(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 390 512**

(51) Int. Cl.:
***C07D 295/02*** (2006.01)
***C07D 295/027*** (2006.01)
***C08K 5/378*** (2006.01)
***C08K 5/43*** (2006.01)
***C08K 5/00*** (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Número de solicitud europea: **07822127 .2**
(96) Fecha de presentación: **31.10.2007**
(97) Número de publicación de la solicitud: **2091930**
(97) Fecha de publicación de la solicitud: **26.08.2009**

(54) Título: **Reticulador para vulcanización, un procedimiento para su fabricación, así como un producto de hule fabricado de acuerdo con ello**

(30) Prioridad:
**31.10.2006 DE 102006052197**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
**13.11.2012**

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
**13.11.2012**

(73) Titular/es:
**GRIBOV, IOURII (50.0%)**
**GUSTAV-MULLER-STR. 28**
**10829 BERLIN, DE y**
**KAZIMIRSKIY, PAVEL (50.0%)**

(72) Inventor/es:
**GRIBOV, IOURII y**
**KAZIMIRSKIY, PAVEL**

(74) Agente/Representante:
**LEHMANN NOVO, María Isabel**

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

ES 2 390 512 T3

## DESCRIPCIÓN

Reticulador para vulcanización, un procedimiento para su fabricación, así como un producto de hule fabricado de acuerdo con ello.

La invención se refiere a un reticulador para vulcanización, un procedimiento para su fabricación, así como un producto de hule fabricado de acuerdo con ello.

Junto a la vulcanización con azufre elemental, que se denomina vulcanización en caliente, existe la posibilidad de reticular a baja temperatura. Lo que se denomina vulcanización a temperatura baja. En la que, en lugar de azufre, se utiliza dicloruro de disulfuro o dicloruro de azufre disuelto en sulfuro de carbón.

La vulcanización a temperatura baja (T<100° C) se utilizaba en el pasado sobre todo para la fabricación de capas delgadas. Así, los guantes de hule se fabricaban, p. ej., mediante la inmersión de una forma en una emulsión de látex y la inmersión posterior en una solución de $S_2Cl_2$ en $CS_2$, bencina o benceno. Generándose enlaces que solo contienen un átomo de azufre. En una atmósfera $NH_3$, se neutraliza el ácido clorhídrico generado y el dicloruro de disulfuro sobrante se descompone.

Para acelerar la vulcanización de mezclas de hule sobre la base de caucho, son conocidos una serie de aceleradores, p. ej., mercaptobenzotiazol, sulfenamida, tetrametiltiuramo.

En la publicación de Sharada et al "Piperidine Thiosulfphate" (Revista de química inorgánica y química general, tomo 304, 1960, páginas 344 - 350) se describe la fabricación de tiosulfato de piperidina. Para lo que se disuelve 1 -2% de azufre en piperidina, formándose sulfuros de piperidina solubles de color rojo, que se oxidan mediante oxígeno molecular. En el proceso cristaliza tiosulfato de piperidina con pequeñas cantidades añadidas de sulfito de piperidina y sulfato de piperidina. La reacción se lleva a cabo con bajas concentraciones de azufre y sin control de la temperatura de reacción.

US-A-4 632 988 da a conocer un procedimiento para la fabricación de sulfuros de piperidina partiendo de piperidina y azufre en metanol en reflujo, seguido del añadido de NaOCl.

EP-A-0 481 366 da a conocer un procedimiento para la fabricación de ditiobenzotiazol de piperidina partiendo de piperidina y azufre en metanol, en presencia de $Cu(OAc)_2$, solución de amoniaco y oxígeno a 30° C.

RUBBER CHEMISTRY AND TECHNOLOGY, tomo 69, n.° 2, 1996, páginas 180-202 y J. APPL. POLYMER SCI., tomo 32, 1986, páginas 5849-5864, dan a conocer distintos compuestos de azufre y productos de hule.

Por lo que la tarea de la invención consiste en crear un reticulador para la vulcanización a temperatura baja o bien un procedimiento para la fabricación de un reticulador de tal naturaleza que evite las desventajas del estado actual de la técnica.

La tarea se resuelve mediante un reticulador, un procedimiento para su fabricación así como mediante productos de hule fabricados utilizando el reticulador y un proceso de vulcanización según las reivindicaciones 1, 8, 12 y 14.

El reticulador según la invención está basado en una mezcla de compuestos hidrogenados, heterocíclicos y azufre, preferentemente en forma de polvo.

Los compuestos heterocíclicos son preferentemente piperidina, piridina, anabasina y α, α', β,'β, γ, γ'-dipiridilos y, sobre todo, piperidina.

Según una forma de ejecución de la invención, junto a los citados compuestos heterocíclicos, puede transformarse otro reticulador o acelerador habitual en el comercio con azufre .

Estos pueden elegirse, por ejemplo, del grupo de mercaptobenzotiazol, sulfenamida, tetrametiltiuramo o sus derivados.

El compuesto hidrogenado, heterocíclico se transforma con azufre a una temperatura por debajo de los 100° C, con lo que se obtiene el reticulador deseado. Preferiblemente, la temperatura de reacción de la mezcla se mantiene por debajo de la temperatura de ebullición del compuesto heterocíclico.

En la reacción, puede aplicarse primero tanto el compuesto heterocíclico como el azufre.

Para llevar a cabo la reacción en las condiciones más benignas posibles, se puede trabajar con presión reducida y/o con refrigeración.

Una vez completado el mezclado de ambos componentes, la temperatura se mantiene, preferentemente agitando, entre 65° y 70° C, durante un intervalo de tiempo de 2 a 3 horas.

El mezclado tiene lugar mediante agitadores o mezcladores habituales, como, p.ej., mezcladores centrífugos, mezcladores de hélice, mezcladores magnéticos, mezcladores ultrasónicosy/o mezcladores por vibración. El mezclado también puede tener lugar mediante corrientes turbulentas.

El mezclado puede llevarse a cabo en gas inerte.

Los objetos de esta invención son el reticulador, el procedimiento para su fabricación así como productos de hule fabricados con el reticulador.

Según la invención, los productos de hule también pueden fabricarse mediante la utilización del reticulador según la invención junto con otros reticuladores y/o aceleradores habituales en el comercio.

Los compuestos según la invención, además de para la reacción del azufre para la vulcanización, sirven como agentes polifuncionales. Así, estos pueden asumir un papel de plastificadores y estabilizadores, para la fijación y/o modulación de la vulcanización, esto es, para garantizar un grado de vulcanización determinado y para acelerar el proceso de vulcanización. Esta estructura de amina sirve para iniciar la reacción de radicales libres del azufre.

El reticulador según la invención puede utilizarse tanto para la vulcanización a altas temperaturas como también en la vulcanización a temperaturas bajas, si bien la vulcanización a temperaturas bajas es especialmente preferida. Para vulcanizar puede utilizarse todo clase de mezclas de hule, tales como, por ejemplo, mezclas de hules sobre la base de caucho natural y mezclas sintéticas como cauchos de cloropreno, de nitrilo, de Na-butadieno, de estireno y similares.

El método según la invención es inobjetable desde el punto de vista ecológico, si bien la totalidad del material de partida se transforma en reticulador. La transformación transcurre rápida y es ventajosa desde un punto de vista económico, no utilizándose productos auxiliares tóxicos.

