

1938



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO**

**FACULTAD DE QUIMICA**

**DESARROLLO DEL SISTEMA OPTIMO DE  
ACELERACION EN UNA FORMULACION  
PARA EMPAQUE A BASE DE HULE  
NITRILO**

**T E S I S**

**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:  
INGENIERO QUIMICO  
P R E S E N T A:**

**FLORA AYDE GUZMAN SANTILLAN**



**MEXICO, D. F.**

**EXAMENES PROFESIONALES  
FAC. DE QUIMICA**

**1987.**



Universidad Nacional  
Autónoma de México



## **UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso**

### **DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

# C O N T E N I D O

## INTRODUCCION

### 1.0 HULE NITRILO

- 1.1 Obtención y tipos
- 1.2 Propiedades generales
- 1.3 Usos
- 1.4 Características de procesamiento
- 1.5 Costo

### 2.0 FORMULACION

- 2.1 Bases
- 2.2 Elastómeros
- 2.3 Cargas
- 2.4 Ayudas de proceso
- 2.5 Activadores y retardadores
- 2.6 Sistemas de vulcanización
- 2.7 Antidegradantes y agentes diversos

### 3.0 ACELERADORES

- 3.1 Desarrollo histórico
- 3.2 Aceleradores orgánicos
- 3.3 Clasificación
- 3.4 Ditiocarbamatos
- 3.5 Aceleradores de Xantatos
- 3.6 Tiuramios

## **4.0 PARTE EXPERIMENTAL**

- 4.1 Metodología**
- 4.2 Sistemas de aceleración**
- 4.3 Mezclado de compuestos**
- 4.4 Pruebas físicas de control**
- 4.5 Compuestos crudos**
- 4.6 Vulcanizados**

## **5.0 RESULTADOS Y CALCULOS**

- 5.1 Geometría**
- 5.2 Quemado**
- 5.3 Viscosidad Mooney**
- 5.4 Pruebas de estiramiento**
- 5.5 Resistencia al desgarro**
- 5.6 Gravedad específica**
- 5.7 Cambio en volumen y masa**
- 5.8 Prueba de Ozono**
- 5.9 Dureza**
- 5.10 Deformación por compresión**
- 5.11 Resumen y análisis**

## **6.0 CONCLUSIONES**

## **BIBLIOGRAFIA**



## I N T R O D U C C I O N

Desde los primeros trabajos con hule sintético se intentó disminuir los tiempos tan largos de vulcanización que necesitan los hules si se utiliza solamente azufre, además de esto los vulcanizados que se obtienen son fácilmente oxidables.

En los primeros estudios realizados para intentar disminuir los tiempos largos y las temperaturas altas de vulcanización se usaron algunas sustancias inorgánicas tales como los óxidos de los metales: calcio, magnesio y plomo. Charles Goodyear utilizó el Carbonato de Plomo, estos aceleradores inorgánicos fueron posteriormente substituidos por compuestos orgánicos.

En la actualidad el uso de aceleradores orgánicos para llevar a cabo una vulcanización óptima, es indispensable, tratase de hule natural o sintético.

Los objetivos del presente trabajo son:

- Desarrollar el sistema óptimo de aceleración para la formulación a base de hule nitrilo.
- Observar el comportamiento de diferentes sistemas de aceleración.
- Proponer alternativas para fines de reducción de costos, aplicables en la manufactura de empaques a base de este elastómero.

## **1.0 NULE NITRILIO**

- 1.1 OBTENCION Y TIPOS**
- 1.2 PROPIEDADES GENERALES**
- 1.3 USOS**
- 1.4 CARACTERISTICAS DE PROCESAMIENTO**
- 1.5 COSTO**

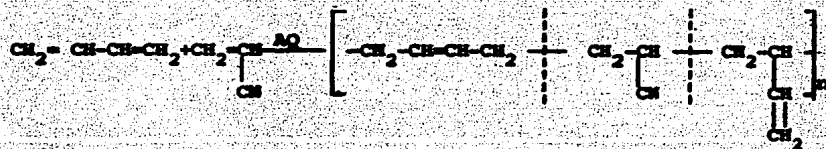
## HULE NITRIL

### 1.1. OBTENCIÓN Y TIPOS

Se conoce con el nombre de Hule Nitrilo (NBR) al copolímero de acrilonitrilo-butadieno, este hule desarrollado en Alemania cinco años antes de la segunda Guerra Mundial y en Norteamérica se desarrolló posteriormente, ofrece como principal característica su gran resistencia a gasolinas, aceites y calor que lo han colocado dentro del mercado como un elastómero de gran demanda para dichos usos en particular.

Los nitrilos se obtienen por copolimerización al asar de acrilonitrilo y butadieno vía radicales libres.

La reacción que se lleva a cabo es la siguiente:



1,4-butadieno    acrilonitrilo    1,2 butadieno

62%

34%

4%

El proceso de polimerización más usado en la obtención de hules NBR es el de emulsión.

Una formulación típica (partes por peso) para la polimerización en emulsión es:

BUTADIENO	67.00
ACRILONITRILLO	33.00
AGUA	200.00
EMULSIFICANTE	3.50
MODIFICADOR	0.50
CATALIZADOR	0.10
ACTIVADOR	0.05
FINALIZADOR	0.10
ESTABILIZADOR	1.55

**EN TERMINOS GENERALES EL PROCESO DE OBTENCION DEL HULE NITRILLO CONSISTE:**

1. Los monómeros se emulsionan en agua con emulsificante y agitan a temperatura constante.
2. Un catalizador y el activador son adicionados para generar radicales libres e iniciar la reacción además se agrega el modificador para controlar el grado de conversión y peso molecular del polímero.
3. Adición de un finalizador para inactivar al catalizador cuando los monómeros han copolimerizado.
4. Los monómeros residuales son removidos de la emulsión para desgasificado y destilación al vacío para ser recuperados.
5. Adición al producto de látex de un estabilizador o antioxidante para proteger al polímero durante los periodos de secado y almacenamiento.

6. La emulsión se coagula mezclándola con solución acuosa de una sal inorgánica; el polímero se aglomera en pequeños grumos.
7. Los materiales solubles en agua son removidos de los grumos por lavados con agua.
8. Los grumos son secado en aire caliente y compactados en formas de pacas.
9. Las pacas son protegidas y empacadas para posteriormente distribuir las a los usuarios.

Existen varios grados de hule nitrilo NBR dependiendo de su contenido de acrilonitrilo.

<u>GRADOS NBR</u>	<u>CONTENIDO ACM</u>
BAJO ACM	18%
BAJO MEDIO ACM	26% - 29%
ALTO MEDIO ACM	31% - 35%
ALTO ACM	38% - 42%
MUY ALTO ACM	45% - 50%

Los diferentes grados de resistencia al aceite dependen del contenido de acrilonitrilo que contempla proporciones en el rango de 18% a 50%. En México se producen los grados de contenido alto con dos niveles de viscosidad: N-3447, N-3483 y N-3883.

En cada caso, los dos primeros dígitos indican el contenido de acrilonitrilo en porcentaje y la cifra siguiente - el valor típico de la viscosidad - Mooney tal como se aprecia

en la tabla de sus propiedades generales.

## 1.2 PROPIEDADES GENERALES:

Tipos de MBR producidos por Humex:

	<u>N-3447</u>	<u>N-3483</u>	<u>N-3883</u>
Contenido de ACN	34	34	38
Viscosidad Mooney			
ML 1 + 4 a 100°C	47	83	83
Contenido total de cenizas (%)	0.5	0.5	0.5
Material volátil (%)	0.2	0.2	0.1
Gravedad específica	0.98	0.98	0.98
Carácter manchante	NO	NO	NO

### HUMEX N-3447

Copolímero de acrilonitrilo butadieno que contiene 34 por ciento de acrilonitrilo polimerizado en frío por emulsión. Se caracteriza por su baja viscosidad Mooney la cual hace que se facilite su procesamiento, obteniéndose compuestos no manchantes y resistentes al aceite y gasolinas.

### HUMEX N-3483

Es un copolímero de ACN (34%) y butadieno con viscosidad Mooney alta (83), por el estabilizador usado son no manchantes.

### HUMEX N-3883

Poli (butadieno - Co - acrilonitrilo) con 38% de ACN y alta viscosidad Mooney (83) polimerizado en frío.

no manchante, mayor dureza, procesamiento intermedio.

### 1.2.1 RESISTENCIA A GASOLINAS Y ACEITES.

La resistencia a gasolinas y aceites se puede definir como la habilidad que tiene un material vulcanizado de reter sus propiedades físicas originales como son: módulo, - tensión a la ruptura, resistencia a la abrasión, una vez que han sido sometidos a la acción de los hidrocarburos menciona dos. Los hules nitrilo poseen buena resistencia a gasolinas y aceites en un rango muy amplio de temperatura, estas propiedades se las proporciona el contenido de acrilonitrilo. - Si aumenta el contenido de acrilonitrilo automáticamente se tiene un incremento de la densidad, procesabilidad, veloci- dad de curado, mejor compatibilidad con polímeros polares y como se mencionó antes tienen una buena resistencia a gasoli nas y aceites. En cambio la resiliencia flexibilidad a ba- jas temperaturas, solubilidad en aromáticos, compatibilidad con plastificantes, se ven reducidos. La resistencia al hin chamiento en contacto de gasolinas y aceites no solamente lo determina el conterido de acrilonitrilo, sino también son - factores importantes, el estado de vulcanización, la homoge- neidad del polímero, el tipo de ablandador usado, esta resis tencia se debe a la polaridad del hule nitrilo.

### 1.2.2 SOLUBILIDAD

Los parámetros de solubilidad del hule nitrilo varían de 9.0 a 10.5 para los contenidos de acrilonitrilo de 20 a - 45%. Los hules nitrilo contienen el monómero polar acriloni trilo y por ello tienden a disolverse en líquidos de polari- dad similar. La solubilidad de los dos materiales es máxíma cuando tienen la misma densidad de energía coherente o el -

parametro de solubilidad es igual a la raíz cuadrada de la densidad de energía coherente, los parametros de solubilidad varían directamente con el contenido de constituyente polar. La máxima solubilidad se obtiene seleccionando un solvente o bien una mezcla de dos o más solventes con un parametro de solubilidad igual al del hule nitrilo.

El contenido de acrilonitrilo en el polímero se ve reflejado en la variación de propiedades del compuesto, de la siguiente manera:

Se incrementa o mejoran, conforme el contenido aumenta:

- Resistencia al:
  - Desgarra
  - Aceites y gasolinas
  - Calor
- Procesabilidad
- Velocidad de curado
- Compatibilidad con polímeros polares
- Tensión a la ruptura
- Dureza
- Abrasión
- Impermeabilidad de gases

Se reducen o deterioran conforme al contenido aumenta:

- Resiliencia
- Flexibilidad a bajas temperaturas



- **Permeabilidad**
- **Compatibilidad con plastificantes del tipo aromático o nafténico**
- **Solubilidad en aromáticos**

La resistencia que tienen los hules NBR a los aceites esta determinada fundamentalmente por dos efectos:

**Primero - La proporción de acrilonitrilo en el copolimero.**

**Segundo - La naturaleza química del solvente o aceite.**

### 1.2.3 RELACION CON LA VISCOSIDAD MOONEY

La viscosidad Mooney es una propiedad muy importante, ya que esta directamente relacionada con la procesabilidad, un aumento en la viscosidad representa una mayor dificultad del manejo del hule, así como una disminución de aceptación del plastificante y una mayor aceptación de cargas reforzantes. En cuanto a la tensión y elongación, estas se incrementan:

#### 1.2.4 COMPATIBILIDAD CON OTROS POLIMEROS

La versatilidad que tienen los nitrilos permite elaborar mezclas con otros elastómeros con el objeto de:

1. Proporcionar a otros elastómeros resistencia a los aceites.
2. Mejorar su resistencia contra el ozono y el intemperismo.
3. Obtener una mejor procesabilidad del compuesto.
4. Reducir el costo del compuesto.
5. Ajustar las propiedades para usos específicos.

Los elastómeros con los que más frecuentemente se elaboran mezclas con NBR son:

##### HULE NATURAL:

En compuestos de acrilonitrilo que contengan de 10 a 15 PCH de hule natural, se obtienen las siguientes:

##### VENTAJAS

- Reduce los costos.
- Se obtienen mejores propiedades a baja temperatura.
- Se incrementa la adhesividad.
- Mejora la resiliencia.
- PCH (partes por cien de hule).

##### DESVENTAJAS

- Se reduce la resistencia a los aceites.
- Se reduce la resistencia a la oxidación.

**SBR:**

El SBR combinado en una proporción mayor al 40% con hule nitrilo presenta:

**V E N T A J A S**

- Reduce el costo del compuesto.
- Se obtienen mejores propiedades a bajas temperaturas.

**D E S V E N T A J A S**

- Se reduce la resistencia a los aceites.

**PVC:**

El NBR en relación de NBR/PVC de 70/30 a 40/60, actúa como plastificante no migratorio obteniéndose los siguientes beneficios:

- Extrusión y calandreado más rápido con acabados más tersos.
- Resistencia a la flama.
- Mayor resistencia:
  - Al Ozono.
  - Al intemperismo.
  - A la abrasión y al desgarra.
  - A aceites y gasolinas.
- Menor costo por mayor aceptación de cargas.

## **EPDM:**

Combinando EPDM en una proporción de 40% en compuestos de NBR, se:

- Mejora la resistencia al Ozono e intemperismo
- Logran adicionar mayores niveles de cargas.
- Disminuye en costos.

### **1.3 USOS**

La resistencia que tienen los hules nitrilo al aceite y gasolinas junto con su resistencia al calor, lo hacen un elastómero de gran demanda, a pesar de que su costo es más elevado que el de los hules sintéticos en general. Estas propiedades han permitido diversificar su aplicación en áreas tan especializadas como, empaques y sellos, mangueras, recubrimientos de cables y rodillos, bandas, suelas y tacos, ordeñadores mecánicos, cañuela, lonas ahuladas, artíficos mecánicos y recubrimientos en general, cuyas condiciones de operación son afectadas por gasolina, aceites y sus derivados o que requieren alta resistencia al desgaste.

### **1.4 CARACTERISTICAS DE PROCESAMIENTO**

#### **1.4.1 MEZCLADO.**

Los hules nitrilo o NBR pueden ser procesados en los equipos convencionales de mezclado de hule por

alguno de los siguientes métodos:

#### **MEZCLADO INTERNO:**

El mezclado se puede llevar a cabo en un Banbury en una sola etapa, aunque no es recomendable debido a la gran cantidad de calor que se genera, lo que puede provocar que el compuesto se prevulcanice.

El procedimiento normalmente utilizado es el de dos etapas a través del cual, además de obtener una buena dispersión, se reduce el peligro de quemado, en el primer paso se añaden todos los componentes incluyendo el Azufre, excepto los aceleradores que se añaden en la segunda etapa. Cuando los compuestos están sumamente cargados, es recomendable utilizar el mezclado inverso, en el cual se mezclan primero las cargas plastificantes, antioxidantes, etc., y al final el polímero. Como en el caso anterior, los aceleradores se incorporan en una segunda etapa del mezclado.

#### **MEZCLADO EN MOLINO:**

Es un procedimiento utilizado cuando los niveles de producción no justifican una inversión mayor & el compuesto tiene tendencia a prevulcanizarse, ya que la temperatura puede ser fácilmente controlada haciendo circular agua por dentro de los rodillos.

#### **1.4.2 ASPECTOS FUNDAMENTALES DE SU FORMULACION**

Con el objeto de obtener la mayor utilidad al hacer uso del NBR, es conveniente mencionar algunos aspectos fundamentales de su formulación.

#### CARGAS:

Los hules nitrilo pueden ser combinados con todo tipo de cargas, ya sea con el objeto de reforzarlos o abaratarlos, siendo la selección de la proporción y -- tipo de carga que se utilice, la que determinará las propiedades finales del compuesto. Dentro de los materiales más utilizados están las cargas minerales como las sílicas, que dan a los compuestos buena resistencia al calor, buenas propiedades de tensión y elongación sacrificando deformación por compresión. Con cargas negras, se obtienen compuestos que alcanzan 22 Mpa de tensión con excelentes propiedades de resistencia al envejecimiento y buenos módulos con baja deformación -- por compresión.

#### PLASTIFICANTES:

La función primaria de un plastificante o de un -- ablandador en una formulación, es promover la incorporación de cargas, el procesamiento y el flujo en el molde, así como disminuir la dureza y el nervio de los compuestos. Uno de los principales factores que afecta la compatibilidad de algunos plastificantes con el hule nitrilo, es el contenido de ACN en el polímero, ya que entre mayor sea éste, menor será la compatibilidad que exista. Los plastificantes más comunes son el dioctilftalato el aceite de soya epoxidado, el dioctil sebacato, dibutilftalato, resinas fenólicas, modificadas y de cumarona indeno; estas dos últimas imparten además adhesividad -- al compuesto.

Dadas las alternativas que existen, los principales factores que deben tomarse en cuenta para la selección adecuada de un plastificante son las siguientes:

- a) Precio.
- b) Características manchantes.
- c) Compatibilidad con el polímero.
- d) Volatilidad.
- e) Facilidad de manejo.
- f) Versatilidad.

#### SISTEMAS DE PROTECCION:

Uno de los obstáculos más frecuentes que se debe vencer al desarrollar un compuesto, es su oxidación por intemperismo, sobre todo en regiones cálidas o bajo condiciones de trabajo - que requieran de temperaturas elevadas.

En el caso de ataque por ozono, el problema es más severo, ya que ésta forma alotrópica del oxígeno es mucho más oxidante.

Ha habido una considerable actividad en el desarrollo de mezclas con otros elastómeros para mejorar la resistencia al ozono.

Dada su estructura química supondríamos que cualquier polímero saturado debería proveer de una buena protección a este hule contra el ozono, pero se ha encontrado que los diversos elastómeros como EPDM, P.V.C., PVC clorado, Copolímeros de acrilonitrilo-butil-acrilato, polietileno, uretanos únicamente el EPDM y el PVC imparten resistencia al ozono.

Este efecto se atribuye a la facilidad que tiene el EPDM de migrar hacia la superficie.

#### ACTIVACION:

El sistema de activación por excelencia es la combinación del óxido de zinc y ácido esteárico por su buen funcionamiento y bajo costo, no obstante se ha visto que se -- obtienen resultados estupendos de resistencia al envejecimiento utilizando óxidos de Cadmio y Magnesio con bajos ni veles de Azufre elemental.

Es conveniente hacer notar la función del dietilen-- glicol y la trietanolamina, ya que promueven la activación dando compuestos de menor tiempo de quemado.

En particular la experiencia ha demostrado que la - trietanolamina es de especial utilidad cuando las cargas mi nerales presentan un carácter ácido, características que dis minuyen dramáticamente el tiempo de vulcanización y que este reactivo controla adecuadamente.

#### VULCANIZACION:

Una adecuada selección del sistema de vulcanización - dará como fruto un material con módulos altos y una alta resistencia de propiedades durante el envejecimiento.

Para llevar a cabo la vulcanización de los hules nitri lo o NBR, se utilizan los tres sistemas más conocidos y que son:



## SISTEMAS CON AZUFRE

## SISTEMAS DONADORES DE AZUFRE

## SISTEMAS CON PEROXIDOS

Los sistemas a base de azufre deberán contener un mínimo de 0.5 PCH, de este y uno o más aceleradores. Variando los tipos y cantidades de los constituyentes de algunos sistemas típicos de vulcanización, encontramos variaciones en velocidad de curado, deformación por compresión, resistencia al envejecimiento y costo.

Los sistemas donadores de azufre son aquellos que contienen una pequeñísima proporción de azufre elemental o no la tienen, pero en el transcurso de la reacción lo liberan para lograr el entrecruzamiento. Este tipo de aceleradores permite obtener compuestos con alta resistencia al calor y baja deformación por compresión. Los sistemas más empleados son generalmente una combinación de tiasoles y tiuramios.

Finalmente la vulcanización con peróxidos se lleva a cabo cuando se requiere de una excelente resistencia a la temperatura y una baja deformación por compresión.

La variedad de aceleradores es tan grande como el número de posibilidades de uso.

Los nitrilos tienen un bajo nivel de insaturación, por lo que requieren de niveles bajos de azufre para vulcanizar adecuadamente, aunque requerirán de una mayor cantidad de do

nadores de azufre. Esta es una ventaja, ya que el azufre es muy insoluble en el nitrilo y al utilizar donadores de azufre, la cantidad de este material que se añadirá en su forma elemental, será muy pequeña y se dispersará adecuadamente, más aún, si se añade al principio del ciclo de mezclado como regularmente se hace.

Un sistema típico de vulcanización de nitrilos consta de un tiazol como acelerador primario, una sulfenamida para seguridad en el quemado, un tiuramio como donador de azufre y ditiocarbamatos para lograr el curado más rápido, no obstante, este es sólo un sistema de los muchos que existen.

### 1.5 COSTO

Es un factor determinante para el diseño de compuestos, ya que si el precio del producto final no es competitivo en el mercado, podríamos decir que hay un error de diseño a pesar de que logremos un compuesto con excelentes características técnicas, por lo cual, es importante balancear calidad y costo de los materiales con el fin de lograr productos con las mejores propiedades al menor costo posible.

Es conveniente hacer notar que existe una creciente necesidad de productos de hule capaces de resistir las más severas condiciones de operación, condiciones que no solo requieren de una excelente resistencia a los aceites y gasolinas, sino al calor, la flama, la abrasión, el ozono y el intemperismo. Por esta causa han surgido las mezclas mecánicas de MBR, con un contenido medio de acrilonitrilo y resinas de PVC desarrolladas como una necesidad de satisfacer estas exigencias.

## **F O R M U L A C I O N**

- 2.1 BASES**
- 2.2 ELASTOMEROS**
- 2.3 CARGAS**
- 2.4 AYUDAS DE PROCESO**
- 2.5 ACTIVADORES Y RETARDADORES**
- 2.6 SISTEMAS DE VULCANIZACION**
- 2.7 ANTIDEGRADANTES Y AGENTES DIVERSOS**

## **L. O. S. M. U. K. A. C. I. O. N**

### **2.1 BASES**

Para formular un compuesto de hule se toma como base el uso o servicio que el producto final deberá prestar, ya que este, define por lo general las propiedades a cumplir por el compuesto formulado, por ejemplo: resistencia a disolventes, exposición a temperaturas extremas a ciertas condiciones atmosféricas, etc.

Estas propiedades a su vez dependen principalmente de la base elastomérica usada y de los demás agentes complementarios.

Los constituyentes de una fórmula generalmente son:

**ELASTOMERO O ELASTOMEROS**

**CARGAS**

**AYUDAS DE PROCESO**

**ACTIVADORES Y/O RETARDADORES**

**AGENTES PROTECTORES**

**ACELERADORES**

**AGENTES VULCANIZANTES**

**MATERIALES AUXILIARES**

### **2.2 ELASTOMEROS**

Para poder seleccionar el tipo de elastómero adecuado, es necesario conocer las propiedades de todos los hules, a continuación se presenta una clasificación general de la A.S.T.M. por código y tipo de servicio.

## **POLIMEROS DE USO GENERAL.**

Para compuestos en los cuales no se requiere una resistencia especial al ataque de fluidos derivados de hidrocarburos, ni a bajas o altas temperaturas.

<u>CODIGO R</u>	<u>NOMBRE</u>	<u>DESIGNACION</u>
	RULE NATURAL	NR
	POLIISOPRENO	IR
	ESTIRENO BUTADIENO	SBR
	BUTILO	IIR
	ETILENO - PROPILENO	EPDM
	POLIBUTADIENO	BP
	POLISTILENO	PE
	ACRILONITRILLO - BUTADIENO - ESTIRENO	ABS
	ESTIRENO - BUTADIENO - ESTIRENO	SBS
	ESTIRENO - ISOPRENO ESTIRENO	SIS

## **POLIMEROS RESISTENTES A SOLVENTES.**

Para servicios en los cuales se requieren compuestos resistentes al ataque de fluidos derivados del petróleo.

<u>CODIGO S</u>	<u>NOMBRE</u>	<u>DESIGNACION</u>
	NITRILOS	NBR
	POLISULFUROS	PTE
	CLOROPRENOS	CR
	POLIURETANOS (POLIESTER)	AU
	POLIURETANOS (POLIETER)	SU
	EPICLORIDRINA	CO
	POLIETILENO CLORINADO	CM

**POLIMEROS RESISTENTES AL CALOR.**

Para servicios que requieren una resistencia específica a los efectos de una exposición prolongada a temperaturas altas.

<u>CODIGO T</u>	<u>NOMBRE</u>	<u>DESIGNACION</u>
	SILICON	PMO
	POLIETILENO CLOROSUL FONADO	CSM
	POLIACRILATOS	ACM
	FLUROSILICON	FVMQ
	FLUORADOS	CFM

Para cada tipo de polímero ó clase de elastómero existen diferentes grados de polimerización y en el caso de copolímeros diversas composiciones; cuando el objeto es efectuar una selección específica, se requiere

la consulta de manuales especializados.

### 2.3. CARGAS

Las cargas juegan un papel importante en la formulación de un compuesto de hule, ya que se ha encontrado que para algunos elastómeros es indispensable la adición de cargas para que puedan desarrollar perfectamente sus propiedades.

Las cargas se dividen según la influencia que imparten a la mezcla, en reforzantes y no reforzantes o inertes.

Las cargas reforzantes incorporadas a un compuesto de hule aumentan su dureza, elevan su módulo y la carga de ruptura, según su concentración aumentan o disminuyen su elongación, aumentan su resistencia al desgaste a la abrasión, a la deformación permanente por compresión y en general mejoran su resistencia a los agentes exteriores, en la mezcla cruda elevan la viscosidad del compuesto, aumentan la generación de calor en su trabajo y por ende el peligro de prevulcanización y disminuyen su adhesividad.

Las cargas no reforzantes son aquellas cargas que se agregan a una formulación con el objeto de reducir el costo del producto final sin mejorar sus propiedades.

### **2.3.1 CARGAS REFORZANTES**

El poder reforzante de una carga esta determinado por las siguientes características:

**TAMANO DE PARTICULA**

**ESTRUCTURA**

**ACTIVIDAD DE LA SUPERFICIE**

Por su color las cargas reforzantes se dividen en negras ó negro de humo y no negras.

El negro de humo es la carga reforzante más ampliamente usada, se obtiene de la combustión incompleta de aceites derivados del petróleo.

En la actualidad existe una gran variedad de negros de humo, los cuales se clasifican de acuerdo a su proceso de fabricación, tamaño de partícula, estructura y poder reforzante.

Las principales clases de negro de humo que se fabrican actualmente, así como la traducción de los nombres dados a los mismos, son los siguientes:

- MPC** Hard Processing Channel: Negro de Canal de proceso duro.
- MPC** Medium Processing Channel: Negro de Canal proceso intermedio.
- EPC** Easy Processing Channel: Negro de Canal fácil proceso.



- CC** Conductive Channel: Negro de Canal Conductor de corriente.
- SAP** Super Abrasion Furnace: Negro de Horno - super abrasión.
- ISAP** Intermediate Superabrasion Furnace: Negro de Horno, super abrasión intermedia.
- HAP** High Abrasion Furnace: Negro de Horno de alta abrasión.
- MAP** Medium Abrasion Furnace: Negro de Horno - de abrasión moderada.
- FEF** Fast Extrusion Furnace: Negro de Horno de extrusión rápida.
- FF** Fine Furnace: Negro de Horno partícula fina.
- HMF** High Modulus Furnace: Negro de Horno módulo elevado.
- GPF** General Purpose Furnace: Negro de Horno para uso general.
- SRF** Semi Reinforcing Furnace: Negro de Horno semiraforsante.
- CF** Conductive Furnace: Negro de Horno conductor.
- MT** Medium Thermal: Negro de proceso térmico partícula fina.
- FT** Fine Thermal: Negro de proceso térmico - partícula fina.

Recientemente los diferentes tipos de negro de humo llevan después de las iniciales, antes indicadas, un guión y las siglas: LM, NM, LS, NS, que respectivamente quieren decir: bajo módulo, alto módulo, baja estructura y alta estructura; la referencia de canal, horno y térmico indica el proceso de fabricación.

En México, actualmente, solo disponemos de cuatro tipos de negro de humo, que corresponden - aproximadamente a los tipos ISAF-NS, FEF-NS, NAF-NS y GPF-NS.

#### **LAS CARGAS REFORZANTES NO NEGRAS.**

A su vez se dividen en dos grupos inorgánicas y orgánicas.

**LAS INORGANICAS** son principalmente:

**SILICE PRECIPITADA**

**SILICATO DE CALCIO PRECIPITADO**

**SILICOALUMINATO DE SODIO**

**CAOLIN O ARCILLA DURA**

**CARBONATO DE MAGNESIO**

**SULFATO DE BARIO PRECIPITADO**

**CARBONATO DE CALCIO TRATADO**

**OXIDO DE ZINC**

El grado de reforzamiento impartido por estas cargas, está dado aproximadamente en orden descendente, siendo lo más reforzante la sílice precipitada y el menos reforzante el Oxido de Zinc.

#### **LAS CARGAS REFORZANTES ORGANICAS.**

Son principalmente el hule ciclisado, la lignina, las resinas de estireno - butadieno de alto contenido de estireno y las resinas de fenol formaldehído; todas estas cargas tienen la ventaja de ser de bajo peso específico parecido al del hule, pero por otro lado no dan tan buen balance de propiedades, como las cargas inorgánicas altamente reforzantes y además son de precio relativamente alto.

#### **2.3.2 CARGAS NO REFORZANTES**

Cargas inertes o diluyentes, aunque generalmente hablando, todos los materiales que entran en la formulación de compuestos de hule, refuerzan o modifican favorablemente alguna de sus propiedades hay algunas cargas cuyo refuerzo es mínimo y que se agregan principalmente para aumentar el volúmen de la mezcla sin disminuir demasiado sus demás propiedades.

El aumento de volúmen de la mezcla con materiales baratos, permite reducir el costo de manufactura.

Las principales cargas inertes son el caolín blando, el carbonato de calcio ó "whiting" el talco, el polvo de pisarra, el litopón, la mica molida y en el campo del hule duro ó ebonita se usan como cargas inertes, la antracita molida y la llamada harina de madera que es un aserrín muy fino.

#### 2.4 AYUDAS DE PROCESO

Los plastificantes o ayudas de proceso son todas aquellas sustancias que nos permiten reducir la viscosidad de un compuesto, además de promover la incorporación de cargas, disminución del nervio de los compuestos calandreados y extruidos en general ayudan a un mejor mezclado.

Los plastificantes pueden dividirse de acuerdo a su acción sobre el polímero en:

- Plastificantes químicos o peptizantes,
- Plastificantes físicos.

**PLASTIFICANTES QUÍMICOS O PEPTIZANTES** son aquellos que actúan modificando las propiedades químicas del polímero. Tienen como función básica la de cortar las cadenas moleculares por medio de la acción química del Oxígeno.

**PLASTIFICANTES FÍSICOS** son aquellos que modifican las propiedades físicas del flujo sin modificar la estructura molecular. Actúan como lubricantes intermole-

culares, los cuales permiten el deslizamiento entre las cadenas del elastómero.

En los dos casos, la estructura de los aglomerados se hace menos compacta, lo que trae como consecuencia la disminución de la viscosidad del compuesto.

#### 2.4.1 Plastificantes Químicos o Peptisantes.

Durante la masticación de un elastómero, los esfuerzos cortantes generados por el molino o por el mezclador interno, originan el rompimiento de las macromoléculas en radicales libres de menor peso molecular. Con el objeto de que la plastificación química se logre, es necesario evitar que estos radicales se recombinen e integren nuevamente la cadena elastomérica.

