

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 965 335**

21 Número de solicitud: 202490010

51 Int. Cl.:

C08K 5/18 (2006.01)
C08L 7/00 (2006.01)
B65D 81/20 (2006.01)
C08K 3/04 (2006.01)
B65D 81/24 (2006.01)
C08K 5/42 (2006.01)
C08K 5/3445 (2006.01)
C08K 5/353 (2006.01)
C08K 5/46 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A2

22 Fecha de presentación:

19.07.2022

30 Prioridad:

20.07.2021 US 63/223,772

15.06.2022 US 63/352,501

43 Fecha de publicación de la solicitud:

12.04.2024

71 Solicitantes:

BEYOND LOTUS LLC (100.0%)
Corporation Service Company 251 Little Falls
Drive
19808 Wilmington, DE - Delaware US

72 Inventor/es:

DHAVAL, Prachi A. y
DOSHI, Dhaval A.

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

54 Título: **Compuestos elastoméricos almacenados**

57 Resumen:

Se divulgan en la presente compuestos elastoméricos almacenados en un contenedor o paquete. El compuesto no está curado y comprende al menos un elastómero y al menos un relleno. El paquete o contenedor comprende al menos una pared que rodea el material compuesto, en donde la al menos una pared comprende al menos una capa de barrera al oxígeno. Los contenedores o paquetes con esta pared barrera al oxígeno tienen una tasa de transmisión de oxígeno no mayor a $100 \text{ cm}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{día} \cdot 101,3 \text{ kPa})$ a 23°C y 0 % de humedad relativa. También se divulgan métodos para almacenar compuestos elastoméricos con los paquetes o contenedores divulgados en la presente.

ES 2 965 335 A2

DESCRIPCIÓN

Compuestos elastoméricos almacenados

Campo de la invención

5 Se divulgan en la presente materiales compuestos elastoméricos que se almacenan o empaquetan en contenedores o paquetes que tienen una pared de barrera al oxígeno.

Antecedentes

10 Numerosos productos de importancia comercial se forman por composiciones elastoméricas en donde el relleno de refuerzo está disperso en cualquiera de los varios elastómeros sintéticos, caucho natural o mezclas de elastómeros. El negro de carbono y la sílice, por ejemplo, se usan mucho para reforzar el caucho natural y otros elastómeros. Es habitual producir un lote maestro, es decir, una premezcla de relleno de refuerzo, elastómero y varios aditivos opcionales, tal como el aceite extendedor. Posteriormente, estos lotes maestros se mezclan con aditivos de procesado y curado y, una vez curados, generan numerosos productos de importancia comercial. Tales productos incluyen, por ejemplo, llantas
15 neumáticas y no neumáticas o llantas sólidas para vehículos, incluida la parte de la banda de rodadura, incluidos el tapón y la base, la banda de rodadura, el revestimiento interior, la pared lateral, la cubierta de alambre, la carcasa y otros. Otros productos son, por ejemplo, soportes de motor, bujes, cintas transportadoras, limpiaparabrisas, componentes de caucho para equipos aeroespaciales y marinos, elementos de trayectoria de vehículos, sellos, revestimientos, juntas, ruedas, parachoques, sistemas antivibración y similares.
20

Se ha reconocido que una buena dispersión del relleno de refuerzo en los compuestos de caucho es un factor importante para conseguir resistencia mecánica y un rendimiento constante de los compuestos elastoméricos y caucho. Los compuestos de caucho se preparan a partir de compuestos elastoméricos, que son una mezcla no curada de relleno(s) y elastómero(s), opcionalmente con uno o más aditivos. Un compuesto elastomérico, también
25 conocido como lote maestro, se puede componer de aditivos y agentes de curado adicionales, y someter subsecuentemente a uno o varios procesos de vulcanización. Como tales, los compuestos elastoméricos pueden ser más susceptibles a la degradación en comparación con los compuestos de caucho (curados), lo que supone un reto cuando se almacenan y/o transportan antes de la vulcanización. Por consiguiente, existe la necesidad de prevenir una
30 degradación sustancial de los compuestos elastoméricos cuando se almacenan por un largo periodo de tiempo.

Breve descripción de la invención

Un aspecto es un compuesto elastomérico empaquetado, que comprende:

un paquete sellado que contiene el material compuesto en una atmósfera que tiene una presión parcial de oxígeno de menos de 21 kPa (por ejemplo, menos de 20 kPa, menos de 15 kPa, menos de 10 kPa, menos de 7 kPa, o menos de 5 kPa), en donde el material compuesto no está curado y comprende al menos un elastómero y al menos un relleno, en donde:

el paquete comprende al menos una pared que rodea el material compuesto, en donde la al menos una pared comprende al menos una capa de barrera al oxígeno, de modo tal que el paquete tiene una tasa de transmisión de oxígeno no mayor a $100 \text{ cm}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{día} \cdot 101,3 \text{ kPa}) [= 100 \text{ cm}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{día} \cdot \text{atm})]$ a 23 °C y 0 % de humedad relativa (RH, por sus siglas en inglés).

Otro aspecto es un método de almacenamiento de un compuesto elastomérico, que comprende:

sellar el compuesto elastomérico en un contenedor y almacenar el compuesto en el contenedor sellado por un periodo de tiempo de al menos 5 días, en donde:

el compuesto elastomérico no está curado y comprende al menos un elastómero y al menos un relleno; y

el contenedor comprende al menos una pared que rodea el material compuesto, en donde la al menos una pared comprende al menos una capa de barrera al oxígeno, de modo tal que el contenedor tiene una tasa de transmisión de oxígeno no mayor a $100 \text{ cm}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{día} \cdot 101,3 \text{ kPa})$ a 23 °C y 0 % de humedad relativa.

Otro aspecto es un método para mantener o potenciar al menos una propiedad de un compuesto elastomérico o un compuesto formado a partir del compuesto, que comprende:

almacenar el compuesto elastomérico en un contenedor sellado por un periodo de tiempo de al menos 5 días, en donde:

el compuesto elastomérico no está curado y comprende al menos un elastómero y al menos un relleno; y

el contenedor comprende al menos una pared que rodea el material compuesto, en donde la al menos una pared comprende al menos una capa de barrera al oxígeno, de modo tal que el

contenedor tiene una tasa de transmisión de oxígeno no mayor a $100 \text{ cm}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{día} \cdot 101,3 \text{ kPa})$ a 23°C y 0 % de humedad relativa.

Con respecto a cualquier aspecto o método o realización divulgados en la presente, en su caso, el compuesto elastomérico empaquetado o los métodos divulgados en la presente (por ejemplo, métodos para almacenar un compuesto elastomérico o métodos para mantener o potenciar al menos una propiedad de un compuesto elastomérico o un compuesto formado a partir del compuesto) pueden comprender además una o más de las siguientes realizaciones: la atmósfera en el paquete o contenedor tiene una presión parcial de oxígeno no mayor a 7 kPa o no mayor a 5 kPa; la atmósfera en el paquete o contenedor comprende al menos 90 % de al menos un gas que no es reactivo con el compuesto elastomérico; el al menos un gas que no es reactivo con el compuesto elastomérico se selecciona de nitrógeno, argón, helio, xenón y dióxido de carbono; el paquete o contenedor sellado está al vacío.

Con respecto a cualquier aspecto o método o realización divulgados en la presente, cuando sea aplicable, el material compuesto elastomérico empaquetado o los métodos divulgados en la presente pueden comprender además una o más de las siguientes realizaciones: la al menos una capa de barrera al oxígeno comprende un material seleccionado de poliamida, polietileno, tereftalato de polietileno, naftalato de polietileno, aluminio, poli(alcohol vinílico de etileno), cloruro de poli(vinilideno), poliacrilonitrilo, y mezclas de los mismos y capas metalizadas de los mismos; la al menos una capa de barrera al oxígeno comprende un material seleccionado de poliamida, poli(alcohol vinílico de etileno), poli(cloruro de vinilideno), poliacrilonitrilo, metales y mezclas de los mismos y capas metalizadas de los mismos; la al menos una capa de barrera al oxígeno comprende una capa metalizada o una capa metálica; la al menos una pared no contiene una capa metalizada o una capa metálica; la al menos una capa de barrera al oxígeno comprende un material seleccionado de metales, aleaciones metálicas, nanomateriales cerámicos a base de carbono y materiales a base de melamina; la al menos una pared es una pared de una única capa que es la capa de barrera al oxígeno; la al menos una pared comprende dos o más capas, en donde al menos una de las capas es la capa de barrera al oxígeno; la al menos una pared es flexible; la al menos una pared es rígida; el interior del paquete tiene un volumen de al menos 10 L o al menos 50 L.

Con respecto a cualquier aspecto o método o realización divulgados en la presente, cuando sea aplicable, el compuesto elastomérico empaquetado o los métodos divulgados en la presente pueden comprender además una o más de las siguientes realizaciones: el material compuesto comprende un antidegradante presente en una cantidad de al menos 0,5 phr (partes por cada 100 partes de resina, por sus siglas en inglés), por ejemplo, una cantidad en

el rango de 0,5 phr a 10 phr o una cantidad en el rango de 0,5 phr a 3 phr, u otros rangos divulgados en la presente; el compuesto está sustancialmente libre de antidegradantes; el compuesto tiene un contenido de humedad en el rango de 3 % a 20 % en peso en relación con el peso total del compuesto; el paquete contiene además al menos un secuestrante de oxígeno; el al menos un secuestrante de oxígeno está contenido en una bolsa permeable al oxígeno; la bolsa se adhiere a una pared interior del paquete; el al menos un secuestrante de oxígeno se selecciona de polvos metálicos, ácidos ascórbicos y sales de los mismos, y catecol.

Con respecto a cualquier aspecto o método o realización divulgados en la presente, cuando sea aplicable, el compuesto elastomérico empaquetado o los métodos divulgados en la presente pueden comprender además una o más de las siguientes realizaciones: el al menos un relleno se selecciona de materiales carbonosos, negro de carbono, sílice, rellenos de base biológica, arcillas, nanoarcillas, óxidos metálicos, carbonatos metálicos, carbono de pirólisis, grafenos, óxidos de grafeno, óxido de grafeno reducido, nanotubos de carbono, nanotubos de carbono de pared única, nanotubos de carbono de pared múltiple, nanoestructuras de carbono, carbono regenerado, o combinaciones de los mismos, y materiales recubiertos y tratados químicamente con los mismos; el al menos un relleno se selecciona de sílice de cascarilla de arroz, lignina, nanocelulosa y carbono hidrotérmico; el al menos un relleno se selecciona de negro de carbono, sílice y negro de carbono tratado con silicio.

Con respecto a cualquier aspecto o método o realización divulgados en la presente, cuando sea aplicable, el compuesto elastomérico empaquetado o los métodos divulgados en la presente pueden comprender además una o más de las siguientes realizaciones: el al menos un elastómero se selecciona de caucho natural, caucho natural funcionalizado, caucho estireno-butadieno, caucho estireno-butadieno funcionalizado, caucho polibutadieno, caucho polibutadieno funcionalizado, caucho poliisopreno caucho de etileno-propileno, elastómeros a base de isobutileno, caucho de policloropreno, caucho de nitrilo, caucho de nitrilo hidrogenado, caucho de polisulfuro, elastómeros de poliacrilato, fluoroelastómeros, perfluoroelastómeros, elastómeros de silicona y mezclas de los mismos; el al menos un elastómero se selecciona de elastómeros a base de dieno; el al menos un elastómero se selecciona de caucho natural, caucho de poliisopreno, caucho de butadieno y mezclas de los mismos; el material compuesto comprende el al menos un elastómero que comprende al menos 30 % de caucho natural y el al menos un relleno que comprende al menos 50 % de negro de carbono; el material compuesto comprende además agentes de curado.

Con respecto a cualquier aspecto o método o realización divulgados en la presente, cuando

sea aplicable, el compuesto elastomérico empaquetado o los métodos divulgados en la presente pueden comprender además una o más de las siguientes realizaciones: el material compuesto tiene una relación de Payne de al menos 1,1, en donde la relación de Payne es $G'(0,3\%)/G'(51,5\%)$, en donde $G'(0,3\%)$ es un módulo de almacenamiento dinámico medido a una amplitud de deformación de 0,3 % y $G'(51,5\%)$ es un módulo de almacenamiento dinámico medido a una amplitud de deformación de 51,5 %; el material compuesto tiene una macrodispersión d_{90} de no mayor a 80 μm , en donde d_{90} es el diámetro de área equivalente (μm) de las partículas del relleno en el material compuesto.

Con respecto a cualquier aspecto o método o realización divulgados en la presente, cuando sea aplicable, el compuesto elastomérico empaquetado o los métodos divulgados en la presente pueden comprender además una o más de las siguientes realizaciones: el compuesto es un compuesto tratado térmicamente; una cantidad de oxígeno en la atmósfera del paquete o contenedor es no mayor a 75 mmol/kg de compuesto elastomérico; el compuesto ha sido empaquetado o almacenado o envejecido por un periodo de tiempo de al menos 5 días o al menos 14 días u otros periodos de tiempo divulgados en la presente.

Con respecto a cualquier aspecto o método o realización divulgados en la presente, cuando sea aplicable, el compuesto elastomérico empaquetado o los métodos divulgados en la presente pueden comprender además una o más de las siguientes realizaciones: antes de sellar el paquete o contenedor, el interior del paquete o contenedor se purga con al menos un gas que no sea reactivo con el material compuesto y/o se somete a vacío; antes de sellar el paquete o contenedor, el material compuesto se somete a un tratamiento térmico a una temperatura de al menos 40 °C; en el momento del sellado del paquete o contenedor que contiene el material compuesto, éste tiene una temperatura de sonda de al menos 40 °C; el material compuesto se prepara al combinar al menos un elastómero sólido y un relleno húmedo que comprende un relleno y un líquido, en donde el líquido está presente en una cantidad de al menos 15 % en peso basado en el peso total del relleno húmedo.

Con respecto a cualquier aspecto o método o realización divulgados en la presente, cuando sea aplicable, el compuesto elastomérico empaquetado o los métodos divulgados en la presente pueden comprender además una o más de las siguientes realizaciones: el compuesto elastomérico almacenado o un compuesto formado a partir del compuesto elastomérico almacenado tiene una relación de Payne que se reduce al menos en 10 % con respecto a la relación de Payne del compuesto antes de sellar el paquete, en donde la relación de Payne es $G'(0,3\%)/G'(51,5\%)$, en donde $G'(0,3\%)$ es un módulo de almacenamiento dinámico medido a una amplitud de deformación de 0,3 %, y $G'(51,5\%)$ es un módulo de

almacenamiento dinámico medido a una amplitud de deformación de 51,5 %; el compuesto formado a partir del compuesto elastomérico almacenado tiene un valor $\tan \delta$ máximo que se reduce al menos en 10 % con respecto al valor $\tan \delta$ máximo del compuesto antes de sellar el paquete.

- 5 Con respecto a cualquier aspecto o método o realización divulgados en la presente, cuando sea aplicable, el compuesto elastomérico empaquetado o los métodos divulgados en la presente pueden comprender además una o más de las siguientes realizaciones: el compuesto es el producto formado al incorporar al menos un agente de enlace durante el mezclado del al menos un elastómero con el al menos un relleno; el compuesto es el producto
10 formado al incorporar al menos un agente de enlace durante el mezclado del al menos un elastómero con el al menos un relleno; el compuesto comprende además al menos un agente de enlace.

Descripción detallada

- Se sabe que los elastómeros (por ejemplo, los elastómeros a base de dieno) se degradan en presencia de aire/oxígeno. La degradación puede adoptar la forma de escisión y/o reticulación de las cadenas poliméricas, lo que puede afectar a las propiedades del caucho. Los
15 compuestos elastoméricos se pueden curar en presencia de agentes de curado, tal como el azufre, para efectuar la reticulación, lo que resulta en un vulcanizado que está endurecido (con respecto al compuesto) y tiene una mayor estabilidad con respecto a la degradación; la
20 degradación de los vulcanizados todavía puede ocurrir, pero puede tener menos influencia en ciertos atributos de rendimiento en comparación con la influencia de la degradación de los compuestos no curados. Sin embargo, puede existir la necesidad de almacenar (y/o transportar) compuestos elastoméricos no curados por largos periodos de tiempo (por ejemplo, 3, 6, 9 meses, o 1 o 2 años). Asimismo, el aumento de las temperaturas que a
25 menudo se presenta en los almacenes o durante el transporte (camiones, contenedores de transporte) puede acelerar la tasa de degradación. Para reducir esta tasa, los materiales compuestos se pueden almacenar en refrigeradores o bajo aire acondicionado. Sin embargo, estas soluciones de almacenamiento requieren un gasto energético y un equipo de refrigeración excesivos.
- 30 No se había reconocido anteriormente que los materiales de alta barrera al oxígeno pudieran proporcionar una atmósfera con un bajo contenido de oxígeno por un periodo de tiempo suficiente como para que las propiedades del caucho de los compuestos no curados que comprenden caucho y material de relleno y los compuestos formados a partir de tales

compuestos se mantuvieran efectivamente o incluso en ciertos casos, sorprendentemente, se mejorarán. Por ello, no es habitual en la industria almacenar tales elastómeros o compuestos en un ambiente con bajo contenido de oxígeno. La mejora puede resultar en que las propiedades del caucho se potencian al menos 5 % o al menos 10 %, donde el potenciamiento puede ser un aumento del valor (por ejemplo, relación de esfuerzo de tracción), o una disminución del valor (por ejemplo, histéresis como indica el valor de $\tan \delta$ máximo, el efecto de Payne, y/o la relación de Payne).

Se divulgan en la presente compuestos elastoméricos empaquetados (o compuestos elastoméricos almacenados o envejecidos) y métodos para almacenar y/o empaquetar tales compuestos, y métodos para mantener y/o potenciar (mejorar) al menos una propiedad del caucho del compuesto o compuesto de caucho formado a partir de tales compuestos almacenados o empaquetados. Las propiedades del caucho a las que se hace referencia en la presente pueden ser las del propio compuesto o las de un compuesto de caucho formado a partir del compuesto, en donde el compuesto de caucho resulta de vulcanizar el compuesto elastomérico (vulcanizado), es decir, de curar el compuesto en presencia de agentes de curado (curativos) como azufre, peróxidos, etc.

Se divulga en la presente un compuesto elastomérico empaquetado, que comprende:

un paquete sellado que contiene el material compuesto en una atmósfera que tiene una presión parcial de oxígeno menor a 10 kPa, en donde el material compuesto no está curado y comprende al menos un elastómero y al menos un relleno, en donde:

el paquete comprende al menos una pared que rodea el material compuesto, en donde la al menos una pared comprende al menos una capa de barrera al oxígeno, de modo tal que el paquete tiene una tasa de transmisión de oxígeno no mayor a $100 \text{ cm}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{día} \cdot 101,3 \text{ kPa})$ a 23°C y 0 % de humedad relativa.

Por consiguiente, un aspecto proporciona un material compuesto sellado en un contenedor o paquete que contiene o aloja el material compuesto, en donde el contenedor o paquete comprende al menos una pared que rodea el material compuesto y la al menos una pared comprende al menos una capa de barrera al oxígeno de modo tal que el contenedor o paquete mantiene un bajo contenido de oxígeno por un periodo de tiempo. Una pared puede comprender una única capa que sea la capa de barrera al oxígeno o puede comprender múltiples capas (dos o más capas) al menos una de las cuales sea la capa de barrera al oxígeno. Una capa de barrera al oxígeno reduce sustancialmente la tasa de transporte de oxígeno desde el exterior del contenedor hacia el interior. Al limitar la cantidad de oxígeno

expuesta al material compuesto mediante contenedor(es) o paquete(s) con una pared de barrera al oxígeno (que comprende al menos una capa de barrera al oxígeno), se puede detener sustancialmente la degradación del material compuesto.

Los compuestos divulgados en la presente se almacenan y/o empaquetan y/o contienen en uno o más contenedores o paquetes que rodean y alojan el compuesto elastomérico y pueden ser de cualquier forma o tamaño siempre que confieran las propiedades de barrera al oxígeno deseadas. El contenedor puede ser un paquete (por ejemplo, una caja, un cajón, una bolsa) o cualquier cámara, incluida una guantera, una habitación, etc., de cualquier volumen en cuyo interior el oxígeno (molecular) se puede mantener en la cantidad deseada. En un aspecto, el contenedor o paquete tiene una tasa de transmisión de oxígeno (OTR, por sus siglas en inglés) no mayor a $100 \text{ cm}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{día} \cdot 101,3 \text{ kPa})$ a temperatura y presión estándar. La tasa de transmisión de oxígeno del contenedor o paquete se puede determinar a partir de las propiedades de barrera al oxígeno de la pared que comprende la capa de barrera al oxígeno (pared de barrera al oxígeno). Las tasas de transmisión de oxígeno se pueden determinar de acuerdo con la norma ASTM D3985, que se puede realizar bajo condiciones tales como 23 °C (73 °F) y 0 % de humedad relativa a nivel del mar. En otras alternativas, la tasa de transmisión de oxígeno se puede determinar o notificar al 50 % de humedad relativa, o al 65 % de humedad relativa. Como opción, la al menos una pared puede tener una tasa de transmisión de oxígeno no mayor a $100 \text{ cm}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{día} \cdot 101,3 \text{ kPa})$ a 23 °C (73 °F) y 0 % de humedad relativa (RH), por ejemplo, no mayor a 50, no mayor a 10, no mayor a 5, no mayor a 1, no mayor a 0,5, no mayor a 0,1, no mayor a 0,05, no mayor a 0,01, no mayor a 0,005, o no mayor a $0,001 \text{ cm}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{día} \cdot 101,3 \text{ kPa})$ a 23 °C (0 % de humedad relativa).

La pared del contenedor o paquete puede comprender una o varias secciones que al cerrarse forman el contenedor. Por ejemplo, una caja típica contendría secciones laterales superior e inferior más cuatro secciones laterales. Se entiende que el número de secciones laterales puede variar, por ejemplo, una única sección cilíndrica lateral sellada a las secciones laterales superior e inferior, o una pared continua construida para plegarse a lo largo de las hendiduras para formar el contenedor o unida además con una o más secciones laterales. Se puede emplear cualquier número de secciones laterales (cajas o contenedores con forma hexagonal, cajas o contenedores con forma de cuña, etc.). Una bolsa o sobre contendría típicamente una o más secciones laterales, por ejemplo, dos o más secciones laterales flexibles que se unen entre sí mediante los bordes coincidentes para formar una o más secciones lateral (y opcionalmente una sección lateral inferior) de modo tal que al menos dos bordes no sellados forman una abertura que se puede sellar (por ejemplo, herméticamente) tras el empaquetado.

Como ilustración más específica, un paquete flexible puede comprender dos secciones laterales flexibles idénticas con dimensiones similares de longitud y anchura, cada una con cuatro bordes para formar una sección lateral cuadrada o rectangular. Las dos secciones laterales flexibles se pueden adherir entre sí sellando tres de los bordes coincidentes, quedando el cuarto borde sin sellar para proporcionar una abertura que permita introducir el compuesto elastomérico en el paquete. Típicamente, todas las secciones laterales de un paquete (sección lateral, superior y/o inferior) están hechas de los mismos materiales; las propiedades de barrera al oxígeno de la pared (y del paquete) se pueden determinar entonces a partir de la tasa de transmisión de oxígeno de cualquier sección lateral. Puede haber variaciones, por ejemplo, una sección lateral inferior puede incluir una o más capas de soporte estructural para conferir resistencia adicional, una sección superior o lateral se puede construir para facilitar la apertura del paquete y/o capas sellables (por ejemplo, termosellables) o adhesivos para sellar (cerrar herméticamente) un paquete. Como resultado, estas secciones pueden tener diferentes propiedades de barrera al oxígeno. La tasa de transmisión de oxígeno del paquete puede ser entonces un promedio ponderado por área sobre toda la superficie del paquete.

