

Metodo TSSR (*Temperature Scanning Stress Relaxation*) per la caratterizzazione delle proprietà dei materiali elastomerici.

K. Fremuth *, P.Venti**,

Gli elastomeri termoplastici hanno una struttura molecolare ed una morfologia complessa. I metodi di prova tradizionali che vengono normalmente utilizzati per la caratterizzazione di questi elastomeri, forniscono solo informazioni limitate sulle proprietà del TPE. Per questo motivo, presso l'Università Osnabrück (ex Fachhochschule Osnabrück) sotto la direzione del Prof. Dr. Vennemann, è stato sviluppato il metodo di prova che si basa sullo studio delle proprietà degli elastomeri in base alla valutazione del rilassamento degli stress in condizioni non isoterme (TSSR -*Temperature Scanning Stress Relaxation*). Questo processo è stato finalizzato in cooperazione con la società Brabender GmbH & Co. KG di Duisburg, che ha costruito ed introdotto sul mercato il dispositivo TSSR. Il presente articolo fornisce una panoramica generale del principio di misura e le varie possibilità dello strumento TSSR.

1. Principio e funzionamento della tecnica TSSR

Il dispositivo TSSR (Fig. 1) è provvisto di una camera riscaldata elettricamente in cui viene posizionato il campione, un provino standard tipo 5A in accordo allo Standard 53504 e bloccato con supporti idonei. La staffa di bloccaggio inferiore è collegata ad un attuatore lineare per determinare l'allungamento del campione.

Un amplificatore di segnale di alta qualità in combinazione con un convertitore AD viene utilizzato per registrare e digitalizzare i segnali analogici del trasduttore di forza ad alta risoluzione e del sensore di temperatura. Il sensore di temperatura è posizionato molto vicino al campione.

Tutte le impostazioni, la raccolta dei dati e la documentazione finale vengono salvati tramite un PC su cui è in esecuzione il software di misurazione e valutazione. Lo strumento TSSR è collegato al PC tramite un'interfaccia USB. Il test preimpostato viene eseguito automaticamente una volta avviata la prova. I dati vengono registrati e visualizzati come grafico in tempo reale.

Al termine del test viene eseguita la valutazione dei parametri interessati.

La possibilità di esportazione dei dati completa la flessibilità dello strumento

Mediante il TSSR si possono eseguire due diversi metodi di prova:

Il rilassamento isotermico tradizionale (test isotermico rilassamento 0-1000 h)

- l'applicazione del metodo TSSR in cui la misurazione viene effettuato mediante determinazione del carico ad allungamento costante in due fasi.
 - rilassamento isotermo
 - rilassamento non isotermo

Lo strumento TSSR è provvisto di una camera riscaldata elettricamente in cui viene inserito il campione e bloccato con idonee pinze. La temperatura iniziale di test è impostabile tra 20 e 300°C ed il valore di default è 23°C. L'allungamento è selezionabile nell'intervallo 0_100% con il valore di default pari al 50%.

Nella prima parte della prova il campione è sottoposto ad un allungamento a temperatura costante per un tempo da 30 a 120 minuti. In questa prima fase avvengono i processi di rilassamento a breve termine che diminuiscono fino a raggiungere uno stato quasi stazionario.

Al termine del processo di rilassamento isotermico inizia l'effettiva misura TSSR ed il campione viene riscaldato alla velocità di 2°C/min fino a:

- completamento del rilassamento, rottura del campione
 - raggiungimento della temperatura massima dello strumento pari a 300°C
- La velocità di riscaldamento è impostabile da >0 a 4°C/min

Dalla curva Forza/temperatura ottenuta vengono calcolati i parametri T10, T50, T90 (Fig. 2) e l'indice TSSR (Eq. 1) (Fig. 3). La temperatura Tx è la temperatura alla quale il rapporto di forza F/Fo è diminuito del valore percentuale x rispetto alla forza iniziale Fo. L'indice TSSR è una misura del comportamento elastico del materiale. Questo valore è dato dal rapporto tra l'area sottostante la curva (F/Fo)/temperatura del campione e la superficie di un materiale elastomerico ideale che non presenta alcuna variazione di forza all'aumentare della temperatura. Tanto più alto è il valore dell'indice TSSE quanto più il campione in esame si avvicina al comportamento elastomerico ideale

$$TI = \frac{\int_{T_0}^{T_{90}} F / F_0 dT}{T_{90} - T_0} \quad (1)$$

Fig... 1: Dispositivo TSSR della Brabender Messtechnik



* Dipl.-Phys. Kay Fremuth
Product Manager k.fremuth@brabender-mt.de
Brabender Messtechnik GmbH & Co. KG,
D-Duisburg

**Paolo Venti
ventipaolo@alvestrumenti.it
Alve Strumenti -
I-Padova

2. Esempi di applicazione



La tecnica TSSR fornisce molte informazioni sul materiale caratterizzato e la letteratura del prof. Vennemann evidenzia una buona correlazione tra il parametro T_{50} , che esprime la temperatura alla quale la forza iniziale del materiale decade del 50% rispetto al valore iniziale, ed il valore di compression set (DVR, ISO 815), tanto che il comportamento al compression set può essere predetto mediante l'analisi TSSR. I vantaggi di questo nuovo metodo sono:

- la riduzione significativa del tempo di prova (da ca. 70 h a sole 3-4 ore)
- la quantità di ulteriori informazioni ottenibili
- elevata precisione e riproducibilità

Altri studi hanno dimostrato che con la tecnica TSSR si può determinare la densità di reticolazione dei TPV. Questo valore viene determinato dalla pendenza

della curva Forza/temperatura all'inizio del processo di rilassamento non isoterma. Poiché la pendenza del tratto della curva dipende dalla lunghezza delle catene polimeriche tra i siti di reticolazione, basandosi sul modello classico della elasticità della gomma, è possibile risalire alla densità di reticolazione. E le proprietà del TPV dipendono fortemente dalla densità di reticolazione.

della lunghezza della catena dipendente tra siti di reticolazione può quindi essere basata sulla teoria classica della elasticità della gomma (assoluto) densità di reticolazione calcolato (Fig. 4). Le proprietà di TPV dipendono fortemente dal processo di densità di reticolazione.

3. Conclusioni

Il dispositivo TSSR può eseguire sia le misure di rilassamento convenzionali sia le misure TSSR non isoterme.



Il dispositivo TSSR può eseguire sia le misure di rilassamento convenzionali sia le misure TSSR non isoterme. Con questo tecnica vengono caratterizzate le proprietà meccaniche e termiche di TPE, plastiche ed elastomeri. Lo strumento TSSR è adatto alla ricerca ed allo studio di nuovi materiale ed anche al controllo qualità nella'ambito della produzione.

Gli sviluppi del TSSR riguarderanno in primo luogo il software, ampliando la flessibilità dello strumento in base alle richieste del mercato ed offrendo così una ulteriore spinta allo sviluppo di nuovi materiali ed al controllo di qualità

4. Bibliografia

- [1] N. Vennemann, K. Böckamp, D.Bröcker, "Crosslink Density of Peroxide Cured TPV", Macromol. Symp. 2006, 245-246, 641-650
- [2] A. Barbe, K. Böckamp, C. Kummerlöwe, H. Sollmann, N. Vennemann, S. Vinzelberg, „Investigation of Modified SEBS-Based Thermoplastic Elastomers by Temperature Scanning Stress Relaxation Measurements." Polym. Eng. and Science 45 (2005) pp. 1498 – 1507
- [3] N. Vennemann, „Neue Prüfmethode zur Charakterisierung des Relaxationsverhaltens und der Vernetzungsdichte von thermoplastischen Vulkanisaten (TPV)", GAK Gummi, Fasern, Kunststoffe 62 (4), 2009, pp. 221-229
- [4] K. Fremuth, N. Vennemann, „Determination of crosslink density of TPVs and conventional elastomers by means of rapid TSSR-Meter tests", TPE Magazine, 4 (2), 2012, pp. 114-116

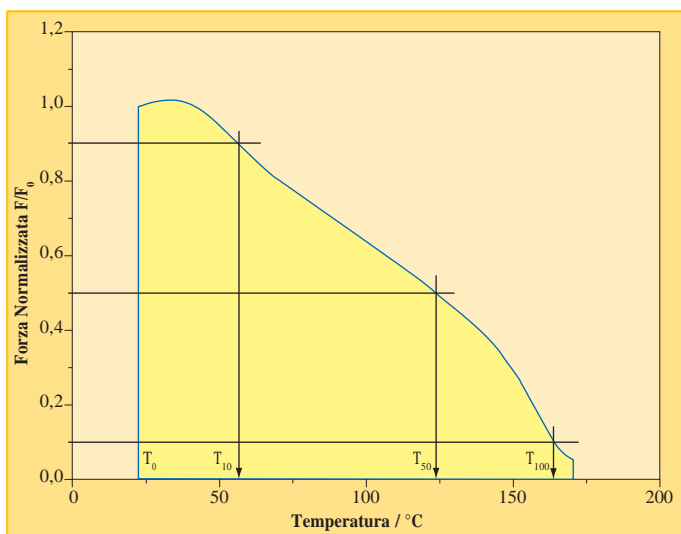


Fig. 2: Calcolo di T_{10} , T_{50} , T_{100} dalla curva Kraft/Temperatura

Fig. 3: L'indice TI TSSR deriva dalla curva di potenza / temperatura

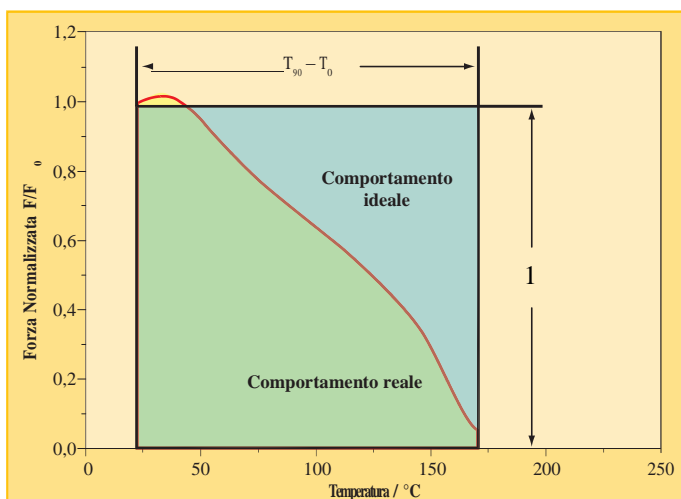


Fig. 4: Calcolo della densità di reticolazione