El único agente capaz de evitar esta recombinación de los radicales libres es el oxígeno, - el cual se une con ellos y de esta manera provoca una disminución de peso molecular y la consecuente mejoría en las propiedades del flujo del compuesto.

Entre los peptisantes utilizados en la industria huleira, están algunos aceleradores como son el mercaptobenzotiazol (MBT) y la difenilguanidina (DPG) que reducen ligeramente la viscosidad del hule natural. El disulfuro de tetrametil

tiurano (TMTD) es bien conocido por su acción peptizante en los neoprenos.

Para seleccionar el peptizante óptimo en un proceso, se deben conocer los siguientes parámetros:

- Tipo de Hule
- Ingredientes del Compuesto
- Secuencia y Temperatura de mezclado
- Tiempo y Temperatura de vulcanización.
- Propiedades físicas del producto vulcanizado

En base a los mismos, la literatura técnica de los productores de peptizantes y el costo del material, se determina cuál es el peptizante óptimo para el proceso de manufactura.

#### 2.4.2 Plastificantes Físicos.

(Ayudas de proceso, ablandadores y extendedores).

Los plastificantes físicos actúan como lubricantes intermoleculares en el hule crudo como en el producto vulcanizado; mejorando las características del compuesto crudo para facilitar su procesamiento.

Las formas en que un plastificante puede modificar las propiedades de una elastómero son diversas:

- 1.- Disminuyendo la viscosidad del hule.
- 2.- Ayudando en la humectación e incorporación de cargas.
- 3.- Reduciendo la adhesividad en el molino o en la calandria.
- 4.- Aumentando la adhesividad a superficies irregulares (tela friccionada).
- 5.- Mejorando las propiedades de tubulado y de flujo de compuesto en moldes.
- 6.- Reduciendo la temperatura y la potencia consumida a lo largo del proceso.
- 7.- Modificando las propiedades físicas del producto final.

Entre los plástificantes físicos más usados tenemos los siguientes grupos:

Derivados  
del  
Petróleo

Aceites aromáticos  
 Aceites nafténicos  
 Aceites parafínicos  
 Resinas  
 Parafinas  
 Asfaltos  
 Hule mineral

**Derivados de pino**

**Alquitrán de pino  
Breas y Resinas**

**Derivados de hulla**

**Alquitrán de hulla  
Brea  
Comp. Resínicos**

**Compuestos  
Orgánicos  
Sintéticos**

**Esteres orgánicos  
Polímeros líquidos  
Resinas fenólicas y de  
alto contenido de estireno**

En la actualidad las propiedades que se consideran más importantes para poder predecir el comportamiento de un plás-tificante en un hule son las siguientes:

**Estructura Química**

**La polaridad o aromaticidad**

**Peso Molecular**

**Reactividad química**

## **2.5 ACTIVADORES Y RETARDADORES**

### **2.5.1 ACTIVADORES.**

La función de los activadores es iniciar y mantener el efecto químico del sistema de aceleradores para incrementar - la velocidad de entrecruzamiento de enlaces de vulcanización.

Estos pueden ser de naturaleza orgánica ó inorgánica. Los inorgánicos son generalmente óxidos metálicos de zinc, - plomo, magnesio, etc. Carbonatos alcalinos y algunos hidróxi dos.



La mayoría de los óxidos metálicos se emplean junto con ácidos, tales como esteárico, oléico, láurico, palmítico y mirísticos ó en su defecto aceites naturales hidrogenados, de pescado, coco y algunas semillas oleaginosas, pueden cumplir la misma función.

Las sustancias alcalinas pueden incrementar la basicidad de un compuesto y en general aceleran la velocidad de reacción, lo contrario sucede con las sustancias ácidas.

En los hules sintéticos se agrega comunmente de 3 a 4 partes de óxido por 100 de hule y de las cuatro partes de ácidos grasos para dar activación adicional.

#### 2.5.2 RETARDADORES.

La función de los retardadores es la de impedir ó inhibir la vulcanización prematura del compuesto a temperaturas bajas (durante molido extruido o calandrado) y permite la vulcanización a las temperaturas más elevadas (prensa, autoclave). Se usan los retardadores de preferencia en aquellas mezclas que necesitan un trabajo previo a temperaturas elevadas y por tiempos relativamente largos antes de entrar al equipo de vulcanización.

Los retardadores se clasifican en dos grupos el primero que comprende los derivados nitrosados, tiene como único representante la N - Nitroso difenilamina (difenil nitrosamina) cuya acción parece ser la de bloquear químicamente a bajas temperaturas a los aceleradores.

El segundo grupo, es una amplia gama de ácidos orgánicos ó sus sales. Su acción es la de bajar el pH de la mezcla y crear de este modo un medio no propicio a la aceleración entre estos ácidos podemos citar el ácido benzoico, el ácido salicílico, el anhídrido ftálico y mezclas de este último con ácido grasos.

Los retardadores de éste último grupo se deben usar con cuidado pues son retardadores únicamente de los aceleradores de tipo ácido y su efecto sobre los aceleradores aminados ó alcalinos es casi nulo.

## 2.6 SISTEMAS DE VULCANIZACION.

Los sistemas de vulcanización están constituidos por agentes vulcanizantes, activadores, aceleradores y retardadores.

### 2.6.1 AGENTES VULCANIZANTES

Los agentes vulcanizantes, son sustancias químicas que se requieren para efectuar el entrelazamiento de las cadenas del polímero y producir estructuras tridimensionales que dan las propiedades físicas finales deseadas. El agente vulcanizante deberá seleccionarse en base al polímero usado ya que el efecto del sistema de vulcanización sobre las propiedades finales es muy grande, debido a que los distintos hules reaccionan en forma diferente a un mismo sistema de aceleración.

Los agentes vulcanizantes se pueden clasificar dentro de los sistemas de vulcanización:

Con azufre y elementos relativos  
Donadores de azufre o aceleradores  
Libres de azufre

**Sistema con azufre.** Es el sistema más usual debido a que el azufre reacciona con la mayoría de los hules para producir vulcanizados.

Además existen otros elementos del mismo -- grupo que son el Selenio y el Telurio, los cuales son capaces de producir vulcanizados con una gran resistencia al envejecimiento y mejores propiedades físicas que el azufre.

El nivel de azufre usado en la mayoría de -- los productos oscila entre 1.0 a 3.0 partes por -- 100 de hule.

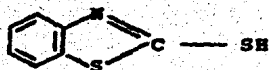
#### 2.6.2 ACELERADORES

Los sistemas donadores de azufre son aquellos que contienen una pequeña proporción de azufre elemental o no lo tienen, pero en el transcurso de la -- reacción lo liberan acelerando el entrecruzamiento.

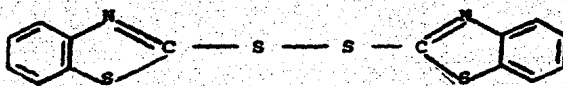
Este tipo de aceleradores permite obtener com puestos con alta resistencia al calor y al envejecimiento.

Algunos donadores de azufre utilizados en la vulcanización son:

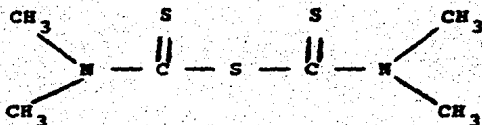
2 Mercaptobenzotiazol (MBT).



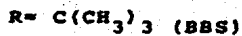
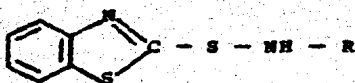
2, 2 - Ditio-bisbenzotiazol (MBTS).



Mono sulfuro de tetrametil tiuramio (TMTM).



N-Alquil benzotiazol - 2 sulfenamidás.

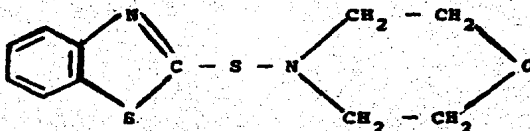


(CBS) N - ciclohexil benzotiazol - 2 - sulfenamida

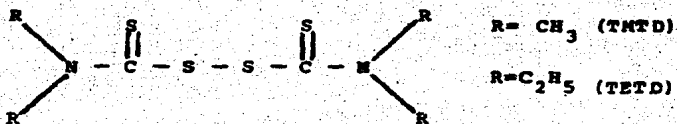
(MBS) N - metil benzotiazol - 2 - sulfenamida

(BBS) N - terbutil benzotiazol - 2 - sulfenamida

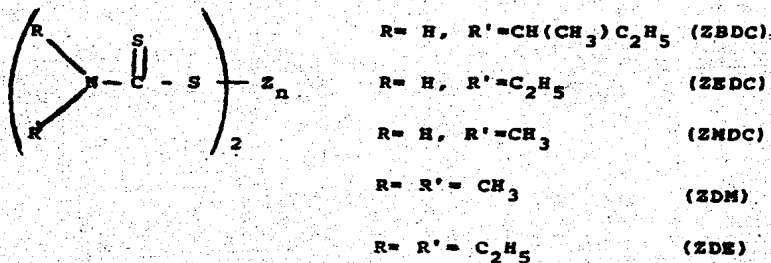
2\_ (morfolinotio) benzotiazol (MTB).



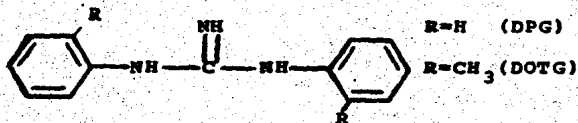
Disulfuro de tetraalquiltiuramios.



N,N-dialquilditiocarbamatos de Zinc.



**Diaril guanidinas.**



**Hexametilentetramina (HMT).**



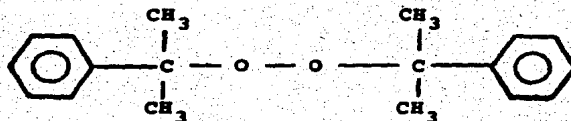
En el siguiente cuadro se resumen los principales tipos de aceleradores:

<u>CLASE O GRUPO</u>	<u>VELOCIDADES DE CURADO</u>
ANINAS (HMT)	LENTA
GUANIDINAS (DPG, DOTG)	MEDIA
THIAZOLES (MBT, MBTS, MTB)	SEMI-RAPIDOS
SULFENAMIDAS (CBS, MBS, BBS)	RAPIDA DE ACCION RETAR DADA
TIURAMS (TMTD, TETD, TMTM)	MUY RAPIDOS
DITIOCARBAMATOS (ZDE, ZMDC, ZEDC)	ULTRA RAPIDOS

### 2.6.3 SISTEMAS LIBRES DE AZUFRE.

Se usan cuando se requiere vulcanizar polímeros saturados o con muy pocos sitios activos. Para ello se usan generalmente peróxidos que al generar radicales libres permiten el ataque de las cadenas y su entrecruzamiento. Algunas sustancias como los óxidos de algunos metales o grupos funcionales como resinas epóxicas, dioximas de quinonas y diaminas, también se usan con tal motivo.

El más utilizado es el peróxido de dicumilo (DCP):



### 2.7 ANTIDEGRADANTES Y AGENTES DIVERSOS.

El proceso de envejecimiento y pérdida de propiedades del hule por la acción del calor, luz, ozono, oxígeno, etc., se debe a la ruptura de cadenas intermoleculares del estado termofijo. El principal causante del envejecimiento es el oxígeno que produce grietas y cortes profundos.

El envejecimiento del hule depende mucho del tipo de elastómero, mientras mayor sea su insaturación, más atacable es por el oxígeno. Compuestos como el hule butilo y el hypalon no necesitan de antioxidante en sus --

fórmulas, a menos que se vayan a usar en condiciones crí-  
ticas.

Los antioxidantes pueden ser:

Derivados de Fenol y estireno.

Productos de condensación de cetonas y aminas.

Productos de condensación de cetonas y aldehi-  
dos.

Aminas aromáticas secundarias.

Ceras y parafinas cristalinas y microcristali-  
nas.

Los agentes diversos se utilizan siempre que se -  
requiera un efecto o propiedad particular en el producto  
vulcanizado, encontrándose principalmente los siguientes:

Abrasivos

Esponjantes

Colorantes

Retardadores de la flama

Odorantes

- Abrasivos:

Agregados heterogeneos para efectuar pulimiento  
donde se requiere.

- Esponjantes:

Generan gases y producen reticulados porosos -  
en polímeros específicos. Disminuyen la tensión y mer-



man grandemente la calidad de extrusión.

- **Colorantes:**

Los colorantes se utilizan para pigmentaciones específicas, no alteran las propiedades físico - dinámicas ó reológicas.

- **Retardadores de Flama:**

Reducen el riesgo de flama, sin embargo la mayoría afectan las propiedades de módulo, elongación y - tensión del compuesto.

## **A C E L E R A D O R E S**

- 3.1 DESARROLLO HISTORICO**
- 3.2 ACELERADORES ORGANICOS**
- 3.3 CLASIFICACION**
- 3.4 DITIOCARBAMATOS**
- 3.5 ACELERADORES DE XANTATOS**
- 3.6 TIURAMIOS**

## A C E L E R A D O R E S

### 3.1 DESARROLLO HISTORICO

Las primeras sustancias usadas para disminuir los tiempos largos de vulcanización fueron inorgánicas, como por ejemplo los óxidos de los metales de Calcio, Magnesio y Plomo. Charles Goodyear utilizó Carbonato de plomo.

Durante los primeros trabajos sobre el hule sintético durante los años 1906-1909, Fritz Hofmann y colaboradores observaron que un compuesto mal vulcanizado era fácilmente destruido por oxidación. En posteriores investigaciones se intentó la protección al envejecimiento del hule por oxidación, adicionando bases orgánicas, encontrándose que sustancias conteniendo piperidina se oxidaban menos y vulcanizaban sorprendentemente bien. Todos estos trabajos fueron patentados, entre estas primeras patentes de aceleradores orgánicos tenemos aminas alifáticas, cicloalifáticas y heterocíclicas como por ejemplo etilenciclohexil amina, piperidina, dibutilamina y sales de amonio de disubstitución, del ácido ditiocarbámico como N,N-pentametilen-ditiocarbamato de amonio.

La influencia del óxido de Zinc de reforzar la acción de muchos aceleradores fue descubierta más tarde, este efecto es de gran importancia en nuestros días, muy pocos aceleradores son usados sin óxido de Zinc, salvo circunstancias excepcionales, también el ditiocarbamato

de Zinc es un acelerador muy importante y éste fué descubierto hasta 1919.

Aunque los primeros aceleradores se conocieron antes de la primera Guerra Mundial no fué sino hasta 1920 que tuvieron su mayor auge. Los primeros aceleradores comerciales fueron: ditiocarbamatos, productos de condensación de aldehidos y amoníaco, hexametilén tetramina y diaril tiureas.

En 1922 apareció una nueva clase de aceleradores de guanidinas de diaril guanidinas a las cuales siguieron aril biguanidinas por ejemplo; O-totil biguanidina. Por largo tiempo fueron los aceleradores más usados excepto estos últimos, los cuales son ahora más usados como aceleradores secundarios en conjunto con la serie de derivados mercapto ariléntiazol.

Se hicieron muchos esfuerzos para descubrir substancias que retardaran la sobre vulcanización con el fin de obtener mayor seguridad en el procesamiento de los materiales y esto fue posible con aceleradores de ditiocarbamato y mercapto ariléntiazol.

El resultado de otras investigaciones condujo a una nueva clase de aceleradores; las sulfenamidas de mercapto ariléntiazoles especialmente 2 mercapto benzotiazol, los cuales fueron introducidos en 1932 por Farbenfabriken Bayer A.G. de Leverkusen Alemania; siendo a la fecha los aceleradores más manejables.

### 3.2 ACELERADORES ORGANICOS.

La introducción de compuestos orgánicos en la vulcanización permitió grandes cambios en la manufactura de los productos de hule. Este fué uno de los avances más importantes en la industria desde su descubrimiento. -- Primero se observó que los aceleradores orgánicos reducían grandemente el tiempo de vulcanización (tiempos-cortos de curado) además de temperaturas considerablemente bajas, que fueron las condiciones para dar resistencia al hule conservándolo elástico y blando. La cantidad de azufre requerida para las propiedades físicas óptimas en frío fué reducida, con esto se mejoró las curvas de vulcanización y se minimizaron riesgos de quemadas, permitiendo una vulcanización completa de artículos grandes y voluminosos.

Algunos aceleradores orgánicos también hicieron posible la manufactura de productos transparentes y facilitaron el uso de pigmentos orgánicos en la producción de hules coloreados, en lugar de los pigmentos inorgánicos, los cuales fueron usados hasta entonces; el rango de colores y matices fué de este modo considerablemente incrementado, también permitieron el uso de negro de humo como carga y algunas veces como retardador en el vulcanización.

Los aceleradores orgánicos son particularmente importantes en conjunto con el hule sintético ya que muchas vulcanizaciones son difícilmente llevadas a cabo solo con azufre o exclusivamente con aceleradores inorgánicos

no obstante el uso de productos inorgánicos es todavía necesario para beneficiarlos.

### 3.3 CLASIFICACION.

Como el amplio uso del hule natural predominaba -- inicialmente, los aceleradores orgánicos fueron clasificados de acuerdo a su efecto técnico sobre éste, como:

ULTRA ACELERADORES

SEMI ULTRA ACELERADORES

ACELERADORES SEMI RAPIDOS

ACELERADORES LENTOS

Con el incremento del uso de hules sintéticos, esta clasificación fue insostenible, algunos productos que son ultra aceleradores para el hule natural pueden tener un efecto retardador en algunos tipos de hule sintético. Algunas combinaciones de dos aceleradores relativamente lentos a veces producen un fuerte sistema de curado y tuvieron que ser clasificados en forma distinta.

Por razones obvias la vieja clasificación tuvo discrepancias y ahora la nueva clasificación esta hecha de acuerdo a los grupos funcionales presentes en la molécula del acelerador en ella, sustancias químicas similares tienen efectos técnicos similares en la vulcanización y por esto en muchos casos los grupos de acelerado-

res concuerdan con la composición química. Esta clasificación facilita la inducción del carácter químico individual.

Clasificados de este modo, los aceleradores más importantes se dividen en la siguiente forma:

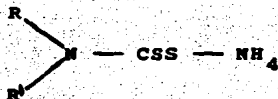
1. DITIOCARBAMATOS
  - a) Sales de amonio
  - b) Sales metálicas
2. XANTATOS
3. TIURAMIOS
  - a) Monosulfuros de tiuramios
  - b) Disulfuros de tiuramios
4. TIAZOLES
  - a) Aceleradores mercapto
  - b) Sulfenamidas
5. ACELERADORES DE AMINO-ALDEHIDOS
6. ACELERADORES BASICOS
  - a) Aceleradores de Guanidina
  - b) Otros

Aunque muchos aceleradores pueden ser clasificados de acuerdo a su identidad química, en algunas ocasiones se dificulta clasificar con un nombre simple los productos usados para tipos especiales de hule como por ejemplo; policloropreno, hule butilo y otros elastómeros.

Las estructuras típicas de los principales aceleradores se vieron en el inciso 2.6.2

### 3.4 DITIOCARBAMATOS

#### 3.4.1 SALES DE AMONIO.



Los dos representantes típicos de este grupo son; N,N-pentametilén-ditiocarbamato de amonio y - N,N-ciclohexil; etil-ditiocarbamato de amonio.

Su acción es más o menos fuerte y se tienen que tomar precauciones especiales. En compuestos con azufre y aceleradores el quemado será el ordinario en una prensa y su almacenamiento en un cuarto acondicionado durante 24 Hrs.

Quando estos ultra aceleradores son procesados a altas temperaturas, el quemado será en un -- período corto.

Para prevenir el quemado se puede preparar el compuesto en dos partes diferentes, una conteniendo el azufre pero no los aceleradores y la otra conteniendo el ditiocarbamato de amonio, pero no - el azufre, la separación de las partes tiene buenas propiedades de procesamiento y estabilidad de alma



cenamiento.

Para obtener siempre la misma vulcanización del compuesto, las dos partes son mezcladas inmediatamente antes del procesamiento, la cantidad de material esta restringida a la que pueda ser usada dentro de las ocho horas siguientes a su preparación.

En soluciones de adhesivos semivulcanizados se pueden preparar dos soluciones de hule por separado una con el azufre y la otra con los aceleradores y mezclarse antes de usarse. En la segunda fase se prepara una solución de hule con azufre y -- solo se adicionan aceleradores a la solución de los ultra aceleradores en benceno, inmediatamente antes de usarse o aplicarlos, cuando las películas de la solución de hule hayan secado.

Cuando los ditiocarbamatos de amonio son usados junto con otros aceleradores en productos de latex. el temprano comienzo de la vulcanización y los problemas de seguridad son considerablemente menores puesto que el latex es procesado a bajas temperaturas y generalmente ningún quemado de latex tiene efectos que lo transtornen.

Cuando se usan ditiocarbamatos de amonio -- se requiere adición de poco óxido de Zinc.

Los ditiocarbamatos de amonio son activados

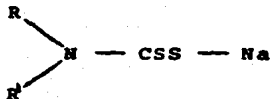
por pequeñas cantidades de dos mercaptobenzotiazol por esto siempre se usan combinados.

La elevada velocidad de vulcanización puede ser reducida utilizando un retardador o bien adicionando litargirio, los compuestos tienen que ser procesados a 115°C a menos los productos resultantes tienen un alto grado de vulcanización y buena resistencia al envejecimiento.

Los ditiocarbamatos de amonio dan vulcanizaciones insípidas y sin ningún color, las cuales solo tienen un ligero olor. Tienen una larga vida de almacenamiento de alrededor de seis meses, almacenados en un lugar frío y seco, se descomponen fácilmente con el calor.

Los ditiocarbamatos de amonio son empleados para; la semivulcanización de compuestos y soluciones basados principalmente en hule natural y hule estireno-butadieno, elevar el grado de vulcanización, prevenir la unión de superficies de hules celulares con superficies sin ningún poro. Bajo condiciones restringidas, se utilizan para tratar superficies que están en contacto con alimentos.

### 3.4.2 SALES DE SODIO DEL ACIDO DITIOCARBAMATICO.



Los ditio carbamatos de sodio representati-  
vos son: N,N-ciclohexil, etil-ditio carbamato de  
sodio y N,N-dibutil-ditio carbamato de sodio.

En general tienen menor velocidad de vulca-  
nización que los ditio carbamatos de amonio, son so-  
lubles en agua y se usan en productos de latex, no  
obstante su temprana vulcanización y su procedimien-  
to inseguro.

Los compuestos de latex, conteniendo ditio-  
carbamatos de sodio, no pueden almacenarse por mu-  
cho tiempo, son apropiados para todos los métodos  
de vulcanización usados en la tecnología de latex,  
vulcanizan en tiempos cortos a 125°C, sin embargo a tempe-  
raturas mayores, ocurre sobrevulcanización.

Los ditio carbamatos de sodio también se pue-  
den usar en vulcanizados de sección delgada y solu-  
ciones acuosas. La presencia de ditio carbamatos  
de Zinc y 2 mercapto benzotiazol incrementan la  
vulcanización.

Los ditio carbamatos de amonio y sodio solos,  
son poco usados en compuestos de latex, usualmente  
existen combinaciones con aceleradores insolubles  
en agua de los cuales los más apropiados son los  
ditio carbamatos de Zinc.

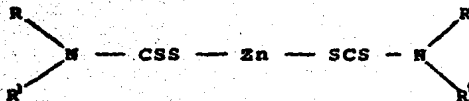
Los ditio carbamatos de sodio tienen que ser  
activados por adición de Óxido de Zinc, pero no es  
necesario el uso de ácidos grasos.

Los vulcanizados tienen buena resistencia al envejecimiento, estos compuestos no se decoloran, solamente tienen un ligero olor, son insípidos.

Los ditiocarbamatos de Sodio son usados en manufactura de artículos basados en latex natural, latices de hule estireno-butadieno y hule acrilonitrilo-butadieno, se pueden utilizar en la producción de hules cuyo uso final es estar en contacto con alimentos.

Las soluciones acuosas de ditiocarbamato de Sodio tienen buena estabilidad de almacenamiento, es aconsejable el almacenaje del producto puro en frío, ya que son rápidamente descompuestos por el calor.

### 3.4.3 DITIOCARBAMATOS DE ZINC



Las sales de Zinc del ácido ditiocarbámico son los más importantes aceleradores ditiocarbámicos por su disponibilidad comercial.

Los más conocidos ditiocarbamatos de Zinc son;

N,N - dimetil-ditiocarbamato de Zinc (ZDM)  
N,N - dietil-ditiocarbamato de Zinc (ZDE)  
N,N - dibutil-ditiocarbamato de Zinc (ZDB)  
N,N - etil, fenil-ditiocarbamato de Zinc (ZDEP)  
N,N - pentametilen-ditiocarbamato de Zinc (ZDPM)

Comparados con los ditiocarbamatos de amonio y Sodio cuando son usados solos, los ditiocarbamatos de Zinc tienen una velocidad de vulcanización considerablemente más lenta, por esto, permiten que los compuestos de hule sólidos tengan un procesamiento mejor y seguro, generalmente no tienen el mismo uso que los ditiocarbamatos de amonio en otras palabras, no es usualmente necesario que se conserve el azufre y los aceleradores por separado; tampoco es necesario tomar las precauciones normales aplicadas al procedimiento y almacenamiento de compuestos conteniendo ultra-aceleradores.

Los ditiocarbamatos de Zinc están estrechamente relacionados unos con otros químicamente y en cuanto a sus efectos, las diferencias en sus vulcanizaciones son relativamente pequeñas. La velocidad de vulcanización de compuestos de latex natural conteniendo estos aceleradores y el grado de vulcanización de los vulcanizantes (bajo condiciones idénticas de curado) disminuye en el siguiente orden:

ZDPM>ZDB>ZDE>ZDEF>ZDM

En cuanto a compuestos sólidos el orden es diferente, de acuerdo al procedimiento seguro o su velocidad de vulcanización. Aquí el orden depende de la composición de los compuestos y puede ser lo opuesto que para latex.

Compuestos en los cuales estas substancias son usadas como aceleradores primarios son particularmente adecuados para vulcanizaciones en aire caliente y vapor.

Con ditiocarbamatos de Zinc, los productos de hule pueden ser vulcanizados en un tiempo corto a bajas temperaturas (115°C - 125°C) y hasta donde es posible el exceso de 125°C debe evitarse.

Adiciones muy pequeñas de los tiuramios (TMTS ó TBZTS (BZ=benzo) o bien retardadores ó el 2 mercaptobenzimidazol mejoran la estabilidad de almacenamiento y retardan la velocidad de vulcanización.

Los aceleradores de ditiocarbamatos de Zinc, particularmente el ZDEP son apropiados para compuestos semivulcanizados y soluciones de adhesivos, -- cuando aceleradores básicos secundarios por ejemplo ciclohexil, etil-amina y dibutilamina son adicionados.

Los sistemas de vulcanización son más activados con pequeñas cantidades de 2. mercaptobenzotiazol y tienen una alta velocidad de vulcanización --

aún cuando los ditiocarbamatos de amonio son poco veloces.

Es muy probable que se diga la verdad al -- afirmar que el ZDEP y la ciclohexil, etil-amina -- dan la más alta vulcanización obtenida en el presente con aceleradores orgánicos.

Soluciones de hule conteniendo ZDEP pueden ser formuladas para tener buena estabilidad de -- almacenamiento a fin de prevenir el quemado, de -- forma similar se emplea cuando se curan compuestos almacenados con monocloruro de azufre gas.

Compuestos conteniendo ZDEP que son vulcanizados en aire caliente, pueden ser expuestos al vapor de ciclohexil, etil-amina ó dibutil amina en horno, bajo estas condiciones el tiempo corto de vulcanización y las temperaturas relativamente bajas de  $\pm 80^{\circ}\text{C}$  dan vulcanizados con muy buenas -- propiedades.

Las sales de Zinc del ácido ditiocarbámico también tienen que ser activadas con óxido de Zinc, aunque no es indispensable la adición de ácidos grasos, tienen una influencia favorable en las propiedades mecánicas de los vulcanizantes.

En pequeñas cantidades son muy buenos activadores de aceleradores de benzotiazol, además los ditiocarbamatos de Zinc tienen un efecto de activación fuerte en los compuestos de hule butilo acelerados con 2 mercaptobenzotiazol (MBTS), TMTD ó --

una combinación de ambos. Sus usos simultáneos -- reducen considerablemente los tiempos de vulcanización. Los ditiocarbamatos de Zinc también se han usado en compuestos a base de etileno, propileno y termopolímeros, pero no tienen el mismo -- efecto de activación como en el hule butilo.

Los ditiocarbamatos de Zinc son usados solos ó en combinación con otros aceleradores para impartir a los hules transparencia, colores brillantes, no les dan olor ni sabor, algunos ejemplos pueden ser para artículos en contacto con alimentos, material quirúrgico, higiénico, artículos para farmacia, compuestos semivulcanizados, soluciones y bases de cable de hule natural, estireno-butadieno, hule nitrilo y hule butilo.

Son usados más extensamente como aceleradores adicionales para tiazoles, por ejemplo en la manufactura de hule para calzado y suelas de zapato y efectos mecánicos de todas descripciones. Los ditiocarbamatos de Zinc son también usados en gran escala como aceleradores insolubles en agua para latex. Aquí son generalmente usados en combinación con aceleradores solubles en agua por ejem. Sales de Amonio y Sodio de ácidos ditiocarbámicos y son útiles para la manufactura de prácticamente todos los productos de latex.

Combinados vulcanizan más que por sí solos, en la manufactura de caucho espumoso el tiempo de vulcanización puede ser considerablemente reducido por combinación de ZDPM con los otros ditiocarbamau



tos mencionados por ejemplo con ZDE.

#### 3.4.4 Sales de Selenio y Teluro del ácido ditiocarbámico.

Son usados exclusivamente para propósitos especiales, generalmente sirven como aceleradores para -- compuestos basados en hule butilo, polietileno cloro-sulfonado o terpolimeros de etileno/propileno.

Como aceleradores secundarios son adicionados a combinaciones de 2 mercaptobenzotiazol (MBTS) y TMTD, los cuales tienen un pronunciado efecto de actividad. El ditiocarbamato de teluro tiene una velocidad extremadamente alta de vulcanización, por esta razón naturalmente reducen la seguridad en el procesamiento y - estabilidad de almacenamiento de compuestos de hule - butilo.

Es usado extensamente para vulcanizaciones continuas por ejemplo en la industria de cables.

#### 3.4.5 Sales de Plomo, Cadmio, Cobre y Bismuto del ácido ditiocarbámico.

Algunos ejemplos de substancias de esta clase son:

- (a) N,N-pentametilén-ditiocarbamato de Plomo.
- (b) N,N-pentametilén-ditiocarbamato de Cadmio.
- (c) N,N-dimetil-ditiocarbamato de Cobre.
- (d) N,N-dimetil-ditiocarbamato de Bismuto.

Estas sustancias vulcanizan muy rápido, los ditiocarbamatos de Plomo y Cadmio, no obstante, -- tienen un débil comienzo de vulcanización si se com paran con los ditiocarbamatos de Zinc.

(b) en particular tiene un retraso en el comienzo de la vulcanización. (d) vulcaniza muy rápi damente.

Por la relativa alta velocidad de vulcaniza- ción similar a los ditiocarbamatos de Zinc, tienen poca seguridad de proceso pero esto puede ser con- siderablemente mejorado en combinación con disul- furo de benzotiazilo, de tal forma que la tempera- tura de vulcanización no exceda de 125°C.

(a), (b), (c) y (d) pueden ser activados con 2 mercaptobenzotiazol al mismo tiempo que sirven - como activadores secundarios para aceleradores de la clase mercapto.

