

DESCRIPCION DE UN PENDULO DE TORSION PARA MEDICIONES DE PROPIEDADES MECANICAS DE ELASTOMEROS.

J.J. Gonzalez, J. G. Tischler, C. L. Matteo y A. J. Marzocca.

Grupo de Propiedades Mecánicas de Polímeros y Materiales Compuestos,

Departamento de Física. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales,

Universidad de Buenos Aires, Ciudad Universitaria, Pabellón I, 1428 Buenos Aires.

Los elastómeros son materiales de importante aplicación tecnológica en donde se requiere alta deformación elástica. Las propiedades mecánicas dinámicas constituyen un medio de caracterización de estos materiales para poder analizar bajo qué condiciones serán utilizables frente a diferentes sollicitaciones. En este trabajo se describe un dispositivo, péndulo de torsión, apto para efectuar mediciones de propiedades dinámicas en elastómeros, dentro de un amplio rango de temperatura. En particular se detallará un sistema de registro de la oscilación angular en tiempo real basado en un detector de variación de capacidad, junto con un sistema de adquisición de datos utilizado para el procesamiento numérico de la señal. Se presentan mediciones de módulos dinámicos de un elastómero vulcanizado basado en una mezcla de caucho natural y polibutadieno (NR y BR), medidos entre 10^{-8} Hz y 10^5 Hz para una temperatura de 243 K, entre 10^{-4} Hz y 10^9 Hz a una temperatura de 293 K y entre 10^{-1} Hz y 10^{12} Hz a una temperatura de 353 K. En estos ensayos se calcularon las energías de activación aparente para distintos grados de cura del compuesto. También se estudió la influencia del grado de cura sobre las propiedades mecánicas del material.

I. ANALISIS DEL FUNCIONAMIENTO DEL PENDULO DE TORSION.

Para determinar el módulo de corte y el amortiguamiento de un polímero u otro material viscoelástico se puede utilizar un péndulo de torsión. Este consta esencialmente de una probeta sujeta verticalmente mediante mordazas, una inferior fija y otra superior móvil vinculada a través de un eje a un brazo de inercia.

La ecuación de movimiento de este dispositivo oscilante es

$$I \cdot \ddot{\theta}(t) + K \cdot G^* \cdot \theta(t) = 0 \quad (1)$$

donde

$$G^* = G' + jG''$$

siendo G^* el módulo complejo de corte, cuya parte real G' , es el módulo de almacenamiento y su parte imaginaria G'' , es el módulo de pérdida. Además t es el tiempo, θ es el ángulo de torsión medido en el plano perpendicular al eje de torsión, I es el momento de inercia y K es la constante de forma; la cual para una probeta rectangular es².

$$K = \frac{C^3 \cdot D^3 \cdot \mu}{16 \cdot L \cdot (C^2 + D^2)} \quad (2)$$

donde C es el ancho del espécimen, D el espesor, L la longitud de la probeta y μ es el factor de forma tabulado en la norma ASTM D 2236-81³.

El ángulo de deflexión es una función del tiempo de la forma:

$$\theta(t) = \theta_m \cdot \theta^{(j\omega - \alpha)t} \quad (3)$$

donde α es el factor de atenuación, y ω la frecuencia de oscilación.

Sustituyendo la ec.(3) en la ec.(1) y separando en parte real e imaginaria se obtiene:

$$\begin{aligned} G' &= \frac{I \cdot (\omega^2 - \alpha^2)}{K} \\ G'' &= \frac{2 \cdot I \cdot \omega \cdot \alpha}{K} \\ \tan(\delta) &= \frac{G''}{G'} \end{aligned} \quad (4)$$

donde $\tan(\delta)$ es la tangente de pérdida.

II. SISTEMA DE MEDICION⁴.

Las mediciones fueron realizadas en atmósfera de argón (a 50 Torr de presión) para evitar la degradación de la muestra por oxidación a altas temperaturas y la formación de cristales de hielo (por la humedad ambiente) sobre la misma a bajas temperaturas. Por otro lado, esto permite homogeneizar la temperatura sobre la probeta.

El sistema utilizado para medir a distintas temperaturas fue el de sumergir el péndulo en un baño criogénico para bajar la temperatura del sistema a 210 K, desde donde se comenzó a incrementar la temperatura a razón de 20 K/h, por medio de un sistema de calefacción controlado por un PID.

Las oscilaciones libres del péndulo son censadas mediante un capacitor coaxial. El mismo cambia su capacidad en forma lineal con el ángulo deflectado, al variar el área enfrentada entre placas conductoras. El rotor de este capacitor esta fijo al eje del péndulo, mientras el estator esta fijo a la platina.