Con respecto a los sellos, el sellado se refiere a cierres herméticos que proporcionan al paquete propiedades de barrera al O₂ de modo tal que la tasa de transmisión de oxígeno desde el exterior al interior del paquete es no mayor a 100 cm³/(m²·día·101,3 kPa) a 23 °C y 0 % de humedad relativa, u otras cantidades divulgadas en la presente. Los cierres herméticos, por ejemplo, se pueden formar al termosellar dos capas sellables, por ejemplo, al termosellar los bordes laterales juntos. Un paquete sellado herméticamente (por ejemplo, sellado en los bordes) puede tener una tasa de transmisión de oxígeno similar o sustancialmente igual a la de la pared de barrera al oxígeno.

Un contenedor o paquete con más de una pared puede ser dos o más contenedores, por ejemplo, un primer contenedor que rodea a un segundo contenedor que rodea y aloja el compuesto elastomérico. Cada contenedor comprendería una pared que puede ser de una o varias capas. Por ejemplo, un primer contenedor puede tener una pared con una primera propiedad de barrera al oxígeno y un segundo contenedor puede tener una pared con una segunda propiedad de barrera al oxígeno. Como ejemplo específico, un contenedor (una pared) puede comprender una película flexible (por ejemplo, un revestimiento) que rodea y opcionalmente se ajusta a la forma del material a empaquetar, lo que resulta en un material revestido o envuelto o un material retractilado. Un segundo contenedor (o segunda pared) puede comprender un material menos flexible o rígido que rodea el material revestido para protegerlo de roturas y/o deformaciones durante el almacenamiento (que puede incluir el

transporte). En cualquier caso, tanto si hay múltiples paredes, como si hay múltiples contenedores, cada contenedor puede tener propiedades de barrera al oxígeno de modo tal que la composición de elastómero esté sometida a las propiedades de barrera al oxígeno deseadas, por ejemplo, una tasa de transmisión de oxígeno no mayor a $100 \text{ cm}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{día} \cdot 101,3 \text{ kPa})$ a 23°C y 0 % de humedad relativa, u otros valores divulgados en la presente. Por ejemplo, un compuesto se puede alojar dentro de dos paredes, cada una con propiedades de barrera al oxígeno, por ejemplo, una pared que es un revestimiento que envuelve el compuesto elastomérico, y una segunda pared que es un contenedor que aloja el compuesto envuelto. La tasa de transmisión de oxígeno de cada pared (de cada paquete) puede no ser menor a $100 (\text{cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{día} \cdot 101,3 \text{ kPa})$, pero combinados, el paquete que comprende dos paredes (por ejemplo, el revestimiento y el paquete) puede alcanzar la tasa de transmisión de oxígeno deseado de no mayor a $(100 \text{ cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{día} \cdot 101,3 \text{ kPa})$. Para más de un contenedor (o más de una pared), la tasa global de transmisión de oxígeno (OTR) se puede determinar a partir de la ecuación:

$$\text{OTR} = 1/\{(1/\text{OTR}_{\text{pared 1}}) + (1/\text{OTR}_{\text{pared 2}}) + \dots\}$$

en donde “ $\text{OTR}_{\text{pared 1}}$ ” y “ $\text{OTR}_{\text{pared 2}}$ ” se refieren a la tasa de transmisión de oxígeno respectiva de cada contenedor (cada pared). La ecuación se puede aplicar a múltiples paredes o a múltiples capas de barrera de oxígeno dentro de una pared (por ejemplo, una envoltura retráctil o un revestimiento conformable que se envuelve varias veces alrededor del material compuesto se puede considerar como múltiples paredes o múltiples capas dentro de una pared).

Opcionalmente, se pueden usar uno o más contenedores que no tengan propiedades de barrera al oxígeno para alojar el compuesto elastomérico, además del contenedor o contenedores con la pared de barrera al oxígeno. Por ejemplo, el contenedor adicional puede ser una malla o bolsa flexible para sostener o mantener una forma del compuesto, por ejemplo, cuando el compuesto está en forma de fritas o gránulos o similares. Alternativamente, el contenedor adicional puede ser una caja de madera o de papel o de cartón corrugado sin o con escasas propiedades de barrera al oxígeno (u otro material no barrera), o láminas o rejillas, o puede ser fibroso, tal como la tela. El contenedor o contenedores adicionales se pueden colocar fuera o dentro (o ambos) del contenedor de barrera de oxígeno (es decir, el contenedor que tiene la pared de barrera de oxígeno) para proporcionar un soporte estructural adicional y/o facilitar de otro modo el envío y/o la manipulación.

Los paquetes o embalajes divulgados en la presente pueden ser de cualquier volumen o tamaño que se desee. El interior del contenedor puede tener un volumen (volumen interior) de al menos 1 L, al menos 10 L, al menos 20 L, o al menos 50 L. El contenedor puede ser tan pequeño como una bolsa o tan grande como un contenedor sellado o de transporte, por ejemplo, de 1 L a 40.000 L, de 1 L a 20.000 L, de 1 L a 10.000 L, de 1 L a 2.000 L, de 1 L a 100 L, de 1 L a 50 L, de 1 L a 20 L, de 1 L a 10 L. En el caso de dos o más contenedores en donde uno esté alojado dentro del otro, el volumen será el del contenedor con barrera de oxígeno de mayor tamaño. Por ejemplo, un contenedor de transporte puede tener un volumen de hasta 20.000 L o hasta 40.000 L, y una caja puede tener un volumen de hasta 1.500 L o hasta 2.000 L.

En otro aspecto, las propiedades de barrera al oxígeno de la al menos una pared se pueden seleccionar al limitar la cantidad de oxígeno expuesta al compuesto elastomérico por un cierto periodo de tiempo para prevenir una degradación sustancial del compuesto. Por ejemplo, al conocer el peso de compuesto elastomérico presente en el paquete o contenedor, se puede calcular una cantidad máxima de oxígeno en relación con la cantidad de compuesto en peso. Opcionalmente, el contenedor o paquete comprende al menos una pared que comprende al menos una capa de barrera al oxígeno de modo tal que una cantidad de oxígeno en el paquete es no mayor a 75 mmol/kg de compuesto elastomérico, por ejemplo, no mayor a 60 mmol/kg de compuesto elastomérico, no mayor a 50 mmol/kg de compuesto elastomérico, no mayor a 40 mmol/kg de compuesto elastomérico, no mayor a 30 mmol/kg de compuesto elastomérico, no mayor a 20 mmol/kg de compuesto elastomérico, no mayor a 15 mmol/kg, no mayor a 10 mmol/kg, no mayor a 6 mmol/kg, no mayor a 5 mmol/kg, no mayor a 4 mmol/kg, no mayor a 3 mmol/kg, no mayor a 2 mmol/kg, o no mayor a 1 mmol/kg de compuesto elastomérico. La cantidad de oxígeno presente en un contenedor o paquete sellado se puede medir con un sensor de oxígeno (hay muchos tipos disponibles en el mercado) en el momento de sellar el paquete o después. Por ejemplo, el espacio libre del paquete se puede medir con un sensor dotado de una aguja que perfora el paquete a través de un tabique resellable, que se puede adherir en el exterior del paquete o integrado en la pared, o a través de un sensor adhesivo que se puede insertar y montar en el paquete antes de sellarlo. Entre los sensores de oxígeno ejemplares se incluyen los sensores ópticos de oxígeno CheckPoint® u OpTech® disponibles comercialmente en Ametek Mocon (Minnesota, EE. UU.). A partir de los volúmenes respectivos del contenedor y del compuesto, así como del peso del compuesto, se puede determinar la cantidad de oxígeno en el contenedor (por ejemplo, en mmol) por peso del compuesto (por ejemplo, en kg). Como opción, el volumen del paquete es de al menos 1 L, o al menos 10 L, u otros volúmenes divulgados en la presente. Como opción, la cantidad

divulgada de oxígeno por peso compuesto en el contenedor o paquete se mantiene por un periodo de tiempo de al menos 5 días (por ejemplo, desde el momento del sellado), o al menos 7 días, al menos 1 mes, al menos 3 meses, al menos 6 meses, o al menos 1 año, por ejemplo, de 5 días a 1 año. Alternativamente, en cualquier periodo de tiempo de al menos 5 días o más (por ejemplo, hasta un año), la cantidad de oxígeno presente en el contenedor se minimiza a los niveles divulgados en la presente, por ejemplo, no mayor a 20 mmol/kg de compuesto, o incluso menos.

El número de moles de oxígeno en un contenedor cerrado se puede calcular de acuerdo con la ecuación (1):

$$10 \quad ([O_2]_{\text{med}} * V_{\text{aire}}/100) * (273 \text{ K}/T_{\text{contenedor}}) * (P_{\text{contenedor}}/101,3 \text{ kPa})/22,4 \text{ L} \quad (1)$$

en donde $[O_2]_{\text{med}}$ es la concentración de oxígeno medida (%), V_{aire} es el volumen de aire en el contenedor (L), $T_{\text{contenedor}}$ es la temperatura dentro del contenedor en el momento de medir la concentración de oxígeno (K), y $P_{\text{contenedor}}$ es la presión dentro del contenedor en el momento de medir la concentración de oxígeno (kPa).

15 Para un contenedor que contiene un compuesto, el V_{aire} se puede determinar al restar el volumen del compuesto del volumen del contenedor, en donde el volumen del compuesto se puede calcular como peso del compuesto/gravedad específica del compuesto. A partir del resultado de la ecuación (1) y conociendo el peso del compuesto, se puede determinar el contenido de oxígeno por peso de compuesto (mmol/kg de compuesto). En ciertos casos en
20 donde el paquete es una bolsa flexible, el almacenamiento del paquete al vacío o parcial puede conformar el paquete a la forma del compuesto. En esta situación, el volumen del contenedor se puede determinar por métodos bien conocidos en la técnica. Por ejemplo, se puede suponer que el volumen del contenedor es el mismo que el volumen del material compuesto.

25 Opcionalmente, el contenido de oxígeno se puede indicar como presión parcial de oxígeno. Las presiones parciales divulgadas en la presente se refieren a valores medidos bajo condiciones ambientales, por ejemplo, a nivel del mar y a 20 °C. Bajo condiciones ambientales, la presión parcial de oxígeno se calcula a partir de la presión atmosférica (101,3 kPa a nivel del mar) multiplicada por el porcentaje de oxígeno atmosférico (21 %).

30 Como opción, la atmósfera inicialmente presente en el contenedor o paquete en el momento del sellado tiene un bajo contenido de oxígeno (por ejemplo, inmediatamente antes o en el momento en que el paquete se sella herméticamente). Por ejemplo, la atmósfera del paquete

se puede modificar para reducir el contenido de oxígeno en el interior del paquete, es decir, la atmósfera del paquete es una atmósfera modificada. Opcionalmente, el interior del contenedor o paquete tiene una presión parcial de oxígeno menor a 21 kPa, menor a 20 kPa, menor a 19 kPa, menor a 18 kPa, menor a 17 kPa, menor a 16 kPa, menor a 15 kPa, menor a 12 kPa, menos de 10 kPa, menos de 9 kPa, menos de 8 kPa, menos de 7 kPa, menos de 6 kPa, menos de 5 kPa, menos de 4 kPa, menos de 3 kPa, menos de 2 kPa, o menos de 1 kPa, lo que es indicativo de una atmósfera modificada. Opcionalmente, se puede conseguir una atmósfera modificada (por ejemplo, baja presión parcial de oxígeno) al someter la parte interna o el interior del paquete a vacío de modo tal que la atmósfera del paquete tenga una presión absoluta no mayor a 90 kPa, por ejemplo, no mayor a 80 kPa, no mayor a 70 kPa, no mayor a 60 kPa, no mayor a 50 kPa, no mayor a 40 kPa, no mayor a 30 kPa, no mayor a 20 kPa, no mayor a 10 kPa, o no mayor a 5 kPa. Otra opción es modificar la atmósfera del contenedor al purgar con un gas no reactivo (por ejemplo, no reactivo con el material compuesto). Algunos ejemplos de gases no reactivos son los gases inertes, tales como nitrógeno, argón, helio o xenón. Otros gases no reactivos son el dióxido de carbono. La atmósfera se puede modificar con uno o más pasos de purga (por ejemplo, dos o tres o más pasos de purga). Como otra opción, la atmósfera se puede modificar con una combinación de uno o más pasos de vacío y purga para lograr los valores de bajo contenido de oxígeno divulgados en la presente.

Alternativamente, un bajo contenido de oxígeno de la atmósfera en el interior del paquete o contenedor se puede determinar a partir de una diferencia de presión parcial de oxígeno entre el exterior del paquete o contenedor y el interior del paquete, en donde la atmósfera del exterior sería mayor que la del interior. Por ejemplo, la diferencia de presión parcial de oxígeno entre el exterior y el interior del contenedor o paquete puede ser de al menos 1 kPa, por ejemplo, al menos 2 kPa, al menos 3 kPa, al menos 4 kPa, al menos 5 kPa, al menos 6 kPa, al menos 7 kPa, al menos 8 kPa, al menos 9 kPa, al menos 10 kPa, al menos 11 kPa, al menos 12 kPa, al menos 13 kPa, al menos 14 kPa, al menos 15 kPa, al menos 16 kPa, al menos 17 kPa, o al menos 18 kPa.

Como otra alternativa, un bajo contenido de oxígeno en el paquete (interior del paquete) se puede indicar por la cantidad de oxígeno (molecular) en el paquete, por ejemplo, número de moles (por ejemplo, mmol) de oxígeno por peso de compuesto elastomérico (por ejemplo, no mayor a 75 mmol/kg de compuesto elastomérico como se expone en la presente), volumen de oxígeno (o volumen de oxígeno por kg de compuesto), o como una concentración de oxígeno presente en la atmósfera del interior del paquete, por ejemplo, menos de 7 %, menos de 5 %, menos de 3 %, menos de 2 %, o menos de 1 %. Las concentraciones de oxígeno se pueden medir con un sensor de oxígeno, como se explica en la presente.

Opcionalmente, el contenido de oxígeno del contenedor o paquete en el momento del sellado se puede modificar por la inclusión de al menos un secuestrante de oxígeno en el interior del contenedor. Los secuestrantes de oxígeno eliminan (atrapan, secuestran) el oxígeno de la atmósfera de un contenedor cerrado y, por tanto, reducen el contenido de oxígeno. Los secuestrantes de oxígeno pueden eliminar oxígeno por reacción (por ejemplo, mediante una reacción de oxidación) o atrapando oxígeno. En otra alternativa, la atmósfera dentro del contenedor o paquete se puede modificar con vacío y/o gas no reactivo y el compuesto elastomérico se empaqueta además con al menos un secuestrante de oxígeno. El contenido de oxígeno conseguido por el uso de secuestrantes de oxígeno depende de la cantidad de secuestrante usado; el contenido de oxígeno conseguido puede ser cualquier valor descrito en la presente, por ejemplo, niveles menores a 21 kPa, u otros niveles divulgados en la presente. Los secuestrantes de oxígeno se pueden empaquetar con el compuesto, por ejemplo, contenidos o encerrados en una bolsa. La bolsa, que debe ser permeable al oxígeno, se puede colocar adyacente al compuesto o adherida a una pared interna (interior) del contenedor o paquete. Los secuestrantes de oxígeno ejemplares incluyen metales, tales como polvos metálicos o limaduras de hierro, ácidos ascórbicos y sales de los mismos, cualquiera de los antioxidantes (por ejemplo, antioxidantes) divulgados en la presente, catecol y otros secuestrantes de oxígeno conocidos en la técnica. Los antioxidantes se pueden combinar con el elastómero durante el mezclado del elastómero con el relleno, como se conoce en la técnica. Por ejemplo, el compuesto puede comprender antioxidante(s) como se describe en la presente. Como otro ejemplo, al menos una pared del paquete puede comprender un material capaz de absorber oxígeno. En Ahmed *et al.*, *Food Control*, Vol. 82, pp. 163-178 (2017), cuya divulgación se incorpora en la presente como referencia, se pueden encontrar ejemplos de secuestrantes de oxígeno y paredes de paquetes y secuestrantes de oxígeno, incluidas paredes de paquetes que comprenden materiales secuestrantes de oxígeno. Opcionalmente, el único secuestrante de oxígeno presente es un antioxidante disperso en el compuesto, tal como se describe en la presente.

La al menos una pared (pared de barrera de oxígeno) puede comprender una o más capas, por ejemplo, una o más láminas, películas, revestimientos, paneles, etc. La pared puede ser una pared de una única capa, que comprende un material que confiere propiedades adecuadas de barrera al oxígeno (material de barrera al oxígeno), o una pared multicapa (dos o más capas) en donde al menos una de las capas comprende un material de barrera al oxígeno, es decir, la capa es una capa de barrera al oxígeno. La capa o capas de una pared pueden ser una película, un panel o un laminado. Las paredes multicapa se pueden formar por extrusión o coextrusión, revestimiento por extrusión, laminación (por ejemplo, laminación

adhesiva), uso de adhesivo, o deposición de una capa sobre otra, uso de capas de unión, metalización.

La(s) pared(es) (o capa(s)) de barrera al oxígeno puede(n) estar compuesta(s) por varios materiales, entre los que los más comunes son polímeros y/o metales. Los materiales poliméricos de barrera al oxígeno incluyen poliamida (PA, por sus siglas en inglés), tereftalato de polietileno (PET, por sus siglas en inglés) y PET modificado (por ejemplo, PET modificado con glicol), naftalato de polietileno (PEN, por sus siglas en inglés), poli(alcohol vinílico de etileno), (EVOH, por sus siglas en inglés), poli(cloruro de vinilideno) (PVdC, por sus siglas en inglés), poliacrilonitrilo, alcohol polivinílico (PVOH, por sus siglas en inglés), acrilato de metilo, copolímeros de acrilonitrilo y acrilato de metilo (por ejemplo, ResinasBarex®, que son un copolímero de acrilonitrilo y acrilato de metilo injertado con caucho de nitrilo), copolímero cicloolefínico (COC, por sus siglas en inglés), y mezclas de los mismos. Las paredes multicapa pueden comprender una o más capas de barrera al oxígeno. Una o más capas o paredes de barrera se pueden orientar biaxialmente, por ejemplo, estiradas a lo largo de direcciones transversales para que las cadenas poliméricas queden alineadas con el plano de la capa o pared. La orientación biaxial puede proporcionar resistencia adicional, tenacidad, resistencia a la presión, etc. (propiedades de tracción mejoradas) a medida que la película se estira para orientar las cadenas.

Otros materiales barrera al oxígeno son los que contienen metales, por ejemplo, capas metálicas. Las capas metalizadas (designadas con el prefijo “m”, tal como mPET) se pueden formar por un proceso conocido como metalizado o metalización. En la metalización, los metales se pueden depositar sobre sustratos por medio de varios métodos en donde el sustrato puede ser un material polimérico con una flexibilidad o rigidez deseada. A modo de ejemplo, la metalización puede involucrar la evaporación de metales, tales como aluminio, y la subsecuente deposición (por ejemplo, deposición al vacío, deposición química en fase vapor) sobre una película de sustrato en la cual se depositan finas capas metálicas. Otros métodos para depositar capas metálicas son la pulverización catódica y la galvanoplastia. Alternativamente, se pueden formar capas metálicas finas y adherir la capa metálica a una o más capas poliméricas. Los metales que se pueden usar como capas metálicas o capas metalizadas incluyen aluminio, estaño, níquel, hierro, plata y sus aleaciones, por ejemplo, aleaciones de aluminio-zinc, aleaciones de plata-zinc-aluminio, aleaciones de cobre-zinc, etc. Otros materiales que se pueden depositar sobre películas poliméricas además de los metales incluyen cerámicas (por ejemplo, óxidos metálicos, tales como óxidos de silicio (SiO_x) tales como sílice, óxidos de aluminio, óxidos de zinc, óxidos de magnesio, óxidos de titanio, caolinitas, vidrio y arcillas), materiales a base de carbono, tales como nanomateriales de

carbono (por ejemplo, nanotubos de carbono y materiales de grafeno, incluidos grafenos, óxidos de grafeno, óxidos de grafeno reducidos), y materiales de recubrimiento a base de melamina. Los materiales tales como metales, cerámicas y recubrimientos basados en carbono también se pueden depositar como partículas con dimensiones submicrónicas, por ejemplo, de 1 nm a 1000 nm, de 1 nm a 500 nm, de 1 nm a 300 nm, de 1 nm a 200 nm o de 1 nm a 100 nm. Como otra alternativa, la al menos una pared no contiene una capa metalizada o una capa metálica.

Los contenedores metálicos que se pueden unir/soldar para formar un cierre hermético también pueden proporcionar propiedades de barrera al oxígeno, por ejemplo, acero inoxidable, estaño y aluminio. Los contenedores que comprenden metales también pueden incluir otros materiales, tales como vidrio, cerámica, plásticos, etc., por ejemplo, una guantera o una habitación u otra cámara. Los paquetes rígidos se pueden formar por elastómeros termoplásticos y vulcanizados termoplásticos. Los elastómeros termoplásticos (TPE, por sus siglas en inglés) contienen más de un tipo de polímero: un elastómero (que proporciona propiedades elásticas) y un segundo polímero que proporciona resistencia. Algunos ejemplos de TPE son los copolímeros estirénicos en bloque, tales como copolímeros estireno-butadieno-estireno en bloque, copolímeros etileno-acrílicos. Los vulcanizados termoplásticos (TPV, por sus siglas en inglés) son una clase de elastómeros termoplásticos preparados por vulcanización o reticulación con propiedades de los cauchos reticulados combinadas con la procesabilidad por fusión de los termoplásticos, lo que resulta en un material que puede tener una alta compresión y resistencia a la deformación por calor. Algunos ejemplos de TPV son los vulcanizados termoplásticos Santoprene™ (ExxonMobil), un caucho vulcanizado de etileno propileno dieno (EPDM, por sus siglas en inglés) en una matriz termoplástica de polipropileno (PP, por sus siglas en inglés). Los contenedores rígidos se pueden sellar con material adhesivo o juntas o juntas tóricas o similares (por ejemplo, caucho nitrílico, caucho butílico y similares).

La pared o capa de barrera al oxígeno puede contener opcionalmente materiales de barrido de oxígeno incrustados en la propia capa. Tales capas barrera de barrido de oxígeno típicamente se intercalan entre capas protectoras, que pueden funcionar como capas estructurales y/o sellables. Alternativamente, la película es capaz de eliminar el oxígeno, es decir, los secuestrantes de oxígeno están incrustados en el material de barrera de oxígeno, o la película está hecha de un material que puede secuestrar el oxígeno.

