



UNIVERSIDAD NACIONAL DEL ALTIPLANO
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA ELÉCTRICA,
ELECTRÓNICA Y SISTEMAS
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA MECÁNICA
ELÉCTRICA



CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA DE LOS ELASTÓMEROS DE
POLIURETANO SINTETIZADOS CON COMPUESTOS DE BASE
BIOLÓGICA REFORZADOS CON NANOPARTÍCULAS
INORGÁNICAS

TESIS

PRESENTADA POR:

JOSÉ JULIÁN OCHOCHOQUE HUAYHUA

JOSÉ ARTURO MIRANDA CALSIN

PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE:

INGENIERO MECÁNICO ELECTRICISTA

PUNO – PERÚ

2022



DEDICATORIA

Dedico este proyecto a Dios quien guía cada paso según su voluntad poniendo en mi camino a las personas que tanto aprecio y son parte de mi familia.

A mis padres: Julián Ochochoque Deza y Antonia Huayhua Turpo que quiero tanto, por el apoyo incondicional y la confianza que siempre me brindaron, con la finalidad que cumpla mis sueños y verme feliz.

A mi hermana: Ruth Edith Ochochoque Huayhua, por la guía y los consejos dados en cada momento solicitado, ayudándome a sobrellevar cualquier situación.

A mis amigos por el apoyo moral a mi persona.

José Julián Ochochoque Huayhua



DEDICATORIA

Dedicado esta investigación primero a Dios, a mis padres que fueron mis primeros maestros y me enseñaron que nunca debo rendirme y cumplir los sueños anhelados.

A mi hermana que fue el apoyo y la fortalece en momentos difíciles.

A mi pareja que siempre me apoya y que nunca me dio la espalda durante todo este tiempo y sin su apoyo no podría haber completado esta fase competitiva de mi educación.

José Arturo Miranda Calsin



AGRADECIMIENTOS

A la universidad Nacional del Altiplano, a la escuela profesional de Ingeniería Mecánica Eléctrica la cual forjas profesionales con valores y ética que ayudan a la mejora de nuestra región y país.

A mi familia por cada momento que estuvieron conmigo apoyándome y brindando la confianza a mi persona.

A la empresa PANKARANA S.A.C y al Mg. Oswaldo Tito Quilla, por el apoyo y guía en el proyecto, en laboratorios y a los docentes de la escuela profesional de ingeniería Mecánica Eléctrica: Mg. Gregorio Meza Marocha por el asesoramiento y nuestros jurados Mg. Felipe Condori Chambilla, M. Sc. Leonardo Payé Colquehuanca e Ing. Omar Luis Neira Cutipa por la orientación y sugerencias para la culminación del proyecto de tesis.

José Julián Ochochoque Huayhua y José Arturo Miranda Calsin



ÍNDICE GENERAL

DEDICATORIA

AGRADECIMIENTOS

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE TABLAS

ÍNDICE DE FIGURAS

ÍNDICE DE ANEXOS

RESUMEN 13

ABSTRACT..... 14

CAPITULO I

INTRODUCCIÓN

1.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA..... 17

1.2. FORMULACIÓN DEL PROBLEMA 18

1.2.1. Problema general..... 18

1.2.2. Problemas específicos 18

1.3. HIPÓTESIS DEL PROBLEMA 19

1.3.1. Hipótesis general..... 19

1.3.2. Hipótesis específicas 19

1.4. JUSTIFICACIÓN DEL ESTUDIO 20

1.5. OBJETIVOS DE LA INVESTIGACIÓN 20

1.5.1. Objetivo general..... 20

1.5.1. Objetivos específicos 20

CAPITULO II

REVISIÓN DE LITERATURA

2.1. ANTECEDENTES DE LA INVESTIGACIÓN 22



2.1.1. Internacional.....	22
2.1.2. Nacional	22
2.1.3. local.....	22
2.2. MARCO TEÓRICO	23
2.2.1. Estática.....	23
2.2.2. Conductividad eléctrica.....	24
2.2.3. Composites.....	27
2.2.4. Composites de rendimiento medio.....	29
2.2.5. Composites de alto rendimiento.....	29
2.2.6. Formulación de composites con matrices poliméricas	29
2.2.7. Cargas antiestáticas	30
2.2.8. Dispersión de nanopartículas en matrices poliméricas	32
2.2.9. Elastómeros	33
2.2.10. Tribología de elastómeros	34
2.2.11. Fricción	35
2.2.12. Desgaste	35
2.2.13. Clasificación de desgaste	35
CAPITULO III	
MATERIALES Y MÉTODOS	
3.1. UBICACIÓN GEOGRÁFICA DEL ESTUDIO.....	38
3.1.1. Ubicación	38
3.2. AJUSTES PRELIMINARES	38
3.3. MÉTODO DE INVESTIGACIÓN	40
3.4. TIPO Y DISEÑO DE INVESTIGACIÓN	40
3.4.1. Tipo o nivel de investigación	40



3.4.2. Diseño de investigación	41
3.5. PROCEDIMIENTO.....	41
3.5.1. Materiales y síntesis	41
3.5.2. Métodos de caracterización.....	44
3.5.2.1. Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)	44
3.5.2.2. Resistencia a la abrasión	45
3.5.2.3. Resistencia a la erosión.....	46
3.5.2.4. Tracción	48
3.5.2.5. Rotura.....	50
3.5.2.6. Dureza	50
3.5.2.7. Microscopia electrónica de barrido.....	51
3.5.3. Conductividad	52
3.5.4. Diseño de detalle.....	56
3.6. VARIABLES	62

CAPITULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. RESULTADOS.....	63
4.1.1. Análisis de espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)	63
4.1.2. Resistencia a la abrasión	65
4.1.3. Resistencia a la erosión.....	66
4.1.4. Tracción	68
4.1.5. Rotura.....	69
4.1.6. Dureza	70
4.1.7. Microscopia electrónica de barrido.....	70



4.1.8. Conductividad	71
V. CONCLUSIONES.....	74
VI. RECOMENDACIONES	76
VII. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	77
ANEXOS.....	79

ÁREA: Ingeniería Eléctrica

TEMA: Conductividad Eléctrica

FECHA DE SUSTENTACIÓN: 28 de diciembre del 2022



ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1:	Conductividad eléctrica y permitividad de los polímeros.....	26
Tabla 2:	Diseño de experimento final	40
Tabla 3:	Condiciones del ensayo de erosión	47
Tabla 4:	Matriz morfológica del equipo astm d 991	54
Tabla 5:	Matriz de pares de criterios.....	55
Tabla 6:	Matriz de decisión de la combinación tipo de maquina.....	56
Tabla 7:	Materiales estructurales.....	59
Tabla 8:	Medida a diferentes potenciales para validar el equipo	62
Tabla 9:	Resultados individuales del ensayo de abrasión.	65
Tabla 10:	Ensayos de erosión.....	67
Tabla 11:	Resultados individuales del ensayo de tracción.....	68
Tabla 12:	Resultados individuales del ensayo de tracción.....	69
Tabla 13:	Resultados de dureza de los poliuretanos medidos con un durómetro shore a.	70

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1:	Representación del fenómeno de estática. fuente pionteck, 2007	24
Figura 2:	Clasificación de materiales según su conductividad eléctrica. fuente pionteck, 2007	24
Figura 3:	Teoría de bandas. fuente pionteck, 2007	25
Figura 4:	Formulación de composites con matrices poliméricas. fuente pionteck, 2007	30
Figura 5:	Conformado de elastómeros de poliuretano. fuente prisacariu, 2011	34
figura 6:	Abrasímetro. fuente astm d5963.....	36
Figura 7:	Representación de desgaste por erosión. fuente clemitson, 2008.....	37
Figura 8:	Proceso de obtención de un elastómero de poliuretano.....	39
Figura 9:	Nanomateriales inorgánicos (a) nanopartículas de oxido de silicio y (b) nanopartículas de carbonato de calcio	40
Figura 10:	Equipo de mezclado de alto cizallamiento silverson. fuente propia.	42
Figura 11:	Equipo de vacío. fuente propia.....	43
Figura 12:	Elastómeros de poliuretano conformados 0%, 0.1%, 0.3% y 0.5% nt. fuente propia.....	44
Figura 13:	Ilustración esquemática de un espectrómetro ftir. nota: fuente (theophanides, 2012).....	44
Figura 14:	Equipo de ftir, marca bruker, modelo alpha ii. fuente propia.....	45
Figura 15:	Equipo de abrasión bajo la norma astm 5963. fuente propia.....	46
Figura 16:	Máquina de erosión basada en astm g-76. fuente propia.....	47
Figura 17:	Maquina universal para pruebas de tracción y rotura. fuente propia.....	49
Figura 18:	Probetas para el ensayo de tracción. fuente propia.....	49
Figura 19:	Probetas para el ensayo de rotura. fuente propia.....	50
Figura 20:	Durómetro y soporte para medir la dureza. fuente propia.....	51
Figura 21:	Microscopio electrónico de barrido (sem) marca hitachi. fuente propia....	52



Figura 22: Árbol de necesidades del equipo de medición de resistividad eléctrica. fuente propia.....	53
Figura 23: Diseño respecto a la norma astm d991-89. fuente propia.....	57
Figura 24: Diseño de piezas estructurales, a) aislante inferior, b) peso medio, c) aislante superior, d) peso inferior, e) peso superior. fuente propia.....	58
Figura 25: Corte del ensamble. fuente propia.	58
Figura 26: Adquisición de materiales metales y aislantes. fuente propia.....	59
Figura 27: Disposición de las conexiones eléctrica, a) configuración eléctrica según norma astm d991, b) configuración eléctrica realizada. fuente propia.....	60
Figura 28: Corte de probetas para el ensayo de resistividad volumétrica. fuente propia.	61
Figura 29: Espectro ir de los poliuretanos reforzados con nanotubos de carbono. fuente propia.....	63
Figura 30: Curva de calibración área vs carga ntc para el pico de 1673 cm ⁻¹ . fuente propia.....	64
Figura 31: Curva de calibración área vs carga ntc para el pico de 1694 cm ⁻¹ . fuente propia.....	64
Figura 32: Tendencia de la resistencia a la abrasión en función al % de ntc incorporado. fuente propia.....	66
Figura 33: Tendencia de la resistencia a la erosión en función al % de ntc incorporado. fuente propia.....	67
Figura 34: Tendencia de la resistencia a la tracción en función al % de ntc incorporado. fuente propia.....	68
Figura 35: Tendencia de la resistencia a la rotura en función al % de ntc incorporado. fuente propia.....	69
Figura 36: Micrografías sem de los poliuretanos a) pu, b) pu-ntc-0.1%, c) pu-ntc-0.3% y d) pu-ntc-0.5%. fuente propia.....	71
Figura 37: Resistividad en los composites elastoméricos obtenidos. fuente propia. ...	72



ÍNDICE DE ANEXOS

Anexo 1: Norma atsm d991 - método de prueba estándar para las propiedades del caucho: resistividad volumétrica de productos eléctricamente conductores y antiestáticos.....	79
Anexo 2: Norma astm g76 - método de prueba estándar para realizar pruebas de erosión por impacto de partículas sólidas utilizando chorros de gas.....	83
Anexo 3: Norma astm d5963 - método de prueba estándar para la propiedad del caucho: resistencia a la abrasión (abrasión de tambor rotatorio)	87
Anexo 4: Norma astm d412 - métodos de prueba estándar para caucho vulcanizado y elastómeros termoplásticos: tensión.....	93
Anexo 5: Norma astm d2240 - método de prueba estándar para las propiedades del caucho - dureza del durómetro.....	99
Anexo 6: Norma astm d624 – método de prueba estándar para resistencia al desgarro de caucho vulcanizado convencional y elastómeros termoplásticos.	105
Anexo 7: Ficha técnica prepolimero erapol e93a	108
Anexo 8: Ficha técnica nanotubos de carbono	110
Anexo 9: Ficha técnica curativo – moca.....	112
Anexo 10: Ficha técnica priplast	113
Anexo 11: Diseño de ensamble	115
Anexo 12: Modelamiento en software.....	116
Anexo 13: Materiales a usados para medida son multímetro y medidor de conductividad.	117
Anexo 14: Instalación del multímetro y equipo medidor de conductividad para la medida de los elastómeros.	118
Anexo 15: Evidenciass fotográficas	119



RESUMEN

El siguiente trabajo de investigación ha estudiado el efecto de la incorporación de nanotubos de carbono sobre la conductividad eléctrica y sobre las propiedades tribológicas de un elastómero de poliuretano que contiene un polioliol de base biológica. Así mismo, se desarrolló elastómeros de poliuretano de base biológica reforzado con nanotubos de carbono (NTC) con una dureza de 85 shore A. El desarrollo de la investigación requirió el uso de equipos tribológicos para caracterizar tanto la resistencia al desgaste por abrasión como la resistencia al desgaste por erosión, configurados bajo las normas ASTM D5963 y ASTM G76, respectivamente. Los resultados de este trabajo de investigación fueron favorables donde se obtuvieron elastómeros de poliuretano conductores eléctricos (antiestáticos) y resistente al desgaste por abrasión. El equipo para medición de resistividad volumétrica mostró resultados favorables ya que se obtuvieron valores de conductividad mayores a medida que se incrementa la concentración de nanotubos de carbono. Del mismo modo, se obtuvieron que el composite reforzado con 0.5 % de nanotubos de carbono presentó una mayor resistencia a la abrasión frente al elastómero sin carga. Sin embargo, los composites reforzados con nanotubos de carbono presentaron un mayor desgaste por erosión con respecto al elastómero sin carga. Respecto a las propiedades tribológicas, el composite reforzado con 0.1 % NTC presentó una mejor resistencia a la tracción en comparación a los demás refuerzos. Por otro lado, su resistencia a la rotura disminuyó en aproximadamente 25 % respecto al elastómero sin carga. Estos resultados proporcionan una oportunidad para lograr el desarrollo de nuevos materiales compuestos enmarcados en la economía circular.

Palabras Clave: nanotubos de carbono, bio-elastómeros, conductividad, refuerzo, propiedades tribológicas.



ABSTRACT

The following research work has studied the effect of the incorporation of carbon nanotubes on the electrical conductivity and on the tribological properties of a polyurethane elastomer that contains a bio-based polyol. Likewise, bio-based polyurethane elastomers reinforced with carbon nanotubes (NTC) with a hardness of 85 shore A were developed. The development of the research required the use of tribological equipment to characterize both the resistance to wear by abrasion and the resistance to wear by erosion, configured under ASTM D5963 and ASTM G76 standards, respectively. The results of this research work were favorable where electrically conductive polyurethane elastomers (antistatic) and resistant to abrasion wear were obtained. The volumetric resistivity measurement equipment showed favorable results since higher conductivity values were obtained as the concentration of carbon nanotubes increased. In the same way, it was obtained that the composite reinforced with 0.5% of carbon nanotubes presented a greater resistance to abrasion compared to the unfilled elastomer. However, carbon nanotube-reinforced composites showed greater resistance to erosion with respect to the unfilled elastomer. Regarding the tribological properties, the composite reinforced with 0.1% NTC presented a better tensile strength compared to the other reinforcements. On the other hand, its resistance to breakage decreased by approximately 25% with respect to the elastomer without load. These results provide an opportunity to achieve the development of new composite materials framed in the circular economy.

Keywords: carbon nanotubes, bio-elastomers, conductivity, reinforcement, tribological properties.



CAPITULO I

INTRODUCCIÓN

La electricidad estática ha estado desde siempre en nuestras vidas, Tales de Mileto observó que cuando se frota una varilla de ámbar (resina de árbol petrificada) con un trozo de tela, el ámbar atrae pequeños trozos de hojas o polvo. La palabra griega "Elektron" significa ámbar y pasaría mucho tiempo para descifrar el fenómeno de la carga electrostática observado por Tales (Wypych & Pionteck, 2016)

Hoy en día, en todas las industrias se tiene de alguna forma el cuidado para evitar las cargas electrostáticas, aun así, el riesgo de accidentes (explosiones) ocasionado por las cargas electrostáticas es latente (Von Pidoll, 2013). El desarrollo tecnológico de los materiales poliméricos condujo a usar agentes y refuerzos antiestáticos (incremento de la conductividad eléctrica) para evitar la adhesión de polvos contaminantes en la superficie del producto polimérico final (Brigandi, 2017). Es así como en la actualidad es indispensable el uso del composite y el desarrollo de estos, donde el uso de nanomateriales inorgánicos es una tendencia por ofrecer otras ventajas (mejora las propiedades mecánicas, físicas y químicas) a parte de aumentar la conductividad eléctrica del material polimérico (Brigandi, 2017; Li, y otros, 2014).

En los últimos años se han reportado investigaciones sobre nano-composites poliméricas (Aguilar, 2021; Iglesias, 2020), y a su vez, el desarrollado de nano-composites en base a nanotubos de carbono en diversas matrices poliméricas. Yavad y otros (Yadav, Tirumali, Wang, Naebe, & Kandasubramanian, 2020), describen la aplicación de los nanotubos de carbono y grafeno en la elaboración de los nano-composites antiestéticos para la industria aeroespacial. He y otros (He, 2021), sintetizaron elastómeros multifuncionales usando nanopartículas de plata que le confiere propiedades



mecánicas ajustables. Brigandi y Li (Brigandi, 2017; Li, y otros, 2014), muestran la aplicación multifuncional del composite elastoméricos en base nanomateriales derivados del carbono donde se muestra las mejoras tanto de las propiedades mecánicas como de la conductividad eléctrica. Sin embargo, son pocos los estudios enfocados en mejorar tanto la resistencia al desgaste como la conductividad eléctrica de los materiales poliméricos.

Por otro lado, tenemos un creciente desarrollo de nuevos materiales poliméricos amigables con el medio ambiente, donde los poliuretanos son los preferidos para sintetizar, por poseer buenas cualidades mecánicas. Y entre la familia de poliuretanos están los elastómeros de poliuretano que son usados para contrarrestar el desgaste industrial (Clemitson, 2008). Hay estudios enfocados en la síntesis de elastómeros de poliuretano a base polioles de base biológica en combinación con polioles derivados del petróleo con el fin de aminorar el uso de componente derivados del petróleo en la síntesis de dichos elastómeros (Tito, 2020). Sin embargo, aún no se ha encontrado superar la resistencia al desgaste que ofrecen los elastómeros convencionales.

En muchas aplicaciones de los elastómeros de poliuretano se requiere cumplir tanto con el buen desempeño contra el desgaste como la disipación de las cargas electrostáticas producto de la fricción (Wypych & Pionteck, 2016), por ejemplo, en las fajas transportadores, limpiadores de oleoductos, entre otras. En la actualidad, se tiene normado tanto la caracterización de la conductividad eléctrica (D991, 1989; D257, 2007) como la resistencia al desgaste (G76, 2018; D5963, 2019) de los materiales elastoméricos, por lo que realizaremos estudios sobre la efectividad del uso de nanopartículas inorgánicas para mejorar la resistencia al desgaste y conductividad eléctrica de los elastómeros sintetizados con componentes de base biológica.



1.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Hoy en día, en todas las operaciones industriales se tiene implementado diversos métodos de control tanto para mitigar la contaminación ambiental como para cuidar la salud de los trabajadores. El uso de materiales derivados de fuentes renovables para elaborar elastómeros de poliuretano se presenta como una opción amigable con el medio ambiente, sin embargo, las propiedades tribológicas no son suficientes como para competir con los elastómeros convencionales. Por otro lado, las cargas electrostáticas que podrían generarse sobre los materiales elastoméricos son un riesgo de accidentes (explosiones) latente. Particularmente, para los elastómeros de poliuretano (EPU) se utilizan agentes y cargas antiestáticos para aumentar la conductividad eléctrica y evitar dichos accidentes relacionados con las cargas electrostáticas. Sin embargo, las cargas antiestáticas suelen menguar las propiedades mecánicas finales de los elastómeros. En la actualidad, se sabe bien que los composites generados con nanotubos de carbono mejoran tanto las propiedades mecánicas como la conductividad eléctrica del material final, sin embargo, aún hay un limitado estudio sobre el uso de nanopartículas inorgánicas para mejorar tanto la resistencia al desgaste y como la conductividad eléctrica de los elastómeros elaborados con componentes de base biológica.

¿Sera efectivo la incorporación de nanopartículas inorgánicas para mejorar la resistencia al desgaste y conductividad eléctrica de los elastómeros de poliuretano derivado de fuentes renovables?



1.2. FORMULACIÓN DEL PROBLEMA

1.2.1. Problema general

¿Será efectivo la incorporación de nanopartículas inorgánicas para mejorar la resistencia al desgaste y conductividad eléctrica de los elastómeros de poliuretano derivado de fuentes renovables?

1.2.2. Problemas específicos

- ¿Se podrá incorporar nanopartículas inorgánicas mediante dispersión mecánica?
- ¿Se podrá medir la conductividad eléctrica de los elastómeros de poliuretano sintetizados con componentes de base biológica y reforzados con nanopartículas inorgánicas?
- ¿Se podrá medir las resistencias al desgaste de los elastómeros de poliuretanos sintetizados con componentes de base biológica y reforzados con nanopartículas inorgánicas?
- ¿Se logrará observar la efectividad de las nanopartículas inorgánicas para mejorar tanto la resistencia al desgaste como la conductividad eléctrica?



1.3. HIPÓTESIS DEL PROBLEMA

1.3.1. Hipótesis general

Es efectivo el uso de nanopartículas inorgánicas para mejorar la resistencia al desgaste y conductividad eléctrica de los elastómeros sintetizados con componentes de base biológica.

1.3.2. Hipótesis específicas

- Incorporar nanopartículas inorgánicas mediante dispersión mecánica busca mejorar las propiedades mecánicas.
- Se medirá la conductividad eléctrica de los elastómeros de poliuretano sintetizados con componentes de base biológica y reforzados con nanopartículas inorgánicas.
- Se medirá las resistencias al desgaste de los elastómeros de poliuretanos sintetizados con componentes de base biológica y reforzados con nanopartículas inorgánicas.
- Se observará la efectividad de las nanopartículas inorgánicas para mejorar tanto la resistencia al desgaste como la conductividad eléctrica.



1.4. JUSTIFICACIÓN DEL ESTUDIO

La economía circular está ganando cada vez más atención en todo el mundo como un medio para reducir los impactos ambientales negativos producidos por la economía lineal, donde los productos después de ser usados son desechados. En este marco, es importante el desarrollo tecnológico de materiales poliméricos basados en componentes renovables, y para realizar este desarrollo se requiere la participación de todas las ramas de la ingeniería.

El conocimiento e investigaciones sobre la conductividad eléctrica y las cargas electrostáticas de los materiales poliméricos basados en componentes renovables genera la posibilidad de ampliar la aplicación de estos materiales. Consecuentemente, genera una oportunidad para nuestro país para lograr un crecimiento económico y el desarrollo industrial inclusivo y sostenible.

1.5. OBJETIVOS DE LA INVESTIGACIÓN

1.5.1. Objetivo general

Obtener un elastómero de poliuretano conductor eléctrico (antiestático) y resistente al desgaste, elaborado a partir de componentes de base biológica y nanopartículas inorgánicas como reforzantes.

1.5.1. Objetivos específicos

- Incorporar las nanopartículas inorgánicas a la matriz del elastómero de poliuretano por medio de una dispersión mecánica.
- Determinar la conductividad eléctrica de los elastómeros de poliuretano sintetizados con componentes de base biológica y reforzados con nanopartículas inorgánicas.



- Determinar las resistencias al desgaste de los elastómeros de poliuretanos sintetizados con componentes de base biológica y reforzados con nanopartículas inorgánicas.
- Determinar efectividad de las nanopartículas inorgánicas para mejorar tanto la resistencia al desgaste como la conductividad eléctrica.



CAPITULO II

REVISIÓN DE LITERATURA

2.1. ANTECEDENTES DE LA INVESTIGACIÓN

2.1.1. Internacional

La electricidad estática ha estado desde siempre en nuestras vidas, Tales de Mileto observó que cuando se frota una varilla de ámbar (resina de árbol petrificada) con un trozo de tela, el ámbar atrae pequeños trozos de hojas o polvo. La palabra griega "Elektron" significa ámbar y pasaría mucho tiempo para descifrar el fenómeno de la carga electrostática observado por Tales.

2.1.2. Nacional

Hoy en día, en todas las industrias se tiene de alguna forma el cuidado para evitar las cargas electrostáticas, aun así, el riesgo de accidentes (explosiones) ocasionado por las cargas electrostáticas es latente. El desarrollo tecnológico de los materiales poliméricos condujo a usar agentes y refuerzos antiestáticos (incremento de la conductividad eléctrica) para evitar la adhesión de polvos contaminantes en la superficie del producto polimérico final. Es así como en la actualidad es indispensable el uso del composite y el desarrollo de estos, donde el uso de nanomateriales inorgánicos es una tendencia por ofrecer otras ventajas (mejora las propiedades mecánicas, físicas y químicas) a parte de aumentar la conductividad eléctrica del material polimérico.

2.1.3. local

Por otro lado, tenemos un creciente desarrollo de nuevos materiales poliméricos amigables con el medio ambiente, donde los poliuretanos son los preferidos para sintetizar, por poseer buenas cualidades mecánicas. Y entre la familia de poliuretanos



están los elastómeros de poliuretano que son usados para contrarrestar el desgaste industrial. Hay estudios enfocados en la síntesis de elastómeros de poliuretano a base polioles de base biológica en combinación con polioles derivados del petróleo con el fin de aminorar el uso de componente derivados del petróleo en la síntesis de dichos elastómeros. Sin embargo, aún no se ha encontrado superar la resistencia al desgaste que ofrecen los elastómeros convencionales.

