimerización del mismo. Al usar los medios para controlar la temperatura del material de caucho de desecho, la temperatura del material de caucho de desecho dentro de la prensa extrusora se ajusta preferiblemente a un rango de desde 150 hasta 260ºC, más preferiblemente a un rango de desde 180 hasta 240ºC. La presión dentro de la prensa extrusora es habitualmente de desde 1 hasta 50 bares, mientras que la velocidad rotacional del/de los husillo(s) se ajusta preferiblemente a un rango de desde 1 rpm hasta 700 rpm, más preferiblemente a un rango de desde 50 rpm hasta 550 rpm, lo más preferiblemente a un rango de desde 50 rpm hasta 400 rpm. El material de caucho de desecho degradado obtenido por el procedimiento de extrusión se granula normalmente y luego se usa directamente para preparar la composición de betún de la invención.

La composición de betún de la invención comprende además del 0 al 30% en peso, preferiblemente del 1 al 25% en peso, más preferiblemente del 3 al 20% en peso, lo más preferiblemente del 5 al 15% en peso de al menos un aceite, basándose en el peso total de la composición de betún. Si está presente, el aceite funciona en gran medida como un agente plastificante o de reblandecimiento e influye positivamente en la integridad estructural de la composición de betún. Los aceites adecuados para su uso en las composiciones de betún de la invención no se limitan particularmente e incluyen aceites tanto naturales como sintéticos, por ejemplo aceites grasos y aceites minerales. Preferiblemente, el aceite es un aceite mineral derivado de destilación industrial de petróleo crudo, por ejemplo un destilado ligero (fueloil ligero), a destilado medio o un destilado pesado (fueloil pesado).

En otro aspecto, la presente invención se refiere a una composición de betún modificada por la carga que comprende (a) del 25 al <100% en peso, preferiblemente del 30 al 90% en peso, más preferiblemente del 35 al 80% en peso, lo más preferiblemente del 40 al 70% en peso de la composición de betún de la invención, y (b) del >0 al 75% en peso, preferiblemente del 10 al 70% en peso, más preferiblemente del 20 al 65% en peso, lo más preferiblemente del 30 al 60% en peso de al menos una carga, basándose en cada caso en el peso total de la composición de betún modificada por la carga. Las cargas adecuadas para su uso en la composición de betún modificada por la carga de la invención se conocen por los expertos en la técnica y comprenden, por ejemplo, ceniza volátil, pizarra, dolomita y caliza. Según la invención, se prefiere polvo de caliza o dolomita. Puesto que la composición de betún modificada por la carga de la invención proporciona la posibilidad de mezclar hasta el 75% en peso de carga económica, es posible reducir de manera significativa los costes de producción de composiciones de betún convencionales.

La composición de betún y la composición de betún modificada por la carga de la invención pueden usarse para una pluralidad de propósitos, incluyendo la producción de láminas bituminosas, el uso como un compuesto de junta, y el uso como un compuesto sellado en caliente. Los detalles sobre eso, así como las aplicaciones adicionales se describen en el manual “E. Braun, Bitumen: Anwendungsbezogene Baustoffkunde für Dach-und Bauwerksabdichtungen, Rudolf Müller, Köln, 1987”, cuyo manual se incorpora en el presente documento como referencia. Preferiblemente, tanto la composición de betún como la composición de betún modificada por la carga de la invención se emplean en aplicaciones en techumbre, aplicaciones en sótano, aplicaciones en construcciones de carreteras y construcción de puentes, con aplicaciones en techumbre que se prefiere especialmente.

Se da a conocer adicionalmente un procedimiento para preparar un material de caucho de desecho degradado, que comprende las etapas de: (a) proporcionar un material de caucho de desecho; y (b) hacer pasar el material de caucho de desecho, en ausencia de negro de carbón derivado de material de caucho de no desecho, en ausencia esencial o en ausencia de betún, y en ausencia esencial o en ausencia de un agente químico que puede promover la desvulcanización y/o la despolimerización del material de caucho de desecho, a través de una prensa extrusora en condiciones de efectuar despolimerización y/o desvulcanización termomecánica del material de caucho de desecho.

Adicionalmente se da a conocer un material de caucho de desecho degradado que puede obtenerse mediante el procedimiento mencionado anteriormente.

En cuanto a cualquier realización preferida tanto del procedimiento como el material de caucho de desecho degradado dados a conocer en el presente documento, se refiere explícitamente a las realizaciones preferidas descritas en conexión con la composición de betún de la invención. Por principio, los porcentajes en peso de todos los componentes contenidos en o bien la composición de betún o bien la composición de betún modificada por la carga de la invención en cada caso añadido a un total de 100.

