



Comportamento Termo-Meccanico del Campione KAFILON 72B Invecchiato ad Alta e Bassa Temperatura

Relazione del
20/09/05

Responsabile scientifico
Prof. Michele Laus

Ricercatore
Dr. Elena Giani

DETECH S.r.l. Spin Off universitario
Spalto Marengo 33, 15100 Alessandria
Tel. 0131287433 – 3474831051 – *Fax.* 0131287416, *E-mail:* laus@mfn.unipmn.it
Internet: www.dotech.it



OGGETTO

Il presente lavoro è rivolto alla valutazione delle caratteristiche meccaniche di un materiale polimerico sottoposto a trattamenti termici a temperature inferiori alla transizione vetrosa o a temperature superiori a 250°C.

CAMPIONI

Il campione fornito da FLUORTECNO è un perfluoroelastomero a base di tetrafluoroetilene denominato KAFLON 72B. Insieme al campione sono state fornite alcune analisi TGA e DSC. Dall'analisi DSC risulta che la transizione vetrosa del campione si verifica a -13.5°C con un onset a -10°C. La TGA mostra che la decomposizione del campione cui sono associate perdite in peso inizia a 430°C.

METODOLOGIA DI ANALISI

Le analisi sono state effettuate utilizzando un analizzatore dinamico-meccanico DMTA V della Rheometric Scientific. Mediante una fustella è stato ricavato un provino a farfalla le cui dimensioni nella zona centrale sono risultate 5.6 mm di larghezza e 2.3 mm di spessore. Tutte le misure sono state eseguite in flessione con la geometria Three Point Bending in cui il provino non è vincolato ed è sollecitato nella parte centrale.

Il comportamento del campione ad alta temperatura è stato studiato su provini invecchiati a 300 e 350°C per vari tempi da 2 a 10 ore. Sui provini è stato eseguito uno strain sweep per valutare l'andamento delle curve sforzo-deformazione in funzione del tempo di invecchiamento e della temperatura.

Inoltre sono state effettuate varie scansioni di temperatura da -150°C a 450°C con una velocità di riscaldamento di 4°C/min impostando una deformazione dello 0.1% (all'interno del campo viscoelastico lineare) e una frequenza di 1 Hz.

Per quanto riguarda l'invecchiamento a bassa temperatura, il provino è stato sottoposto ad una prima scansione di temperatura da -100°C a 150°C con una deformazione dello 0.1% e una frequenza di 1Hz. In seguito il provino è stato riportato a -100°C e lasciato in temperatura per 10 minuti dopodichè è stata nuovamente eseguita la scansione di temperatura da -100°C a 150°C. Questa procedura è stata ripetuta per cinque volte.

DETECH S.r.l. Spin Off universitario

Spalto Marengo 33, 15100 Alessandria

Tel. 0131287433 – 3474831051 – **Fax.** 0131287416, **E-mail:** laus@mfn.unipmn.it

Internet: www.detech.it

RISULTATI E DISCUSSIONE

Analisi dinamico meccanica del KAFLON 72B non trattato.

Un campione non trattato termicamente del materiale KAFLON 72B è stato sottoposto ad una scansione di temperatura per valutarne le transizioni termo-meccaniche. La Figura 1 riporta l'andamento del modulo elastico E' , del modulo di perdita E'' e del loro rapporto ($\tan \delta$) in funzione della temperatura.

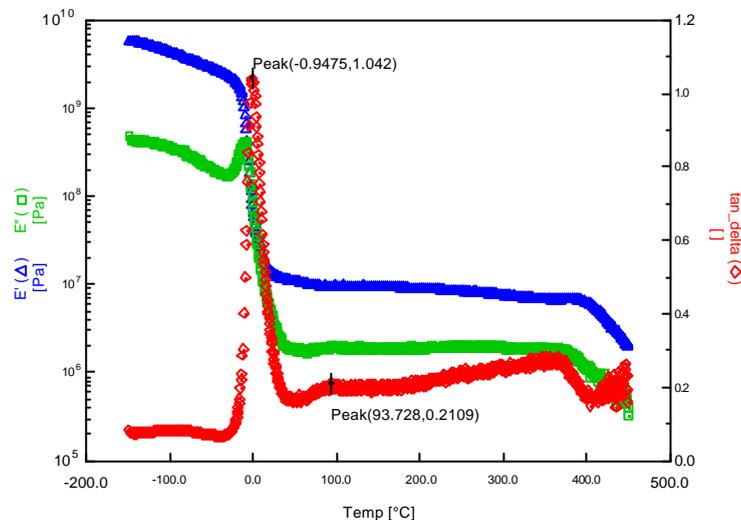


Figura 1. Analisi dinamico-meccanica del provino KAFLON 72B. Scansione di temperatura da -150°C a 450°C, frequenza 1 Hz, deformazione 0.1%.