Las propiedades adecuadas de barrera al oxígeno de la al menos una pared se pueden conseguir por uno o más factores, incluido el tipo de materiales de la pared o de la capa o la

disposición de las capas (para pared multicapa). Para las paredes multicapa, las disposiciones en capas típicas incluyen una capa de sellado como capa más interna (por ejemplo, polietilenos como polipropileno, LDPE, LLDPE o etilenvinilacetato (EVA), por sus siglas en inglés, respectivamente), seguida de la capa de barrera al oxígeno (por ejemplo, capa metálica, poliamida) y una capa estructural (por ejemplo, PET, polietileno) como capa exterior.

Los espesores de pared y de capa también se pueden seleccionar para proporcionar propiedades de barrera al oxígeno (y otras propiedades) de la al menos una pared, al tiempo que se tiene en cuenta el peso total del paquete para reducir los costes de envío. El espesor de las paredes puede ser de al menos 10 μm y hasta 10 cm, por ejemplo, hasta 5 cm para paquetes rígidos. En el caso de los paquetes flexibles, el espesor de las paredes puede estar en el rango de 10 μm a 250 μm , por ejemplo, de 10 μm a 200 μm , de 10 μm a 150 μm , de 10 μm a 100 μm , o de 10 μm a 50 μm . Por ejemplo, las películas recubiertas de PVdC, las películas a base de EVOH, las películas de poliamida (por ejemplo, Nylon) y las películas de polímeros metalizados pueden tener espesores en el rango de 10 μm a 30 μm , por ejemplo, de 15 μm a 30 μm . La pared de barrera de oxígeno puede tener un espesor en el rango de 5 μm a 50 μm , de 5 μm a 40 μm , de 5 μm a 40 μm , de 5 μm a 30 μm , o de 5 μm a 20 μm . Los paquetes rígidos pueden tener espesores de al menos 250 μm , por ejemplo, de al menos 500.

Las paredes de una única capa se pueden proporcionar en forma de una película flexible, por ejemplo, un forro o una envoltura retráctil, o pueden ser una película rígida (por ejemplo, paquetes de metal, paquetes de cerámica. Entre los ejemplos de películas flexibles se incluyen las películas retráctiles/estirables de PVdC como revestimientos, por ejemplo, con un espesor de al menos 30 μm , tales como por ejemplo, un espesor en el rango de 30 μm a 100 μm , de 30 μm a 75 μm , o de 30 μm a 50 μm .

Para las paredes multicapa, se puede usar cualquier número de capas, tales como 2 capas, 3 capas, 4 capas, 5 capas, 6 capas, 7 capas, etc., hasta 10 o 12 capas o más (por ejemplo, hasta 20 capas o incluso más). Estas capas pueden conferir una serie de propiedades, entre las que se incluyen propiedades estructurales, barreras al olor y/o a la humedad, barreras al oxígeno, capas sellables (por ejemplo, capas termosellables) y combinaciones de las mismas, seleccionadas para proporcionar una flexibilidad o rigidez, transparencia y nivel de barrera al oxígeno deseados. Independientemente del número de capas, la pared resultante tiene las propiedades de barrera al oxígeno requeridas.

En cuanto a las propiedades distintas de las propiedades de barrera al oxígeno, una o más capas pueden proporcionar resistencia y/o rigidez y/o soporte estructural, por ejemplo, para

prevenir la deformación o destrucción de la pared de barrera al oxígeno (por ejemplo, resistencia a la perforación). Algunos materiales pueden desempeñar más de una función. Los ejemplos de tales capas son:

- poliésteres, tales como tereftalato de polietileno y policarbonato,
- 5 - polietilenos (PE), tales como polietileno de alta densidad (HDPE, por sus siglas en inglés), polietileno de baja densidad (LDPE), polietileno de muy baja densidad (VLDPE, por sus siglas en inglés), polietileno de ultrabaja densidad (ULDPE, por sus siglas en inglés) o polietileno lineal de baja densidad (LLDPE)), y mezclas de los mismos,
- polipropilenos,
- 10 - cloruro de polivinilo (PVC, por sus siglas en inglés),
- ácido poliláctico (PLA, por sus siglas en inglés),
- copolímeros de ácido etileno-(met)acrílico (por ejemplo, resinas Surlyn® de DuPont),
- resinas de copolímero de ácido (por ejemplo, resinas NUCREL™ de Dow, que son terpolímeros de etileno, ácido metacrílico y acrilato), y
- 15 - mezclas de los mismos.

Para cualquiera de los casos anteriores, también se pueden usar las correspondientes capas metálicas o metalizadas, ya sea por adhesión, deposición de vapor al vacío, CVD (por sus siglas en inglés), pulverización catódica, galvanoplastia o cualquier otro método de adhesión de una fina película metálica a un polímero.

- 20 Una o más capas de la pared multicapa pueden ser una capa de sellado o sellable (sellante). La capa sellable puede permitir que los paneles (por ejemplo, uno o más de los paneles superior, lateral e inferior) se unan entre sí a lo largo de los bordes. Como opción, la capa sellable es una capa termosellable en la cual la aplicación de calor deforma o funde el polímero, permitiendo la adhesión. Alternativamente, la capa sellable puede ser un laminado
- 25 que adhiere capas entre sí. En una pared multicapa, la capa sellable se coloca a menudo en uno o ambos bordes exteriores de una pared multicapa, por ejemplo, la capa sellable puede ser la capa más interior (forma la pared interior), o la capa exterior (forma la pared exterior). Algunos ejemplos de capas sellables son:

- poliésteres tales como el PET y capas metalizadas (por ejemplo, mPET),

- polietilenos como los divulgados anteriormente, tales como polietileno de baja densidad (LDPE), polietileno lineal de baja densidad (LLDPE) y HDPE, y capas metalizadas, por ejemplo, mVLDPE,

- polipropilenos,

5 - copolímeros de etileno-ácido acrílico (por ejemplo, resinas NUCREL™),

- copolímeros de ácido etileno-(met)acrílico (por ejemplo, resinas Surlyn®),

- etilenvinilacetato (EVA), y

- mezclas de los mismos.

10 Alternativamente, se pueden recubrir o laminar adhesivos en las capas para mejorar la adhesión entre las capas (tales como adhesivos que recubren capas de barrera de oxígeno y/o capas estructurales).

15 La capa sellable se puede unir o adherir de otro modo a una o más capas sellables adyacentes para formar un sello hermético que proporcione propiedades de barrera similares a las de la pared de barrera. Alternativamente, la capa de sellado puede ser una con buena adherencia y soporte un adhesivo. Ciertas capas sellables también pueden funcionar como capas estructurales, por ejemplo, poliésteres, polietilenos (por ejemplo, LDPE, LLDPE, HDPE), polipropilenos, copolímeros de ácido etileno-(met)acrílico y EVA, y otros conocidos en la técnica.

20 Una o más capas en una pared multicapa pueden ser una barrera contra la humedad para prevenir que el agua entre o salga (dependiendo del compuesto elastomérico), por ejemplo, LDPE, LLDPE. Se pueden usar otros tipos de capas para prevenir la entrada de otros vapores químicos y/o luz y/u otros elementos no deseados (por ejemplo, poliamida y EVOH). La procesabilidad, el color/transparencia, las barreras al olor, son también otros factores para seleccionar las capas.

25 Por ejemplo, las paredes multicapa pueden incluir las siguientes disposiciones de capas (del interior del contenedor al exterior del contenedor se procede en dirección de izquierda a derecha; “|” designa la interfaz entre capas):

(i) capa sellable | barrera de O₂ | capa sellable

(ii) capa estructural | barrera de O₂ | capa sellable

(iii) capa sellable | barrera de O₂ | capa estructural

(iv) primera barrera de O₂ | capa estructural | segunda barrera de O₂ | capa sellable

(v) capa estructural y/o sellable | primera barrera de O₂ | segunda barrera de O₂ | capa estructural y/o sellable

5 (vi) capa estructural y/o sellable | barrera de O₂ | barrera de humedad

(vii) capa estructural y/o sellable | barrera de O₂ | barrera de humedad | capa estructural y/o sellable

(viii) capa estructural y/o sellable | barrera de O₂ + barrera contra la humedad

10 Aunque se ilustran disposiciones de tres o cuatro capas, se pueden proporcionar una o más capas adicionales para complementar cualquiera de las disposiciones anteriores. Por ejemplo, se pueden adicionar capas adhesivas o laminados entre las capas de barrera al oxígeno y las capas estructurales y/o sellables. Se conoce en la técnica cualquier número de capas para las paredes de barrera de oxígeno, por ejemplo, una única capa, 2 capas, 3 capas, 4 capas, 5 capas, 6 capas, 7 capas, o más, por ejemplo, paredes de 10 capas e incluso de 20 capas
15 (o más).

Una pared multicapa puede comprender más de una capa de barrera de O₂ (por ejemplo, primera y segunda capas de barrera de O₂, o incluso tercera o cuarta capas de barrera de oxígeno o más). Cuando hay dos o más capas de barrera de O₂, los materiales que forman cada capa de barrera de O₂ pueden ser iguales o diferentes. Por ejemplo, cada una de las
20 capas de barrera de O₂ puede ser (o estar compuesta por) poliamida (PA), poli(etileno alcohol vinílico) (EVOH), poli(cloruro de vinilideno) (PVdC), alcohol polivinílico (PVOH), acrilato de metilo, o capas metalizadas, tales como mPET, mPA, mPE y mezclas de los mismos, o capas metálicas (por ejemplo, capa de aluminio); la capa estructural puede ser HDPE, LDPE, VLDPE, ULDPE, LLDPE, polipropileno, PVC, PET y mezclas de los mismos; la capa sellable
25 puede ser LDPE, LLDPE, HDPE, polipropileno y EVA.

Opcionalmente, alguna o todas las capas, o la capa de barrera al oxígeno, se pueden orientar biaxialmente ("Bo", por sus siglas en inglés).

Algunos ejemplos específicos incluyen:

PA | PE | Papel de aluminio | PE | LLDPE

PE | EVOH | PE

LLDPE | Nylon | EVOH | Nylon | LLDPE

EVA | PA | EVA

EVA | PA | mPET

5 EVA | PA | mPP | LLDPE

BoPP | LDPE | mBoPP | SURLYN

en donde "BoPP" se refiere a polipropileno orientado biaxialmente, "m" a capas metalizadas y "SURLYN" a las resinas Surlyn®. Se pueden proporcionar una o más capas adicionales para complementar cualquiera de las disposiciones anteriores.

- 10 Las presiones parciales de oxígeno deseadas en el contenedor sellado se pueden conseguir de varias maneras. Los métodos para eliminar el oxígeno de los contenedores sellados (o de los contenedores que se van a sellar) son conocidos en la técnica. Opcionalmente, el interior del contenedor (o el contenido interior o la parte interna del contenedor) o paquete se puede someter a vacío, purgar con un gas no reactivo (por ejemplo, gas inerte), exponer a
- 15 secuestrantes de oxígeno, y combinaciones de los mismos. Por ejemplo, el contenedor o paquete se puede sellar al vacío con un dispositivo construido para someter el contenido interior al vacío y subsecuentemente sellar el paquete. Las máquinas de sellado al vacío (selladoras al vacío) o las máquinas de sellado térmico al vacío (selladoras térmicas al vacío) son conocidas en la técnica para el empaquetado, tal como el empaquetado flexible. Un
- 20 ejemplo de selladora al vacío comprende dos miembros de superficie que se pueden abrir y cerrar para sujetar una abertura de paquete sustancialmente plana. Los miembros de superficie pueden comprender una barra que sube y baja contra una plataforma, en la cual el extremo abierto del paquete se inserta entre la barra y la plataforma. Alternativamente, se pueden usar dos barras, por ejemplo, una barra superior montada pivotantemente a una barra
- 25 inferior. En cualquier opción, una o ambas barras pueden incluir elementos calefactores y/o elementos de presión para efectuar el sellado. Entre los dos miembros superficiales hay una o más boquillas en comunicación con una bomba de vacío y, opcionalmente, una fuente de gas inerte. Después de llenar el paquete con el compuesto elastomérico, los bordes no sellados del paquete se pueden insertar entre dos barras de la selladora al vacío mientras se
- 30 introduce al menos una boquilla retráctil en la abertura del paquete. Sujetar o enganchar las dos barras juntas puede sellar efectivamente la abertura del paquete y proporcionar un ajuste hermético alrededor de la al menos una boquilla. Se puede aplicar un vacío y, opcionalmente,

realizar un ciclo con una purga con gas inerte. Tras aplicar el vacío, la boquilla se puede retraer y retirar de la abertura del paquete. Inmediatamente después, se puede aplicar calor a través de los elementos calefactores y/o de presión para sellar el paquete. En el caso de los elementos calefactores, el calor puede ablandar una capa de sellado de la pared del paquete y/o un adhesivo recubierto sobre la capa de sellado. Alternativamente, el paquete puede estar contenido en una cámara capaz de colocarse al vacío y/o en una atmósfera de gas inerte, en la cual la cámara contiene las barras que sujetan y sellan los bordes abiertos del paquete. Entre los ejemplos de este tipo de termoselladoras se incluyen las vendidas por AmeriVacs (San Diego, CA), tal como la termoselladora de boquilla retráctil con purga de gas. Como alternativa al calor y la presión, se pueden usar procesos de soldadura. Por ejemplo, se pueden usar láseres de CO₂ para calentar y fundir las capas poliméricas, haciendo que se fusionen.

Como otro ejemplo (por ejemplo, generalmente para contenedores más rígidos, pero también se puede aplicar a contenedores flexibles), el contenedor o paquete puede contener uno o más puertos o salidas que proporcionen comunicación gaseosa entre el interior del paquete y una bomba de vacío. El puerto se puede extender a través de una pared del paquete y puede incluir un collar (por ejemplo, un collar sustancialmente circular) en la pared exterior del paquete (superficie de la pared exterior) para sellar la manguera o el tubo que se extiende hasta la bomba de vacío. El puerto puede comprender además una válvula, por ejemplo, una válvula unidireccional, a través de la cual se puede extraer aire u otros gases del interior del contenedor al accionar la bomba de vacío. Como opción, la válvula puede ser una válvula de dos vías para llenar una bolsa con nitrógeno después de evacuar el contenido. Cuando se alcanza el nivel de vacío o la presión parcial de oxígeno deseados, la bomba deja de funcionar y la válvula impide la entrada de aire u oxígeno en el contenedor. Opcionalmente, el collar se puede proporcionar con un tapón u otro elemento de cierre similar para prevenir aún más la entrada de oxígeno en el paquete, por ejemplo, a una velocidad de transmisión de oxígeno superior a la de la pared. El tapón se puede fabricar con un material de barrera al oxígeno y se puede adherir al collar mediante un material adhesivo (por ejemplo, un pegamento). Como otra opción, el área de la válvula se puede cubrir con un adhesivo en ausencia de una tapa.

También se describen métodos para almacenar o envejecer un compuesto elastomérico. El almacenamiento de los paquetes o paquetes sellados puede ocurrir en un almacén y similares, y puede incluir procesos de envío/transporte. El método puede comprender el almacenamiento del material compuesto elastomérico en los contenedores sellados divulgados en la presente, por ejemplo, contenedores o paquetes que comprenden al menos una pared que rodea el material compuesto en donde la al menos una pared comprende al

- menos una capa de barrera al oxígeno de modo tal que el contenedor tiene una tasa de transmisión de oxígeno no mayor a $100 \text{ cm}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{día} \cdot 101,3 \text{ kPa})$ a 23°C y 0 % de humedad relativa y/o una cantidad de oxígeno en el paquete no mayor a 75 mmol/kg de material compuesto elastomérico, u otros rangos, como se divulga en la presente. Como se divulga en
- 5 la presente, la al menos una pared es una pared de barrera de oxígeno (O_2) que comprende al menos una capa que es una barrera de oxígeno. Los métodos divulgados en la presente pueden resultar en que el compuesto elastomérico mantenga o incluso potencie al menos una propiedad del caucho. Así, también se divulgan en la presente métodos para mantener o mejorar al menos una propiedad de caucho de un compuesto elastomérico o un compuesto
- 10 formado a partir del compuesto, que comprenden almacenar el compuesto en un contenedor sellado por un periodo de tiempo de al menos 5 días, o al menos 14 días, u otros periodos de tiempo divulgados en la presente. Por ejemplo, el almacenamiento se puede realizar bajo una atmósfera de bajo contenido en oxígeno en uno o más contenedores sellados con una pared de barrera al oxígeno.
- 15 Se divulgan en la presente métodos para almacenar un compuesto elastomérico, que comprenden:
- sellar el compuesto elastomérico en un contenedor y almacenar el compuesto en el contenedor sellado por un periodo de tiempo de al menos 5 días, en donde:
- el compuesto elastomérico no está curado y comprende al menos un elastómero y al menos
- 20 un relleno; y
- el contenedor comprende al menos una pared que rodea el material compuesto, en donde la al menos una pared comprende al menos una capa de barrera al oxígeno, de modo tal que el contenedor tiene una tasa de transmisión de oxígeno no mayor a $100 \text{ cm}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{día} \cdot 101,3 \text{ kPa})$ a 23°C y 0 % de humedad relativa.
- 25 También se divulgan en la presente métodos para mantener o potenciar al menos una propiedad de un compuesto elastomérico o un compuesto formado a partir del compuesto, que comprenden:
- almacenar el compuesto elastomérico en un contenedor sellado por un periodo de tiempo de al menos 5 días, en donde:
- 30 el compuesto elastomérico no está curado y comprende al menos un elastómero y al menos un relleno; y

el contenedor comprende al menos una pared que rodea el material compuesto, en donde la al menos una pared comprende al menos una capa de barrera al oxígeno, de modo tal que el contenedor tiene una tasa de transmisión de oxígeno no mayor a $100 \text{ cm}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{día} \cdot 101,3 \text{ kPa})$ a 23°C y 0 % de humedad relativa.

- 5 Antes de sellar (y almacenar), el método puede comprender someter el compuesto en el contenedor o paquete a al menos un paso que modifique la atmósfera del interior del contenedor para conseguir una atmósfera con un bajo contenido de oxígeno. Opcionalmente, la atmósfera se modifica al purgar el interior del contenedor con al menos un gas que no sea reactivo con el material compuesto (un gas no reactivo), por ejemplo, un gas con menos de
10 10 % de oxígeno, menos de 7 %, menos de 5 %, menos de 2 %, o menos de 1 % de oxígeno. Los gases no reactivos ejemplares incluyen gases inertes, tales como nitrógeno, argón, helio, xenón, u otros gases no reactivos tales como dióxido de carbono, incluyendo mezclas de tales gases. La purga consiste en sustituir al menos una parte del aire presente en el paquete por el al menos un gas no reactivo (por ejemplo, nitrógeno, argón, etc.) de modo tal que la
15 atmósfera contenga al menos 90 % del gas no reactivo, por ejemplo, al menos 91 %, al menos 92 %, al menos 93 %, al menos 94 %, al menos 95 %, al menos 96 %, al menos 97 %, al menos 98 %, o al menos 99 % del gas no reactivo. Dicho de otro modo, la atmósfera contiene al menos 90 % (u otras cantidades divulgadas en la presente) de al menos un gas que no es reactivo con el compuesto elastomérico.
- 20 Como otra opción, la atmósfera se modifica al eliminar una cantidad sustancial de oxígeno del contenedor, por ejemplo, al evacuar el interior del contenedor (o al aplicar vacío al interior del contenedor) por cualquiera de los métodos divulgados en la presente o conocidos en la técnica. El interior del contenedor se puede colocar a cualquier nivel de vacío deseado como se divulga en la presente, en donde el contenedor evacuado puede tener una presión absoluta
25 no mayor a 90 kPa, por ejemplo, no mayor a 80 kPa, no mayor a 70 kPa, no mayor a 60 kPa, no mayor a 50 kPa, no mayor a 40 kPa, no mayor a 30 kPa, no mayor a 20 kPa, no mayor a 10 kPa, no mayor a 5 kPa, o no mayor a 1 kPa. Además de la purga con gas y/o el vacío, o como alternativa, se puede colocar en el contenedor una bolsa con un secuestrante de oxígeno que, con el tiempo, elimine el oxígeno del interior y reduzca así el contenido de
30 oxígeno del interior del contenedor.

Como opción, la atmósfera se modifica al someter el material compuesto en el contenedor (el interior del contenedor que aloja el material compuesto) a al menos un paso de: purgar el interior del contenedor con al menos un gas que no sea reactivo con el material compuesto y aplicar vacío al interior del contenedor. La modificación de la atmósfera puede comprender

uno o varios de estos pasos. Por ejemplo, después de colocar el material compuesto en el interior del contenedor, se puede purgar el interior del contenedor con gas(es) no reactivo(s) seguido o precedido por la aplicación de un vacío al interior del contenedor, en donde esta secuencia de purga con gas inerte/vacío se puede repetir como sea necesario, por ejemplo, una, dos, tres, cuatro o incluso más secuencias de purga del interior del contenedor (el material compuesto en el contenedor) con un gas no reactivo seguido de la aplicación de vacío al interior del contenedor, o una, dos, tres, cuatro o incluso más secuencias de aplicación de vacío al interior del contenedor seguido de la purga del interior del contenedor con un gas no reactivo. Como opción, el paso final tras la(s) secuencia(s) anterior(es) puede ser el sellado del paquete al vacío, por ejemplo, un paquete o paquete empaquetado al vacío (independientemente de la(s) secuencia(s) anterior(es) aplicada(s)). Alternativamente, el paso final después de una o más secuencia(s) puede ser la purga del interior del contenedor con el gas no reactivo, resultando en el compuesto sellado en el contenedor bajo una atmósfera que comprende al menos 90 % de al menos un gas que es no reactivo con el compuesto elastomérico. Como otra opción, un único o múltiples pasos de aplicación de vacío al interior del paquete (sin purga con gas no reactivo) seguido de sellado del paquete. Como alternativa, se pueden realizar uno o múltiples pasos de purga con al menos un gas no reactivo (sin aplicar vacío), seguidas del sellado del paquete (sin aplicar vacío).

El compuesto elastomérico en el paquete o paquete sellado se puede almacenar por al menos 5 días u otros periodos de tiempo divulgados en la presente. El periodo de almacenamiento se puede determinar a partir del momento del sellado. Opcionalmente, el compuesto elastomérico se puede almacenar por al menos 7 días, al menos 2 semanas (14 días), al menos 1 mes, al menos 2 meses, al menos 3 meses, al menos 6 meses, al menos 9 meses, o al menos 1 año o dos años o más, y potencialmente indefinidamente. Como otra opción, el compuesto elastomérico se puede almacenar por un periodo de tiempo en el rango de 5 días a 2 años, de 5 días a 1 año, de 5 días a 6 meses, de 5 días a 3 meses, de 2 semanas (14 días) a 2 años, de 2 semanas (14 días) a 1 año, de 2 semanas (14 días) a 9 meses, de 2 semanas (14 días) a 6 meses, de 2 semanas (14 días) a 3 meses, de 21 días a 1 año, de 21 días a 9 meses, de 21 días a 6 meses, de 21 días a 3 meses, de 1 mes a 1 año, de 1 mes a 9 meses, de 1 mes a 6 meses, de 1 mes a 3 meses, y otros rangos intermedios.