Los cambios de capacidad son convertidos a una variación de tensión por medio de un circuito resonante (Fig.1). Esta tensión es digitalizada mediante un conversor A/D de 8 bits y almacenadas en una memoria de 12 KBytes. Los datos almacenados se pueden observar a través de una salida por osciloscopio, lo que permite verificar la validez del ensayo.

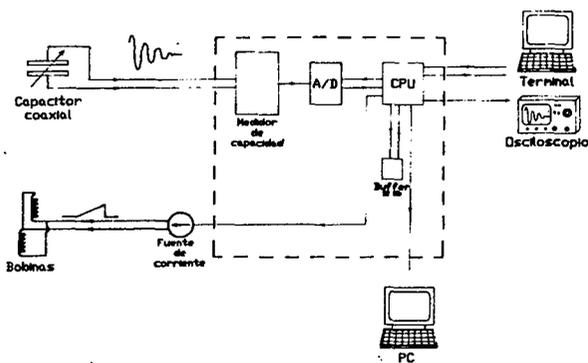


Fig. 1: Dispositivo experimental

Sobre la platina se encuentran dos soportes regulables a los cuales hay adosadas dos bobinas utilizadas para imprimir la deflexión inicial necesaria para el comienzo de las oscilaciones libres. Esto se logra atrayendo dos núcleos de hierro dulce fijos al brazo de inercia. La deflexión inicial es controlada digitalmente desde la interfase analógica digital, que no sólo proporciona la rampa mencionada sino que también censa la deflexión inicial y la duración del ensayo.

Se ha desarrollado un sistema de programa que ha partir de los datos obtenidos de la medición permiten calcular los parámetros viscoelásticos de la muestra y graficar su variación con la temperatura y la frecuencia en tiempo real.

La frecuencia de oscilación y el amortiguamiento son calculados mediante el programa de la siguiente manera:

- 1- El programa detecta la posición de los máximos y los mínimos en función del número de medida dentro de una misma serie, los cuales son confirmados manualmente.
- 2- Haciendo la resta entre máximos contiguos y mínimos contiguos, obtiene el período en unidades de número de muestras. A partir del promedio de las anteriores se obtiene un período medio.
- 3- A partir de aplicarle cuadrados mínimos al logaritmo de la amplitud versus número de medida se obtiene la frecuencia de amortiguamiento.
- 4- El algoritmo determina el intervalo de puntos a ser considerados por los cuadrados mínimos a partir de la correlación.
- 5- A partir de la duración de ensayo, distancias de las masas al eje, dimensiones de la probeta, se calcula G' , G'' , b , ω , $\tan(\delta)$. Todas estas magnitudes son almacenadas en un archivo junto con la temperatura a la que fueron realizadas.
- 6- El programa permite la graficación de los resultados.

Cabe hacer notar que la variación de la frecuencia de oscilación se logra a través de modificar el momento de inercia del sistema.

III. MATERIAL UTILIZADO

El material utilizado en este trabajo es un compuesto de caucho cargado con partículas de negro de humo y vulcanizado a diferentes tiempos a una temperatura de 414 K. La composición química de este material se encuentra en la tabla 1.

Caucho Natural (NR)	35.0%
Polibutadieno (BR)	18.5%
Negro de humo	10.0%
Oxido de Zinc	2.7%
Acido Esteárico	1.6%
Antioxidantes	1.3%
Acelerante	0.6%
Azufre	0.8%

TABLA I

Se realizaron estudios con probetas con distintos tiempos de vulcanizado y distintas geometrías de acuerdo a las normas ASTM. Los niveles de vulcanización alcanzados, obtenidos a partir de curvas reométricas realizadas en el laboratorio de Fate S.A.I.C.I., fueron: 0.7, 0.9, 1.2⁵.

IV. RESULTADOS Y CONCLUSIONES

A partir de las curvas obtenidas de $\log(G'/T)$ en función de $\log(G'/T)$ para distintos niveles de temperaturas analizados, se pueden construir, una curva maestra siguiendo el procedimiento implementado por Williams, Landel y Ferry⁶.

La curva maestra se construye trasladando en forma rígida cada una de las curvas individuales, sobre una de las curvas tomada como referencia. Esta traslación se realiza siempre en forma paralela al eje $\log(\omega)$. La cantidad trasladada para cada curva debe cumplir la relación:

$$\log(at) = \frac{-C_1 \cdot (T - T_0)}{(C_2 + T - T_0)} \quad (5)$$

donde T es la temperatura de la curva trasladada, T_0 la temperatura usada como referencia y C_1 y C_2 son dos constantes que dependen del material.