La curva dinamico-meccanica mostra che la transizione vetrosa del campione, intesa come valore di massimo della tangente di perdita, si trova a -1°C. Il campione presenta un'altra transizione termica a 94°C. Il materiale mostra il cedimento strutturale, evidenziato dal crollo del modulo elastico, a 400°C.

Nella Figura 2 si riporta l'immagine del provino prima e dopo l'analisi.



Figura 2. Immagine del provino KAFLOK72B prima e dopo la scansione di temperatura fino a 450°C.

Prove di invecchiamento ad alta temperatura.

Sul provino vergine è stata effettuata una curva sforzo-deformazione a temperatura ambiente. Il provino è stato successivamente portato a 300°C, mantenuto a questa temperatura per 2 ore e riportato a temperatura ambiente. Sul provino così trattato è stata effettuata una misura di sforzo-deformazione. Questa procedura è stata ripetuta sei volte per un totale di 10 ore di permanenza a 300°C. La Figura 3 illustra collettivamente le curve sforzo-deformazione ottenute dopo vari tempi di invecchiamento.

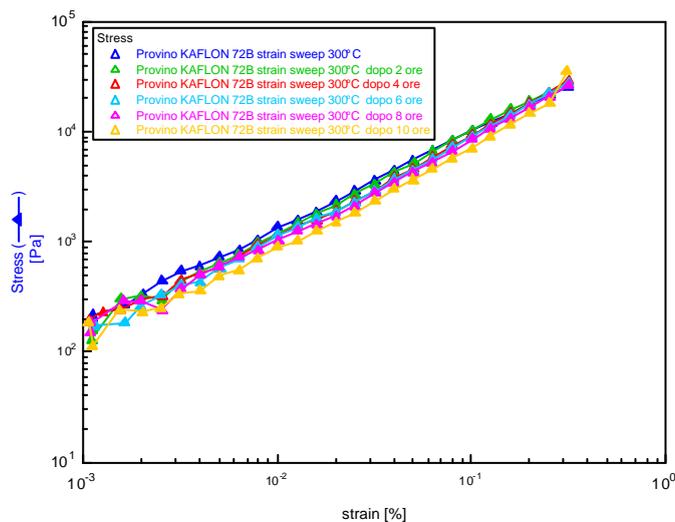


Figura 3. Curve sforzo-deformazione dopo diversi tempi di permanenza a 300°C.

DETECH S.r.l. Spin Off universitario

Spalto Marengo 33, 15100 Alessandria

Tel. 0131287433 – 3474831051 – Fax. 0131287416, E-mail: laus@mfn.unipmn.it

Internet: www.detech.it

Le curve sforzo deformazione, anche se molto simili, risultano progressivamente traslate verso valori più bassi all'aumentare del tempo di permanenza a 300°C. La Figura 4 riporta la foto del provino dopo l'analisi.



Figura 4. Provino KAFLON 72B dopo l'analisi di invecchiamento a 300°C.

Il provino non ha subito modificazioni nel colore né nella forma. Sul provino, che ha subito l'invecchiamento descritto, è stata eseguita una scansione di temperatura da -100°C a 450°C. Le curve ottenute sono riportate in Figura 5 mentre nelle Figure 6-8 sono state riportate le curve di modulo elastico, di modulo di perdita e di tangente di perdita, in funzione della temperatura, del provino vergine (riportate anche nella Figura 1) e del provino invecchiato.