El proceso de vulcanización con el reticulador según la invención tiene las siguientes ventajas en relación con el estado actual de la técnica:
1) El reticulador trabaja como un medio vulcanizador (agente vulcanizador) y es capaz de vulcanizar la mezcla de hule en ausencia de azufre en polvo adicional, normalmente distribuido muy irregularmente, lo que aumenta la homogeneidad del reticulado del hule así como la resistencia al calor de los productos de hule.
2) El reticulador según la invención también sirve como acelerador, pues el proceso de vulcanización discurre mucho más rápido. Las mezclas de hule obtenidas consiguen mejores valores de medida físico-mecánicos.
3) El reticulador tiene las propiedades de los plastificadores primarios, lo que aumenta la plasticidad de la mezcla de hule.
4) El proceso de vulcanización no necesita ningún añadido de óxido de cinc y no se retarda por la ausencia de óxido de cinc.
5) El tiempo para el mezclado del reticulador con la mezcla de hule en bruto se reduce significativamente.
6) El reticulador también se distribuye más uniformemente con bajas temperaturas en poco tiempo en la masa de la mezcla de hule.
7) El reticulador vulcaniza las mezclas de hules a una temperatura por debajo de los 100° C. Pero también es adecuado para los intervalos de temperatura utilizados habitualmente, de modo que la velocidad de reacción aumenta en consecuencia.
8) El reticulador aumenta la meseta de la vulcanización de habitualmente unos minutos a horas.
9) El reticulador mejora la resistencia al ozono de los productos de hule.
10) En comparación con el estado actual de la técnica, con el reticulador según la invención se pueden realizar los espesores de capa que se deseen.

A continuación se explica con más detalle la invención, de acuerdo con ejemplos y figuras. Estas muestran

Fig. 1 Curva de vulcámetro de una mezcla de hule en bruto reticulada, según el estado de la técnica, con azufre en polvo (mezcla 1),

Fig. 2 Curva de vulcámetro de la misma mezcla de hule en bruto reticulada con el reticulador según la invención (mezcla 2),

Fig. 3 Curva de vulcámetro de la misma mezcla de hule en bruto reticulada con otra proporción de reticulador según la invención (mezcla 3),

Fig. 4 Curva de vulcámetro de la misma mezcla de hule en bruto con otra proporción de reticulador según la invención (mezcla 4),

Fig. 5 Un espectro IR de la misma mezcla de hule en bruto reticulada, según el estado de la técnica, con azufre en polvo (mezcla 1),

Fig. 6 Un espectro IR de un reticulador según la invención,

Fig. 7 Un espectro IR de la misma mezcla de hule en bruto reticulada con el reticulador según la invención (mezcla 3),

Fig. 8 Comparación de la dureza shore A,

Fig. 9 Comparación de la resistencia a la rotura y

Fig. 10 Comparación del alargamiento de rotura.

**Ejemplo 1**

Síntesis de un reticulador según la invención

Se introducen 384 g de azufre en polvo en un frasco de laboratorio provisto de un agitador y un termómetro. El frasco de laboratorio se coloca en un baño de enfriamiento para enfriamiento por agua. Al tiempo que se agita, se añaden por goteo 396 ml de piperidina. Alternativamente, la piperidina puede aplicarse primero y el azufre en polvo se añade en porciones a la mezcla. La refrigeración de la mezcla reactiva es necesaria, pues la reacción es exotérmica. Tras haberse añadido toda la piperidina, se mantiene la temperatura de la mezcla reactiva a no más de 65° a 70° C. Tras 2,5 h, la mezcla reactiva se trasvasa a un recipiente de plástico y se enfría a una temperatura de 5° a 10° C. La mezcla reactiva enfriada tiene la consistencia de la miel cristalizada y muestra un color marrón grisáceo rojizo. El intervalo de fusión del producto de reacción está en torno a los 60° C.

La síntesis también puede llevarse a cabo como un proceso continuo mediante entremezclado turbulento de las substancias a mezclar, si bien esto también puede tener lugar en gas inerte.

**Ejemplo 2**

Análisis espectroscópicos IR

Aparato: Espectrómetro Thermoelektron IR, tipo 380 con unidad ART

En el espectro IR según la fig. 5, la relativamente débil forma de las líneas espectrales IR características muestra una reticulación relativamente desestructurada del hule según el estado de la técnica (mezcla 1). La causa de ello está en la siempre deficiente mezcla del azufre en polvo en la muy viscosa mezcla de hule en bruto.

Por el contrario, el espectro IR del hule según la invención (mezcla 3) muestra, de acuerdo con la fig. 7, unas líneas espectrales IR claramente estructuradas o marcadas. Las bandas espectrales de gran intensidad en el intervalo de 1380 $cm^{-1}$, 1413 $cm^{-1}$ y 1460 $cm^{-1}$ están causadas por vibraciones de los grupos $CH_3$, C-S, $CH_2$. Esto muestra el incremento del orden estructural y, con ello, una repetición siempre creciente de las unidades estructurales relevantes del polímero. Mediante la sustitución del azufre pulverizado por el agente reticulador líquido, y por tanto distribuible de manera homogénea y rápida en el hule en bruto, tiene lugar la formación de unidades estructurales homogéneas y repetidas de azufre con el grupo polimérico C=C. El desplazamiento de la banda desde 1724 $cm^{-1}$ (mezcla 1) a 1649 $cm^{-1}$ (mezcla 3) muestra el refuerzo de los enlaces R-NH, C=C, C=O del nuevo hule.

El reticulador según la invención de piperidina y azufre se caracteriza por el espectro IR según la fig. 6. Comparando las fig. 6 y 7, se observa que las bandas espectrales de la mezcla 3 y el reticulador son en parte congruentes una con la otra, p. ej., en las bandas de 1380 $cm^{-1}$ - 1460 $cm^{-1}$, 1600-1650 $cm^{-1}$, 2850-2960 $cm^{-1}$.

**Ejemplo 3**

Análisis de técnica de materiales

Tabla 1: Receta básica de la mezcla elastomérica fabricada, que también se ha utilizado en parte en los análisis espectroscópicos.

| Denominación | Concentración porcentual en peso (phr) |
|---|---|
| Caucho SMR-L | 100 |
| Óxido de cinc 5 | 5 |
| Hollín N 330 | 50 |
| Antioxidante IPPD | 1 |
| Ácido esteárico | 2 |
| Acelerador CBS | 0,25 |

Mezcla 1:

Reticulador: Azufre
Concentración de reticulador: 1,5 phr
Tiempo de vulcanización: 20 minutos

Mezcla 2:

Reticulador: Reticulador de piperidina y azufre, según la invención
Concentración de reticulador: 0,75 phr
Tiempo de vulcanización: 25 minutos

Mezcla 3:

Reticulador: Reticulador de piperidina y azufre, según la invención
Concentración de reticulador: 1,5 phr
Tiempo de vulcanización: 25 minutos

Mezcla 4:

Reticulador: Reticulador de piperidina y azufre, según la invención
Concentración de reticulador: 3 phr
Tiempo de vulcanización: 20 minutos

Mediciones de vulcámetro

La vulcanización se ha medido con un vulcámetro. Para lo que una cantidad predefinida de una mezcla no vulcanizada se somete a presión y temperatura entre dos cámaras de metal. La vulcanización comienza, si bien se forman enlaces en la molécula y la mezcla se reticula cada vez más. La parte inferior de la cámara se agita de un lado a otro en algunos grados, conteniendo la parte superior de la cámara un medidor de fuerza, que mide la desviación y la traspasa a un registro. Como resultado se obtiene una curva envolvente que reproduce el grado de reticulación tras un tiempo determinado como también el tiempo necesario para reticular el material en la proporción deseada.