2.2. MARCO TEÓRICO

2.2.1. Estática

El estudio de la estática se remonta a los 600 años a.C. cuando Tales de Mileto observaba como luego de frotar el ámbar, este atraía pequeñas partículas de polvo. Sin embargo, tuvieron que pasar aproximadamente 2000 años para que el físico William Gilbert descubra que no solo el ámbar tenía ese comportamiento, sino otros materiales a los cuales llamó “electriks”, mientras a los que no mostraban dicho comportamiento se les llamó “non electriks”, a partir de lo cual diversos científicos realizaron experimentos a través de los años, tratando de explicar el fenómeno de electrostática. Entre los materiales que presentan dicho fenómeno, el cabello y piel humana, el cuero, pelaje, algunos metales como plomo y aluminio tienden a cargarse positivamente en su superficie (donar electrones), mientras que otros materiales como el ámbar, madera, oro, platino, poliésteres, poliuretanos y siliconas tienden a cargarse negativamente. El ejemplo más conocido de estática es cuando uno frota un globo en su cabello o madera, haciendo que este se cargue negativamente y pueda atraer pedazos pequeños de hojas de papel (**Figura 1**). Las cargas electrostáticas generadas no son estables en el tiempo, por lo que las fuerzas de atracción y repulsión se van reduciendo hasta desaparecer (Pionteck, 2007).

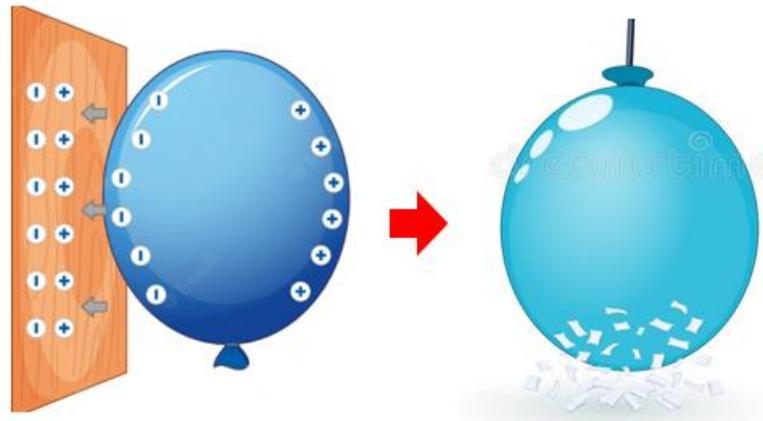


Figura 1: Representación del fenómeno de estática.

Fuente: Pionteck, 2007

Cuando los materiales presentan carga electrostática, se genera el riesgo de que, debido a una abrupta desaparición de dicha carga, se generen chispas. Por lo que, en un ambiente bajo condiciones explosivas, las cargas electrostáticas pueden generar daños en la infraestructura, equipos y salud humana (Pionteck, 2007).

2.2.2. Conductividad eléctrica

La conductividad eléctrica (σ) e la capacidad de los materiales de dejar pasar corriente eléctrica (electrones) a través de ellos. De acuerdo con su conductividad eléctrica, los materiales pueden clasificarse como aislantes ($\sigma = 10^{-22}$ a 10^{-12} S. cm^{-1}), semiconductores (10^{-9} a 10^{-2} S. cm^{-1}), conductores ($\sigma > 10^2$ S. cm^{-1}) o superconductores ($\sigma \sim 10^{20}$ S. cm^{-1}) (Figura 2)

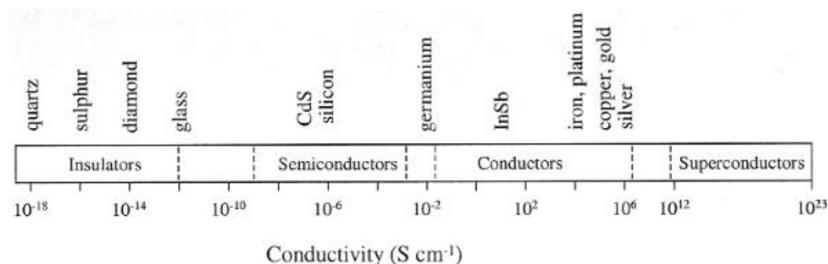


Figura 2: Clasificación de materiales según su conductividad eléctrica.

Fuente: Pionteck, 2007

Para explicar la diferencia entre materiales aislantes, semiconductores y conductores (metales) se emplea la teoría de bandas (**Figura 3**). La cual explica que, para los materiales conductores, los electrones presentes en el último nivel de energía de los materiales (banda de valencia) tienden a circular hacia la banda de conducción, mientras que en los semiconductores hay una brecha energética que dificulta la circulación de los electrones y se supera con el aumento de temperatura. Respecto a los aislantes, la brecha energética es suficientemente grande como para impedir la circulación de los electrones aún con aumentos de temperatura.

La conductividad de los materiales depende de la temperatura, en los metales al aumentar la temperatura disminuye su conductividad eléctrica, mientras que en los materiales semiconductores y aislantes aumenta. Sin embargo, la conductividad de los aislantes se logra más por impurezas que pueda tener que por el mismo material. Cabe mencionar que se puede aumentar la conductividad eléctrica de los materiales con la incorporación de cargas positivas o negativas.

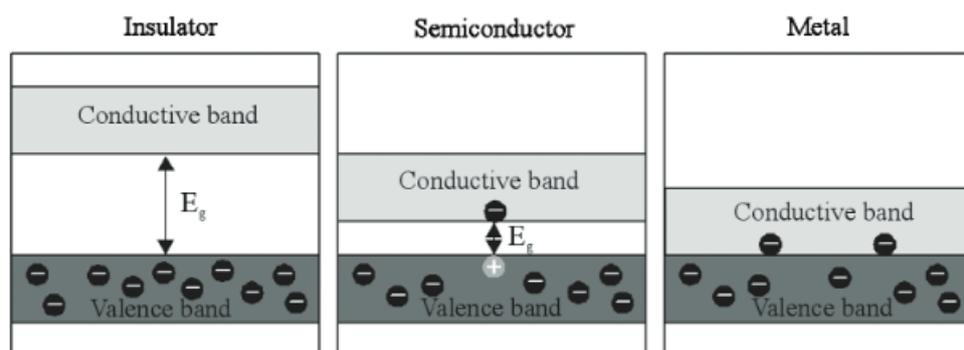


Figura 3: Teoría de bandas.

Fuente Pionteck, 2007

Respecto a los polímeros, estos son naturalmente aislantes con conductividades de 10^{-12} a 10^{-20} S.cm⁻¹. Una lista de valores típicos de conductividades de polímeros es mostrada **Tabla 1**.

Tabla 1: Conductividad eléctrica y permitividad de los polímeros

Polímero	Conductividad eléctrica σ (S.cm ⁻¹)	Permitividad relativa ϵ_r
Polímeros aislantes		
PA6 (poliamida-6)	10^{-15}	7
PC (policarbonato)	10^{-16}	2.6/3.0
PE (polietileno)	10^{-17}	2.3
PMMA (polimetilmetacrilato)	10^{-14} a 10^{-16}	2.6/3.7
Poliéster	10^{-12}	3.4
PVDC (cloruro de polivinildieno)	10^{-16}	2.85
PP (Polipropileno)	10^{-19} , 10^{-17}	2.2
PS (poliestireno)	10^{-17}	2.55/2.5
PVC (cloruro de polivinilo)	10^{-13} a 10^{-15}	2.8/3.05
Polímeros conductores		
PAC-UN (Poliacetileno sin dopar)	10^{-8}	
PAC-D (Poliacetileno dopado)	500 a 2000	
PANI-UN (Polianilina sin dopar)	$<10^{-10}$	
PANI-D (Polianilina dopada)	1 a 10	

Elaborado por el equipo de trabajo.

La baja conductividad eléctrica de los polímeros se debe a su carácter dieléctrico (capacidad de almacenar electricidad), es decir, la carga de las superficies poliméricas debido a la fricción, deformación repetida o al contacto con gases ionizados. Para los materiales dieléctricos se utiliza lo que se conoce como permitividad relativa ϵ_r (conocida también como constante dieléctrica), la cual es una medida indirecta de la polaridad del



material (mientras más polar sea un polímero, tendrá mayor permitividad relativa). Algunos valores de permitividad de polímeros se pueden observar en la tabla 1.

Cuando dos polímeros dieléctricos se cargan entre sí, el de mayor permitividad relativa se carga positivamente y el otro negativamente hasta que la fuente de carga se detenga, cuando esto ocurre, la carga almacenada desaparece con el tiempo. Dicha velocidad de decaimiento depende de la estructura molecular de los polímeros dieléctricos (presencia de impurezas), así como de las condiciones ambientales (humedad).

El drástico aumento en el desarrollo de nuevos productos plásticos se debe a su éxito comercial en aplicaciones como aislantes para cables, en dispositivos eléctricos e instrumentos y máquinas. Sin embargo, ha habido limitantes en las aplicaciones debido al problema de estática (Pionteck, 2007).

2.2.3. Composites

En la formulación de productos se debe hacer la distinción entre los componentes que cumplen la función de generar el producto solicitado (matriz) y las cargas, las cuales tienen propiedades físicas y mecánicas complementarias y se incorporan para mejorar el rendimiento del producto final, el cual se conoce como composite o material compuesto. Respecto a las propiedades finales del composite, estas dependen de la naturaleza de la matriz y cargas, la calidad de la interfaz, la forma y proporción de la carga y el tipo de proceso de producción utilizado. En un composite se conoce a la matriz como la fase continua y a los refuerzos como las fases discontinuas. La matriz y los refuerzos pueden ser metálicos, cerámicos o plásticos, lo cual genera la posibilidad de contar con un gran número de combinaciones.



Respecto a matrices poliméricas, la incorporación de refuerzos puede mejorar las propiedades mecánicas (resistencia a la tracción, dureza, módulo de Young), el rendimiento tribológico (resistencia al desgaste por abrasión y erosión), propiedades térmicas y eléctricas. La ventaja de los composites con matriz polimérica respecto a los metales es el proceso de fabricación, lo cual permite la producción de piezas más complejas y con menor densidad, las cuales son utilizadas, por ejemplo, para la aviación e industria automotriz.

Los composites se clasifican según el tipo de matriz en tres categorías: orgánicos, metálicos y minerales. Respecto a los composites orgánicos son materiales con buenas propiedades mecánicas, resistentes a la corrosión y agentes químicos, entre ellos se encuentran los neumáticos laminados (caucho, acero, resinas orgánicas, entre otros) y los plásticos reforzados (resinas y fibras cortas). Cabe resaltar que las matrices orgánicas pueden ser termoplásticas, termoestables y elastómeros. Por otro lado, los composites minerales cuentan con buena resistencia y tenacidad, entre ellos se encuentran el hormigón (cemento, arena y aditivos) y los compuestos cerámicos (cerámica y fibras). Por último, los composites metálicos cuentan con una alta resistencia y pueden estar formados por fibras de aluminio/boro y fibras de aluminio/carbono.

En el arte de los materiales compuestos, el número de formulaciones posibles a partir del abanico de elementos fundamentales es, prácticamente, infinito. El tipo de matriz, tipo de refuerzo, aditivos y las cantidades relativas de cada uno de ellos, así como el proceso de formulación, tienen un impacto decisivo en las características del producto conformado. Los composites también pueden clasificarse según su uso en composites de alto rendimiento y de rendimiento medio.



2.2.4. Composites de rendimiento medio

Este tipo de composites son fabricados a partir de fibra de vidrio y resina de poliéster insaturada. Su producción representa más del 95% respecto al total y las industrias en las que usualmente se utilizan son las de transporte y eléctrica.

2.2.5. Composites de alto rendimiento

Estos composites están conformados principalmente por resinas epoxi y fibras de vidrio, usualmente de carbono y cuentan con muy elevado rendimiento térmico y tribológico. Las industrias que más los utilizan son la aeronáutica y espacial.

2.2.6. Formulación de composites con matrices poliméricas

La **Figura 4** muestra los principales componentes para la formulación de composites con matrices poliméricas

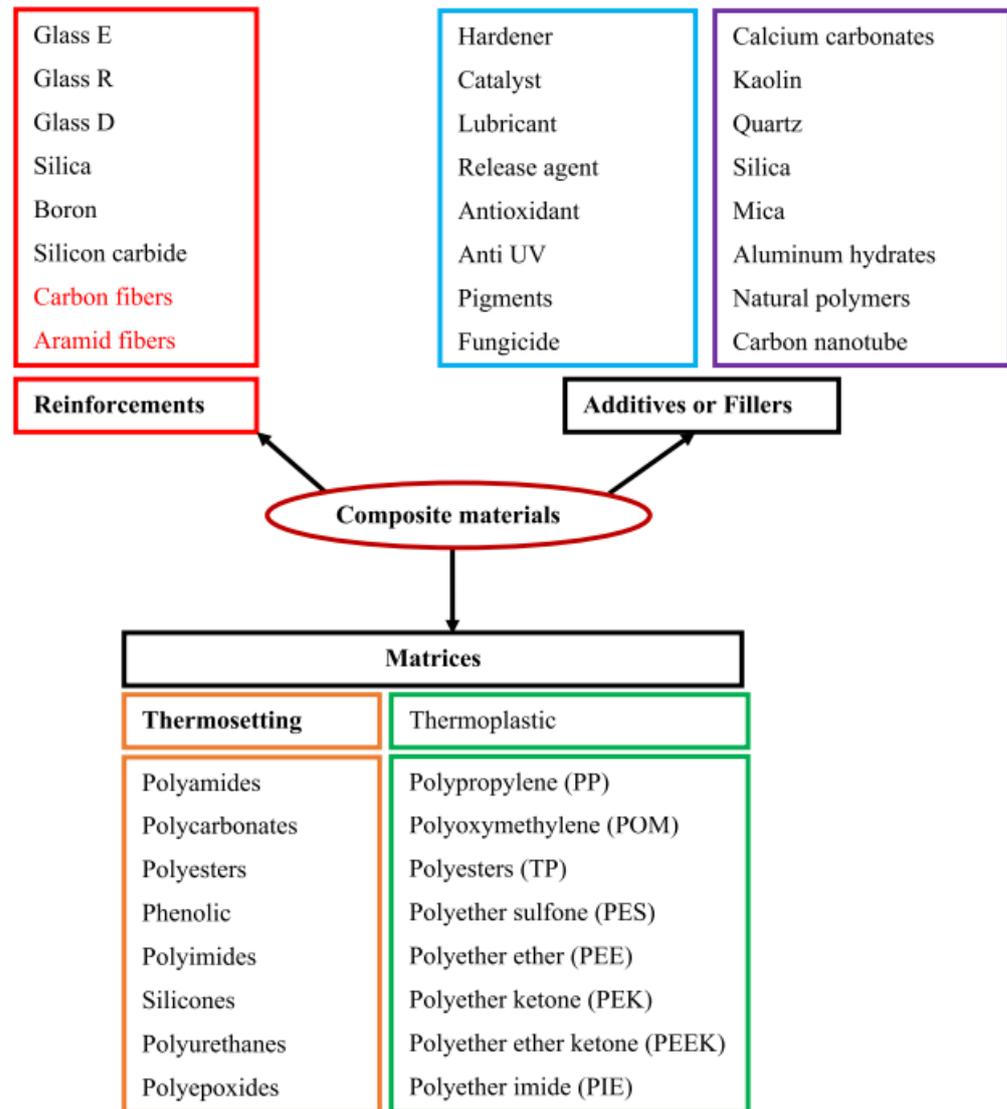


Figura 4: Formulación de composites con matrices poliméricas.

Fuente: Pionteck, 2007

2.2.7. Cargas antiestáticas

Las cargas antiestáticas (antiestáticos o agentes antiestáticos) son aditivos que se incorporan en los materiales para evitar la acumulación electrostática, el cual es un problema que genera descargas de chispas que pueden ocasionar daños materiales o ineficiencia en los procesos productivos. Cuando se agregan antiestáticos a un material, este se conoce como material antiestático, el cual tiene una conductividad eléctrica suficiente disminuir o eliminar la carga eléctrica en breve un periodo de tiempo.



Los principales mercados en las que más se usan las cargas antiestáticas son la textil y el plástico. Respecto a los plásticos, los antiestáticos no afectan las propiedades básicas de estos materiales (resistencia, olor y color). Además, deben de ser no tóxicos, amigables con el medio ambiente y económicos, es decir, deben de estar enmarcados en la economía circular.

En algunas ocasiones, los antiestáticos proporcionan otras propiedades además de la conductividad eléctrica. Por ejemplo, los antiestáticos inorgánicos pueden mejorar los módulos del material, mientras que los antiestáticos orgánicos pueden mejorar la flexibilidad. Por otro lado, ciertos aditivos como colorantes, rellenos y suavizantes pueden conferirle propiedades antiestáticas a un material.

Según el tipo de aplicación, los antiestáticos se pueden dividir en externos e internos. Los primeros son en su mayoría tensoactivos iónicos o no iónicos y se utilizan para el tratamiento de superficies de fibras, polvos, películas y materiales de gran volumen. Por otro lado, los antiestáticos internos se incorporan al material plástico formando vías que permitan la descarga de la superficie al suelo. (Pionteck, 2007)

Según su estructura química, los antiestáticos se clasifican en orgánicos e inorgánicos. Los primeros se subdividen en aniónicos, catiónicos, anfóteros y no iónicos. Por otro lado, los antiestáticos inorgánicos son sales, metales, negro de humo, semiconductores, nanotubos de carbono y otras partículas conductoras en diferentes formas y tamaños. A continuación, se muestra una lista de clasificados según su estructura química. (Pionteck, 2007)

- Amidas
- Aminas cuaternarias y otras
- Negro Carbón



- Ésteres
- Fibras metálicas
- Fibras de carbón y grafito
- Materiales inorgánicos
- Polvos metálicos y nano polvos
- Nanotubos Oleo químicos
- Polietilenglicol
- Otros

2.2.8. Dispersión de nanopartículas en matrices poliméricas

Debido a la necesidad de mejorar el rendimiento de los materiales poliméricos en diversas aplicaciones, se desarrolló una nueva área de investigación llamada nanotecnología. Para ello, las nanopartículas (partículas de al menos una dimensión menor a 100 nm) deben ser dispersadas de manera óptima en una matriz polimérica formando un material compuesto o composite. Dicha dispersión es el desafío fundamental que rodea el desarrollo de polímeros. Por otro lado, La razón del uso de nanopartículas es la gran relación superficie/volumen que aumenta, lo cual permite que haya más interacciones entre la partícula y la matriz polimérica, mejorando diversas propiedades.

Uno de los principales problemas a superar en la dispersión de nanopartículas es la aglomeración, lo cual disminuye el rendimiento del composite conformado. Este fenómeno se presenta debido a la presencia de interacciones intermoleculares (Fuerzas de Van Der Waals).

Muchas investigaciones (Šupová, 2011, págs. 1-25) han demostrado que el rendimiento tribológico de los composites en diversas aplicaciones depende del grado de dispersión de las nanopartículas en las matrices poliméricas. Además, se sabe que hay



una cantidad máxima de carga que se puede dispersar en la matriz polimérica para que se logre una estabilidad en la dispersión, y, por lo tanto, no se perjudique el rendimiento del composite. Otro parámetro que puede afectar el rendimiento del composite es la forma de las nanopartículas.

Entre los equipos utilizados para dispersar nanopartículas en una matriz polimérica se cuenta con el mezclador de paletas, mezclador de vórtice, homogeneizador ultrasónico y el mezclador de alta cizalla (HSM). Este último es el más utilizado debido a que alcanza velocidades de giro del rotor de hasta 12000 RPM, se cuenta con un estator con el que se facilita la desaglomeración y se obtiene una granulometría más uniforme de las nanopartículas dispersadas en la matriz polimérica. (Krishnamoorti, 2007, págs. 341 - 347)

2.2.9. Elastómeros

Los elastómeros son polímeros con algunas características comunes como la alta elasticidad, viscoelasticidad y temperaturas de transición vítrea por debajo de la temperatura ambiente. El caucho natural fue el primer tipo de elastómero utilizado en la práctica de la ingeniería, pero fue desplazado por el caucho sintético, pero durante la Segunda Guerra Mundial, se desarrollaron diversos elastómeros con mayor aplicación industrial debido al elevado costo del caucho. Años más tarde se desarrollaron los elastómeros de poliuretano, los cuales cuentan con mejor rendimiento tribológico que el caucho sintético. Para conformar los elastómeros de poliuretano, tienen que reaccionar 3 componentes: un diisocianato (aromático o alifático) y un polioliol (macrodiol) para formar un pre-polímero y luego hacer que reaccione con un extensor de cadena (diol o diamina) (ver **Figura 5**) (Prisacariu, 2011).

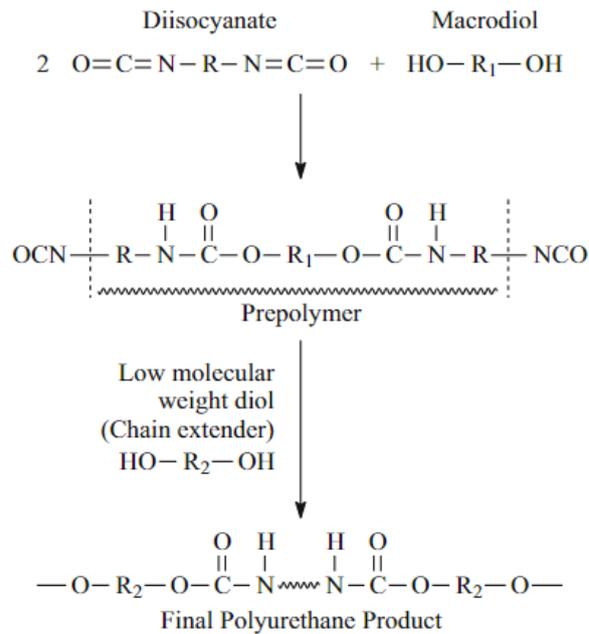


Figura 5: Conformado de elastómeros de poliuretano.

Fuente: Prisacariu, 2011

2.2.10. Tribología de elastómeros

Se conoce como tribología a "la ciencia y la tecnología de las superficies que interactúan en movimiento relativo y las prácticas relacionadas con ellas". Entonces, la tribología de los elastómeros se podría definir como "la ciencia y la tecnología para investigar las regularidades de aparición, cambio y desarrollo de diversos fenómenos tribológicos en el caucho y materiales similares al caucho y sus aplicaciones tribológicas". Estos fenómenos tribológicos son causados por no solo interacciones mecánicas y físicas, sino también químicas, termoquímicas, mecanoquímicas y triboquímicas. La tribología de elastómeros es un área interdisciplinaria en crecimiento y con una vital importancia para entender los fenómenos de desgaste y diseñar materiales para contrarrestarlos. Por lo tanto, una comprensión clara y completa de la tribología del caucho tiene valor práctico y es cada vez más importante.



2.2.11. Fricción

La fricción es un fenómeno muy complejo. Desde que Leonardo da Vinci estudió el rozamiento de los sólidos a finales del siglo XV, hasta la actualidad no se ha desarrollado una teoría universalmente aceptada para clarificar con exactitud los fenómenos de rozamiento. Así, se considera a la fricción, en esencia, como un efecto transformador de energía. Por ejemplo, cuando un carro frena, la fricción que se produce en el proceso de frenado es un efecto que se transforma de energía mecánica en calor.

2.2.12. Desgaste

Se puede definir el desgaste como “el fenómeno de pérdida de material que se genera gradualmente en las superficies de fricción de los sólidos, debido a la acción combinada de varios efectos, entre ellos mecánicos, mecanoquímicos, electroquímicos y termoquímicos”. Por lo tanto, el fenómeno de desgaste no es un proceso netamente físico provocado por la acción mecánica, sino que puede ir acompañado de procesos de reacción química. Además, se presentan 3 principales características del fenómeno de desgaste:

- El desgaste es un fenómeno superficial, por lo que fracturas o daño por fatiga causado por daños internos no pertenece a esta categoría.
- Para que ocurra desgaste debe haber un movimiento relativo en las superficies de contacto de los sólidos.
- El desgaste provoca la pérdida inevitable del material a través del tiempo y por consecuencia su deformación.

2.2.13. Clasificación de desgaste

Si bien hasta la fecha no hay una clasificación del desgaste aceptada universalmente debido a que es aún un campo de estudio inmaduro, el desgaste se puede

clasificar en: desgaste por adhesión, desgaste por abrasión, desgaste por fatiga, desgaste por corrosión y desgaste por erosión.

Para los elastómeros de poliuretano, los tipos de desgaste que más se observan en la industria son los desgastes por abrasión y erosión, razón por la cual se detallan a continuación:

a. Abrasión

La abrasión es una compleja combinación de diversos factores como, por ejemplo: resiliencia, resistencia a la temperatura y resistencia al corte. Se puede decir que el desgaste por abrasión depende de 3 factores: la naturaleza del material, la angularidad del abrasivo y la interacción del abrasivo con el material.