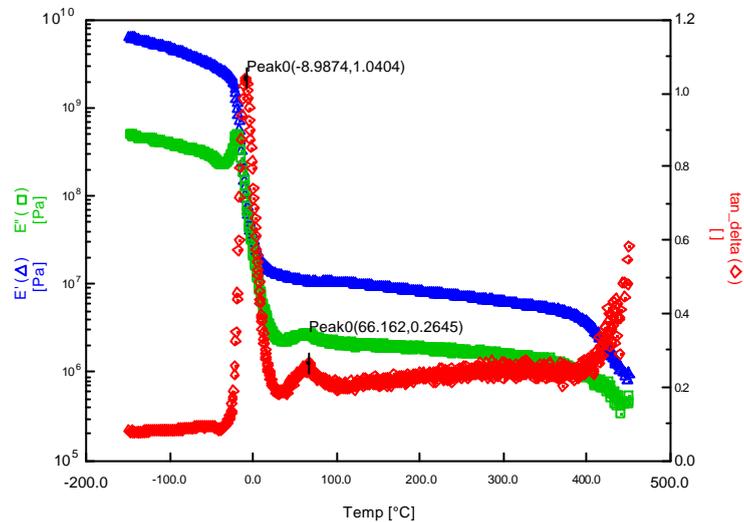


Figura 5. Scansione di temperatura da -100°C a 450°C sul provino invecchiato a 300°C per 10 ore.

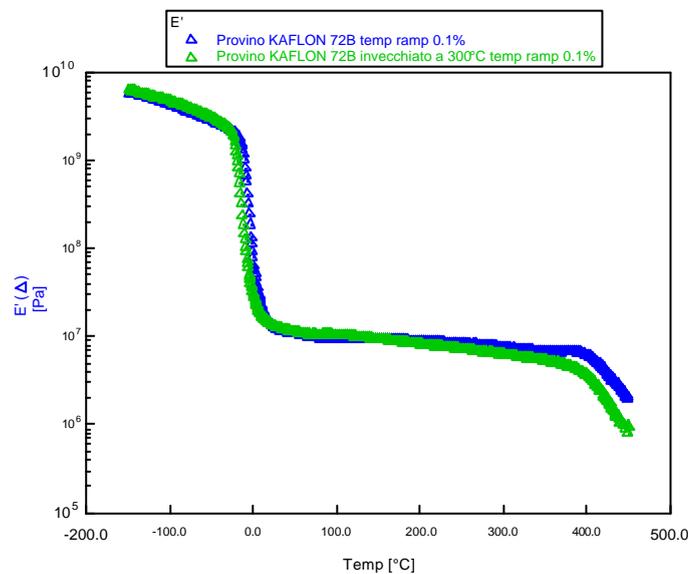


Figura 6. Sovrapposizione delle curva di modulo elastico E' ottenute dalla scansione di temperatura sul provino vergine e su quello invecchiato a 300°C per 10 ore.

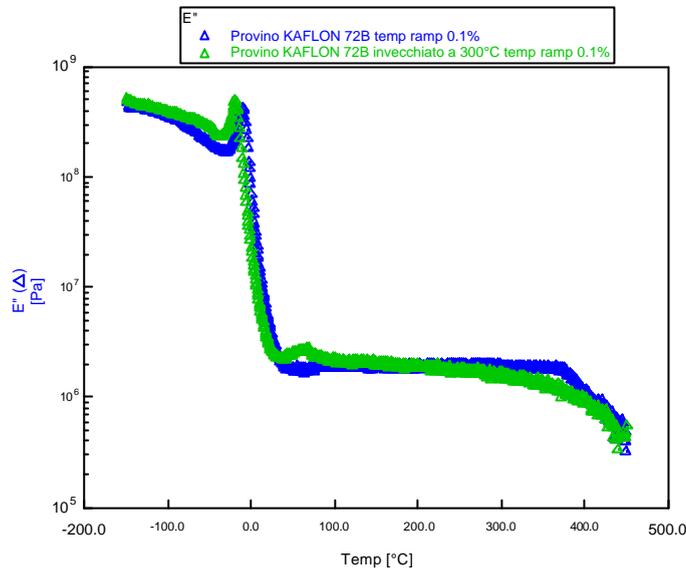


Figura 7. Sovrapposizione delle curva di modulo di perdita E'' ottenute dalla scansione di temperatura sul provino vergine e su quello invecchiato a 300°C per 10 ore.