Se pretende ilustrar adicionalmente la invención mediante los siguientes ejemplos.

Ejemplos

Con el fin de caracterizar los productos descritos en la presente solicitud mediante parámetros físicos concretos, se han determinado el grado de reticulación, la viscosidad, el punto de reblandecimiento, la penetración de la aguja, y la flexibilidad a baja temperatura usando los siguientes métodos.

Se determinó el grado de reticulación del material de caucho de desecho degradado descrito en el presente documento basándose en su comportamiento de hinchamiento en xileno. Para este fin, se añadieron 3 g del material de caucho de desecho degradado a 100 ml de xileno, y se dejó que la muestra reposara durante 3 días a temperatura ambiente. Después de eso, se retiró la muestra hinchada del xileno, se pesó, se secó durante 24 horas a 80ºC, y se pesó una última vez, para determinar de ese modo la cantidad de xileno tomada por el material de caucho de desecho degradado. De manera similar, se añadieron 3 g de material de caucho de desecho sin tratar a 100 ml de xileno, y se dejó que la muestra reposara durante 3 días a temperatura ambiente. Después de eso, se retiró la muestra hinchada del xileno, se pesó, se secó durante 24 horas a 80ºC, y se pesó una última vez, para determinar de ese modo la cantidad de xileno tomada por el material de caucho de desecho sin tratar subyacente al material de caucho de desecho degradado.

A partir de estos datos, se calculó el grado de hinchamiento tanto para el material de caucho de desecho degradado (DSdr) como el material de caucho de desecho sin tratar (DS_{ur}). Basándose en los dos valores calculados y un supuesto grado de reticulación del material de caucho de desecho sin tratar (DC_{ur}) del 100%, se determinó el grado de reticulación del material de caucho de desecho degradado (DC_{dr}) como un valor relativo según la ecuación: $DC_{dr} = [DS_{ur} / DS_{dr}] \times 100\%$.

Se determinó la viscosidad de las composiciones de betún descritas en el presente documento usando un reómetro placa-placa HAAKE RheoStress®6000 (Thermo Scientific) incluyendo una unidad de control UTMC. Se calentaron las muestras (ancho: 25 mm; longitud: 25 mm; altura: 3 mm) usando un módulo de temperatura de Peltier TM-EP-P (Thermo Scientific) y un módulo de temperatura eléctrico TM-EL-H (Thermo Scientific). Se empleó un termostato AC200 A28 (Thermo Scientific) como un elemento de enfriamiento. Para llevar a cabo la medición, se usó el software "RheoWin Job Manager". Se llevó a cabo el análisis de los datos usando el software "RheoWin Data Manager".

Para determinar la viscosidad, se calentó previamente la geometría de medición del reómetro placa-placa (placa inferior: TMP20; placa superior: P20 CS L) a una temperatura de 170ºC durante 600 s. Luego, se introdujo una muestra de la composición que va a examinarse en la geometría de medición del reómetro placa-placa y se calentó hasta 170ºC durante 600 s. Después de eso, se aumentó la temperatura de la muestra desde 170ºC hasta 195ºC en el plazo de 2000 s usando una velocidad de cizallamiento constante de 14,1 segundos^{-1}, y se calculó la viscosidad de la muestra a 185ºC a partir de los datos experimentales obtenidos de ese modo.

Se determinó el punto de reblandecimiento (temperatura de anillo y bola) de las composiciones de betún descritas en el presente documento según la norma DIN EN 1427.

Se determinó la penetración de la aguja a 25ºC y 50ºC de las composiciones de betún descritas en el presente documento según la norma DIN EN 1426.

Se determinó la flexibilidad a baja temperatura (temperatura de flexión en frío) de las composiciones de betún descritas en el presente documento según la norma DIN EN 1109.

Ejemplo 1: Preparación de material de caucho de desecho degradado

Para preparar un material de caucho de desecho degradado que tiene un grado de reticulación del 0 al 90%, se introdujo un material de caucho de neumático de desecho que tenía un tamaño de partícula promedio de 0,3 mm (Ecorr RNM45; Spreelast GmbH) en una prensa extrusora de doble husillo contrarrotante. La prensa extrusora de doble husillo contrarrotante tenía una razón de longitud frente a diámetro (L/D) de 56, y estaba equipada con una entrada de inyección para introducir el material de caucho de neumático de desecho, un sistema de calentamiento para controlar la temperatura del material de caucho de neumático de desecho dentro de la prensa extrusora, una salida de gas para retirar subproductos gaseosos de la prensa extrusora, y una salida de extrusión para retirar el material de caucho de desecho degradado de la prensa extrusora. Se configuraron los husillos de la prensa extrusora de doble husillo contrarrotante para un alto cizallamiento.