La vulcanización se ha llevado a cabo a 150° C en una prensa a platina, habiéndose producido placas de dimensiones de 2 mm x 186 mm x 186 mm.

Las mediciones de vulcámetro realizadas han arrojado los valores indicados en la tabla 2.

Leyenda:

$M_h$ – Momento de fuerza máximo
$E_s$ – tiempo Scorch (tiempo hasta que se inicia la vulcanización)
$T_{90}$ – Tiempo necesario para alcanzar un 90 % del incremento del momento de fuerza entre el momento de fuerza más bajo y $M_h$

Tabla 2: Resultados de las mediciones del vulcámetro

| | $t_{S1}$ (min:seg) | $t_{S2}$ (min:seg) | $t_{90}$ (min:seg) | $M_h$ (dNm) |
|---|---|---|---|---|
| Mezcla 1 | 03:34 | 04:30 | 11:32 | 14 |
| Mezcla 2 | 04:02 | 11:16 | 12:31 | 4 |
| Mezcla 3 | 01:10 | 01:19 | 03:55 | 15 |
| Mezcla 4 | 00:25 | 00:30 | 05:05 | 21 |

Los valores de medición muestran, que con el reticulador según la invención se consigue una vulcanización, con una meseta de la curva muy estable, claramente más rápida que con el azufre que se utiliza habitualmente.

Dureza shore A según DIN 53505:

Pieza de ensayo: discos, diametro 36 mm
Cantidad de piezas de ensayo: 3 discos, de 3 capas

La mediana de la dureza medida se representa y resume en la fig. 8 o bien en la tabla 3.

Tabla 3: Resultados de las mediciones de dureza

| | Dureza shore A | |
|---|---|---|
| Denominación | Mediana | Rango |
| Mezcla 1 | 61 | 2 |
| Mezcla 2 | 40 | 4 |
| Mezcla 3 | 62 | 5 |
| mezcla 4 | 70 | 1 |

Resistencia a la rotura y alargamiento de rotura según DIN 53504:

Pieza de ensayo: barra de ensayo en forma de haltera S2
Cantidad de piezas de ensayo: respectivamente 7 barras de ensayo en forma de haltera

La mediana de la resistencia a la rotura medida se representa y resume en la fig. 9 o bien en la tabla 4.

Tabla 4: Resultados de la resistencia a la rotura en ensayo de tracción

| | Resistencia a la rotura en Mpa | |
|---|---|---|
| Denominación | Mediana | Rango |
| Mezcla 1 | 24,6 | 4,4 |
| Mezcla 2 | 5,4 | 2,9 |
| Mezcla 3 | 27,8 | 4,7 |
| Mezcla 4 | 30,1 | 1,2 |

La mediana del alargamiento de rotura medido se representa y resume en la fig. 10 o bien en la tabla 5.

Tabla 5: Resultados del alargamiento de rotura en ensayo de tracción

| | Alargamiento de rotura en % | |
|---|---|---|
| Denominación | Mediana | Rango |
| Mezcla 1 | 480 | 63 |
| Mezcla 2 | 432 | 136 |
| Mezcla 3 | 538 | 91 |
| Mezcla 4 | 496 | 42 |

Los análisis del grado de grado de resistencia a la rotura así como del alargamiento de rotura muestran, en las mezclas comparables 1 a 3, una mejora clara hasta muy clara de las propiedades de material de los productos de hule según la invención.

## REIVINDICACIONES

**1.** Procedimiento para la fabricación de un reticulador para vulcanización, **caracterizado porque** un compuesto hidrogenado y heterocíclico se transforma con azufre, eligiéndose el compuesto heterocíclico del grupo "piperidina, piridina, anabasina y α, α', β,'β, γ, γ'-dipiridilos" y teniendo lugar la transformación a temperaturas por debajo de los 100° C.

**2.** Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque**
el azufre utilizado lo es en forma de polvo.

**3.** Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, **caracterizado porque**
durante el proceso de mezclado, la temperatura de la mezcla se mantiene por debajo de la temperatura de ebullición del compuesto heterocíclico.

**4.** Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque**
el procedimiento se configura como procedimiento de batch o como procedimiento continuo, en el que o bien el azufre viene primero y el compuesto heterocíclico se añade, teniendo lugar el añadido del compuesto heterocíclico preferentemente en forma de gotas, por pasos o de otro modo continuado, o bien el compuestos heterocíclico viene primero y el azufre se añade, teniendo lugar el añadido del azufre preferentemente por pasos o de otro modo continuado.

**5.** Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque**
se trabaja con una presión reducida o aumentada.

**6.** Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque**
se trabaja mediante refrigeración, manteniendo preferentemente una temperatura a presión atmosférica de 65° hasta 70° C durante un intervalo de hasta 3 horas tras el mezclado completo de ambos componentes.

**7.** Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque**
para el mezclado del azufre y del compuesto heterocíclico se utiliza(n) un mezclador conocido, tal como un mezclador centrífugo, mezclador de hélice, mezclador magnético o mezclador ultrasónico, mezclador por vibración, dispersantes, mezclador por turbulencias, o bien combinaciones de los anteriores mezcladores.

**8.** reticulador para vulcanización, **caracterizado porque**
el reticulador se fabrica según uno de los procedimientos de una de las reivindicaciones 1 a 7.

**9.** reticulador según la reivindicación 8, **caracterizado porque**
este reticulador es un acelerador de la vulcanización.

**10.** Utilización de un reticulador producido según una de las reivindicaciones 1 a 7 para la fabricación de productos de hule mediante vulcanización, vulcanizándose el producto de hule sin añadir más azufre en polvo.

**11.** Mezcla elastomérica, **caracterizada porque**
la mezcla elastomérica contiene caucho natural y/o mezclas sintéticas, preferentemente cauchos de cloropreno, cauchos de nitrilo, cauchos de Na-butadieno y/o cauchos de estireno, así como un reticulador según la reivindicación 8 o 9.

**12.** Producto de hule fabricado mediante la vulcanización de una mezcla elastomérica según la reivindicación 11.

**13.** Producto de hule fabricado mediante la utilización de un reticulador según la reivindicación 8 o 9 junto con otros reticuladores habituales y/o aceleradores, **caracterizado porque** el producto de hule es vulcanizable sin el añadido de más azufre en polvo.

**14.** Proceso de vulcanización para la fabricación de un producto de hule, **caracterizado porque**
utilizando un reticulador según la reivindicación 8 o 9, una mezcla de hule se vulcaniza sin el añadido de más azufre en polvo.