La sal de cobre (c) y la sal de bismuto (d) son recomendados entre otras cosas como acelerado res secundarios para activar sulfenamidas en com- puestos basados en hule estireno-butadieno a altas temperaturas.

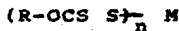
Por ser muy alta la velocidad de vulcanización (d) es usado en vulcanizaciones continuas de cables en tubos calentados con vapor.

Las sales de Plomo, Cadmio, Cobre y Bismuto del ácido ditiocarbámico para su total desarrollo de actividad, tienen que ser activadas con óxido de Zinc y ácido graso, estos tienen efectos favorables como en otros ditiocarbamatos.

Estos aceleradores son usados con cierta extensión en la producción de cables y artículos moldeados de hule estireno-butadieno, hule butilo y algunos hules naturales.

A diferencia de las substancias mencionadas anteriormente el N,N-dibutil-ditiocarbamato de Niquel no es un acelerador, es un agente contra la acción del sol e impide el envejecimiento por calor en el policloropreno y polietileno Clorosulfonado.

### 3.5 ACELERADORES DE XANTATOS



Los siguientes xantatos en particular tienen importancia como aceleradores para latex:

		<u>R</u>	<u>M</u>	<u>n</u>
(e)	Isopropil-Xantato de Sodio	$(CH_3)_2$	Na	1
(f)	Isopropil-Xantato de Zinc	$(CH_3)_2$	Zn	2
(g)	2-butil - Xantato de Zinc	$CH_3CH_2(CH_3)$	Zn	2

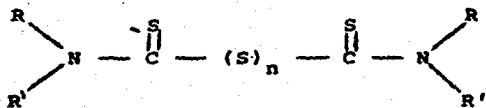
Los aceleradores Xantatos presentan una fuerte actividad por esto se les conoce como ultra aceleradores. Son más activos que las sales de amonio del ácido ditiocarbámico, solamente en raras ocasiones son usados en hules sólidos.

Los aceleradores de Xantato son usados mucho en la industria del latex. En las mezclas de latex (e) da un curado ligeramente mayor que (f), el correspondiente derivado de Zinc. Una combinación de dos aceleradores (soluble e insoluble en agua) vulcanizan ligeramente más que los productos individualmente.

La fuerte actividad de los Xantatos hace que se tomen precauciones especiales en el curado y así la temperatura no debe de exceder de 80°C - 110°C.

Los ditiocarbamatos, así como los Xantatos requieren la adición de óxido de Zinc.

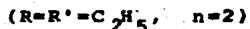
### 3.6 TIURANIOS.



Los productos más conocidos de esta importante clase son: Monosulfuro de tetrametil tiuramio (TMTM)  
(R=R'=CH<sub>3</sub>, n=1)

Disulfuro de tetrametil tiuramio (TMTD)  
(R=R'=CH<sub>3</sub>, n=2)

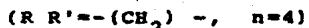
Disulfuro de tetraetil tiuramio (TETD)



Disulfuro de dimetil-difenil tiuramio (MPTD)



Tetra sulfuro de dipentametilén tiuramio (PMTT)



Los más importantes como aceleradores son el TMTD y el TMTM. El PMTT, es más importante como donador que como acelerador.

El uso de estas sustancias, especialmente de los disulfuros como aceleradores puede distinguirse de su uso como agentes de curado, porque en el primer caso son usados regularmente en pequeñas cantidades, la proporción normal de azufre es de alrededor de 2% con el 0.5% de acelerador. En el segundo caso, el uso del azufre puede ser suspendido, pero una gran cantidad de acelerador es adicionado, se puede agregar desde 3% en el caso de disulfuros. El segundo de estos casos es conocido como vulcanización Tiuram. Una pequeña porción de azufre es frecuentemente adicionada para elevar el grado de vulcanización, este procedimiento -- también es llamado curado de bajo azufre.

No obstante compuestos con grandes cantidades de -- azufre, habitualmente para Ebanita un 30% de azufre y una gran cantidad (5%) de TMTD, tienen una muy buena estabilidad de almacenaje.

Los compuestos conteniendo aceleradores tiuramio, - son adecuados para vulcanizaciones por todos los métodos

(prensa, vapor, aire caliente). Comparando con los ditio-carbamatos, los tiuramios cuando se usan como aceleradores dan mejores propiedades de fluidez a compuestos que son --vulcanizados en prensa, principalmente el MPTD que además es algunas veces preferido por su retardo en la vulcanización y es usado como acelerador en combinación con ditio-carbamatos y otros tiuramios.

Compuestos con una gran proporción de aceleradores y una pequeña cantidad o nada de azufre son más adecuados para curados en prensa; el quemado se puede reducir usando aceleradores de tiazol. Los compuestos en los cuales los tiuramios son usados como aceleradores primarios, son particularmente adecuados para sistemas de curado en aire caliente.

Necesariamente la sobrevulcanización de compuestos conteniendo aceleradores de tiuramio, puede ser retardada con pequeñas cantidades de otros aceleradores, por --ejemplo: disulfuro de dibenzotiazilo, con retardadores o con 2-mercaptobenzimidazol.

Algunos tiuramios tienen que ser activados con óxido de Zinc, aunque la adición de ácido graso no es absolutamente necesaria, en general mejora las propiedades mecánicas de los vulcanizados, particularmente el grado de vulcanización.

Frecuentemente los tiuramios no son usados como --aceleradores primarios, pero sí son usados como aceleradores secundarios, así por ejemplo elevan la velocidad --de vulcanización de mercaptanos y sulfenamidas.

Usados en pequeñas cantidades, los aceleradores de tiuramio, frecuentemente sirven para retardar la elevada aceleración de los ditiocarbamatos, en especial el TMTM y el MPTD, dan una acción más retardada que el TMTD.

Cuando los tiuramios son usados como aceleradores, los vulcanizados tienen un módulo relativamente alto y - buenas propiedades mecánicas, así como buena resistencia al envejecimiento; si se utilizan grandes cantidades de acelerador y pequeñas cantidades o nada de azufre, se ob tiene mejor resistencia al calor, mejores propiedades de histéresis, se genera poco calor, menor deformación permanente, mejor reversión y óptima resistencia al calor. De cualquier modo, las vulcanizaciones con bajo azufre - usualmente tienen bastante más bajo grado de vulcaniza-- ción, cuando se requiere de un módulo alto es convenient e y usualmente se adiciona una pequeña cantidad de azu- fre.

Los aceleradores de tiuramio no dan vulcanizaciones con c lor y el ligero inicio de olor desaparece rápidamen te en un tiempo corto, estas propiedades de los acelera- dores de tiuramio hacen que se puedan usar solos o en com binaciones con otros aceleradores en la manufactura de -- artículos transparentes blancos o coloreados, insípidos y sin olor, por ejemplo; en utensilios que están en contac- to con alimentos, artículos sanitarios, equipo para nadar, etc.

## **PARTE ESPERIMENTAL**

- 4.1 METODOLOGIA**
- 4.2 SISTEMAS DE ACELERACION**
- 4.3 MEZCLADO DE COMPUESTOS**
- 4.4 PRUEBAS FISICAS DE CONTROL**
- 4.5 COMPUESTOS CRUDOS**
- 4.6 VULCANIZADOS**



## PARTE EXPERIMENTAL

### 4.1 METODOLOGIA

Se probaron catorce variantes del sistema de aceleración para evaluar su efecto mediante las propiedades físicas observadas en los compuestos, tanto crudos como vulcanizados. La secuencia experimental fue:

FIJACION DE LA FORMULA BASE  
PESADA MAESTRA  
SELECCION DE ACELERADORES A PROBAR  
SISTEMAS DE ACELERACION EXPERIMENTALES  
FORMULACIONES DE PRUEBA  
MEZCLADO DE COMPUESTOS  
PRUEBAS DE CONTROL

Las formulaciones de prueba se diseñaron tomando como base común una pesada maestra, conteniendo todos los ingredientes de la formulación a optimizar, excepto los sistemas de aceleración por probar, a fin de minimizar variantes en composición.

La pesada maestra consta de ocho ingredientes, cuya composición en partes por cien de hule (PCH) es:

PESADA MAESTRA

<u>INGREDIENTE</u>	<u>PCH</u>
N-3447	100
OXIDO DE ZINC	5
ACIDO ESTEARICO	1
N-330	50
CYZONE H.P.	1
CYANAPLEX 1 S	1
CAOLIN SUAVE	50
PARAPLEX G 25	<u>8</u>
	216

El N-3447 es el hule nitrilo (34% ACN y viscosidad - Mooney 47) como base elastomérica.

El óxido de Zinc y el ácido estearico constituyen el sistema de activación.

N-330 es negro de humo de horno, abrasión alta, no conductor y curado normal.

El Cyzone H.P. (N-1,3-dimetil butil-fenil-p-fenilendiamina) es antiozonante.

Cyanaflex 1S (1,2-dihidro-2,2,4-trimetil quinolina), antidegradante.

El caolín suave se usó como carga blanca.

Paraplex G25, mezcla de un ácido para alquil- -  
bencen sulfónico de alto peso molecular con un álcohol  
de alto punto de ebullición y un aceite parafínico, --  
usado como plastificante y ayuda de proceso.

#### 4.2 SISTEMAS DE ACELERACION.

Los aceleradores probados fueron:

MBTS: 2,2 ditio-bisbenzotiazol (disulfuro de benzo-  
tiazilo).

MBT: 2 mercapto benzotiazol.

ETIL CADMATO: Dietil-ditocarbamato de cadmio.

ETIL TELURAC: Dietil-ditocarbamato de telurio.

UNADS: TMTM: Monosulfuro de tetrametil tiuramio.

SULFADS: PMTT: Tetrasulfuro de dipentametil tiu-  
ramio.

MORFAX: AMAX: N-oxidietilen-benzotiazol-2-sulfena-  
mida.

BUTILZIMATO: ZDB: N,N-dibutil-ditocarbamato de Zinc.

METIL TUADS: TMTD: Disulfuro de tetrametil tiuramio.

Como agente vulcanizante se usó azufre en diferentes -  
proporciones.

En la tabla 4.1 se presentan todas las formaciones de  
prueba en partes (PCH), peso (g) y porcentaje (%).  
La selección de las concentraciones probadas fueron las pro-  
puestas por "The Vanderbilt Rubber Handbook"

#### 4.3 MEZCLADO DE COMPUESTOS.

Las mezclas se prepararon en un Banbury que es un mezclador de tipo cerrado con dos rodillos helicoidales que van dentro de la cámara y que por su misma forma y posición obligan al hule a mezclarse más rápidamente con el resto de los ingredientes, reduciendo notablemente el ciclo de mezclado en comparación con un molino abierto.

El Banbury esta equipado con:

Agua de enfriamiento a 20 - 25°C.

Vapor de Calentamiento.

Registrador de tiempo "Timer" rango de 0 - 60 min.

Registrador de temperatura, rango 0 - 500°F.

Amperímetro.

Indicador de presión de agua, aire y vapor con rango de 0 - 200 psig.

##### 4.3.1 Procedimiento.

Se pesan todos los ingredientes, el polímero se corta en trozos pequeños para facilitar su masticado.

Verificada la limpieza de la cámara y tolva así como estabilizada la temperatura, se arranca el registrador de potencia, en este momento el Banbury está listo para llevar a cabo el mezclado. Se adiciona el hule, se aplica la presión máxima al pistón

y se arranca el Timer; en este momento se inicia el conteo del tiempo, al minuto se para el Timer, abrir la puerta y subir el pistón, está operación se realiza cada vez que son agregados los ingredientes.

Se agrega el ácido esteárico junto con el óxido de Zinc, se cierra la puerta y baja el pistón; para regular la temperatura, se abren las llaves del agua, a los dos minutos se baja con una espátula el compuesto que haya quedado obstruido en las paredes de la Tolva y se agrega el negro de humo con el cao lín, se cierra la puerta y baja el pistón a los tres minutos el paraplex G25, Cyanaflex, Cyzone H.P. y azufre son agregados, después de un minuto se descarga el compuesto verificando que no quede nada en la cámara.

La mezcla se pasa a un molino con rodillos de 15 X 30 cm. con el fin de acelerarla esto se hace de la manera siguiente:

Se coloca la mezcla encima de los rodillos del molino que deben encontrarse a una temperatura de  $50 \pm 5^{\circ}\text{C}$  con una abertura de 0.2 cm. Tan pronto la mezcla haga banda, se agregan los aceleradores a todo lo largo de los rodillos, haciendo cortes, de tal forma que se incorporen totalmente, -- durante todo el tiempo que dura la aceleración, las llaves del agua permanecen abiertas para evitar el aumento excesivo de temperatura. Para refinar el compuesto se hace pasar nueve veces sin hacer banda por el molino, después se ajusta la separación de -

los rodillos a manera de obtener una lámina de 0.22 cm. de espesor, inmediatamente que el compuesto forme banda hacerle cortes hasta que solo quede la mitad del compuesto en el molino, a la mitad del compuesto que está en éste, se le hacen tres cortes de  $3/4$  a cada lado. En el momento que hace nuevamente banda, el molino se para y a una distancia de 3 a 5 cm. de la mordida se hace un corte horizontal y so teniendo la punta se pone el molino en operación -- hasta que la lámina salga totalmente del mismo. Se repite la operación para la otra mitad del compuesto.

Este mismo procedimiento se utilizó para todos los compuestos.

Las láminas se identifican para no confundirlas y se les marca una flecha en la dirección del grano éste corre perpendicular a la marca que deja el molino. Una vez identificadas, se dejan reposar de 2 a 24 horas, sobre una superficie de vidrio o metálica limpia, según especificación del procedimiento ASTM-D-15-66T.

Las pruebas que se describen a continuación se realizaron para todos los compuestos en las mismas condiciones, los aparatos y procedimientos son los especificados en los códigos ASTM.

#### 4.4 PRUEBAS FISICAS DE CONTROL.

Los conceptos tales como; tensión, dureza, módulo - elástico, elongación, plasticidad, etc. en el campo de los elastómeros adquieren un significado muy especial que a veces difiere de los conceptos clásicos, por este motivo se definen en este capítulo los conceptos específicos de las propiedades físicas, así como su interpretación y terminología establecida; por constituir la base para el control analítico y obtención de indicadores confiables que permiten evaluar cuantitativamente los efectos del cambio de las variables bajo investigación y validar las conclusiones obtenidas.

##### Tensión a la ruptura.

Es la carga por unidad de sección transversal necesaria para llevar a la ruptura una probeta de polímero con dimensiones específicas, tomada en el momento en el cual la elongación es máxima. Sus unidades son unidades de fuerza por unidad de sección método A.S.T.M. D-412.

##### Elongación.

La elongación máxima es la deformación por extensión producida entre dos marcas de referencia, por un esfuerzo de tracción y se expresa como un porcentaje de la distancia original entre las marcas de referencia, cuando se obtiene la ruptura, describe la habilidad de estiramiento máximo. ASTM D-412.

##### Modulo

Es la carga por unidad de sección transversal o esfuerzo necesario para producir una elongación dada siempre

y cuando no se produzca ruptura. Indica la resistencia - al alargamiento o rigidez de los hules vulcanizados. ASTM D-412.

#### Deformación Permanente.

Es la cantidad porcentual de desplazamiento residual medida a un tiempo dado después de eliminar el esfuerzo deformante. Es una medición de la capacidad de un vulcanizado para recuperar su forma y dimensiones originales. ASTM D-395.

#### Dureza.

Es la resistencia relativa de una superficie a la penetración de un punzón con dimensiones de conicidad específicas y bajo una carga dada.

Sus unidades son porcentuales respecto a la profundidad de penetración o bien relativa a un cuerpo cuya dureza es patrón y sirve como base para determinar la profundidad de penetración del punzón en el material bajo -- prueba con respecto a la penetración (cero) en el cuerpo patrón ASTM D2240

#### Abrasión

Es específica para un tipo de compuesto y se define como la resistencia al desgaste por contacto con una superficie abrasiva móvil bajo condiciones específicas de carga y velocidad. Se compara usualmente en porcentaje de resistencia, contra una composición normalizada en condiciones idénticas de ensayo y el factor de medición es la pérdida de volumen de ambas, después de un tiempo determinado de prueba. ASTM D2228



### Relajación a la tensión.

La disminución cuantitativa de la tensión de un -- elastómero sometido a deformación constante durante un -- período de tiempo y tomado con respecto a su tensión ori-- ginal se llama relajación a la tensión ASTM D-412.

### Resiliencia.

La resiliencia es la relación de la energía devuel-- ta por un elastómero al recuperarse de una deformación -- con respecto a la energía necesaria para producir esta de-- formación. Sus unidades están dadas en por ciento. ASTM D-1054.

### Histéresis.

Es la energía que absorbe un elastómero al ser some-- tido a un esfuerzo deformante y se expresa en función de su resiliencia; como 100 menos el porcentaje de resiliencia es frecuente que este fenómeno se manifieste como conver-- sión de energía mecánica a calor.

El calor generado o incremento térmico es la dife-- rencial de temperatura por unidad de masa para un compues-- to elastómerico cuyo calor específico se conoce cuando se produce el fenómeno de histerésis. Se mide en unidades - de temperatura ordinariamente aunque si el valor numérico del calor específico es conocido, es posible interpretarlo en unidades de calor. ASTM D-623.

## Resistencia al envejecimiento.

Se conoce como resistencia al envejecimiento la propiedad que presentan algunos elastómeros a oponerse al -- agrietamiento, reblandecimiento, endurecimiento o bien a degradarse en su estructura molecular debido a la acción de diferentes agentes oxidantes, disolventes o bien el calor.

Los métodos más usados para medir envejecimiento natural son: ASTM D-572 envejecimiento por oxígeno a presión ASTM D-454 aire caliente a presión y ASTM D-573 envejecimiento en estufa. Sus unidades se expresan como un porcentaje de pérdida de las propiedades físicas, tales como - módulo tensión o elongación y pérdida de dureza antes y - después de la prueba. Es interesante hacer notar que la introducción de estas normas citan la siguiente aclaración Este tipo de ensayo es sólo comparativo de mezclas cuyas características de envejecimiento natural y acelerado sean ambas conocidas.

En cuanto a los métodos de envejecimiento artificial, los más usados son el ASTM D-1149, conocido también bajo el nombre de agrietamiento en cámara de ozono y la norma - ASTM D-471 que cuantifica el deterioro por solventes.

## 4.5 COMPUESTOS CRUDOS.

A los compuestos crudos se les determinaron las pruebas de: viscosidad Mooney, quemado y reometría, con objeto de evaluar su plasticidad, proceso bilial, tendencia a pre-vulcanización, estado y velocidad de vulcanización, tempe-

ratura y tiempo óptimos de la misma y sobre vulcanización.

#### Determinación de la viscosidad Mooney.

El viscosímetro Mooney se usa para medir la plasticidad relativa de hules crudos, regenerados, naturales ó sintéticos y sus componentes no vulcanizados. Este mismo aparato se usa para medir el tiempo de quemado de las mezclas de hule, método ASTM D-1646.

El viscosímetro consiste en un disco rotor, el cual gira en una cámara cilíndrica empotrada en dos placas calentadas, la superficie de la cámara y el rotor están corrugadas para evitar deslizamientos, la cámara se abre ó cierra; la muestra de hule es comprimida y friccionada -- por el movimiento del rotor impulsado por un motor sincrónico; la muestra se calienta y moldea alrededor del rotor - cuando la cámara está cerrada, la resistencia del hule a girar en la cámara, se manifiesta en que frena al motor, originando un corrimiento de un eje horizontal; en el extremo opuesto a éste, hay un clibrador que registra los corrimientos, esta lectura es proporcional a la viscosidad de la muestra; la viscosidad, se mide en unidades de Viscosidad Mooney de tal forma que una unidad Mooney equivale a 0.083 Nm ó 0.735 lbf. in

#### Procedimiento:

Se ajusta la temperatura de las placas a 100°C y se coloca el rotor ( 1 1/2" ) para su calentamiento, se cortan dos piezas de hule de aproximadamente 3 X 3 cm. con 1 cm. de ancho y un peso de 15 gramos cada uno. Se inserta el hule en el rotor en forma alternada hule-rotor-hule, se -

coloca dentro de la máquina y se espera un minuto antes de arrancar el motor. Se observa la lectura en la carátula, si la lectura excede la escala de 100 se cambia el rango a 200 y si aún así este es excedido se cambia el rotor por uno más grande. Se anota la lectura a los cuatro minutos. Las gráficas que se presentan en los resultados son las obtenidas de esta prueba.

#### Prueba de Quemado (SCORCH).

Para esta prueba, como ya mencionamos antes, se utiliza el mismo aparato que para la determinación de la viscosidad, la forma de operación del aparato es la misma, - las temperaturas de prueba fueron de 100 a 125°C, la muestra se acondiciona un minuto antes de arrancar el motor, se observan las lecturas cada minuto hasta que haya un aumento definitivo y permanente de 20 unidades. El tiempo necesario para producir este incremento es el tiempo de quemado.

Las gráficas de esta prueba se muestran en el capítulo de cálculos y resultados. ASTM D-1646.

#### Velocidad y Estado de Vulcanización.

La prueba se determina en el reómetro, este aparato esta regido bajo el mismo principio básico que el viscosímetro, el esfuerzo continuo rotacional en un viscosímetro y oscilante en el reómetro. Un disco bicónico oscila con una amplitud de 1° de arco dentro de una cámara cilíndrica empotradas en dos placas calentadas. La cámara se abre

o cierra automáticamente, el reómetro consta también de un control de temperatura. La forma de colocar la muestra es la misma que en el viscosímetro, una vez colocada la muestra se arranca el motor obteniéndose la gráfica - al mismo tiempo. Las gráficas de esta prueba señalan la curva completa de las características de curado de un compuesto y las propiedades desde su estado inicial crudo -- hasta el período de postvulcanización.

En el método ASTM D-2084 se describe en detalle el aparato y procedimiento estándar para su determinación. La información más importante que se obtiene de la misma es la seguridad en procesamiento y el tiempo óptimo de vulcanización del compuesto.

#### 4.6 VULCANIZADOS.

A los compuestos vulcanizados se les determinaron sus propiedades físicas de: tensión a la ruptura, elongación y módulo, tanto a los vulcanizados originales como envejecidos en los aceites ASTM # 1, 3 y oxígeno (aire). Resistencia al desgarre. Cambio en volumen y masa. Gravedad específica. Prueba de Ozono. Dureza y Deformación permanente por compresión.

Determinación de Módulo, Tensión y Elongación.

Preparación de las muestras:

La preparación de las muestras se realiza en la misma forma para las pruebas de estiramiento, tanto originales como envejecidas en los diferentes medios especificados. Método: ASTM D-412.

Para vulcanizar los macrotensiles de los cuales se sacarán las probetas de prueba se toman los tiempos óptimos de vulcanización (90% del torque máximo) de C/U de -- los diferentes compuestos a la misma temperatura a la cual se realizó la reometría (160°C). En la prensa que se vulcanizó se ajustó la temperatura y tiempo que debe permanecer la muestra vulcanizandose. El molde utilizado tiene las dimensiones que se especifican en el método de ASTM - D-412-51T para estas pruebas. Para detener la vulcanización lo que se hace es poner en agua por tres minutos los macrotensiles, inmediatamente después de haberlos sacado de la prensa, se dejan reposar durante una hora para poder hacer las pruebas; el corte de las probetas se tiene que hacer en dirección del grano a menos que se quiera hacer la prueba en contra del grano.

La forma de cortar las probetas es marcándolas según las especificaciones establecidas por el método, con un - marcador para el módulo, tensión y elongación siendo la - misma forma para todas ellas. El marcado de la prueba de desgarre es diferente, se debe tener cuidado de que ninguna probeta lleve fallas.

Para las pruebas de módulo, tensión y elongación se utilizó la misma probeta por cada compuesto ejecutándose por quintuplicado.

A cada probeta se le midió su espesor con un calibrador Randall Stickney en la parte central, tomando tres puntos y se calculó su promedio, cada probeta se identificó y marcó con un lápiz plata marcado en la parte angosta unas - líneas con una separación de 2.5 cm. de tal forma que queden centradas. esto se hizo para que al momento de estirar puedan tomarse como referencia para medir la distancia estirada.

Para las muestras de la prueba de desgarre no hay necesidad de marcar la distancia, solo se midió su espesor. Para la medición de todas estas pruebas se utilizó un aparato llamado tensiómetro.

La máquina para medir estas pruebas cuenta con una fuerza para estirar ó romper la muestra, esta fuerza tiene que ser transmitida a través de una cadena a la polea que hace mover el péndulo con pesas de su posición de reposo. El péndulo a su vez mueve la aguja indicadora de la carátula graduada y también la plumilla del registro eléctrico, este registro está conectado en tal forma que se puede accionar por medio de un botón manual y registra en el papel una marca en el momento de determinar los módulos a 100, 200 o 300% según se desee; en el momento de la ruptura la plumilla regresa a su posición original pudiendo, de esta manera determinar la lectura final.

La muestra se coloca entre las mordazas y se opera la máquina junto con la plumilla, de esta manera, la muestra se va estirando y con una regla se va observando su estiramiento. Cuando la distancia llega a dos centímetros y medio oprimir el botón y con esta lectura se calculó el módulo al módulo a 100%, para 200% son dos veces esta distancia y a 300% tres veces; para el cálculo de la tensión y el desgarre se tomaron las lecturas finales esto es cuando el estiramiento o elongación es máxima.

Estas pruebas fueron realizadas en condiciones normales; envejecidas en aceite ASTM 1 y ASTM 3 a 160°C durante 72 horas y envejecidas en aire a 100°C durante 70 horas la forma de operar el aparato es la misma para to-

das ellas.

Las muestras envejecidas en aceite se prepararon colocándolas en un tubo de vidrio de 38 X 300 mm. lleno a tres cuartas partes de su capacidad de aceite, suspendidas con un alambre y tapando con un tapón de corcho con tubo respirador. La preparación es la misma para las probetas - muestra de cambio en volumen y de dureza. El tubo es sumergido en un baño de aceite a la temperatura y tiempo especificados, después de transcurrido ese tiempo fueron retiradas y colocadas sobre un cartón para que se enfriaran, posteriormente se limpian con estopa y acetona y se procede a probarlas.

Las otras muestras que son envejecidas en aire, lo único que se les hace es colgarlas dentro de la estufa a 100°C durante 70 horas, después se sacan y se colocan en una superficie de cartón y se dejan reposar durante dos - horas antes de probarlas.

Para la prueba de desgarre el molde a usar esta especificado en el método ASTM D-624, la operación del aparato es la misma, solo que en esta prueba se coloca la muestra entre las mordazas y se deja que se rompa y en ese momento se toma la lectura, los calculos se muestran en el capítulo de resultados.

#### Dureza Shore C.

Se moldean tres discos de 1.35 pulgadas de diámetro, los cuales se acondicionan por doce horas a 77°F antes de probarse.



El tiempo de vulcanización para estos discos es de doce minutos más el tiempo de vulcanización óptimo.

Esta prueba es realizada con un durómetro Shore C de aquí; su nombre y un soporte para durómetro para pesos de 11 lbs.

La prueba consiste en colocar el disco en la base del durómetro y dejar caer sobre él la punta esférica de la carga, la profundidad es registrada en la carátula del durómetro en una escala de 0 a 100, se toman varias lecturas en diferentes puntos del disco, se calcula el promedio y su valor se informa como resultado, método ASTM D-2240.

#### Gravedad Especifica

Esta prueba fué realizada en condiciones normales y envejecidas en aceite ASTM 1 y ASTM 3.

De un macrotensil se cortan dos muestras de prueba de 2 X 2 cm. de cada compuesto, se pesan primero en aire en una balanza analítica y después sumergidos en agua teniendo cuidado de que la muestra no tope con las paredes del vaso.

Las muestras que fueron envejecidas en aceite a -- 160°C y durante 72 horas al retirarlas del aceite fueron limpiadas con etanol y un trozo de tela antes de pesarlas. Con los datos obtenidos se calcula la gravedad específica.

Este método tiene el código ASTM D-297.

INGREDIENTES	COMPONENTES													
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
N 3447	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Oxido de Zinc	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Acido esteirico	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
N-330	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50
Cyzone	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Cyanoflex	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Caolin Suave	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50
Paraplex	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
Azufre	0.5	0.5	1	1	2	2	1.5	1.5	1	1	1	1	2	2
MTS	0.5		1	1	1		1.5	1					1	
NET		0.5		1		1		1.5		1				1
ETIL CADMIATO	3	3									1			
ETIL TELURAC			0.3	0.3	2	2								
UNADS							3	3						
SULFADS									1	1	1	1		
MORFAX														
BUTILZINATO													2	2
MUTIL TIADS													221	221
T O T A L	220	220	218.3	218.3	221	221	222	222	219	219	219	219	221	221

## RESULTADOS Y CALCULOS

- 5.1 REOMETRIA
- 5.2 QUEMADO
- 5.3 VISCOSIDAD MOONEY
- 5.4 PRUEBAS ESTIRAMIENTO
- 5.5 RESISTENCIA AL DESGARRE
- 5.6 GRAVEDAD ESPECIFICA
- 5.7 CAMBIO EN VOLUMEN Y MASA
- 5.8 PRUEBAS DE OZONO
- 5.9 DUREZA
- 5.10 DEFORMACION POR COMPRESION
- 5.11 RESUMEN Y ANALISIS

## RESULTADOS Y CALCULOS

Los resultados obtenidos en las pruebas realizadas, constituyen la base de evaluación para fines comparativos y consecución de objetivos, se apoyan a su vez, en la confiabilidad del método analítico y de la determinación operacional.

Sus parámetros y cálculos efectuados se exponen en detalle en los siguientes incisos:

### 5.1 REOMETRIA

Aparato: Reómetro Monsanto 900  
Procedimiento: Capítulo 4.5  
Condiciones: Rango 100 y 200 lb.in.

Pre calentamiento: 0 seg.  
Velocidad de prueba: 30 min.  
Arco:  $\pm 3$   
Temperatura: 160°C  
Capacidad: 12-15 g

Tiempo óptimo y torque a 90% de vulcanización:

$$T(x\%) = (MH - ML) (x/100) + ML$$

donde:

$MH$  = Torque máximo

$ML$  = Torque mínimo

$x\%$  = Porcentaje de vulcanización

$T$  = Torque a un porcentaje dado

Ejemplo de cálculo para el compuesto 1:

$$T(90\%) = (70.4 \text{ lb.in} - 20.4 \text{ lb.in})(0.90) + 20.4 \text{ lb.in.}$$

$$T(90\%) = 65.4 \text{ lb.in.}$$

Con este valor se lee directamente en la gráfica el tiempo óptimo de vulcanización que es 8:15

En la misma forma se calcula el tiempo óptimo de vulcanización para todos los compuestos.

En la tabla 5.1 aparecen todos los valores calculados.