En ausencia de betún y un agente químico que puede promover la desvulcanización y/o la despolimerización del material de caucho de neumático de desecho, posteriormente se calentó el material de caucho de neumático de desecho hasta una temperatura de 228ºC usando el sistema de calentamiento de la prensa extrusora, y se hizo pasar a través de la prensa extrusora de doble husillo contrarrotante a una velocidad de husillo de 107 rpm y un rendimiento de 40 kg/h. Al usar una combinación de temperatura creciente y alto cizallamiento, se logró despolimerización y/o desvulcanización termomecánica del material de caucho de neumático de desecho. El producto obtenido de la prensa extrusora de doble husillo contrarrotante fue un material de caucho de neumático de desecho degradado que tenía un grado de reticulación del 34%, tal como se determina por el método descrito anteriormente en el presente documento.

Ejemplo 2: Preparación de composición de betún adecuada para su uso como autoadhesivo en frío

Para preparar composiciones de betún adecuadas para su uso como un autoadhesivo en frío, se mezclaron betún (ALTEK® 160/220 R; Total Deutschland GmbH), dos tipos de copolímeros en bloque de SBS radiales (KRATON® D1184 AT y KRATON® D1118 ET; Kraton Polymers Inc.), polvo de caucho de neumático de desecho (Ecorr RNM45; Spreelast GmbH) o el material de caucho de desecho degradado obtenido en el ejemplo 1 y aceite (Fluxöl; Avista Oil AG) en las cantidades [% en peso] especificadas en la tabla 1, proporcionando las composiciones de betún 1 y 2.

Tabla 1

	Composición de betún 1*	Composición de betún 2
Betún	73,5	69
Copolímero en bloque de SBS radial (KRATON® D1184 AT)	5,5	5
Copolímero en bloque de SBS radial (KRATON® 1118 ET)	10	9
Caucho de desecho	4	---
Material de caucho de desecho degradado	---	8
Aceite	7	9
* Ejemplo comparativo		

Tras la producción, se evaluaron las composiciones de betún 1 y 2 para su viscosidad, temperatura de anillo y bola, penetración de la aguja a 25ºC, y temperatura de flexión en frío, usando los métodos descritos anteriormente en el presente documento. Se muestran los resultados en la tabla 2.

Tabla 2

	Composición de betún 1*	Composición de betún 2
Viscosidad a 185ºC [Pa s]	5,2	5,8
Temperatura de anillo y bola [ºC]	123	116
Penetración de la aguja a 25ºC [1/10 mm]	96	105
Temperatura de flexión en frío [ºC]	-38	-40
* Ejemplo comparativo		

Ejemplo 3: Preparación de composición de betún modificada por la carga para su uso a temperaturas ≤ -25ºC

Para preparar las composiciones de betún modificadas por la carga adecuadas para su uso a temperaturas de ≤ -25ºC, betún (ALTER® 160/220 R; Total Deutschland GmbH), se mezclaron copolímero en bloque de SBS radial (KRATON® D1184 AT; Kraton Polymers Inc.), copolímero en bloque de SBS lineal (KRATON® D1101 AT; Kraton Polymers Inc.), polvo de caucho de neumático de desecho (Ecorr RNM45; Spreelast GmbH) o el material de caucho de desecho degradado obtenido en el ejemplo 1 y aceite (Fluxöl; Avista Aceite AG) en las cantidades [% en peso] especificadas en la tabla 3, proporcionando las composiciones de betún 3 a 5.

Tabla 3

	Composición de betún 3*	Composición de betún 4	Composición de betún 5
Betún	73	73	65
Copolímero en bloque de SBS radial	2,1	2,1	---
Copolímero en bloque de SBS lineal	8,4	8,4	5,5
Material de caucho de desecho	9,2		---
Material de caucho de desecho degradado	---	9,2	20,5
Aceite	7,3	7,3	9
* Ejemplo comparativo			

Tras la producción, se mezclaron las composiciones de betún 3 a 5 con polvo de caliza que tenía un tamaño de partícula de 1 a 90 µm (K 87; Steinwerke Kaider Neupert-Kalk KG) a una razón en peso de 45:55, proporcionando composiciones de betún modificadas por la carga (FM) 1 a 3. Luego, se evaluaron las composiciones de betún modificadas por la carga 1 a 3 para su viscosidad, temperatura de anillo y bola, penetración de la aguja a 25ºC, penetración de la aguja a 50ºC, y temperatura de flexión en frío, usando los métodos descritos anteriormente en el presente documento. Se muestran los resultados en la tabla 4.