Según estudios, se demostró que los materiales más duros y quebradizos como el policarbonato son menos resistentes a la abrasión que los materiales blandos como los elastómeros. Estas mediciones se pueden realizar por diversas normas, pero la más utilizada globalmente es la ASTM D5963 que utiliza un rodillo abrasivo (ver **Figura 6**)

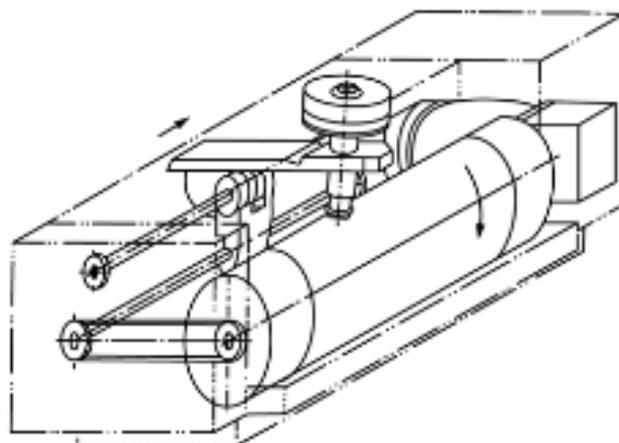


Figura 6: Abrasímetro.

Fuente: ASTM D5963

b. Erosión

El desgaste por erosión se puede definir como el desgaste generado por la interacción de una superficie sólida y una corriente que contine partículas erosivas a cierta velocidad (**Figura 7**). Dichas partículas inciden con cierto ángulo en la superficie sólida (el ángulo puede variarse) y desprenden progresivamente materia de la superficie hasta formar lo que se conoce como “huella de desgaste”. Los valores de erosión se determinan, así como en el desgaste por abrasión, por diferencia de volumen (mm^3), debido a que la diferente densidad de los materiales puede generar un error si se mide por diferencia de peso (Zhang, 2004).

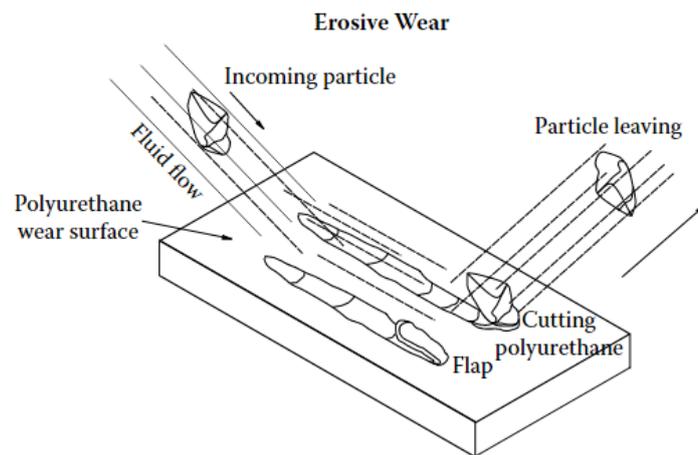


Figura 7: Representación de desgaste por erosión.

Fuente: Clemitson, 2008



CAPITULO III

MATERIALES Y MÉTODOS

3.1. UBICACIÓN GEOGRÁFICA DEL ESTUDIO

3.1.1. Ubicación

El proyecto de estudio se realizó en el laboratorio de Pankarana S.A.C., situado en el departamento de lima, en la provincia del Callao distrito de ventanilla.

La provincia constitucional del callao este situado en la región central y occidental del territorio peruano, sus coordenadas geográficas se encuentran entre los 10 °15' de latitud Sur y los 75° 38' y 77°45' de longitud al Oeste.

Sus límites son por el Norte los distritos de Santa Rosa y Puente piedra, por el Este los distritos de San Martin, breña, lima y magdalena Vieja, por el Sur con San Miguel y por el Oeste con el Océano Pacifico.

3.2. AJUSTES PRELIMINARES

Se realizaron ensayos preliminares siguiendo los pasos indicados en la **Figura 8** para ajustar el diseño experimental, donde se verifico que los parámetros tanto de tiempo de curado como de temperatura de curado en la elaboración del elastómero de poliuretano fue mejor cuando se siguió las indicaciones de las fichas técnicas del proveedor de los pre-polimeros. Por otro lado, se consideró el uso de tres nanomateriales inorgánicos, sin embargo, dos de ellos (nanopartículas de óxido de silicio y carbonato de calcio) que se muestran en la **Figura 9**, fueron descartados por no presentar mejoras en la conductividad eléctrica. Por lo que el diseño experimental final quedo ajustado en la forma que se muestra en la Tabla 2. Que corresponde a un diseño experimental simple, donde se analizó el efecto de una sola variable.

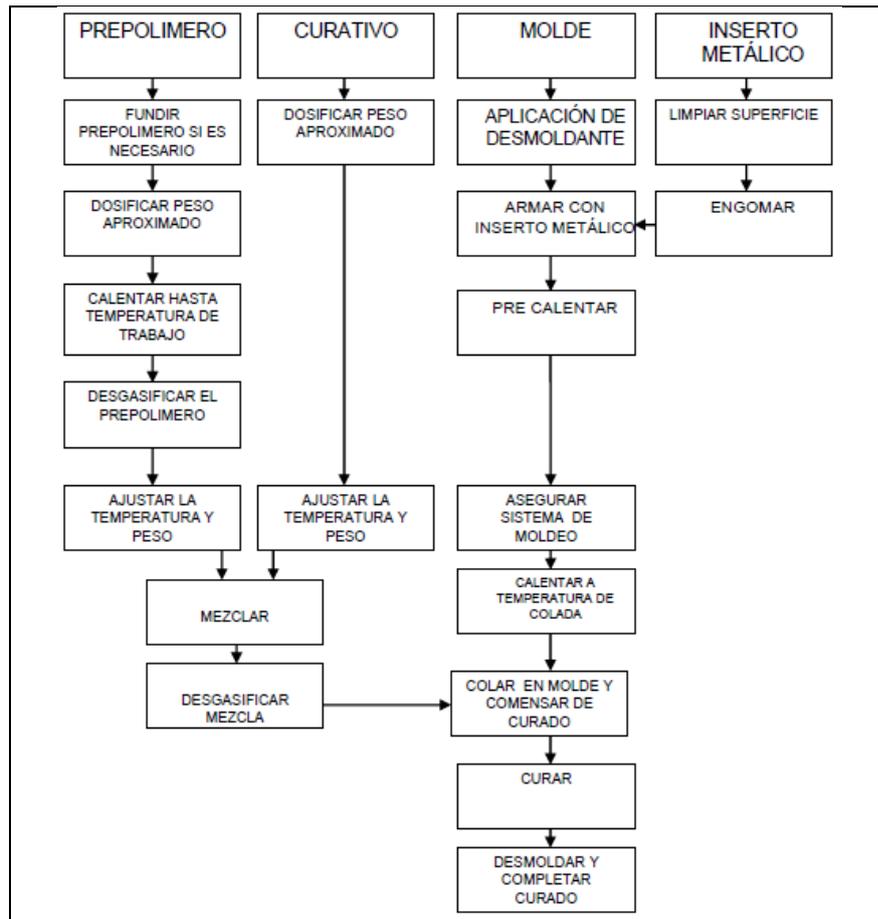


Figura 8: Proceso de obtención de un elastómero de poliuretano

Elaborado por el equipo de trabajo



Figura 9: Nanomateriales inorgánicos (a) Nanopartículas de Oxido de Silicio y (b) Nanopartículas de Carbonato de Calcio

Elaborado por el equipo de trabajo

Tabla 2: Diseño de experimento final

ID	Factor	Niveles	Valores
1	Tipo de Nanopartículas (NP)	1	Nano tubos de carbono
2	% en peso de las NP en la matriz polimérica	4	0.0 %; 0.1%; 0.3%; 0.5%
3	Temperatura de curado (°C)	1	90
4	Tiempo de curado (hrs)	1	1

Elaborado por el equipo de trabajo.

De la Tabla 2, los porcentajes en peso de la incorporación de los nanotubos de carbono fueron establecidos en base a las referencias revisadas (Liu,2016) donde se muestra un umbral de percolación eléctrica alrededor de 0.5 % en volumen de nanotubos de carbono para un composite de un poliuretano. El efecto de las cantidades de NP incorporado en la matriz polimérica fue verificado mediante las caracterizaciones, principalmente, en sus propiedades tribológicas y mecánicas de los composites obtenidos.

3.3. MÉTODO DE INVESTIGACIÓN

El método de investigación es experimental cualitativa para determinar la resistencia al desgaste de los elastómeros de poliuretano obtenidos.

3.4. TIPO Y DISEÑO DE INVESTIGACIÓN

3.4.1. Tipo o nivel de investigación

Este trabajo de investigación se encuentra en un nivel de desarrollo experimental ya que Consiste en trabajos sistemáticos que aprovechan los conocimientos existentes obtenidos de la investigación y/o la experiencia práctica, y está dirigido a la producción de nuevos materiales; a la puesta en marcha de nuevos procesos; sistemas y servicios, o



a la mejora sustancial de los ya existentes. Todo ello de acuerdo con la definición en Concytec – Perú.

3.4.2. Diseño de investigación

El diseño usado fue un diseño experimental con una sola variable.

3.5. PROCEDIMIENTO

3.5.1. Materiales y síntesis

Se conformaron y caracterizaron composites de elastómero de poliuretano (EPU) a partir de un sistema de prepolimero. El prepolimero que se utilizó fue un polieteruretano con 17.6 %NCO de exceso (ERAPOL E 93 A, Firma ERAPOL) y como su extensor de cadena o curativo se usó una 4,4'-metilenbis (2-cloroanilina) (MOCA, Firma DHKCHEM). Los nanotubos de carbono con un tamaño promedio de 10 - 30 nm diámetro y 10 – 30 um largo (Carbón Nanotubes, firma CheapTubes) fue usado como reforzante de la matriz polimérica y dispersado inicialmente en un poliéster de base biológica (PRIPLAST 1838 TM, Firma Croda) dispuso de los siguientes materiales para el conformado de elastómeros de poliuretano con nanotubos de carbono como carga:

Procedimiento:

1. Se estableció los pesos de los componentes a usar en el conformado de las probetas de elastómeros de poliuretano.

Prepolimero 93A (gr)	Priplast (gr)	MOCA (gr)	NTC (gr) 0%	NTC (gr) 0.1%	NTC (gr) 0.3%	NTC (gr) 0.5%
100	42.8	9.7	0			
100	42.8	9.7		0.1525		
100	42.8	9.7			0.4575	
100	42.8	9.7				0.7625

2. Se realiza la dispersión de los NTC (0.1%, 0.3% y 0.5% respecto al peso total del conformado) en PRIPLAST mediante el equipo de alto cizallamiento

(Modelo L5M-A Silverson Heavy Duty Laboratory Mixer), mediante los parámetros de procesamiento 5000 RPM y 20 min, con periodos de pausa de 5 min.



Figura 10: Equipo de mezclado de alto cizallamiento SILVERSON.

Elaborado por el equipo de trabajo

3. Se realiza la remoción de aire presente en los productos ERAPOL E93A y PRIPLAST mediante un equipo de vacío a -1 bar, independientemente, a temperaturas no superiores a 85°C. Se repite esta operación 5 a más veces hasta notar la ausencia de burbujas en el proceso de secado.



Figura 11: Equipo de vacío.

Elaborado por el equipo de trabajo

4. Se realiza un primer mezclado entre el Priplast (con/sin NTC) y el prepolimero E93A, seguidamente del extensor de cadena (MOCA). Se realiza el mezclado por un sistema de mezclado de vórtice el cual se dio por 30 segundos, se realiza el vacío para retirar las burbujas presentes por 1 min o hasta que se note la ausencia de burbujas. Se retira y se trasvasa a una matriz o probeta de muestra.
5. Las probetas son curadas durante 24 horas a una temperatura de 80°C, después de este tiempo son retiradas y post curadas a temperatura ambiente por 7 días para estar listas para las caracterizaciones correspondientes.



Figura 12: Elastómeros de poliuretano conformados 0%, 0.1%, 0.3% y 0.5% NT.

Elaborado por el equipo de trabajo

3.5.2. Métodos de caracterización

3.5.2.1. Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

Las composiciones de las muestras de los elastómeros se caracterizaron haciendo uso de espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), marca Bruker, modelo Alpha II. Este equipo cuenta con ATR acoplado el cual permite analizar la muestra sin destruirla, por lo que las muestras se midieron en su forma sólida. Esta técnica de muestreo aprovecha la información espectral que es posible obtener de los fenómenos de reflexión (Larkin, 2011).

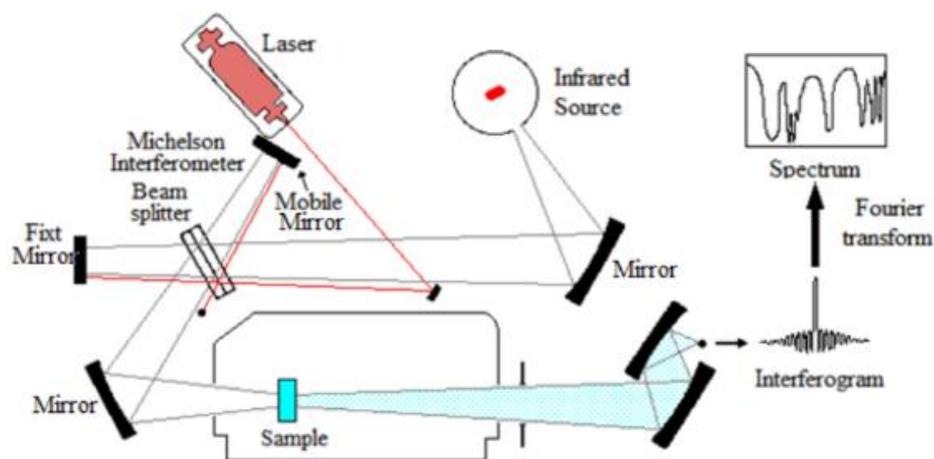


Figura 13: Ilustración esquemática de un espectrómetro FTIR. Nota:

Fuente: (Theophanides, 2012).



Figura 14: Equipo de FTIR, marca Bruker, modelo Alpha II.

Elaborado por el equipo de trabajo

3.5.2.2. Resistencia a la abrasión

Se empleó un Abrasímetro de rodillo cilíndrico de acuerdo con la norma ASTM D5963, como se muestra en la Figura 15. Para este procedimiento de caracterización se usa una muestra cilíndrica de 16 mm de diámetro y 10 mm de altura. Se fijó la muestra tratada en la porta muestra para luego se deslizada por los 40 metros de recorrido sobre la hoja abrasiva del rodillo, realizando fricción y un desgaste que luego será medido por la diferencia de volumen. Se corrige la abrasividad de la hoja abrasiva mediante el uso de un material de referencia. El material de referencia usada será una goma estándar proporcionada por el Instituto Federal de Investigación y Ensayo de Materiales (Berlín, Alemania).



Figura 15: Equipo de abrasión bajo la norma ASTM 5963.

Elaborado por el equipo de trabajo

La norma ASTM 5963, nos indica el uso de un material de referencia con valores de operación entre 180 – 220 mg por pérdida de masa, de forma que la calibración de la hoja abrasiva se dará en este rango indicado después de haber recorrido la goma durante 40m.

La pérdida de volumen se calcula mediante la siguiente fórmula donde involucra Δm (pérdida de masa muestra mg), d_1 (densidad del elastómero analizado), S (pérdida de masa promedio del material de goma o caucho), como se muestra en la siguiente ecuación:

$$A = \frac{\Delta m \cdot 200}{d_1 \cdot S}$$

El valor reportado y analizado es el desgaste por abrasión, reportado en mm^3 . Este análisis se realiza de forma repetitiva para confirmar el valor resultante.

3.5.2.3. Resistencia a la erosión

Los ensayos de erosión se llevaron a cabo en una máquina de erosión (Figura 16) configurado bajo la norma ASTM G-76, donde las variaciones más importantes, con relación al estándar, fueron el uso de erosivo metálico angular y la presión de trabajo. La

velocidad de dosificación fue contralada mediante un embudo vibrador donde la carga tuvo el mismo volumen de erosivo en cada ensayo y se verifico un similar tiempo de dosificación de cada carga.



Figura 16: Máquina de erosión basada en ASTM G-76.

Elaborado por el equipo de trabajo

Tabla 3: Condiciones del ensayo de erosión

Parámetros de ensayo	
Tipo de erosivo	Grano de acero angular - AMASTEEL® G14
Tamaño del erosivo	1.18-1.40 mm
Temperatura de ensayo	Temperatura ambiente (20°C)
Rapidez de alimentación del erosivo	70 kg/min
Presión de trabajo	6.3 bar

Elaborado por el equipo de trabajo

3.5.2.4. Tracción

Se empleó la norma ASTM D412 DIE D con un equipo universal Amade Tech como se muestra en la Figura 17. La velocidad de operación del equipo fue de 500 mm/min. El software utilizado fue TM2101 V5.55. Se evaluaron 3 especímenes por elastómero conformado y se obtuvo como resultado de tracción al promedio de las 3 evaluaciones.



Figura 17: Maquina universal para pruebas de tracción y rotura.

Elaborado por el equipo de trabajo



Figura 18: Probetas para el ensayo de tracción.

Elaborado por el equipo de trabajo

3.5.2.5. Rotura

Se empleó la norma ASTM D624 con un equipo universal Amade Tech como se muestra en la Figura 19. La velocidad de operación del equipo fue de 500 mm/min. El software utilizado fue TM2101 V5.55. Se evaluaron 3 especímenes por elastómero conformado y se obtuvo como resultado de tracción al promedio de las 3 evaluaciones.



Figura 19: Probetas para el ensayo de rotura.

Elaborado por el equipo de trabajo

3.5.2.6. Dureza

Los resultados de dureza fueron obtenidos por medio de cinco medidas al azar en cada espécimen con durómetro modelo tipo A basado en ASTM D-2240, en la figura 20 se muestran la configuración para la medición de la dureza.



Figura 20: Durómetro y soporte para medir la dureza.

Elaborado por el equipo de trabajo

3.5.2.7. Microscopia electrónica de barrido

Las micrografías SEM fueron medidas en el equipo Hitachi modelo Regulus 8230, con una fuente de emisión de electrones de campo frío, bajo las siguientes condiciones para análisis de morfología: distancia de trabajo de 15.5 mm, detector de electrones secundarios.



Figura 21: Microscopio electrónico de barrido (SEM) marca HITACHI.

Elaborado por el equipo de trabajo

3.5.3. Conductividad

3.5.3.1. Diseño y fabricación de un medidor de resistividad volumétrica ASTM-D9911

Diseño conceptual y funcional

Necesidad. - Se requirió un equipo que pueda medir la resistividad volumétrica de productos eléctricamente conductores y antiestáticos, para lo cual se propuso su diseño y construcción.

Especificaciones iniciales. - Para el diseño del equipo se establecieron las especificaciones iniciales:

- Medición de potencial y resistividad.

- Procesos disponibles para la fabricación: Fresado, Torneado, Taladrado.
- Seguridad para el usuario.

Estructura Funcional.

A continuación, se realizó el árbol de necesidades del equipo para la medición de la resistividad eléctrica (Véase en la figura 22) el cual nos proporciona la claridad de las funciones que debe realizar el equipo antes de ejecutar una estructura funcional del sistema:

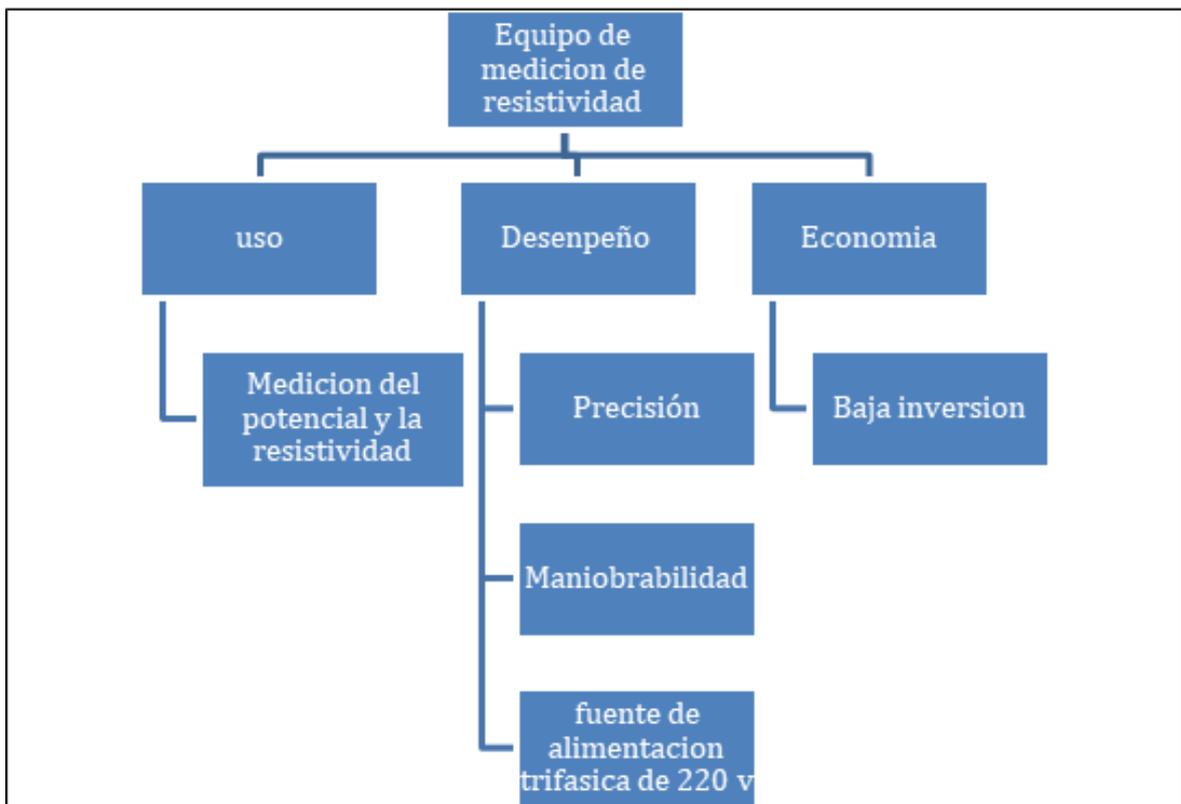


Figura 22: Árbol de necesidades del equipo de medición de resistividad eléctrica.

Elaborado por el equipo de trabajo

Generación de alternativas y soluciones. - Para la configuración inicial del equipo se elaboró la matriz morfológica (Tabla 4) con base en la estructura funcional y la consecución de las funciones que desempeñará el equipo.

Tabla 4: Matriz morfológica del equipo ASTM D 991

	1	2	3
Aislante	 Policarbonato	 Madera	 Plástico
Amperímetro	 Analógico	 Digital	 Nanoamperímetro
Pesos	 Acero inoxidable	 Acero A36	 Aluminio
Fuente de alimentación	 Fuente DC	 Conmutada	 Programable

Elaborado por el equipo de trabajo

Por consiguiente, se propusieron las siguientes combinaciones como alternativas de configuración del equipo, las cuales fueron evaluadas con base en los criterios del equipo de diseño:

Combinación 1: 2-2-1-3

Combinación 2: 3-3-2-2

Combinación 3: 1-3-1-2

Los criterios de evolución acordados por el equipo técnico fueron:

1. Accesibilidad de los componentes de construcción (C1)



2. Menor costo relativo (C2)
3. Estabilidad y seguridad (C3)
4. Facilidad de operación y mantenimiento (C4)

Comparación entre los criterios últimos mencionados en la matriz de pares:

Tabla 5: Matriz de pares de criterios

	C1	C2	C3	C4	Suma	Factor de ponderación (FP)
C1	1	1	5	5	12	0.41
C2	1	1	5	5	12	0.41
C3	1/5	1/5	1	1	2.4	0.08
C4	1/5	1/5	1	1	2.4	0.08

Elaborado por el equipo de trabajo.

Donde para las comparaciones se tiene:

- 10=Mucho más importante
- 5=Mas importante
- 1= Igual
- 1/5=Menos importante
- 1/10=Mucho menos importante

Tabla 6: Matriz de decisión de la combinación tipo de maquina

Valor del criterio	Combinaciones Criterios	Combinación 1		Combinación 2		Combinación 3	
		Relativa	Resultado	Relativa	Resultado	Relativa	Resultado
0.41	Accesibilidad	6	2.46	8	3.28	8	3.28
0.41	Costo	8	3.28	7	2.87	7	2.87
0.08	Recopil. De Datos	7	0.56	8	0.64	9	0.72
0.08	Operación	7	0.56	7	0.56	9	0.72
Calificación total		6.86		7.35		7.59	

Elaborado por el equipo de trabajo.

Por lo tanto, la combinación 3 fue la que elegimos.

3.5.4. Diseño de detalle

3.5.4.1. Diseño estructural

El trabajo de diseño tuvo como referencia principal a la norma ASTM D 991-89 con designación “método de prueba estándar para caucho: resistividad volumétrica de productos conductivos y antiestáticos”. El diseño se realizó mediante la configuración de la norma antes mencionada (Figura 23), los parámetros principales como las distancias entre centros, la forma de los electrodos y el tamaño de los materiales aislantes se diseñaron de tal forma que permita medir la corriente y el potencial sin ninguna pérdida de valores.