TABLA 5.1

R E O M E T R I A

COMPUESTO	TORQUE MAX. lb.in	TORQUE MIN.	TORQUE 90%	TORQUE 40%	TIEMPO 90%	TIEMPO 40%	T <sub>a</sub> + 1
AYD 1	70.4	20.4	65.4	40.4	8' 15"	1' 52"	1' 7"
AYD 2	104	30.2	96.62	59.72	6' 45"	1' 15"	45"
AYD 3	59.9	19.5	55.06	35.5	7' 45"	3' 17"	2'
AYD 4	60.4	17.2	56.08	34.48	7' 20"	2' 45"	1' 30"
AYD 5	121.8	13.6	110.98	56.88	5' 52"	2' 7"	1' 30"
AYD 6	114.8	20.4	105.36	58.16	4' 20"	1' 52"	1' 5"
AYD 7	147.6	18.4	134.68	70.08	4' 30"	1' 15"	45"
AYD 8	146.0	27.6	134.16	74.96	6' 15"	52"	30"
AYD 9	53	16.2	49.32	30.92	12' 50"	3' 55"	2' 30"
AYD 10	40.9	15.2	38.33	25.48	20' 15"	4' 50"	2' 37"
AYD 11	95.8	19.0	88.12	49.72	6' 45"	1' 15"	1' 7"
AYD 12	56.2	16.8	52.26	32.56	13'	3' 30"	2' 20"
AYD 13	134	15.6	122.16	62.96	4' 15"	1' 30"	1' 20"
AYD 14	138	18	126	66	4'	1' 30"	1' 7"

VELOCIDAD DE FIERRA: 30 min

CONVUESTO: ATD 1

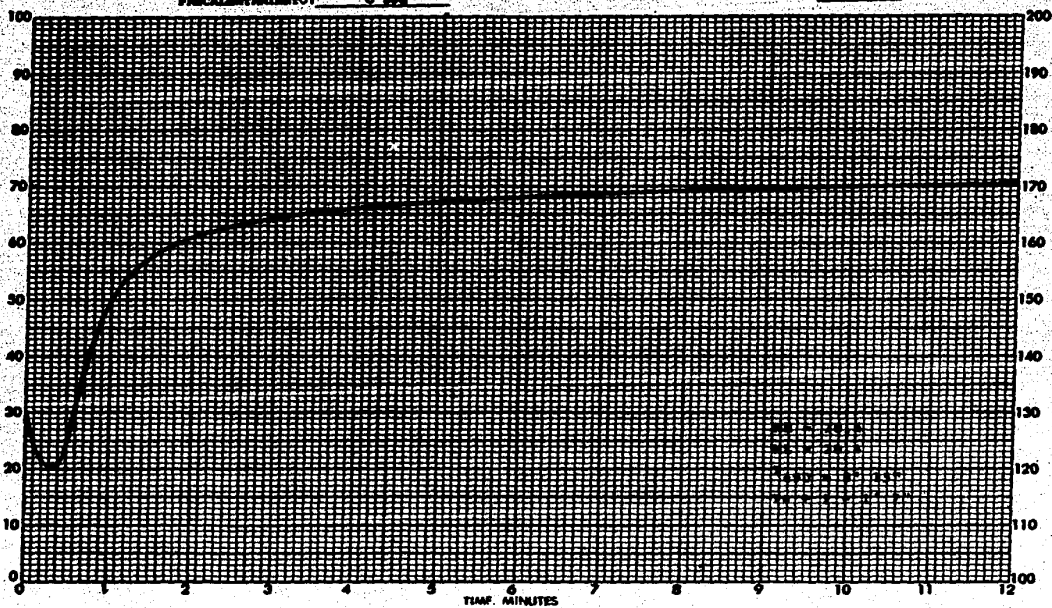
RANGO SELECCIONADO: 100

ANLO: 3

FRECUENTAMIENTO: 0.5 Hz

TEMPERATURA: 160°C

1/4  
□



VELOCIDAD DE VIBRACION: 30 min

CONJUNTO: AVD 2

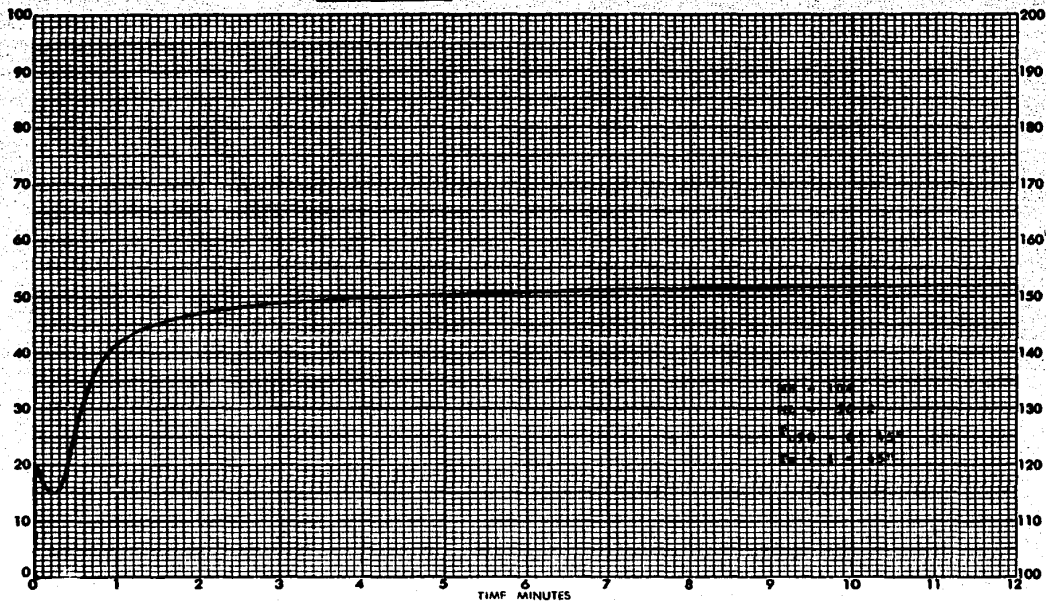
RANGO SELECCIONADO: 200

ARCO: 3

PRECALENTAMIENTO: 0 seg

TEMPERATURA: 140 °C

3  
4  
□□





VELOCIDAD DE PRUEBA: 30 min.

COMPUESTO: AVR 3

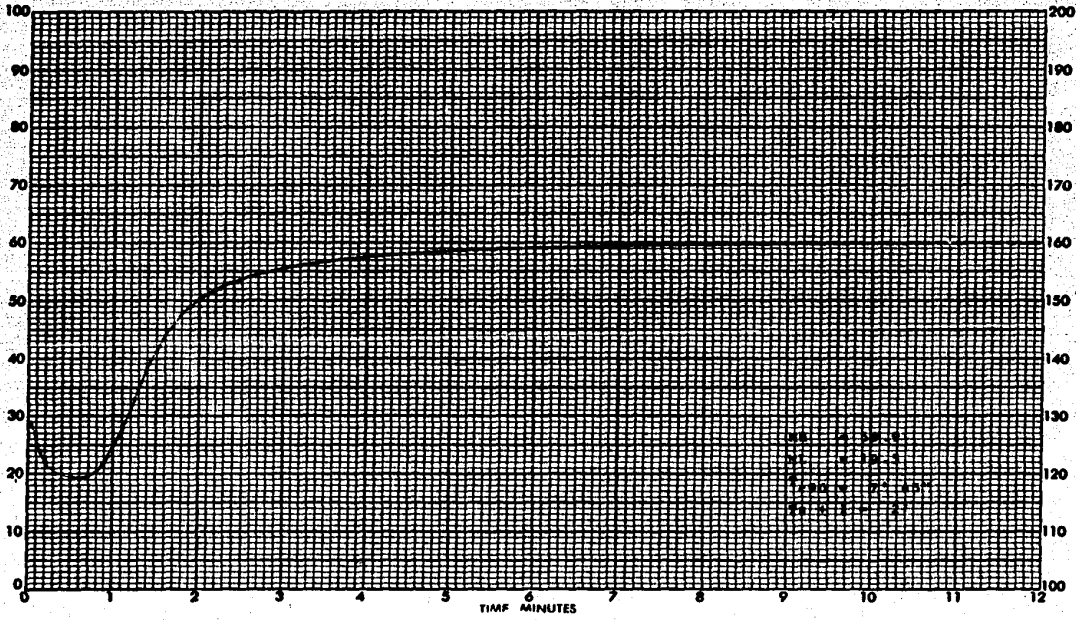
RANGO SELECCIONADO: 100

ARCO: 3

PRECALENTAMIENTO: 0 seg.

TEMPERATURA: 160 °C

2  
5  
4  
□ □



25  
20  
15  
10  
5  
0

VELOCIDAD DE PIERZA: 30 R/P

RANGO SELECCIONADO: 100

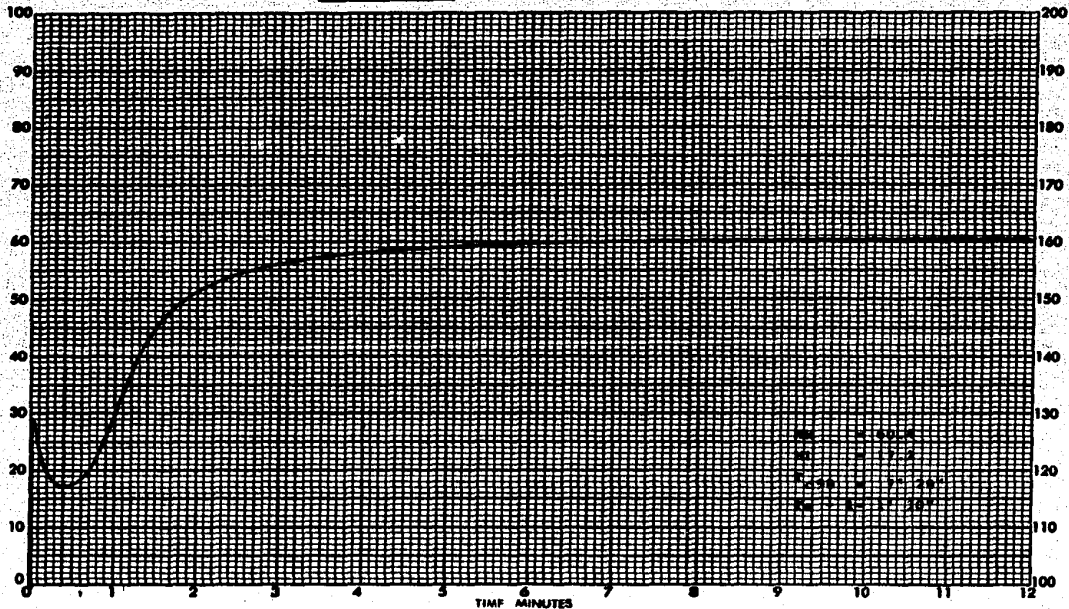
PRECALENTAMIENTO: 0 seg.

COMPUESTO: AYD 4

ARLO: 3

TEMPERATURA: 160 °C

100  
90  
80  
70  
60  
50  
40  
30  
20  
10  
0



100  
90  
80  
70  
60  
50  
40  
30  
20  
10  
0

VELOCIDAD DE PRUEBA: 30 m/m.

RANGO SELECCIONADO: 200

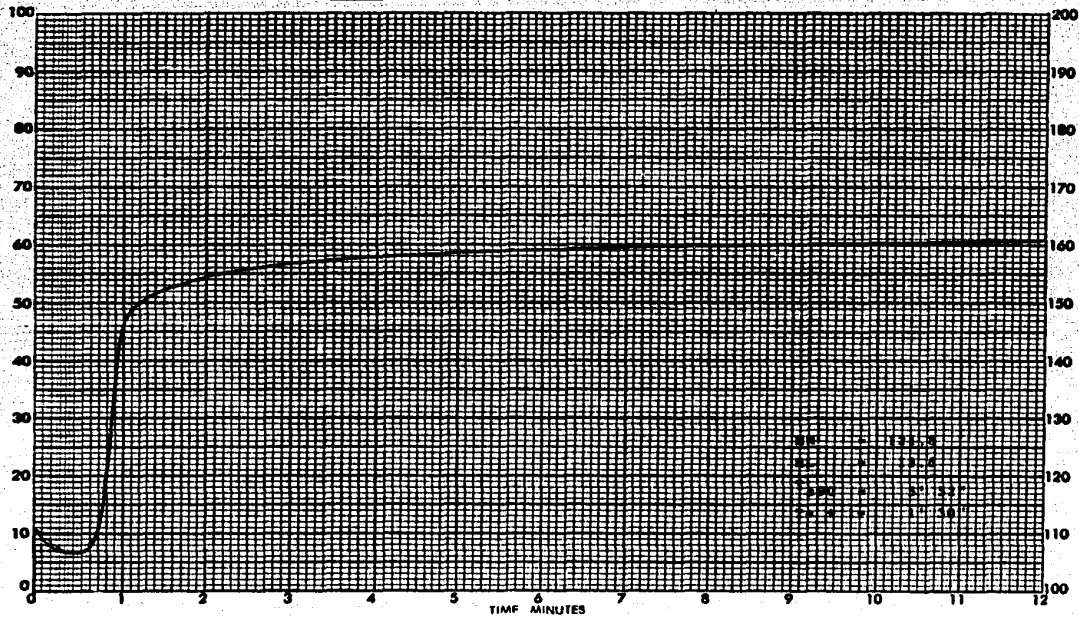
PRECALENTAMIENTO: 0 seg.

COMPUESTO: AYD 5

ARCO: 3

TEMPERATURA: 160 °C

□□



VELOCIDAD DE PRUEBA: 30 min.

RANGO SELECCIONADO: 200

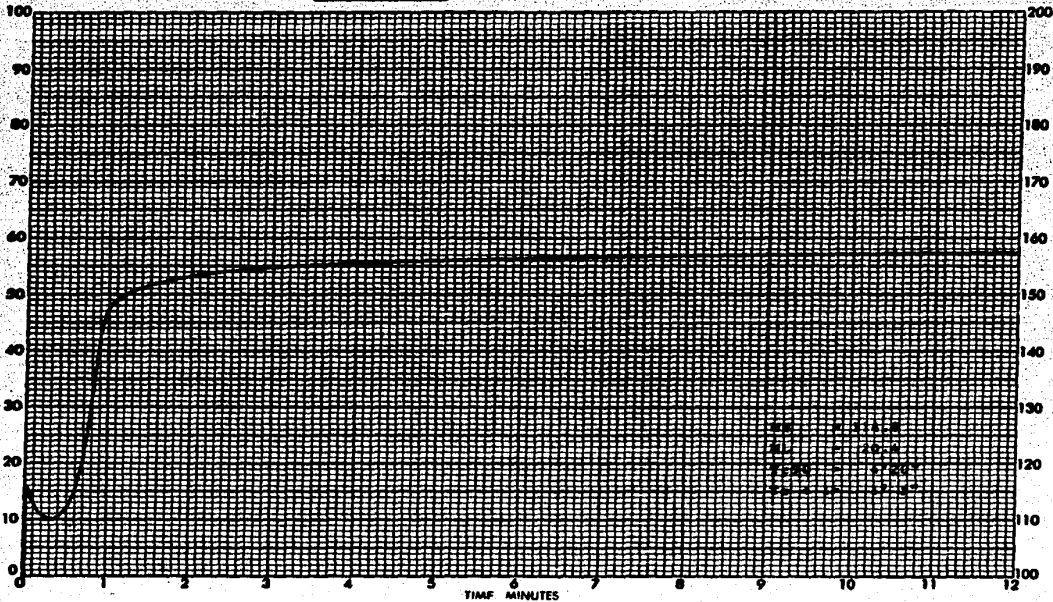
PRECALENTAMIENTO: 0 seg.

COMPUESTO: AYD 6

ARCO: 3

TEMPERATURA: 160 °C

□ □



VELOCIDAD DE PRESIÓN: 30 min

COMPUESTO: AYD 7

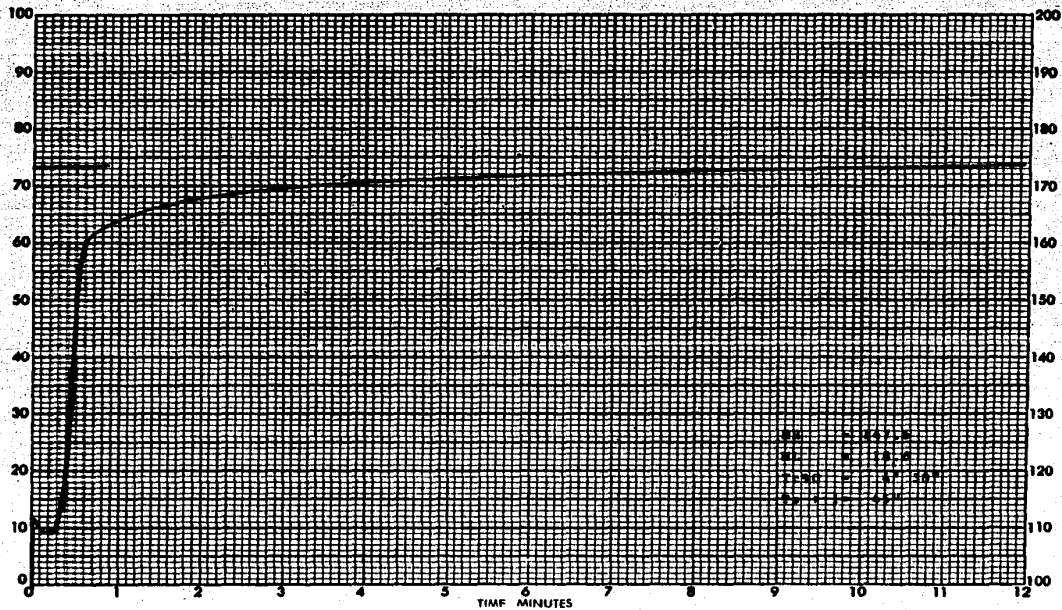
RANGO SELECCIONADO: 200

ARCO: 3

PRECALENTAMIENTO: 0 seg.

TEMPERATURA: 160 °C

□ □



VELOCIDAD DE PRUEBA: 30 min

COMPUESTO: AYD 8

NUMERO SELECCIONADO: 200

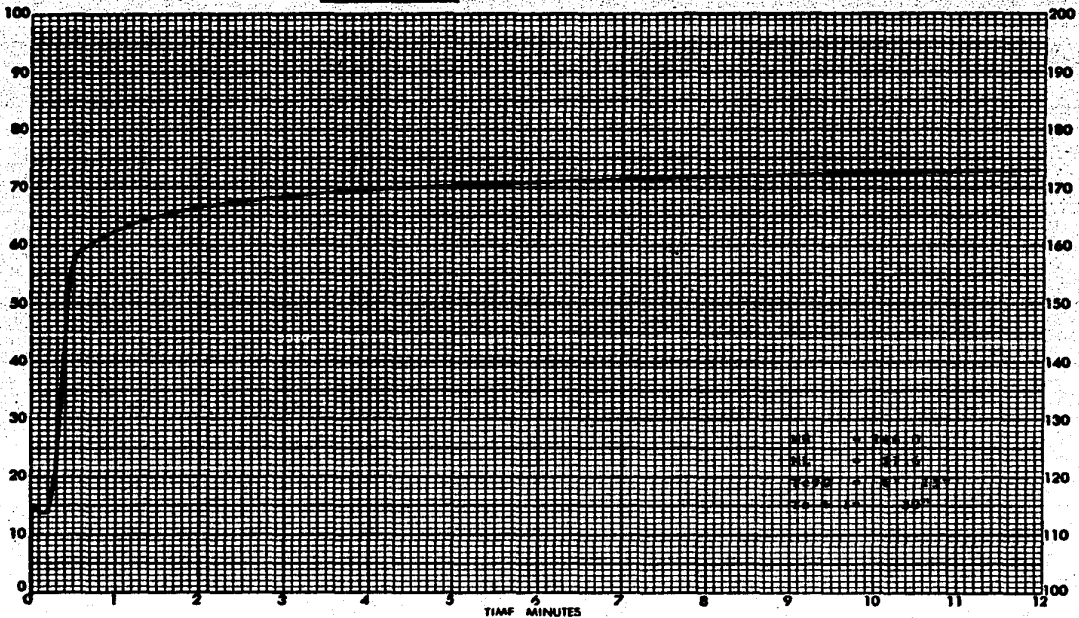
ARCO: 3

PRECALENTAMIENTO: 0 seg.

TEMPERATURA: 140 °C.

8  
2  
4

□  
L



8  
2  
4

VELOCIDAD DE PRUEBA: 30 min

RANGO SELECCIONADO: 100

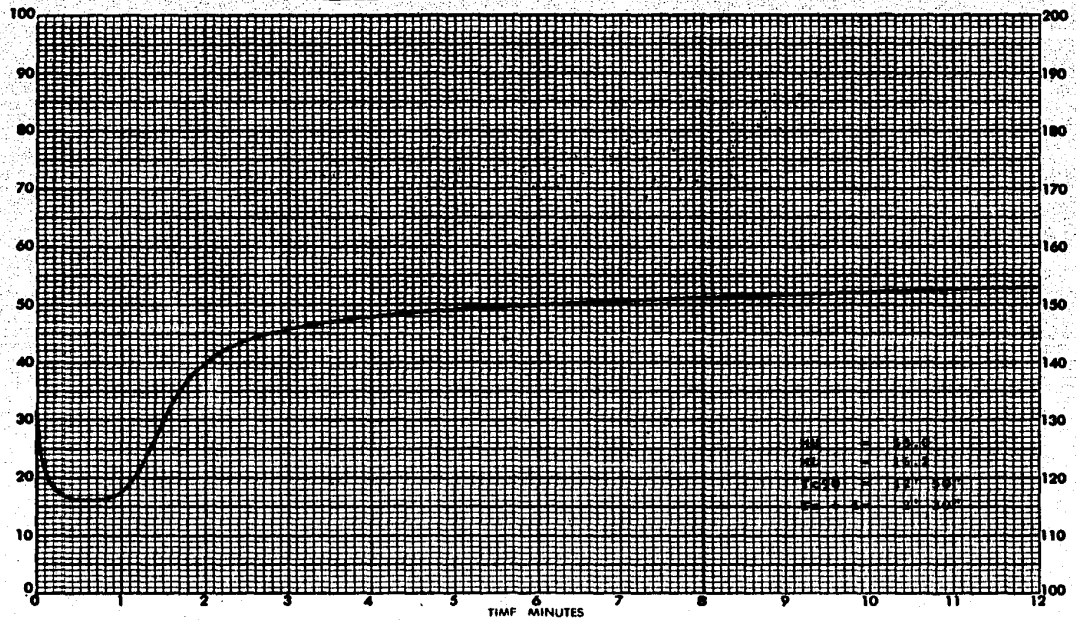
PRECALENTAMIENTO: 0 seg.

COMPUESTO: AVD 2

ARCO: 3

TEMPERATURA: 160 °C

3  
5  
□ □



30  
100  
160 °C  
AVD 2

VELOCIDAD DE PRUEBA: 30 min

COMPUESTO: AYD 10

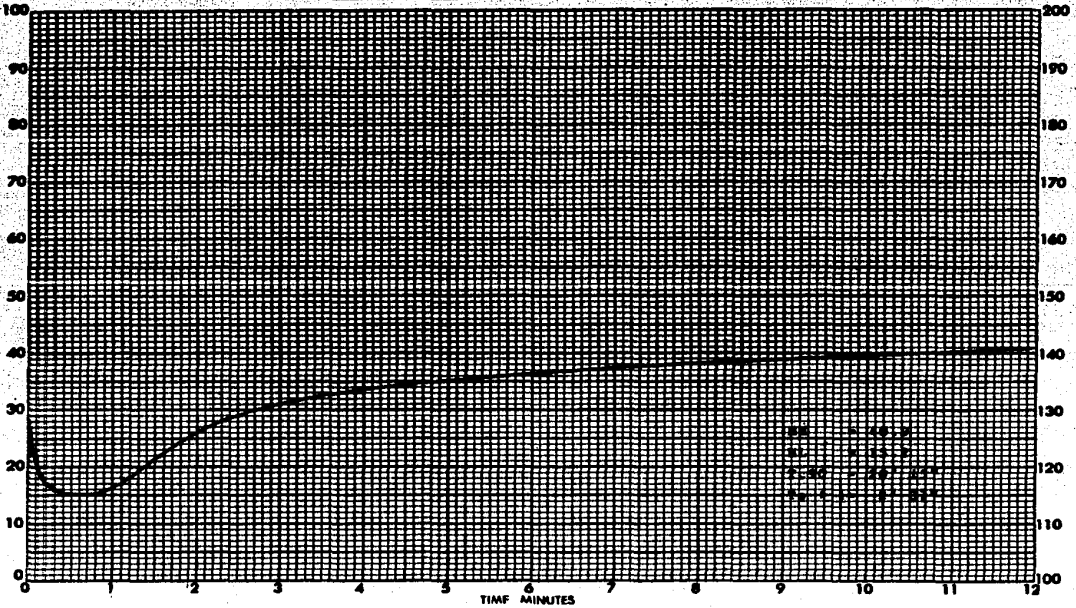
RANGO SELECCIONADO: 100

ARCO: 3

PRECALENTAMIENTO: 0 seg.

TEMPERATURA: 160 °C

□ □



AYD 10  
30 min  
100  
0 seg.  
160 °C



VELOCIDAD DE PRESA: 30 min.

COMPUESTO: AYD 11

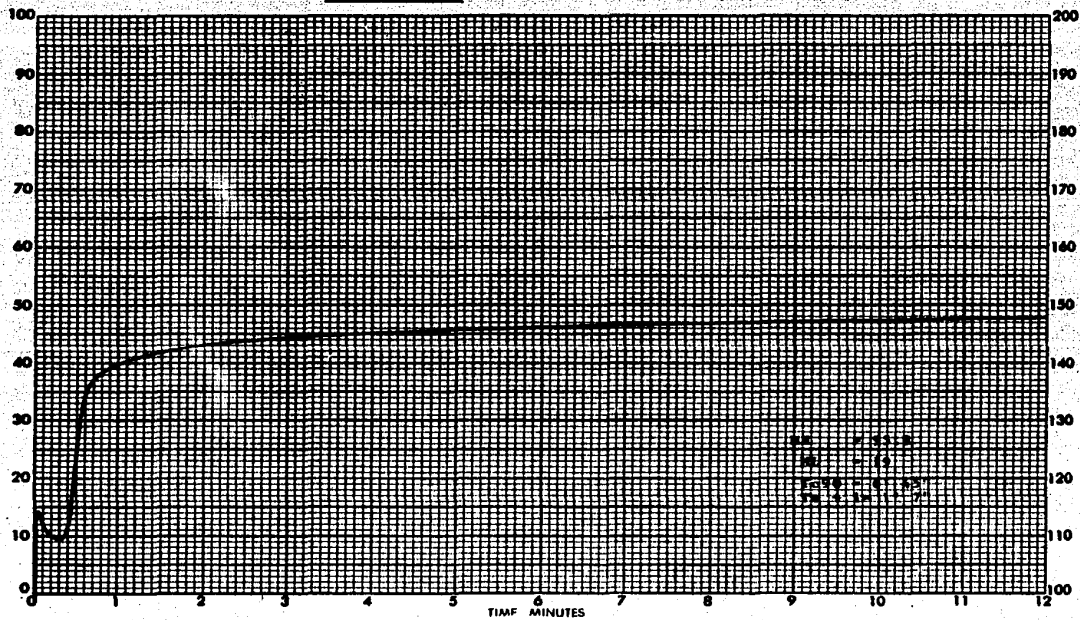
RUNGO SELECCIONADO: 200

ANCO: 3

PRECALENTAMIENTO: 0 seg.

TEMPERATURA: 160 °C

$\frac{E}{t}$   
□ □



AYD 11  
200  
3  
160 °C

VELOCIDAD DE PRESA: 30 min

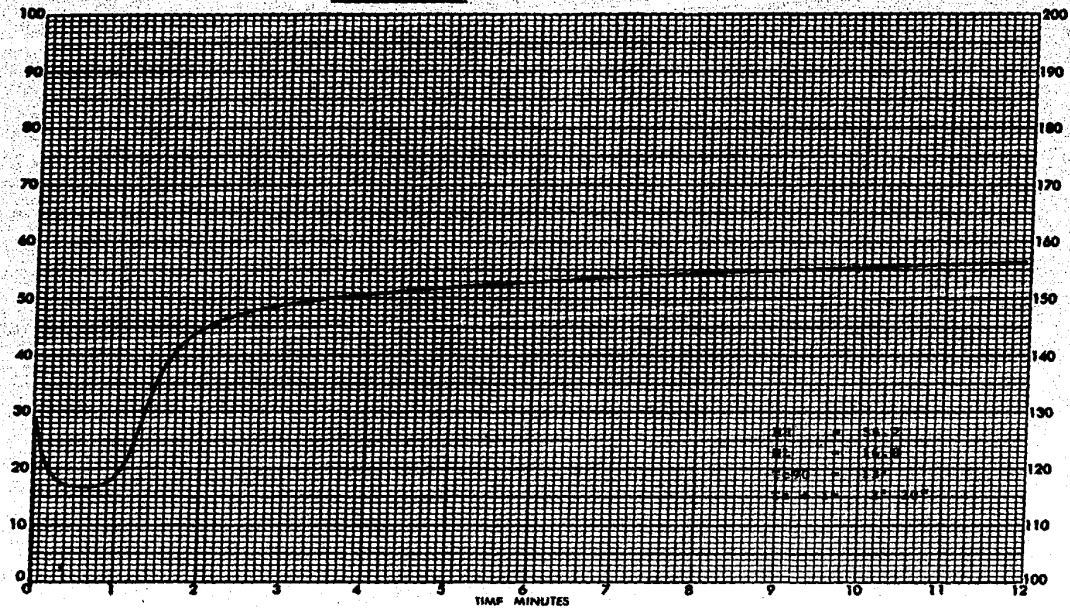
COMPUESTO: AYD 12

RANGO SELECCIONADO: 100

ARCO: 3

PRECALENTAMIENTO: 0 seg

TEMPERATURA: 160 °C



VELOCIDAD DE PRUEBA: 30 min.

COMPUESTO: AVD 13

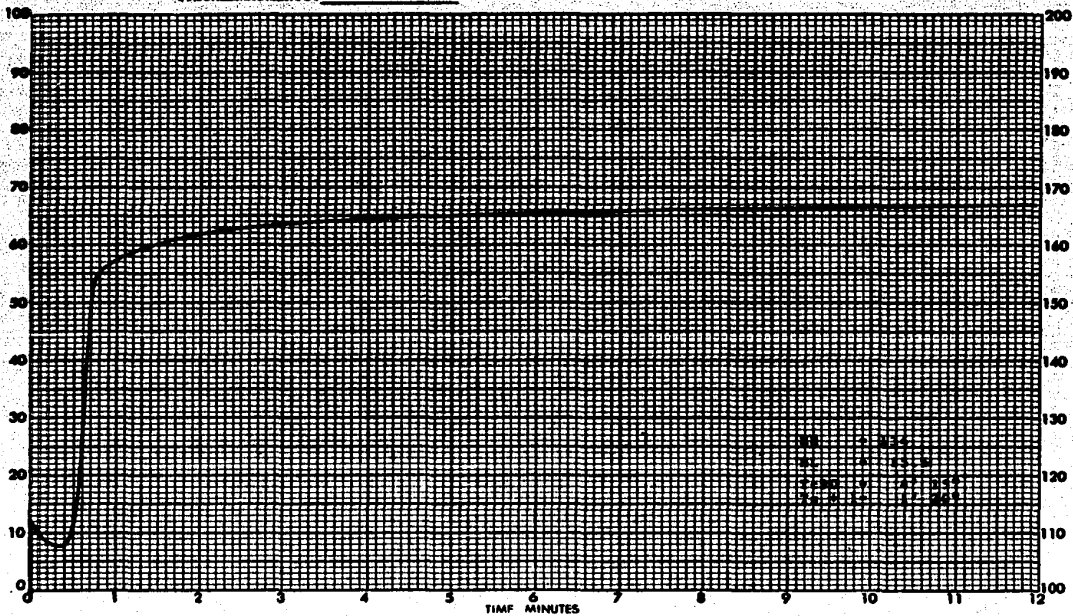
NUMERO SELECCIONADO: 200

ARCO: 3

PRECALENTAMIENTO: 0 seg.

TEMPERATURA: 160°C

SE  
3 E  
□□



VELOCIDAD DE PRUEBA: 30 min.