Tabla 4

	Composición de betún FM 1*	Composición de betún FM 2	Composición de betún FM 3
Viscosidad a 185ºC [Pa s]	16,3	12,2	12,3
Temperatura de anillo y bola [ºC]	116	118	109
Penetración de la aguja a 25ºC [1/10 mm]	55	47	66
Penetración de la aguja a 50ºC [1/10 mm]	119	101	154
Temperatura de flexión en frío [ºC]	-32	-30	-26
* Ejemplo comparativo			

Ejemplo 4: Preparación de composición de betún modificada por la carga para su uso a temperaturas ≤ -30ºC

Para preparar composiciones de betún modificadas por la carga adecuadas para su uso a temperaturas de ≤ -30ºC, se mezclaron betún (ALTER® 160/220 R; Total Deutschland GmbH), copolímero en bloque de SBS radial (KRATON® D1184 AT; Kraton Polymers Inc.), copolímero en bloque de SBS lineal (KRATON® D1101 AT; Kraton Polymers Inc.), polvo de caucho de neumático de desecho (Ecorr RNM45; Spreelast GmbH) o el material de caucho de desecho degradado obtenido en el ejemplo 1 y aceite (Fluxöl; Avista Aceite AG) en las cantidades [% en peso] especificadas en la tabla 5, proporcionando las composiciones de betún 6 a 8.

Tabla 5

	Composición de betún 6*	Composición de betún 7	Composición de betún 8
Betún	80,25	80,25	68
Copolímero en bloque de SBS radial	8,94	8,94	4,5
Copolímero en bloque de SBS lineal	3,75	3,75	4,5
Caucho de desecho	3,08	---	---
Material de caucho de desecho degradado	---	3,08	15
Aceite	3,98	3,98	8
* Ejemplo comparativo			

Tras la producción, se mezclaron las composiciones de betún 6 y 7 con polvo de caliza que tenía un tamaño de partícula de 1 a 90 µm (K 87; Steinwerke Kaider Neupert-Kalk KG) a una razón en peso de 65:35, proporcionando las composiciones de betún modificadas por la carga (FM) 4 y 5. De manera similar, se mezcló la composición de betún 8 con la carga a una razón en peso de 55:45, proporcionando la composición de betún modificada por la carga 6. Luego, se evaluaron las composiciones de betún modificadas por la carga 4 a 6 para su viscosidad, temperatura de anillo y bola, penetración de la aguja a 25ºC, penetración de la aguja a 50ºC, y temperatura de flexión en frío, usando los métodos descritos anteriormente en el presente documento. Se muestran los resultados en la tabla 6.

Tabla 6

	Composición de betún FM 4*	Composición de betún FM 5	Composición de betún FM 6
Viscosidad a 185ºC [Pa s]	11,8	10,4	14,5
Temperatura de anillo y bola [ºC]	130	127	120
Penetración de la aguja a 25ºC [1/10 mm]	53	53	60
Penetración de la aguja a 50ºC [1/10 mm]	98	94	124
Temperatura de flexión en frío [ºC]	-28	-32	-32
* Ejemplo comparativo			

Ejemplo 5: Preparación de composición de betún modificada por la carga para su uso a temperaturas ≤ -35ºC

Para preparar las composiciones de betún modificadas por la carga adecuadas para su uso a temperaturas de ≤ -35ºC, se mezclaron betún (ALTEK® 160/220 R; Total Deutschland GmbH), copolímero en bloque de SBS radial (KRATON® D1184 AT; Kraton Polymers Inc.), copolímero en bloque de SBS lineal (KRATON® D1101 AT; Kraton Polymers Inc.), polvo de caucho de neumático de desecho (Ecorr RNM45; Spreelast GmbH) o el material de caucho de desecho degradado obtenido en el ejemplo 1 y aceite (Fluxöl; Avista Aceite AG) en las cantidades [% en peso] especificadas en la tabla 7, proporcionando las composiciones de betún 9 a 11.