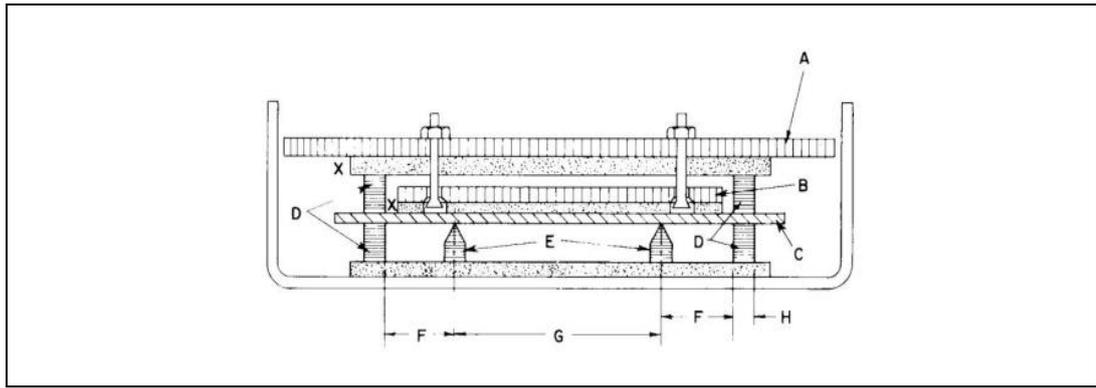
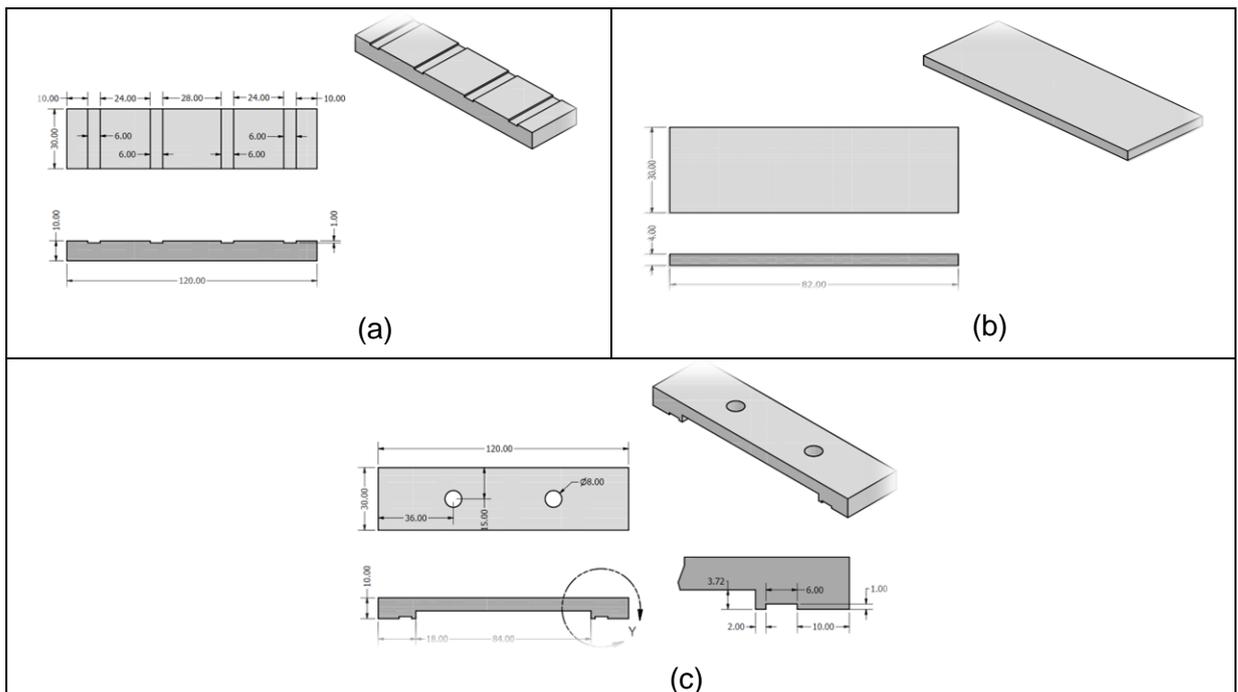


Figura 23: Diseño respecto a la norma ASTM D991-89.

Elaborado por el equipo de trabajo.

El diseño y dibujo se realizó mediante el software Autodesk Inventor Professional 2022, la primera parte consta del diseño y dibujo de los componentes metálicos, así como los compontes aislantes (Figura 24).



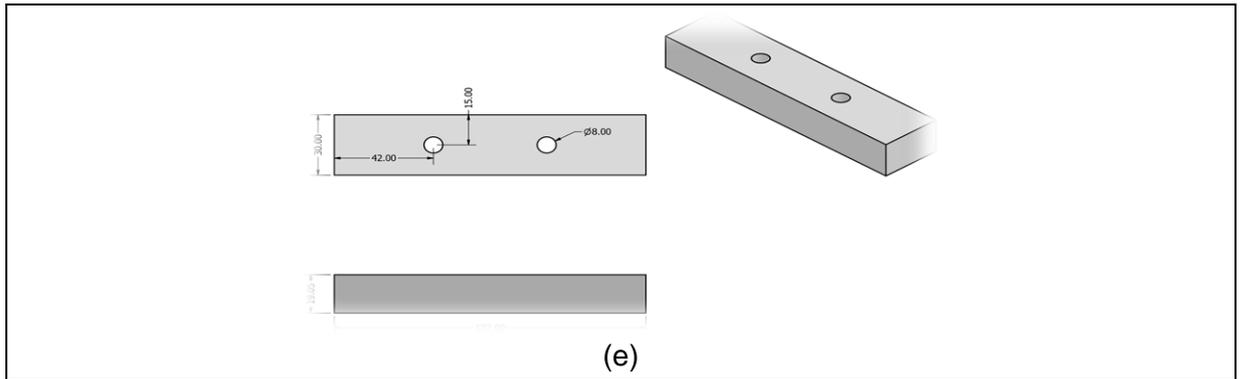


Figura 24: Diseño de piezas estructurales, a) Aislante inferior, b) Peso medio, c) Aislante superior, d) Peso inferior, e) Peso superior.

Elaborado por el equipo de trabajo.

El paso siguiente fue el ensamble y modelamiento. Con esto quedó definido todo el sistema estructural del medidor de resistividad volumétrica. El ensamble lo representamos en la figura 25 en corte para poder detallar la disposición estructural además de describir visualmente el parecido al diseño que dicta la norma ASTM D991-89.

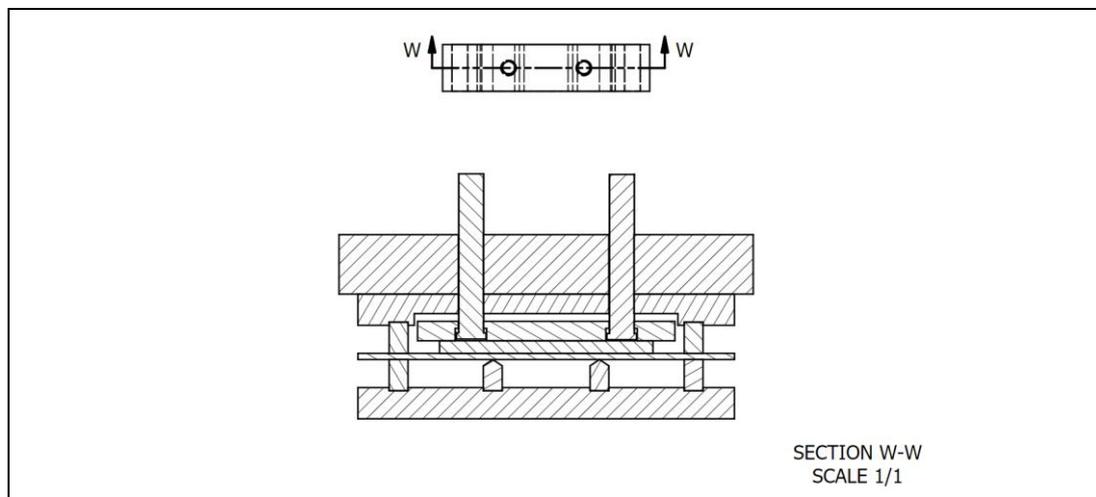


Figura 25: Corte del ensamble.

Elaborado por el equipo de trabajo.

Posteriormente se realizó la adquisición de los materiales metálicos y aislantes (Figura 26), de acuerdo con el resultado del análisis morfológico para los materiales metálicos se consideró el acero inoxidable y para los materiales aislante el policarbonato. Una vez obtenido los materiales se procedió a mecanizarlos usando un centro de mecanizado computarizado (CNC).

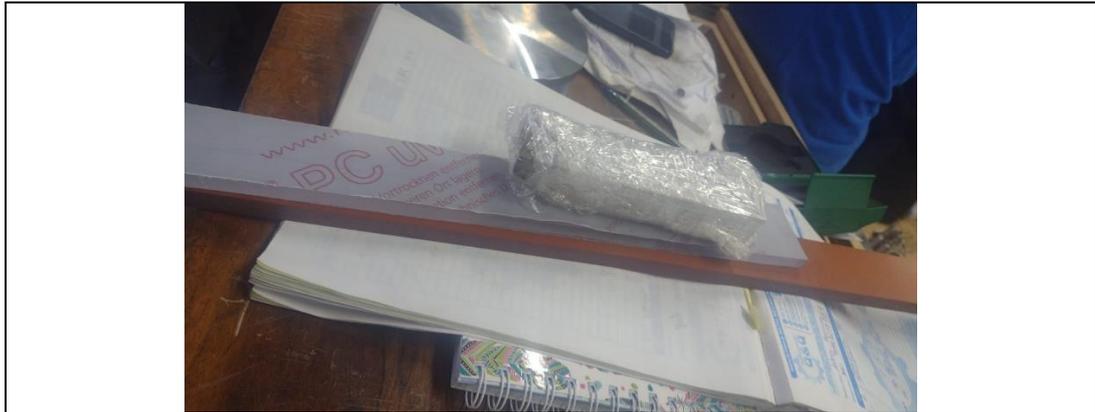


Figura 26: Adquisición de materiales metálicos y aislantes.

Elaborado por el equipo de trabajo.

Se representa los materiales estructurales mediante la siguiente tabla 7 en donde colocamos la resistividad eléctrica del policarbonato, esta resistividad viene siendo la ideal para un aislamiento perfecto.

Tabla 7: Materiales estructurales

	Resistividad eléctrica
Acero inoxidable	$72,00 \times 10^{-8} \Omega \cdot m$
Policarbonato	$10^{15} \Omega \cdot m$

Elaborado por el equipo de trabajo.

3.5.4.2. Diseño eléctrico

En la configuración eléctrica, las conexiones se realizaron según el plano indicado en la norma (Figura 27) y con ello se estableció el armado de las piezas eléctricas.

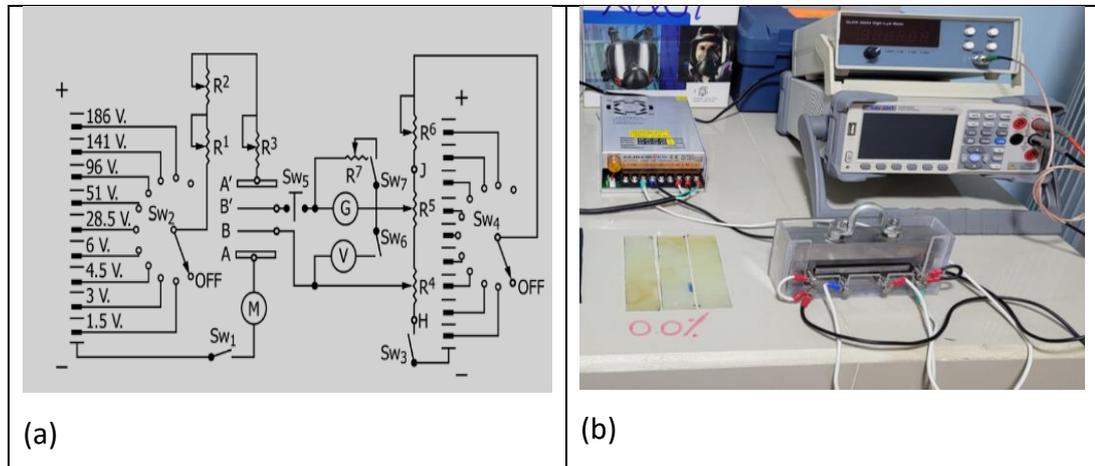


Figura 27: Disposición de las conexiones eléctrica, a) Configuración eléctrica según norma ASTM D991, b) Configuración eléctrica realizada.

Elaborado por el equipo de trabajo.

Los equipos eléctricos utilizados son:

- Medidor de resistencia volumétrica (Pico-amperímetro)
- Regulador de voltaje
- Medidor de amperaje

Recomendaciones

- Determinar el mejor sistema de bornes eléctricos para la mayor sujeción y toma de datos correctos.

3.5.4.3. Determinación de la resistividad volumétrica

Una vez concluido el diseño y fabricación del equipo para medir la resistividad bajo la norma ASTM-D911 se colocaron las probetas de los composites elastoméricos obtenidos de 3 mm de espesor, los cuales fueron cortados en forma rectangular en medidas de 20mmx120mm (Figura 28). Las mediciones se realizaron por triplicado para cada tipo de composite elastomérico obtenido, donde cada muestra fue desengrasada con alcohol isopropílico (10 % v/v) antes de cada ensayo, los ensayos fueron realizados en condiciones ambientales ($T= 21.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $\text{HR} = 63\%$)

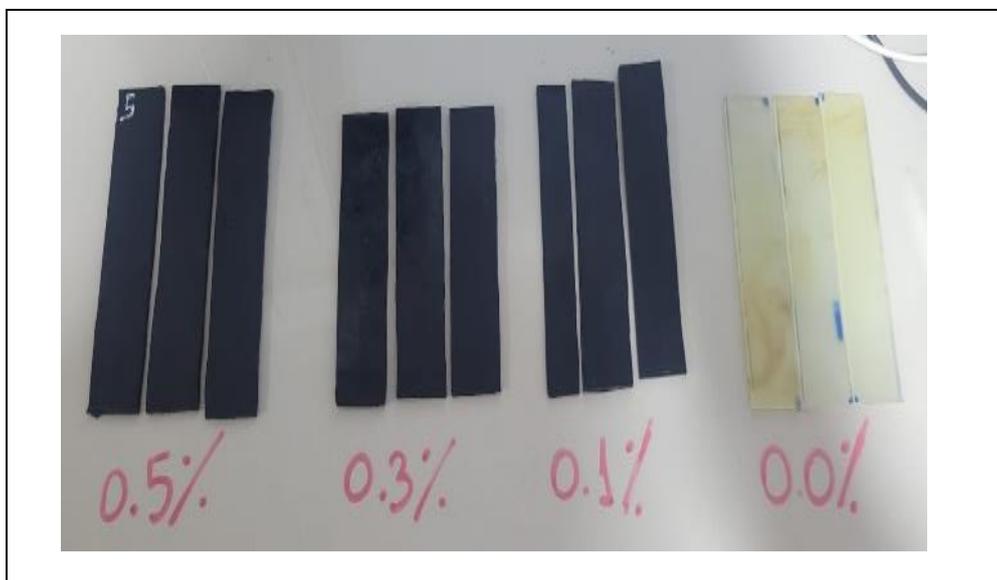


Figura 28: Corte de probetas para el ensayo de resistividad volumétrica.

Elaborado por el equipo de trabajo.

Para la validación del equipo se realizó 3 medidas en 7 potenciales distintos (rango 3 - 300) según la norma ASTM D991, tal como se muestra en la Tabla 8, donde la desviación estándar resultante estuvo dentro del rango que indica la norma ASTM D991, los resultados de la desviación estándar de repetibilidad del equipo fue 0.071, muy cercano al que indica la norma el cual es de 0.065.



Tabla 8: Medida a diferentes potenciales para validar el equipo

Potencial	Medida 1 (mA)	Medida 2 (mA)	Medida 3 (mA)	Desviación estándar
3	49.93	49.92	50.05	0.072
6	24.94	25.08	25.06	0.076
10	15.02	14.91	15.05	0.074
30	4.95	5.06	5.07	0.067
75	1.96	2.05	1.94	0.059
150	0.92	1.06	0.93	0.078
300	0.4	0.44	0.54	0.072

Elaborado por el equipo de trabajo.

3.6. VARIABLES

Las variables de estudio para este análisis fueron dos:

Variables dependientes: son aquellas variables que dependen de un factor. En el caso de nuestro estudio nuestra variable dependiente es el potencial.

Variables independientes: son aquellas variables que no dependen de un factor. En nuestro estudio la variable independiente es la medida de conductividad.

CAPITULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. RESULTADOS

4.1.1. Análisis de espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

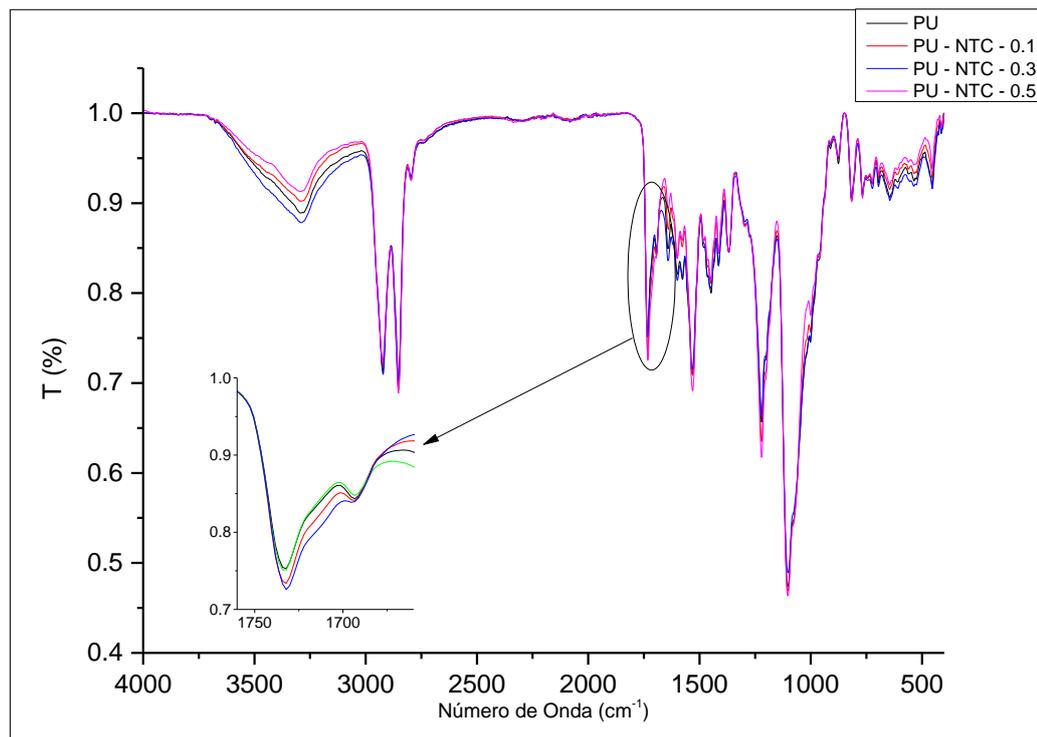


Figura 29: Espectro IR de los poliuretanos reforzados con nanotubos de carbono.

Elaborado por el equipo de trabajo.

En la Figura 29 se muestra los espectros infrarrojos correspondientes a las muestras: poliuretanos reforzados con nanotubos de carbono, PU (poliuretano sin reforzamiento), y muestras reforzadas con nanotubos de carbono (NTC), PU-NTC-0.1, PU-NTC-0.3, y PU-NTC-0.5 donde 0.1%, 0.3% y 0.5% de nanotubo de carbono, respectivamente. Estos espectros muestran grupos funcionales de N-H a 3280 cm⁻¹, C-H a 2849 y 2911 cm⁻¹. En los picos correspondientes a los grupos carbonilos se observan dos picos a 1673 (baja energía) y 1694 (alta energía) cm⁻¹ donde la intensidad depende

de la carga de los nanotubos de carbono. Los picos de 1673 cm^{-1} corresponden a los carbonilos C = O y los picos de 1694 cm^{-1} corresponde al grupo C – O.

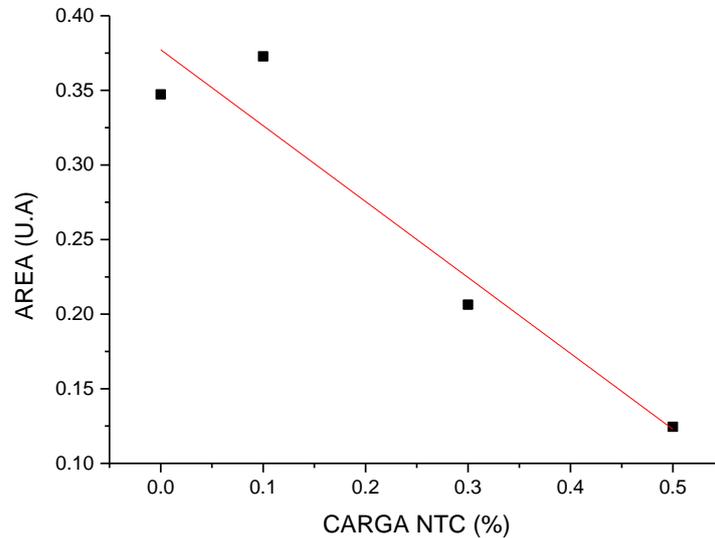


Figura 30: Curva de calibración Área VS Carga NTC para el pico de 1673 cm^{-1} .

Elaborado por el equipo de trabajo.

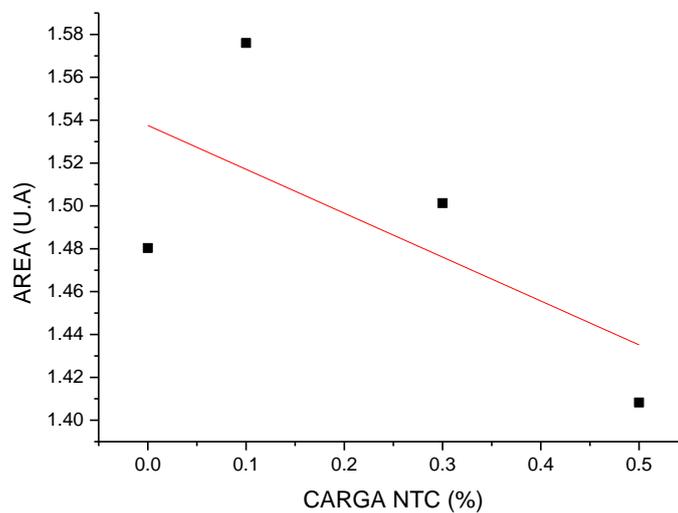


Figura 31: Curva de calibración Área VS Carga NTC para el pico de 1694 cm^{-1} .

Elaborado por el equipo de trabajo.

En ambas figuras 30 Y 31 se observa que la muestra PU – NTC – 0.1 presenta mayor cantidad (mayor área) de grupos carbonilos con respecto a los demás. Esto se

puede observar en la resistencia a la tracción que presentan cada muestra, por ejemplo, el PU-NTC-0.1 presenta una mayor resistencia a la tracción frente a los demás, esto se debería a que a mayor carga de nanotubos de carbono inhiben los grupos carbonilos haciendo que su resistencia a la tracción disminuya en un exceso mayor a 0.1 %. Por lo que se podría decir que la carga óptima para obtener un PU de mayor tracción sería cargando con 0.1 % de NTC.

4.1.2. Resistencia a la abrasión

Los resultados de cada ensayo para medir la resistencia a la abrasión bajo la norma ASTM D5963 se muestran en la Tabla 9 así como el promedio de tres ensayos para cada tipo de composite elastomérico obtenido. La tendencia de la resistencia a la abrasión en función al % de nanotubo de carbono (NTC) incorporado se muestra en la Figura 32, donde la pérdida de volumen no se ajusta a un patrón regular cuando se incrementa el % de NTC por causa del resultado en 0.3%, de acuerdo con las referencias, debería seguir un patrón regular. No obstante, esta irregularidad en el ensayo antes mencionado podría tener una causa en la forma de distribución de las NTC en la matriz polimérica, el cual puede analizarse con ensayos complementarios, como el SEM.

Tabla 9: Resultados individuales del ensayo de abrasión.

0.00%	0.10%	0.30%	0.50%
130.7	109.6	132.0	104.0
119.6	117.5	133.5	111.1
129.4	121.9	144.8	108.6
126.6	116.4	136.8	107.9

Elaborado por el equipo de trabajo.

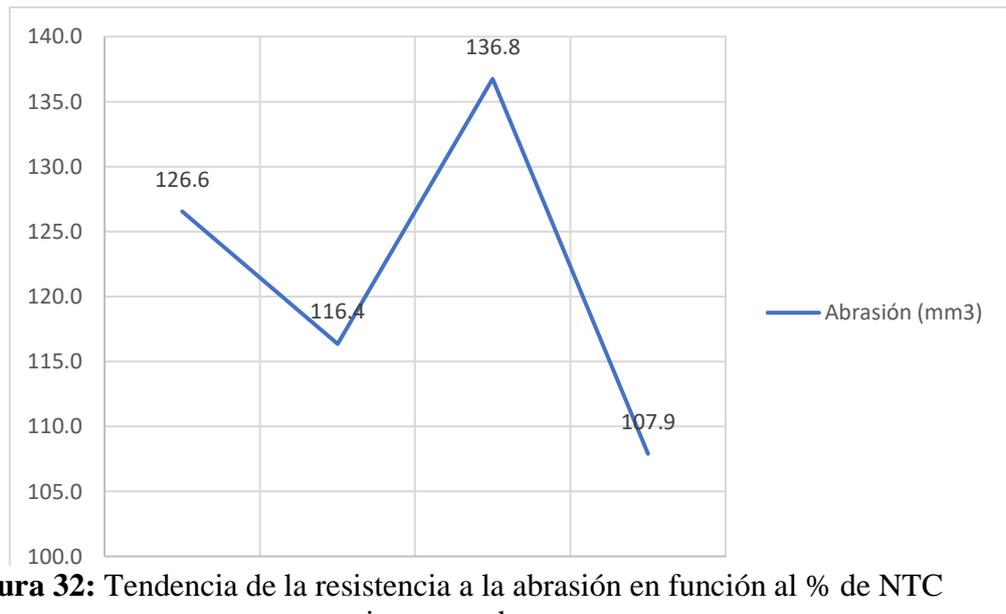


Figura 32: Tendencia de la resistencia a la abrasión en función al % de NTC incorporado.