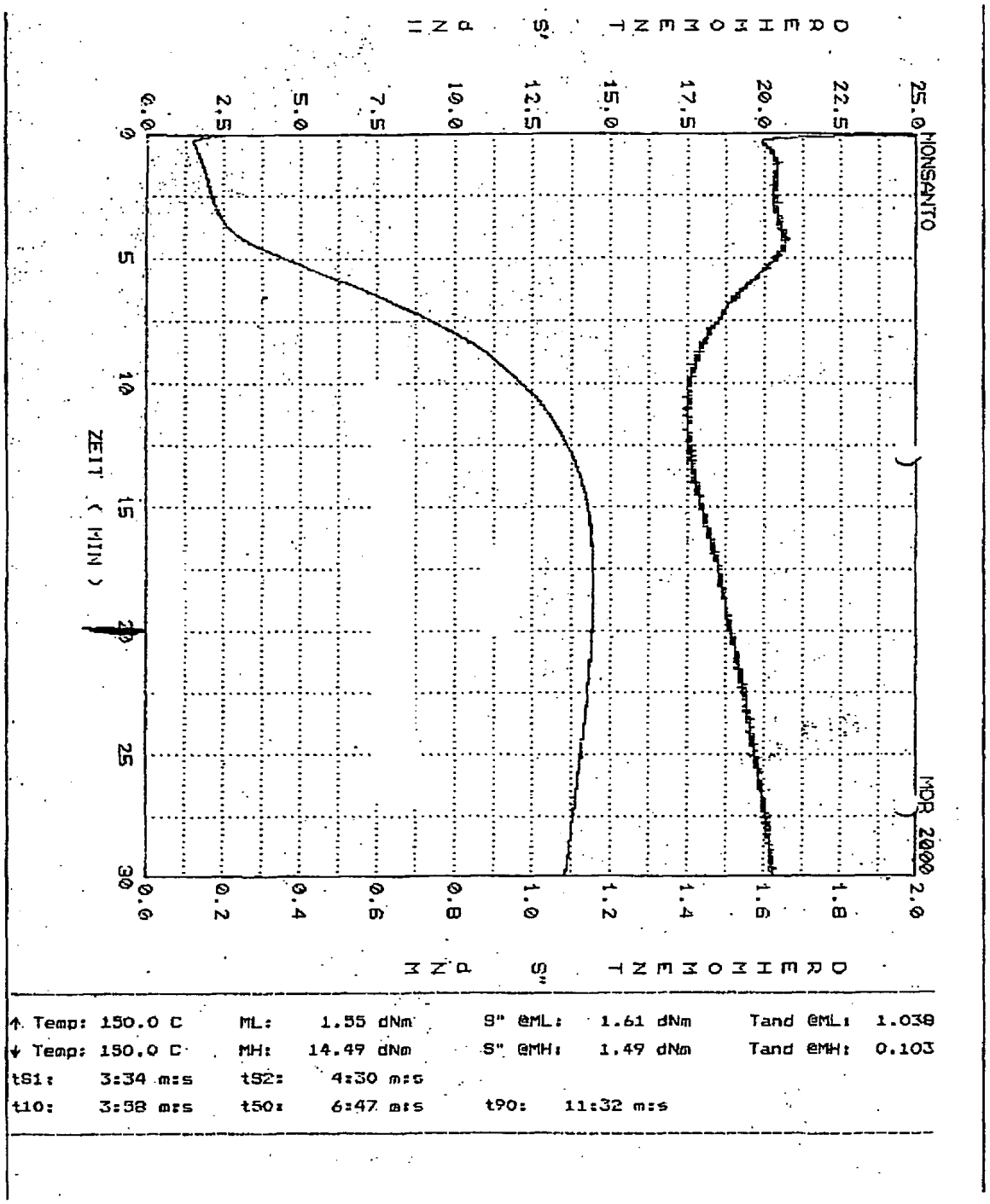

MONSANTO
MDR 2000
DREHMOMENT S' dNm
DREHMOMENT S" dNm
ZEIT ( MIN )
↑ Temp: 150.0 C
↓ Temp: 150.0 C
ML: 1.55 dNm
MH: 14.49 dNm
S" @ML: 1.61 dNm
S" @MH: 1.49 dNm
Tand @ML: 1.038
Tand @MH: 0.103
tS1: 3:34 m:s
tS2: 4:30 m:s
t10: 3:38 m:s
t50: 6:47 m:s
t90: 11:32 m:s