RANGO SELECCIONADO: 200

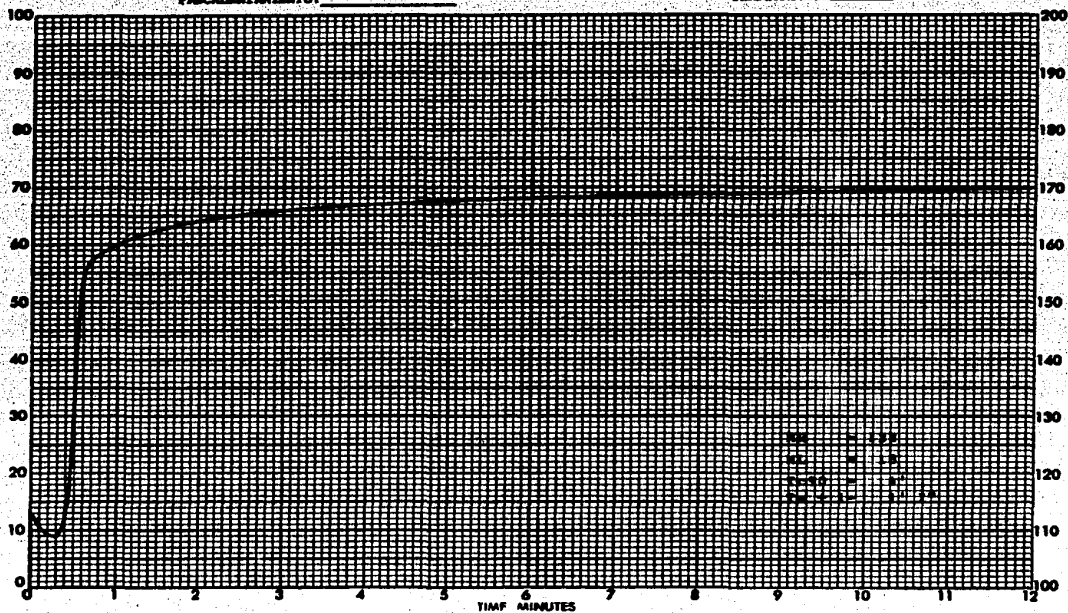
PRECALENTAMIENTO: 0 seg.

COMPUESTO: AYD 14

ARCO: 3

TEMPERATURA: 160 °C

SE  
36  
CIC



## 5.2 QUEMADO

Aparato: Viscosímetro Mooney

Procedimiento: Capítulo 4.5

Condiciones: Rango 100 y 200 lb.in.

Pre calentamiento:	60 seg.
Velocidad de prueba:	30 min.
Arco:	ML 1 + 30
Temperatura:	125°C
Capacidad:	35 g

Los cálculos son muy sencillos, así, por ejemplo la viscosidad mínima  $M_v$ , es el punto mínimo de la gráfica.

$T_5$  es el tiempo a 5 unidades de la viscosidad mínima.

$T_{35}$  es el tiempo a 35 unidades de  $M_v$  y  $\Delta T_L = T_{35} - T_5$

En la tabla 6.2 se muestran los valores obtenidos de cada una de la curvas de quemado

TABLA 5.2

QUEMADO (SCORCH)

AYD	1	2*	3	4	5	6*	7*
Mv	69.4	53.2	61.2	78.6	64.2	61.8	52.8
T <sub>5</sub>	4' 27"	15' 52"	10' 11"	5' 45"	5' 45"	7' 30"	5' 22"
T <sub>35</sub>	5' 43"	24' 40"	13' 53"	10' 01"	7' 39"	17' 50"	9' 10"
ΔT <sub>L</sub>	1' 16"	8' 48"	3' 42"	4' 16"	1' 54"	10' 20"	3' 48"

AYD	8**	9	10	11*	12	13	14
Mv	95.8	70.0	70.0	100.4	71.8	74.2	95.0
T <sub>5</sub>	3' 23"	15' 15"	16' 45"	12' 45"	13' 54"	4' 24"	13' 20"
T <sub>35</sub>	5' 40"	20' 15"	> 30"	17' 48"	17' 21"	5' 43"	19' 06"
ΔT <sub>L</sub>	2' 17"	5' 00"	—	5' 03"	3' 27"	1' 19"	5' 46"

\* t = 100°C

\*\* t = 100°C, rotor chico.

VELOCIDAD DE PRESA: 30 min

RUNGO SELECCIONADO: 200

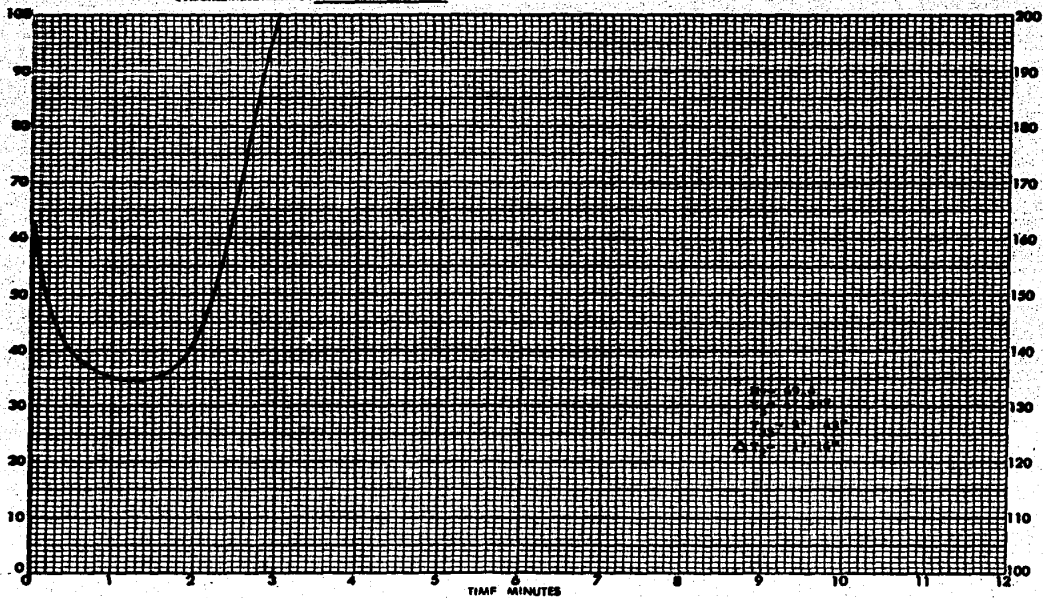
PRECALENTAMIENTO: 60 seg.

CONJUNTO: AVD 1

ARCO: ML 1 + 30

TEMPERATURA: 125 °C

FE  
SE  
□□



VELOCIDAD DE PRUEBA: 30 min

RANGO SELECCIONADO: 100

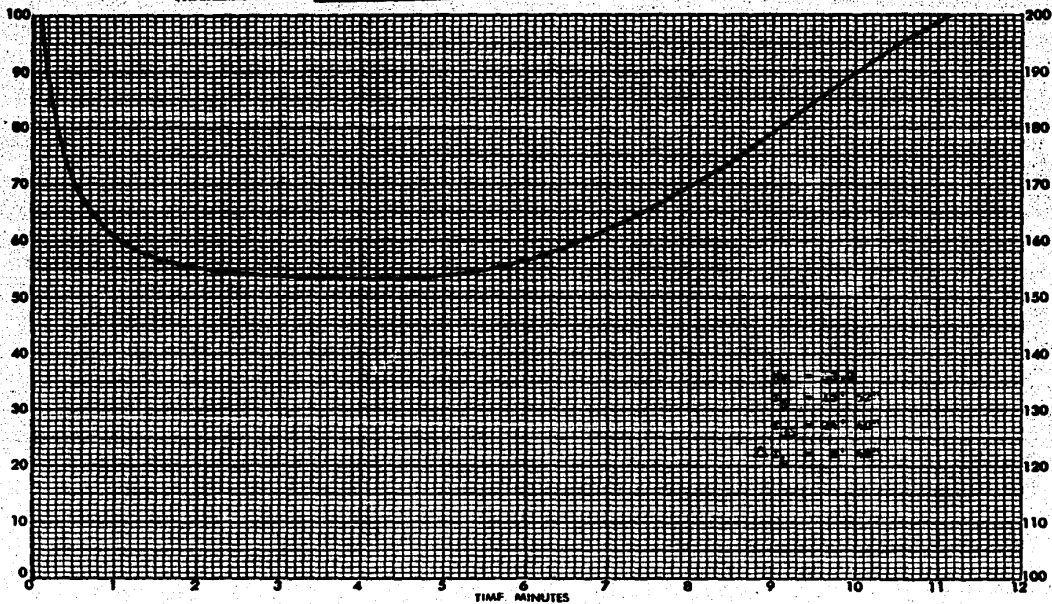
PRECALENTAMIENTO: 60 seg.

CONJUNTO: AYD 2

ARCO: + M. 1 + 30

TEMPERATURA: 100 °C

□ □





VELOCIDAD DE PRESIÓN: 30 min.

RANGO SELECCIONADO: 200

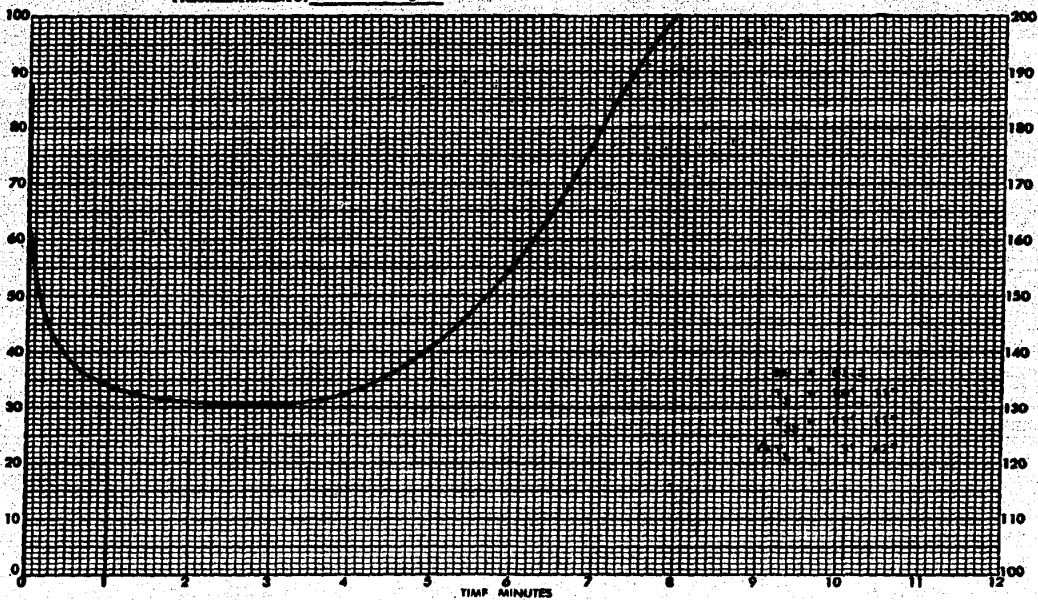
PRECALENTAMIENTO: 60 seg.

COMPUESTO: AYD 3

ARCO: ML 1 + 30

TEMPERATURA: 125 °C

3  
5  
□



VELOCIDAD DE FREESA: 30 min.

ESPESOR SELECCIONADO: 200

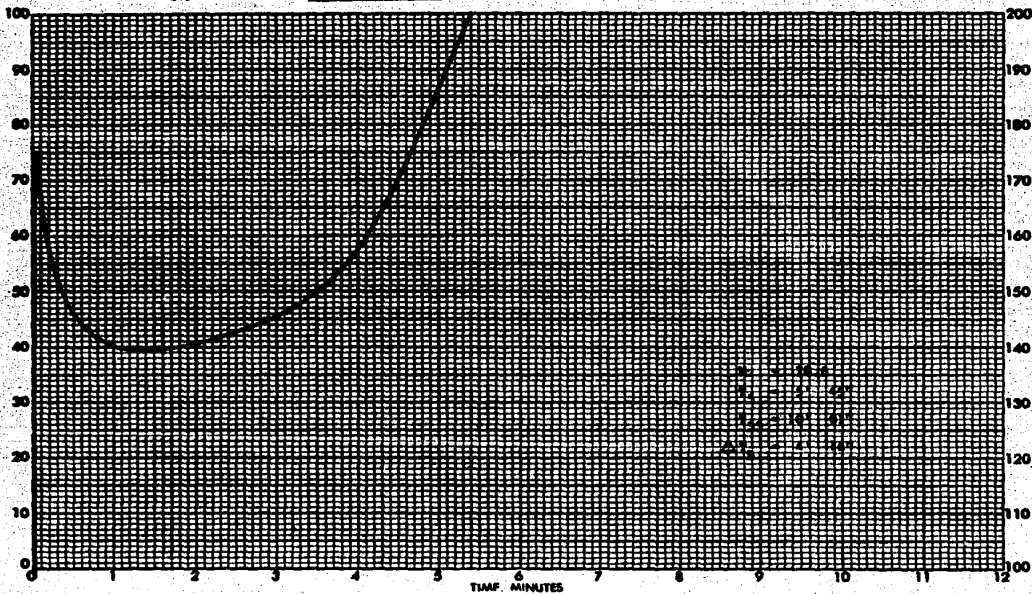
PRECALENTAMIENTO: 60 seg.

CONCRETO: AYD A

ARCO: M 1 + 30

TEMPERATURA: 125 °C

RF  
RF  
RF  
RF



VELOCIDAD DE PRUEBA: 30 mil

COMPUESTO: AYD 5

RANGO SELECCIONADO: 200

ARCO = HL 1 + 30

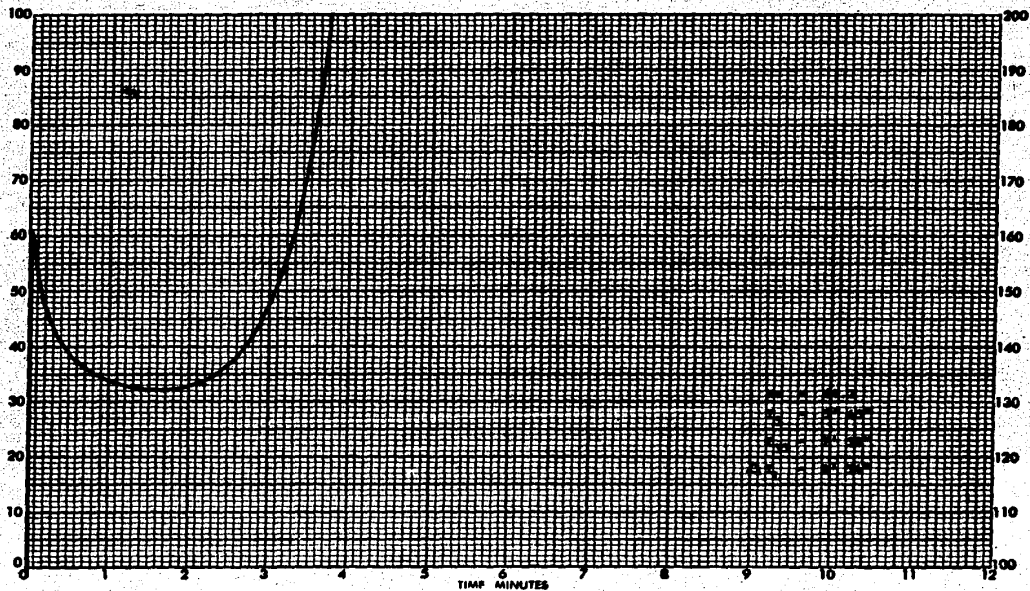
PRECALENTAMIENTO: 50 seg.

TEMPERATURA: 125 °C

11

14

□



VELOCIDAD DE PRUEBA: 30 min

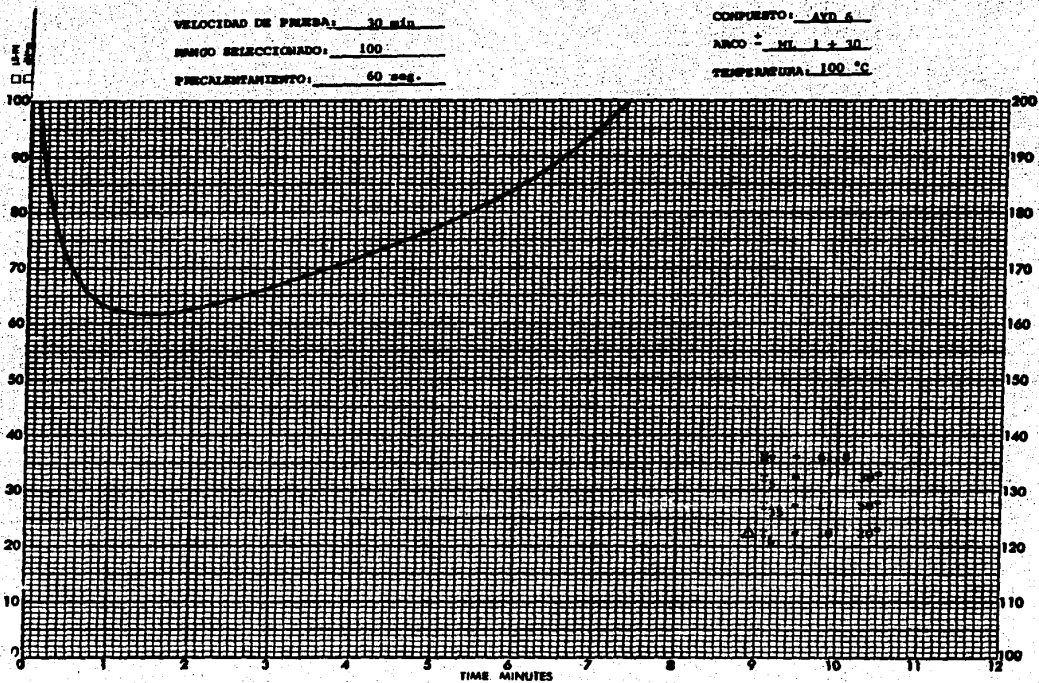
RANGO SELECCIONADO: 100

PRECALENTAMIENTO: 60 seg.

COMPUESTO: AYR 6

ARCO: MT 1 + 10

TEMPERATURA: 100 °C



VELOCIDAD DE PRESA: 30 min

COMPUESTO: AYD 7

RANGO SELECCIONADO: 100

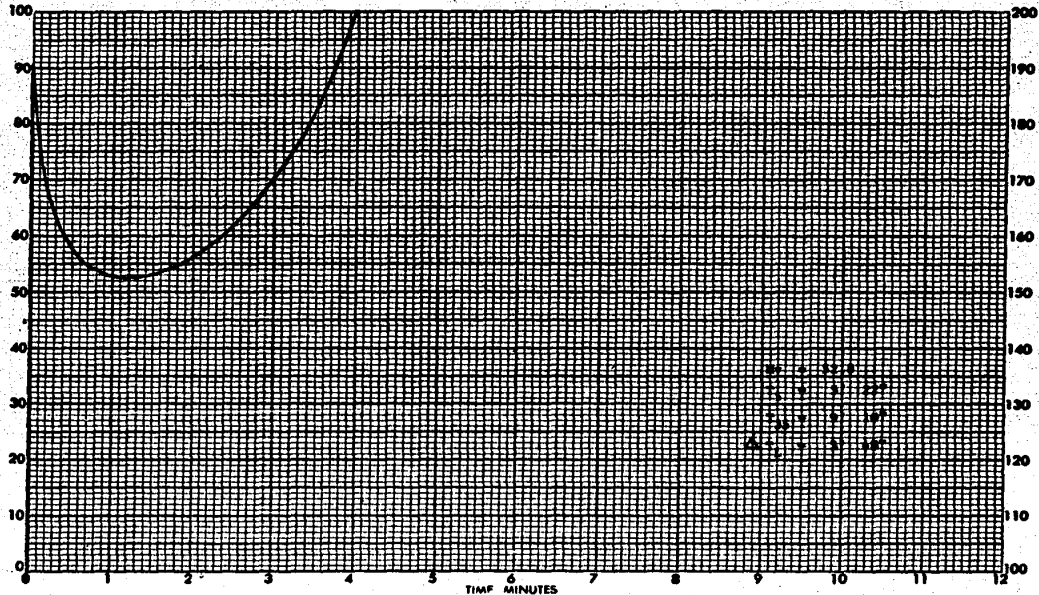
ARCO: ML 1 + 30

PRECALENTAMIENTO: 60 seg.

TEMPERATURA: 100 °C

mg  
g

□



VELOCIDAD DE PRUEBA: 30 min

RANGO SELECCIONADO: 200

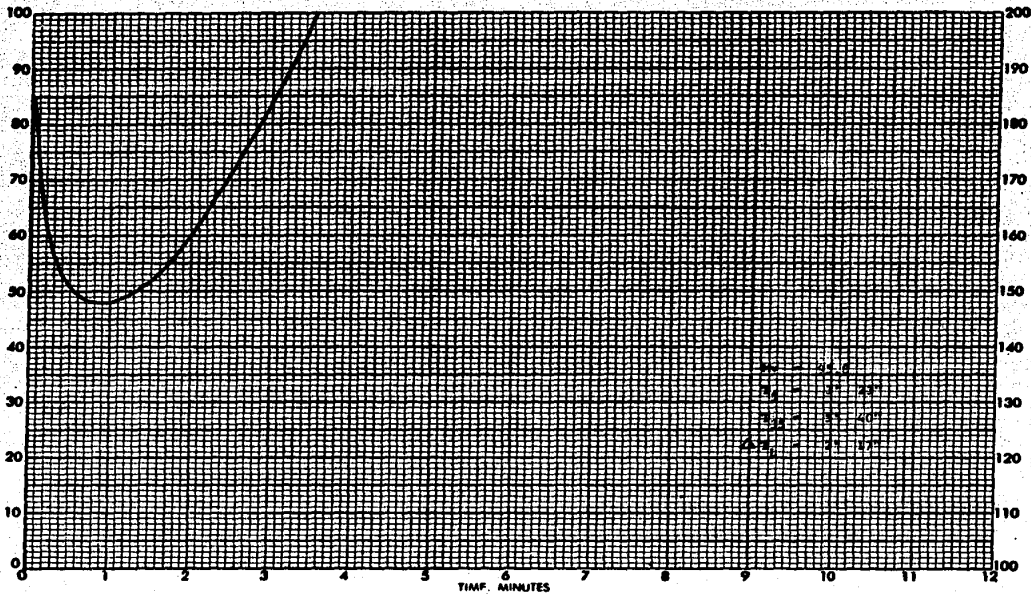
PRECALENTAMIENTO: 60 seg.

COMPUESTO: AYD 8

ANCO  $\rightarrow$  ML. 1 + 30

TEMPERATURA: 100 °C

$\frac{E}{t}$   
□□



VELOCIDAD DE PRUEBA: 30 mm

RANGO SELECCIONADO: 200

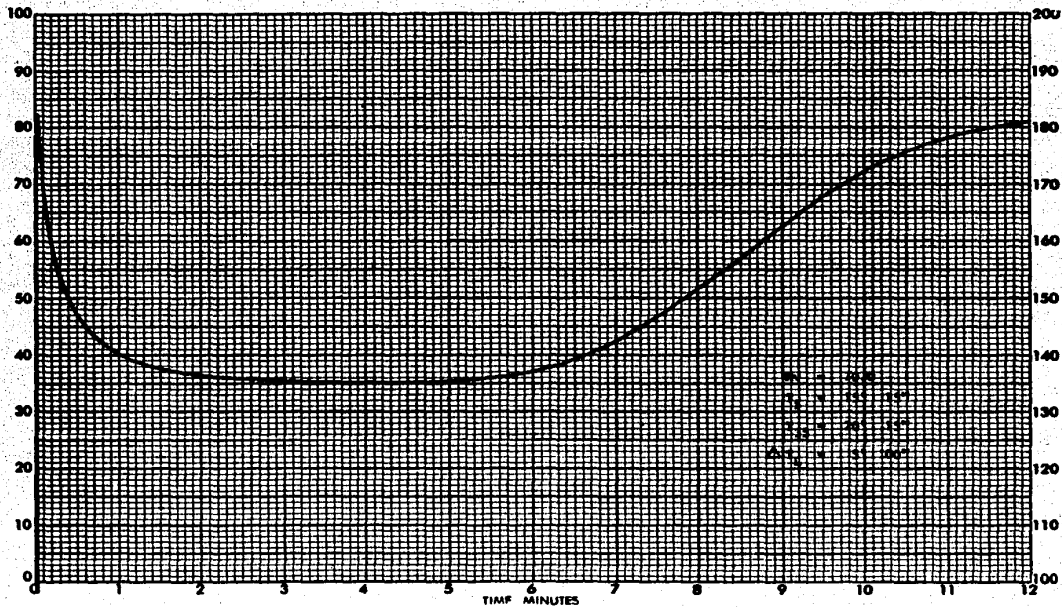
PRECALENTAMIENTO: 60 seg.

COMPUESTO: AYD 9

ARCO 2 mm. 1 + 30

TEMPERATURA: 125 °C

1  
3  
4  
□ □



VELOCIDAD DE PRUEBA: 30 min

RANGO SELECCIONADO: 200

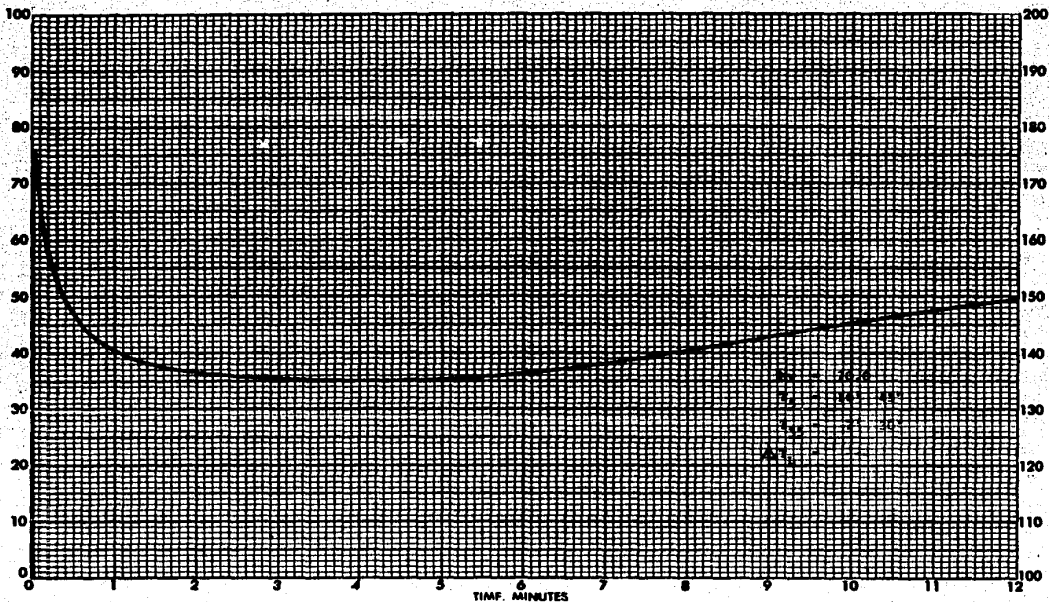
PRECALENTAMIENTO: 60 seg.

COMPUESTO: AYD 10

ARCO: ML 1 + 30

TEMPERATURA: 125 °C

100  
90  
80  
70  
60  
50  
40  
30  
20  
10  
0



100  
90  
80  
70  
60  
50  
40  
30  
20  
10  
0



VELOCIDAD DE PARRA: 30 min

COMPUESTO: AYD II

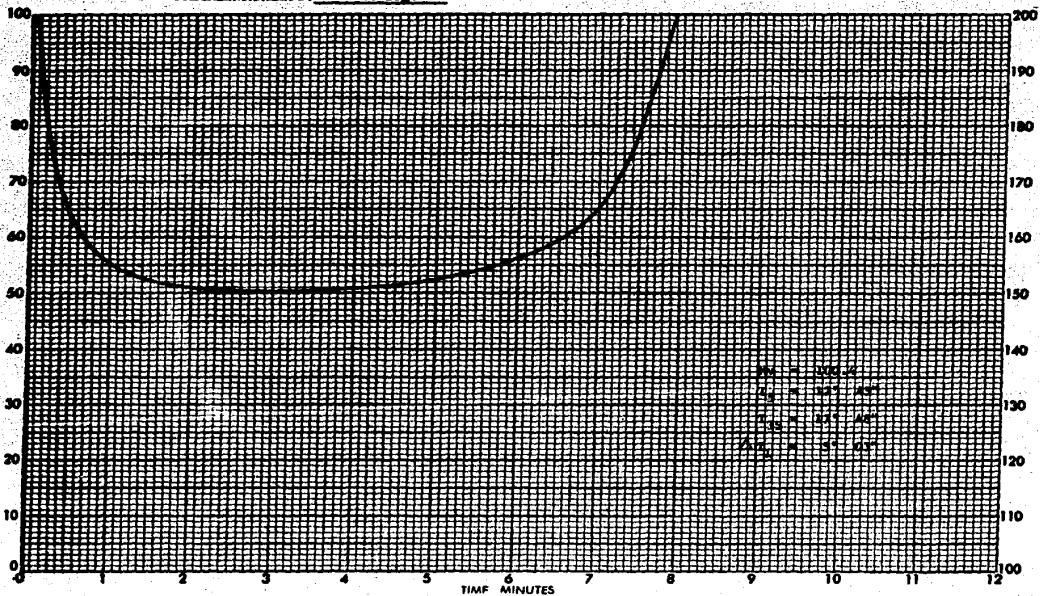
RANGO SELECCIONADO: 200

ARCO  $\hat{=}$  ML 1 + 30

PRECALENTAMIENTO: 60 seg.

TEMPERATURA 100 °C

100  
90  
80  
70  
60  
50  
40  
30  
20  
10  
0



VELOCIDAD DE PRUEBA: 30 min

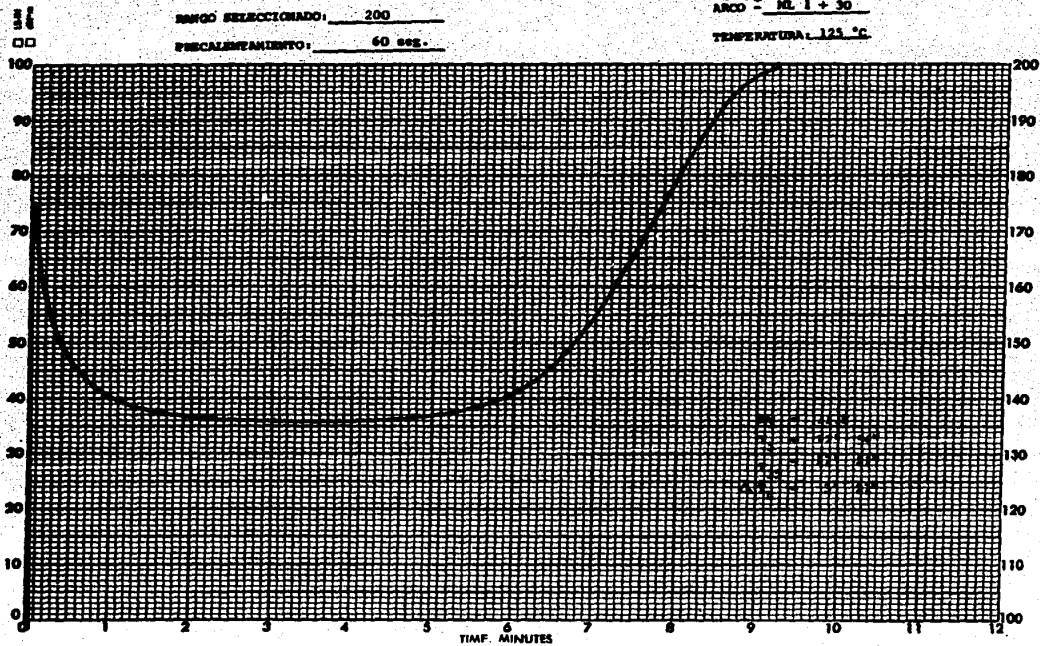
RANGO SELECCIONADO: 200

PRECALENTAMIENTO: 60 seg.