Opcionalmente, el compuesto se puede almacenar bajo condiciones de bajo contenido de oxígeno (atmósfera modificada) inmediatamente después del mezclado o la composición (en los 15 minutos siguientes a la descarga del compuesto del mezclador) o en 1 h, 2 h, 3 h, 6 h, 1 día, 1 semana o 1 mes (30 días) desde la descarga del mezclador, siempre que la degradación del compuesto no sea sustancial. Por ejemplo, el compuesto se puede almacenar

al aire o en frío antes de su empaquetado o de su almacenamiento o transporte a largo plazo. Alternativamente, el material compuesto se puede transportar en aire a una instalación en la cual los materiales compuestos se puedan transferir a paquetes u otras condiciones que ofrezcan un almacenamiento con bajo contenido de oxígeno. Como otra opción, el compuesto se sella en el contenedor bajo aire en el cual la pared de alta barrera al oxígeno previene la entrada sustancial de oxígeno en el contenedor. El sellado en el aire se puede realizar en el plazo de 1 h, 2 h, 3 h, 6 h, 1 día, 1 semana o 1 mes (30 días) después de haber sido descargado de un mezclador.

El compuesto elastomérico se puede almacenar en el paquete o contenedor a cualquier temperatura en el rango de 20 °C a 200 °C. Opcionalmente, el compuesto empaquetado se puede almacenar bajo condiciones ambientales (a temperaturas en el rango de 20 °C a 40 °C o de 20 °C a 30 °C), ya sea en un ambiente con control climático o en un área sin control climático (por ejemplo, un almacén, un camión).

Opcionalmente, el material compuesto se puede almacenar en el contenedor por al menos 5 días a temperaturas elevadas, por ejemplo, una temperatura de al menos 40 °C, tales como temperaturas en el rango de 40 °C a 200 °C, de 40 °C a 180 °C, de 40 °C a 150 °C, de 40 °C a 120 °C, de 40 °C a 100 °C, de 40 °C a 90 °C, de 40 °C a 75 °C, de 50 °C a 200 °C, de 50 °C a 180 °C, de 50 °C a 150 °C, de 50 °C a 120 °C, de 50 °C a 100 °C, de 50 °C a 90 °C, de 50 °C a 75 °C, de 60 °C a 200 °C, de 60 °C a 180 °C, de 60 °C a 150 °C, de 60 °C a 120 °C, de 60 °C a 100 °C, o de 60 °C a 90 °C. En ciertas realizaciones, el material compuesto se puede almacenar a temperaturas elevadas por al menos 7 días, al menos 2 semanas (14 días), al menos 3 semanas (21 días), o al menos 1 mes hasta 6 meses o hasta 1 año. Como opción, el almacenamiento a temperaturas elevadas se realiza por no mayor a 1 mes, no mayor a 2 semanas, o no mayor a 1 semana, por ejemplo, almacenamiento de 5 días a 1 mes.

Como opción, antes del almacenamiento, el material compuesto se puede calentar, por ejemplo, un material compuesto tratado térmicamente bajo una atmósfera sustancialmente libre de oxígeno, por ejemplo, bajo gas inerte o al vacío, en donde la concentración de oxígeno en la atmósfera es menor a 7 %, menor a 5 %, menor a 2 % o menor a 1 %. Bajo tales condiciones, el tratamiento térmico puede ocurrir por un periodo de tiempo de al menos 15 min, al menos 30 min, al menos 1 hora, al menos 2 h, al menos 3 h, al menos 6 h, al menos 12 h, al menos 18 h, al menos 1 día o al menos 2 días y hasta 5 días. El calentamiento puede ocurrir a las temperaturas elevadas divulgadas en la presente, por ejemplo, temperaturas de al menos 40 °C, al menos 50 °C, al menos 60 °C, al menos 70 °C, al menos 80 °C, al menos 90 °C, u otras temperaturas elevadas divulgadas en la presente. El límite superior de

temperatura se puede determinar por la composición del compuesto y/o el contenedor usado. Por ejemplo, dependiendo de si los compuestos comprenden ciertos cauchos sintéticos (o mezclas que contienen cauchos sintéticos) o una mayoría de caucho natural, el compuesto se puede calentar a temperaturas de hasta 200 °C, hasta 180 °C, hasta 160 °C, o hasta 150 °C (por ejemplo, de 40 °C a 160 °C).

El calentamiento o tratamiento térmico se puede realizar en una cámara con una atmósfera sustancialmente libre de oxígeno (por ejemplo, horno, guantera) o en el contenedor o paquete que comprende la(s) pared(es) de barrera al oxígeno. El material compuesto se puede tratar térmicamente en un horno o guantera u otra cámara y transferir después al contenedor o paquete para su sellado y almacenamiento; el material compuesto se puede enfriar a temperatura ambiente (por ejemplo, de 20-40 °C o de 20-30 °C) antes de transferirlo al contenedor o transferirlo en el momento en que el material compuesto tenga una temperatura elevada, como se determina por las temperaturas de sonda divulgadas en la presente. Alternativamente, el compuesto se puede tratar térmicamente en el paquete que tiene la pared de barrera al oxígeno y enfriar en el paquete. Dependiendo de la temperatura del compuesto, se puede usar un empaquetado al vacío termoestabilizado.

Por consiguiente, antes del almacenamiento, el método comprende formar un compuesto elastomérico tratado térmicamente, que comprende calentar un compuesto elastomérico no curado en un contenedor o paquete con una barrera al oxígeno, como se divulga en la presente, a una temperatura de al menos 40 °C por un periodo de tiempo no mayor a 5 días, en donde el compuesto elastomérico comprende al menos un elastómero y al menos un relleno, y en donde se aplica al menos una de las siguientes:

- (i) el interior del contenedor tiene una presión parcial de oxígeno menor a 17 kPa,
- (ii) el interior del contenedor tiene una cantidad de oxígeno no mayor a 10 mmol/kg de compuesto elastomérico,
- (iii) el interior del contenedor tiene una concentración de oxígeno menor a 7 %, por ejemplo, menor a 5 %, menor a 3 %, menor a 2 % o menor a 1 %.

Como otra opción, el material compuesto se descarga del mezclador y se sella bajo una atmósfera modificada, por ejemplo, con una presión parcial de oxígeno menor a 21 kPa (u otros rangos divulgados en la presente), por ejemplo, una atmósfera con al menos 90 % del gas no reactivo, como una atmósfera de nitrógeno, o con una relación oxígeno/elastómero no mayor a 75 mmol/kg de material compuesto elastomérico, o al vacío (por ejemplo, el interior

del contenedor tiene una presión absoluta no mayor a 90 kPa). El periodo de tiempo entre la descarga del mezclador y el sellado bajo una atmósfera modificada puede ser inmediato (por ejemplo, dentro de 5 min, dentro de 10 min, dentro de 15 min) o no mayor a 30 días, por ejemplo, no mayor a 2 semanas, no mayor a 1 semana, no mayor a 1 día, no mayor a 12 h, no mayor a 6 h, no mayor a 3 h, no mayor a 2 h, no mayor a 1 h o no mayor a 30 min. El periodo de tiempo se determina con respecto a la minimización de la cantidad de degradación del material compuesto.

Como otra opción, el material compuesto se puede descargar del mezclador bajo una atmósfera modificada (por ejemplo, atmósfera de gas inerte, como una atmósfera de nitrógeno) y mantener o almacenar bajo una atmósfera modificada (por ejemplo, descargar, transportar y sellar en un paquete, ocurriendo todos los pasos bajo una atmósfera modificada). El material compuesto que se descarga del mezclador (ya sea descargado en la atmósfera modificada o transferido la atmósfera modificada) puede tener una temperatura de sonda de hasta 200 °C (por ejemplo, inmediatamente después de la descarga del mezclador) dependiendo de las condiciones de mezclado y/o de si el material compuesto se enfría.

La temperatura de la sonda del material compuesto es típicamente una temperatura a granel del material compuesto y se puede medir, por ejemplo, al insertar un termopar u otro dispositivo de medición de temperatura en el material compuesto. Opcionalmente, en el momento del sellado en el contenedor o paquete, el material compuesto puede tener una temperatura de sonda en el rango de 20 °C a 200 °C, por ejemplo, de 20 °C a 180 °C, de 20 °C a 100 °C, de 40 °C a 200 °C, o de 40 °C a 100 °C. Típicamente, una vez descargado, el material compuesto puede tener una temperatura de sonda en el rango de 100 °C a 180 °C. Alternativamente, el material compuesto descargado se puede someter a enfriamiento y puede tener una temperatura de sonda en el rango de 20 °C a 60 °C, por ejemplo, de 20 °C a 50 °C, de 20 °C a 50 °C, o de 20 °C a 60 °C. En otras alternativas, el material compuesto tiene una temperatura de sonda en el rango de 30 °C a 100 °C, por ejemplo, de 40 °C a 100 °C, de 50 °C a 100 °C, de 60 °C a 100 °C, de 30 °C a 90 °C, de 40 °C a 90 °C, de 50 °C a 90 °C, de 60 °C a 90 °C, de 30 °C a 60 °C, de 40 °C a 60 °C, o de 30 °C a 50 °C o de 30 °C a 40 °C.

El compuesto elastomérico se puede considerar una mezcla sin curar (por ejemplo, sin vulcanizar o antes de la vulcanización) que comprende relleno(s) y elastómero(s), opcionalmente con uno o más aditivos, en donde los aditivos se discuten con más detalle en la presente. El compuesto empaquetado se puede considerar una mezcla o lote maestro. El compuesto puede ser, opcionalmente, un producto intermediario que se puede someter a procesos subsecuentes de curado o vulcanización para obtener un compuesto de caucho o

un artículo de caucho.

El compuesto elastomérico comprende el relleno disperso en el elastómero. Este compuesto se puede preparar de varias maneras, incluyendo la combinación del al menos un elastómero con el al menos un relleno en un mezclador, como un mezclador intermalla o tangencial (por ejemplo, mezclador Banbury o Brabender), una extrusora, un molino de rodillos, un mezclador continuo u otro equipo de mezclado de caucho. El/los relleno(s) y/o el/los elastómero(s) se pueden combinar en forma seca o en forma húmeda. Los procesos de mezclado en seco involucran mezclar elastómero sólido con relleno en estado seco (no humedecido ni disperso en un líquido). El paso de combinar puede involucrar o incluir proporcionar un flujo continuo bajo presión de al menos un primer fluido que incluya el al menos un relleno (una lechada), y un flujo continuo de al menos un segundo fluido que incluya un látex elastómero; y combinar el primer flujo de fluido y el segundo flujo de fluido para distribuir el relleno dentro del látex elastómero. La mezcla de látex y relleno se puede coagular para formar una miga húmeda, que subsecuentemente se deshidrata para formar el compuesto. Esto también se conoce como proceso de “mezclado húmedo”, que se describe en varias referencias, incluidas las patentes de EE.UU. No. 4,029,633; 3,048,559; 6,048,923; 6,929,783; 6,908,961; 4,271,213; 5,753,742; 6,521,691 y 8,586,651, cuyas divulgaciones se incorporan en la presente como referencia. El mezclador puede ser continuo o de otro tipo.

Como otra alternativa, la publicación PCT No. WO 2020/247663 A1, cuya divulgación se incorpora en la presente como referencia, describe un proceso de mezclado con elastómero sólido y un relleno húmedo que comprende un relleno y un líquido. En las condiciones descritas en la publicación PCT No. WO 2020/247663 A1, la mezcla resulta en un compuesto que comprende el relleno disperso en el elastómero en donde el contenido líquido es lo suficientemente bajo como para permitir la composición y, opcionalmente, pasos adicionales de posprocesamiento, tales como extrusión, calandrado, molienda, granulación, enfardado, composición y laminado. Tales pasos de composición y posprocesamiento se pueden realizar en el compuesto elastomérico independientemente del método de mezcla usado.

Los compuestos también se pueden preparar por mezclado continuo, como se describe en la publicación PCT No. WO 2018/219630, WO 2018/219631, WO 2020/001823, y WO 2020/247663 cuyas divulgaciones se incorporan en la presente como referencia.

Además del relleno y el elastómero, el material compuesto puede contener al menos un aditivo seleccionado de antidegradantes, agentes de acoplamiento, auxiliares de procesamiento (para facilitar el mezclado y el procesamiento del caucho, por ejemplo, varios aceites y

plastificantes, cera), activadores (para activar el proceso de vulcanización, por ejemplo, óxido de zinc y ácidos grasos), aceleradores (para acelerar el proceso de vulcanización, por ejemplo, sulfamidas y tiazoles), agentes vulcanizantes (o curativos, para entrecruzar los cauchos), agentes vulcanizantes (para acelerar el proceso de vulcanización, por ejemplo, 5 óxido de zinc y ácidos grasos). óxido de zinc y ácidos grasos), aceleradores (para acelerar el proceso de vulcanización, por ejemplo, sulfamidas y tiazoles), agentes vulcanizantes (o curativos, para reticular cauchos, por ejemplo, azufre, peróxidos) y otros aditivos del caucho, tales, como retardadores, coagentes, peptizantes, promotores de la adherencia, agentes pegajosos, resinas, retardadores de llama, colorantes y agentes espumantes, entre otros.

10 Como opción, el material compuesto no incluye agentes vulcanizantes, por ejemplo, el material compuesto comprende además al menos un aditivo seleccionado de antidegradantes, agentes de acoplamiento, auxiliares de procesamiento, activadores, aceleradores, retardadores, coagentes, peptizantes, promotores de adhesión (por ejemplo, uso de sales de cobalto para promover la adhesión del cordón de acero a elastómeros

15 basados en caucho, tales como los descritos en la patente de EE. UU. No. 5,221,559 y la publicación de patente de EE. UU. No. 2020/0361242, cuyas divulgaciones se incorporan en la presente como referencia), resinas (por ejemplo, adhesivos, resinas de tracción), retardadores de llama, colorantes, agentes espumantes y aditivos para reducir la acumulación de calor (HBU, por sus siglas en inglés). Opcionalmente, los productos químicos del caucho

20 pueden incluir auxiliares de procesamiento y activadores. Como otra opción, el otro u otros productos químicos para caucho se seleccionan de óxido de zinc, ácidos grasos, sales de zinc de ácidos grasos, cera, aceleradores, resinas y aceite de procesamiento. Las resinas ejemplares incluyen las seleccionadas entre una o más de las resinas de C₅, resinas de C₅-C₉, resinas de C₉, resinas de colofonia, resinas de terpeno, resinas de terpeno modificadas

25 aromáticamente, resinas de dicitopentadieno, resinas de alquilfenol y resinas divulgadas en las patentes de EE. UU. No. 10,738,178, 10,745,545 y la publicación de patente de EE. UU. No. 2015/0283854, cuya divulgación se incorpora en la presente como referencia.

Después de formar inicialmente el material compuesto, por ejemplo, con el mezclado en seco o el mezclado en húmedo o el mezclado de elastómero sólido/relleno húmedo u otros

30 procesos de mezclado, los materiales compuestos se pueden componer opcionalmente con ingredientes adicionales, tales como uno o más de los antidegradantes, óxido de zinc, ácidos grasos, sales de zinc de ácidos grasos, cera, aceleradores, resinas, agentes de acoplamiento y aceite de procesamiento. Como opción, el compuesto, antes de la composición (si la hay) puede contener antidegradantes que se adicionaron durante los procesos iniciales de

35 mezclado en los cuales el relleno se mezcló y dispersó en el elastómero. Dado que los

antidegradantes pueden reaccionar con el oxígeno para prevenir la degradación del caucho, también se pueden considerar un tipo de secuestrante de oxígeno. Los antidegradantes (por ejemplo, antioxidantes) pueden estar presentes en el compuesto en una cantidad en el rango de 0,5 % a 5 %, de 1 % a 5 %, de 0 % a 3 %, de 0,5 % a 3 %, de 1 % a 3 %, de 0 % a 2 %, de 0,5 % a 2 %, o de 1 % a 2 %, basado en el peso del compuesto. Como alternativa, los antidegradantes (por ejemplo, antioxidantes) pueden estar presentes en el material compuesto (después de la mezcla inicial o después de la composición) en una cantidad en el rango de 0,5 a 10 phr, de 0,5 a 5 phr, de 0,5 a 3 phr, de 0,5 a 2 phr, de 1 a 10 phr, de 1 a 5 phr, de 1 a 3 phr, o de 1 a 2 phr.

- 10 Como opción, el compuesto puede comprender agentes vulcanizantes (o agentes de curado o curativos, para reticular cauchos, por ejemplo, azufre, peróxidos) además de cualquier otro aditivo divulgado en la presente, por ejemplo, “compuestos verdes”. Con o sin los agentes vulcanizantes (curado), el material compuesto que se empaqueta de acuerdo con los parámetros y métodos divulgados en la presente se considera no vulcanizado hasta que se
- 15 somete a procesos de vulcanización.

Como opción, el almacenamiento o empaquetado del material compuesto en los contenedores con barrera al oxígeno divulgados en la presente puede permitir que el material compuesto esté sustancialmente libre de cualquier antidegradante o antioxidante. La oxidación o reacción con el oxígeno es un factor de degradación de los compuestos elastoméricos. La eliminación del oxígeno puede hacer innecesaria la adición de antidegradantes o antioxidantes. Como opción, el material compuesto que está sustancialmente libre de cualquier antidegradante puede contener antidegradante en una cantidad no mayor a 1 % en peso del material compuesto, por ejemplo, no mayor a 0,5 %, no mayor a 0,3 %, no mayor a 0,2 %, o no mayor a 0,1 %, por ejemplo, de 0,1 % a 1 %, de 0,2 % a 1 %, de 0,1 % a 0,5 %, de 0,2 % a 0,5 %, de 0,1 % a 0,3 %, de 0,1 % a 0,1 % en peso del material compuesto. Como alternativa, el material compuesto contiene antidegradante(s) en una cantidad en el rango de 0 phr a 0,5 phr, de 0,1 phr a 0,5 phr, de 0,2 phr a 0,5 phr, de 0 phr a 0,3 phr, de 0,1 phr a 0,3 phr, de 0 phr a 0,2 phr, o de 0 phr a 0,1 phr. En formulaciones que están sustancialmente libres de antidegradantes (por ejemplo, sustancialmente libres de antioxidantes), la formulación puede comprender opcionalmente uno o más aditivos, tales como óxido de zinc, ácidos grasos, sales de zinc de ácidos grasos, cera, aceleradores, resinas, agentes de acoplamiento, aceites de procesado y/o agentes vulcanizantes.

20

25

30

Como opción, el compuesto no curado consiste esencialmente o consiste en el relleno disperso en el elastómero, o el compuesto no curado consiste esencialmente o consiste en el

relleno disperso en el elastómero y el antidegradante. Como otra opción, el compuesto no curado consiste esencialmente o se forma por el relleno disperso en el elastómero y el agente de enlace, o el compuesto no curado consiste esencialmente o se forma por el relleno disperso en el elastómero y el antidegradante y el agente de enlace.

- 5 En ciertas realizaciones, el compuesto puede tener un exceso de humedad, como aquellos compuestos fabricados de acuerdo con la publicación PCT No. WO 2020/247663. Por ejemplo, el material compuesto puede tener un contenido de humedad en el rango de 3 % a 20 %, por ejemplo, de 4 % a 20 %, de 5 % a 20 %, de 3 % a 10 %, de 4 % a 10 %, de 5 % a 10 %, de 3 % a 9 %, de 3 % a 8 %, de 3 % a 7 %, de 3 % a 6 %, o de 3 % a 5 %. En ausencia
10 de un antidegradante, estos compuestos son susceptibles a la formación de moho. Los contenedores y paquetes que contienen la pared de barrera al oxígeno pueden permitir el almacenamiento de tales compuestos con exceso de humedad (incluso cuando están sustancialmente libres de antidegradantes), ya que el bajo contenido de oxígeno en el interior del paquete puede reducir el grado de formación de moho (si lo hubiera).
- 15 Una vez empaquetado o almacenado el material compuesto elastomérico en contenedores que comprenden las paredes de barrera al oxígeno divulgadas en la presente, el material compuesto se puede almacenar por al menos 5 días, al menos 1 semana, al menos 2 semanas, al menos 3 semanas, al menos 4 semanas, al menos 3 meses, al menos 6 meses, al menos 9 meses (por ejemplo, de 5 días a 2 años o de 5 días a 1 año u otros periodos de
20 tiempo divulgados en la presente), en donde tales materiales compuestos se pueden referir como materiales compuestos envejecidos o almacenados.

El compuesto almacenado o envejecido resultante y/o los compuestos de caucho fabricados a partir del compuesto almacenado o envejecido pueden mostrar propiedades similares (mantener al menos una propiedad del caucho) o incluso propiedades del caucho mejoradas
25 o aumentadas tras el almacenamiento en comparación con las propiedades en el momento del sellado (empaquetado) y/o en comparación con los compuestos que se almacenaron o envejecieron en condiciones ambientales (por ejemplo, presión parcial de oxígeno ambiental, presión absoluta ambiental, etc., tal como los compuestos almacenados en aire). Los compuestos correspondientes fabricados a partir de tales materiales compuestos
30 almacenados también pueden alcanzar propiedades similares o incluso potenciadas en comparación con los compuestos fabricados a partir de materiales compuestos en el momento del sellado y/o en comparación con los compuestos fabricados a partir de materiales compuestos almacenados o envejecidos bajo condiciones ambientales (por ejemplo, almacenados en aire). En el momento del sellado, las muestras de materiales compuestos se

pueden someter a varias técnicas de medición o mezclar para formar compuestos de caucho cuyas propiedades se miden u obtienen. Tales propiedades medidas de los compuestos en el momento del empaquetado serían una muestra de control (los compuestos de caucho formados a partir del compuesto de la muestra de control serían un compuesto de caucho de control). Después de almacenar o envejecer por un periodo de tiempo, tales como los periodos de tiempo divulgados en la presente, se pueden medir u obtener muestras del compuesto envejecido o almacenado y de las propiedades del compuesto formado subsecuentemente.

En ciertos casos, tales propiedades del caucho se mantienen, por ejemplo, la degradación de las propiedades de no más de 10 %, no más de 5 %, no más de 3 %, no más de 2 %, o no más de 1 % del valor en el momento del empaquetado o sellado. En otros casos, el compuesto envejecido o almacenado y los compuestos correspondientes fabricados a partir del compuesto envejecido o almacenado muestran valores potenciados. El potenciamiento se puede observar en las propiedades del caucho que potencian al menos en 5 % o al menos en 10 % en comparación con las propiedades en el momento del sellado o empaquetado y/o en comparación con los compuestos que se almacenaron o envejecieron en condiciones ambientales (así como para los compuestos correspondientes fabricados a partir de tales compuestos). El potenciamiento puede consistir en una disminución beneficiosa del valor (por ejemplo, del efecto de Payne o de la relación de Payne del compuesto o del compuesto de caucho correspondiente o de la histéresis del compuesto de caucho indicada por el $\tan \delta$ máximo) o en un aumento beneficioso de propiedades tales como la resistencia a la tracción, el esfuerzo de tracción o la relación de módulo del compuesto correspondiente.