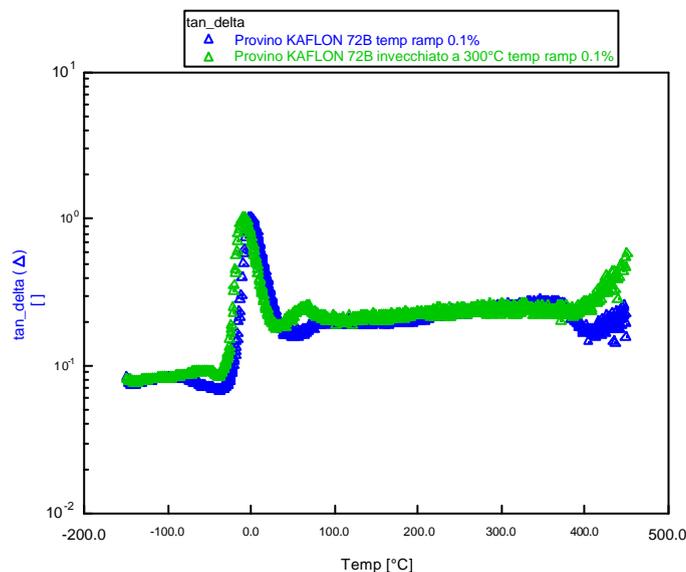


Figura 8. Sovrapposizione delle curva di tangente di perdita ottenute dalla scansione di temperatura sul provino vergine e su quello invecchiato a 300°C per 10 ore.

Il valore del modulo elastico del campione invecchiato a 300°C per 10 ore non subisce variazioni significative rispetto al modulo del materiale non trattato. Il campione invecchiato presenta però un cedimento del modulo ad una temperatura di circa 10 °C inferiore a quella del provino non trattato. Per quanto riguarda invece il

comportamento della tangente di perdita sono da rilevare due effetti. La temperatura di transizione vetrosa si abbassa di circa 8 °C mentre la transizione termica osservata a 93°C sul vergine si sposta a 66°C. Nella Figura 9 viene riportata l'immagine del provino invecchiato a 300°C per 10 ore dopo la scansione di temperatura a fino a 450°C



Figura 9. Immagine del provino invecchiato a 300°C per 10 ore dopo la scansione di temperatura a fino a 450°C

La stessa serie di misure è stata ripetuta fissando la temperatura di invecchiamento a 350°C. La Figura 10 riporta le relative curve sforzo-deformazione.

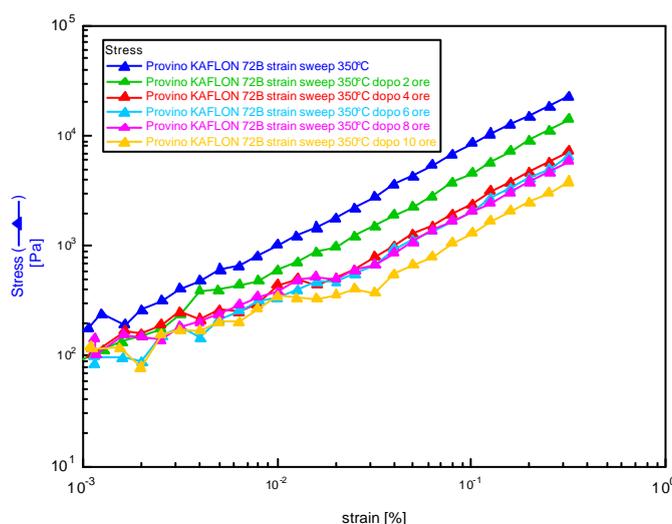


Figura 10. Curve sforzo-deformazione dopo invecchiamento a 350°C per vari tempi.

Le curve sforzo-deformazione risultano sostanzialmente traslate verso valori più bassi all'aumentare del tempo di invecchiamento del provino KAFILON 72B. Nella Figura 11 sono riportati i valori del modulo elastico E' in funzione del tempo di invecchiamento a 300 e 350°C.

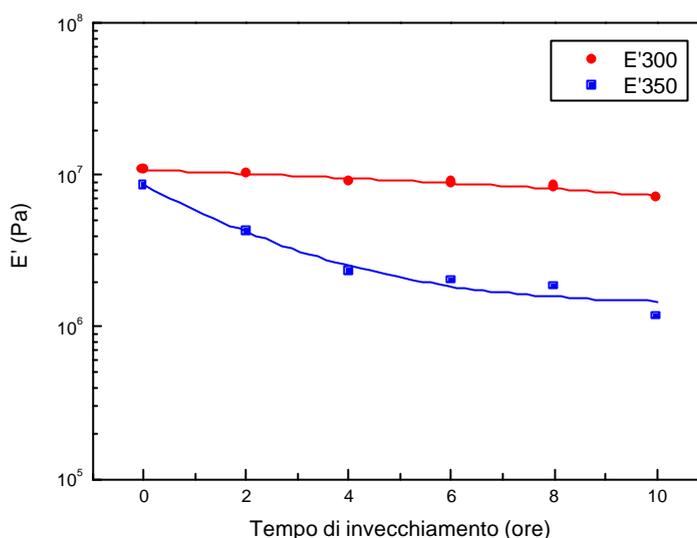


Figura 11. Modulo elastico E' in funzione del tempo di invecchiamento a 300°C ed a 350°C.