En las figuras 2, 3 y 4 se observan curvas maestras obtenidas con temperatura de referencia 243 k, 293 k y 353 k, las que fueron obtenidas a partir del ajuste del paso de traslación ec.(5) a los datos experimentales (Fig.5). De estos ajustes se obtienen los parámetros C_1 y C_2 correspondientes a cada grado de cura (Tabla 2).

Grado de cura [%]	C_1	C_2 [K]	ΔH [kcal/mol]
70	7.90	75	2.78
90	9.01	135	5.56
120	18.00	180	14.81

TABLA 2

A partir de estos parámetros es posible la obtención de la energía de activación aparente (ΔH) para la relajación viscoelástica⁵.

$$\Delta h = 2.303 \cdot K \cdot C_1 \cdot C_2 \quad (6)$$

donde k es la constante de Boltzman.

Durante el proceso de vulcanización se producen puentes azufre que unen a las cadenas de carbono, modificando la microestructura del material con el consecuente cambio en las propiedades dinámicas del mismo. Esto se refleja en los valores de G' los cuales tienden a aumentar con el nivel de vulcanización para una dada frecuencia.

La tendencia observada de la energía de activación se corresponde con el aumento de crosslinks a mayor grado de cura.

Si consideramos en una primera aproximación, que el proceso está gobernado por un sólo tiempo de relajación tendremos:

$$\tau_1 = \tau_0 \cdot e^{(-\beta \cdot \Delta H)} \quad (7)$$

con

$$\beta = \frac{1}{k \cdot (T - T_c)}$$

donde τ_1 es el tiempo de relajación, τ_0 el término pre-exponencial, T_c es una constante empírica.

Considerando la hipótesis que la dependencia del tiempo de relajación con el grado de cura se debe exclusivamente a ΔH se tendrá que a mayor grado de cura mayor tiempo de relajación.

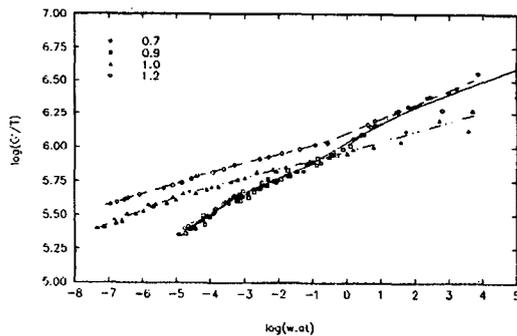


Fig. 2: Curva Maestra para una $T_r=243$ K Influencia del grado de cura.

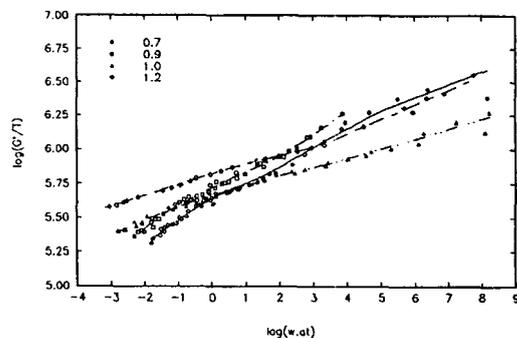


Fig. 3: Curva Maestra para una $T_r=293$ K Influencia del grado de cura.

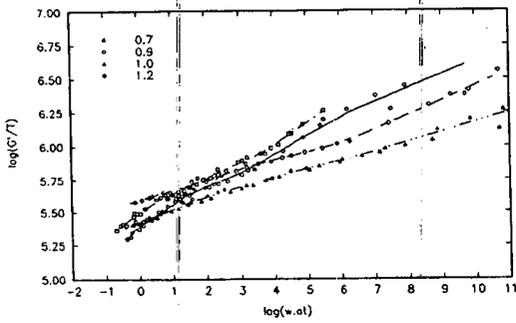


Fig. 4: Curva Maestra para una $T_r=353$ K. Influencia del grado de cura.