Por ejemplo, las propiedades reológicas del compuesto (y de los compuestos formados a partir de tales compuestos) se pueden potenciar debido al almacenamiento del compuesto en los contenedores de alta barrera al oxígeno divulgados en la presente. Un ejemplo de esta propiedad es el efecto de Payne del material compuesto (sin vulcanizar), que se puede indicar por la relación de Payne o la diferencia de Payne. La relación de Payne, definida por $G'(0,3\%) / G'(51,5\%)$, en donde $G'(0,3\%)$ es un módulo de almacenamiento dinámico medido a una amplitud de deformación de 0,3 % y $G'(51,5\%)$ es un módulo de almacenamiento dinámico medido a una amplitud de deformación de 51,5 %. La diferencia de Payne es la diferencia entre $G'(0,3\%)$ y $G'(51,5\%)$. Las propiedades reológicas del compuesto, como la relación de Payne del compuesto, se pueden medir antes y después de almacenar el compuesto por diferentes periodos de tiempo, siempre que la medición se realice antes de la vulcanización. En algunos casos, tras un periodo de al menos 5 días (por ejemplo, al menos 14 días) desde el sellado o almacenamiento del paquete o contenedor (o fabricación del material compuesto), por ejemplo, a temperaturas de al menos 25 °C, o al menos 30 °C, o al menos 40 °C, o al

menos 50 °C, o al menos 60 °C, el compuesto elastomérico tiene una relación de Payne, definida por $G'(0,3\%)/G'(51,5\%)$, que se reduce al menos 10 % (por ejemplo, al menos 15 % o al menos 20 %) en relación con la relación de Payne del compuesto 0 días desde el sellado del paquete. Opcionalmente, el material compuesto tiene una relación de Payne de al menos 1, al menos 1,1, al menos 1,2, al menos 1,3, al menos 1,4, al menos 1,5, o al menos 2, por ejemplo, una relación de Payne de 1 a 15, de 1 a 12, de 1,5 a 15, de 1,5 a 12, de 2 a 15, o de 2 a 12.

A modo de ejemplo, las propiedades del compuesto curado (formado a partir de tales compuestos envejecidos o almacenados) se pueden potenciar de forma beneficiosa, como indican las propiedades del compuesto de caucho, por ejemplo, propiedades reológicas tales como una disminución de la relación de Payne (en al menos 10 %), definida anteriormente, o una disminución de la histéresis (en al menos 10 %) del compuesto de caucho, indicada por el tan δ máximo, o un aumento en al menos 10 % de las propiedades mecánicas tales como la relación de módulo o la relación de esfuerzo de tracción, que es la relación entre el esfuerzo de tracción al 300 % de alargamiento (M300) y el esfuerzo de tracción al 100 % de alargamiento (M100), es decir, M300/M100.

El compuesto se puede empaquetar después de mezclar y dispersar el relleno y en el elastómero o después de etapas adicionales de mezclado en las cuales el compuesto se compone con uno o más aditivos (por ejemplo, antidegradantes, agentes de acoplamiento, auxiliares de procesamiento, activadores, aceleradores, agentes vulcanizantes, como se explica en mayor detalle en la presente) siempre y cuando el compuesto no esté curado. El material compuesto se puede empaquetar inmediatamente después de la descarga de un mezclador o después de un periodo de tiempo y a una temperatura como se divulga en la presente, con una degradación mínima.

Cuando se empaquetan materiales compuestos con elevadas temperaturas a granel o de sonda, el paquete o contenedor se puede seleccionar para soportar tales procesos de llenado en caliente. Pueden ocurrir contracciones u otras deformaciones al enfriar el material compuesto en un paquete, en particular cuando el volumen interior del paquete se somete a una presión reducida, por ejemplo, al vacío. Los paquetes de llenado en caliente típicamente son flexibles y se fabrican para deformarse al enfriarse. También se puede usar el empaquetado al vacío termoestabilizado. Alternativamente, el paquete puede ser muy rígido, como un plástico de alta Tg (por sus siglas en inglés), o uno con paredes gruesas (por ejemplo, paredes de más de 250 μm de espesor), o un contenedor metálico.

Lo(s) relleno(s) y elastómero(s) que forman el compuesto pueden ser cualquier relleno y elastómero conocidos en la industria. Entre los elastómeros se incluyen el caucho natural (NR, por sus siglas en inglés), el caucho natural funcionalizado, los elastómeros sintéticos como el caucho estireno-butadieno (SBR, por sus siglas en inglés, por ejemplo, caucho de estireno-butadieno funcionalizado, caucho de polibutadieno (BR, por sus siglas en inglés), caucho de polibutadieno funcionalizado, caucho de poliisopreno (IR, por sus siglas en inglés), caucho de etileno-propileno (EPDM), elastómeros a base de isobutileno (por ejemplo, caucho butílico), caucho butílico halogenado, caucho policloropreno, cauchos de nitrilo (NBR, por sus siglas en inglés), caucho de nitrilo hidrogenado (HNBR, por sus siglas en inglés), caucho de polisulfuro, elastómeros de poliacrilato, fluoroelastómeros, perfluoroelastómeros, elastómeros de silicona y mezclas de los mismos. Otros polímeros sintéticos que se pueden usar en los presentes métodos (solos o como mezclas) son el SBR hidrogenado y los copolímeros termoplásticos en bloque (por ejemplo, los reciclables). Los polímeros sintéticos incluyen copolímeros de etileno, propileno, estireno, butadieno e isopreno. Otros elastómeros sintéticos incluyen los sintetizados con química de metalloceno en la cual el metal se selecciona de Ce, Pr, Nd, Sm, Gd, Tb, Dy, Ho, Tm, Yb, Lu, Co, Ni, y Ti. También se pueden usar polímeros fabricados a partir de monómeros de origen biológico, tales como los monómeros que contienen carbono moderno de acuerdo con la definición de ASTM D6866, por ejemplo, los polímeros fabricados a partir de monómeros de estireno de origen biológico divulgados en la patente de EE. UU. No. 9,868,853, cuya divulgación se incorpora en la presente como referencia, o polímeros fabricados a partir de monómeros de base biológica, tales como butadieno, isopreno, etileno, propileno, farneseno y comonómeros de los mismos.

Opcionalmente, el material compuesto puede incluir al menos un elastómero sujeto a degradación por exposición al oxígeno, tales como los elastómeros a base de dieno, entre los que se incluyen caucho natural, caucho de estireno-butadieno, caucho de butadieno, caucho de isopreno y mezclas de los mismos. El compuesto puede incluir además otros elastómeros que no sean sustancialmente susceptibles al oxígeno, como se conoce en la técnica. Como otra opción, el al menos un elastómero comprende caucho natural (por ejemplo, al menos 20 %, al menos 30 %, al menos 40 %, al menos 50 %, al menos 60 %, al menos 70 %, al menos 80 %, o al menos 90 % de caucho natural) y puede comprender además al menos un elastómero sintético. Como opción, el al menos un elastómero comprende caucho natural y además comprende al menos un elastómero adicional, tal como caucho de estireno-butadieno, caucho de butadieno, caucho de isopreno o cualquiera de los elastómeros sintéticos conocidos en la técnica o divulgados en la presente.

Se puede usar cualquier relleno conocido en la técnica de los compuestos elastoméricos. El

relleno puede ser particulado, fibroso o similar a placas. Por ejemplo, un relleno de partículas se forma por cuerpos discretos. Tales rellenos pueden tener a menudo una relación de aspecto (por ejemplo, longitud a diámetro) de 3:1 o menos, o 2:1 o menos, o 1,5:1 o menos. Los rellenos fibrosos pueden tener una relación de aspecto de, por ejemplo, 2:1 o más, 3:1 o más, 4:1 o más, o mayor.

El relleno puede comprender al menos un material seleccionado de materiales carbonosos, negro de carbono, sílice, rellenos de origen biológico, tales como la nanocelulosa y la lignina, arcillas, nanoarcillas, óxidos metálicos, carbonatos metálicos, rellenos procedentes de materiales reciclados, incluidos el carbono de pirólisis, el carbono regenerado y el negro de carbono recuperado (por ejemplo, de acuerdo con se define en ASTM D8178-19, rCB), grafenos, óxidos de grafeno, óxido de grafeno reducido (por ejemplo, gusanos de óxido de grafeno reducido de acuerdo con se describe en la publicación PCT No. WO 2019/070514A1, o gránulos de óxido de grafeno reducido densificado de acuerdo con se divulga en la solicitud provisional de EE. UU. No. 62/857,296, presentada el 5 de junio de 2019, y la publicación PCT WO 2020/247681, cuya divulgación se incorpora en la presente como referencia), nanotubos de carbono, nanotubos de carbono de pared simple, nanotubos de carbono de paredes múltiples, nanoestructuras de carbono (CNS, por sus siglas en inglés), fragmentos de nanoestructuras de carbono, nanotubos de carbono de paredes múltiples fracturados (de acuerdo con se divulga en la solicitud PCT No. PCT/US2021/27814, cuya divulgación se incorpora en la presente como referencia) o combinaciones de los mismos, o materiales recubiertos correspondientes o materiales tratados químicamente con los mismos (por ejemplo, negro de carbono tratado químicamente).

Otros rellenos adecuados son las nanoestructuras de carbono (CNS, en singular), una pluralidad de nanotubos de carbono (CNT, por sus siglas en inglés) que están reticulados en una estructura polimérica por estar ramificados, por ejemplo, de forma dendrímica, interdigitados, enredados y/o compartiendo paredes comunes entre sí. Los rellenos CNS se describen en la patente de EE. UU. No. 9,447,259, y la publicación PCT No. WO 2021/247153, cuyas divulgaciones se incorporan en la presente como referencia. También se pueden usar mezclas de rellenos, por ejemplo, mezclas de sílice y negro de carbono, sílice y negro de carbono tratado con silicio, y negro de carbono y negro de carbono tratado con silicio. El relleno se puede tratar químicamente (por ejemplo, negro de carbono tratado químicamente, sílice tratada químicamente, negro de carbono tratado con silicio) y/o modificar químicamente. El relleno puede ser o incluir negro de carbono con un grupo(s) orgánico(s) unido(s). El relleno puede tener uno o más recubrimientos presentes en el relleno (por ejemplo, materiales recubiertos de silicio, material recubierto de sílice, material recubierto de carbono). El relleno

puede estar oxidado y/o tener otros tratamientos superficiales. No hay ninguna limitación con respecto al tipo de relleno (por ejemplo, sílice, negro de carbono u otro relleno) que se puede usar.

El relleno puede comprender un relleno fibroso que incluya fibras naturales, fibras semisintéticas y/o fibras sintéticas (por ejemplo, filamentos de carbono de tamaño nanométrico), como las fibras cortas divulgadas en la publicación PCT No. WO 2021/153643, cuya divulgación se incorpora en la presente como referencia. Otros rellenos fibrosos son la pasta de poli(*p*-fenileno tereftalamida), disponible comercialmente como pasta Kevlar® (DuPont).

Otros materiales adecuados de origen biológico o de base biológica (derivados de fuentes biológicas), materiales reciclados u otros rellenos considerados renovables o sostenibles incluyen el carbono hidrotérmico (HTC, por sus siglas en inglés, en donde el relleno comprende lignina que ha sido tratada por carbonización hidrotérmica como se describe en la patente de EE. UU. No. 10,035,957, y 10,428,218, cuyas divulgaciones se incorporan en la presente como referencia), sílice de cascarilla de arroz, carbono de pirólisis de metano, partículas de polisacáridos modificados por ingeniería, almidón, tierra silíceo, caucho de miga y caucho de miga funcionalizado. Algunos ejemplos de polisacáridos modificados por ingeniería son los descritos en las publicaciones de patentes de EE. UU. No. 2020/0181370 y 2020/0190270, cuyas divulgaciones se incorporan en la presente como referencia en su totalidad. Por ejemplo, los polisacáridos se pueden seleccionar de: poli alfa-1,3-glucano; poli alfa-1,3-1,6-glucano; un polímero insoluble en agua alfa-(1,3-glucano) con un 90 % o más de enlaces α -1,3-glicosídicos, menos de 1 % en peso de puntos de ramificación alfa-1,3,6-glicosídicos, y un grado promedio de polimerización en número en el rango de 55 y 10.000 dextrano; una composición que comprende un compuesto de éster de poli alfa-1,3-glucano; y celulosa insoluble en agua con un grado promedio de polimerización en peso (DPw, por sus siglas en inglés) de aproximadamente 10 a aproximadamente 1000 y una estructura cristalina de celulosa II. Como opción, el al menos un relleno se selecciona de sílice de cascarilla de arroz, lignina, nanocelulosa y carbono hidrotérmico.

No hay ninguna limitación con respecto al tipo de relleno (por ejemplo, sílice, negro de carbono u otro relleno divulgado en la presente) que se puede usar, incluidos los materiales de base biológica (derivados de una fuente biológica) y reciclados (por ejemplo, carbono recuperado). Entre los ejemplos de rellenos recubiertos se incluyen los descritos en la patente de EE. UU. No. 10,519,298, cuya divulgación se incorpora en la presente como referencia. Los ejemplos de rellenos tratados químicamente incluyen rellenos (por ejemplo, negro de carbono) a los

que se ha unido al menos un grupo orgánico (por ejemplo, a través de una reacción de diazonio) como se describe, por ejemplo, en las patentes de EE.UU. No. 5,554,739; 5,630,868; 5,672,198; 5,707,432; 5,851,280; 5,885,335; 5,895,522; 5,900,029; 5,922,118, cuyas divulgaciones se incorporan en la presente como referencia.

- 5 El relleno puede comprender negro de carbono tratado con silicio, una especie que contiene silicio, como un óxido o carburo de silicio, que se distribuye a través de al menos una porción del agregado de negro de carbono como parte intrínseca del negro de carbono. Los negros de carbono tratados con silicio no son agregados de negro de carbono que hayan sido recubiertos o modificados de otro modo, sino que en realidad representan partículas
- 10 agregadas de doble fase. Una fase es el carbono, que seguirá estando presente como cristalito grafitico y/o carbono amorfo, mientras que la segunda fase es la sílice, y posiblemente otras especies que contengan silicio). Así, la fase de especie que contiene silicio del negro de carbono tratado con silicio es una parte intrínseca del agregado, distribuida a lo largo de al menos una porción del agregado. Los negros de carbono tratados con silicio
- 15 Ecoblack™ están disponibles en Cabot Corporation. La fabricación y las propiedades de estos negros de carbono tratados con silicio se describen en la patente de EE. UU. No. 6,028,137, cuya divulgación se incorpora en la presente como referencia. El negro de carbono tratado con silicio puede incluir regiones que contengan silicio principalmente en la superficie agregada del negro de carbono, pero seguir formando parte del negro de carbono y/o el negro
- 20 de carbono tratado con silicio puede incluir regiones que contengan silicio distribuidas por todo el agregado de negro de carbono. El negro de carbono tratado con silicio se puede oxidar.

El al menos un relleno (por ejemplo, negro de carbono, sílice, negro de carbono tratado con silicio, o cualquier otro relleno y combinaciones de los mismos divulgados en la presente) se puede dispersar en el al menos un elastómero con una carga en el rango de 20 phr a 250 phr,

25 por ejemplo, de 20 phr a 240 phr, de 20 phr a 230 phr, de 20 phr a 220 phr, por ejemplo, de 20 phr a 180 phr, de 20 phr a 150 phr, de 20 phr a 120 phr, de 20 phr a 100 phr, de 20 phr a 80 phr, de 20 phr a 60 phr, de 30 phr a 100 phr, de 30 phr a 80 phr, de 30 phr a 60 phr, de 40 phr a 100 phr, de 40 phr a 80 phr, o de 40 phr a 60 phr. Ciertos nanomateriales a base de carbono, tales como grafenos, óxidos de grafeno, óxidos de grafeno reducidos, nanotubos de

30 carbono de pared simple, nanotubos de carbono de paredes múltiples, nanoestructuras de carbono, fragmentos de nanoestructuras de carbono, nanotubos de carbono de paredes múltiples fracturados, pueden dispersarse en el al menos un elastómero con cargas de al menos 0,1 phr, ya sea solo o con uno o más nanomateriales no basados en carbono, tales como negro de carbono, sílice, negro de carbono tratado con silicio y otros rellenos y

35 combinaciones como se divulga en la presente. Los nanomateriales a base de carbono se

pueden dispersar en el al menos un elastómero en cargas en el rango de 0,1 phr a 50 phr, de 0,5 phr a 50 phr, de 0,5 phr a 40 phr, de 0,5 phr a 30 phr, de 0,5 phr a 20 phr, de 0,5 phr a 10 phr, de 0,5 phr a 5 phr, de 0,5 phr a 3 phr, de 0,5 phr a 2 phr, de 0,5 phr a 1 phr, de 1 phr a 20 phr, de 1 phr a 10 phr, de 1 phr a 5 phr, de 1 phr a 3 phr, o de 1 phr a 2 phr. Se pueden contemplar otros rangos, tales como los rangos divulgados en la publicación PCT No. WO 2020/247663 A1, publicación PCT No. WO 2019/070514A1, solicitud de PCT No. PCT/US2021/27814, cuyas divulgaciones se incorporan en la presente como referencia.

Opcionalmente, el al menos un elastómero del compuesto elastomérico comprende al menos 30 % de caucho natural (por ejemplo, al menos 40 %, al menos 50 %, al menos 60 %, al menos 70 %, al menos 80 %, al menos 90 %, al menos 95 %, al menos 99 % de caucho natural) y el al menos un relleno del compuesto elastomérico comprende al menos 50 % de negro de carbono (por ejemplo, al menos 60 %, al menos 70 %, al menos 80 %, al menos 90 %, al menos 95 %, al menos 99 % de negro de carbono).

Cuando el relleno comprende negro de carbono, por ejemplo, al menos 20 %, al menos 30 %, al menos 40 %, al menos 50 %, al menos 60 %, al menos 70 %, al menos 80 %, al menos 90 %, al menos 95 % de negro de carbono, o el relleno es sustancialmente todo negro de carbono, el compuesto no curado puede ser el producto formado por la incorporación de al menos un agente de enlace. Por ejemplo, el compuesto se puede preparar al mezclar al menos un relleno, elastómero (o látex de elastómero) y al menos un agente de enlace, o el compuesto puede comprender además al menos un agente de enlace. Los compuestos preparados en presencia de determinados agentes de enlace, tales como los divulgados en la solicitud PCT No. PCT/US21/62433, presentada el 8 de diciembre de 2021, cuya divulgación se incorpora en la presente como referencia, puede mostrar una degradación reducida con el tiempo, por ejemplo, por al menos 5 días, al menos 1 semana, al menos 2 semanas, al menos 1 mes (al menos 30 días), al menos 2 meses, al menos 30 meses, e incluso al menos 6 meses (al menos 180 días) hasta 1 año (12 meses) o incluso hasta 2 años a temperaturas de al menos 20 °C. Tal degradación reducida puede ser al menos parcialmente aditiva con los beneficios logrados por los métodos de almacenamiento/empaquetado divulgados en la presente. Como opción, el compuesto comprende además al menos un agente de enlace, por ejemplo, un compuesto no curado o lote maestro que comprende relleno y elastómero se preparó de acuerdo con cualquier método conocido en la técnica y posteriormente se sometió a uno o más compuestos u otros pasos de procesamiento con al menos un agente de enlace y opcionalmente al menos un aditivo (por ejemplo, antidegradante u otros aditivos divulgados en la presente) antes de formar un vulcanizado.

Opcionalmente, el agente o agentes de enlace se pueden seleccionar de compuestos con al menos dos grupos funcionales, en donde:

un primer grupo funcional se selecciona de $-NR^1R^2$, $-N(R^1)(R^2)(R^3)^+A^-$, $S-SO_3M^1$, y estructuras representadas por las fórmulas (I) y (II),



en donde A^- es cloruro, bromuro, yoduro, hidroxilo, nitrato o acetato, $X = NH$, O , o S , $Y = H$, OR^4 , NR^4R^5 , $-S_nR^4$, y n es un número entero seleccionado de 1-6, y

un segundo grupo funcional se selecciona de tiocarbonilo, óxido de nitrilo, nitrona, imina de nitrilo, $-S-SO_3M^2$, $-S_x-R^6$, $-SH$, $-C(R^6)=C(R^7)-C(O)R^8$, $-C(R^6)=C(R^7)-CO_2R^8$, $-C(R^6)=C(R^7)-CO_2M^2$, y

10

R^1-R^8 se seleccionan cada uno independientemente de H y alquilo de C_1-C_8 ; M^1 y M^2 se seleccionan independientemente de H , Na^+ , K^+ , Li^+ , $N(R')_4^+$, en donde cada R' se selecciona independientemente de H y alquilo de C_1-C_{20} , y x es un número entero seleccionado de 1-8.

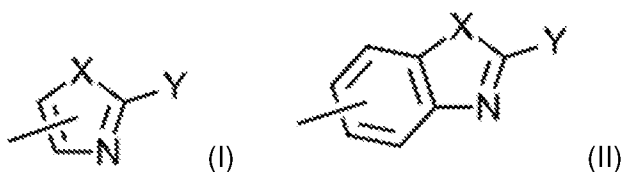
Sin querer estar limitado por ninguna teoría, se cree que mientras que el proceso de mezclado con el relleno húmedo puede potenciar la dispersión del relleno, el agente de enlace puede interactuar con el relleno y/o el elastómero para crear una interacción más fuerte entre el relleno y el elastómero. Opcionalmente, el agente de enlace puede tener al menos dos grupos funcionales, en donde el primer y el segundo grupo funcional pueden interactuar con el elastómero y/o el relleno. La interacción puede involucra adsorción o un enlace químico, por ejemplo, a través de interacciones iónicas, interacciones dipolo-dipolo, enlace de hidrógeno, enlaces covalentes, etc. En el material compuesto, el agente de enlace puede estar presente en la misma forma que cargado en el mezclador o en una forma diferente, por ejemplo, si interactúa con el relleno y/o el elastómero mediante un enlace químico.

15

20

El agente de enlace que comprende al menos dos grupos funcionales puede comprender dos, tres o cuatro o más grupos funcionales. En cualquiera de estas realizaciones, el agente de enlace comprende un primer grupo funcional que se puede seleccionar de $-NR^1R^2$, $-N(R^1)(R^2)(R^3)^+A^-$, $S-SO_3M^1$, y estructuras representadas por las fórmulas (I) y (II),

25



en donde, A⁻ es cloruro, bromuro, yoduro, hidroxilo, nitrato o acetato, X = NH, O, o S, Y = H, OR⁴, NR⁴R⁵, o S_nR⁴, y n es un número entero seleccionado de 1-6. En ciertos aspectos, el primer grupo funcional se puede seleccionar de -NR¹R² (por ejemplo, -NHR¹ o -NH²), -CO₂M¹, y -S-SO₃M¹.

El agente de enlace puede incluir además un segundo grupo funcional, que se puede seleccionar de tiocarbonilo, óxido de nitrilo, nitrona, imina de nitrilo, -S-SO₃M², -S_x-R⁶, -SH, -C(R⁶)=C(R⁷)-C(O)R⁸, -C(R⁶)=C(R⁷)-CO₂R⁸, -C(R⁶)=C(R⁷)-CO₂M². En ciertos aspectos, el segundo grupo funcional se puede seleccionar de -S-SO₃M² y -CR⁶=CR⁷-CO₂M². Cuando el grupo funcional es -CO₂M¹, y -S-SO₃M¹, -S-SO₃M², y -CR⁶=CR⁷-CO₂M², estos se pueden seleccionar de ácidos o sales de los mismos, por ejemplo, M¹ y M² se seleccionan independientemente de H, Na⁺, K⁺, Li⁺, y N(R')₄⁺ (por ejemplo, sales de amonio en donde cada R' se selecciona independientemente de H y alquilo de C₁-C₂₀, tales como alquilo de C₁-C₁₂, o alquilo de C₁-C₆, o de alquilo de C₁-C₄, por ejemplo, sales de monoalquilo, dialquilo, trialquilo o tetralquilo de amonio). Cuando el agente de enlace contiene dos o más grupos M¹ o dos o más grupos M², cada M¹ o M² se puede seleccionar independientemente de H, Na⁺, K⁺, Li⁺ y N(R')₄⁺.