Elaborado por el equipo de trabajo.

4.1.3. Resistencia a la erosión

El detalle de Los resultados de cada ensayo para medir la resistencia al desgaste por erosión bajo la norma ASTM G76 se muestran en la Tabla 10. La tendencia de la resistencia al desgaste por erosión en función al % de nanotubo de carbono (NTC) incorporado se muestra en la Figura 33, donde se nota una disminución de la resistencia al desgaste por erosión.

Tabla 10: Ensayos de erosión.

Descripción de Muestra	Condición	Peso inicial (g)	Peso final (g)	Densidad (Kg/litros)	Flujo de aire	Tiempo de erosión	Diámetro de salida del aire	Diferencial de peso (g)	Angulo de prueba	Distancia punto de impacto	Perdida de material mm ³
0%	T = 23:4 °C	0,6723	0,6691	1,036	6.3 bar	25 min	Ø 2.6 mm	0,0032	45°	10 mm	3,08880
	Hr = 57 %										
0,1%	T = 23:3 °C	1,8642	1,859	1,044	6.3 bar	26 min	Ø 2.7 mm	0,0052	45°	10 mm	4,98084
	Hr = 59 %										
0,3%	T = 23:4 °C	0,9943	0,9892	1,049	6.3 bar	25 min	Ø 2.5 mm	0,0051	45°	10 mm	4,86177
	Hr = 57 %										
0,5%	T = 23:4 °C	0,7012	0,6968	1,056	6.3 bar	27 min	Ø 2.5 mm	0,0044	45°	10 mm	4,16667
	Hr = 58 %										

Elaborado por el equipo de trabajo.

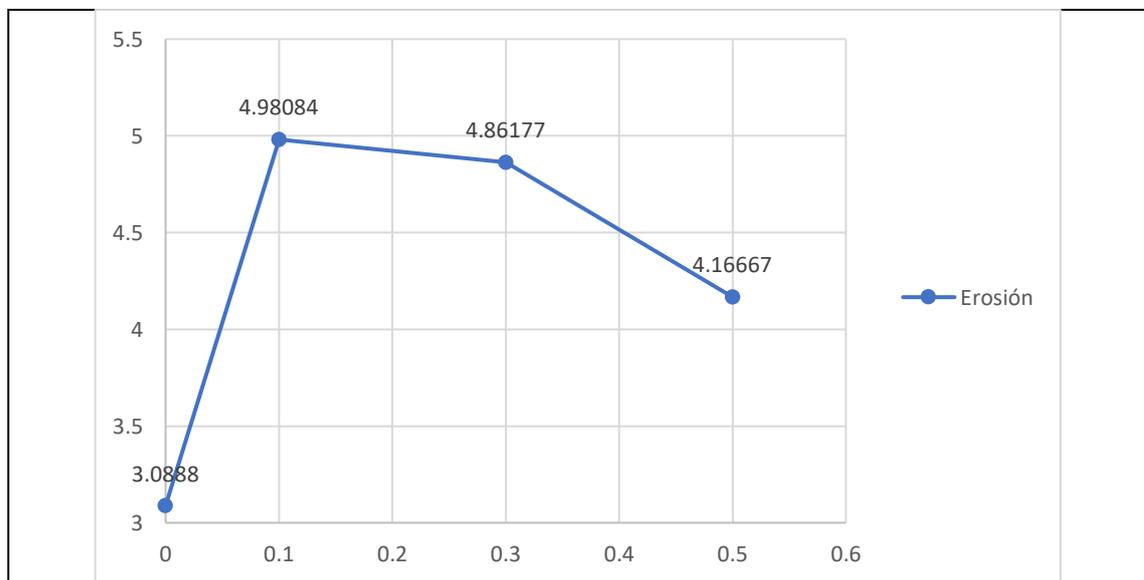


Figura 33: Tendencia de la resistencia a la erosión en función al % de NTC incorporado.

Elaborado por el equipo de trabajo.

4.1.4. Tracción

Los resultados de cada ensayo para medir la resistencia a la tracción bajo la norma ASTM D412 se muestran en la Tabla 11 así como el promedio de tres ensayos para cada tipo de composite elastomérico obtenido. La tendencia de la resistencia a la tracción en función al % de nanotubo de carbono (NTC) incorporado se muestra en la Figura 34, donde se nota una variación de la resistencia a la tracción cuando se incrementa el % de NTC. La mejora en esta propiedad solo se verifico en 0.1%.

Tabla 11: Resultados individuales del ensayo de tracción.

0.0%	0.1%	0.3%	0.5%
9.6	11.5	7.7	7.7
9.5	10.0	7.3	8.1
9.9	10.1	8.5	8.5
9.7	10.5	7.8	8.1

Elaborado por el equipo de trabajo.

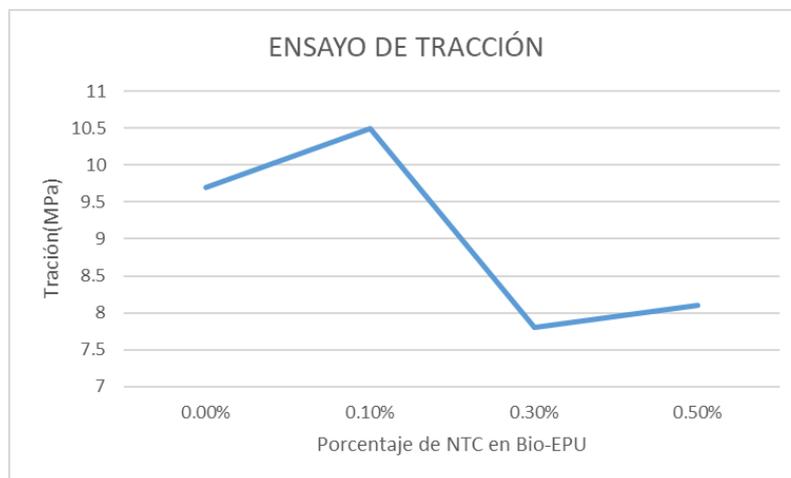


Figura 34: Tendencia de la resistencia a la tracción en función al % de NTC incorporado.

Elaborado por el equipo de trabajo.

4.1.5. Rotura

Los resultados de cada ensayo para medir la resistencia a la rotura bajo la norma ASTM D 624 se muestran en la Tabla 12 así como el promedio de tres ensayos para cada tipo de composite elastomérico obtenido. La tendencia de la resistencia a la tracción en función al % de nanotubo de carbono (NTC) incorporado se muestra en la Figura 35, donde casi de manera opuesta a la tendencia de la resistencia a la tracción, tenemos que para 0.1% se muestra una disminución en la resistencia a la rotura en comparación con el resto de resultados.

Rotura (N/mm):

Tabla 12: Resultados individuales del ensayo de tracción

0.0%	0.1%	0.3%	0.5%
39.2	28.0	40.9	35.9
40.3	29.0	40.1	39.1
36.3	28.1	37.8	40.1
38.6	28.4	39.6	38.4

Elaborado por el equipo de trabajo.

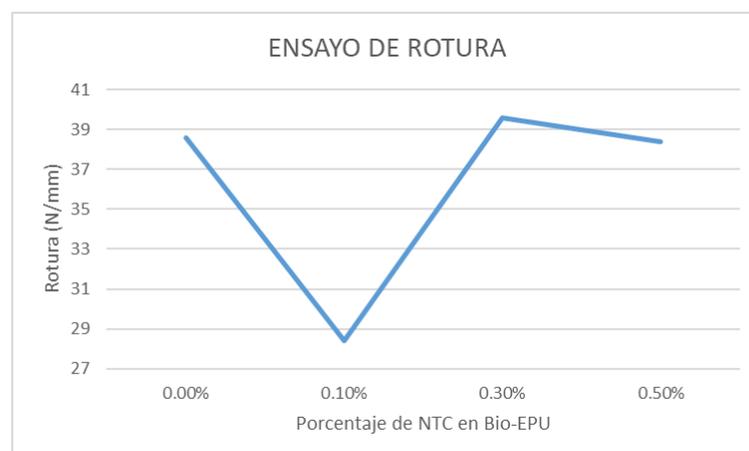


Figura 35: Tendencia de la resistencia a la rotura en función al % de NTC incorporado.

Elaborado por el equipo de trabajo.

4.1.6. Dureza

Los resultados mostrados en la Tabla 13 muestran las durezas de cada tipo de composite elastomérico obtenido, donde todas las muestras tienen una misma dureza lo que hace suponer que la formulación de polioles, prepolimeros y extensores de cadena fueron las mismas en cada tipo de elastómero además que los parámetros de procesamiento fueron bien cuidados. También se puede decir que el incremento hasta 0.5% de NTC no afecta la contextura del composite final.

Tabla 13: Resultados de dureza de los poliuretanos medidos con un durómetro shore A.

	0.0 %	0.1 %	0.3 %	0.5 %
DUREZA	85 Shore A	85 Shore A	85 Shore A	85 Shore A

Elaborado por el equipo de trabajo.

4.1.7. Microscopia electrónica de barrido

Los resultados de las micrografías SEM para cada composite elastomérico se muestran en la Figura 36, donde todas las muestras presentan morfologías homogéneas con fisuras debido a que todas las imágenes fueron realizadas sobre el corte resultante del ensayo de tracción. En el caso del composite elastoméricos con 0% de NTC (Figura 36 (a)) el corte fue más limpio por ello se observa más homogéneo, por otro lado, los elastómeros cargados (Figura 36 (b) (c) (d)) con nanotubos de carbono tienen una morfología un tanto accidentado debido a la carga presentada por los nanotubos.

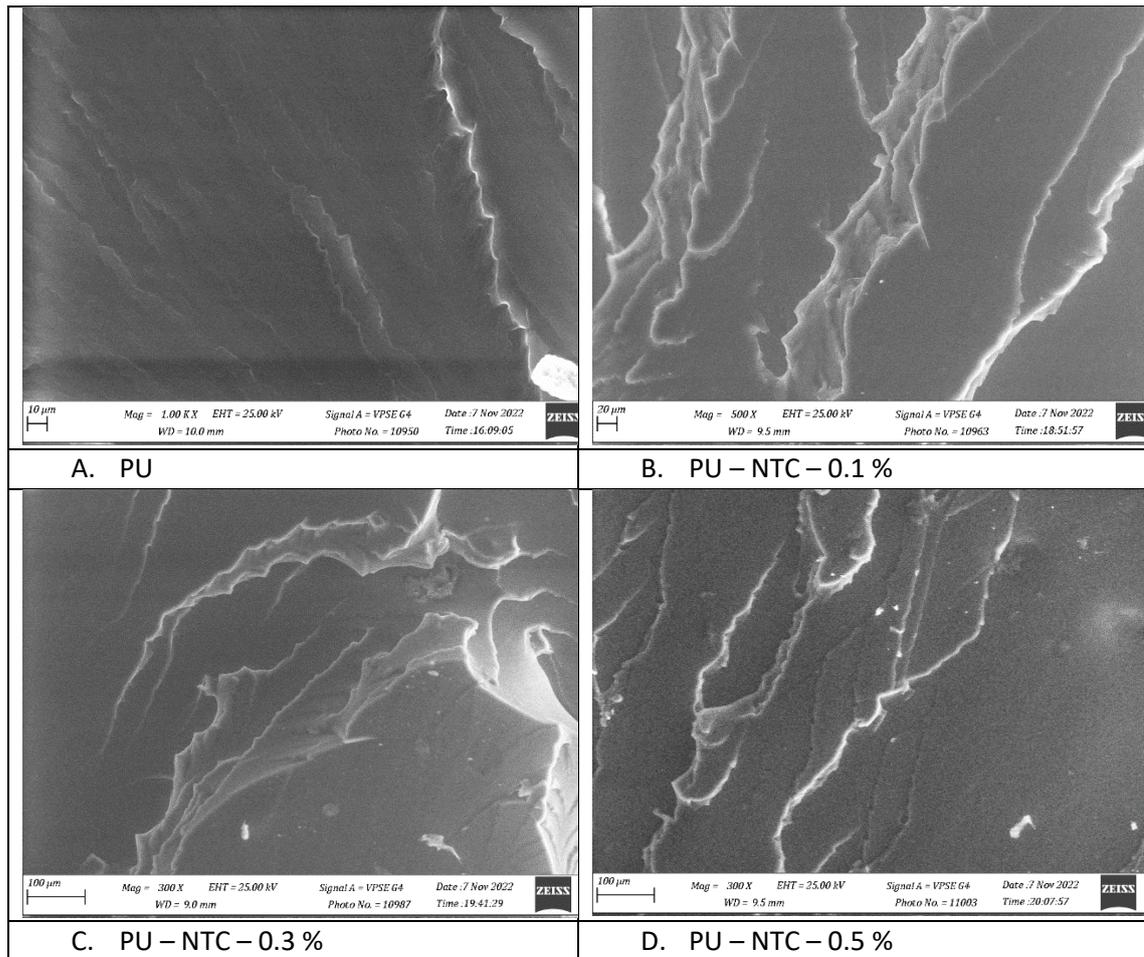


Figura 36: Micrografías SEM de los poliuretanos A) PU, B) PU-NTC-0.1%, C) PU-NTC-0.3% y D) PU-NTC-0.5%.

Elaborado por el equipo de trabajo.

4.1.8. Conductividad

Los resultados obtenidos a 200 v muestran una clara tendencia de la resistividad (Figura 37), donde a medida que se incrementa el NTC, la resistividad volumétrica disminuye. Considerando que el rango para los materiales antiestático está entre 10^5 y $10^{11} \Omega\text{-cm}$ (A, Blythe. (1984)), solo con la incorporación del 01% de NTC se puede ver que los composites elastoméricos obtenidos pueden ser considerados materiales antiestáticos.

Se realiza los ensayos de resistividad eléctrica mediante la norma ASTM D991.

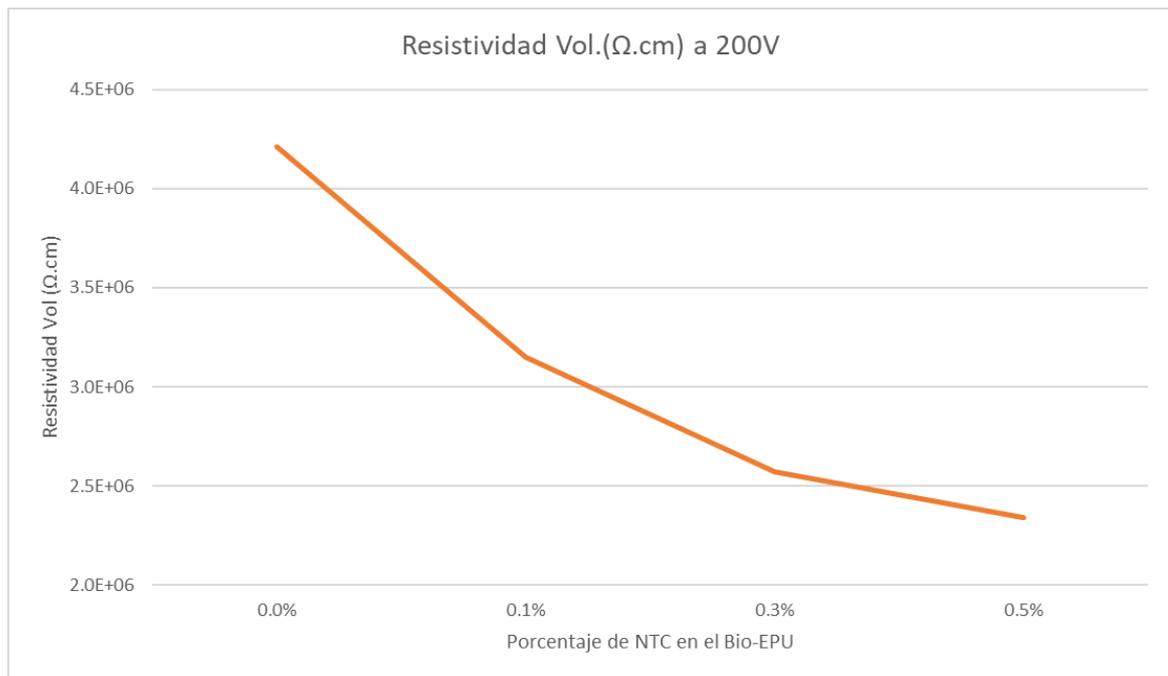


Figura 37: Resistividad en los composites elastoméricos obtenidos.

Elaborado por el equipo de trabajo.

Considerando los resultados tribológicos, tanto la resistencia al desgaste por abrasión como por erosión los elastómeros obtenidos solo podrían aplicarse donde se presenten mecanismos de desgaste por abrasión. De acuerdo con las imágenes SEM la desviación del resultado en el ensayo de abrasión en 0.3% podría estar relacionado al grado de dispersión y aglomeración de los NTC, en las imágenes SEM no muestra una tendencia clara del grado de dispersión de las NTC por lo que podría relacionarse con los resultados tribológicos obtenidos. Asimismo, en las imágenes SEM no se encontraron partículas en la escala nano por lo que se puede presumir que los NTC fueron incorporados con un cierto grado de aglomeración, esto podría explicar la disminución de la resistencia al desgaste por erosión. Hasta donde sabemos, no se ha estudiado directamente el desgaste por erosión en un composite de NTC y un elastómero de poliuretano. La mayoría de las investigaciones muestran mejoras en las propiedades mecánicas por efecto de la incorporación de NTC, sin embargo, la relación que hay entre el grado de dispersión (aglomeración) de los NTC y la resistencia al desgaste por erosión de un elastómero aun



no esta clara, menos aun cuando se trata de un elatomero con componentes de base biologica.



V. CONCLUSIONES

PRIMERO: Se logro incorporar nanotubos de carbono en los elastómeros de base biológica (Priplast) mediante un equipo de alta cizalla (Silverson) obteniendo un elastómero de poliuretano de dureza 85 shore A.

SEGUNDO: Se ha obtenido elastómeros de poliuretano elaborados con un poliol de base biológica y reforzado con nanotubos de carbono, a los que se caracterizó y analizó sus propiedades eléctricas y tribológicas, principalmente. Donde, para la resistividad volumétrica se diseñó y fabricó un equipo de acuerdo con la norma ASTM D911 y el aspecto tribológico se caracterizó usando equipos configurados bajo las normas ASTM D5963 y ASTM DG76.

TERCERO: Se determinó la conductividad eléctrica de los elastómeros de base biológica mediante el equipo Medidor de conductividad eléctrica construido según la norma ASTM D991 desarrolla en la empresa Pankarana. El cual se validó mediante el uso de un material con conductividad conocida dando valores de desviación estándar similares a los obtenidos en el Intra laboratorio.

CUARTO: Se logro medir el desgaste mediante abrasión comparando los elastómeros con nanotubos de carbono respecto a un EPU sin NTC obteniendo que el EPU reforzado con 0.50 % de NTC presentan una mayor resistencia al desgaste por abrasión. Así mismo, el desgaste por erosión mostró que el poliuretano con 0.5 % NTC presenta menor resistencia al desgaste por erosión respecto al poliuretano sin NTC.

QUINTO: Para todos los composites elastoméricos obtenidos el incremento de nanotubos de carbono disminuye la resistividad volumétrica, a su vez, todos los valores



obtenidos están dentro del rango establecido para materiales antiestáticos, entre 10^5 y 10^{11}
 Ω -cm.



VI. RECOMENDACIONES

PRIMERO: Para realizar un estudio más profundo se tendrá que tomar con mayor énfasis la dispersión de las partículas inorgánicas para tener un mayor grado de exactitud en la muestra.

SEGUNDO: En los futuros estudios se deberá considerar una diversidad de materiales de base biológica para mejorar la conductividad eléctrica con finalidad de obtener un elastómero de poliuretano antiestético.

TERCERO: Se recomienda la utilización de diferentes componentes químicos inorgánicos que ayuden a la elaboración de un elastómero de poliuretano con mayor resistividad al desgaste

CUARTO: Se tendrá que tomar mayor énfasis al estudio en el laboratorio con respecto a la curación del elastómero de poliuretano para obtener una materia prima estable.



VII. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Aguilar, S. A. (2021). Obtención de una matriz de poliuretano base agua mediante inducción β -C con nanocompuestos de ZnO y mineralizantes autocurativos. Guanajuato: Universidad de Guanajuato.
- Brigandi, P. J. (2017). *Electrically conductive multiphase polymer blend carbon-based composites*. Doctoral dissertation: Lehigh University.
- Clemitsom, R. (2008). *Castable Polyurethane Elastomers*. CRC Press.
- D257, A. (2007). Standard Test Methods For DC Resistance Or Conductance Of Insulating Materials.
- D5963, A. (2019). Standard Test Method for Rubber Property — Abrasion Resistance (Rotary Drum Abrader).
- D991, A. (1989). Standard Test Method For Rubber Property—Volume Resistivity Of Electrically Conductive And Antistatic Products.
- G76, A. (2018). Standard Test Method For Conducting Erosion Tests By Solid Particle Impingement Using Gas Jets.
- He, X. S. (2021). Silver nanoparticles enhanced crystallization of polyethylene terephthalate-co-polyethylene glycol (PET-PEG) thermoplastic elastomer. *Polymer Bulletin*.
- Hsissou, R. S. (2021). *Polymer composite materials: A comprehensive review. Composite structures*.
- Iglesias, M. L. (2020). Desarrollo de mezclas de poliésteres derivados de recursos renovables como estrategia para obtener un nuevo material completamente biodegradable apto para envases. Universidad de Mar de la Plata: Mar de la Plata.
- Krishnamoorti, R. (2007). Strategies for dispersing nanoparticles in polymers. *MRS bulletin*.
- Larkin, P. (2011). Chapter 3 - Instrumentation and Sampling Methods. En *Infrared and Raman Spectroscopy - Principles and Spectral Interpretation* (págs. 27-54). Elsevier.



- Li, Z., Zhou, M., Zhang, T., Zhang, J., Yang, L., & Zhou, Z. (2014). Graphene nanoplatelets/lead azide composites for the depressed electrostatic hazards. *Materials Letters*.
- Pionteck, J. P. (2007). *Handbook of antistatics*. ChemTec Publishing.
- Prisacariu, C. (2011). *Polyurethane elastomers: from morphology to mechanical aspects*. Springer Science & Business Media.
- Šupová, M. M. (2011). Effect of nanofillers dispersion in polymer matrices: a review. *Science of advanced materials*.
- Theophanides, T. (2012). *Infrared spectroscopy - Materials science, engineering and technology*. Rijeka: InTechOpen.
- Tito, O. (2020). Resistencia al desgaste de un elastómero de poliuretano elaborado a partir de un poliol de base biológica. Lima: Pontificia Universidad Católica del Perú.
- Von Pidoll, U. (2013). Helmut Krämer memorial lecture: Electrostatic assessment products and processes - A view backwards and forwards. *Journal of Electrostatics*, 71 - 590.
- Wypych, G., & Pionteck, J. (2016). *Handbook of antistatics*. En I. Clemitson. Elsevier.
- Yadav, R., Tirumali, M., Wang, X., Naebe, M., & Kandasubramanian, B. (2020). Polymer composite for antistatic application in aerospace. *Defence Technology*.
- Zhang, S. W. (2004). *Tribology of elastomers*. Elsevier.

ANEXOS

ANEXO 1: NORMA ATSM D991 - Método de prueba estándar para las propiedades del caucho: resistividad volumétrica de productos eléctricamente conductores y antiestáticos

Standard Test Method for Rubber Property—Volume Resistivity Of Electrically Conductive and Antistatic Products¹

This standard is issued under the fixed designation D991; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This standard has been approved for use by agencies of the U.S. Department of Defense.

1. Scope

1.1 This test method covers the determination of volume resistivity of rubbers used in electrically conductive and antistatic products.

1.2 This test method assumes that the surface conductivity is negligible compared with the conductivity through the specimen.

1.3 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The values given in parentheses are for information only.

1.4 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety, health, and environmental practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

1.5 *This international standard was developed in accordance with internationally recognized principles on standardization established in the Decision on Principles for the Development of International Standards, Guides and Recommendations issued by the World Trade Organization Technical Barriers to Trade (TBT) Committee.*

2. Referenced Documents

2.1 *ASTM Standards:*²

D3182 Practice for Rubber—Materials, Equipment, and Procedures for Mixing Standard Compounds and Preparing Standard Vulcanized Sheets

D4483 Practice for Evaluating Precision for Test Method Standards in the Rubber and Carbon Black Manufacturing Industries

3. Terminology

3.1 *Definitions of Terms Specific to This Standard:*

3.1.1 *rubber product, antistatic*—a rubber product sufficiently conductive to prevent a build-up of an electrical charge on the surface and sufficiently insulating to prevent an electrical hazard.

