

CARACTERIZACIÓN DE COMPUESTOS ELASTOMÉRICOS MEDIANTE ANÁLISIS DE RPA

Mariajose Cova (mcova@inti.gov.ar)⁽¹⁾, Daniela García⁽¹⁾, Matías Crisnejo⁽¹⁾, Marcelo Peleretegui⁽¹⁾.

⁽¹⁾ INTI Caucho, Avenida General Paz 5445 Edificio 10, B1650WAB San Martín, Provincia de Buenos Aires

Palabras clave: caucho, procesamiento, viscoelasticidad, RPA

INTRODUCCIÓN

El equipo de Rubber Processing Analyzer (RPA) es uno de los más completos para caracterizar las propiedades viscoelásticas de compuestos de caucho, ya que permite realizar ensayos para control de proceso como por ejemplo, extrusión, inyección y hasta procesos de mezclado [1,2]. Además, permite caracterizar diferencias en distribución de pesos moleculares, entrecruzamiento, calidad del mezclado y diferencias en comportamiento elástico y viscoso [3]. En este trabajo se mostrarán dos ejemplos de algunas caracterizaciones realizadas para la solución de problemas encontrados durante un proceso de extrusión en compuestos de caucho etileno-propileno dieno (EPDM) con distinto origen, pero misma formulación, y con mismas propiedades reológicas y físicas.

OBJETIVOS

- Dar a conocer el uso del equipo de RPA dentro de la industria nacional como una de las capacidades y servicios ofrecidos en INTI Caucho
- Promover su uso como una herramienta de control de proceso y caracterización de compuestos de caucho.

DESARROLLO

Las muestras de estudio consisten en dos formulaciones de caucho de EPDM (M1 y M2) que presentan distinto origen, pero que fueron formuladas con los mismos ingredientes. Las características de los cauchos sin formular permiten identificar algunas diferencias en el comportamiento de los compuestos, como por ejemplo: viscosidad Mooney, cristalinidad y distribución de peso molecular. El estudio se centra en encontrar el origen del problema durante el proceso de extrusión para la muestra M1 que presentó zonas de incremento de temperatura que aceleraba el proceso de vulcanización hasta el quemado del compuesto.

Se realizó un barrido de deformación a alta frecuencia (100 ciclos por minuto – cpm -) a 60°C y en un rango de deformación entre 0.1 – 298%. Además, se realizó la determinación del módulo de almacenamiento (G') simulando las condiciones de extrusión durante 5 minutos a una deformación de 14%.

RESULTADOS

- Barrido de deformación

En el barrido de deformación se puede observar la interacción que presentan las cargas y las cadenas de polímero, luego de someter al compuesto a un proceso de mezclado. En la zona de baja deformación se tiene el mayor módulo elástico (G') debido a la formación de red de refuerzo a lo largo del compuesto, mientras que a medida que aumenta la deformación, esta red de refuerzo se rompe, disminuyendo así el G' . La Figura 1, muestra un solapamiento de las curvas de G' en todo el rango de deformación. Por lo tanto, se puede concluir que las muestras se encuentran en iguales condiciones de mezclado, ya que presentan una interacción carga/polímero similar [4].

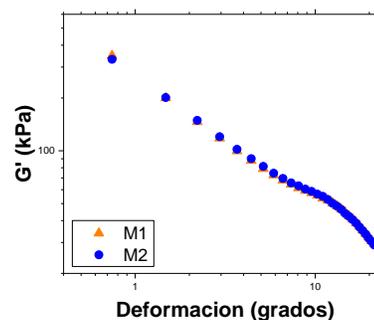


Figura 1. G' vs deformación

Adicionalmente se analiza el factor de amortiguamiento ($\tan \delta$), el cual nos permite establecer una relación con la viscoelasticidad del material (Ecuación 1) [5].

$$\tan \delta = \frac{G''}{G'} \quad \text{Ec. 1. Factor de amortiguamiento}$$

Siendo G' el módulo elástico y G'' el módulo viscoso, lo que representa la capacidad de almacenamiento y disipación de energía para el compuesto respectivamente.