Mentre l'invecchiamento a 300°C comporta una lieve diminuzione del modulo elastico, appare chiaro che l' invecchiamento a 350° comporta una drastica diminuzione del modulo indice di una netta degradazione del materiale.

Sul campione invecchiato a 350°C per 10 ore non è stata eseguita la scansione di temperatura in quanto il provino appare evidentemente degradato sia nel colore che nella forma (Figura 12).



Figura 12. Immagine del provino KAFLON 72B dopo invecchiamento a 350°C.

Invecchiamento a bassa temperatura.

Per valutare il comportamento del materiale a bassa temperatura sono state effettuate scansioni di temperatura successive a cicli di raffreddamento del campione a -100°C. È stata effettuata una prima scansione da -100°C a 150°C, con deformazione di 0.1%, per azzerare la storia termica del campione. In seguito il provino è stato portato a -100°C e lasciato a questa temperatura per 10 minuti. Infine è stata effettuata una scansione da -100°C a 150°C per valutare eventuali cambiamenti nelle transizioni termiche e nei valori di modulo. Questa procedura è stata ripetuta 5 volte. Le Figure 13 e 14-18 riportano le singole curve dei moduli e della tangente di perdita rispettivamente della prima scansione di temperatura e di quelle successive ai cicli di raffreddamento. Le Figure 19-21 riportano collettivamente le curve di modulo e della tangente di perdita dopo i vari cicli di raffreddamento.

DETECH S.r.l. Spin Off universitario

Spalto Marengo 33, 15100 Alessandria

Tel. 0131287433 – 3474831051 – **Fax.** 0131287416, **E-mail:** laus@mfn.unipmn.it

Internet: www.dotech.it

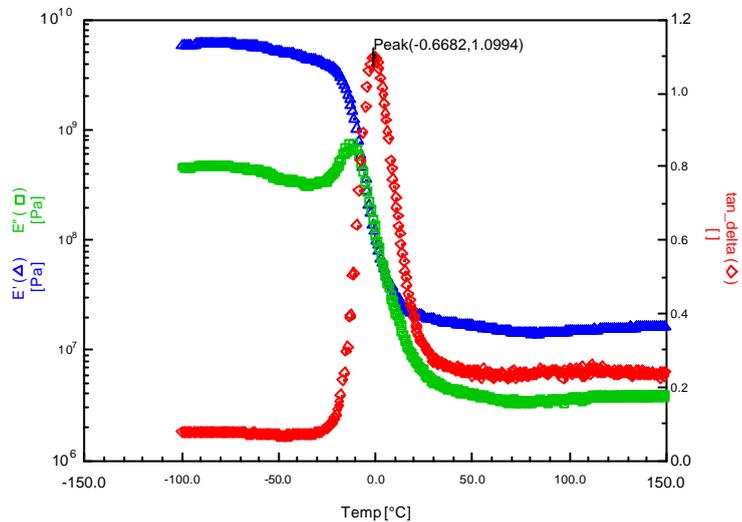


Figura 13. Scansione di temperatura da -100°C a 150°C sul provino KAFILON 72B non trattato.

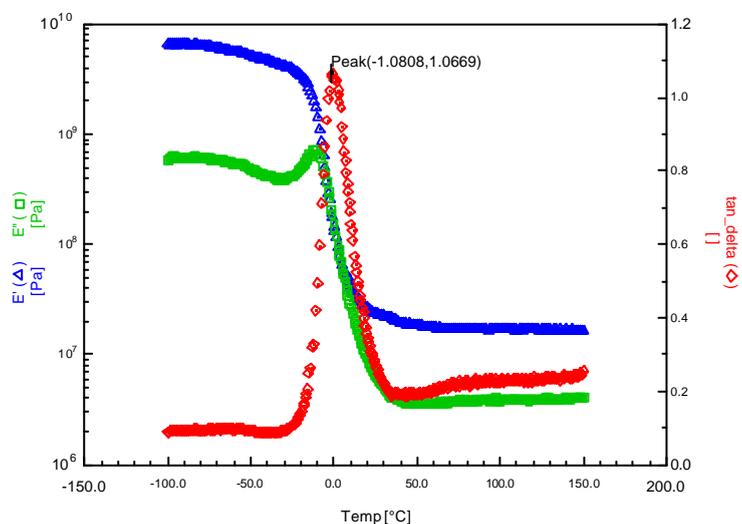


Figura 14. Scansione di temperatura da -100°C a 150°C sul provino KAFILON 72B dopo il 1° ciclo di invecchiamento a -100°C.