Tabla 7

	Composición de betún 9*	Composición de betún 10	Composición de betún 11
Betún	69,99	69,99	68
Copolímero en bloque de SBS radial	4,3	4,3	5,5
Copolímero en bloque de SBS lineal	13,2	13,2	5,5
Caucho de desecho	6	---	---
Material de caucho de desecho degradado	---	6	13
Aceite	6,51	6,51	8
* Ejemplo comparativo			

Tras la producción, se mezclaron las composiciones de betún 9 y 10 con polvo de caliza que tenía un tamaño de partícula de 1 a 90 µm (K 87; Steinwerke Kaider Neupert-Kalk KG) a una razón en peso de 65:35, proporcionando las composiciones de betún modificadas por la carga (FM) 7 y 8. De manera similar, se mezcló la composición de betún 11 con la carga a una razón en peso de 60:40, proporcionando la composición de betún modificada por la carga 9. Luego, se evaluaron las composiciones de betún modificadas por la carga 7 a 9 para su viscosidad, temperatura de anillo y bola, penetración de la aguja a 25ºC, penetración de la aguja a 50ºC, y temperatura de flexión en frío, usando los métodos descritos anteriormente en el presente documento. Se muestran los resultados en la tabla 8.

Tabla 8

	Composición de betún FM 7*	Composición de betún FM 8	Composición de betún FM 9
Viscosidad a 185ºC [Pa s]	22	20,3	17,1
Temperatura de anillo y bola [ºC]	130	127	123
Penetración de la aguja a 25ºC [1/10 mm]	48	45	58
Penetración de la aguja a 50ºC [1/10 mm]	96	81	110
Temperatura de flexión en frío [ºC]	-40	-40	-36
* Ejemplo comparativo			

REIVINDICACIONES

1. Composición de betún, que comprende los siguientes componentes:

(a) del 30 al 85% en peso de una base de betún;

(b) del 0,5 al 30% en peso de al menos un elastómero o plastómero;

(c) del 1 al 40% en peso de un material de caucho de desecho degradado que tiene un grado de reticulación del 0 al 90%, tal como se determina según el método dado a conocer en la descripción; y

(d) del 0 al 30% en peso de al menos un aceite,

en el que el material de caucho de desecho degradado se obtiene mediante:

(i) proporcionar un material de caucho de desecho; y

(ii) hacer pasar el material de caucho de desecho a través de una prensa extrusora en condiciones de efectuar la despolimerización y/o la desvulcanización termomecánica del material de caucho de desecho.

2. Composición de betún según la reivindicación 1, que comprende del 1 al 25% en peso del al menos un elastómero o plastómero, y/o que comprende del 3 al 20% en peso del al menos un aceite.

3. Composición de betún según las reivindicaciones 1 ó 2, en la que el elastómero, si está presente, es un copolímero en bloque de estireno-butadieno-estireno, un copolímero en bloque de estireno-isopreno-estireno, un copolímero en bloque de estireno-etileno/propileno-estireno, o un copolímero en bloque de estireno-etileno/butileno-estireno.

4. Composición de betún según la reivindicación 1 ó 2, en la que el plastómero, si está presente, es una polialfaolefina amorfa, un copolímero de acrilato de etileno-butilo, o un copolímero de acetato de etileno-vinilo.

5. Composición de betún según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en la que el material de caucho de desecho degradado tiene un grado de reticulación del 15 al 60%.

6. Composición de betún según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en la que el material de caucho de desecho se hace pasar a través de la prensa extrusora en ausencia de negro de carbón derivado de material de caucho de no desecho, en ausencia esencial o en ausencia de betún, y en ausencia esencial o en ausencia de un agente químico que puede promover la desvulcanización y/o la despolimerización del material de caucho de desecho.

7. Composición de betún según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en la que la temperatura dentro de la prensa extrusora está en el rango de desde 150 hasta 260ºC, y en particular está en el rango de desde 180 hasta 240ºC.

8. Composición de betún según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en la que la prensa extrusora es una prensa extrusora de doble tornillo, y en particular es una prensa extrusora de doble tornillo contrarrotatoria.

9. Composición de betún según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en la que el material de caucho de desecho es un material de caucho de neumático de desecho.

10. Composición de betún modificada por la carga, que comprende los siguientes componentes:

(a) del 25 al <100% en peso de la composición de betún según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9; y

(b) del >0 al 75% en peso de una carga.

11. Composición de betún modificada por la carga según la reivindicación 10, en la que la carga es polvo de caliza o dolomita.

12. Lámina bituminosa, que comprende una composición de betún según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, o una composición de betún modificada por la carga según la reivindicación 10 ó 11.

13. Uso de la composición de betún según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, o de la composición de betún modificada por la carga según la reivindicación 10 ó 11 como un compuesto de junta o como un compuesto sellado en caliente, particularmente en aplicaciones en techado, aplicaciones en sótano, aplicaciones en construcciones de carreteras o aplicaciones en construcción de puentes.