3.1.1.1 *Discussion*—Generally, antistatic rubber products are considered to have a resistance of 10^4 to $10^8 \Omega$.

3.1.2 *rubber product, conductive*—a rubber product having an electrical conductivity of sufficient magnitude that might be considered an electrical or thermal hazard.

3.1.2.1 *Discussion*—Generally, conductive rubber products are considered to have a resistance of less than $10^4 \Omega$ at 120 V.

3.1.3 *volume resistivity*—the ratio of the electric potential gradient to the current density when the gradient is parallel to the current in the material.

4. Significance and Use

4.1 The electrical behavior of rubber products used in particular applications is important for a variety of reasons such as safety, static charges, current transmission, etc. This test method is useful in predicting the behavior of such rubber products.

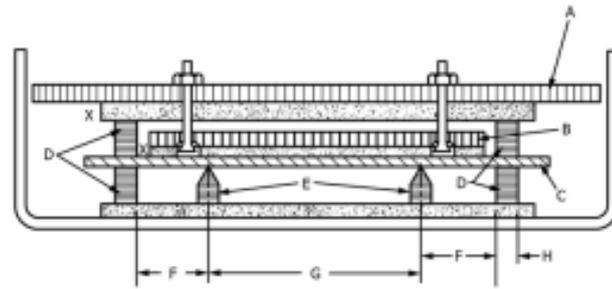
5. Apparatus

5.1 *Electrode Assembly*—The electrode assembly (Fig. 1) shall consist of a rigid base made from an electrically insulating material having a resistivity greater than $10 \text{ T}\Omega\text{-m}$ (for example, hard rubber, polyethylene, polystyrene, etc.) to which a pair of current electrodes and a pair of potential electrodes are fastened in such a manner that the four electrodes are parallel and their top surfaces are in the same horizontal plane. Another pair of current electrodes identical with the first pair shall be fastened to a second piece of insulating material so that they can be superimposed on the specimen directly above the first pair. The current electrodes shall have a length at least 10 mm (0.4 in.) greater than the specimen width, a width between 5 and 8 mm (0.2 and 0.3 in.), and a height uniform within 0.05 mm (0.002 in.) between 10 and 15 mm (0.4 and 0.6 in.). The potential electrodes shall have a length and height equal to the

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D11 on Rubber and Rubber-like Materials and is the direct responsibility of Subcommittee D11.10 on Physical Testing.

Current edition approved Feb. 1, 2020. Published February 2020. Originally approved in 1948. Last previous edition approved in 2014 as D991 – 89 (2014). DOI: 10.1520/D0991-89R20.

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For Annual Book of ASTM Standards volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.



A — Mass for applying contact force between current electrodes and specimen
(300 N/m times specimen width in meters) (Note 1)
B — Mass for applying contact force between potential electrodes and specimen
(60 N/m times specimen width in meters) (Note 2)
C — Specimen
D — Current Electrodes
E — Potential Electrodes

F — Distance between current and potential electrodes (20 mm minimum)
G — Distance between potential electrodes (see Note 2 in Section 9)
depends on specimen size.
H — Width of current electrode, 5 to 8 mm (0.2 to 0.3 in.)
X — Insulation

Note 1—For a specimen 150 mm (6 in.) wide, mass is approximately 4.5 kg (10 lb).
Note 2—For a specimen 150 mm (6 in.) wide, mass is approximately 0.9 kg (2 lb).

FIG. 1 Electrode Assembly

current electrodes and shall be tapered to an edge having a radius of 0.5 mm (0.02 in.) maximum at the top surface. The distance between the potential electrodes shall not be less than 10 mm (0.4 in.) nor more than 66 mm (2.6 in.) and shall be known within $\pm 2\%$. The current electrodes shall be equidistant outside the potential electrodes and separated from them by at least 20 mm (0.8 in.). The electrodes shall be made from a corrosion-resistant metal such as brass, nickel, stainless steel, etc. Insulation resistance between electrodes shall be greater than 1 T Ω .

5.2 *Resistance-Measuring Device*—Resistance may be measured by any electrical circuit that enables the current through the current electrodes and the potential across the potential electrodes to be measured within 2%. Suitable devices for measuring current are: (1) a precision milliammeter, or (2) potential measurement across a reference resistor (resistance value known within 2% in series with the current electrodes. Suitable devices for measuring potential are: (1) a galvanometer having a sensitivity of 1 μA or less per scale division in a null-voltage circuit; (2) an electrostatic voltmeter having a d-c resistance greater than 19 T Ω ; or (3) an electrometer such as a multirange voltmeter having an input d-c impedance greater than 0.1 T Ω (Note 1). In any case, the current through the potential electrodes during measurement must be less than 1% of that through the current electrodes. A stable source of d-c potential shall be provided that can be adjusted to limit the power dissipated in the specimen between potential electrodes to approximately 0.1 W. Because of the large range of resistances covered by conductive and antistatic rubbers, separate equipment for measuring resistances above and below approximately 50 000 Ω is generally desirable.

Note 1—Schematic diagrams of a typical apparatus that have been found to be satisfactory are shown in Figs. X1.1 and X1.2.

5.3 *Electrode Contacts*—Masses shall be provided to produce a uniform contacting force across the width of the specimen of approximately 300 N/m (4.5 kg (10 lb)) on the standard sheet, 150 mm (6 in.) wide, by the current electrodes and 60 N/m (0.9 kg (2 lb)) on the standard sheet, 150 mm (6 in.) wide, by the potential electrodes.

6. Specimens

6.1 *Size*—The width of the specimen shall be between 10 and 150 mm (0.4 and 6 in.) and the length shall be between 70 and 150 mm (2.8 and 6 in.). The width shall be uniform within $\pm 1\%$. The thickness of cut specimens is specified in 6.3. Molded specimens are specially prepared as described in 6.2 and therefore have a thickness of 2.0 ± 0.2 mm (0.08 ± 0.008 in.).

6.2 *Molded Specimen*—Standard sheets prepared in accordance with Practice D3182 may be used, provided the surface of the uncured rubber is kept free of soapstone or other contamination, and the surface of the vulcanized sheet is not contaminated with mold lubricant. To avoid surface contamination and minimize distortion of specimen prior to test, sheets may be molded between sheets of moisture-sensitive cellophane, which can be readily removed after brief immersion in warm water. After removing the cellophane, the surface of the sheet should be patted dry, taking care not to bend or stretch the sheet.

6.3 *Cut Specimen*—The specimen shall be cut from a product that has not been buffed or abraded. Surfaces of the specimen shall be cleaned if necessary by rubbing with Fuller's earth and water, washing with distilled water, and drying in air. The specimen shall be uniform in thickness within $\pm 5\%$, not more than 6.6 mm (0.26 in.), and if possible, not less than 2

mm (0.08 in.) thick. Care shall be taken to avoid distortion of the specimen during preparation.

7. Conditioning

7.1 The time between vulcanization and testing shall be not less than 16 h nor more than 4 weeks for molded specimens. Products shall be tested within 2 months after receipt by the customer.

7.2 Specimens cut from products or molded specimens that have been inadvertently distorted shall be annealed in air for 3 h at $23 \pm 2^\circ\text{C}$ ($73.4 \pm 3.6^\circ\text{F}$) to remove strains or other effects of handling.

7.3 Specimens shall be conditioned for at least 16 h and tested at a temperature of $23 \pm 2^\circ\text{C}$ ($73.4 \pm 3.6^\circ\text{F}$) and a maximum relative humidity of 65 %. Molded specimens can be conditioned in a desiccator. Specimens annealed at room temperature may be stored in a closed container during the conditioning period.

8. Procedure

8.1 After conditioning, place the specimen in the electrode assembly, taking care to avoid flexing or distortion. The identification portion of standard sheets shall be normal to the calender grain and shall not be in contact with, nor lie between, the current electrodes.

8.2 Adjust the current through the specimen after connection to the d-c source so that the power dissipation in the specimen between potential electrodes is approximately 0.1 W. The following values should not be exceeded for the maximum current in the specimen for various potentials across the potential electrodes:

Potential	Current, mA
3	50
6	25
10	15
30	5
75	2
150	1
300	0.5

8.3 As soon as the current has stabilized, in a maximum time of 5 s, measure the potential difference across the potential electrodes and the current through the current electrodes to the nearest 1 % of the respective values.

8.4 Measure the thickness and width of the specimen.

8.5 Make the measurements on three specimens.

9. Calculation

9.1 Calculate the volume resistivity as follows for each specimen:

$$\rho = Vwdk/lI \quad (1)$$

TABLE 1 Type 1 Precision for Log(ρ)

NOTE 1—Only two laboratories participated in the program for these results.

Material	Mean Level	Within Laboratory ^A			Between Laboratory ^A		
		S_w	r	(\bar{r})	S_B	R	(\bar{R})
1	3.392 ^B	0.065	0.184	5.4	0.329	0.931	27.4
2	4.855	0.132	0.374	7.7	0.577	1.63	33.6

^A S_w = within laboratory standard deviation.

r = repeatability (in measurement units).

(\bar{r}) = repeatability (in percent).

S_B = between laboratory standard deviation.

R = reproducibility (in measurement units).

(\bar{R}) = reproducibility (in percent).

^B Tabulated values (as used for analysis), $\log_{10}(\rho)$.

where:

ρ = volume resistivity, $\Omega\cdot\text{m}$,

V = potential difference, V, across potential electrodes,

I = current, A, through the current electrodes,

w = width of specimen,

d = thickness of specimen,

l = distance between potential electrodes,

k = factor depending on units in which, w , d , and l are measured; that is, k is 0.001 if w , d , and l are in millimetres and 0.0254 if they are in inches.

NOTE 2—If l is made 64.5 mm (2.54 in.) and w and d are measured in inches, the equation becomes:

$$\rho = 0.01 Vwd/lI \quad (2)$$

9.2 Report the median value for the three specimens as the volume resistivity.

10. Report

10.1 Report the following information:

10.1.1 Temperature during conditioning and test,

10.1.2 Relative humidity during conditioning and testing,

10.1.3 Size of specimen,

10.1.4 Current through specimen in amperes,

10.1.5 Voltage across potential electrodes, and

10.1.6 Volume resistivity in ohm-metres, kilohm-metres, or megohm-metres.

11. Precision and Bias³

11.1 These precision and bias statements have been prepared in accordance with Practice D4483. Refer to Practice D4483 for terminology and other testing and statistical concepts.

11.2 Because of the special nature of this test and its lack of widespread use in the industry, a limited interlaboratory Type 1 test program was used to assess precision. Two materials (rubber compositions) of different volume resistivity in the

³ Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR:D11-1030.

form of cured sheets were prepared in one laboratory and sent to the other participating laboratory. Both laboratories were experienced in this testing.

11.3 In each laboratory the cured rubber sheets were measured for volume resistivity on two days, on each day by two different operators. The within laboratory variation, therefore, contains an "operator" and "day" component of variation.

11.4 A test result is the median value of three measurements of volume resistivity.

11.4.1 Table 1 gives the precision results. Due to the wide range of volume resistivity values that are possible (10–1000

fold variation) the analysis was conducted using the (base 10) logarithms of the (test result) volume resistivity, ρ .

11.4.2 The rather large between laboratory variation indicates the difficulty frequently experienced with this measurement by experienced laboratories and operators.

11.4.3 *Bias*—In test method statistical terminology, bias is the difference between an average test value and the reference or true test property value. Reference values do not exist for this test method since the value or level of the test property is exclusively defined by the test method. Bias, therefore, cannot be determined.

APPENDIX

(Nonmandatory Information)

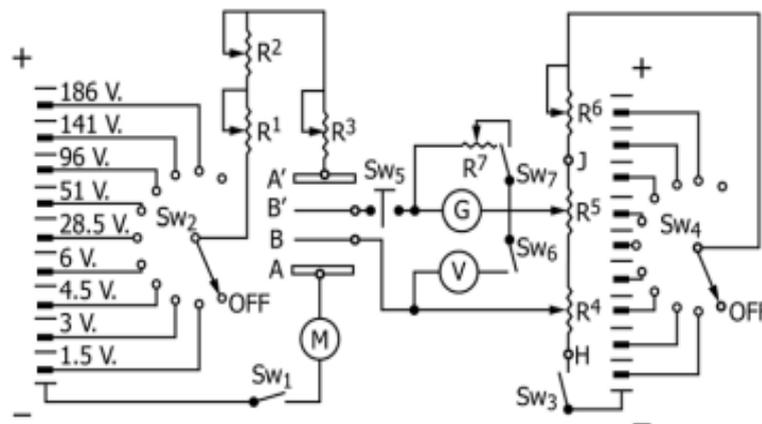
X1. CIRCUIT DIAGRAMS AND EXPLANATORY MATERIAL

X1.1 With switch Sw_1 closed and the milliammeter set at 0–15 mA, turn the rotary switch Sw_2 to develop current with maximum values as follows:

Switch Contacts	Maximum Current, mA
1–4	15
5–6	3
7–9	1

Fine adjustment of current can be accomplished by resistances R_1 , R_2 , and R_3 .

X1.2 With switch Sw_3 closed and rotary switch Sw_4 swung to approximate position, or one or two contacts less than Sw_2 , close switch Sw_7 , set R_7 for minimum resistance (least sensitive position for galvanometer), and then close switch Sw_5 . For null



A and A'—Current electrodes.
B and B'—Voltage electrodes.
 Sw_1 , Sw_3 , Sw_6 , and Sw_7 —On-off toggle switches.
 Sw_2 and Sw_4 —Single-pole, 11-contact rotary selector switches.
 Sw_5 —Normally open momentary contact switch.
Source of Voltage—Two banks of dry cells each consisting of four 1½-V cells, and four 45-V "B" batteries—one connected at 22½ V.
M—Milliammeter, Weston D-C, Model 430, ranged 0–0.15, 1.5, 15 mA scale divisions 150; or equivalent milliammeter.
G—Galvanometer, having a sensitivity of 1 μ A per scale division.
V—Voltmeter, Vacuum Tube VoltOhmist, Electronic Designs Model 100, Electronic Designs, Inc., New York City; or equivalent performance vacuum

tube or solid state voltmeter. If desired, a multi-range d-c. voltmeter with a sensitivity of 1000 Ω /V or better may be used. For protection of this voltmeter, it is suggested that a two "gang" 11-contact rotary selector switch be substituted for Sw_4 and the resistance multipliers for the voltmeter be connected to the proper points on the second set of switch contacts. In this case switch Sw_4 could be eliminated.

R_1 , R_2 , R_3 , and R_6 —2-W, 0–10 000- Ω potentiometers, Mallory wire wound or equivalent.

R_4 and R_5 —2-W, 0–5000- Ω potentiometers, Mallory wire wound or equivalent.
 R_7 —2-W, 0–3000- Ω potentiometer, Mallory wire wound or equivalent.

NOTE 1—Where it may be desirable to extend the range of this equipment, more batteries may be added. Caution must be exercised to prevent electrical shock.

FIG. X1.1 Resistance-Measuring Device—Special Null Voltage Circuit

ANEXO 2: NORMA ASTM G76 - Método de prueba estándar para realizar pruebas de erosión por impacto de partículas sólidas utilizando chorros de gas

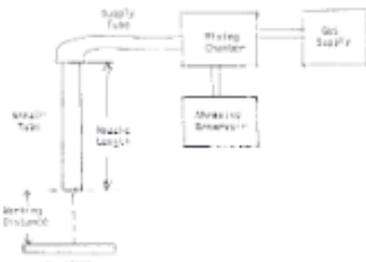


FIG. 1 Schematic Drawing of Solid Particle Erosion Equipment

TABLE 1 Characteristics of Type 1020 Steel Reference Material

Annealed 15 min at 780°C (1400°F), air cooled.

Hardness: HRB = 70 ± 2.

Chemical Composition:
C = 0.20 ± 0.01 wt %
Mn = 0.45 ± 0.10
S = 0.03 ± 0.01
Si = 0.13 ± 0.05
P = 0.01 ± 0.01

permitted; however, adequate system characterization and control of critical parameters are required. Deviations in nozzle design and dimensions must be documented. Nozzle length to diameter ratio should be 25:1 or greater in order to achieve an acceptable particle velocity distribution in the stream. The recommended nozzle⁶ consists of a tube about 1.5 mm inner diameter, 50 mm long, manufactured from an erosion resistant material such as WC, Al₂O₃, etc. Erosion of the nozzle during service shall be monitored and shall not exceed 10 % increase in the initial diameter.

6.2 Necessary features of the apparatus shall include a means of controlling and adjusting the particle impact velocity, particle flux, and the specimen location and orientation relative to the impinging stream.

6.3 Various means can be provided for introducing particles into the gas stream, including a vibrator-controlled hopper or a screw-feed system. It is required that the system provide a uniform particle feed and that it be adjustable to accommodate desired particle flow values.

6.4 A method to measure the particle velocity shall be available for use with the erosion equipment. Examples of accepted methods are high-speed photography (6), rotating double-disk (7), and laser velocimeter (8). Particle velocity shall be measured at the location to be occupied by the specimen and under the conditions of the test.

7. Test Materials and Sampling

7.1 This test method can be used over a range of specimen sizes and configurations. One convenient specimen configuration is a rectangular strip approximately 10 by 30 by 2 mm

⁶ A source for the recommended nozzle (tungsten carbide) is Kennametal, Inc., Latrobe, PA.

thick. Larger specimens and other shapes can be used where necessary, but must be documented.

7.2 The abrasive material to be used shall be uniform in essential characteristics such as particle size, moisture, chemical composition, etc.

7.3 Sampling of material for the purpose of obtaining representative test specimens shall be done in accordance with acceptable statistical practice. Practice E 122 shall be consulted.

8. Calibration of Apparatus

8.1 Specimens fabricated from Type 1020 steel (see Table 1 and Fig. 2) equivalent to that used in the interlaboratory test series⁷ shall be tested periodically using specified (see Section 9) 50 μm Al₂O₃ particles to verify the satisfactory performance of the apparatus. It is recommended that performance be verified using this reference material every 50 tests during a measurement series, and also at the beginning of each new test series whenever the apparatus has been idle for some time. The recommended composition, heat treatment, and hardness range for this steel are listed in Table 1. The use of a steel of different composition may lead to different erosion results. A photomicrograph of the specified Al₂O₃ particles is shown in Fig. 3. The range of erosion results to be expected for this steel under the standard test conditions specified in Section 9 is shown in Table 2 and is based on interlaboratory test results.⁷

8.2 Calibration at standard test conditions is recommended even if the apparatus is operated at other test conditions.

8.3 In any test program the particle velocity and particle feed rate shall be measured at frequent intervals, typically every ten tests, to ensure constancy of conditions.

⁷ Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR-G02-1003.

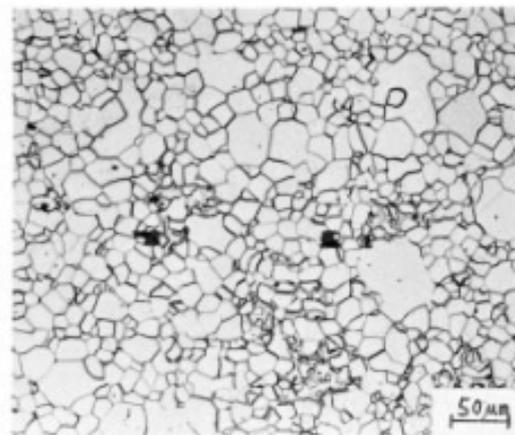


FIG. 2 Microstructure of 1020 Steel Reference Material
ASTM Grain Size 8

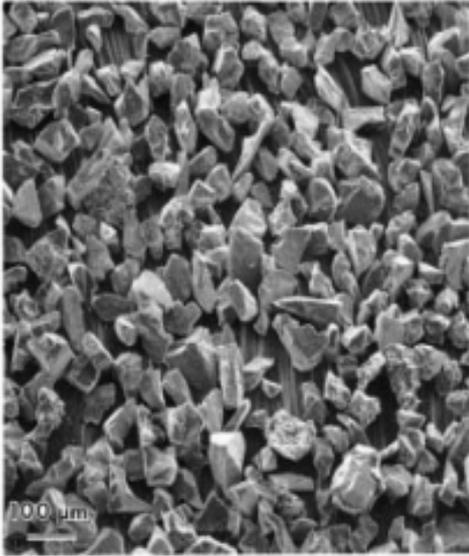


FIG. 3 Photomicrograph of 60 μm Al_2O_3 Particles Used in Interlaboratory Testing

9. Standard Test Conditions

9.1 This test method defines the following standard conditions.

9.1.1 The nozzle tube shall be $1.5 \text{ mm} \pm 0.075 \text{ mm}$ inner diameter at least 50 mm long

9.1.2 The test gas shall be dry air, -50°C dew point or lower

9.1.3 The abrasive particles shall be nominal 50- μm angular Al_2O_3 ,⁹ equivalent to those used in the interlaboratory test series (see Fig. 3). Abrasive shall be used only once.

9.1.4 The abrasive particle velocity shall be $30 \pm 2 \text{ m s}^{-1}$, measured at the specimen location. At this velocity the gas flow rate will be approximately 8 L min^{-1} and the system pressure will be approximately 140 kPa (20 psig) although the pressure will depend on the specific system design.

9.1.5 The test time shall be 10 min to achieve steady state conditions. Longer times are permissible so long as the final erosion crater is no deeper than 1 mm.

9.1.6 The angle between the nozzle axis and the specimen surface shall be $90 \pm 2^\circ$.

9.1.7 The test temperature shall be the normal ambient value (typically between 18°C to 28°C).

9.1.8 The particle feed rate shall be $2.0 \pm 0.5 \text{ g min}^{-1}$. This corresponds to a particle flux at the specimen surface of about $2 \text{ mg mm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ under standard conditions. Particle flux determination requires measurement of the eroded area on the specimen and is subject to considerable error. A measured

width and depth profile of an erosion crater produced using stated conditions is shown in Fig. 4 and indicates a typical eroded width/depth relation.

9.1.9 The distance from specimen surface to nozzle end shall be $10 \pm 1 \text{ mm}$.

10. Optional Test Conditions

10.1 When test conditions or materials other than those given in Section 9 are used, reference to this test method shall clearly specify all test conditions and materials. It should be noted that other conditions, for example, larger particle velocities, may adversely affect measurement precision.

11. Test Procedure

11.1 Establish and measure the particle velocity and particle flow specified. Adjust equipment controls to obtain proper velocity and flow conditions before inserting test specimens. Particle flow rate values are determined by collecting⁹ and subsequently weighing the abrasive exiting from the nozzle for a measured time period.

11.2 Prepare the specimen surface if required to achieve uniformity and adequate finish. Grinding through a series of abrasive papers to 400 grit is usually adequate so long as all surface scale is removed. A surface roughness of $1 \mu\text{m}$ ($40 \mu\text{in.}$) rms or smaller is recommended. Clean the specimen surface carefully.¹⁰ Weigh on an analytical balance to $\pm 0.01 \text{ mg}$.¹¹

11.3 Mount the specimen in proper location and orientation in the apparatus. Subject the specimen to particle impingement for a selected time interval, measured to an accuracy of 5 s. Remove the specimen, clean carefully,¹⁰ reweigh and calculate the mass loss.

11.4 Repeat this process to determine at least four points for a total time of at least 10 min and plot those values as mass loss versus elapsed time. Suitable times would be 2, 4, 8, and 16 min for a material such as Type 1020 steel. Steady state erosion should result after 1 to 2 min, depending on the material. Two examples of measured erosion versus time curves are shown in Fig. 5.

11.5 The steady state erosion rate (see Terminology G 40) is determined from the slope of the mass loss versus time plot. The average erosion value is calculated by dividing erosion rate (mg min^{-1}) by the abrasive flow rate (g min^{-1}) and then dividing by the specimen density (g cm^{-3}). Report the average erosion value as ($\text{mm}^3 \text{ g}^{-1}$).

11.6 Repeat 11.1 at the end of a series of tests (typically every 10 tests) and more frequently if necessary.

12. Report

12.1 The test report shall include the following information:

⁹ Particles may be collected by directing the flow from the nozzle into a large vertical container. Care must be taken to avoid causing any significant back pressure on the nozzle as this will disturb the system flow conditions.

¹⁰ Important considerations in cleaning include surface oils or greases, surface rust or corrosion, collection device particles, etc.