**Fig. 1**

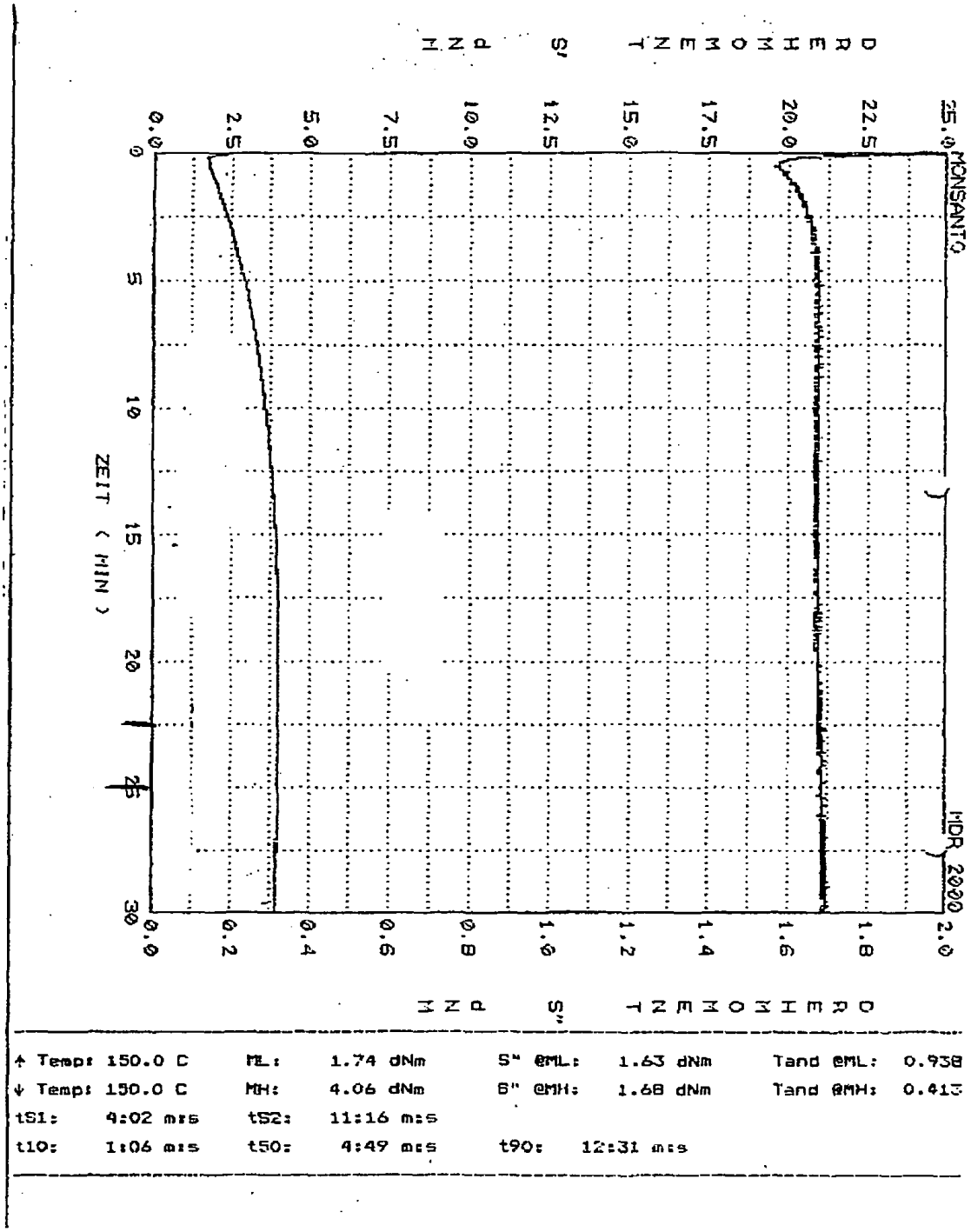
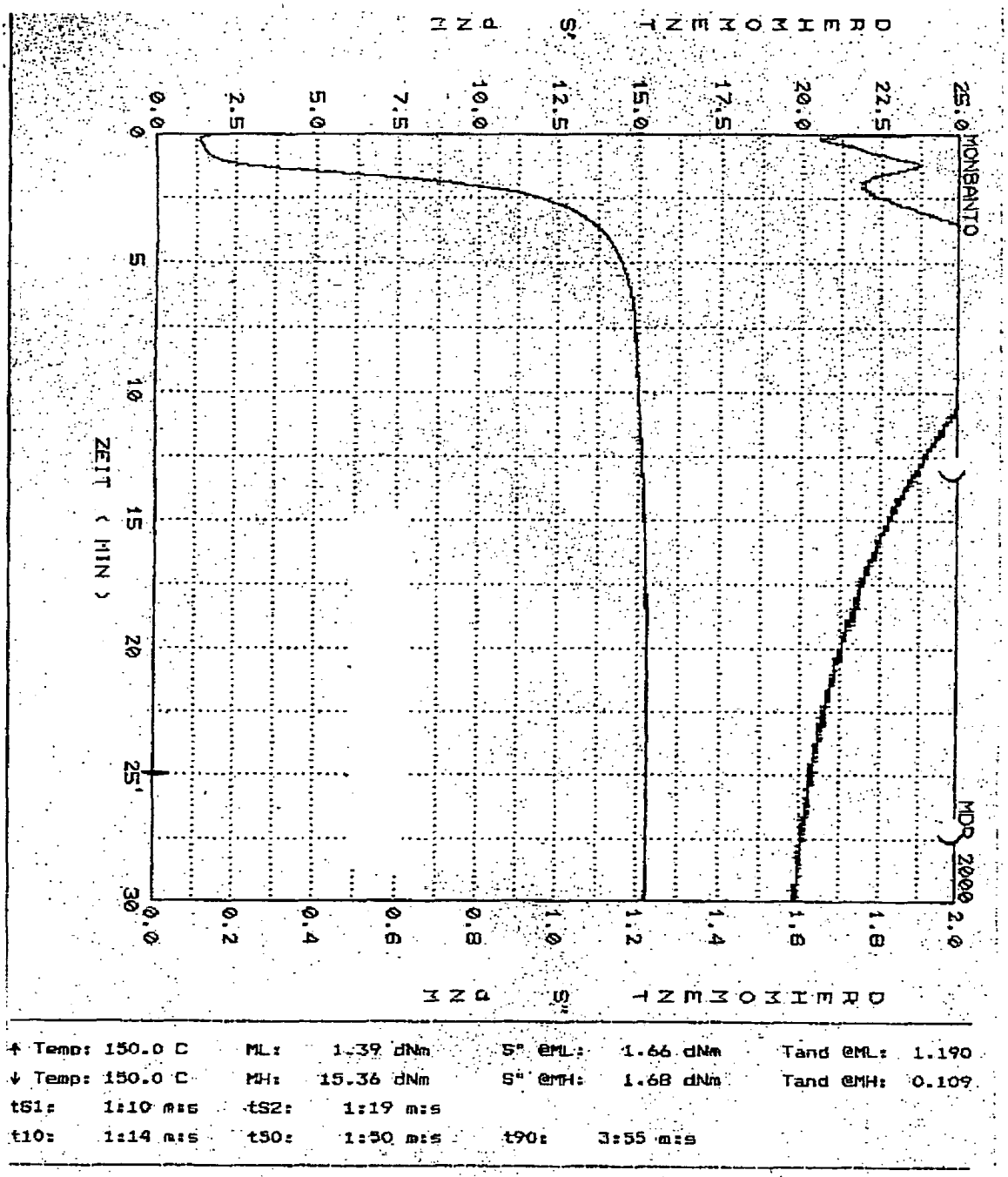
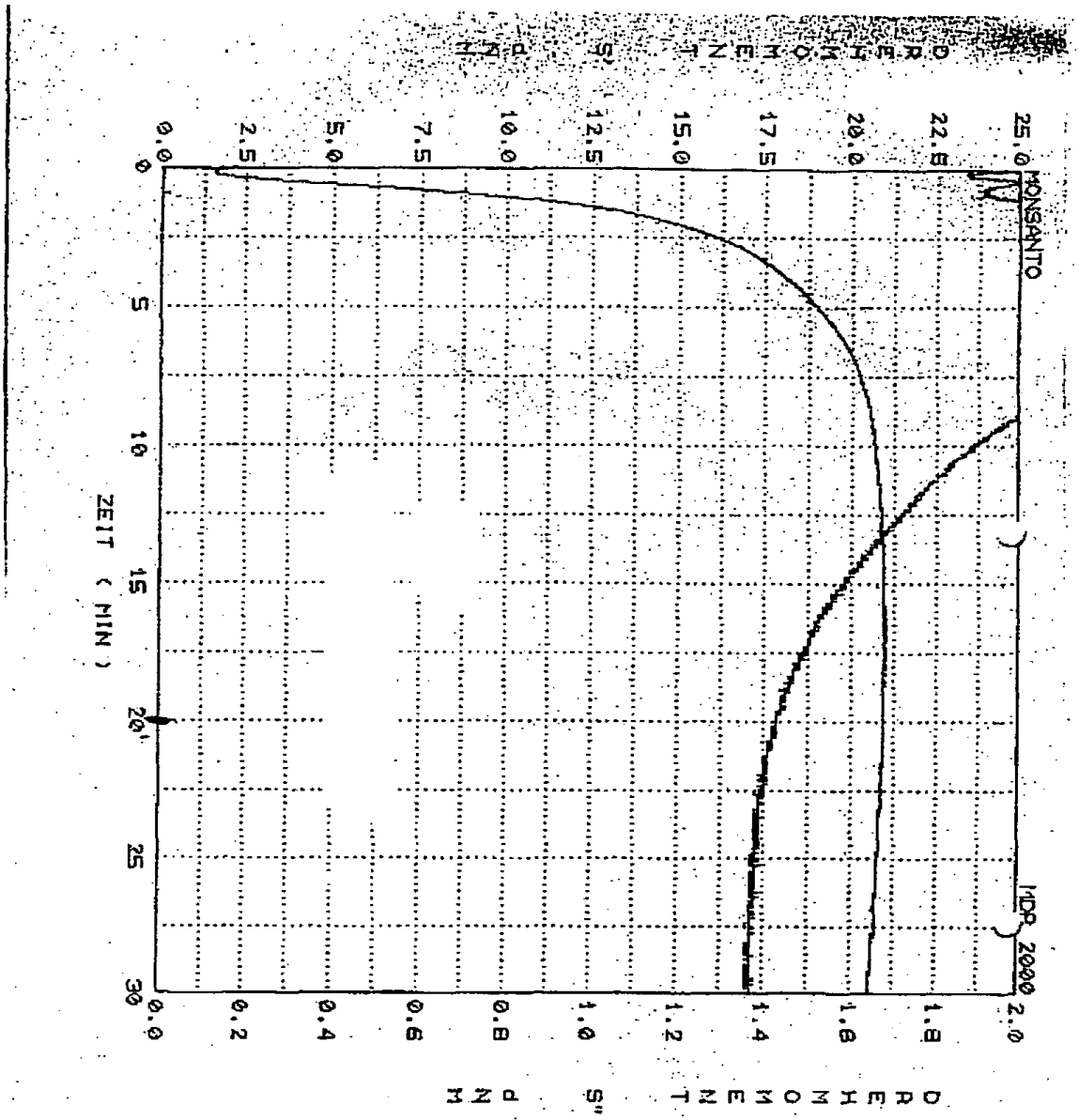