En las realizaciones descritas en la presente, R¹-R⁸ se seleccionan independientemente de H y alquilo de C₁-C₈; M¹ y M² se seleccionan independientemente de H, Na⁺, K⁺, Li⁺, N(R')₄⁺; y x es un número entero seleccionado de 1-8.

Opcionalmente, el primer grupo funcional es capaz de interactuar con el negro de carbono. El negro de carbono puede tener uno o más tipos de grupos funcionales superficiales, tales como, pero no limitados a, grupos que contienen oxígeno, tales como ácido carboxílico (y sus sales), hidroxilos (por ejemplo, fenoles), ésteres o lactonas, cetonas, aldehídos, anhídridos y benzoquinonas. Como otra opción, el segundo grupo funcional es capaz de interactuar con el elastómero sólido. Los elastómeros sólidos pueden ser elastómeros naturales, elastómeros sintéticos y mezclas de los mismos. Por ejemplo, los elastómeros sólidos se pueden seleccionar de caucho natural, caucho natural funcionalizado, caucho de estireno-butadieno, caucho de estireno-butadieno funcionalizado, caucho de polibutadieno, caucho de polibutadieno funcionalizado, caucho de poliisopreno, caucho de etileno-propileno, elastómeros a base de isobutileno, caucho de policloropreno, caucho de nitrilo, caucho de

nitrito hidrogenado, caucho de polisulfuro, elastómeros de poliacrilato, fluoroelastómeros, perfluoroelastómeros, elastómeros de silicona y mezclas de los mismos. Opcionalmente, el elastómero sólido se puede seleccionar de caucho natural, caucho de estireno-butadieno y caucho de polibutadieno. El elastómero sólido puede tener grupos olefínicos y/o puede estar

5 funcionalizado con varios grupos.

Opcionalmente, el primer grupo funcional se puede seleccionar de $-NR^1R^2$ (por ejemplo, $-NH_2$) y $-S-SO_3M^1$ y el segundo grupo funcional se puede seleccionar de $-S-SO_3M^2$ y $-CR^3=CR^4-CO_2M^2$.

El agente de enlace puede comprender más de dos grupos funcionales. Con tales agentes de

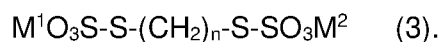
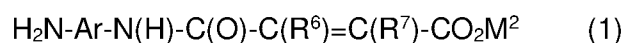
10 enlace, cada grupo funcional adicional, por ejemplo, un tercer, cuarto, etc. grupo funcional, se puede seleccionar de la lista de primer y segundo grupos funcionales de acuerdo como se divulga en la presente. Opcionalmente, se puede usar más de un tipo de agente de enlace para preparar un compuesto.

El agente de enlace puede comprender además al menos un espaciador entre los grupos

15 funcionales primero y segundo. Por ejemplo, uno o más espaciadores se pueden unir entre sí y, en última instancia, a los grupos funcionales primero y segundo. Opcionalmente, el al menos un espaciador se selecciona de $-(CH_2)_n-$, $-(CH_2)_yC(O)-$, $-C(R^9)=C(R^{10})-$, $-C(O)-$, $-N(R^9)-$, y $-C_6H_4-$, en donde y es un número entero seleccionado de 1-10, y R^9 y R^{10} se seleccionan independientemente de H y alquilo de C_1-C_6 .

Los agentes de enlace ejemplares se seleccionan de los compuestos de fórmula (1), fórmula

20 (2) y fórmula (3),



M^1 y M^2 son como se definen en la presente, R^6 y R^7 se seleccionan independientemente de H y alquilo de C_1-C_8 (por ejemplo, se seleccionan independientemente de H y alquilo de C_1-C_6 o se seleccionan independientemente de H y alquilo de C_1-C_4). Opcionalmente, M^1 y M^2 se seleccionan independientemente de H, Na^+ y $N(R^1)_4^+$, por ejemplo, de H y Na^+ , y R^6 y R^7 son iguales, por ejemplo, R^6 y R^7 son H cada uno. Un ejemplo de agente de enlace de fórmula (1)

25 es el (2Z)-4-[(4-aminofenil)amino]-4-oxo-2-butenato de sodio, disponible comercialmente como agente de acoplamiento Sumilink[®] 200 y un ejemplo de agente de enlace de fórmula (2)

30

es el ácido *S*-(3-aminopropil)tiosulfúrico, disponible comercialmente como agente de acoplamiento Sumilink® 100 (Sumitomo). Un ejemplo de agente de enlace de fórmula (3) está disponible comercialmente como aditivo para neumáticos Duralink™ HTS (Eastman Chemical Co.). Otros agentes de enlace son la cistamina y la tiourea.

5 Como opción, el compuesto no curado es un producto de la mezcla de al menos un relleno, un elastómero (o látex) y el al menos un agente de enlace, por ejemplo, durante un método para mezclar de primera etapa con el relleno y el elastómero (o látex), o en combinación con un coágulo resultante de la mezcla de una pasta de relleno y látex, o durante la composición de un compuesto (productivo o no productivo) y/o el procesamiento posterior de un compuesto

10 no curado. Los ejemplos de compuestos y métodos para formar tales compuestos que contienen agentes de enlace se divulgan en las patentes de EE. UU. No. 9,365,497, 10,208,137, 10,343,455, 10,793,702, 10,889,658, y las publicaciones de EE. UU. No. 2018/0105654, 2019/0218350, 2019/0144634, 2019/0241723, y la solicitud PCT No. PCT/US21/62433, presentada el 8 de diciembre de 2021, cuyas divulgaciones se incorporan

15 en la presente como referencia. Por ejemplo, el compuesto no curado es el producto de procesos conocidos de mezclado en seco, por ejemplo, al mezclar el relleno, el elastómero y el al menos un agente de enlace. Como otro ejemplo, el compuesto no curado es un producto para mezclar (en uno o más pasos de mezclado) el al menos elastómero sólido, el relleno húmedo, y el agente de enlace para formar una mezcla, y eliminar al menos una porción del

20 líquido de la mezcla por evaporación, o como se describe en la aplicación PCT No. PCT/US21/62433, presentada el 8 de diciembre de 2021, cuyas divulgaciones se incorporan en la presente como referencia. Como otro ejemplo, el compuesto no curado se prepara al mezclar un relleno húmedo y un elastómero sólido, como se describe en la publicación PCT No. WO 2020/247663 A1, cuya divulgación se incorpora en la presente como referencia, y

25 además se combina con el al menos un agente de enlace como se describe en la solicitud PCT No. PCT/US21/62433, presentada el 8 de diciembre de 2021, cuya divulgación se incorpora en la presente como referencia. La cantidad de agente de enlace adicionada al compuesto, coágulo o compuesto, o cargada en el mezclador (o por cualquiera de los métodos divulgados en la presente) puede estar en el rango de 10 phr o menos, por ejemplo, 6 phr o

30 menos, 5 phr o menos, 4 phr o menos, 3 phr o menos, o 2 phr o menos, por ejemplo, una cantidad en el rango de 0,1 phr a 10 phr, de 0,1 phr a 8 phr, de 0,1 phr a 6 phr, de 0,1 phr a 5 phr, de 0,1 phr a 4 phr, de 0,1 phr a 3 phr, o de 0,1 phr a 2 phr, u otras cantidades como las divulgadas en la solicitud PCT No. PCT/US21/62433, presentada el 8 de diciembre de 2021, cuya divulgación se incorpora en la presente como referencia.

35 El compuesto elastomérico se puede almacenar en cualquier forma, por ejemplo, láminas,

bloques o piezas más pequeñas, tales como fritas, por ejemplo, balas de tales piezas más pequeñas como una bala de fritas. Se pueden formar pequeñas piezas de compuesto usando un granulador, como se divulga en la patente de EE. UU. No. 7,341,142, cuya divulgación se incorpora en la presente como referencia. La forma del compuesto elastomérico puede afectar a la cantidad de oxígeno presente en el contenedor. Por ejemplo, una bala de fritas dispuestas aleatoriamente puede tener una porosidad de al menos 25 %.

Al mezclar elastómero con relleno, puede ocurrir cierta degradación del caucho. En ciertos casos, los compuestos elastoméricos que tienen rellenos dispersos, tales como negro de carbono, sílice, negro de carbono tratado con silicio, o cualquier carga divulgada en la presente, se pueden beneficiar de los contenedores, paquetes y/o métodos de almacenamiento divulgados en la presente. La distribución y dispersión del relleno en la red de elastómeros se puede indicar por un “estado de dispersión” o macrodispersión. Opcionalmente, la macrodispersión se puede indicar por una distribución granulométrica “ d_{90} ”, en donde el tamaño de las partículas se determina al medir el % de contribución de área de las partículas $> 2 \mu\text{m}$. La contribución de las partículas a la superficie de un área de formación de imágenes y la superficie total de formación de imágenes (μm^2) de una imagen se pueden determinar a partir del número de píxeles y la resolución de la imagen. Una imagen puede tener dimensiones de ancho y altura, cada una de ellas indicada en número de píxeles, y el área correspondiente se puede indicar como (píxeles)². Para un área, la resolución se puede expresar como ($\mu\text{m}/\text{píxel}$)². El área de imagen es el producto de:

$$(\text{área}) * (\text{resolución}).$$

Como opción, el d_{90} es el diámetro equivalente de área (μm) de las partículas de relleno en el material compuesto, en donde d_{90} es no mayor a 100 μm , por ejemplo, no mayor a 90 μm , no mayor a 80 μm , no mayor a 70 μm , no mayor a 60 μm , no mayor a 50 μm , o no mayor a 40 μm , no mayor a 30 μm , no mayor a 20 μm , o no mayor a 10 μm .

Como opción, el material compuesto tiene un $G'(10 \%)$ de al menos 50 kPa, por ejemplo, al menos 100 kPa, o al menos 200 kPa, por ejemplo, el $G'(10 \%)$ está en el rango de 50 a 1.500 kPa, de 100 a 1.500 kPa, de 200 a 1.500 kPa, de 100 a 1.000 kPa, o de 200 a 1.000 kPa, en donde $G'(10 \%)$ es un módulo de almacenamiento dinámico medido a una amplitud de deformación de 10 %.

EJEMPLOS

Para obtener datos sobre el rendimiento de cada uno de los vulcanizados se realizaron las

siguientes pruebas:

La tensión de tracción al 100 % de alargamiento (M100) y la tensión de tracción al 300 % de alargamiento (M300) se evaluaron por ASTM D412 (Método de prueba A, matriz C) a 23 °C, 50 % de humedad relativa y a una velocidad de cruceta de 500 mm/min. Se usaron extensómetros para medir la tensión de tracción. La relación M300/M100 se denomina relación de tensión de tracción (o relación de módulo).

El $\tan \delta$ máximo se midió con un reómetro ARES-G2 o ARES 2K (Fabricante: TA Instruments) usando una geometría de placas paralelas de 8 mm de diámetro en modo torsional. El tamaño de la probeta vulcanizada fue de 8 mm de diámetro y aproximadamente 2 mm de espesor. El reómetro funcionó a una temperatura constante de 60 °C y a una frecuencia constante de 10 Hz. Se realizaron barridos de deformación de 0,1-63 % de amplitud de deformación. Las mediciones se realizaron en diez puntos por década y se comunicó el $\tan \delta$ máximo medido ("tan δ máx"), también referido como "tan δ ", a menos que se especifique lo contrario. La relación de Payne del compuesto se calculó a partir de la relación entre el módulo de almacenamiento dinámico G' a una deformación de 0,1 % y G' a una deformación de 50 %, es decir, $G'(0,1 \%) / G'(50 \%)$.

Las propiedades reológicas se determinaron con un analizador de procesos de caucho (RPA (por sus siglas en inglés); D-RPA 3000, MonTech Rubber Testing Solutions). Se cortó una muestra (5 g) de los compuestos de caucho. La temperatura se configuró a 100 °C y se usó una frecuencia de esfuerzo de corte de 1 Hz a lo largo de todo el procedimiento de la prueba. El programa de prueba fue estático por 5 minutos, posteriormente 10 ciclos de esfuerzo de corte a una deformación de 50 %, seguidos de 30 minutos a una deformación de 0,3 % y, por último, un barrido de deformación de 0,3-51,5 %. La relación de Payne del material compuesto se calculó a partir de la relación entre el módulo de almacenamiento dinámico G' a una deformación de 0,3 % y G' y una deformación de 51,5 %, es decir, $G'(0,3 \%) / G'(51,5)$.

Ejemplo 1

Este Ejemplo describe los resultados de almacenar diferentes porciones del mismo compuesto elastomérico bajo aire, nitrógeno y vacío cuando el compuesto elastomérico se preparó por un proceso de mezclado de líquidos.

El compuesto se preparó por el proceso de líquidos de la patente de EE. UU. No. 8,586,651, Ejemplo 2, excepto como se indica en la presente. El látex elastómero (MVL Field Latex diluido y sin pastas) tuvo un contenido de caucho seco de 28 % en peso y la pasta de relleno contuvo

3-14 % en peso de negro de carbono (negro de carbono Propel® E7, "E7"; Cabot Corporation). Las velocidades de flujo se ajustaron para brindar una carga final de negro de carbono de 55 phr a la velocidad de producción deseada. El nivel promedio de carga de negro de carbono del compuesto resultante fue de 55 phr. El compuesto deshidratado se masticó, se mezcló con 2 phr de antioxidante (6PPD) y se secó en un mezclador continuo (Farrel Unimix Continuous Mixer (FCM), equipado con dos rotores #15; operando a 190-320 rpm, Farrel Corporation, Ansonia, CT) y se volvió a masticar, enfriar y secar en un molino abierto.

El compuesto se transformó en fritas al procesar una tira de 90 mm a través de un granulador para formar piezas más pequeñas con dimensiones de aproximadamente 80 mm de longitud por 8 mm de ancho y 8 mm de espesor. Los métodos de corte de tiras con un granulador se divulgan en la patente de EE. UU. No. 7,341,142, cuya divulgación se incorpora en la presente como referencia. A continuación, las fritas se dividieron en varias muestras que se almacenaron en una serie de condiciones enlistadas en la Tabla 3.

Después del almacenamiento, todos los compuestos elastoméricos se mezclaron en un mezclador interno C. W. Brabender de 300 mL equipado con paletas de leva de acuerdo con la formulación mostrada en la Tabla 1 y el protocolo mostrado en la Tabla 2. El acelerador BBTS fue (sulfenamida de *N*-terc-butil-2 benzotiazol), de Akrochem, Akron, Ohio. Las condiciones de composición fueron: temperatura de inicio = 40 °C; velocidad del rotor = 60 rpm; factor de llenado = 60 %.

Tabla 1

Formulación	(phr)
Para compuesto elastomérico	
NR Látex	100
CB E7	55
6PPD	2
Para la composición	
Compuesto elastomérico	157
Óxido de zinc	4
Ácido esteárico	2
6PPD	0,5
Acelerador BBTS	0,8
Azufre	1,2

Tabla 2

Tiempo (s)	Descripción
0	Adicionar compuesto elastomérico, iniciar temporizador
120	Adicionar óxido de zinc, 6PPD y ácido esteárico
240	Adicionar BBTS y azufre
300	Verter - verificar la temperatura y el peso del compuesto

Posteriormente, los compuestos se laminaron en un laminador de 2 rodillos operando a 50 °C a una velocidad de 10,5 m/min, seguido de cuatro pases (laminados en sentido longitudinal) a través del laminador con una separación de contacto de aproximadamente 5 mm. Las muestras se curaron en una prensa calentada a 150 °C por 30 minutos.

La Tabla 3 presenta las condiciones de almacenamiento de cada compuesto (antes de la composición) y las propiedades del compuesto y de los compuestos resultantes (vulcanizados). “Tiempo” en la Tabla 3 se refiere al número de días que la muestra estuvo almacenada en las condiciones indicadas.

En la Tabla 3, “Atm” se refiere a si la muestra se almacenó en aire, nitrógeno (“N₂”) o vacío (“Vacío”). Para las muestras almacenadas al vacío, los materiales compuestos se colocaron en bolsas metalizadas (película de barrera Marvelseal® 360 de Berry Global, Inc., una lámina de nylon/PE/aluminio/PE/LLDPE biaxialmente orientada (capa sellante); espesor total de la película = 132 µm; tasa de transmisión de oxígeno = 0,009 cm³/(m²·día·101,3 kPa) a 0 % RH, 23 °C [73 °F]). A las tres horas de la producción del compuesto, las bolsas se purgaron con nitrógeno, se evacuaron para alcanzar una presión de 84,7 kPa y se sellaron. En el caso de las muestras almacenadas bajo nitrógeno, a las tres horas de su producción, los materiales compuestos se colocaron en bolsas metalizadas, se evacuaron, se purgaron con nitrógeno y se sellaron a presión ambiente a las tres horas de su producción. Los pasos de purga con gas y evacuación se realizaron con una termoselladora de boquilla retráctil AmeriVacs AVN.

En la Tabla 3, “Temp” se refiere a la temperatura de almacenamiento del compuesto. “60 °C” se refiere a las muestras almacenadas a 60 °C (50 % de humedad relativa), lo que se consiguió al colocar las muestras en un horno (incluidas las muestras almacenadas en una bolsa). Una vez almacenadas a 60 °C por el periodo de tiempo designado, las muestras se dejaron equilibrar a temperatura ambiente durante la noche antes de la composición. “20 °C” se refiere a muestras almacenadas en habitaciones climatizadas con control de temperatura a 20 ± 3 °C.

Las propiedades del compuesto de referencia se midieron antes del sellado (Día = 0, es decir, sin almacenamiento). Los valores indicados en la Tabla 3 para las muestras almacenadas bajo aire acondicionado son valores medios obtenidos a partir de seis muestras. Los valores indicados para las muestras almacenadas a 60 °C son valores medios obtenidos a partir de cuatro muestras. Todas las propiedades indicadas son para vulcanizados, excepto cuando se indica para compuestos indicados con "(C)".

Tabla 3

Tiempo (días)	Atm	Temp	Relación de Payne (C)	G'(0,3 %), kPa (C)	G'(51,5 %), (kPa)(C)	tan δ máx	M100 (MPa)	M300 (MPa)	M300/M100	Relación de Payne	G'(0,1 %), (MPa)	G'(50 %), (MPa)
0	Aire	20 °C	2,9	999	341	0,136	3,0	19,1	6,3	3,2	4,5	1,4
60	Aire	20 °C	3,3	1107	337	0,137	3,1	18,6	6,0	3,4	5,3	1,6
90	Aire	20 °C	3,6	1234	345	0,142	3,1	18,7	6,0	3,4	5,3	1,6
60	N ₂	20 °C	2,9	1046	363	0,126	2,9	18,8	6,5	2,9	4,3	1,5
90	N ₂	20 °C	2,8	1029	369	0,128	2,7	17,7	6,4	2,9	4,0	1,4
60	Vacío	20 °C	2,9	1056	368	0,121	2,9	18,7	6,4	2,8	4,4	1,5
90	Vacío	20 °C	2,9	1050	361	0,124	2,9	18,6	6,4	2,8	4,0	1,4
2	Aire	60 °C	3,1	1040	339	0,148	2,7	18,5	6,7	3,3	4,3	1,3
5	Aire	60 °C	3,1	1046	337	0,152	2,9	18,3	6,3	3,5	4,7	1,3
7	Aire	60 °C	3,3	1115	333	0,154	2,9	18,6	6,4	3,5	4,6	1,3
14	Aire	60 °C	3,6	1144	318	0,163	2,9	18,5	6,4	3,7	4,6	1,2
21	Aire	60 °C	3,9	1219	316	0,159	3,1	18,7	6,1	3,8	5,5	1,5
2	N ₂	60 °C	2,8	1057	372	0,132	2,9	19,5	6,7	3,0	4,1	1,4
5	N ₂	60 °C	2,7	1033	377	0,126	2,8	18,3	6,6	2,8	3,7	1,3
7	N ₂	60 °C	2,8	1070	381	0,13	2,9	19,4	6,7	2,9	3,8	1,3
14	N ₂	60 °C	2,8	1077	390	0,127	2,9	19,8	6,9	2,8	3,7	1,3
21	N ₂	60 °C	2,9	1084	379	0,122	2,8	19,3	6,9	2,7	3,4	1,2
2	Vacío	60 °C	2,8	1035	364	0,132	2,8	19,1	6,8	2,9	4,0	1,3
5	Vacío	60 °C	2,7	1043	382	0,127	2,8	18,4	6,7	2,8	3,7	1,3
7	Vacío	60 °C	2,7	1025	377	0,128	2,7	18,8	6,9	2,9	3,8	1,3
14	Vacío	60 °C	2,7	1018	375	0,122	2,9	19,6	6,9	2,6	3,2	1,2
21	Vacío	60 °C	2,8	1080	385	0,121	2,8	19,4	7,0	2,7	3,5	1,3

Los datos de la Tabla 3 proporcionan las propiedades del compuesto almacenado y del compuesto resultante, es decir, el vulcanizado producido a partir del compuesto almacenado. En cuanto a las propiedades del compuesto, la relación de Payne, disminuye de forma beneficiosa para las muestras almacenadas en nitrógeno y al vacío en comparación con las muestras almacenadas en aire por un periodo de 90 días. En cuanto a las propiedades de los compuestos, se observa que, en todas las condiciones de temperatura, las muestras de nitrógeno y empaquetadas al vacío muestran una retención o disminución de los valores de tan δ máximos y de la relación de Payne. Por el contrario, el tan δ máximo aumenta para todas las muestras almacenadas en aire (con un contenido estándar de oxígeno del 21 %) por el

periodo de 90 días. Este efecto es pronunciado cuando se almacena a 60 °C, como se observa por el aumento del tan δ máximo de las muestras almacenadas en aire contra la disminución correspondiente de las muestras almacenadas en nitrógeno o al vacío. Los presentes materiales compuestos y los compuestos correspondientes proporcionan una mejora de la histéresis muy inesperada en comparación con las muestras almacenadas en aire (es decir, no almacenadas en un contenedor con barrera de oxígeno).

Ejemplo 2

Este Ejemplo describe los resultados de almacenar diferentes porciones del mismo compuesto elastomérico bajo aire, nitrógeno y vacío cuando el compuesto se preparó por procesos de mezclado en seco.

Todas las muestras se prepararon con negro de carbono de grado ASTM N234, proporcionado como negro de carbono VULCAN® 7H ("V7H"; Cabot Corporation). El elastómero usado fue caucho natural RSS3 de grado estándar (Hokson Rubber, Malasia). Las descripciones técnicas de este caucho natural están ampliamente disponibles, tal como en *Rubber World Magazine's Blue Book* publicado por Lippincott and Peto, Inc. (Akron, Ohio, EE. UU.).

La mezcla del compuesto se realizó en una única etapa con un mezclador BR-1600Banbury® ("BR1600"; Fabricante: Farrel). Los compuestos resultantes se mezclaron en una única etapa en un mezclador interno C. W. Brabender de 439 mL. La Tabla 4 muestra las formulaciones para el mezclado y la composición. Las perlas de cera eran perlas de cera Akrowax™ 5031 de Akrochem, Akron, Ohio.