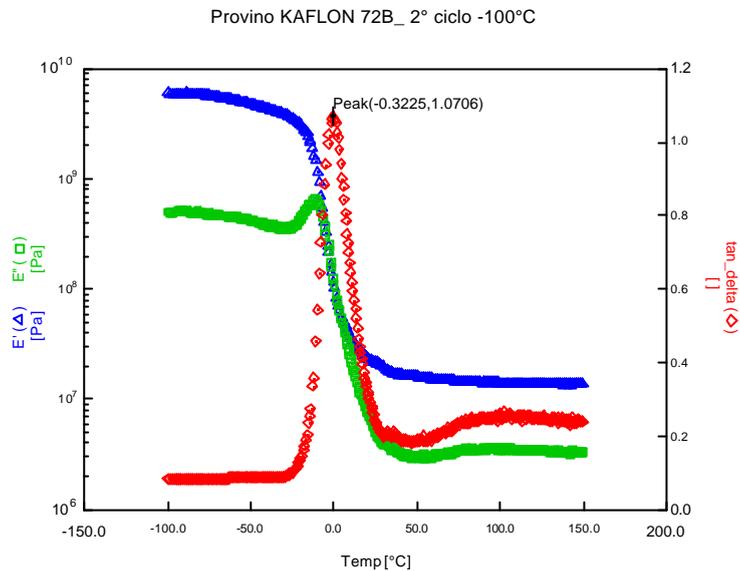


Figura 15. Scansione di temperatura da -100°C a 150°C sul provino KAFLON 72B dopo il 2° ciclo di invecchiamento a -100°C.

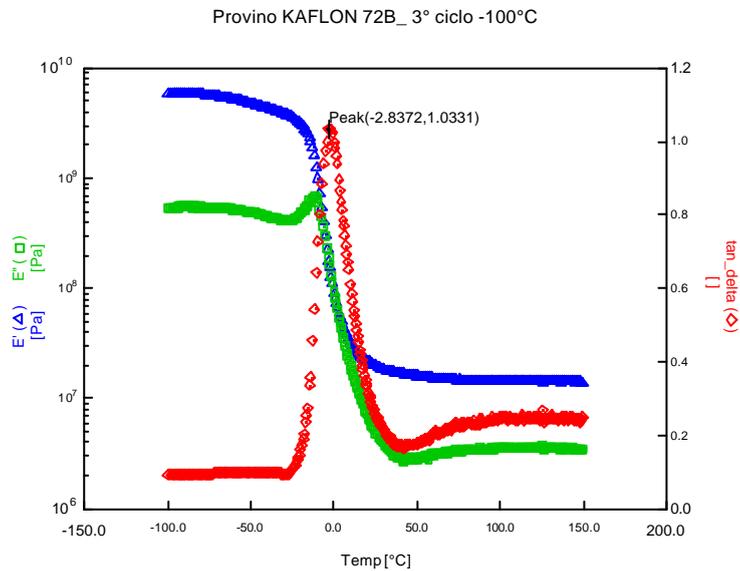


Figura 16. Scansione di temperatura da -100°C a 150°C sul provino KAFLON 72B dopo il 3° ciclo di invecchiamento a -100°C.