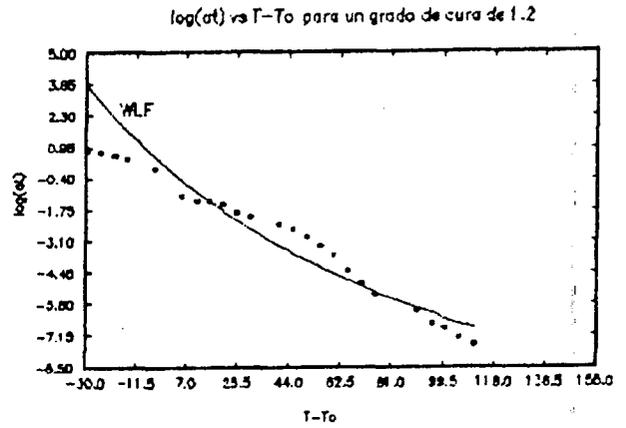


Fig. 5: Resultados experimentales

AGRADECIMIENTOS

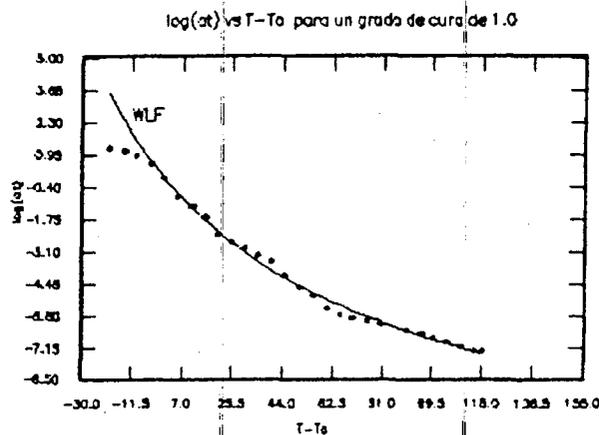
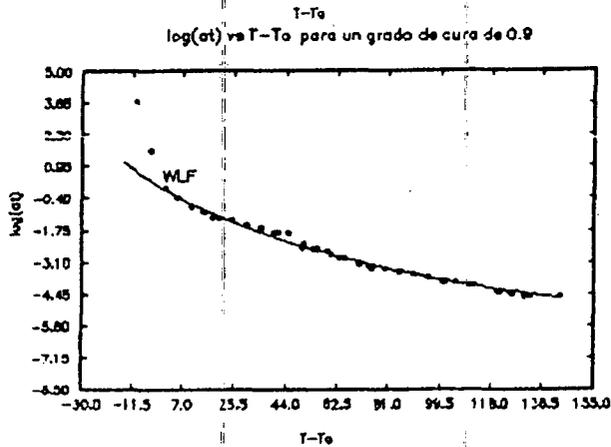
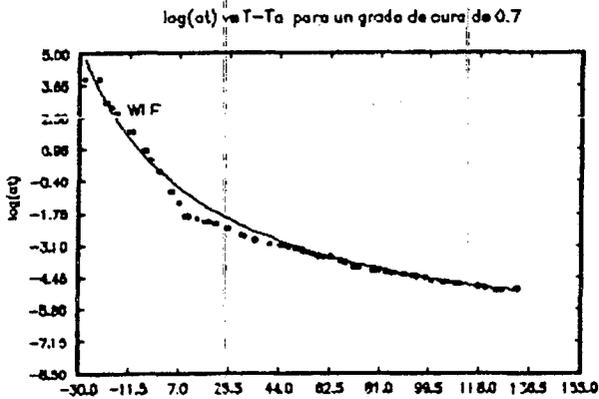
Este trabajo se realizó dentro de las asignaturas laboratorio 6 y 7 de la Carrera de Licenciatura en Ciencias Físicas de la Facultad de Ciencias Exactas y Naturales de la Universidad de Buenos Aires.

Este trabajo fue financiado por subsidios de U.B.A. y CONICET.

Se agradece a FATE S.A.I.C.I. por el material utilizado.

REFERENCIAS

- 1- L. E. Nielsen, Rev. Seient. Instr. 22 (9), (1951).
- 2- B. J. Molinas, Tesis Doctoral, U.N.L.P., La Plata, Provincia de Buenos Aires, 1985.
- 3- Dynamic Mechanical Properties for Plastic by Means of a Torsional Pendulum, ASTM, D 2236-81.
- 4- J. J. Gonzalez, J. G. Tischler, Trabajo de Laboratorio 6 y 7, Carrera de Ciencias Físicas, F.E.C.E.N., 1992.
- 5- D. A. Hills, *Heat Trasfer & Vulcanization of Rubbers*, Elsevier, London, 1971.
- 6- J. D. Ferry, *Viscoelastic Properties of Polymers*, John Wiley & Sons, New York, 1980.



CEILAP
CITEFA - CONICET
ZUFRIATEGUI Y VARELA
1603 - VILLA MARTELLI
REPUBLICA ARGENTINA