Tabla 4

Formulación	(phr)
Para compuesto elastomérico	
NR	100
CB V7H	50
6PPD	2
Para la composición	
Compuesto elastomérico	152
Óxido de zinc	3
Ácido esteárico	2
6PPD	0,5
Antioxidante DQ Gránulos	1,5
Perlas de cera	1,5

Acelerador BBTS	1,4
Azufre	1,2

El protocolo de mezcla se muestra en la Tabla 5, en donde la mezcla se realizó en las siguientes condiciones: temperatura de la unidad de control de temperatura (TCU, por sus siglas en inglés) = 50 °C; velocidad del rotor = 80 rpm, factor de llenado = 60 %, y presión del ariete = 2,8 bar.

Tabla 5

Tiempo o Temperatura del paso	Descripción del paso
0 s	Adicionar NR
60 s	Adicionar 2/3 de relleno
120 s	Barrer/adicionar relleno restante
150 s	Barrer
140 °C	Adicionar 6PPD
	Barrer/Raspar
160 °C	Verter

Los compuestos resultantes se laminaron en un laminador operando a 50 °C y a aproximadamente 37 rpm, seguido de seis pasadas de rodillo final con una separación de contacto de aproximadamente 5 mm. Las láminas de material compuesto se dividieron en varias muestras que se almacenaron en aire o en nitrógeno. Para las muestras en un ambiente de nitrógeno, los compuestos elastoméricos se colocaron en una guantera purgada con nitrógeno (concentración de oxígeno menor al 2 %). Todas las muestras se almacenaron en una atmósfera climatizada (20 °C).

Los protocolos de composición se muestran en la Tabla 6, en donde la composición se realizó en las siguientes condiciones: Temperatura de TCU = 40 °C, velocidad del rotor = 60 rpm, factor de llenado = 60 %.

Tabla 6

Tiempo (s)	Descripción
0	Adicionar compuesto lentamente (60 s para ingerir + 60 s masticación)
120	Adicionar óxido de zinc, ácido esteárico y 6PPD
240	Barrer/Raspar - adicionar BBTS y azufre (premezclado)
300	Verter

Los compuestos resultantes se laminaron en un laminador de 2 rodillos operando a 50 °C y 37 rpm, seguido de cuatro pases (laminados en sentido longitudinal) a través del laminador con una separación de contacto de aproximadamente 5 mm. Las muestras se curaron en una prensa calentada a 150 °C por 30 minutos.

- 5 Las propiedades del compuesto y del material compuesto se muestran en la Tabla 7, en donde “Atm” es como se define en el Ejemplo 1. Las propiedades del compuesto de referencia se midieron antes del sellado (Día = 0, es decir, sin almacenamiento).

Tabla 7

Tiempo (días)	Atm	Temp	Relación de Payne (C)	G'(0,3 %), (kPa) (C)	G'(51,5 %), (kPa) (C)	tan δ máx	M100 (MPa)	M300 (MPa)	M300/M100	Relación de Payne	G'(0,1 %), (MPa)	G'(50 %), (MPa)
0	Aire	20 °C	5,5	1597	287	0,205	3,2	17,2	5,4	5,2	7,6	1,5
30	Aire	20 °C	6,0	1636	272	0,217	3,3	17,1	5,3	5,7	8,2	1,5
90	Aire	20 °C	6,3	1719	276	0,225	3,0	15,8	5,2	5,9	7,9	1,4
180	Aire	20 °C	6,3	1701	270	0,228	3,3	16,8	5,2	6,4	10,6	1,7
30	N ₂	20 °C	4,8	1510	316	0,182	3,2	17,6	5,6	4,3	5,6	1,3
90	N ₂	20 °C	4,6	1519	331	0,192	3,0	16,8	5,6	4,8	6,2	1,3
180	N ₂	20 °C	4,3	1458	345	0,187	3,2	17,8	5,6	4,5	6,9	1,5

- 10 De los datos de la Tabla 7 se desprende que los compuestos almacenados bajo nitrógeno muestran valores de la relación de Payne menores en comparación con las muestras almacenadas en aire por el mismo tiempo. En cuanto a las propiedades del compuesto (vulcanizado), los valores de tan δ máximos de las muestras almacenadas al aire aumentan a lo largo de los 180 días. En cambio, los valores de tan δ máximos de las muestras
- 15 almacenadas en nitrógeno fueron notablemente menores a los de las muestras almacenadas en aire. Las muestras almacenadas en nitrógeno también presentaban una relación de esfuerzo de tracción ligeramente mayor (M300/M100) y una relación de Payne menor en comparación con las muestras almacenadas en aire (es decir, no almacenadas en un contenedor con barrera de oxígeno).

20 **Ejemplo 3**

Este Ejemplo describe los resultados de almacenar diferentes porciones del mismo compuesto elastomérico bajo aire o nitrógeno cuando el compuesto se preparó al mezclar un relleno húmedo con un elastómero sólido. El compuesto se almacenó en forma de láminas.

- Todas las muestras se prepararon con negro de carbono de grado ASTM N234, proporcionado como negro de carbono VULCAN® 7H ("V7H"; Cabot Corporation). El elastómero usado fue caucho natural RSS3 de grado estándar (Sri Trang Agro-Industry Public Company Limited, Tailandia). El negro de carbono húmedo se preparó al moler gránulos de negro de carbono seco con un molino MicroJet modelo 8" para generar partículas de negro de carbono esponjosas con un diámetro de partícula de 99,0 % menor a 10 µm. Posteriormente, este negro de carbono esponjoso se granuló en húmedo en una granuladora de agujas. El negro de carbono húmedo resultante (negro de carbono rehumedecido) tuvo un contenido de humedad de 57 %.
- Los compuestos se prepararon mediante un proceso de mezclado en dos etapas seguido de una composición en dos etapas para generar los vulcanizados. Las formulaciones se muestran en la Tabla 8; la carga de negro de carbono se indica en base seca.

Tabla 8

Formulación (phr)	
Para compuesto elastomérico	
RSS3	100
CB Vulcan® 7H	50
6PPD	2
Composición-1	
Compuesto elastomérico	152
Óxido de zinc	3
Ácido esteárico Grado de caucho	2
6PPD	0,5
Antioxidante DQ Gránulos	1,5
Perlas de cera	1,5
Composición-2	
Acelerador BBTS Polvo	1,4
Azufre	1,2

- La primera etapa de mezclado del compuesto se realizó en un mezclador tangencial Kobelco BB-72 equipado con rotores 4WN (66 L de capacidad), con un factor de llenado de 66 %. La cámara de mezclado, los rotores y el ariete se calentaron con una TCU a 75 °C. La presión del ariete fue de 15,5 MPa. La presión del ariete fue de 15,5 MPa. Tras la primera etapa de mezclado, el compuesto se procesó en una extrusora de doble aguja de descarga Kobelco TSR-125 equipada con cuchillas estacionarias (Kobelco Kobe Steel Group).

El protocolo de mezclado de la primera etapa se muestra en la Tabla 9. Los tiempos de lote resultantes fueron de 9,2-9,4 minutos. La composición la primera etapa tuvo un rango de temperatura de sonda de 123-131 °C y un contenido de humedad de 4 %.

Tabla 9

RPM del mezclador	Descripción
45	Adicionar goma al mezclador en 20 s
45	Masticar la goma hasta 110 °C
60	Adicionar 1/2 relleno en 20 s
80	Mezclar hasta 130 °C
60	Adicionar 1/4 relleno en 20 s
80	Mezclar hasta 130 °C
60	Adicionar 1/4 relleno en 20 s
80	Mezclar hasta 168 °C
60	Adicionar 6PPD en 20 s
80	Mezclar hasta 175 °C y descargar el lote

5

El protocolo de mezcla de la segunda etapa se muestra en la Tabla 10. La segunda etapa de mezclado del compuesto se realizó en un mezclador tangencial Kobelco BB-16, equipado con rotores 6WI (14 L de capacidad), con un factor de llenado de 40 % (Kobelco Kobe Steel Group). La cámara de mezclado y los rotores se mantuvieron a temperatura constante usando una TCU ajustada a 50 °C. El mezclado se realizó con el ariete elevado a su posición más alta, por lo que no aplicó ninguna presión al contenido del mezclador. El tiempo transcurrido entre la primera y la segunda etapa de mezclado del compuesto no fue mayor a 2 h. Tras la masticación inicial, la segunda etapa de mezclado del compuesto se realizó bajo control PID (por sus siglas en inglés, proporcional integral diferencial), que permite el control automatizado de la temperatura del lote mediante un bucle de realimentación. Un termopar insertado a través de la puerta de caída del mezclador mide la temperatura del lote, que se transmite a un controlador PID. La salida del regulador se usa para controlar la velocidad de los rotores del mezclador. El protocolo de mezclado de composición de la segunda etapa se muestra en la Tabla 10. La composición de la segunda etapa tuvo una temperatura de sonda de 133-140 °C y un contenido de humedad < 1 %.

10

15

20

Tabla 10

Revoluciones del mezclador	Descripción
35	Adicionar compuesto al mezclador

35	Masticar con el ariete levantado por 90 s
35-50	Masticar con el ariete levantado por 390 s; temperatura del lote controlada automáticamente mediante control PID, usando un punto de ajuste de 135 °C

Tras la segunda fase de mezcla, el compuesto se procesó en una extrusora de doble aguja TSR-125 equipada con una matriz de rodillos (Kobelco Kobe Steel Group) para crear láminas. Tras 27 días bajo condiciones ambientales, los materiales compuestos se almacenaron como

5 láminas en las condiciones indicadas en la Tabla 13. Las temperaturas de almacenamiento fueron de 20 °C (aire acondicionado) y las muestras se almacenaron en aire o en una guantera purgada con nitrógeno ("N₂"), (concentración de oxígeno menor a 2 %).

La composición en dos etapas se realizó con el mezclador BR1600 en las siguientes condiciones: Temperatura de TCU = 50 °C (primera y segunda etapas); velocidad del rotor =

10 80 rpm (primera etapa) o 60 rpm (segunda etapa); factor de llenado = 68 % (primera etapa) o 65 % (segunda etapa); presión del ariete = 2,8 bar (primera y segunda etapas). Los protocolos de composición de la primera y segunda etapas se muestran en las Tablas 11 y 12, respectivamente.

Tabla 11

Tiempo (s)	Descripción Etapa 1 de la composición
0	Adicionar compuesto
30	Adicionar formulación "composición-1"
90	Raspar/Barrer
150	Verter a 150 s, ajustar RPM hasta temperatura < 125 °C

Tabla 12

Tiempo (s)	Descripción Etapa 2 de la composición
0	Adicionar 1/2 compuesto de la fase 1/formulación "composición-2"/compuesto restante de la fase 1
30	Barrer
90	Verter, ajustar RPM hasta temperatura < 115 °C

Después de cada etapa de composición, los compuestos se laminaron en un laminador de 2 rodillos operando a 50 °C y a aproximadamente 37 rpm, seguido de seis pases de rodillos

5 finales por el laminador con una separación de contacto de aproximadamente 5 mm. Las muestras de la etapa 2 se curaron en una prensa calentada (150 °C, 1134 kg [2500 lb]) por un tiempo (30 min). Las propiedades del vulcanizado se muestran en la Tabla 13. Las propiedades del compuesto de referencia se midieron antes del sellado (Día = 0, es decir, sin almacenamiento)

Tabla 13

Tiempo (días)	Atm	Temp	tan δ máx	M100 (MPa)	M300 (MPa)	M300/M100	Relación de Payne	G'(0,1 %), (MPa)	G'(50 %), (MPa)
0	Aire	20 °C	0,176	2,9	16,6	5,8	4,3	5,3	1,3
90	Aire	20 °C	0,186	2,8	14,7	5,3	4,3	6,2	1,5
90	N ₂	20 °C	0,166	2,8	15,5	5,6	3,8	5,2	1,4
180	N ₂	20 °C	0,151	2,9	16,1	5,5	3,5	5,8	1,7

De los datos de la Tabla 13 se desprende que los valores de tan δ máximos para las láminas almacenadas al aire a 20 °C se mantienen o aumentan a lo largo de 180 días. En cambio, las muestras almacenadas bajo nitrógeno han disminuido notablemente los valores de tan δ máximos después de 180 días de almacenamiento. Además, las muestras almacenadas en nitrógeno muestran menores disminuciones de la tensión de tracción que las muestras almacenadas a 20 °C en aire. Asimismo, solamente las muestras almacenadas bajo nitrógeno mostraron valores reducidos de la relación de Payne.

15 **Ejemplo 4**

Este Ejemplo describe los resultados de almacenar diferentes porciones del mismo compuesto elastomérico como láminas bajo aire o vacío, en donde el compuesto se preparó al mezclar un relleno húmedo con un elastómero sólido y un agente de enlace, y una evaluación de las propiedades del compuesto preparado a partir del compuesto.

20 Todas las muestras se prepararon con negro de carbono de grado ASTM N234, proporcionado como negro de carbono VULCAN® 7H ("V7H"; Cabot Corporation). Los gránulos de negro de carbono húmedo tuvieron un contenido de humedad de 56 % y se prepararon al molerlos con un molino MicroJet modelo 8" para generar partículas de negro de carbono esponjosas con un diámetro de partícula de 99,5 % menor a 10 μ m. Posteriormente,

25 este negro de carbono esponjoso se humedeció con el granulador de agujas para regenerar los gránulos humedecidos. El elastómero usado fue caucho natural RSS3 de grado estándar (Von Bundit Co. Ltd., Tailandia). Las descripciones técnicas de este caucho natural están

ampliamente disponibles, tal como en *Rubber World Magazine's Blue Book* publicado por Lippincott and Peto, Inc. (Akron, Ohio, EE. UU.). El agente de enlace usado fue (2Z)-4-[(4-aminofenil)amino]-4-oxo-2-butenolato de sodio, disponible comercialmente como agente de acoplamiento Sumilink® 200 ("S200"; Sumitomo Chemical).

- 5 Los compuestos se prepararon mediante un proceso de mezclado en dos fases seguido de una composición en una única fase. Las formulaciones se muestran en la Tabla 8; la carga de negro de carbono se indica en base seca. Las formulaciones usadas se muestran en la Tabla 14. El relleno de negro de carbono se fijó en base seca.

Tabla 14

Formulaciones	(phr)
Formulación de Etapa 1	
RSS3	100
V7H mojado	50
S200	2
6PPD	2
Para la composición	
TMQ	1,5
Óxido de zinc	3
Ácido esteárico	2
Perlas de cera	1,5
6PPD	0,5
BBTS	1,4
Azufre	1,2

10

La primera etapa del protocolo de mezclado en dos etapas se describe en la Tabla 15. Los intervalos de tiempo se refieren al tiempo de paso. La primera etapa de mezclado se realizó en el mezclador BB-16 equipado con rotores 4WN (16,2 L de capacidad) en las siguientes condiciones: Temperatura de TCU = 90 °C, factor de llenado = 66 %, presión del ariete = 112 bar.

15

Tabla 15

Tiempo o Temp	Velocidad del rotor (rpm)	Descripción
20 s	50	Alimentar caucho al mezclador
110 °C	60	Masticar la goma hasta 110 °C
20 s	60	Adicionar la primera adición de relleno (75 %)

120 s o 130 °C	85	Mezclar hasta que ocurra lo primero, 120 s o y 130 °C
20 s	60	Adicionar S200 seguido de la segunda adición de relleno
20 s	60	Mezclar a 60 rpm por 20 s, para que el sistema hidráulico alcance la presión
155 °C	85	Mezclar hasta la temperatura de adición de 6PPD (155 °C)
20 s	60	Adicionar 6PPD
160 °C	85	Mezclar hasta que alcance la temperatura de vertido (160 °C)
30 s	50	Descargar después de 30 s

El contenido de humedad del compuesto tras la primera etapa de mezclado fue de 4,96 % (tiempo de mezclado = 7 min 20 s, temperatura de la sonda = 125 °C). Tras la primera etapa de mezclado, el compuesto se procesó con una extrusora de descarga de doble aguja TSR-125 equipada con cuchillas estacionarias (Kobelco Kobe Steel Group).

El protocolo de mezclado de la segunda etapa se muestra en la Tabla 16 y se realizó en el mezclador BB-16 equipado con rotores 6WI (14,4 L de capacidad) en las siguientes condiciones: Temperatura de TCU = 65 °C, factor de llenado = 35 %, presión del ariete = 112 bar. Tras una masticación inicial, la mezcla se realizó bajo control de temperatura PID con el ariete elevado a su posición más alta, como se describe en el Ejemplo 3.

Tabla 16

Tiempo o Temp	Velocidad del rotor (rpm)	Descripción
20 s	35	Adicionar compuesto al mezclador
90 s	35	Masticar con el ariete levantado por 90 s
35-54	Variable	Masticar bajo control de temperatura PID con ariete elevado; temperatura del lote controlada automáticamente con un punto de ajuste de 135 °C
30	Descargar	Descargar el mezclador y cerrar la puerta de caída después de 30 s

Tras la segunda fase de mezcla, el compuesto se procesó en una extrusora de doble aguja TSR-125 equipada con una matriz de rodillos (Kobelco Kobe Steel Group) para crear láminas. Las láminas resultantes se enfriaron al aire libre por 27 días.

Posteriormente los compuestos se almacenaron como láminas al aire o al vacío por un periodo de 90 días a 20 °C. En el caso de las muestras almacenadas al vacío, los compuestos se

introdujeron en bolsas metalizadas (barrera de película Marvelseal® 360) y se sometieron a un purga con gas y, posteriormente, a una evacuación con un termosellador de vacío de boquilla retráctil AmeriVacs AVN.

Después del periodo de almacenamiento, se formaron vulcanizados por la composición los compuestos almacenados con la formulación de la etapa 3 de la Tabla 14 en un mezclador de preparación C. W. Brabender de 439 mL equipado con cuchillas CAM de acuerdo con el protocolo que se muestra en la Tabla 17. El acelerador BBTS fue (sulfenamida de *N*-terc-butil-2 benzotiazol), de Akrochem, Akron, Ohio. Las condiciones de composición fueron: temperatura de inicio = 40 °C; velocidad del rotor = 60 rpm; factor de llenado = 60 %.

10 **Tabla 17**

Tiempo (s)	Descripción Etapa 1 de la composición
0	Adicionar compuesto
120	Adicionar óxido de zinc, ácido esteárico y 6PPD
240	Raspar/Barrer - adicionar BBTS y Azufre
300	Verter

Tras la fase de composición, los compuestos se laminaron en un laminador de 2 rodillos operando a 50 °C y a aproximadamente 37 rpm, seguido de seis pases con una separación de contacto de aproximadamente 5 mm. Los compuestos finales se laminaron a un espesor de 2,4 mm en un laminador de 2 rodillos operando a 60 °C. Los compuestos finales se curaron en una prensa calentada a 150 °C por 30 minutos.

Las propiedades de los vulcanizados preparados a partir de tres muestras de cada uno de los compuestos envejecidos 90 días se muestran en la Tabla 18. "Atm" se refiere a la atmósfera en la cual se almacenó la muestra, ya sea en aire o al vacío.

20 **Tabla 18**

Tiempo (días)	Atm	tan δ máx promedio	Relación de Payne	G'(0,1 %), (MPa)	G'(50 %), (MPa)	M100 (MPa)	M300 (MPa)	M300/M100
1	Aire	0,157	3,88	5,61	1,45	3,3	18,8	5,73
1	Aire	0,153	3,94	5,92	1,50	3,3	18,8	5,69
1	Aire	0,152	3,82	5,73	1,50	3,0	17,6	5,82
90	Aire	0,152	3,66	4,65	1,27	3,3	18,0	5,45
90	Aire	0,145	3,58	4,61	1,29	3,1	17,7	5,71
90	Aire	0,148	3,69	4,87	1,32	3,3	18,7	5,67
90	Vacío	0,134	3,19	4,12	1,29	3,2	18,0	5,63
90	Vacío	0,136	3,42	4,63	1,35	3,5	20,2	5,77
90	Vacío	0,132	3,20	4,13	1,29	3,2	19,1	5,97

A partir de los datos de la Tabla 5, se puede observar que los valores de $\tan \delta$ máximos de las láminas almacenadas en vacío a 20 °C han disminuido notablemente los valores de $\tan \delta$ máximos después del periodo de almacenamiento de 90 días. Asimismo, las láminas almacenadas al vacío mostraron valores reducidos de la relación de Payne.

Ejemplo 5

Este Ejemplo demuestra el resultado de almacenar diferentes porciones del mismo compuesto elastomérico en paquetes que tienen diferentes valores de OTR que van desde 0,527 cm³/m²/24 h, 0 % de humedad relativa y 23 °C [73 °F] hasta 1160 cm³/m²/24 h, 0 % de humedad relativa y 23 °C [73 °F].

La Tabla 19 enlista las propiedades de los paquetes ensayados, incluyendo la estructura de la pared, el OTR (a 0 % de humedad relativa y 23 °C [73 °F]) y el espesor de la pared. Los paquetes A a D son bolsas flexibles y transparentes con dimensiones de 30,5 cm [12 pulgadas] (L) x 30,5 cm [12 pulgadas] (A) (volumen de 3.865 cm³), adquiridas a ILC Dover, Inc. Los valores de OTR comunicados se midieron de acuerdo con ASTM D3985 a 23 °C [73 °F], 0 % de RH.

Tabla 19

Paquete	Materiales de pared	Espesor de la pared (μm)	OTR, (cc/m ² /24 h)
A	PE/EVOH/PE/LLDPE (sellador)	81	0,527
B	LLDPE/Nylon/EVOH/Nylon/ LLDPE (sellador)	76	2,33
C	EVA/Nylon/EVA (sellador)	51	233
D	LLDPE	152	1160

Los compuestos probados se prepararon de acuerdo con la formulación del compuesto elastomérico de la Tabla 1, Ejemplo 1. La formulación para los compuestos de caucho fue la misma que la de la Tabla 1, Ejemplo 1, sin ningún ingrediente de composición, ya que no se realizó ninguna composición para este ejemplo.

Tras 15 días de almacenamiento al aire, los materiales compuestos (150 g, peso específico de 1,112 g/cc) se almacenaron en los paquetes y se sometieron a las condiciones indicadas en la Tabla 20. Las muestras comparativas ("Comp") se almacenaron en aire. Las muestras

restantes se almacenaron en una de las bolsas A, B, C o D con los respectivos valores de OTR indicados en la Tabla 19. Las muestras se almacenaron bajo una combinación única de atmósfera del paquete (“Atm del paquete”) y número de días almacenadas en un horno a 60 °C (“Día”). En la columna “Atm del paquete”, “Sellado” se refiere a los materiales compuestos que se sellaron en el paquete sin ninguna modificación de la atmósfera. “Vacío/N₂” se refiere a los compuestos que se almacenaron después de evacuar el paquete (que contiene el compuesto) para alcanzar una presión de 84,7 kPa, seguido de purgar las bolsas con nitrógeno y sellar el paquete. Los pasos de evacuación y purga de gas se realizaron con un termosellador de vacío de boquilla retráctil AmeriVacs AVN. Todas las muestras se almacenaron por 14 o 21 días en un horno a 60 °C para simular un almacenamiento a largo plazo bajo condiciones ambientales.