MONSANTO
MDR 2000
DREHMOMENT S' dNm
DREHMOMENT S" dNm
ZEIT ( MIN )
0.0
2.5
5.0
7.5
10.0
12.5
15.0
17.5
20.0
22.5
25.0
0.0
0.2
0.4
0.6
0.8
1.0
1.2
1.4
1.6
1.8
2.0
0
5
10
15
20
25
30
↑ Temp: 150.0 C
ML: 1.74 dNm
S" @ML: 1.63 dNm
Tand @ML: 0.938
↓ Temp: 150.0 C
MH: 4.06 dNm
S" @MH: 1.68 dNm
Tand @MH: 0.413
tS1: 4:02 m:s
tS2: 11:16 m:s
t10: 1:06 m:s
t50: 4:49 m:s
t90: 12:31 m:s

**Fig. 2**




| | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ↑ Temp: | 150.0 C | ML: | 1.39 dNm | S" @ML: | 1.66 dNm | Tand @ML: | 1.190 |
| ↓ Temp: | 150.0 C | MH: | 15.36 dNm | S" @MH: | 1.68 dNm | Tand @MH: | 0.109 |
| tS1: | 1:10 m:s | tS2: | 1:19 m:s | | | | |
| t10: | 1:14 m:s | t50: | 1:50 m:s | t90: | 3:55 m:s | | |

**Fig. 3**




| | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Temp: | 150.0 C | ML: | 1.58 dNm | S' @ML: | 1.87 dNm | Tand @ML: | 1.186 |
| Temp: | 150.0 C | MH: | 21.02 dNm | S' @MH: | 1.52 dNm | Tand @MH: | 0.072 |
| tS1: | 0:25 m:s | tS2: | 0:30 m:s | | | | |
| t10: | 0:30 m:s | t50: | 1:14 m:s | t90: | 5:05 m:s | | |

**Fig. 4**

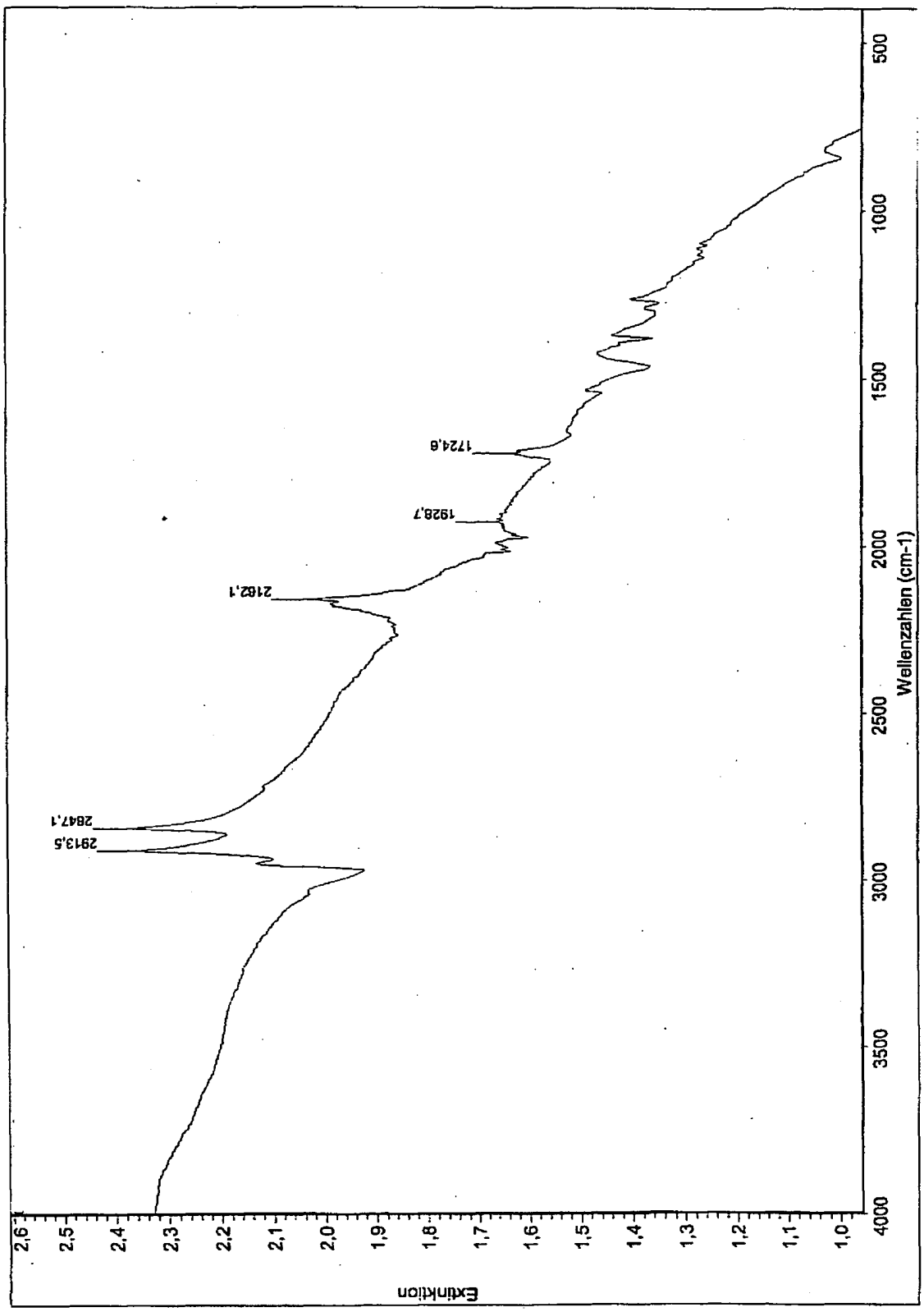

Extinktion
2,6
2,5
2,4
2,3
2,2
2,1
2,0
1,9
1,8
1,7
1,6
1,5
1,4
1,3
1,2
1,1
1,0
4000
3500
3000
2500
2000
1500
1000
500
Wellenzahlen (cm-1)
2913,5
2847,1
2162,1
1928,7
1724,6