La Figura 2 muestra la tendencia de $\tan \delta$ con la deformación. A partir de 7.5° aproximadamente, M2 presenta un valor de $\tan \delta$ entre un 10 y 13 % superior al de M1.

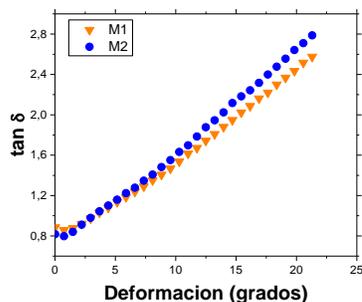


Figura 2. $\tan \delta$ vs deformación

Las diferencias en $\tan \delta$ se deben a un incremento de G'' para M2 con respecto a M1, ya que como se observó en la Figura 1, las tendencias de G' son iguales. Esto implica que M2 tiene una componente disipativa mayor [6,7].

- Determinación del módulo de almacenamiento (G') en condiciones de extrusión.

Cuando se evalúan los valores de G' bajo una permanencia de 5 minutos en condiciones de extrusión, se obtienen los valores mostrados en la Tabla 1:

Tabla 1. G' con permanencia de 5 min en condiciones de extrusión

Muestra	G' (kPa)
M1	418.5
M2	274.7

M1 presenta un valor muy superior de G' en comparación al de M2, lo que implica que dicha muestra tiene una mayor capacidad de almacenamiento de energía.

DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

Para un proceso de extrusión, es deseable tener polímeros que posean una distribución ancha de peso molecular, ya que las cadenas más cortas funcionan como ayudantes de proceso. Sin embargo, M1 presenta problemas durante el procesamiento

(quemado en la zona del cabezal de extrusión). Considerando los resultados obtenidos de los compuestos formulados, se puede concluir que M1 y M2 se encuentran en las mismas condiciones de mezclado y por lo tanto la misma interacción carga-polímero. Por otro lado, se encontró que M1, posee un valor de G' muy superior a M2 en condiciones de extrusión. Esto es indicativo de una estructura más elástica con una microestructura más fuerte, además de una mayor capacidad de almacenar energía. Al presentar un valor de $\tan \delta$ bajo, no es capaz de disiparla como M2, por lo que al combinar esa energía con los elevados esfuerzos de corte que se producen durante la extrusión, M1 podría aumentar más su temperatura en comparación con M2, lo que implica el riesgo de prevulcanización a la salida del cabezal e incluso pudiendo llegar a quemarse.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Dick, J. S., Harmon, C. & Vare, A. Quality assurance of natural rubber using the rubber process analyzer 1. Polym. Test. 18, 327–362 (1999).
- [2] Gao, T., Xie, R., Zhang, L., Gui, H. & Huang, M. Use of Rubber Process Analyzer for Characterizing the Molecular Weight Parameters of Natural Rubber. Int. J. Polym. Sci. 2015, 1–7 (2015).
- [3] Setua, D. K., Pandey, K. N., Saxena, A. K. & Mathur, G. N. Characterization of Elastomer Blend and Compatibility. J. Appl. Polym. Sci. 74, 480–489 (1998).
- [4] Yu, P. et al. Reinforcing styrene butadiene rubber with lignin-novolac epoxy resin networks. Express Polym. Lett. 9, 36–48 (2015).
- [5] Kamykowski, G. Rubber Process Analyzer – RPA Applications : Bridging the Gap Between Polymer / Compound Properties and Processing Behavior. Akron Rubber Workshop (2017).
- [6] Yu, P. et al. Reinforcing styrene butadiene rubber with lignin-novolac epoxy resin networks. Express Polym. Lett. 9, 36–48 (2015).
- [7] Kamykowski, G. Rubber Process Analyzer – RPA Applications : Bridging the Gap Between Polymer / Compound Properties and Processing Behavior. Akron Rubber Workshop (2017).