El contenido de oxígeno se indica como concentración (%) del gas total en el espacio de cabeza de la bolsa y se determinó por dos métodos distintos. Para las bolsas transparentes (bolsas A a D), el contenido de oxígeno en el espacio de cabeza se midió de forma no invasiva con un analizador de espacio de cabeza de oxígeno OpTech®-O2, Modelo P (“OpTech”), que usa fluorescencia óptica para medir los sensores colocados dentro del paquete transparente. Las mediciones se realizaron el día 0, seguidas de mediciones el día 14 y/o el día 21 de almacenamiento a 60 °C después de dejar que las bolsas alcanzaran la temperatura ambiente. Para todas las bolsas, el contenido de oxígeno en el espacio de cabeza también se midió aplicando un tapón resellable a la superficie exterior de una bolsa y pinchando la bolsa a través del tapón con un analizador de espacio de cabeza de oxígeno Dansensor® CheckPoint® 3S, O2-Premium, con sensor de estado sólido (“CheckPoint”). Ambos tipos de analizadores de oxígeno están disponibles en Ametek Mocon (Minnesota, EE. UU.).

Tabla 20

Paquete	OTR, (cm ³ /m ² /24 h)	Atm de paquete	Día	Conc de O ₂ (%), (Punto de control)	Conc de O ₂ (%), día 0 (OpTech)	Conc de O ₂ (%), día 14 (OpTech)	Conc de O ₂ (%), día 21 (OpTech)
Comp.	N/A	Aire	0	21			
Comp.	N/A	Aire	14	21			
Comp.	N/A	Aire	21	21			
A	0,527	Sello	14	4	20,9	4,7	
A	0,527	Sello	21	3,8	19,3	7,2	3,9
A	0,527	Vacío/N ₂	14	2,8	1,9	2,5	
B	2,33	Sello	14	3,0	20,5	3,0	
B	2,33	Sello	21	6,6	20,0	9,6	6,9
B	2,33	Vacío/N ₂	14	3,6	1,4	3,6	

Paquete	OTR, (cm ³ /m ² /24 h)	Atm de paquete	Día	Conc de O ₂ (%), (Punto de control)	Conc de O ₂ (%), día 0 (OpTech)	Conc de O ₂ (%), día 14 (OpTech)	Conc de O ₂ (%), día 21 (OpTech)
C	233	Sello	14	13,2	19,7	14,1	
C	233	Sello	21	13,2	20,8	12,0	12,5
C	233	Vacío/N ₂	14	8,5	1,4	8,9	
C	233	Vacío/N ₂	21	13,7	0,3	11,0	14,1
D	1160	Sello	14	20,2	19,7	20,5	
D	1160	Sello	21	20,2	19,4	20,0	19,5
D	1160	Vacío/N ₂	14	20,8	2,3	22,0	
D	1160	Vacío/N ₂	21	20,8	2,2	20,0	19,7

En la Tabla 20, todas las muestras comparativas (“Comp”) tienen una concentración de oxígeno en el espacio de cabeza de 21 % como resultado de haber sido almacenadas en aire. Todos los valores de OTR se indican a 0 % RH y 23 °C [73°F]. Todos los puntos de datos de

5 Checkpoint se refieren a mediciones realizadas el día indicado en la columna “Día”. Las mediciones OpTech se realizaron en los días indicados en las respectivas columnas “OpTech”. El contenido de oxígeno se expresa como la concentración de oxígeno medida.

A partir de los datos de la Tabla 20, la tendencia general muestra que cuanto menor es el valor OTR, menor es el contenido de oxígeno medido en el espacio de cabeza, como indican

10 tanto los datos de CheckPoint como los de OpTech.

El contenido de oxígeno en las bolsas A y B (que tienen el OTR más bajo y el segundo más bajo, respectivamente) se redujo o mantuvo por el tiempo de almacenamiento tanto si se sellaban al aire (“Sello”) como en atmósfera modificada (“Vacío/N₂”).

El contenido de oxígeno de la bolsa C sellada al aire también disminuyó con el tiempo de

15 almacenamiento, pero no en la misma medida que las bolsas A y B. El contenido de oxígeno de la bolsa D almacenada al aire (“Sello”) no disminuyó con el tiempo. Cuando se almacenan en atmósfera modificada, se observa que la concentración de oxígeno aumenta en las bolsas C y D con el paso del tiempo y que los valores finales de concentración de oxígeno son notablemente superiores a los de las bolsas A y B, independientemente del método de

20 almacenamiento.

Ejemplo 6

Este Ejemplo demuestra la viabilidad de los paquetes que tienen propiedades de pared de alta barrera para almacenar compuestos que contienen agentes de curado (compuestos

verdes).

Los compuestos se prepararon de acuerdo con la formulación del compuesto elastomérico de la Tabla 1, Ejemplo 1. Los compuestos de caucho (compuestos verdes) se prepararon de acuerdo con la formulación del compuesto de la Tabla 1, Ejemplo 1, y el protocolo de la Tabla 2, Ejemplo 1. Posteriormente, los compuestos verdes se laminaron en un laminador de 2 rodillos operando a 50 °C a una velocidad de 10,5 m/min, seguido de cuatro pasos (laminados en sentido longitudinal) a través del laminador con una separación de contacto de aproximadamente 5 mm.

Diferentes porciones del mismo compuesto elastomérico, es decir, compuesto verde (lámina antes del curado) se almacenaron a 30 °C en las condiciones descritas en la Tabla 21. En la Tabla 21, "Atm" se refiere a si la muestra se almacenó en aire o al vacío ("Vacío"). "Día" se refiere al número de días que la muestra estuvo almacenada en las condiciones indicadas después de la composición y antes del curado en la prensa. En el caso de las muestras almacenadas al vacío, los compuestos verdes se introdujeron en bolsas con la película de barrera Marvelseal® 360 en las tres horas siguientes a la composición. Las bolsas se purgaron con nitrógeno, se evacuaron hasta alcanzar una presión de 84,7 kPa y se sellaron. Los pasos de purga y evacuación de gases se realizaron con un termosellador de vacío de boquilla retráctil AmeriVacs AVN. Los materiales compuestos de referencia se midieron antes del sellado (Día = 0, es decir, sin almacenamiento).

Tras el almacenamiento, los compuestos se curaron en una prensa calentada (150 °C) por 30 min. Las propiedades del vulcanizado también se muestran en la Tabla 21.

Tabla 21

Día	Atm	tan δ máx promedio	M100, (MPa)	M300, (MPa)	M300/M100
0	Aire	0,136	3,11	18,97	6,1
0	Aire	0,125	3,19	19,48	6,11
15	Aire	0,139	2,86	17,83	6,23
15	Aire	0,137	2,99	18,3	6,13
15	Vacío	0,127	2,97	18,49	6,23
15	Vacío	0,124	2,93	18,3	6,25
30	Aire	0,141	2,95	17,96	6,09
30	Aire	0,139	3,06	18,4	6,01
30	Vacío	0,130	2,9	18,24	6,29
30	Vacío	0,129	2,99	18,32	6,13
90	Aire	0,155	2,95	17,82	6,04
90	Aire	0,158	2,99	18,1	6,06

90	Vacío	0,118	3,04	19,35	6,37
90	Vacío	0,116	2,8	19,01	6,79

En cuanto a las propiedades de los compuestos, se observa que, en todas las condiciones de temperatura, los compuestos verdes almacenados al vacío resultaron en compuestos de caucho que mostraron una retención o disminución de los valores de $\tan \delta$ máximos.

- 5 Adicionalmente, estos compuestos de caucho también mostraron un aumento en la relación de tensión de tracción (M300/M100). En cambio, el $\tan \delta$ máximo aumentó en todas las muestras almacenadas en aire (con un contenido estándar de oxígeno de 21 %) por el periodo de 90 días.

- 10 El uso de los términos “un”, “una” y “el/la” se interpretará tanto en singular como en plural, a menos que se indique lo contrario o que el contexto lo contradiga claramente. Los términos “que comprenda”, “con”, “que incluya” y “que tenga” se deben interpretar como términos abiertos (es decir, con el significado de “que incluya, pero no se limite a”) a menos que se indique lo contrario. La recitación de rangos de valores en la presente solamente pretende servir como un método abreviado de referirse individualmente a cada valor separado que cae
- 15 dentro del rango, a menos que se indique lo contrario en la presente, y cada valor separado se incorpora a la especificación como si se recitara individualmente en la presente. Todos los métodos descritos en la presente se pueden realizar en cualquier orden adecuado a menos que se indique de otra manera en la presente o se contradiga de otra manera claramente por el contexto. El uso de todos y cada uno de los ejemplos, o del lenguaje ejemplar (por ejemplo,
- 20 “tal como”) que se proporciona en la presente, tiene como única finalidad iluminar mejor la invención y no supone una limitación del alcance de la misma, a menos que se reivindique de otro modo. Ningún lenguaje en la memoria descriptiva se debe interpretar como que indique cualquier elemento no reivindicado esencial para la práctica de la invención.

REIVINDICACIONES

1. Un compuesto elastomérico empaquetado, que comprende:

un paquete cerrado con el material compuesto en una atmósfera con una presión parcial de oxígeno menor a 10 kPa, en donde el material compuesto está sin curar y comprende al
5 menos un elastómero y al menos un relleno, en donde:

el paquete comprende al menos una pared que rodea el material compuesto, en donde la al menos una pared comprende al menos una capa de barrera al oxígeno, de modo tal que el paquete tiene una tasa de transmisión de oxígeno no mayor a $100 \text{ cm}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{día} \cdot 101,3 \text{ kPa})$ a 23 °C y 0 % de humedad relativa.
- 10 2. El compuesto elastomérico empaquetado de la reivindicación 1, en donde la atmósfera tiene una presión parcial de oxígeno no mayor a 7 kPa.
3. El compuesto elastomérico empaquetado de la reivindicación 1, en donde la atmósfera tiene una presión parcial de oxígeno no mayor a 5 kPa.
4. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en
15 donde la atmósfera comprende al menos 90 % de al menos un gas que no es reactivo con el material compuesto elastomérico.
5. El compuesto elastomérico empaquetado de la reivindicación 4, en donde al menos un gas no reactivo con el compuesto elastomérico se selecciona de nitrógeno, argón, helio, xenón y dióxido de carbono.
- 20 6. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en donde la al menos una capa de barrera al oxígeno comprende un material seleccionado de poliamida, polietileno, tereftalato de polietileno, naftalato de polietileno, aluminio, poli(alcohol vinílico de etileno), poli(cloruro de vinilideno), poliacrilonitrilo, y mezclas de los mismos y capas metalizadas de los mismos.
- 25 7. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en donde la al menos una capa de barrera al oxígeno comprende un material seleccionado de poliamida, poli(etileno alcohol vinílico), poli(cloruro de vinilideno), poliacrilonitrilo, metales y mezclas de los mismos y capas metalizadas de los mismos.
8. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en
30 donde la al menos una capa de barrera al oxígeno comprende una capa metalizada o una

capa metálica.

9. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en donde la al menos una pared no contiene una capa metalizada o una capa metálica.

5 10. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en donde la al menos una capa de barrera al oxígeno comprende un material seleccionado de metales, aleaciones metálicas, cerámicas nanomateriales a base de carbono y materiales a base de melamina.

10 11. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-10, en donde la al menos una pared es una pared de una única capa que es la capa de barrera al oxígeno.

12. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-10, en donde la al menos una pared comprende dos o más capas, en donde al menos una de las capas es la capa de barrera al oxígeno.

15 13. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-12, en donde al menos una pared es flexible.

14. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-12, en donde al menos una pared es rígida.

15. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-14, en donde el interior del paquete tiene un volumen de al menos 10 L.

20 16. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-14, en donde el interior del paquete tiene un volumen de al menos 50 L.

17. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-16, en donde el compuesto comprende un antidegradante presente en una cantidad de al menos 0,5 phr.

25 18. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-16, en donde el compuesto comprende un antidegradante presente en una cantidad en el rango de 0,5 phr y 10 phr.

19. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-16, en donde el compuesto comprende un antidegradante presente en una cantidad en el rango de

0,5 phr y 3 phr.

20. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-16, en donde el compuesto está sustancialmente libre de antidegradantes.

21. El compuesto elastomérico empaquetado de la reivindicación 20, en donde el compuesto
5 tiene un contenido de humedad en el rango de 3 % a 20 % en peso en relación con el peso total del compuesto.

22. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-21, en donde el paquete contiene además al menos un secuestrante de oxígeno.

23. El compuesto elastomérico empaquetado de la reivindicación 22, en donde el al menos
10 un secuestrante de oxígeno está contenido en una bolsa permeable al oxígeno.

24. El compuesto elastomérico empaquetado de la reivindicación 23, en donde la bolsa se adhiere a una pared interior del paquete.

25. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 22-24, en donde el al menos un secuestrante de oxígeno se selecciona de polvos metálicos, ácidos
15 ascórbicos y sales de los mismos, y catecol.

26. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-25, en donde el al menos un relleno se selecciona de materiales carbonosos, negro de carbono, sílice, rellenos de base biológica, arcillas, nanoarcillas, óxidos metálicos, carbonatos metálicos, carbono de pirólisis, grafenos, óxidos de grafeno, óxido de grafeno reducido,
20 nanotubos de carbono, nanotubos de carbono de pared simple, nanotubos de carbono de pared múltiple, nanoestructuras de carbono, carbono regenerado, o combinaciones de los mismos, y materiales recubiertos y tratados químicamente con los mismos.

27. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-25, en donde el al menos un relleno se selecciona de sílice de cascarilla de arroz, lignina,
25 nanocelulosa y carbono hidrotérmico.

28. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-25, en donde el al menos un relleno se selecciona de negro de carbono, sílice y negro de carbono tratado con silicio.

29. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-28, en
30 donde el al menos un elastómero se selecciona de caucho natural, caucho natural

funcionalizado, caucho de estireno-butadieno, caucho de estireno-butadieno funcionalizado, caucho de polibutadieno, caucho de polibutadieno funcionalizado, caucho de poliisopreno, caucho de etileno-propileno, elastómeros a base de isobutileno, caucho de policloropreno, caucho de nitrilo, caucho de nitrilo hidrogenado, caucho de polisulfuro, elastómeros de poliacrilato, fluoroelastómeros, perfluoroelastómeros, elastómeros de silicona y mezclas de los mismos.

30. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-28, en donde el al menos un elastómero se selecciona de elastómeros a base de dieno.

31. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-28, en donde al menos un elastómero se selecciona de caucho natural, caucho de poliisopreno, caucho de butadieno y mezclas de los mismos.

32. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-28, en donde el al menos un elastómero comprende al menos 30 % de caucho natural, y el al menos un relleno comprende al menos 50 % de negro de carbono.

33. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-32, en donde el compuesto comprende además agentes de curado.

34. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-33, en donde el compuesto tiene una relación de Payne de al menos 1,1, en donde la relación de Payne es $G'(0,3\%) / G'(51,5\%)$, en donde $G'(0,3\%)$ es un módulo de almacenamiento dinámico medido a una amplitud de deformación de 0,3 %, y $G'(51,5\%)$ es un módulo de almacenamiento dinámico medido a una amplitud de deformación de 51,5 %.

35. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-34, en donde el material compuesto tiene una macrodispersión d_{90} no mayor a 80 μm , en donde d_{90} es el diámetro equivalente de área (μm) de las partículas del material de relleno en el material compuesto.

36. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-35, en donde el compuesto es un compuesto tratado térmicamente.

37. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-36, en donde una cantidad de oxígeno en la atmósfera del paquete es no mayor a 75 mmol/kg de compuesto elastomérico.

38. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-37, en donde el material compuesto se ha empaquetado por un periodo de tiempo de al menos 5 días.
39. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-37, en donde el material compuesto se ha empaquetado por un periodo de tiempo de al menos 14 días.
40. Un método para almacenar un compuesto elastomérico, que comprende:
- sellar el compuesto elastomérico en un contenedor y almacenar el compuesto en el contenedor sellado por un periodo de tiempo de al menos 5 días, en donde:
- el compuesto elastomérico no está curado y comprende al menos un elastómero y al menos un relleno; y
- el contenedor comprende al menos una pared que rodea el material compuesto, en donde la al menos una pared comprende al menos una capa de barrera al oxígeno, de modo tal que el contenedor tiene una tasa de transmisión de oxígeno no mayor a $100 \text{ cm}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{día} \cdot 101,3 \text{ kPa})$ a 23°C y 0 % de humedad relativa.
41. El método de la reivindicación 40, en donde, antes del sellado, el método comprende además purgar el interior del contenedor con al menos un gas que no sea reactivo con el material compuesto y/o someter el interior del contenedor a vacío.
42. El método de la reivindicación 40 o 41, en donde el contenedor sellado tiene una atmósfera que comprende al menos 90 % de al menos un gas que no es reactivo con el compuesto elastomérico.
43. El método de la reivindicación 40 o 41, en donde el contenedor está sellado al vacío.
44. El método de cualquiera de las reivindicaciones 40-43, en donde el material compuesto se almacena en el contenedor sellado por un periodo de tiempo de al menos 14 días.
45. El método de cualquiera de las reivindicaciones 40-44, en donde, antes del sellado, el método comprende además el tratamiento térmico del material compuesto a una temperatura de al menos 40°C .
46. El método de cualquiera de las reivindicaciones 40-45, en donde, en el momento del sellado, el material compuesto tiene una temperatura de sonda de al menos 40°C .

47. El método de cualquiera de las reivindicaciones 40-46, en donde el material compuesto se prepara al combinar al menos un elastómero sólido y un relleno húmedo que comprende un relleno y un líquido, en donde el líquido está presente en una cantidad de al menos 15 % en peso basado en el peso total del relleno húmedo.

5 48. Un método para mantener o potenciar al menos una propiedad de un compuesto elastomérico o un compuesto formado a partir del compuesto, que comprende:

almacenar el compuesto elastomérico en un contenedor sellado por un periodo de tiempo de al menos 5 días, en donde:

10 el compuesto elastomérico no está curado y comprende al menos un elastómero y al menos un relleno; y

el contenedor comprende al menos una pared que rodea el material compuesto, en donde la al menos una pared comprende al menos una capa de barrera al oxígeno, de modo tal que el contenedor tiene una tasa de transmisión de oxígeno no mayor a $100 \text{ cm}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{día} \cdot 101,3 \text{ kPa})$ a 23°C y 0 % de humedad relativa.

15 49. El método de la reivindicación 48, en donde el compuesto elastomérico se almacena en el contenedor sellado por un periodo de tiempo de al menos 14 días.

20 50. El método de la reivindicación 48 o 49, en donde el compuesto elastomérico almacenado o un compuesto formado a partir del compuesto elastomérico almacenado tiene una relación de Payne que se reduce al menos en 10 % con respecto a la relación de Payne del compuesto antes de sellar el paquete,

en donde la relación de Payne es $G'(0,3 \%) / G'(51,5 \%)$, en donde $G'(0,3 \%)$ es un módulo de almacenamiento dinámico medido a una amplitud de deformación de 0,3 %, y $G'(51,5 \%)$ es un módulo de almacenamiento dinámico medido a una amplitud de deformación de 51,5 %.

25 51. El método de cualquiera de las reivindicaciones 48-50, en donde el compuesto formado a partir del compuesto elastomérico almacenado tiene un valor $\tan \delta$ máximo que se reduce al menos en 10 % con respecto al valor $\tan \delta$ máximo del compuesto antes de sellar el paquete.

52. El compuesto elastomérico empaquetado de cualquiera de las reivindicaciones 1-39, en donde el compuesto es el producto formado al incorporar al menos un agente de enlace durante el mezclado del al menos un elastómero con el al menos un relleno.

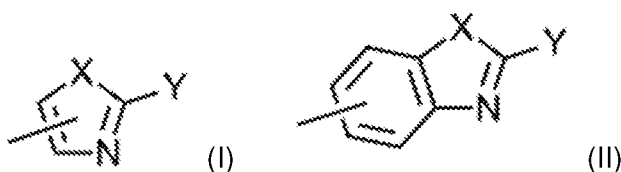
30 53. El método de cualquiera de las reivindicaciones 40-51, en donde el material compuesto

es el producto formado al incorporar al menos un agente de enlace durante el mezclado del al menos un elastómero con el al menos un relleno.

54. El método de cualquiera de las reivindicaciones 40-51, en donde el compuesto comprende además al menos un agente de enlace.

- 5 55. El compuesto elastomérico empaquetado de la reivindicación 52 o el método de la reivindicación 53 o 54, en donde el al menos un agente de enlace comprende:

un primer grupo funcional se selecciona de $-NR^1R^2$, $-N(R^1)(R^2)(R^3)^+A^-$, $-S-SO_3M^1$, y estructuras representadas por las fórmulas (I) y (II),



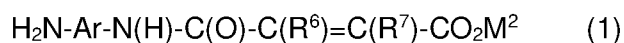
- 10 en donde A^- es cloruro, bromuro, yoduro, hidroxilo, nitrato o acetato, $X = NH, O, \text{ o } S$, $Y = H, OR^4, NR^4R^5, -S_nR^4$, y n es un número entero seleccionado de 1-6, y

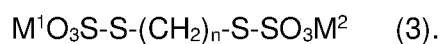
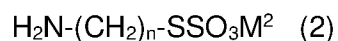
un segundo grupo funcional se selecciona de tiocarbonilo, óxido de nitrilo, nitrona, imina de nitrilo, $-S-SO_3M^2$, $-S_x-R^6$, $-SH$, $-C(R^6)=C(R^7)-C(O)R^8$, $-C(R^6)=C(R^7)-CO_2R^8$, $-C(R^6)=C(R^7)-CO_2M^2$, y

- 15 R^1-R^8 se seleccionan independientemente de H y alquilo de C_1-C_8 ; M^1 y M^2 se seleccionan independientemente de H, Na^+ , K^+ , Li^+ , $N(R^1)_4^+$, en donde cada R^1 se selecciona independientemente de H y alquilo de C_1-C_{20} , y x es un número entero seleccionado de 1-8.

56. El método de la reivindicación 55, en donde el agente de enlace comprende además al menos un espaciador entre el primer y el segundo grupo funcional, en donde el al menos un espaciador se selecciona de $-(CH_2)_n-$, $-(CH_2)_yC(O)-$, $-C(R^9)=C(R^{10})-$, $-C(O)-$, $-N(R^9)-$, y $-C_6H_4-$, en donde R^9 y R^{10} se seleccionan independientemente de H y alquilo de C_1-C_8 e y es un número entero seleccionado de 1-10.
- 20

57. El compuesto elastomérico empaquetado de la reivindicación 52, o el método de la reivindicación 53 o 54, en donde el agente de enlace se selecciona de tiourea, cistamina y compuestos de fórmula (1), fórmula (2) y fórmula (3),
- 25





58. El compuesto elastomérico empaquetado o el método de cualquiera de las reivindicaciones 55-57, en donde M^1 y M^2 se seleccionan independientemente de H, Na^+ y $\text{N}(\text{R}')_4^+$, y R^6 y R^7 se seleccionan independientemente de H alquilo de C_1 - C_6 .
59. El compuesto elastomérico empaquetado o el método de la reivindicación 57 o 58, en donde el agente de enlace se selecciona de compuestos de fórmula (1), y R^6 y R^7 son cada uno H.
60. El compuesto elastomérico empaquetado de la reivindicación 52 o el método de la reivindicación 53 o 54, en donde el agente de enlace es (2Z)-4-[(4-aminofenil)amino]-4-oxo-2-butenato de sodio.