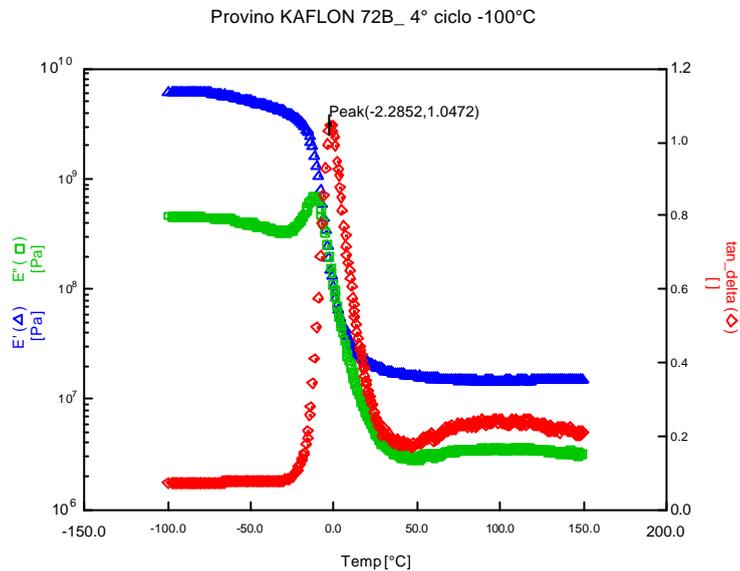


Figura 17. Scansione di temperatura da -100°C a 150°C sul provino KAFLON 72B dopo il 4° ciclo di invecchiamento a -100°C.

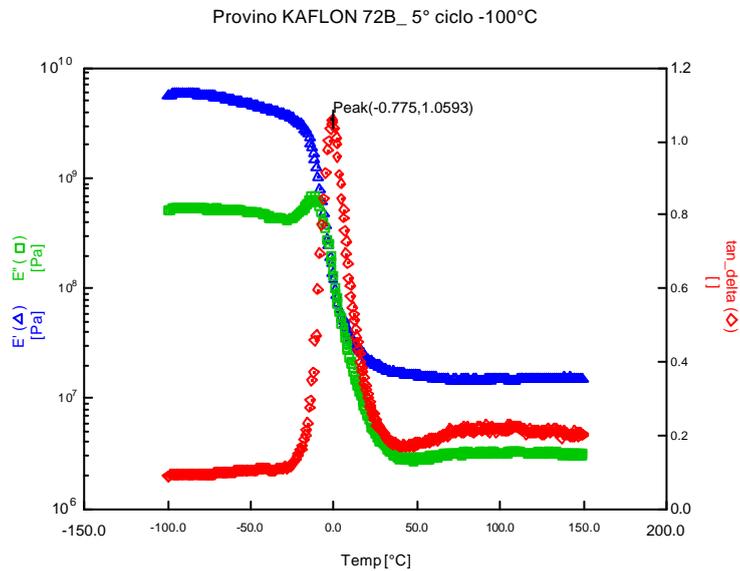


Figura 18. Scansione di temperatura da -100°C a 150°C sul provino KAFLON 72B dopo il 5° ciclo di invecchiamento a -100°C.

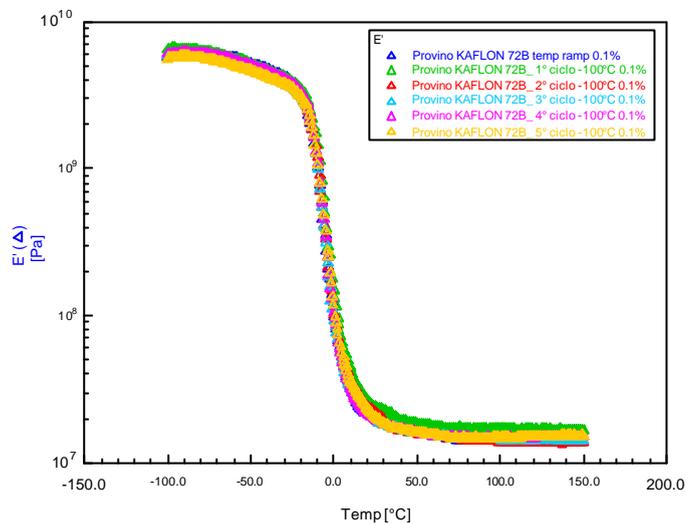


Figura 19. Sovrapposizione delle curve di modulo elastico ottenute dalle scansioni di temperatura da -100°C a 150°C sul provino KAFILON 72B dopo i cicli di invecchiamento a -100°C.