COMPUESTO: AYD 12

ARCO: ML 1 + 30

TEMPERATURA: 123 °C



VELOCIDAD DE PUNTA: 30 m/m

COMPUESTO: AYD 13

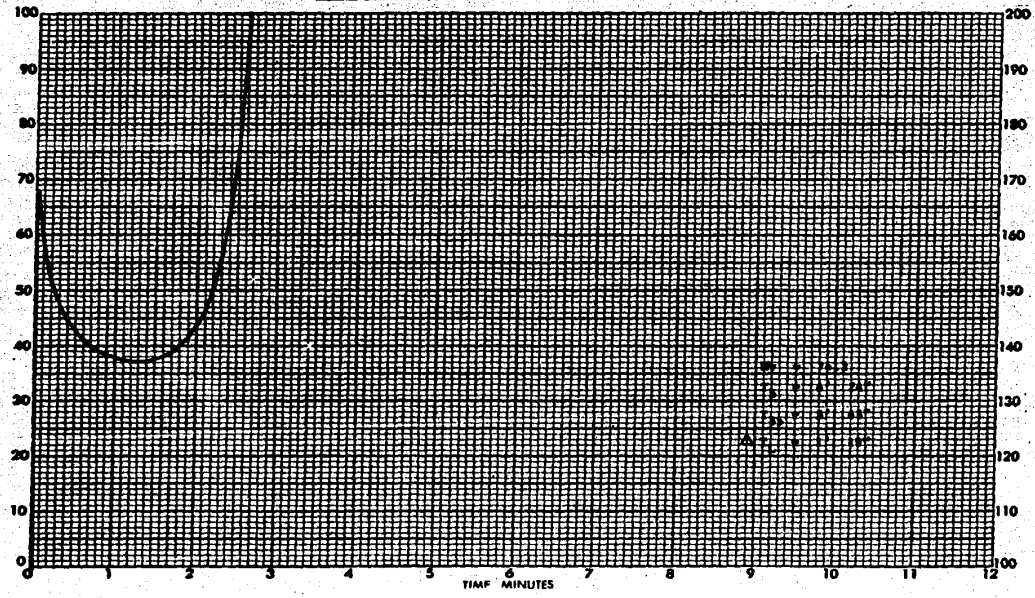
RANGO SELECCIONADO: 200

ARCO  $\pm$  HL 1 + 30

PRECALENTAMIENTO: 60 seg.

TEMPERATURA: 125 °C

SE  
56  
□□



#### 5.4 PRUEBAS DE ESTIRAMIENTO.

Los cálculos de módulo a 100%, 200% y 300%, así como los de tensión para muestras originales y envejecidas se realizaron de la misma forma. Ejemplo:

**COMPUESTO 1**

<u>Muestra</u>	<u>Factor</u>	<u>lb/in</u> <u>Módulo 100</u>	<u>lb/in</u> <u>Módulo 200</u>	<u>lb/in</u> <u>Módulo 300</u>	<u>lb/in</u> <u>Tensión</u>
1	33.6	--	22.8	36.0	48.0
2	36.4	--	20.0	32.0	48.3
3	39.2	--	19.5	32.0	42.0
4	39.6	--	18.5	31.0	43.5
5	38.1	--	20.8	32.5	42.8

El factor multiplicado por los del módulo a 100%, - 200% y 300% respectivamente da los valores reales de estos, de la misma forma realizan los cálculos para la tensión.

<u>Muestra</u>	<u>lb/in<sup>2</sup></u> <u>Módulo 100%</u>	<u>lb/in<sup>2</sup></u> <u>Módulo 200%</u>	<u>lb/in<sup>2</sup></u> <u>Módulo 300%</u>	<u>lb/in<sup>2</sup></u> <u>Tensión</u>
1	--	766	1209	1613
2	--	728	1164	1758
3	--	764	1254	1646
4	--	732	1227	1723
5	--	792	1238	1633
Medio lb/in <sup>2</sup>		<u>756</u>	<u>1218</u>	<u>1674</u>
Medio MPa		<u>5.2</u>	<u>8.4</u>	<u>11.5</u>

En las tablas siguientes se muestran los datos y resultados obtenidos:

Muestras originales. Tabla 5.4

Muestras envejecidas en aceite ASTM 1. Tabla 5.5

Muestras envejecidas en aceite ASTM 3. Tabla 5.6

Muestras envejecidas en aire. Tabla 5.7

TABLA 5.4

## DATOS DE MUESTRAS ORIGINALES

COMPUESTO	MUESTRA	FACTOR	MODULO A 100% lb/in	MODULO A 200% lb/in	MODULO A 300% lb/in	TENSION lb/in	ELONGACION
AYD 1	1	33.6	----	22.8	36.0	48.0	390
	2	36.4	----	20.0	32.0	48.3	410
	3	39.2	----	19.5	32.0	42.0	390
	4	39.6	----	18.5	31.0	43.5	400
	5	38.1	----	20.8	32.5	42.8	400
AYD 2	1	29.6	----	38.0	62.0	74.0	360
	2	31.3	----	35.0	56.0	68.5	380
	3	34.5	----	34.0	55.3	59.5	340
	4	34.8	----	35.0	57.0	59.5	330
	5	34.8	----	32.0	53.0	59.5	340
AYD 3	1	33.9	----	18.0	30.0	39.5	400
	2	35.1	----	19.3	26.8	41.8	430
	3	37.0	----	18.0	27.0	39.3	400
	4	36.4	----	17.3	27.5	40.0	450
	5	34.2	----	20.0	31.0	43.0	420
AYD 4	1	35.1	----	20.0	32.8	42.8	400
	2	37.4	----	20.8	33.0	42.0	390
	3	38.8	----	22.0	32.0	42.5	400
	4	37.0	----	21.0	32.8	43.2	410
	5	34.8	----	22.5	34.8	45.0	400
AYD 5	1	33.3	23.0	44.0	----	66.0	280
	2	34.8	23.0	46.0	----	58.5	260
	3	40.0	20.0	41.0	----	55.5	270
	4	35.4	21.0	45.5	----	59.0	270
	5	35.1	21.0	46.5	----	59.5	260
AYD 6	1	33.3	----	----	----	61.0	280
	2	35.1	18.8	40.0	----	59.0	280
	3	34.8	18.0	42.0	----	58.0	260
	4	34.2	20.0	45.5	----	63.5	280
	5	32.8	21.0	46.0	----	65.2	280
AYD 7	1	31.5	31.5	31.5	----	70.5	200
	2	32.5	32.5	32.0	----	74.6	200
	3	37.0	37.0	28.0	----	61.0	200
	4	32.8	32.8	30.8	----	71.0	200
	5	32.3	32.3	31.0	----	73.0	200

TABLA 5.4

DATOS DE MUESTRAS ORIGINALES

CONJUNTO	MUESTRA	FACTOR	MODULO A 100% lb/in	MODULO A 200% lb/in	MODULO A 300% lb/in	TESION lb/in	ELONGACION
AYD 8	1	28.0	35.0	----	----	68.0	180
	2	29.0	33.0	----	----	73.2	190
	3	29.9	33.8	----	----	73.3	200
	4	29.2	31.5	----	----	67.3	190
	5	28.8	35.5	----	----	----	----
AYD 9	1	34.2	----	18.0	28.8	39.0	420
	2	39.5	----	19.0	28.80	35.5	410
	3	44.0	----	16.5	25.0	32.0	410
	4	38.8	----	18.0	27.0	34.5	400
	5	40.8	----	16.5	24.5	33.5	410
AYD 10	1	37.7	----	14.0	21.0	27.0	420
	2	40.4	----	13.0	19.0	24.2	420
	3	40.8	----	14.0	19.3	24.5	420
	4	39.6	----	14.0	19.9	25.9	430
	5	36.7	----	15.0	21.8	28.5	430
AYD 11	1	32.8	----	35.2	56.0	58.0	310
	2	34.8	----	37.0	----	52.8	280
	3	36.4	----	36.0	----	45.9	270
	4	37.4	----	35.0	----	49.4	290
	5	37.4	----	37.0	----	51.0	280
AYD 12	1	34.1	----	22.8	34.8	48.0	410
	2	32.8	----	20.5	32.5	43.0	400
	3	33.7	----	18.0	29.0	30.5	420
	4	35.6	----	18.8	29.5	42.0	410
	5	36.2	----	19.5	29.5	42.0	420
AYD 13	1	34.2	----	55.0	----	64.0	260
	2	36.4	----	54.0	----	60.0	260
	3	40.9	----	46.0	----	51.0	250
	4	39.2	----	51.0	----	59.0	260
	5	39.2	----	51.0	----	57.8	240
AYD 14	1	32.5	----	61.0	----	67.0	----
	2	33.9	----	64.0	----	68.2	220
	3	37.0	----	63.8	----	68.0	230
	4	35.1	----	64.0	----	68.0	250
	5	33.3	----	63.0	----	65.0	250

RESULTADOS

COMPUESTO	MUESTRA	MODULO A 100% lb/in2	MODULO A 200% lb/in2	MODULO A 300% lb/in2	TENSION lb/in 2	ELONGACION MEDIA
1	1	----	766	1209	1613	
	2	----	728	1164	1758	
	3	----	764	1254	1646	
	4	----	732	1227	1723	
	5	----	792	1238	1633	
MEDIA	1b/in2	----	756	1218	1674	398
MEDIA	MPa	----	5.2	8.4	11.5	
2	1	----	1125	1835	2190	
	2	----	1095	1752	2744	
	3	----	1173	1908	2053	
	4	----	1218	1984	2070	
	5	----	1113	1845	2070	
MEDIA	1b/in2	----	1145	1865	2225	350
MEDIA	MPa	----	7.9	12.8	15.3	
3	1	----	610	1017	1339	
	2	----	677	1011	1467	
	3	----	666	999	1454	
	4	----	629	1001	1456	
	5	----	684	1060	1470	
MEDIA	1b/in2	----	653	1017	1437	420
MEDIA	MPa	----	4.5	7.0	9.9	
4	1	----	702	1151	1502	
	2	----	778	1234	1571	
	3	----	854	1242	1648	
	4	----	777	1214	1598	
	5	----	783	1211	1566	
MEDIA	1b/in2	----	779	1210	1577	400
MEDIA	MPa	----	5.3	8.3	10.8	
5	1	766	1465	-----	2198	
	2	800	1601	-----	2036	
	3	800	1640	-----	2220	
	4	743	1611	-----	2088	
	5	737	1632	-----	2088	
MEDIA	1b/in2	769	1589	-----	2126	268
MEDIA	MPa	5.3	10.9	-----	14.6	



RESULTADOS

COMPUESTO	MUESTRA	MODULO A 100% lb/in2	MODULO A 200% lb/in2	MODULO A 300% lb/in2	TENSION lb/in 2	ELONGACION MEDIA
6	1	-----	-----	-----	2031	
	2	660	1404	-----	2070	
	3	626	1462	-----	2018	
	4	684	1556	-----	2172	
	5	689	1509	-----	2138	
MEDIA	lb/in2	665	1483	-----	2086	276
MEDIA	MPa	4.5	10.2	-----	14.3	
7	1	992	-----	-----	2221	
	2	1040	-----	-----	2424	
	3	1036	-----	-----	2257	
	4	1010	-----	-----	2329	
	5	1001	-----	-----	2358	
MEDIA	lb/in2	1016	-----	-----	2318	200
MEDIA	MPa	7.0	-----	-----	15.9	
8	1	980	-----	-----	1904	
	2	957	-----	-----	2123	
	3	1011	-----	-----	2191	
	4	920	-----	-----	1965	
	5	1022	-----	-----	2390	
MEDIA	lb/in2	978	-----	-----	2115	192
MEDIA	MPa	6.7	-----	-----	14.5	
9	1	-----	616	985	1335	
	2	-----	732	1078	1368	
	3	-----	726	1100	1408	
	4	-----	698	1048	1338	
	5	-----	673	999	1369	
MEDIA	lb/in2	-----	689	1042	1363	410
MEDIA	MPa	-----	4.7	7.1	9.4	
10	1	-----	528	792	1018	
	2	-----	525	767	977	
	3	-----	571	787	999	
	4	-----	554	788	1026	
	5	-----	550	800	1046	
MEDIA	lb/in2	-----	546	787	1013	424
MEDIA	MPa	-----	3.7	5.4	6.9	

RESULTADOS

COMPUESTO	MUESTRA	MODULO A 100%	MODULO A 200%	MODULO A 300%	TENSION	ELONGACION
		lb/in <sup>2</sup>	lb/in <sup>2</sup>	lb/in <sup>2</sup>	lb/in <sup>2</sup>	MEDIA
AYD 11	1	----	1155	1837	1902	
	2	----	1298	----	1837	
	3	----	1310	----	1610	
	4	----	1309	----	1848	
	5	----	1383	----	1907	
MEDIA	1b/in <sup>2</sup>		1289		1833	206
MEDIA	1b/in <sup>2</sup>		9.9		12.5	
AYD 12	1	----	777	1187	1637	
	2	----	650	1066	1427	
	3	----	607	977	1331	
	4	----	669	1050	1495	
	5	----	706	1068	1520	
MEDIA	1b/in <sup>2</sup>		682	1070	1482	412
MEDIA	1b/in <sup>2</sup>		4.7	7.3	10.2	
AYD 13	1	----	1881	----	2177	
	2	----	1966	----	2311	
	3	----	1877	----	2516	
	4	----	1999	----	2387	
	5	----	1999	----	2181	
MEDIA	1b/in <sup>2</sup>		1944		2206	254
MEDIA	1b/in <sup>2</sup>		13.4		15.2	
AYD 14	1	----	1983	----	2177	
	2	----	2169	----	2312	
	3	----	2360	----	2516	
	4	----	2246	----	2387	
	5	----	2097	----	2181	
MEDIA	1b/in <sup>2</sup>		2171		2315	237
MEDIA	1b/in <sup>2</sup>		14.9		15.9	

PROMEDIOS ORIGINALES									
COMPUESTO	MODULO A 100%		MODULO A 200%		MODULO A 300%		TENSION		ELONGACION MAXIMA MEDIA (%)
	lb/in <sup>2</sup>	MPa	lb/in <sup>2</sup>	MPa	lb/in <sup>2</sup>	MPa	lb/in <sup>2</sup>	MPa	
1	---	---	756	5.2	1218	8.4	1674	11.5	398
2	---	---	1145	7.9	1865	12.8	2225	15.3	350
3	---	---	653	4.5	1017	7.0	1437	9.9	420
4	---	---	779	5.3	1210	8.3	1577	10.8	400
5	769	5.3	1589	10.9	----	----	2126	14.6	268
6	665	4.5	1483	10.2	----	----	2086	14.3	276
7	1016	7.0	----	----	----	----	2318	15.9	200
8	978	6.7	----	----	----	----	2115	14.5	192
9	---	---	689	4.7	1042	7.1	1363	9.4	410
10	---	---	546	3.7	787	5.4	1013	6.9	424
11	---	---	1289	8.8	----	----	1833	12.6	286
12	---	---	682	4.7	1070	7.3	1482	10.2	412
13	---	---	1944	13.4	----	----	2206	15.2	254
14	---	---	2171	14.9	----	----	2315	15.9	237

### 5.3 VISCOSIDAD MOONEY

Aparato: Viscosímetro Mooney

Procedimiento: Capítulo 5.6

Condiciones: Rango 100 y 200 lb.in.

Pre calentamiento: 1 min.

Velocidad de prueba: 4 min.

Temperatura: 100°C

Capacidad: 35 g.

Se determina directamente en la gráfica, tomando la lectura del torque a los 4 min. Así, por ejemplo en la primer gráfica, para el compuesto 1, la lectura directa a los 4 min. es de 41.5. El valor de la viscosidad es 83 - puesto que el rango es de 200.

TABLA 5.3 VISCOSIDAD

AYD	1	83.0
"	2	99.8
"	3	80.0
"	4	88.0
"	5	77.0
"	6	81.6
"	7	80.0
"	8	90.0
"	9	86.8
"	10	86.0
"	11	90.0
"	12	91.0
"	13	80.6
"	14	84.0

VELOCIDAD DE PRUEBA: 6 min

COMPUESTO: AYD 1

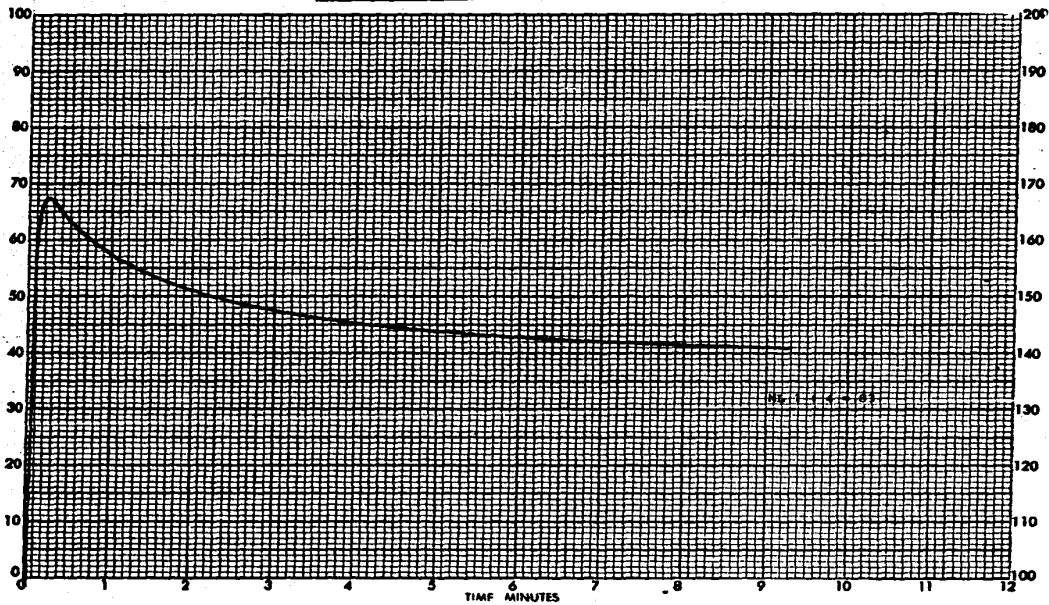
RANGO SELECCIONADO: 200

ARCO: ML 3 + 4

PRECALENTAMIENTO: 60 seg.