Fig. 5

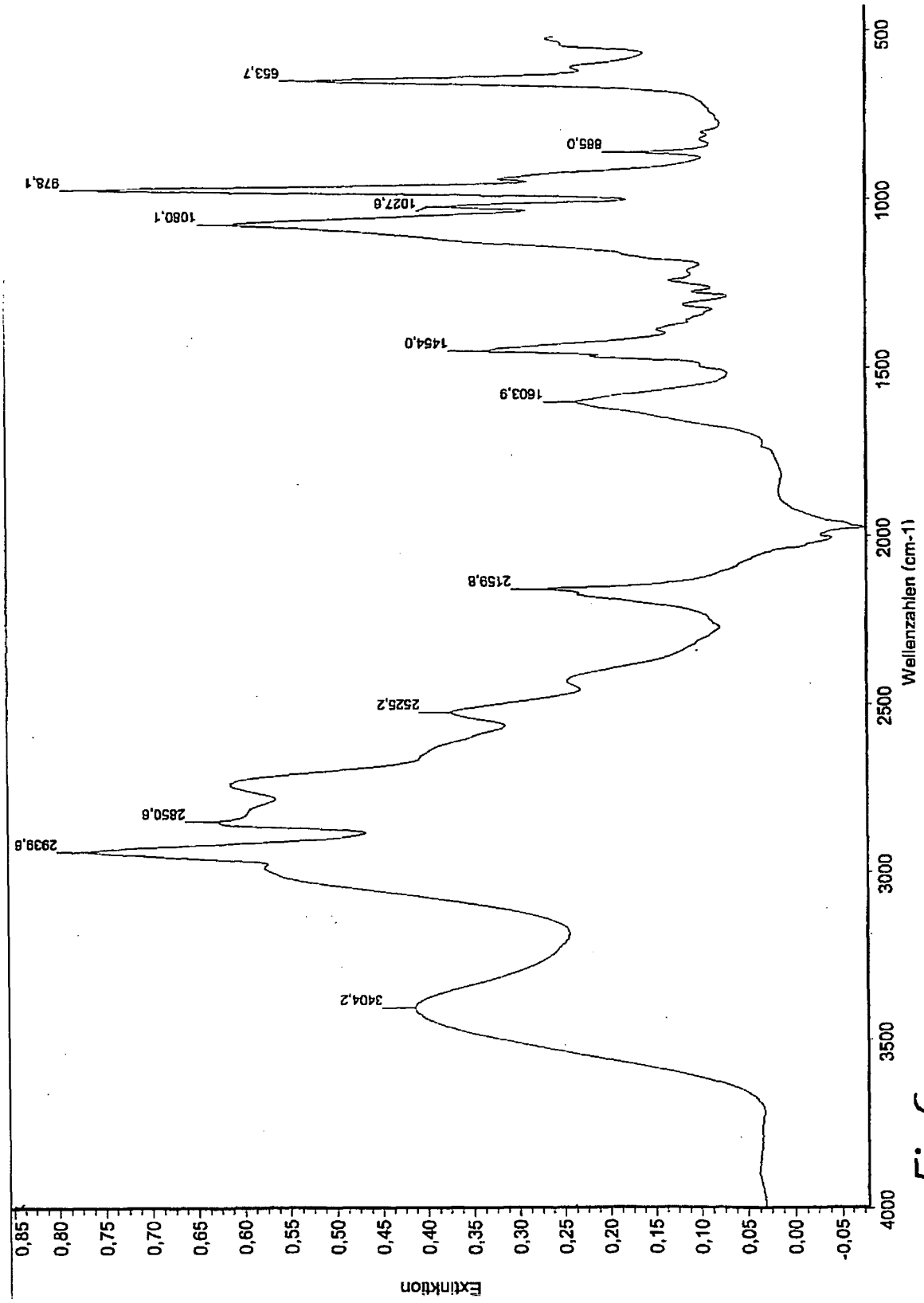

Extinktion
0,85
0,80
0,75
0,70
0,65
0,60
0,55
0,50
0,45
0,40
0,35
0,30
0,25
0,20
0,15
0,10
0,05
0,00
-0,05
4000
3500
3000
2500
2000
1500
1000
500
Wellenzahlen (cm-1)
3404,2
2939,8
2850,6
2525,2
2159,8
1603,9
1454,0
1080,1
1027,8
978,1
885,0
653,7

Fig. 6

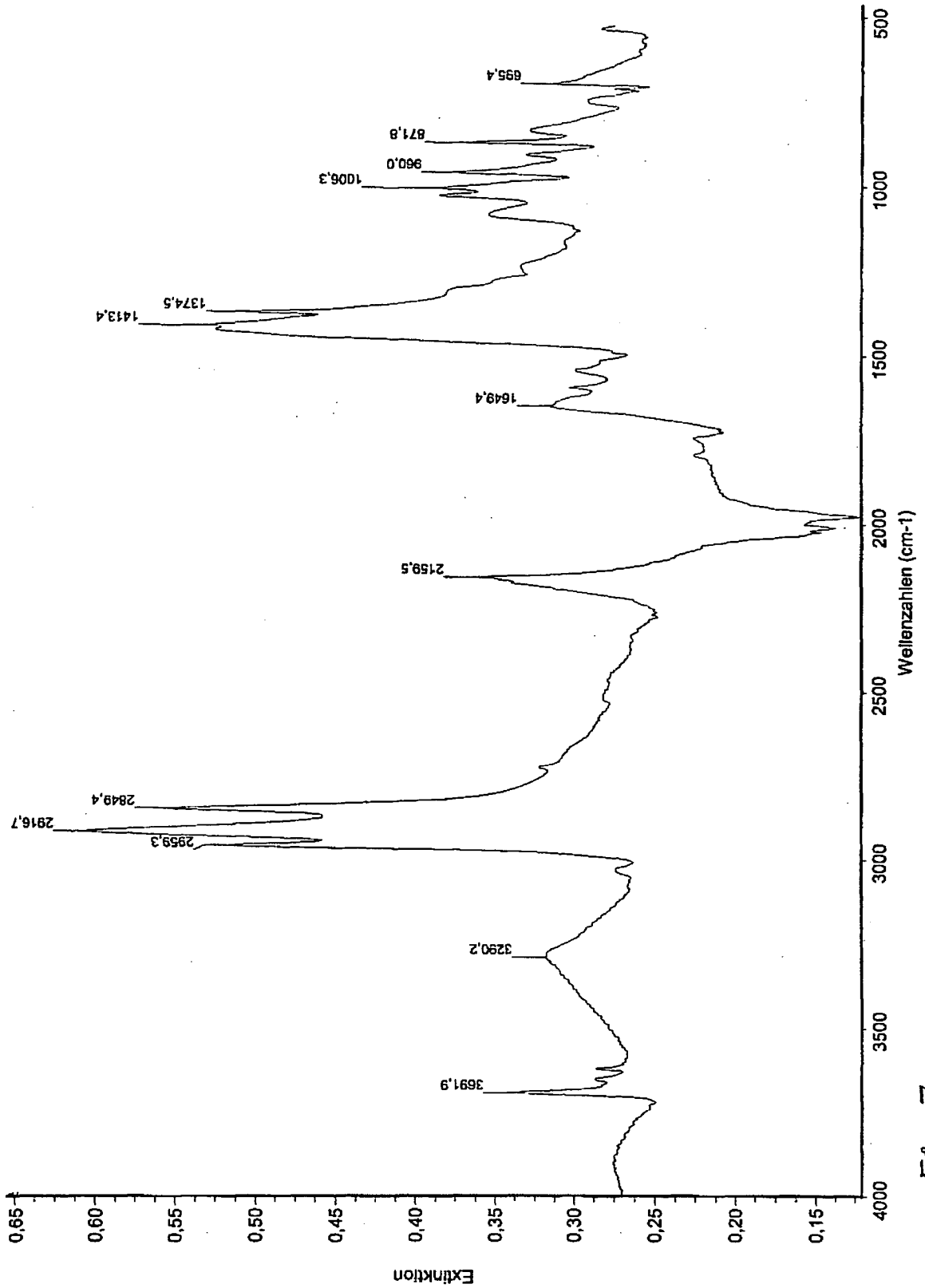

Extinktion
0,65
0,60
0,55
0,50
0,45
0,40
0,35
0,30
0,25
0,20
0,15
4000
3500
3000
2500
2000
1500
1000
500
Wellenzahlen (cm-1)
3691,9
3290,2
2959,3
2916,7
2849,4
2159,5
1649,4
1413,4
1374,5
1006,3
960,0
871,8
695,4