TABLE 2 Interlaboratory Test Results (Provisional)^a

Test Conditions	Laboratory Number	Number of Replicates	Average (.001 mm ³ /g)	Standard Deviation (.001 mm ³ /g)	Deviation from Average (.001 mm ³ /g)
Condition A: 1020 steel, 50 μm Al ₂ O ₃ , 30 m/s, 90° 2 g/min	1	9	2.240	0.420	-0.494
	2	9	3.130	0.130	0.398
	3	10	2.130	0.088	-0.804
	4	10	3.720	0.880	0.988
	5	10	2.450	0.880	-0.284
	5	9,800	2.734	0.488	0.807
	Number	Average	Average	Within-Laboratory Standard Deviation	Between-Laboratory Standard Deviation (Provisional)
			Coefficient of Variation (%) =	17.1	29.5
			95 % Limits =	1.31	2.28
Condition B: 1020 steel, 50 μm Al ₂ O ₃ , 70 m/s, 90° 2 g/min	1	8	31.500	1.100	3.340
	2	8	23.200	0.040	-4.980
	3	8	22.900	0.900	-5.280
	4	4	32.400	0.850	4.240
	5	8	30.800	1.500	2.840
	5	7,200	28.180	0.989	4.788
	Number	Average	Average	Within-Laboratory Standard Deviation	Between-Laboratory Standard Deviation (Provisional)
			Coefficient of Variation (%) =	3.4	17.0
			95 % Limits =	2.71	13.40
Condition C: 304 stainless steel, 50 μm Al ₂ O ₃ , 70 m/s, 90° 2 g/min	1	8	40.000	1.300	7.840
	2	8	25.400	0.120	-8.980
	3	8	28.300	0.780	-8.080
	4	4	38.000	1.200	5.840
	5	8	32.100	3.000	-0.280
	5	7,200	32.380	1.597	8.788
	Number	Average	Average	Within-Laboratory Standard Deviation	Between-Laboratory Standard Deviation (Provisional)
			Coefficient of Variation (%) =	4.9	21.0
			95 % Limits =	4.47	19.00
				Within-Laboratory	Between-Laboratory

^aOne commercial test machine produced results consistent with those in this study: Fales Corporation, Sugar Grove, IL 60554, Jet Erosion Tester.

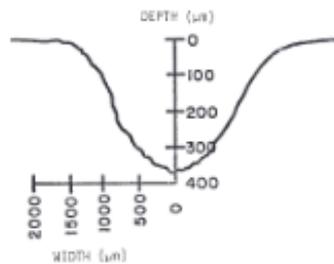


FIG. 4 Example of Erosion Crater Profile for 1020 Steel Eroded at 70 m/s Particle Velocity Using Standard Conditions Otherwise

12.1.1 Material identification: type, chemical specification, heat and processing treatment, hardness, and density. Processing conditions shall include method of casting (such as chill or sand); method of forming (such as forging or pressing and sintering); and the percent of ideal density (important for ceramics, powder metallurgy alloys).

12.1.2 Specimens: method of preparing and cleaning specimens, initial surface roughness, number tested.

12.1.3 Eroding particle identification: size distribution, shape, composition, purity, source, and manufacturing method. Provide photograph of typical collection of particles. Reference (9) can be consulted for information on methods of characterization.

12.1.4 Test conditions: particle velocity (average) and method of determination, specimen orientation relative to the impinging stream, particle flow, particle flux, eroded area (size, shape), temperature of the specimen and particles and carrier gas, test duration, method of determining steady-state erosion conditions, carrier gas composition, and method of determining the mass of abrasive used.

12.1.5 Description of the test equipment.

12.1.6 Tabulation of erosion value and standard deviation for each specimen reported as a volume loss of material per unit mass of abrasive (mm³ g⁻¹).

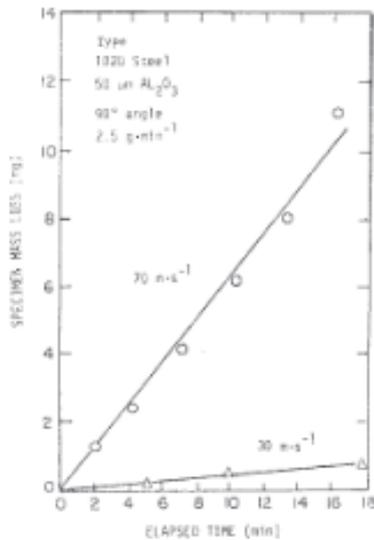


FIG. 6 Two Examples of Erosion versus Time for Type 1020 Steel at 30 m·s⁻¹ and 70 m·s⁻¹

12.2 Each test program shall include among the materials tested a reference material tested under the same conditions to

permit calculation and report of the normalized erosion rate. A suitable reference material would be Type 1020 steel (see Table 1).

12.3 The report shall state clearly whether testing was done at standard conditions, shall itemize any deviations from those conditions, and shall indicate the frequency of calibration using reference materials.

12.4 Any special occurrences or observations during testing should be noted.

13. Precision and Bias

13.1 Absolute values of erosion rates of materials are generally not available because of the wide range of possible exposure conditions. The erosion measurement conditions established by this practice are designed to facilitate obtaining precise, reproducible data applicable to the test conditions employed. Interlaboratory test results utilizing this practice on well-characterized metal are given in Table 2. Examples of 95 % confidence limits for three erosion test conditions are shown in Table 2. For Condition A, a statement of precision would be: average erosion was $2.73 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{g}$; 95 % repeatability limit was $1.31 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{g}$; 95 % reproducibility limit was $2.26 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{g}$.

13.2 No bias can be assigned to this test method since there is no absolute accepted value for erosion rate.

14. Keywords

14.1 erosion; erosion rate; gas jet; metal erosion; solid particle

REFERENCES

- (1) Young, J. P., and Ruff, A. W., *Journal of Engineering Materials and Technology, Transactions of ASME*, Vol 99, 1977, pp. 121-125.
- (2) Hansen, J. S., in *Erosion: Prevention and Useful Applications*, Adler, W. F., ed., *ASTM STP 664*, 1979, pp. 148-162.
- (3) Finnie, I., Levy, A., and McFadden, D. H., in *Erosion: Prevention and Useful Applications*, Adler, W. F., ed., *ASTM STP 664*, 1979, pp. 36-58.
- (4) Wood, F.W., *Journal of Testing and Evaluation*, 14, 1986.
- (5) Precece, C. M., ed., *Erosion: Treatise on Materials Science and Technology*, Vol 16 Academic Press, New York, NY, 1979.
- (6) Finnie, I., Wolak, J., and Kabil, Y., *Journal of Materials*, Vol 2, 1967, pp. 682-700.
- (7) Ninham, A.J., and Hutchins, I.M., *Proceedings of the 6th International Conference on Erosion by Liquid and Solid Impact* (Univ. of Cambridge, 1983) pp. 50-51.
- (8) Barkalow, R. H., Goebel, J. A., and Pettit, F. S., in *Erosion: Prevention and Useful Applications*, Adler, W. F., ed., *ASTM STP 664*, 1979, pp. 163-192.
- (9) Allen, T., *Particle Size Measurement*, Chapman and Hall, London, 1974.
- (10) Ponnaganti, V., Stock, D.E., and Sheldon, G.L., *Proceedings on Symposium Polyphase Flow and Transport Tech. (ASME) NY*, 1980 pp 195-199.

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 810-832-9585 (phone), 810-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail), or through the ASTM website (www.astm.org).

ANEXO 3: NORMA ASTM D5963 - Método de prueba estándar para la propiedad del caucho: resistencia a la abrasión (abrasión de tambor rotatorio)

Standard Test Method for Rubber Property—Abrasion Resistance (Rotary Drum Abrader)¹

This standard is issued under the fixed designation D5963; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This test method covers the measurement of abrasion resistance of rubbers (vulcanized thermoset rubbers and thermoplastic elastomers) that are subject to abrasive/frictional wear in actual service. The abrasion resistance is measured by moving a test piece across the surface of an abrasive sheet mounted to a revolving drum, and is expressed as volume loss in cubic millimetres or abrasion resistance index in percent. For volume loss, a smaller number indicates better abrasion resistance, while for the abrasion resistance index, a smaller number denotes poorer abrasion resistance.

1.2 Test results obtained by this test method shall not be assumed to represent the wear behavior of rubber products experienced in actual service.

1.3 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The values in parentheses are for information only.

1.4 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety, health, and environmental practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

1.5 *This international standard was developed in accordance with internationally recognized principles on standardization established in the Decision on Principles for the Development of International Standards, Guides and Recommendations issued by the World Trade Organization Technical Barriers to Trade (TBT) Committee.*

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D11 on Rubber and Rubber-like Materials and is the direct responsibility of Subcommittee D11.15 on Degradation Tests.

Current edition approved Nov. 1, 2019. Published December 2019. Originally approved in 1997. Last previous edition approved in 2015 as D5963 – 04 (2015). DOI: 10.1520/D5963-04R19.

This test method is an adaptation of ISO Standard 4649 (1985 revision), Rubber—Determination of Abrasion Resistance Using a Rotating Cylindrical Drum Device, and is being coordinated with a current draft revision of that standard (see Appendix X1).

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:²

- D297 Test Methods for Rubber Products—Chemical Analysis
- D1765 Classification System for Carbon Blacks Used in Rubber Products
- D2240 Test Method for Rubber Property—Durometer Hardness
- D3182 Practice for Rubber—Materials, Equipment, and Procedures for Mixing Standard Compounds and Preparing Standard Vulcanized Sheets
- D4483 Practice for Evaluating Precision for Test Method Standards in the Rubber and Carbon Black Manufacturing Industries

2.2 Other Standards:

- DIN 53516 Determination of Abrasion Resistance³
- ISO 868 Plastics and Ebonite—Determination of Indentation Hardness by Means of a Durometer (Shore Hardness)⁴
- ISO 2393 Rubber Test Mixes—Preparation, Mixing and Vulcanization—Equipment and Procedures⁴
- ISO 2781 Rubber, Vulcanized—Determination of Density⁴
- ISO 4649 Rubber—Determination of Abrasion Resistance Using a Rotating Cylindrical Drum Device⁴
- ISO 5725 Precision of Test Methods—Determination of Repeatability and Reproducibility for a Standard Test Method by Interlaboratory Tests⁴
- ISO 7619 Rubber—Determination of Indentation Hardness by Means of Pocket Hardness Meters⁴
- ISO 9298 Rubber Compounding Ingredients—Zone Oxide Test Methods⁴

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

³ Available from Beuth Verlag GmbH (DIN—DIN Deutsches Institut für Normung e.V.), Burggrafenstrasse 6, 10787, Berlin, Germany.

⁴ Available from American National Standards Institute (ANSI), 25 W. 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036.

3. Terminology

3.1 *abrasion loss, A , (mm^3), n* —the volume loss of a defined rubber test piece determined by sliding the test piece under specified conditions over the surface of an abrasive sheet of “nominal abrasiveness” (S_0) mounted to a rotating drum of specified dimensions.

Note 1—This corresponds to the test method of DIN 53516 and to Method A (Relative volume loss) of ISO 4649:1985. The same calculation could be made for the other test methods if the proper value for the “nominal abrasiveness” (S_0) for the test method were known or assumed. (150 mg has been indicated as a possible value for Method D but its accuracy has not been established to the degree of the Method A value.)

3.1.1 *Discussion*—The designation A_A is used to indicate that the test was run in accordance with Method A.

3.2 *abrasion resistance index ARI (%)*, n —the ratio of the volume loss of a Standard Rubber to that of a test rubber expressed in percent, with the volume loss determined by sliding a defined rubber test piece under specified conditions over the surface of an abrasive sheet of known abrasiveness S (180 to 220 mg) mounted to a rotating drum of specified dimensions.

3.2.1 *Discussion*—The designations ARI_A , ARI_B , ARI_C , and ARI_D are used to indicate that the test was run in accordance with Method A, B, C, or D, respectively.

3.3 *“nominal abrasiveness,” (S_0) of the abrasive sheet, (mg), n* —a specified (theoretical) mass loss of 200 mg of a defined test piece of a Standard Rubber, obtained by sliding the test piece under specified conditions over the surface of the abrasive sheet mounted to a rotating drum of specified dimensions.

3.4 *abrasiveness, S of the abrasive sheet, (mg), n* —the actual mass loss, within a specified range of 180 to 220 mg, of a defined test piece of a Standard Rubber, obtained by sliding the test piece under specified conditions over the surface of the abrasive sheet mounted to a rotating drum of specified dimensions.

3.5 *Standard Rubber*—a natural rubber compound of specified composition, mixed and vulcanized under defined conditions.

3.5.1 *Discussion*—Standard Rubber # 1 is used to determine the abrasiveness (S) of the abrasive sheet and to ensure that S is within the specified range of 180 to 220 mg. The ratio of the “nominal abrasiveness” (S_0) and the actual abrasiveness (S) is used to correct the abrasion loss of a test rubber for any deviation of the abrasiveness of the abrasive sheet from the specified “nominal abrasiveness” (200 mg).

4. Summary of Test Method

4.1 This test method provides procedures for preparing cylindrical test pieces of specified dimensions from vulcanized thermoset rubbers or thermoplastic elastomers and for evaluating their abrasion resistance by sliding a test piece across the

surface of an abrasive sheet³ attached to a rotating drum. It also describes the preparation and compliance testing of a Standard Rubber (see Annex A1).

4.2 The test is performed under specified conditions of contact pressure, sliding distance, and travel speed of the test piece, rotational speed of the drum, and degree of abrasiveness of the abrasive sheet.

4.3 The abrasiveness, S , of the abrasive sheet is defined by the mass loss in milligrams of a test piece prepared from Standard Rubber #1 when tested under the same specified conditions.

4.4 Four different methods may be used to test the abrasion resistance. Method A, uses a *non-rotating* test piece and Method B a *rotating* test piece, both utilizing Standard Rubber #1 as the reference. Methods C and D use Standard Rubber #2 as reference with a *non-rotating* and *rotating* test piece, respectively. The rotating test pieces provide, in many cases, a more uniform abrasion wear pattern.

4.5 The abrasion resistance, A_A , obtained in accordance with Method A is reported as abrasion (volume) loss in cubic millimetres, calculated from the mass loss of the test piece, density of the test rubber, and the abrasiveness of the abrasive sheet in relation to the “nominal abrasiveness” (S_0) defined by a mass loss of 200 mg. A smaller number indicates a higher resistance to abrasion.

4.6 The abrasion resistance, ARI_{A-D} , obtained in accordance with Methods A, B, C, and D is reported as the abrasion resistance index in percent, calculated from the mass losses and densities of the Standard Rubbers and test rubbers. A smaller number indicates a lower resistance to abrasion.

4.7 The mass loss obtained by the different methods can differ and the same method shall therefore be used if mass (and volume) losses are to be compared directly.

5. Significance and Use

5.1 Abrasion resistance is a performance factor of paramount importance for many rubber products, such as tires, conveyor belts, power transmission belts, hoses, footwear, and floor covering. A test capable of measuring resistance to abrasion of rubber, including uniformity of wear behavior under abrasive/frictional service conditions is therefore highly desirable.

5.2 This test method may be used to estimate the relative abrasion resistance of different rubbers. Since conditions of abrasive wear in service are complex and vary widely, no direct correlation between this accelerated test and actual performance can be assumed.

³ The sole source of supply of the abrasive sheet known to the committee at this time is CCSI, 221 Beaver St., Akron, OH 44304, <http://www.ccsi-inc.com>. If you are aware of alternative suppliers, please provide this information to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee,¹ which you may attend.

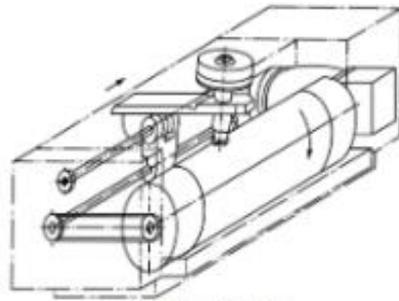


FIG. 1 Abrasion Tester

5.3 This test method is suitable for comparative testing, quality control, specification compliance testing, referee purposes, and research and development work.

6. Limitations

6.1 Test pieces containing voids or porosity, or both, will yield unreliable test results.

6.2 Test pieces that bounce (chatter) over the surface of the abrasive sheet rather than running smoothly will produce inaccurate test results.

6.3 Test pieces that tend to extensively smear the surface of the abrasive sheet will provide meaningless test results.

6.4 Test results obtained under any of the above conditions shall not be used to reach conclusions regarding the relative abrasion resistance of rubbers.

7. Apparatus and Materials

7.1 Abrasion Tester:

7.1.1 The abrasion tester consists of a machine frame holding a laterally movable test piece holder, a rotary cylindrical drum to which an abrasive sheet can be fastened, and a drive system as shown in Fig. 1. Dimensions are given in Fig. 2.

7.1.2 The diameter of the cylindrical drum shall be 150.0 ± 0.2 mm (5.906 ± 0.008 in.) and its length approximately 500 mm (20 in.), operating at a rotational frequency of 0.11 ± 0.003 rad/s (40 ± 1 rpm).

7.1.3 The abrasive sheet shall be bonded tightly to the drum using three evenly spaced double-faced pressure-sensitive adhesive tapes, extending the full length of the drum. The tapes shall be about 50 mm (2 in.) wide and not more than 0.2 mm (0.008 in.) thick. The gap where the ends of the abrasive sheets meet on the adhesive tapes shall not exceed 2 mm (0.08 in.).

7.1.4 It is mandatory that the abrasive sheet is bonded to the drum in the direction of rotation marked on the surface or back of the sheet.

7.1.5 The test piece holder shall be mounted on a pivoted swivel arm, which can be swung into vertical position to insert and remove the test piece (see Note 2).

Note 2—It is recommended to install a device preventing the test piece

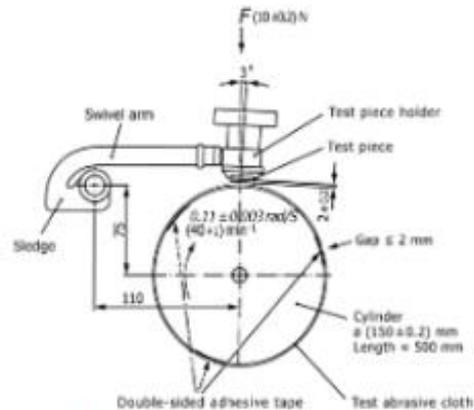


FIG. 2 Side View and Dimensions of Abrasion Tester

holder and abrasive sheet from coming into contact and damaging each other.

7.1.6 Suitable attachments may be provided to rotate the test piece around its own axis during the test run by rotation of the test piece holder (Methods B and D). The test piece shall rotate at the rate of 1 revolution for each 50 revolutions of the cylindrical drum with the abrasive sheet fastened to the drum.

7.1.7 The center axis of the test piece holder shall have an angle of 3° to the perpendicular in the direction of rotation and the center of the test piece shall be within ± 1 mm (± 0.04 in.) directly above the longitudinal axis of the drum.

7.1.8 The design of the swivel arm and holder shall be such that the test piece is pressed against the abrasive sheet with a force of 10.0 ± 0.2 N (2.25 ± 0.04 lbf). Both swivel arm and holder shall be free from vibration during operation.

7.1.9 The test piece holder shall consist of a cylindrical opening with an adjustable diameter of at least 15.5 mm (0.610 in.) to 16.3 mm (0.642 in.) and a device for adjusting the length of the test piece protruding from the opening to 2.0 ± 0.2 mm (0.08 ± 0.008 in.).

7.1.10 The swivel arm with the test piece holder is connected to a worm gear that moves the holder on a guide rod laterally across the surface of the abrasive sheet attached to the cylindrical drum. The lateral displacement shall be approximately 4.2 mm (0.165 in.) per revolution of the drum, so that the test piece passes only four times across the same area of the sheet during one test cycle.

7.1.11 Placement of the holder with the test piece on the drum at the beginning of the test and removal at the end shall be automatic. The normal length of the abrasion path shall be 40.0 ± 0.2 m (131.2 ± 0.7 ft). This is equivalent to about 84 revolutions when allowing for the thickness of 1 mm (0.04 in.) for the abrasive sheet.

7.1.12 For special cases of very high volume loss, half the length of the abrasion path, that is, 20 ± 0.1 m (65.6 ± 0.3 ft), equivalent to roughly 42 revolutions, may be used.

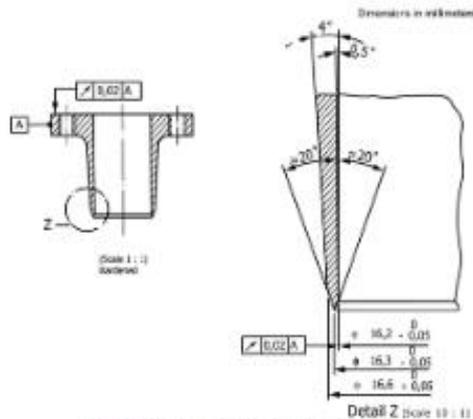


FIG. 3 Hollow Drill for Test Piece Preparation

7.1.13 The test machine may be equipped with a vacuum hose and a brush that contacts the drum and aids in the removal of debris.

7.2 Abrasive Sheet:

7.2.1 Corundum (aluminum oxide) of grit 60 bonded to a carrier sheet of at least 400 mm (15.8 in.) width, 474 ± 1 mm (18.66 ± 0.04 in.) length and an average thickness of 1 mm (0.04 in.) shall be used as the abrasive medium.

7.2.2 The sheets shall be of an abrasiveness as to cause a mass loss between 180 and 220 mg when tested over an abrasion path of 40 m (131.2 ft) using a non-rotating test piece (Method A) of Standard Rubber #1 specified in Section 8.

7.2.3 Since the abrasiveness of virgin abrasive sheets is usually higher than desired, it is necessary to blunt the sheets with one or two test runs using a steel test piece in place of the Standard Rubber to bring it into the desired range. The direction of rotation used for blunting shall be marked on the sheets.

7.2.4 After blunting, the abrasive sheets shall be thoroughly cleaned by brushing, blowing, or suction and two test runs with the Standard Rubber shall be made.

7.2.5 Test results obtained with abrasive sheets, thus calibrated, are more consistent, and it is normally possible to run several hundred single tests using the same sheet.

7.3 Rotating Test Specimen Cutting Die:

7.3.1 The rotating cutting die for specimen preparation is of a 'hollow drill' configuration, manufactured from A2 or P2 grade steel having a hardness of HRC 50, or above, of the dimensions shown in Fig. 3.

7.3.2 The rotational frequency of the circular cutting die should be approximately 2.65 rad/s (1000 rpm) and higher for rubbers (refer to 1.1) with a hardness of less than Type A50/1 (see Test Method D2240, ISO 868, or ISO 7619).

7.3.3 When obtaining test specimens using the rotating cutting die, a lubricant that does not negatively affect the integrity or character of the material shall be used to prevent deformation during the cutting process.

8. Standard Rubber

8.1 Sheets of Standard Rubber may be obtained commercially or prepared in-house, following the directions given in Annex A1.

8.2 If prepared in-house, it is mandatory to test a commercially obtained reference sheet for comparison.

8.3 Standard Rubber sheets shall be stored under cool, dry, and dark conditions, and wrapped in a suitable protective covering such as polyethylene film, which protects the sheets from ozone attack (see Note 3).

Norm 3—Sheets of Standard Rubber stored under the above conditions remain usable for at least three years.

8.4 Standard Rubber sheets of satisfactory quality shall meet the requirements of A1.3.1 in Annex A1.

8.5 Standard Rubber test pieces may be used for up to three test runs per test piece (see 11.3).

9. Preparation of Test Specimens

9.1 Test specimens are cylindrical in shape with a diameter of 16 ± 0.2 mm (0.630 ± 0.008 in.) and a minimum thickness of 6 mm (0.24 in.).

9.2 Test specimens are obtained from sheets, vulcanized or formed in an appropriate mold, of no less than 6 mm (0.24 in.) in thickness, using a rotating cutting die in accordance with 7.3.

9.3 Preparation of test specimens by the use of a 'punch type' cutting die is not permitted.

9.4 If test specimens of the required thickness are not available, the necessary thickness may be obtained by bonding specimen of at least 2 mm (0.08 in.) to a base piece having a durometer hardness of no less than Type A80/1 (see Test Method D2240, ISO 868, or ISO 7619).

9.4.1 Care shall be taken that test specimens prepared in this manner are not abraded to the bond line during the course of the testing procedure.

9.4.2 Exposing the bond during the test procedure invalidates the test determination.

9.5 When testing finished products, such as fabric-reinforced conveyor belts, test specimens shall be obtained directly, when possible, from the entire finished product, including the fabric or any integral layers. They may be obtained from test pieces, when necessary.

9.5.1 In this case, it is also important that test specimens (having been obtained from the finished product or sample) are not abraded to an adhesive layer, layer of fabric, or other integral, but heterogeneous material, and that only the rubber layer being tested for abrasion is subjected.

9.5.2 Exposing bonded or heterogeneous layers during the test procedure invalidates the test determination.

10. Procedure

10.1 The test shall be carried out at $23 \pm 5^\circ\text{C}$ ($73 \pm 9^\circ\text{F}$) and no sooner than 16 h after vulcanization or forming of the test compounds.

10.2 The density of the rubbers to be tested shall be determined using a hydrostatic method (see Test Methods D297 or ISO 2781).

10.3 Method A—Test Run:

10.3.1 Method A is run with a non-rotating test piece, using Standard Rubber #1 as reference.

10.3.2 Prior to each test, any debris left on the abrasive sheet from a previous abrasion test shall be removed by vigorous brushing, blowing, or suction. If necessary, the sheet may be cleaned by running a blank test with the Standard Rubber in case the sheet has been smeared by a test piece from the previous test.

10.3.3 First, at least three test runs shall be made with the Standard Rubber, followed by a maximum of ten runs (see Note 4) with one or more rubbers to be tested (test series). This shall be followed by at least another three runs with the Standard Rubber.

Note 4—Do not split tests of one test rubber. Run nine tests, and so forth, if that completes the tests for a test rubber.

10.3.4 When more than one rubber is to be tested, the test runs for each rubber shall be carried out consecutively. Only one test run per test rubber piece is permitted.

10.3.5 At least three test pieces and, for referee purposes, ten test pieces shall be run. The results shall be expressed as the mean value.