TEMPERATURA: 100 °C

□  
□



VELOCIDAD DE PRUEBA: 6 min

COMPUESTO: AYD 2

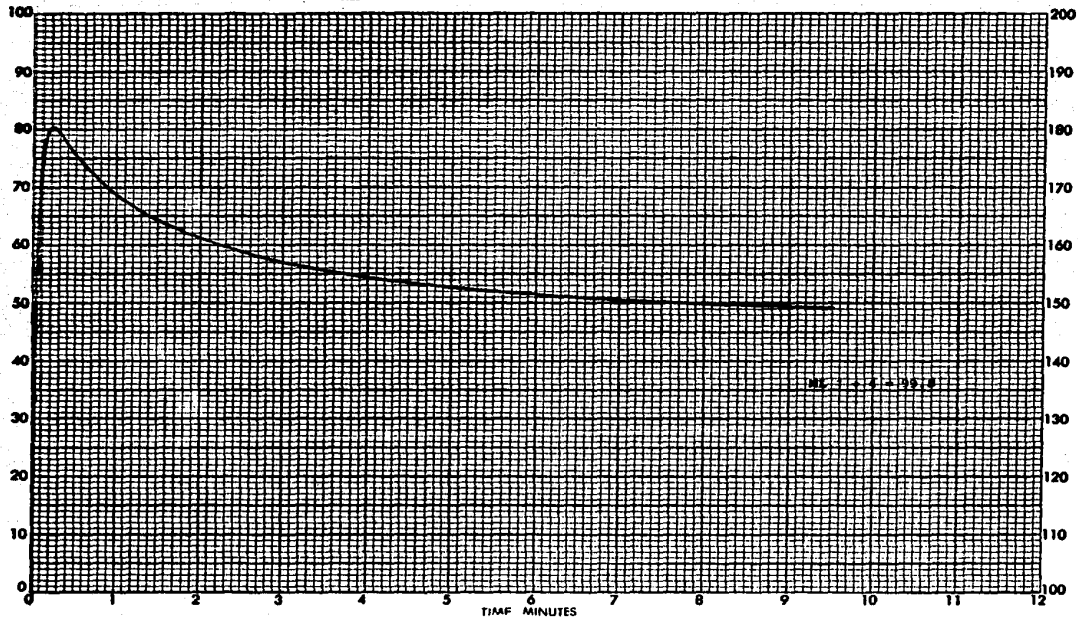
RANGO SELECCIONADO: 200

ARCO: NL 1 + 4

PRECALENTAMIENTO: 60 seg

TEMPERATURA: 100 °C

5  
4  
3  
2  
1  
0



ML 1 - 35.8

VELOCIDAD DE PRESA: 6 min

COMPUESTO: AYD 3

RANGO SELECCIONADO: 200

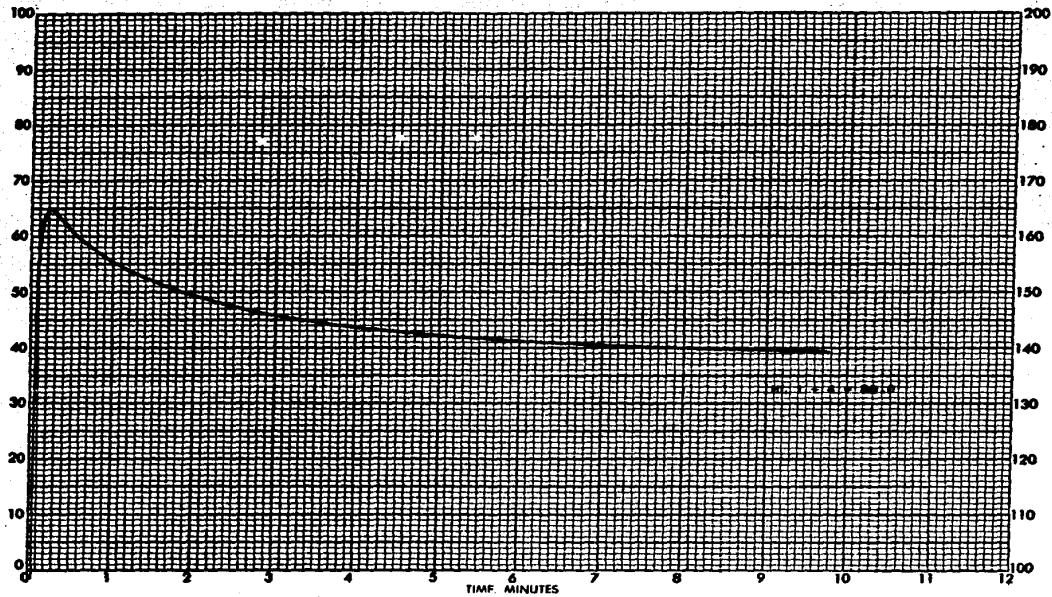
ARC: ML 1 + 4

PRECALENTAMIENTO: 60 seg

TEMPERATURA: 100 °C

SE  
E

□



VELOCIDAD DE PRUEBA: 6 min

COMPUESTO: AVD 4

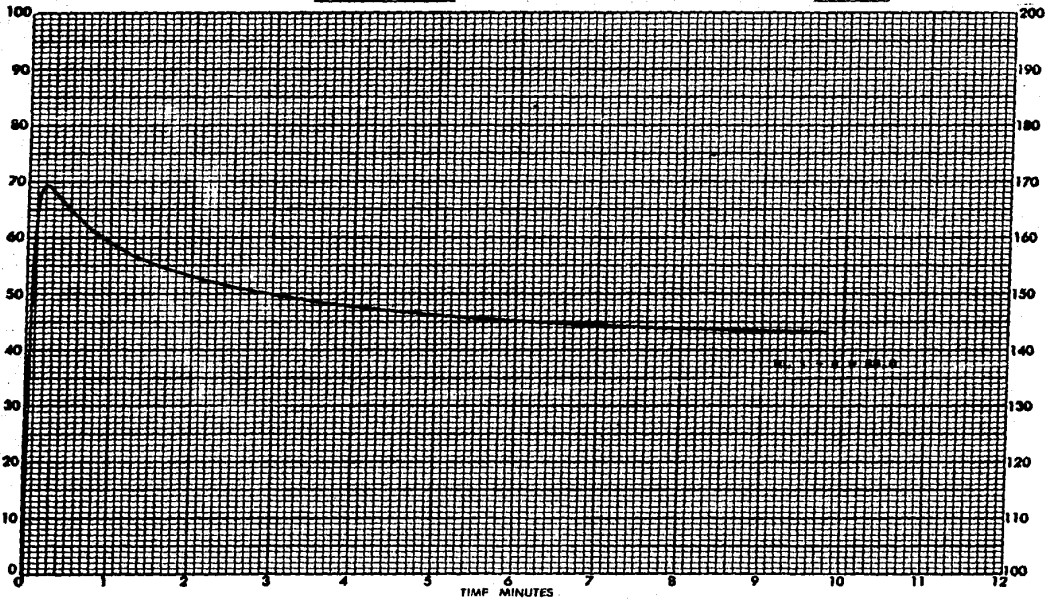
RANGO SELECCIONADO: 200

ARCO: NL 3 + 4

PRECALENTAMIENTO: 60 seg

TEMPERATURA: 100 °C

100  
90  
80  
70  
60  
50  
40  
30  
20  
10  
0





VELOCIDAD DE PRUEBA: 6 min

TURNO SELECCIONADO: 200

PRECALENTAMIENTO: 60 seg

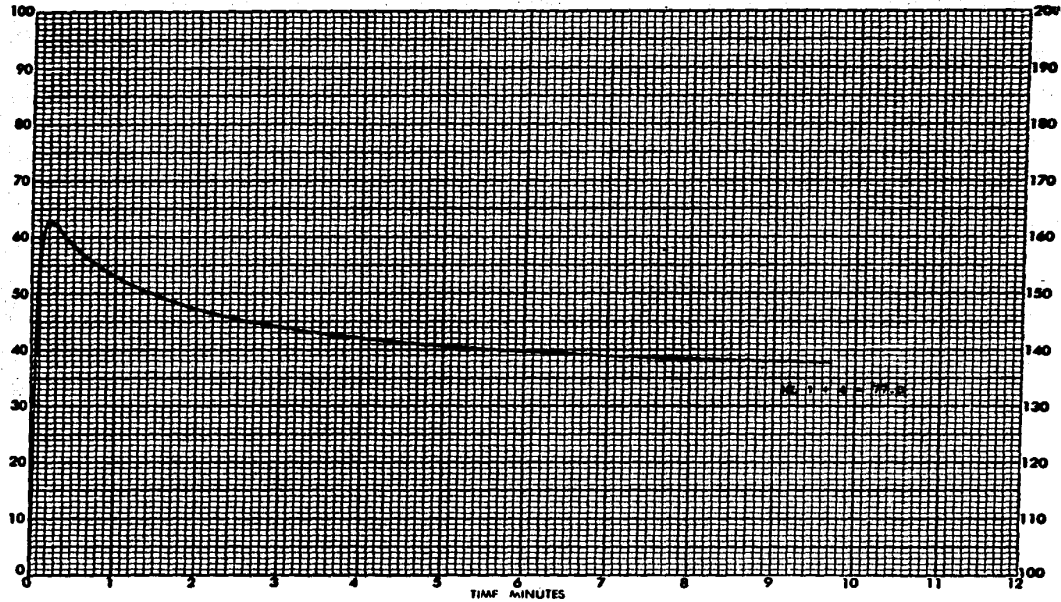
COMPUESTO: AYD 5

ARCO: ML 1 + 4

TEMPERATURA: 100 °C

34

□□



VELOCIDAD DE PRUEBA: 6 min

RANGO SELECCIONADO: 200

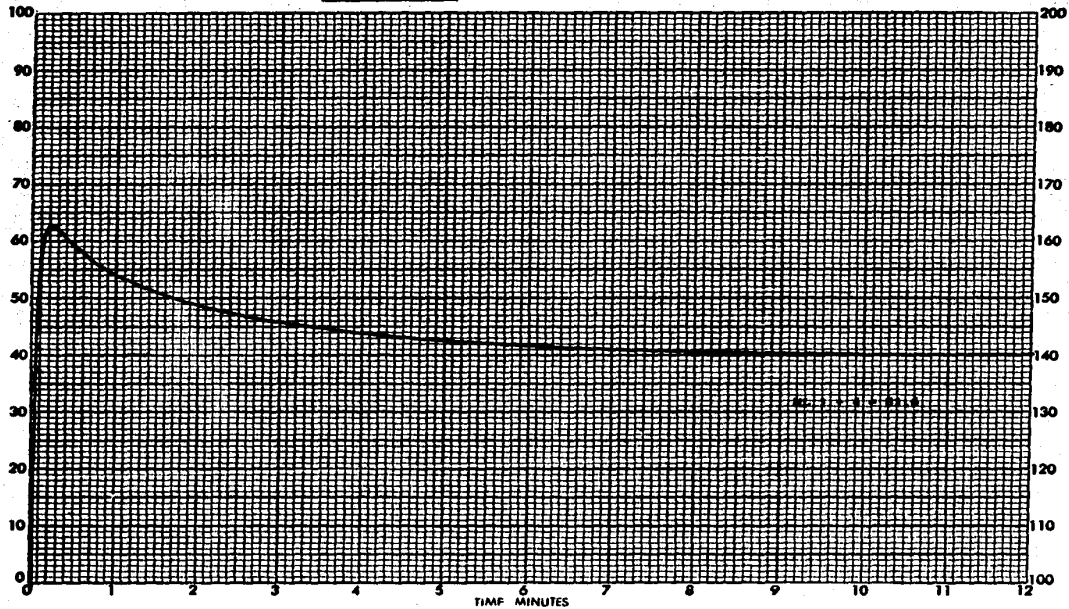
PRECALENTAMIENTO: 60 seg

COMPUESTO: AYD 6

ARCO: ML 1 + 4

TEMPERATURA: 100 °C

5  
3  
4



VELOCIDAD DE PRUEBA: 6 min

RANGO SELECCIONADO: 200

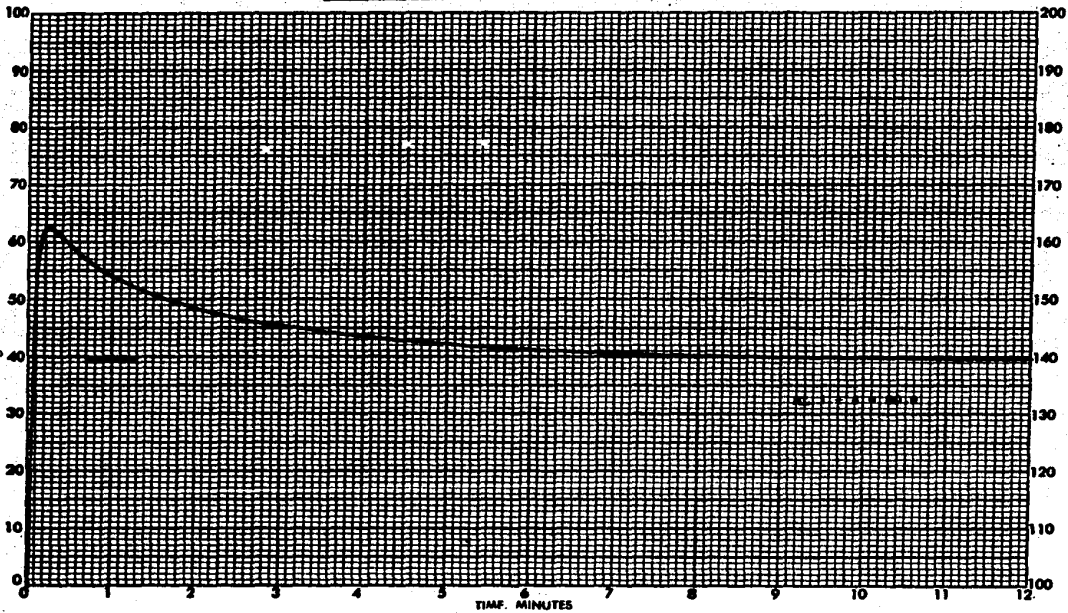
PRECALENTAMIENTO: 60 seg

COMPUESTO: AYD 7

ARCO: ML 1 + 4

TEMPERATURA: 100 °C

100  
90  
80  
70  
60  
50  
40  
30  
20  
10  
0



VELOCIDAD DE PRUEBA: 6 mm

COMPUESTO: AYD 8

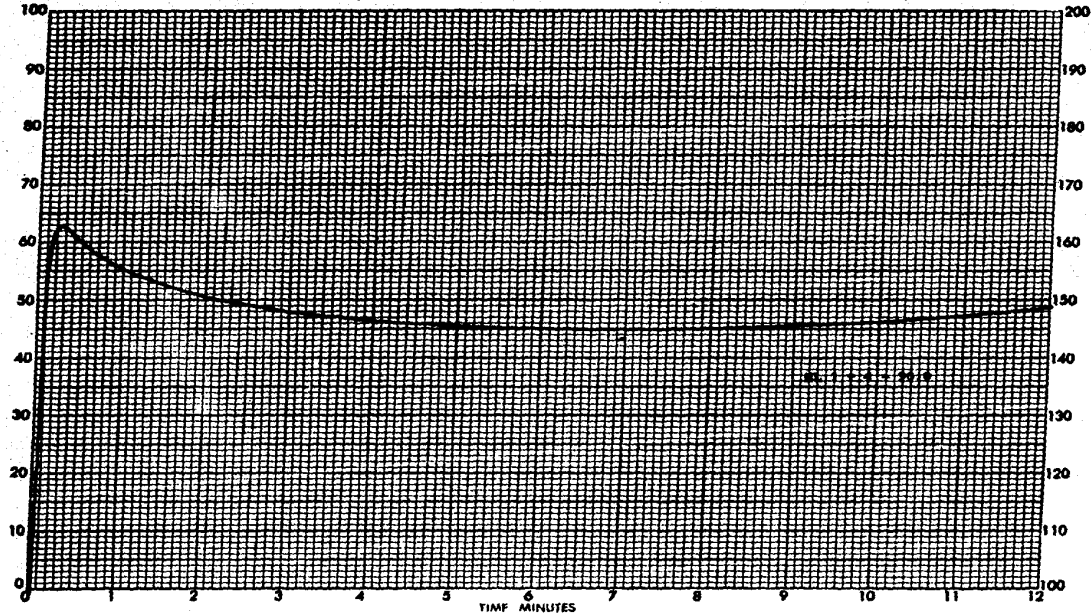
RANGO SELECCIONADO: 200

ARCO: + ML 1 + 4

PRECALENTAMIENTO: 60 seg

TEMPERATURA: 100 °C

3  
2  
1  
□ □



VELOCIDAD DE PRUEBA: 6 min

COMPUESTO: AYD 9

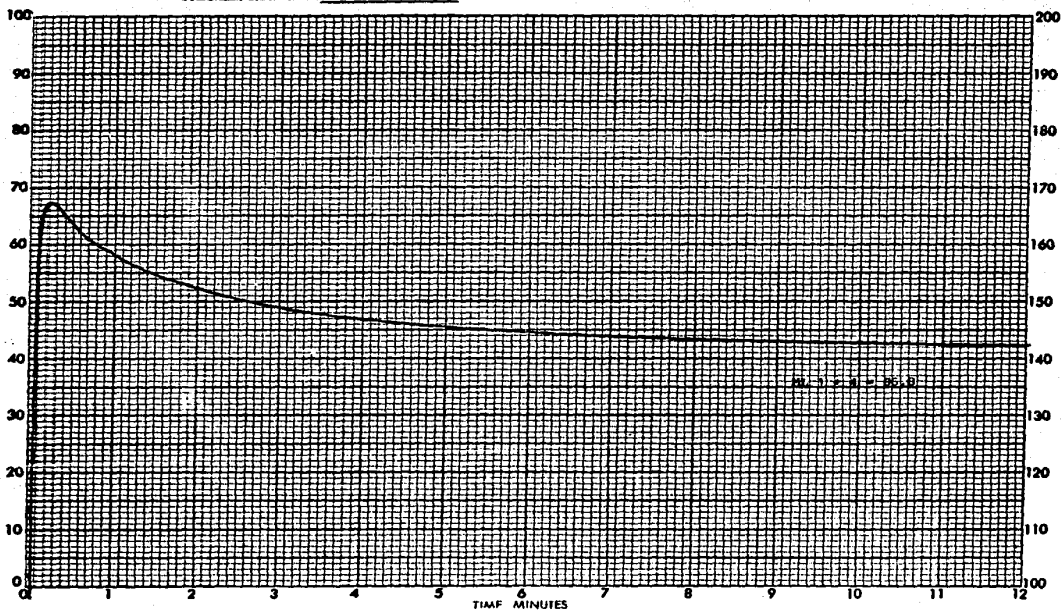
RANGO SELECCIONADO: 200

ARCO  $\pm$  ML 1 + 4

PRECALENTAMIENTO: 60 seg

TEMPERATURA: 100 °C

5  
4  
3  
2  
1  
0



VELOCIDAD DE PRUEBA: 6 min

RANGO SELECCIONADO: 200

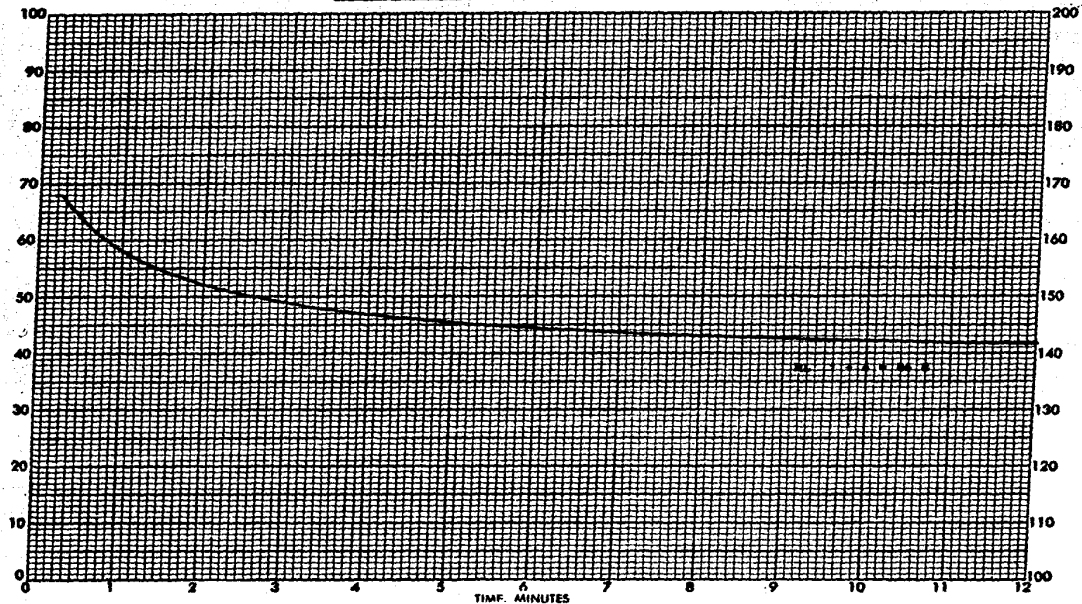
PRECALENTAMIENTO: 60 seg

COMPUESTO: AYD 10

ARCO: ML 1 + 4

TEMPERATURA: 100 °C

□ □



VELOCIDAD DE PRUEBA: 6 min

RANGO SELECCIONADO: 200

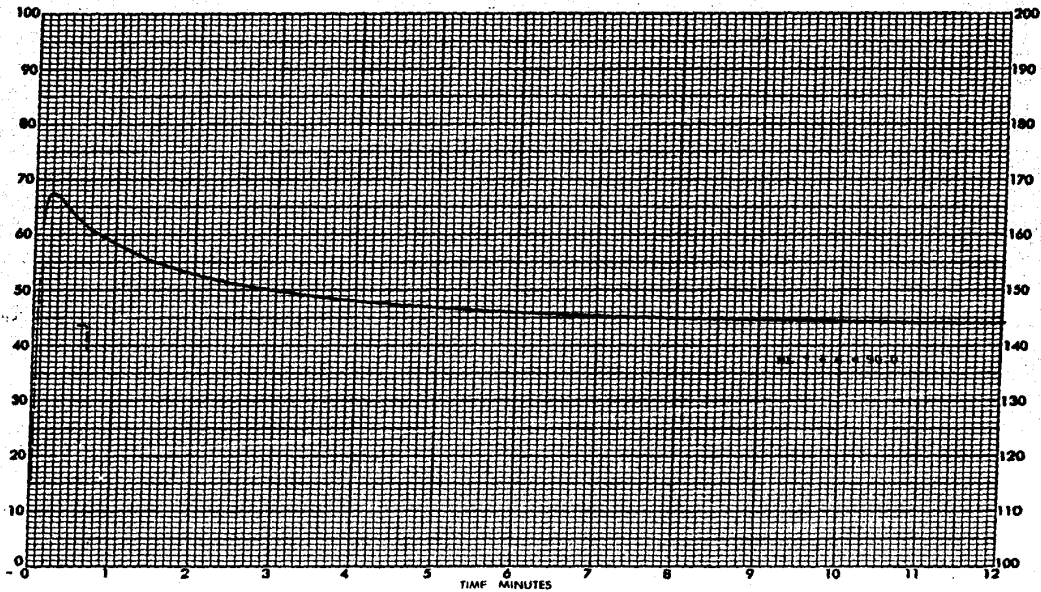
PRECALENTAMIENTO: 60 seg

COMPUESTO: AVD 11

ARCO <sup>+</sup> MI. 1 + 4

TEMPERATURA: 100 °C

11  
58  
□□



VELOCIDAD DE PRUEBA: 6 min

RANGO SELECCIONADO: 200

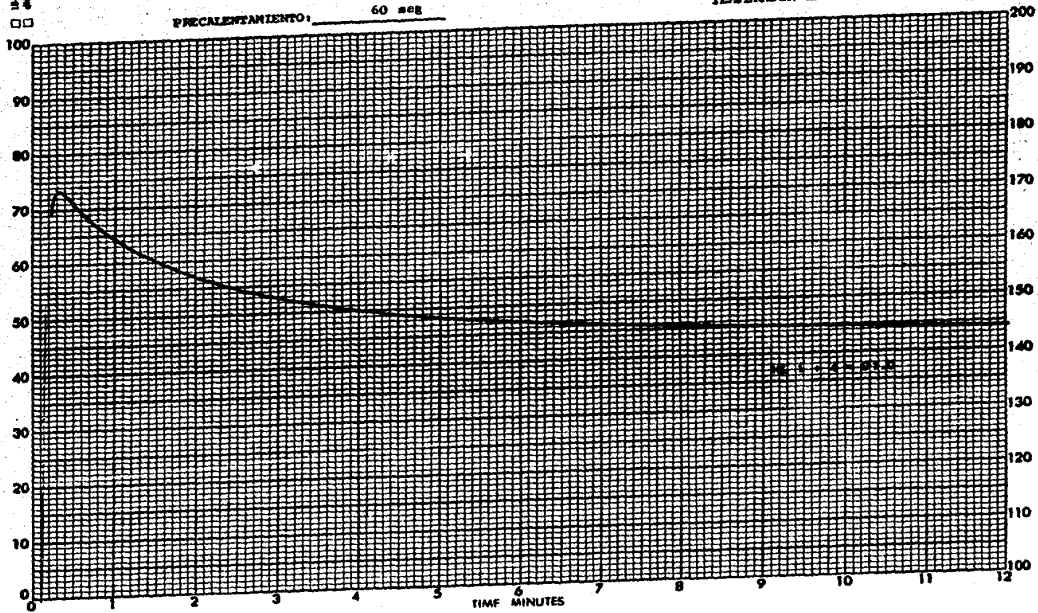
PRECALENTAMIENTO: 60 seg

COMPUESTO: AYD 12

ANCO  $\pm$  ML 1 + 4

TEMPERATURA: 100 °C

□ □





VELOCIDAD DE PRUEBA: 6 min

RANGO SELECCIONADO: 200

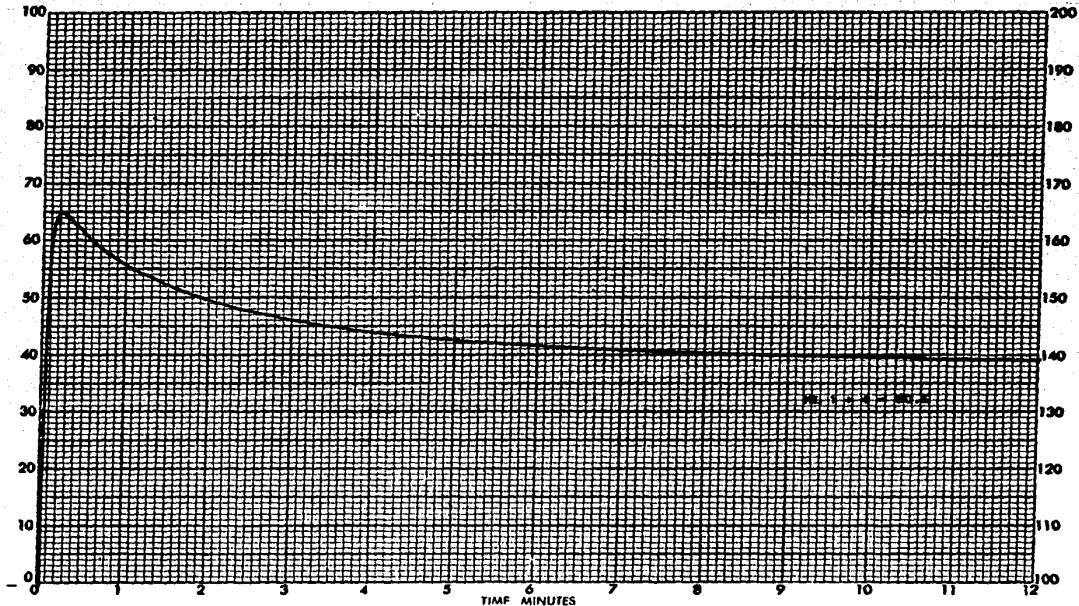
PRECALENTAMIENTO: 60 seg

COMPUESTO: AYD 13

ARCO: ML 1 + 4

TEMPERATURA: 100 °C

□ □ □



VELOCIDAD DE PRUEBA: 6 min

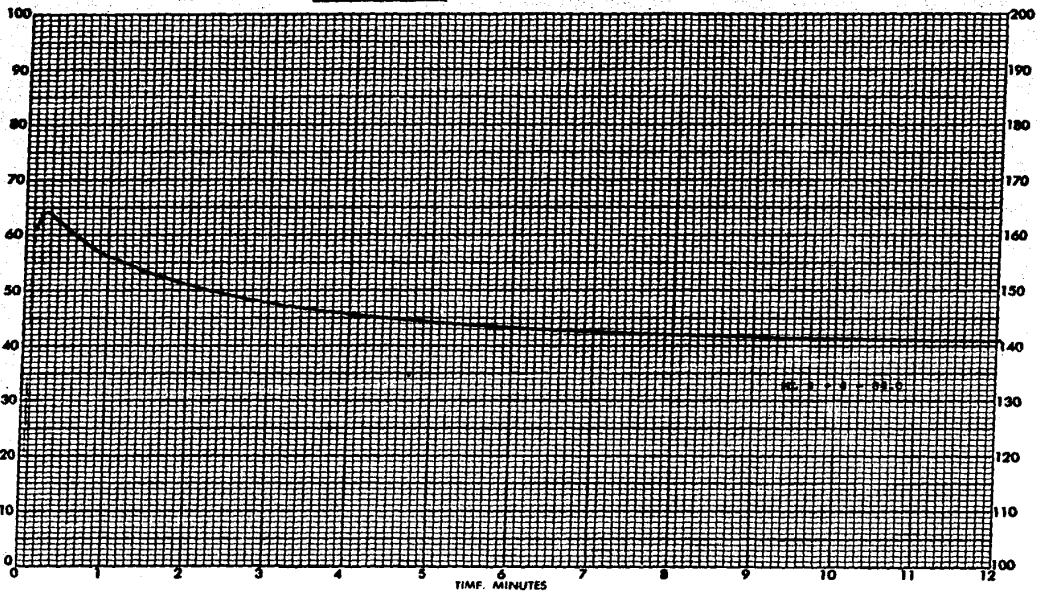
RANGO SELECCIONADO: 200

PRECALENTAMIENTO: 60 seg

COMPUESTO: AYD 14

ARCO  $\pm$  NL 1 + 4

TEMPERATURA: 100°C



VELOCIDAD DE PRUEBA: 30 min

COMPUESTO: AYD 14

RANGO SELECCIONADO: 200

ARCO  $\pm$  ML 1 + 30

PRECALENTAMIENTO: 60 seg.

TEMPERATURA: 125 °C

±  
= 0.6  
□ □

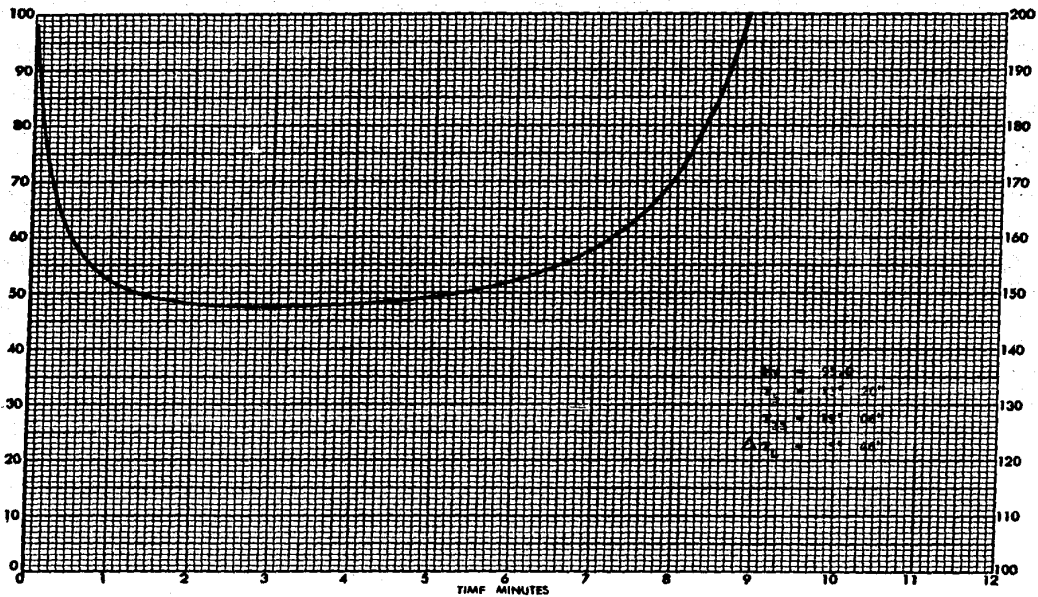


TABLA 5.5 DATOS DE MUESTRAS ENVEJECIDAS EN ACEITE ASTM # 1

COMPUESTO	MUESTRA	FACTOR	MODULO A 100% lb/in	MODULO A 200% lb/in	MODULO A 300% lb/in	TENSION lb/in	ELONGACION
AYD 1	1	37.4	----	24.0	39.5	52.0	380
	2	39.6	----	26.5	41.6	50.8	360
	3	42.1	----	26.0	40.3	49.0	360
AYD 2	1	33.9	----	23.5	69.0	70.0	350
	2	30.5	----	22.0	70.6	75.5	310
	3	29.2	----	23.0	69.0	69.0	300
AYD 3	1	38.8	----	33.0	41.5	50.0	400
	2	40.0	----	23.0	35.5	48.0	400
	3	41.2	----	23.0	34.9	48.0	410
AYD 4	1	37.0	----	26.5	39.8	54.5	410
	2	40.0	----	27.3	41.4	48.5	350
	3	44.0	----	24.8	37.3	46.2	370
AYD 5	1	35.7	26.0	51.5	----	64.8	250
	2	47.4	23.0	53.5	----	62.0	220
	3	38.5	24.5	54.0	----	56.5	210
AYD 6	1	40.0	20.0	50.0	----	54.0	210
	2	46.0	15.0	47.8	----	55.0	230
	3	38.8	21.2	43.5	----	43.5	200
AYD 7	1	32.5	38.5	----	----	77.3	190
	2	34.2	35.0	----	----	68.0	200
	3	35.7	35.0	----	----	60.5	150
AYD 8	1	28.6	32.0	----	----	77.3	180
	2	30.1	41.0	----	----	68.0	180
	3	32.0	34.0	----	----	60.5	170
AYD 9	1	40.0	----	24.2	33.5	47.5	450
	2	43.5	----	21.5	32.2	44.0	410
	3	46.5	----	21.0	28.4	42.5	490
AYD 10	1	34.2	----	21.8	32.8	45.0	410
	2	36.5	----	22.2	33.2	43.1	390
	3	42.1	----	18.5	28.1	38.8	410
AYD 11	1	31.3	28.0	58.8	----	72.0	250
	2	32.3	20.2	46.5	----	61.2	240
	3	37.4	25.0	55.0	----	70.0	260
AYD 12	1	32.3	----	26.0	46.7	64.8	360
	2	34.8	----	24.8	40.4	63.0	400
	3	37.0	----	36.0	44.0	56.0	390
AYD 13	1	32.5	31.0	----	----	64.8	180
	2	34.2	31.0	----	----	63.0	190
	3	37.0	31.0	----	----	56.0	170
AYD 14	1	29.6	39.0	----	----	78.0	180
	2	30.8	36.0	----	----	76.0	190
	3	35.1	24.0	----	----	63.0	180

RESULTADOS

COMPUESTO	MUESTRA	MODULO A 100% lb/in <sup>2</sup>	MODULO A 200% lb/in <sup>2</sup>	MODULO A 300% lb/in <sup>2</sup>	TENSION lb/in <sup>2</sup>	ELONGACION MEDIA
AYD 1	1	----	897.6	1477.3	1944.8	366.6
	2	----	1049.4	1647.3	2011.6	
	3	----	1049.6	1696.6	2062.9	
MEDIA	lb/in <sup>2</sup>	----	1014	1607	2006	
MEDIA	MPa	----	6.9	11.0	13.8	
AYD 2	1	----	796.6	2339.1	2373.0	320
	2	----	671.0	2153.3	2302.7	
	3	----	671.6	2014.8	2014.8	
MEDIA	lb/in <sup>2</sup>	----	713.0	2169	2230	
MEDIA	MPa	----	4.9	14.9	15.3	
AYD 3	1	----	892.4	1610.2	1940.0	403
	2	----	920.0	1420.0	1920.0	
	3	----	947.6	1437.8	1977.6	
MEDIA	lb/in <sup>2</sup>	----	920.0	1489	1946	
MEDIA	MPa	----	6.3	10.2	13.4	
AYD 4	1	----	980.5	1472.6	2016.5	376.6
	2	----	1092	1656	1940.0	
	3	----	1091	1641.2	2032.8	
MEDIA	lb/in <sup>2</sup>	----	1054	1590	1996	
MEDIA	MPa	----	7.2	10.9	13.7	
AYD 5	1	928.2	1838.5	----	2313.3	266.6
	2	860.2	2000.9	----	2318.8	
	3	943.2	2079.0	----	2175.2	
MEDIA	lb/in <sup>2</sup>	910	1973	----	2269	
MEDIA	MPa	6.2	13.6	----	15.6	
AYD 6	1	800.0	2000.0	----	2160.0	213.3
	2	690.0	2198.8	----	2530.0	
	3	822.5	1687.8	----	1687.8	
MEDIA	lb/in <sup>2</sup>	771	1962	----	2126	
MEDIA	MPa	5.3	13.5	----	14.6	
AYD 7	1	1251.2	----	----	2512.2	180
	2	1197.0	----	----	2325.6	
	3	1249.5	----	----	2159.8	
MEDIA	lb/in <sup>2</sup>	1232	----	----	2332	
MEDIA	MPa	8.5	----	----	16	

RESULTADOS

COMPUESTO	MUESTRA	MODULO A 100% lb/in2	MODULO A 300% lb/in2	MODULO A 300% lb/in2	TENSION lb/in2	ELONGACION MEDIO
AYD 8	1	915.2	-----	-----	2210.7	176.6
	2	1234.1	-----	-----	2046.8	
	3	1088.0	-----	-----	1936.0	
MEDIA	lb/in2	1079	-----	-----	2064	
MEDIA	MPa	7.4	-----	-----	14.2	
AYD 9	1	-----	968.0	1340.0	1900	450
	2	-----	935.2	1400.7	1914	
	3	-----	976.5	1320.6	1953	
MEDIA	lb/in2	-----	960	1354	1922	
MEDIA	MPa	-----	6.6	9.3	13.2	
AYD 10	1	-----	745.5	1121.7	1539	403.3
	2	-----	810.3	1211.8	1573	
	3	-----	778.8	1183.0	1633	
MEDIA	lb/in2	-----	778	1172	1581	
MEDIA	MPa	-----	5.3	8	10.9	
AYD 11	1	876.4	1840.4	-----	2253.6	250
	2	652.4	1501.9	-----	1976.7	
	3	935.0	2057.0	-----	2618.0	
MEDIA	lb/in2	821	1780	-----	2283	
MEDIA	MPa	5.6	12.2	-----	15.7	
AYD 12	1	-----	839.8	1508.4	2093.0	383.3
	2	-----	863.0	1405.9	2192.4	
	3	-----	1332.0	1628.0	2072.0	
MEDIA	lb/in2	-----	1011	1514	2119	
MEDIA	MPa	-----	6.9	10.4	14.6	
AYD 13	1	1007.5	-----	-----	2106.0	180
	2	1060.2	-----	-----	2154.6	
	3	1147.0	-----	-----	2072.0	
MEDIA	lb/in2	1071	-----	-----	2111	
MEDIA	MPa	7.3	-----	-----	14.5	
AYD 14	1	1154.4	-----	-----	2308.8	183.3
	2	1108.8	-----	-----	2340.8	
	3	842.4	-----	-----	2211.3	
MEDIA	lb/in2	1035	-----	-----	2287	
MEDIA	MPa	7.1	-----	-----	15.7	

PROMEDIO ENVEJECIDOS ASTM 1									
COMPUESTO	MODULO A 100%		MODULO A 200%		MODULO A 300%		TENSION		ELONGACION MAX. MEDIA %
	lb/in2	MPa	lb/in2	MPa	lb/in2	MPa	lb/in2	MPa	
AYD 1	----	----	1014	6.9	1607	11.0	2006	13.8	366.6
AYD 2	----	----	713	4.9	2169	14.9	2230	15.3	320
AYD 3	----	----	920	6.3	1489	10.2	1946	13.4	403
AYD 4	----	----	1054	7.2	1590	10.9	1996	13.7	376.6
AYD 5	910	6.2	1973	13.6	----	----	2269	15.6	266.6
AYD 6	771	5.3	1962	13.5	----	----	2126	14.6	213.3
AYD 7	1232	8.5	----	----	----	----	2332	16.0	180
AYD 8	1079	7.4	----	----	----	----	2064	14.2	176.6
AYD 9	----	----	960	6.6	1354	9.3	1922	13.2	450
AYD 10	----	----	778	5.3	1172	8	1581	10.9	403.3
AYD 11	821	5.6	1780	12.2	----	----	2283	15.7	250
AYD 12	----	----	1011	6.9	1514	10.4	2119	14.6	383.3
AYD 13	1071	7.3	----	----	----	----	2111	14.5	180
AYD 14	1035	7.1	----	----	----	----	2287	15.7	183.3

TABLA 5.6

DATOS DE MUESTRAS ENVEJECIDAS EN ACEITE ASTM 3

COMPUESTO	MUESTRA	FACTOR	MODULO A 100%	MODULO A 200%	MODULO A 300%	TENSION.	ELONGACION
			lb/in	lb/in	lb/in	lb/in	
AYD 1	1	39.2	----	18	33	42	410
	2	37.4	----	21	36	40	420
	3	36.7	----	21	35	38	400
AYD 2	1	31.5	----	36.0	63	71	350
	2	30.8	----	40.5	71	77.8	350
	3	30.8	----	42.0	69	69	300
AYD 3	1	37.4	----	18	31	41	390
	2	35.4	----	19.5	32	49	430
	3	35.4	----	17	30	42.5	420
AYD 4	1	38.1	----	22	46	47.2	400
	2	37.0	----	20.8	34.5	48	400
	3	34.5	----	21.0	36	50.8	400
AYD 5	1	37.0	19.0	48.5	----	56.0	250
	2	35.7	20.0	51.5	----	63.5	250
	3	34.5	18.0	45.0	----	52.0	240
AYD 6	1	43.0	16.0	42.8	----	48.0	230
	2	39.2	17.0	48.8	----	54.8	230
	3	32.5	19.0	52.0	----	56.0	230
AYD 7	1	33.9	28	----	----	65.0	180
	2	32.5	28	----	----	68.3	180
	3	31.3	31	----	----	49.0	160
AYD 8	1	29.4	33	----	----	61	160
	2	29.2	33	----	----	59	150
	3	26.3	34	----	----	55	150
AYD 9	1	41.2	----	17.8	28.0	38.0	390
	2	39.6	----	28	30	40.8	400
	3	35.1	----	21	32	44.5	400
AYD 10	1	38.8	----	13.0	21	33	460
	2	36.4	----	17.0	26.5	37	430
	3	35.4	----	16.5	26.3	36	420
AYD 11	1	33.5	19.8	44	----	63.3	290
	2	32.3	17	40.5	----	60.0	290
	3	34.5	20	46	----	67.5	290
AYD 12	1	34.2	21.3	46.3	----	47.3	400
	2	33.1	20.8	36.8	----	50.5	400
	3	32.8	23.0	36.0	----	49.3	390
AYD 13	1	35.1	24.5	----	----	58.0	200
	2	33.3	23.0	----	----	62.0	200
	3	33.6	27.0	----	----	61.0	190
AYD 14	1	33.3	24.5	----	----	63.0	200
	2	32.0	27.0	----	----	68.0	200
	3	30.8	33.0	----	----	75.3	200