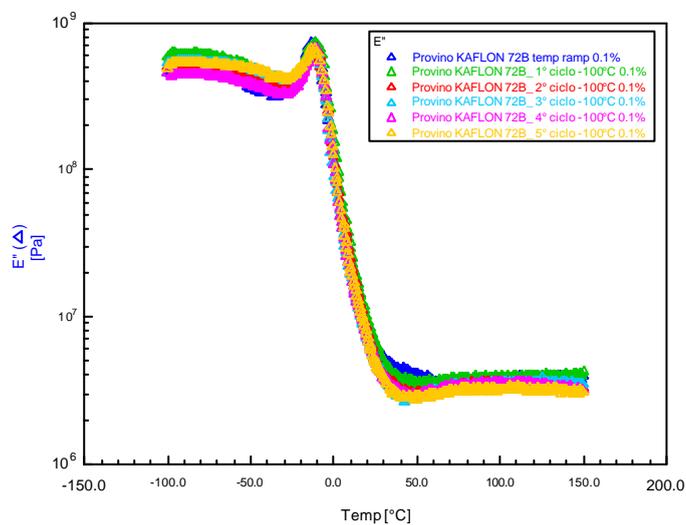


Figura 20. Sovrapposizione delle curve di modulo di perdita ottenute dalle scansioni di temperatura da -100°C a 150°C sul provino KAFILON 72B dopo i cicli di invecchiamento a -100°C.

DETECH S.r.l. Spin Off universitario

Spalto Marengo 33, 15100 Alessandria

Tel. 0131287433 – 3474831051 – Fax. 0131287416, E-mail: laus@mfn.unipmn.it

Internet: www.detch.it

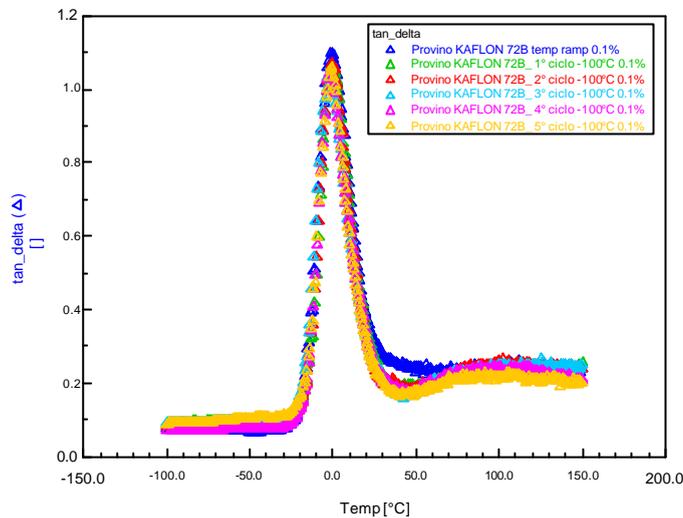


Figura 21. Sovrapposizione delle curve di tangente di perdita ottenute dalle scansioni di temperatura da -100°C a 150°C sul provino KAFILON 72B dopo i cicli di invecchiamento a -100°C.



Figura 22. Immagine del provino KAFILON 72B dopo 5 cicli di invecchiamento a -100°C.

La analisi dinamico-meccanica mostra che il materiale non subisce variazioni di comportamento a seguito dei cicli di invecchiamento a -100°C. Questa conclusione è in accordo con l' immagine del provino dopo i cicli di raffreddamento, riportata in Figura 22, che mostra che il provino non ha subito alterazioni.



CONCLUSIONI

Il presente lavoro descrive le caratteristiche termomeccaniche di un perfluoroelastomero a base di tetrafluoroetilene, fornito da FLUORTECNO e denominato KAFLON 72B, sottoposto a trattamenti termici di invecchiamento a bassa ed alta temperatura.

Il comportamento del campione ad alta temperatura è stato studiato su provini invecchiati a 300 e 350°C per vari tempi fino a 10 ore mentre il comportamento a bassa temperatura è stato studiato portando il campione a -100°C, mantenendolo a questa temperatura per 10 min e poi riportandolo a temperatura ambiente ed analizzandolo. Questa procedura è stata replicata cinque volte.

Il modulo elastico del campione invecchiato a 300°C subisce una lieve diminuzione rispetto al modulo del materiale non trattato mentre l'aspetto del campione risulta simile a quello del campione non trattato. Al contrario, l'invecchiamento a 350° comporta una drastica diminuzione del modulo, indice di una netta degradazione del materiale.

L'invecchiamento a -100°C non modifica il comportamento termomeccanico del campione ed il materiale a fine ciclo non mostra alterazioni.

DETECH S.r.l. Spin Off universitario

Spalto Marengo 33, 15100 Alessandria

Tel. 0131287433 – 3474831051 – **Fax.** 0131287416, **E-mail:** laus@mfn.unipmn.it

Internet: www.dotech.it