Fig. 7

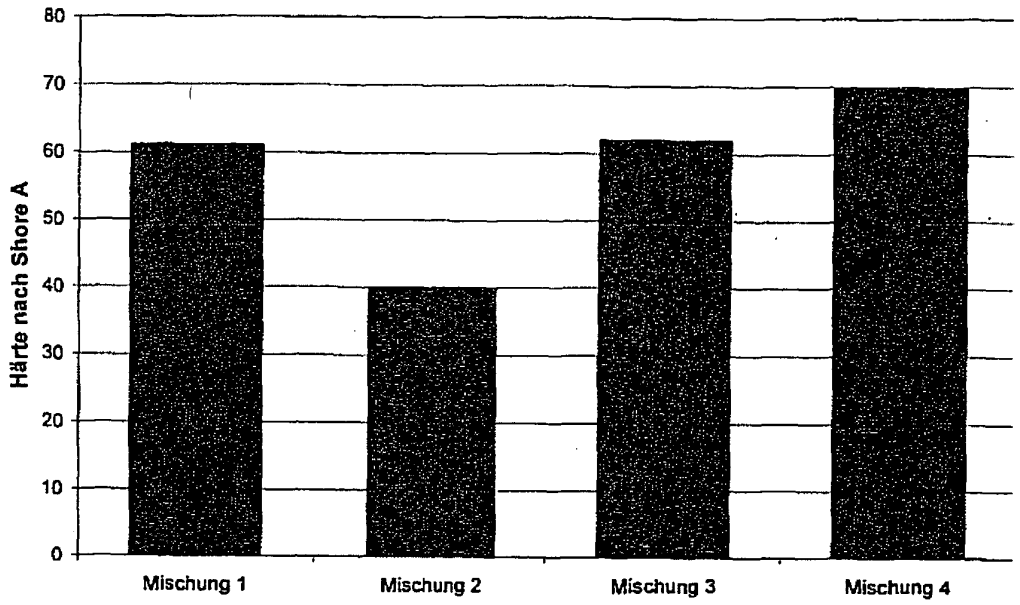



Fig 8: ermittelte Medianwerte der Härte Shore A

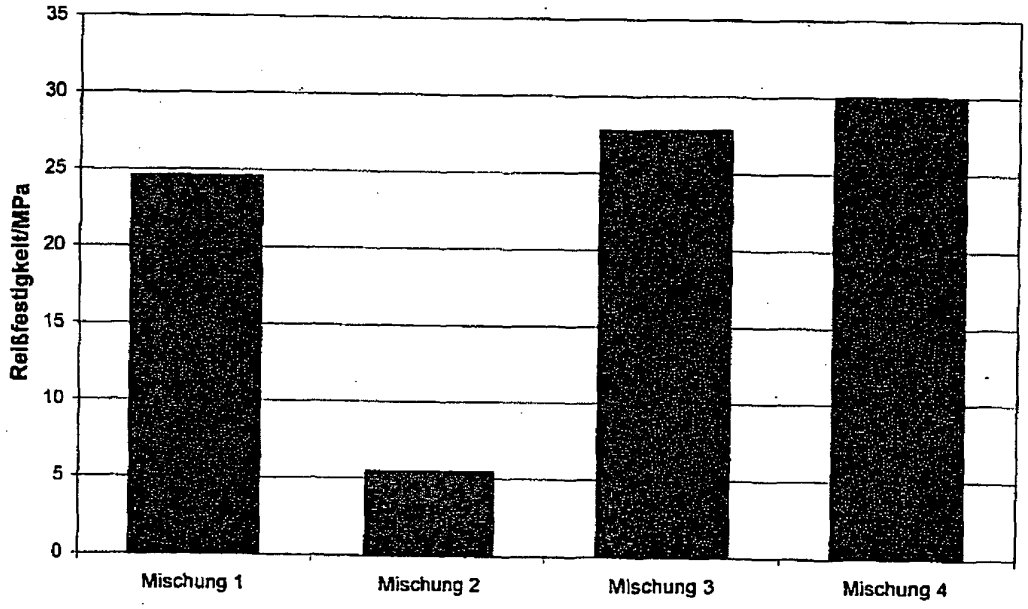



Fig 9: ermittelte Medianwerte der Reißfestigkeit

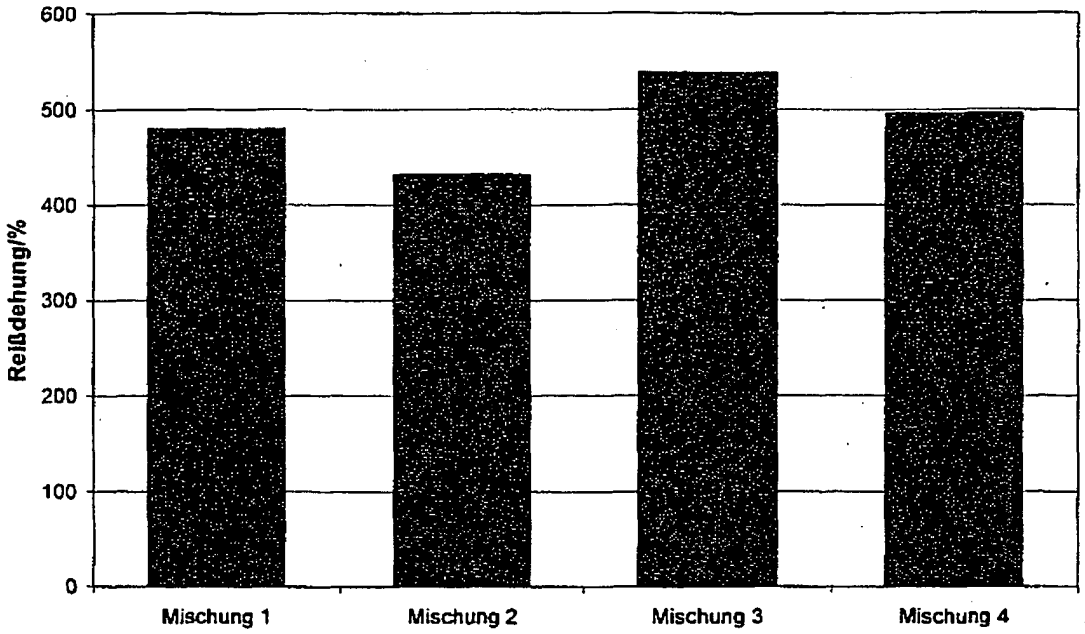



Fig 10: ermittelte Medianwerte der Reißdehnung

Leyenda de los dibujos

| | DE | ES |
|---|---|---|
| Fig. 1, Fig. 2, Fig. 3, Fig. 4 | Fig. 1 | Fig.. 1 |
| | Drehmoment | MOMENTO DE TORSIÒN |
| | ZEIT (MIN) | TIEMPO (MIN) |
| Fig. 5, Fig. 6, Fig. 7 | Wellenzahlen | Número de ondas |
| | Extinktion | Extinción |
| Fig. 8 La mediana de la dureza medida Shore A | Mischung 1 | MEZCLA 1 |
| | Härte Shore A | Dureza Shore A |
| Fig. 9 La mediana de la resistencia a la rotura medida | Reißfestigkeit/MPa | Resistencia a la rotura/MPa |
| Fig. 10 La mediana del alargamiento de rotura medido | Reißdehnung/% | Alargamiento de rotura/% |