RESULTADOS

COMPUESTO	MUESTRA	MODULO A 100% lb/in2	MODULO A 200% lb/in2	MODULO A 300% lb/in2	TENSION lb/in2	ELONGACION MEDIA
AYD 1	1	----	705.6	1293.6	1646.4	410
	2	----	785.4	1346.4	1495.0	
	3	----	770.7	1284.5	1412.9	
MEDIA	lb/in2	----	754	1308	1518	
MEDIA	MPa	----	5.2	9	10.4	
AYD 2	1	----	1134	1984.5	2236.5	333.3
	2	----	1247.4	2186.8	2396.2	
	3	----	1293.6	2125.2	2125.2	
MEDIA	lb/in2	----	1225	2099	2252	
MEDIA	MPa	----	8.4	14.4	15.5	
AYD 3	1	----	673.2	1159.4	1533.4	413.3
	2	----	690.3	1132.8	1734.6	
	3	----	601.8	1062.0	1504.5	
MEDIA	lb/in2	----	655	1118	1591	
MEDIA	MPa	----	4.5	7.7	10.9	
AYD 4	1	----	838.2	1752.6	1798.3	400
	2	----	769.6	1276.5	1776.0	
	3	----	724.5	1242.0	1752.6	
MEDIA	lb/in2	----	777	1424	1775	
MEDIA	MPa	----	5.3	9.8	12.2	
AYD 5	1	703	1794.5	----	2072	246.6
	2	714	1838.5	----	2266.9	
	3	621	1552.5	----	1794	
MEDIA	lb/in2	679	1728	----	2044	
MEDIA	MPa	4.6	11.9	----	14.1	
AYD 6	1	688	1840.4	----	2054	230
	2	666.4	1912.9	----	2148.1	
	3	617.5	1690	----	1820	
MEDIA	lb/in2	657	1814	----	2011	
MEDIA	MPa	4.5	12.5	----	13.8	
AYD 7	1	949.2	----	----	2203.5	173.3
	2	910.0	----	----	2219.7	
	3	970.3	----	----	1533.7	
MEDIA	lb/in2	943	----	----	1985	
MEDIA	MPa	6.5	----	----	13.7	

RESULTADOS

COMPUESTO	MUESTRA	MODULO A 100% lb/in2	MODULO A 200% lb/in2	MODULO A 300% lb/in2	TENSION lb/in2	ELONGACION MEDIA
8	1	970.2	----	----	1793.4	156.6
	2	963.6	----	----	1722.8	
	3	894.2	----	----	1709.5	
MEDIA	lb/in2	942	----	----	1742	
MEDIA	MPa	6.5	----	----	12	
9	1	----	733.3	1153.6	1565.6	396.6
	2	----	1108.8	1188.0	1615.6	
	3	----	737.1	1123.2	1561.9	
MEDIA	lb/in2	----	860	1155	1581	
MEDIA	MPa	----	5.9	7.9	10.9	
10	1	----	504.4	814.8	1280.4	436.6
	2	----	618.8	984.6	1346.8	
	3	----	584.1	931.0	1274.4	
MEDIA	lb/in2	----	569	903	1300	
MEDIA	MPa	----	3.9	6.2	8.9	
11	1	665.2	1478.4	----	2126.8	290
	2	549.1	1308.1	----	1938.0	
	3	690.0	1587	----	2328.7	
MEDIA	lb/in2	635	1458	----	2131	
MEDIA	MPa	4.3	10	----	14.7	
12	1	----	728.4	1583.4	1617.6	396.6
	2	----	688.4	1218.0	1671.5	
	3	----	754.4	1180.8	1617.0	
MEDIA	lb/in2	----	724	1327	1633	
MEDIA	MPa	----	4.9	9.1	11.2	
13	1	859.9	----	----	2035.8	196.6
	2	765.9	----	----	2064.6	
	3	907.2	----	----	2049.6	
MEDIA	lb/in2	844	----	----	2050	
MEDIA	MPa	5.8	----	----	14.1	
14	1	815.8	----	----	2097.9	200
	2	864.0	----	----	2176.0	
	3	1016.4	----	----	2319.2	
MEDIA	lb/in2	899	----	----	2198	
MEDIA	MPa	6.2	----	----	15.1	

PROMEDIOS ENVEJECIDOS EN ASTM 3									
COMPUESTO	MODULO A 100%		MODULO A 200%		MODULO A 300%		T E N S I O N		ELONGACION MAX. MEDIA %
	lb/in2	MPa	lb/in2	MPa	lb/in2	MPa	lb/in2	MPa	
AYD 1	----	----	754	5.2	1308	9	1508	10.4	410
AYD 2	----	----	1225	8.4	2099	14.4	2252	15.5	333
AYD 3	----	----	655	4.5	1118	7.7	1591	10.9	413
AYD 4	----	----	777	5.3	1424	9.8	1775	12.2	400
AYD 5	679	4.6	1728	11.9	----	----	2044	14.1	246.6
AYD 6	657	45.5	1814	12.5	----	----	2011	13.8	230
AYD 7	943	6.5	----	----	----	----	1985	13.7	173
AYD 8	942	6.5	----	----	----	----	1742	12.0	156.6
AYD 9	----	----	860	5.9	1155	7.9	1581	10.9	396.6
AYD 10	----	----	569	3.9	903	6.2	1300	8.9	436.6
AYD 11	635	4.3	1458	10	----	----	2131	14.7	290
AYD 12	----	----	724	4.9	1327	9.1	1635	11.2	396.6
AYD 13	844	5.8	----	----	----	----	2050	14.1	196.6
AYD 14	899	6.2	----	----	----	----	2198	15.1	200

TABLA 5.7

DATOS DE MUESTRAS ENVEJECIDAS EN AIRE, 72 Hr. a 150°C

COMPUESTO	MUESTRA	FACTOR	TENSION lb/in	ELONGACION MAX MEDIA
AYD 1	1	33.1	19.0	100
	2	36.4	17.0	
	3	38.8	16.0	
AYD 2	1	30.5	20.0	100
	2	31.7	17.8	
	3	32.5	18.8	
AYD 3	1	29.9	21.0	100
	2	31.7	20.3	
	3	35.7	20.0	
AYD 4	1	32.4	18.8	100
	2	36.4	19.5	
	3	37.7	17.5	
AYD 5	1	36.0	18.0	100
	2	39.2	17.8	
	3	42.6	17.0	
AYD 6	1	35.4	19.5	100
	2	37.0	17.8	
	3	42.1	16.5	
AYD 7	1	31.5	20.8	100
	2	33.1	21.2	
	3	34.8	20.8	
AYD 8	1	27.4	22.0	100
	2	29.4	22.0	
	3	32.0	20.5	
AYD 9	1	37.0	17.5	100
	2	37.4	19.5	
	3	40.0	16.5	
AYD 10	1	33.1	19.0	100
	2	36.0	18.5	
	3	40.0	18.0	
AYD 11	1	32.5	21.0	100
	2	34.5	19.9	
	3	36.4	19.5	
AYD 12	1	32.0	21.8	100
	2	34.8	19.5	
	3	37.4	18.5	
AYD 13	1	33.9	21.2	100
	2	32.8	21.5	
	3	37.4	19.0	
AYD 14	1	32.8	20.5	100
	2	34.2	19.0	
	3	35.7	19.2	

RESULTADOS

COMPUESTO	MUESTRA	TENSION lb/in2	MEDIA lb/in2	MEDIA MPa	ELONGACION MEDIA
AYD 1	1	628.9	623	4.2	100
	2	618.8			
	3	620.8			
AYD 2	1	610.0	595	4.1	100
	2	564.2			
	3	611.0			
AYD 3	1	627.9	662	4.5	100
	2	643.5			
	3	714.0			
AYD 4	1	609.1	659	4.5	100
	2	709.8			
	3	659.7			
AYD 5	1	648	690	4.7	100
	2	697.7			
	3	724.2			
AYD 6	1	690.3	681	4.7	100
	2	658.6			
	3	694.6			
AYD 7	1	655.2	693	4.7	100
	2	701.7			
	3	723.8			
AYD 8	1	602.8	635	4.3	100
	2	646.8			
	3	656.0			
AYD 9	1	647.5	679	4.6	100
	2	729.3			
	3	660.0			
AYD 10	1	628.9	671	4.6	100
	2	666			
	3	720			
AYD 11	1	682.5	693	4.7	100
	2	686.5			
	3	709.8			
AYD 12	1	697.6	689	4.7	100
	2	678.6			
	3	691.9			
AYD 13	1	718.6	711	4.9	100
	2	705.2			
	3	710.6			
AYD 14	1	672.4	669	4.6	100
	2	649.8			
	3	685.4			

## 5.5 RESISTENCIA AL DESGARRE.

Se define como el valor del desgarre en libras fuerza al momento de ruptura, dividido por el espesor de la probeta. Se calcula a partir de los datos de la prueba de estiramiento. Ejemplo ilustrativo, Compuesto 1:

<u>Muestra</u>	<u>espesor</u>	<u>desgarre</u>	<u>RD lb/in</u>	<u>RD KN/m</u>
1	0.102"	332 lb	3254.90	572.86
2	0.109"	400 lb	3669.72	645.87
media			3462.31	609.36

En la tabla 5.8 se muestra el total de resultados.

## 5.6 GRAVEDAD ESPECIFICA.

Se calcula como:  $W1/(W1 - W2)$

Donde: W1 es el peso en aire y

W2 es el peso en agua de la muestra, según procedimiento indicado en 4.6

Los resultados se indican en la tabla 5.9.

## 5.7 CAMBIO EN VOLUMEN Y MASA.

Se calculan con las siguientes fórmulas:

$$\text{Cambio en Volúmen \%} = \frac{(W3 - W4) - (W1 - W2)}{(W1 - W2)} \times 100$$

$$\text{Cambio en masa \%} = \frac{W3 - W1}{W1} \times 100$$

Donde:

W1 = Peso inicial del espécimen en aire (g)

W2 = Peso inicial del espécimen en agua (g)

W3 = Peso final del espécimen en aire (g)

W4 = Peso final del espécimen en agua (g)

#### 5.8 PRUEBAS DE OZONO.

Método ASTM D-1149. Capítulo 4.4. Los resultados -- fueron practicamente iguales para todos los compuestos a -- 100 ppm y 40°C. Talba 5.12

#### 5.9 DUREZA

Aparato: Durómetro Shore C.

Procedimiento: Capítulo 5.9

Resultados: Tabla 5.13

#### 5.10 DEFORMACION POR COMPRESION

$$\text{Comp. Perm.} = \frac{A1 - A2}{A1 - \text{CTE}} \times 100$$

Donde:

A1 = Altura original de la muestra

A2 = Altura final de la muestra

CTE = Altura del espaciador (constante).

Procedimiento: ASTM D-395 (70 H. a 100°C)

Resultados: Tabla 5.14

#### 5.11 RESUMEN Y ANALISIS DE RESULTADOS.

En la tabla 5.15 se anotan los resultados y los parámetros calculados, tomados como discriminantes e indicadores del sistema óptimo de aceleración y procesamiento de los compuestos. Los valores subrayados indican grado inapropiado de vulcanización.

( $T_{90} - T_{st1}$ ) y  $\Delta T_L$  Se asocian con tiempos cortos que limitan el procesado.  $T_{90}/T_5$  mayores de 1 indican tendencia a prevulcanización.



TABLA 5.8

## RESISTENCIA AL DESGARRE

COMPUESTO	MUESTRA	ESPESOR PULGADAS	DESGARRE LIBRAS	DESGARRE/ESPE- SOR lb/in	M E D I A	
					lb/in	KN/m
AYD 1	1	0.102	332	3254.90	3462.31	609.36
	2	0.109	400	3669.72		
AYD 2	1	0.125	338	2704.0	2972.54	523.17
	2	0.112	363	3241.07		
AYD 3	1	0.120	408	3400.00	3337.17	587.34
	2	0.113	370	3274.34		
AYD 4	1	0.107	350	3271.03	3048.56	536.55
	2	0.115	325	2826.09		
AYD 5	1	0.095	360	3789.47	3943.75	694.10
	2	0.102	418	4098.04		
AYD 6	1	0.122	580	4754.10	4516.23	794.86
	2	0.097	415	4278.35		
AYD 7	1	0.117	392	3350.43	3269.70	575.47
	2	0.127	405	3188.98		

AYD 8	1	0.123	485	3943.09	3342.76	588.33
	2	0.132	362	2742.42		
AYD 9	1	0.103	340	3300.97	3268.13	575.19
	2	0.102	330	3235.29		
AYD 10	1	0.096	278	2895.83	2872.92	505.63
	2	0.100	285	2850.00		
AYD 11	1	0.114	408	3578.95	3499.48	615.91
	2	0.100	342	3420.00		
AYD 12	1	0.122	410	3360.66	3227.50	568.04
	2	0.106	328	3094.34		
AYD 13	1	0.110	460	4181.82	4062.06	714.92
	2	0.104	410	3942.31		
A2J 14	1	0.113	525	4646.02	4537.30	798.56
	2	0.126	558	4428.57		

Hoja 2 de 2

TABLA 5.9 GRAVEDAD ESPECIFICA					
COMPUESTO	MUESTRA	PESO EN AIRE (gr) W1	PESO EN AGUA W2	W1 - W2	GRAVEDAD ESPECIFICA
AYD 1	1	5.0272	1.2753	3.7447	1.3425
	2	5.0495	1.2673	3.7822	1.3351
AYD 2	1	5.5860	1.4105	4.1755	1.3378
	2	5.9962	1.5133	4.4829	1.3376
AYD 3	1	4.4232	1.3668	3.0564	1.4472
	2	4.1503	1.2829	2.8674	1.4474
AYD 4	1	5.1418	1.2991	3.8427	1.3381
	2	5.0916	1.2798	3.8718	1.3150
AYD 5	1	5.4312	1.2424	4.1888	1.2966
	2	5.9700	1.3701	4.5999	1.3701
AYD 6	1	5.0142	1.2320	3.7822	1.3257
	2	4.8088	1.2010	3.6078	1.3329
AYD 7	1	5.2433	1.3286	3.9147	1.3394
	2	5.6394	1.4330	4.2064	1.3409

AYD 8	1	6.0064	1.5131	4.4933	1.3367
	2	6.2939	1.6009	4.6930	1.3411
AYD 9	1	4.9659	1.2617	3.7042	1.3406
	2	4.4523	1.1132	3.3391	1.3334
AYD 10	1	5.3186	1.3502	3.9684	1.3402
	2	5.2653	1.3343	3.9310	1.3394
AYD 11	1	6.0895	1.6706	4.4189	1.3781
	2	5.9088	1.6059	4.3029	1.3732
AYD 12	1	5.4215	1.3520	4.0695	1.3322
	2	5.4260	1.3627	4.0633	1.3354
AYD 13	1	5.5650	1.4046	4.1604	1.3376
	2	5.6570	1.4290	4.2280	1.3380
AYD 14	1	5.5941	1.4025	4.1916	1.3346
	2	5.5233	1.4004	4.1229	1.3397

Hoja 2 de 2

R E S U L T A D O S

COMPUESTO	GRAVEDAD ESPECIFICA
AYD 1	1.3388
AYD 2	1.3377
AYD 3	1.4473
AYD 4	1.3265
AYD 5	1.3333
AYD 6	1.3293
AYD 7	1.3400
AYD 8	1.3389
AYD 9	1.3370
AYD 10	1.3398
AYD 11	1.3756
AYD 12	1.3338
AYD 13	1.3378
AYD 14	1.3371

TABLA 5.10 CAMBIO EN VOLUMEN Y MASA EN ASTM # 1							
COMPUESTO	NUESTRA	W1 (g) PESO EN AIRE	W2 (g) PESO EN AGUA	W3 (g) PESO EN AIRE	W4 (g) PESO EN AGUA	CAMBIO EN VOLUMEN %	CAMBIO EN MASA %
AYD 1	1	5.0272	1.2753	5.0954	1.2695	1.9723	1.3566
	2	5.0495	1.2673	5.1123	1.2738	1.4886	1.2437
AYD 2	1	5.5860	1.4105	5.6653	1.4164	1.7579	1.4196
	2	5.9962	1.5133	6.0690	1.5054	1.8002	1.2141
AYD 3	1	4.4232	1.3668	5.1867	1.2843	27.6796	17.2613
	2	4.1503	1.2829	4.4555	1.1039	16.8864	7.3537
AYD 4	1	5.1418	1.2991	5.1691	1.2925	0.8822	0.5307
	2	5.0916	1.2798	5.1105	1.2744	0.6375	0.3712
AYD 5	1	5.4312	1.2424	5.4885	1.3622	1.1696	1.0556
	2	5.9700	1.3701	5.0275	1.2377	5.2751	15.7872
AYD 6	1	5.0142	1.2320	5.0844	1.2412	1.6128	1.4000
	2	4.8088	1.2010	4.8758	1.1887	2.1980	1.3933
AYD 7	1	5.2433	1.3286	5.2820	1.3259	1.0576	0.7381
	2	5.6394	1.4330	5.6732	1.4298	0.8797	0.5994

AYD	1	6.0064	1.5131	6.0403	1.5242	0.5074	0.5644
8	2	6.2939	1.6009	6.3426	0.6003	1.0505	0.7738
AYD	1	4.9659	1.2617	5.0534	1.1220	3.4879	1.7620
9	2	4.4523	1.1132	4.5409	1.1128	2.6600	1.9900
AYD	1	5.3186	1.3502	5.3716	1.3395	1.6052	0.9965
10	2	5.2653	1.3343	5.3336	1.3386	1.6281	1.2972
AYD	1	6.0895	1.6706	6.1450	1.6537	1.6384	0.9114
11	2	5.9088	1.6059	5.9684	1.6053	1.3991	1.0087
AYD	1	5.4215	1.3520	5.5052	1.3477	2.1624	1.5380
12	2	5.4260	1.3627	5.5175	1.3583	2.3602	1.6863
AYD	1	5.5650	1.4046	5.6108	1.4037	1.1225	0.8230
13	2	5.6570	1.4290	5.7056	1.4190	1.3860	0.8591
AYD	1	5.5941	1.4025	5.6376	1.3963	1.1857	0.7776
14	2	5.5233	1.4004	5.5793	1.3947	1.4965	1.0139

HOJA 2 de 2

**CAMBIO EN VOLUMEN Y MASA EN ASTM 3**

CONPUESTO	MUESTRA	W1 (g)	W2 (g)	W3 (g)	W4 (g)	CAMBIO EN VOLUMEN %	CAMBIO EN MASA %
		PESO EN AIRE	PESO EN AGUA	PESO EN AIRE	PESO EN AGUA		
AYD 1	1	4.8781	1.2330	5.2934	1.2638	10.5484	8.5136
	2	4.9952	1.2686	5.4265	1.2945	10.8785	8.6343
AYD 2	1	5.8860	1.4909	6.4136	1.5018	11.7563	8.9636
	2	6.1056	1.5578	6.6457	1.4893	13.3823	8.8460
AYD 3	1	5.3338	1.3352	5.7514	1.3442	10.2186	7.8293
	2	5.2992	1.3304	5.7082	1.3489	9.8392	7.7181
AYD 4	1	5.2708	1.3426	5.7719	1.3498	12.5732	9.5071
	2	5.2444	1.3424	5.8040	1.3528	14.0748	10.6704
AYD 5	1	5.1719	1.3036	5.5405	1.3100	9.3633	7.1270
	2	4.8729	1.2204	5.2558	1.2338	10.1164	7.8577
AYD 6	1	4.7318	1.1750	5.1822	1.1884	12.2863	9.5186
	2	4.9843	1.2393	5.4519	1.2488	12.2323	9.3815
AYD 7	1	5.7575	1.5941	6.3808	1.5260	16.6066	10.8259
	2	5.9295	1.5091	6.7743	1.6248	16.4940	14.2474



AYD	1	6.1339	1.5315	6.5723	1.5590	8.9280	7.1472
8	2	6.5323	1.6596	7.0009	1.6630	9.5470	7.1736
AYD	1	5.6686	1.4412	6.2308	1.4424	13.2705	9.9178
9	2	5.3053	1.3467	5.8440	1.3539	13.4264	10.1540
AYD	1	5.7575	1.3711	6.3204	1.4722	10.5279	9.7768
10	2	5.3742	1.4730	5.8713	1.3764	15.2183	9.2497
AYD	1	6.0077	1.6569	6.5000	1.6511	11.4484	8.1945
11	2	5.8620	1.5996	6.3557	1.6082	11.3809	8.4220
AYD	1	5.7170	1.5042	6.2790	1.4509	14.6054	9.8303
12	2	5.9386	1.4413	6.5076	1.5101	11.1222	9.5814
AYD	1	5.4670	1.3881	5.8853	1.4015	9.9266	7.6514
13	2	5.3625	1.3603	5.7904	1.3726	10.3842	7.9795
AYD	1	5.6652	1.4406	5.9538	1.4424	6.7888	5.0943
14	2	5.5572	1.4099	5.9354	1.4077	9.1722	6.8056

Hoja 2 de 2

TABLA DE RESULTADOS CAMBIO EN VOLUMEN Y MASA

COMPUESTO	A S T H 1		A S T H 3	
	CAMBIO EN VOLUMEN %	CAMBIO EN MASA %	CAMBIO EN VOLUMEN %	CAMBIO EN MASA %
AYD 1	1.7304	1.3001	10.7134	8.5739
AYD 2	1.7790	1.3168	12.5693	8.9048
AYD 3	22.2830	12.3075	10.0289	7.7737
AYD 4	0.7598	0.4510	13.3240	10.0887
AYD 5	3.2223	- 7.3658	9.7398	7.4923
AYD 6	1.9054	1.3966	12.2593	9.4500
AYD 7	0.9686	0.6687	16.5503	12.5366
AYD 8	0.7789	0.6691	9.2375	7.1604
AYD 9	3.0739	1.8760	13.3484	10.0359
AYD 10	1.6166	1.1468	12.8731	9.5132
AYD 11	1.5187	0.9600	11.4146	8.3082
AYD 12	2.2613	1.6121	12.8638	9.7058
AYD 13	1.2542	0.8410	10.1554	7.8154
AYD 14	1.3411	0.8957	7.9805	5.9499

TABLA 5.12

## PRUEBAS DE OZONO

COMPUESTO	DIAS 24 Hrs.	DIMENSION DE LA MUESTRA	ESTATICAS COMENTARIOS	MANDRIL 2" COMENTARIOS
AYD 1	1	TRIANGULAR	NO HAY GRIETAS	GRIETAS FACILMENTE VISIBLES
AYD 2	1	TRIANGULAR	NO HAY GRIETAS	GRIETAS FACILMENTE VISIBLES
AYD 3	1	TRIANGULAR	NO HAY GRIETAS	GRIETAS FACILMENTE VISIBLES
AYD 4	1	TRIANGULAR	NO HAY GRIETAS	GRIETAS FACILMENTE VISIBLES
AYD 5	1	TRIANGULAR	NO HAY GRIETAS	GRIETAS FACILMENTE VISIBLES
AYD 6	1	TRIANGULAR	NO HAY GRIETAS	GRIETAS FACILMENTE VISIBLES
AYD 7	1	TRIANGULAR	NO HAY GRIETAS	GRIETAS FACILMENTE VISIBLES
AYD 8	1	TRIANGULAR	NO HAY GRIETAS	GRIETAS FACILMENTE VISIBLES
AYD 9	1	TRIANGULAR	NO HAY GRIETAS	GRIETAS FACILMENTE VISIBLES
AYD 10	1	TRIANGULAR	NO HAY GRIETAS	GRIETAS FACILMENTE VISIBLES
AYD 11	1	TRIANGULAR	NO HAY GRIETAS	GRIETAS FACILMENTE VISIBLES
AYD 12	1	TRIANGULAR	NO HAY GRIETAS	GRIETAS FACILMENTE VISIBLES
AYD 13	1	TRIANGULAR	NO HAY GRIETAS	GRIETAS FACILMENTE VISIBLES
AYD 14	1	TRIANGULAR	NO HAY GRIETAS	GRIETAS FACILMENTE VISIBLES

TABLA 5.13

RESULTADOS DE DUREZA

COMPUESTO	DUREZA ORIGINAL	DUREZA ENVEJECIDOS ASTM 1	DUREZA ENVEJECIDOS ASTM 3
AYD 1	73	73	64
AYD 2	77	77	67
AYD 3	75	73	64
AYD 4	75	73	68
AYD 5	78	78	74
AYD 6	78	78	73
AYD 7	80	80	76
AYD 8	80	78	75
AYD 9	77	75	66
AYD 10	75	73	66
AYD 11	80	77	75
AYD 12	74	70	67
AYD 13	78	80	75
AYD 14	79	80	75

TABLA 5.14 RESULTADOS DE DEFORMACION POR COMPRESION

COMPUESTO	ALTURA ORIGINAL DEL PELET (in) A1	ALTURA FINAL DEL PELET (in) A2	ALTURA DE ESPACIADOR (in) CTe	COMPRESION PERMANENTE (%)
AYD 1	0.496	0.444	0.375	42.97
AYD 2	0.500	0.463	0.375	29.60
AYD 3	0.492	0.422	0.375	59.82
AYD 4	0.497	0.427	0.375	57.37
AYD 5	0.495	0.474	0.375	17.50
AYD 6	0.499	0.467	0.375	25.80
AYD 7	0.497	0.469	0.375	22.95
AYD 8	0.512	0.495	0.375	12.40
AYD 9	0.495	0.403	0.375	76.66
AYD 10	0.495	0.415	0.375	66.66
AYD 11	0.500	0.468	0.375	25.6
AYD 12	0.492	0.414	0.375	66.66
AYD 13	0.490	0.460	0.375	26.08
AYD 14	0.494	0.465	0.375	24.36

TABLA 5.15 ANALISIS DE RESULTADOS

AYD:	1	2	3	4	5	6	7
T <sub>90</sub>	8.25	6.75	7.75	7.33	5.87	4.33	4.50
T <sub>5</sub>	4.45	15.87	10.18	5.75	5.75	7.50	5.37
$\Delta T_L$	<u>1.3</u>	8.8	3.7	4.3	<u>1.9</u>	10.3	3.8
T <sub>90</sub> /T <sub>5</sub>	<u>1.9</u>	0.4	0.8	<u>1.3</u>	1.0	0.6	0.8
$\Delta T$ ASTM 1	1.2	1.0	<u>1.4</u>	<u>1.3</u>	1.1	1.0	1.0
R. D.	609	<u>523</u>	587	<u>537</u>	694	<u>795</u>	575
$\Delta D$ ASTM 3	<u>0.88</u>	<u>0.87</u>	<u>0.85</u>	0.91	0.95	0.94	0.95
Com.Per. %	<u>43</u>	<u>30</u>	<u>60</u>	<u>57</u>	18	26	13

AYD:	8	9	10	11	12	13	14
T <sub>90</sub>	6.25	12.83	<u>20.25</u>	6.75	13.0	4.25	4.00
T <sub>5</sub>	<u>3.38</u>	15.25	16.75	12.75	13.90	4.40	13.33
$\Delta T_L$	<u>2.3</u>	5.0	----	5.0	3.4	<u>1.3</u>	5.8
T <sub>90</sub> /T <sub>5</sub>	<u>1.9</u>	0.8	1.2	0.5	0.9	1.0	0.3
$\Delta T$ ASTM 1	1.0	<u>1.4</u>	<u>1.6</u>	1.2	----	0.9	1.0
R. D.	588	575	<u>506</u>	616	568	<u>715</u>	<u>799</u>
$\Delta D$ ASTM 3	0.94	<u>0.86</u>	<u>0.88</u>	0.94	0.91	0.96	0.95
Com.Per. %	12	<u>77</u>	<u>67</u>	26	<u>67</u>	26	24

Donde:

$T_{90}'$  = tiempo óptimo de vulcanización en min.

$\Delta T_5'$  = tiempo de quemado en min.

$T_L' = T_{35} - T_5$  en min.

$\Delta T$  ASTM 1 = variación unitaria en la tensión a la ruptura de la muestra envejecida en aceite ASTM 1 respecto a la tensión original.

R. D. = resistencia al desgarre en KN/m.

$\Delta D$  ASTM 3 = variación unitaria en dureza envejecida en ASTM 3.

Com.Per. = Compresión permanente.

## C O N C L U S I O N E S

El sistema óptimo de aceleración para la formulación desarrollada y las propiedades impartidas a la misma, corresponde al compuesto 2, con un contenido relativamente bajo de azufre (I PCH) y la combinación de aceleradores: 1 PCH  $\frac{2}{Z}$ DB/1PCH morfax.

El costo directo de este sistema es menor en comparación a los compuestos 6, 7 y 14 que constituyen las alternativas secundarias de solución.

El compuesto II además de mostrar las mejores propiedades en general, es más seguro en su procesamiento y con menor tendencia a la prevulcanización que 6, 14 y 7. Este último presenta el mayor cambio en volumen y masa de estos compuestos una vez envejecidos y el más caro por su mayor carga de aceleradores (1.5 PCH S/1.5 PCH MBTS/3.0 PCH sulfads).

Los compuestos 6 y 14 poseen buenas curvas de vulcanización y excelentes torques máximos. Por sus características, el compuesto 6 puede servir para vulcanizados en autoclave y moldeados de baja productividad para espesores gruesos.

El compuesto 14, previo ajuste de su sistema de aceleración, podría servir para inyectados o moldeados de alta productividad con espesores medios.



Todos los compuestos probados son similares en: plasticidad, gravedad específica, dureza original y en ASTM 1. Y son prácticamente idénticos en su muy buena resistencia al deterioro por envejecimiento en: aire, ozono y solventes. Los compuestos 3, 4, 5 y 7 mostraron el mayor cambio en volúmen y masa dentro de estos valores así clasificados.

El resto de formulaciones no cumplen los requisitos para el objetivo fijado, el cual se considera lo grado en base a las conclusiones obtenidas.

B I B L I O G R A F I A

- 1 DOLLERO A - "HUMEX NITRILES". Humes, S.A.  
México, 1978.
- 2 HUMEX - "MANUAL DE PRODUCTOS HUMEX".  
Humex, S.A., México, 1970.
- 3 POLYSAR - "KRYNAC, OIL RESISTANT RUBBERS".  
Polysar Ltd, Canada, 1973.
- 4 OTHMER K. - "ENCYCLOPEDIA OF CHEMICAL TECHNOLOGY".  
3rd. ED. J. Wiley & Sons.  
N.Y. 1982. Vol. 20
- 5 MORTON M - "RUBBER TECHNOLOGY" 2nd. Ed. Van  
Nostrand-Reinhold Co. N.Y. 1973
- 6 BABBIT R.O  
(ED). - "THE VANDERBILT RUBBER HANDBOOK"  
R.T. Vanderbilt Co. Inc. Norwalk  
U.S.A. 1978
- 7 GRUPO HULERO  
MEXICANO A.C.- "TECNOLOGIA EN ELASTOMEROS"  
G.H.M. México, 1975
- 8 OROPESA M - "INGREDIENTES FUNDAMENTALES DE UNA  
FORMULACION"., Hule mexicano y plás-  
ticos 435, 4 (1982)
- 9 PELAYO S.A.P. "EFECTO DE LOS ACELERANTES SOBRE LAS  
PROPIEDADES DEL VULCANIZADO"  
Hule mexicano y plásticos 424, 17(1981)
- 10 WINDHOLZ  
M. (Ed) - "THE MERCK INDEX 10 th. Ed."  
Merck & Co. Inc. Rahway N.J. 1983.

- 11 DILLHOEFFER, S.A. - "EL PROCESO DE LA VULCANIZACION"  
Hule Mexicano y Plásticos 382,  
13(1977)
- 12 BILURBINA A.L. - "RESUMEN SOBRE VULCANIZACION DE HULE"  
Hule Mexicano y Plásticos 445,  
6(1983).
- 13 FLORES M.M. - "EFECTO DE LOS SISTEMAS DE ACELE-  
RACION EN LAS PROPIEDADES FISICAS  
DE VULCANIZADOS DE POLI (BUTADIENO-  
CO-ACRILONITRILO)"  
Tesis Fac. de Química. UNAM. México  
1984.
- 14 ASTM (ED) - "1984 ANNUAL BOOK OF ASTM STANDARDS"  
A.S.T.M. Md. U.S.A. Vol. 37.
- 15 PROGRAMA DE FOMENTO AL CONTROL DE LA CALIDAD DE LA INDUS-  
TRIA HULERA. Departamento de Fomen-  
to al control de la calidad. México  
1980.
- 16 WERNER HOFMANN - "VULCANIZATION AND VULCANIZING AGENTS"  
London. Maclaren and Song JTD  
New York Palmerton Publishing Co. Inc  
1967.