10.3.6 The test pieces shall be weighed to the nearest 1 mg and firmly fixed into the holder so that it protrudes 2.0 ± 0.2 mm (0.08 ± 0.008 in.) from the opening of the holder. Turn the vacuum on if it is provided. The swivel arm is moved into starting position and the automatic test run is started (see Note 5).

Note 5—A preparatory run to hollow-grind the test piece is not necessary.

10.3.7 There shall be no vibration in the test piece holder during the run. After completing an abrasion path of 40 m (131.2 ft), the test piece shall automatically disengage from the abrasive sheet.

10.3.8 The test piece is reweighed to the nearest 1 mg. Test pieces that have heated up during testing shall be conditioned to room temperature prior to weighing. Any loose material shall be removed from the test piece prior to weighing.

10.3.9 If there is a considerable loss in mass (400 mg or more per 40 m (131.2 ft) abrasion path), the test may be run by stopping the abrasion drum approximately halfway through the test, readjusting the test piece to protrude 2.0 ± 0.2 mm (0.08 ± 0.008 in.) from the opening of the holder and then complete the run. Care shall be taken that the test piece does not abrade to a thickness of less than 5 mm (0.2 in.).

10.3.10 If very high mass losses are encountered (600 mg or more per 40 m (131.2 ft) abrasion path), it may be necessary to terminate the test after an abrasion path of 20 m (65.6 ft). This shall be noted in the test report and the volume loss reported for an abrasion distance of 40 m (131.2 ft) by multiplying the value by two.

10.4 Method B—Test Run:

10.4.1 Method B is run with a rotating test piece. This applies to the test rubber as well as the Standard Rubber. Standard Rubber #1 is used as reference.

10.4.2 All other test conditions are the same as described in 10.3.

10.5 Method C—Test Run:

10.5.1 Method C is run with a non-rotating test piece. This applies to the test rubber as well as the Standard Rubber. Standard Rubber #2 is used as reference.

10.5.2 All other test conditions are the same as described in 10.3.

10.6 Method D—Test Run:

10.6.1 Method D is run with a rotating test piece. This applies to the test rubber as well as the Standard Rubber. Standard Rubber #2 is used as reference.

10.6.2 All other test conditions are the same as described in 10.3.

11. Determination of Abrasiveness of the Abrasive Sheet

11.1 The abrasiveness, S , of the sheet used for the test (expressed as mass loss in mg) shall be determined with the aid of the Standard Rubber #1 in at least three, or, for referee purposes, at least five test runs, both before and after each test series. The test procedure described in 10.3 shall be followed (Method A, non-rotating test piece).

11.2 The abrasiveness is reported as the mean value of the individual mass losses before and after each test series.

11.3 Up to three runs may be carried out with the same test piece of Standard Rubber, making certain that the test piece is placed into the holder the same way each time.

11.4 For test rubbers that have a tendency to smear, it may be necessary to determine the abrasiveness after each test run.

12. Calculation of Test Results

12.1 Calculation of Abrasion Loss—Method A:

12.1.1 Calculate the abrasion loss, A_A , the loss in mass (mean value of 3 to 10 single tests) shall be converted into volume loss using the density (volume loss equals mass loss divided by density) of the test rubber (see Note 6). The volume loss is then corrected by using the ratio $\frac{S_0}{S}$ where S_0 is the "nominal abrasiveness" of the abrasive sheet and S that of the abrasive sheet used for the test. See Eq 1.

$$A_A = \frac{\Delta m_t \cdot S_0}{d_t \cdot S} \quad (1)$$

where:

A_A = abrasion loss in mm^3 (non-rotating test piece),

Δm_t = mass loss of the test piece in mg,

d_t = density of the test rubber in mg/m^3 ,

S_0 = "normal abrasiveness" = 200 mg, and

S = abrasiveness in mg.

Note 6—The volume loss of non-porous test pieces may also be determined by forced immersion in a buoyant medium, such as water, before and after the test run, instead of weighing the loss in mass and converting this from the density. The volume for the test piece is then obtained by weighing the displaced mass of the buoyant medium.

12.2 Calculation of Abrasion Resistance Index—Method A:

TABLE 1 Type 1 Precision (Method A: Non-Rotating Test Piece)

Test Rubber Compound	Property Mean Abrasion Loss A (mm ³)	Within Laboratory			Between Laboratory		
		S_r	r	(r)	S_R	R	(R)
A (NBRB)	68	2.3	6.5	9.6	6.6	18.8	27.6
B (NBRH)	106	3.8	10.8	10.2	7.6	21.4	20.2
C (NR)	160	8.2	23.2	14.5	10.7	30.4	19.0
D (IR)	257	10.7	30.2	11.8	20.3	57.5	22.4
E (EPDM)	345	14.1	39.8	11.5	29.3	83.0	24.1

Note 1— S_r = repeatability standard deviation in measurement units; r = repeatability = $2.83 \times S_r$ (in measurement units); (r) = repeatability in percent of the mean; S_R = reproducibility standard deviation in measurement units; R = reproducibility = $2.83 \times S_R$ (in measurement units); and (R) = reproducibility in percent of the mean.

12.2.1 To calculate the abrasion resistance index, ARI_A , the loss in mass (mean value of 3 to 10 single tests) shall be converted into volume loss using the density of the test rubber (see Note 6). The ratio of the volume loss of Standard Rubber #1 to that of the test rubber is then expressed in percent, as shown in Eq 2.

$$ARI_A = \frac{\Delta m_1 d_1}{\Delta m_2 d_2} 100 \quad (2)$$

where:

ARI_A = abrasion resistance index in percent (non-rotating test piece),

Δm_1 = mass loss of the Standard Rubber #1 test piece in mg,

d_1 = density of Standard Rubber #1 in mg/m³,

Δm_2 = mass loss of the test rubber piece in mg, and

d_2 = density of the test rubber in mg/m³.

12.3 Calculation of Abrasion Resistance Index—Method B:

12.3.1 The abrasion resistance index, ARI_B , is calculated as described in 12.2.1 using Eq 3:

$$ARI_B = \frac{\Delta m_1 d_1}{\Delta m_2 d_2} 100 \quad (3)$$

where:

ARI_B = abrasion resistance index in percent (rotating test piece),

Δm_1 = mass loss of the Standard Rubber #1 test piece in mg,

d_1 = density of Standard Rubber #1 in mg/m³,

Δm_2 = mass loss of the test rubber piece in mg, and

d_2 = density of the test rubber in mg/m³.

12.4 Calculation of Abrasion Resistance Index—Method C:

12.4.1 The abrasion resistance index, ARI_C , is calculated as described in 12.2.1 using Eq 4, except that Standard Rubber #2 is used instead of Standard Rubber #1.

$$ARI_C = \frac{\Delta m_2 d_2}{\Delta m_1 d_1} 100 \quad (4)$$

where:

ARI_C = abrasion resistance index in percent (non-rotating test piece),

Δm_2 = mass loss of the Standard Rubber #2 test piece in mg, and

d_2 = density of Standard Rubber #2 in mg/m³.

12.5 Calculation of Abrasion Resistance Index—Method D:

12.5.1 The abrasion resistance index, ARI_D , is calculated as

described in 12.2.1 using Eq 5, except that Standard Rubber #2 is used instead of Standard Rubber #1.

$$ARI_D = \frac{\Delta m_2 d_2}{\Delta m_1 d_1} 100 \quad (5)$$

where:

ARI_D = abrasion resistance index in percent (rotating test piece),

Δm_2 = mass loss of the Standard Rubber #2 test piece in mg, and

d_2 = density of Standard Rubber #2 in mg/m³.

13. Test Report

13.1 Report the following information:

13.1.1 Type and identification of the product under test,

13.1.2 Date and temperature of testing,

13.1.3 Rubber compound details, if available (rubber type, vulcanization temperature, and time),

13.1.4 Density of the test rubbers,

13.1.5 Method of test piece preparation (cut or molded),

13.1.6 Test method used: Method A, B, C, or D,

13.1.7 The mean value of either the abrasion loss in mm³ or the abrasion resistance index in percent,

13.1.8 The standard deviation of the test result (optional), and

13.1.9 Any deviations from standard test methods, especially if the length of the abrasion path was reduced from the specified 40 m (131.2 ft) to 20 m (65.6 ft).

14. Precision and Bias⁶

14.1 The precision and bias section deals with test results of Methods A, C, and D obtained in an international interlaboratory program organized in accordance with ISO 5725/ISO 5725. This section has been prepared in accordance with Practice D4483, which is equivalent to ISO 5725. Refer to this practice for terminology and other statistical calculation details.

14.2 The precision results in this section give an estimate of the precision of Methods A, C, and D using the materials of the particular interlaboratory test program as described below. The precision parameters should not be used for acceptance or rejection testing of any group of materials without documentation that the parameters are applicable to the group of

⁶ Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR-D11-1079.

ANEXO 4 : NORMA ASTM D412 - Métodos de prueba estándar para caucho vulcanizado y elastómeros termoplásticos: tensión

Standard Test Methods for Vulcanized Rubber and Thermoplastic Elastomers— Tension¹

This standard is issued under the fixed designation D412; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last approval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or approval.

This standard has been approved for use by agencies of the U.S. Department of Defense.

¹ NOTE—Corrected 2.2 editorially in March 2021.

1. Scope

1.1 These test methods cover procedures used to evaluate the tensile (tension) properties of vulcanized thermoset rubbers and thermoplastic elastomers. These methods are not applicable to brittle and similar hard, low elongation materials. The methods appear as follows:

Test Method A—Dumbbell and Straight Section Specimens
Test Method B—Cut Ring Specimens

NOTE 1—These two different methods do not produce identical results.

1.2 The values stated in either SI or non-SI units shall be regarded separately as normative for this standard. The values in each system may not be exact equivalents; therefore each system must be used independently, without combining values.

1.3 This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety, health, and environmental practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.

1.4 This international standard was developed in accordance with internationally recognized principles on standardization established in the Decision on Principles for the Development of International Standards, Guides and Recommendations issued by the World Trade Organization Technical Barriers to Trade (TBT) Committee.

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:²

D1349 Practice for Rubber—Standard Conditions for Testing

¹ These test methods are under the jurisdiction of ASTM Committee D11 on Rubber and Rubber-like Materials and are the direct responsibility of Subcommittee D11.10 on Physical Testing.

Current edition approved Nov. 1, 2016. Published December 2016. Originally approved in 1935. Last previous edition approved in 2015 as D412–15a. DOI: 10.1520/D0412-16FH1.

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For Annual Book of ASTM Standards volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

D1566 Terminology Relating to Rubber

D3182 Practice for Rubber—Materials, Equipment, and Procedures for Mixing Standard Compounds and Preparing Standard Vulcanized Sheets

D3183 Practice for Rubber—Preparation of Pieces for Test Purposes from Products

D3767 Practice for Rubber—Measurement of Dimensions

D4483 Practice for Evaluating Precision for Test Method Standards in the Rubber and Carbon Black Manufacturing Industries

E4 Practices for Force Verification of Testing Machines

2.2 ASTM Adjunct:

Cut Ring Specimens, Method B (D412)³

2.3 ISO Standards:

ISO 37 Rubber, Vulcanized and Thermoplastic Determination of Tensile Stress-Strain Properties⁴

3. Terminology

3.1 Definitions:

3.1.1 *tensile set*—the extension remaining after a specimen has been stretched and allowed to retract in a specified manner, expressed as a percentage of the original length. (D1566)

3.1.2 *tensile set-after-break*—the tensile set measured by fitting the two broken dumbbell pieces together at the point of rupture.

3.1.3 *tensile strength*—the maximum tensile stress applied in stretching a specimen to rupture. (D1566)

3.1.4 *tensile stress*—a stress applied to stretch a test piece (specimen). (D1566)

3.1.5 *tensile stress at-given-elongation*—the stress required to stretch the uniform cross section of a test specimen to a given elongation. (D1566)

³ Detailed drawings are available from ASTM Headquarters, 100 Barr Harbor Drive, Conshohocken, PA 19428. Order Adjunct No. A11D0412-E-PDF.

⁴ Available from American National Standards Institute (ANSI), 25 W. 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036.

3.1.6 *thermoplastic elastomers*—a diverse family of rubber-like materials that unlike conventional vulcanized rubbers can be processed and recycled like thermoplastic materials.

3.1.7 *ultimate elongation*—the elongation at which rupture occurs in the application of continued tensile stress.

3.1.8 *yield point*—that point on the stress-strain curve, short of ultimate failure, where the rate of stress with respect to strain, goes through a zero value and may become negative. (D1566)

3.1.9 *yield strain*—the level of strain at the yield point. (D1566)

3.1.10 *yield stress*—the level of stress at the yield point. (D1566)

4. Summary of Test Method

4.1 The determination of tensile properties starts with test pieces taken from the sample material and includes the preparation of the specimens and the testing of the specimens. Specimens may be in the shape of dumbbells, rings or straight pieces of uniform cross-sectional area.

4.2 Measurements for tensile stress, tensile stress at a given elongation, tensile strength, yield point, and ultimate elongation are made on specimens that have not been prestressed. Tensile stress, yield point, and tensile strength are based on the original cross-sectional area of a uniform cross-section of the specimen.

4.3 Measurement of tensile set is made after a previously unstressed specimen has been extended and allowed to retract by a prescribed procedure. Measurement of “set after break” is also described.

5. Significance and Use

5.1 All materials and products covered by these test methods must withstand tensile forces for adequate performance in certain applications. These test methods allow for the measurement of such tensile properties. However, tensile properties alone may not directly relate to the total end use performance of the product because of the wide range of potential performance requirements in actual use.

5.2 Tensile properties depend both on the material and the conditions of test (extension rate, temperature, humidity, specimen geometry, pretest conditioning, etc.); therefore materials should be compared only when tested under the same conditions.

5.3 Temperature and rate of extension may have substantial effects on tensile properties and therefore should be controlled. These effects will vary depending on the type of material being tested.

5.4 Tensile set represents residual deformation which is partly permanent and partly recoverable after stretching and retraction. For this reason, the periods of extension and recovery (and other conditions of test) must be controlled to obtain comparable results.

6. Apparatus

6.1 *Testing Machine*—Tension tests shall be made on a power driven machine equipped to produce a uniform rate of

grip separation of 500 ± 50 mm/min (20 ± 2 in./min) for a distance of at least 750 mm (30 in.) (see Note 2). The testing machine shall have both a suitable dynamometer and an indicating or recording system for measuring the applied force within $\pm 2\%$. If the capacity range cannot be changed for a test (as in the case of pendulum dynamometers) the applied force at break shall be measured within $\pm 2\%$ of the full scale value, and the smallest tensile force measured shall be accurate to within 10%. If the dynamometer is of the compensating type for measuring tensile stress directly, means shall be provided to adjust for the cross-sectional area of the specimen. The response of the recorder shall be sufficiently rapid that the applied force is measured with the requisite accuracy during the extension of the specimen to rupture. If the testing machine is not equipped with a recorder, a device shall be provided that indicates, after rupture, the maximum force applied during extension. Testing machine systems shall be capable of measuring elongation of the test specimen in minimum increments of 10%.

Note 2—A rate of elongation of 1000 ± 100 mm/min (40 ± 4 in./min) may be used and notation of the speed made in the report. In case of dispute, the test shall be repeated and the rate of elongation shall be at 500 ± 50 mm/min (20 ± 2 in./min).

6.2 *Test Chamber for Elevated and Low Temperatures*—The test chamber shall conform with the following requirements:

6.2.1 Air shall be circulated through the chamber at a velocity of 1 to 2 m/s (3.3 to 6.6 ft/s) at the location of the grips or spindles and specimens maintained within 2°C (3.6°F) of the specified temperature.

6.2.2 A calibrated sensing device shall be located near the grips or spindles for measuring the actual temperature.

6.2.3 The chamber shall be vented to an exhaust system or to the outside atmosphere to remove fumes liberated at high temperatures.

6.2.4 Provisions shall be made for suspending specimens vertically near the grips or spindles for conditioning prior to test. The specimens shall not touch each other or the sides of the chamber except for momentary contact when agitated by the circulating air.

6.2.5 Fast acting grips suitable for manipulation at high or low temperatures may be provided to permit placing dumbbells or straight specimens in the grips in the shortest time possible to minimize any change in temperature of the chamber.

6.2.6 The dynamometer shall be suitable for use at the temperature of test or it shall be thermally insulated from the chamber.

6.2.7 Provision shall be made for measuring the elongation of specimens in the chamber. If a scale is used to measure the extension between the bench-marks, the scale shall be located parallel and close to the grip path during specimen extension and shall be controlled from outside the chamber.

6.3 *Micrometer*—A digital or analogue dial micrometer conforming to the requirements of Practice D3767 (Procedure A). Ring specimens are addressed in 14.10.

6.4 *Apparatus for Tensile Set Test*—The testing machine described in 6.1 or an apparatus similar to that shown in Fig. 1 may be used. A stop watch or other suitable timing device

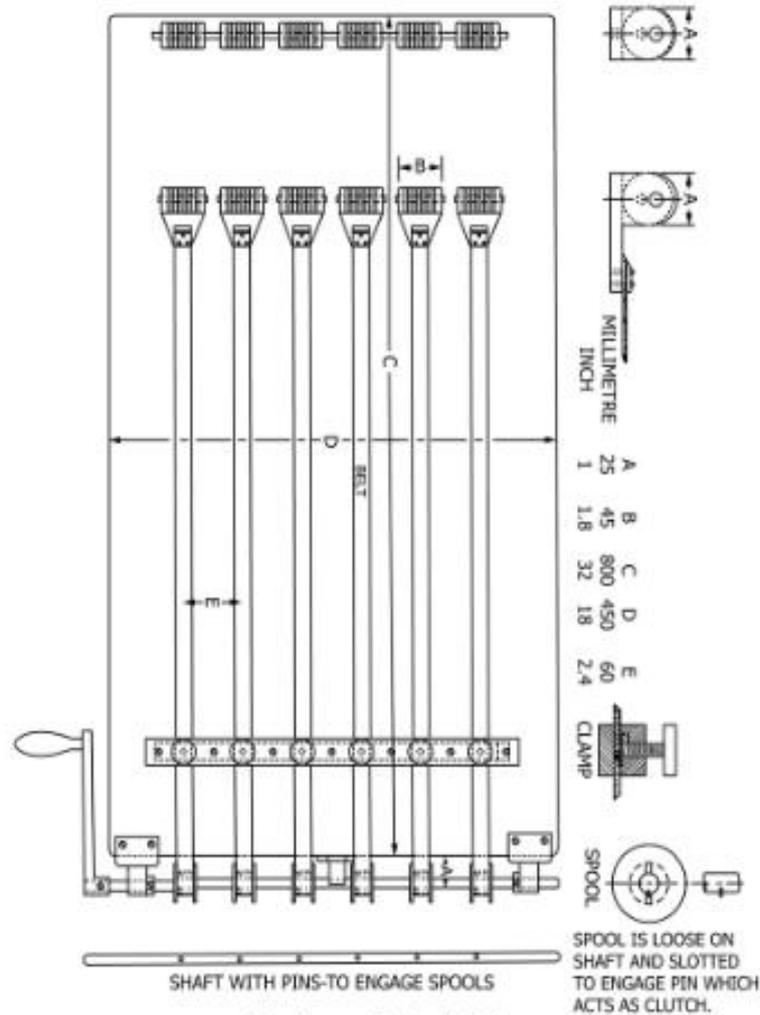


FIG. 1 Apparatus for Tensile Set Test

measuring in minute intervals for at least 30 min, shall be provided. A scale or other device shall be provided for measuring tensile set to within 1 %.

7. Selection of Test Specimens

7.1 Consider the following information in making selections:

7.1.1 Since anisotropy or grain directionality due to flow introduced during processing and preparation may have an influence on tensile properties, dumbbell or straight specimens should be cut so the lengthwise direction of the specimen is parallel to the grain direction when this direction is known. Ring specimens normally give an average of with and across the grain properties.

7.1.2 Unless otherwise noted, thermoplastic rubber or thermoplastic elastomer specimens, or both, are to be cut from injection molded sheets or plaques with a thickness of 3.0 ± 0.3 mm. Specimens of other thickness will not necessarily give comparable results. Specimens are to be tested in directions both parallel and perpendicular to the direction of flow in the mold. Sheet or plaque dimensions must be sufficient to do this.

7.1.3 Ring specimens enable elongations to be measured by grip separation, but the elongation across the radial width of the ring specimens is not uniform. To minimize this effect the width of the ring specimens must be small compared to the diameter.

7.1.4 Straight specimens tend to break in the grips if normal extension-to-break testing is conducted and should be used

only when it is not feasible to prepare another type of specimen. For obtaining non-rupture stress-strain or material modulus properties, straight specimens are quite useful.

7.1.5 The size of specimen type used will be determined by the material, test equipment and the sample or piece available for test. A longer specimen may be used for rubbers having low ultimate elongation to improve precision of elongation measurement.

8. Calibration of the Testing Machine

8.1 Calibrate the testing machine in accordance with Procedure A of Practices I34. If the dynamometer is of the strain-gauge type, calibrate the tester at one or more forces in addition to the requirements in Sections 7 and 18 of Practices I34. Testers having pendulum dynamometers may be calibrated as follows:

8.1.1 Place one end of a dumbbell specimen in the upper grip of the testing machine.

8.1.2 Remove the lower grip from the machine and attach it, by means of the gripping mechanism to the dumbbell specimen in the upper grip.

8.1.3 Attach a hook to the lower end of the lower specimen grip mechanism.

8.1.4 Suspend a known mass from the hook of the lower specimen grip mechanism in such a way as to permit the mass assembly to temporarily rest on the lower testing machine grip framework or holder (see Note 3).

8.1.5 Start the grip separation motor or mechanism, as in normal testing, and allow it to run until the mass is freely suspended by the specimen in the upper grip.

8.1.6 If the dial or scale does not indicate the force applied (or its equivalent in stress for a compensating type tester) within specified tolerance, thoroughly inspect the testing machine for malfunction (for example, excess friction in bearings and other moving parts). Insure that the mass of the lower grip mechanism and the hook are included as part of the known mass.

8.1.7 After machine friction or other malfunction has been removed, recalibrate the testing machine at a minimum of three points using known masses to produce forces of approximately 10, 20 and 50 % of capacity. If pawls or ratchets are used during routine testing, use them for calibration. Check for friction in the head by calibrating with the pawls up.

Note 3—It is advisable to provide a means for preventing the known mass from falling to the floor in case the dumbbell should break.

8.2 A rapid approximate calibration of the testing machine may be obtained by using a spring calibration device.

9. Test Temperature

9.1 Unless otherwise specified, the standard temperature for testing shall be $23 \pm 2^\circ\text{C}$ ($73.4 \pm 3.6^\circ\text{F}$). Specimens shall be conditioned for at least 3 h when the test temperature is 23°C (73.4°F). If the material is affected by moisture, maintain the relative humidity at $50 \pm 5\%$ and condition the specimens for at least 24 h prior to testing. When testing at any other temperature is required use one of the temperatures listed in Practice D1349.

9.2 For testing at temperatures above 23°C (73.4°F) preheat specimens for 10 ± 2 min for Method A and for 6 ± 2 min for Method B. Place each specimen in the test chamber at intervals ahead of testing so that all specimens of a series will be in the chamber the same length of time. The preheat time at elevated temperatures must be limited to avoid additional vulcanization or thermal aging.

9.3 For testing at temperatures below 23°C (73.4°F) condition the specimens at least 10 min prior to testing.

TEST METHOD A—DUMBBELL AND STRAIGHT SPECIMENS

10. Apparatus

10.1 *Die*—The shape and dimensions of the die for preparing dumbbell specimens shall conform with those shown in Fig. 2. The inside faces in the reduced section shall be perpendicular to the plane formed by the cutting edges and polished for a distance of at least 5 mm (0.2 in.) from the cutting edge. The die shall at all times be sharp and free of nicks (see 9.2).

Note 4—The condition of the die may be determined by investigating the rupture point on any series of broken (ruptured) specimens. Remove such specimens from the grips of the testing machine, stack the joined-together specimens on top of each other, and note if there is any tendency for tensile breaks to occur at the same position on each of the specimens. Rupture consistently at the same place indicates that the die may be dull, nicked, or bent at that location.

10.2 *Bench Marker*—The two marks placed on the specimen and used to measure elongation or strain are called “bench marks” (see Note 5). The bench marker shall consist of a base plate containing two raised parallel projections. The surfaces of the raised projections (parallel to the plane of the base plate) are ground smooth in the same plane. The raised projection marking surfaces shall be between 0.05 and 0.08 mm (0.002 and 0.003 in.) wide and at least 15 mm (0.6 in.) long. The angles between the parallel marking surfaces and the sides of the projections shall be at least 75° . The distance between the centers of the two parallel projections or marking surfaces shall be within 1 % of the required or target bench mark distance. A handle attached to the back or top of the bench marker base plate is normally a part of the bench marker.

Note 5—If a contact extensometer is used to measure elongation, bench marks are not necessary.

10.3 *Ink Applicator*—A flat unyielding surface (hardwood, metal, or plastic) shall be used to apply either ink or powder to the bench marker. The ink or powder shall adhere to the specimen, have no deteriorating effect on the specimen and be of contrasting color to that of the specimen.

10.4 *Grips*—The testing machine shall have two grips, one of which shall be connected to the dynamometer.

10.4.1 Grips for testing dumbbell specimens shall tighten automatically and exert a uniform pressure across the gripping surfaces, increasing as the tension increases in order to prevent slippage and to favor failure of the specimen in the straight reduced section. Constant pressure pneumatic type grips also are satisfactory. At the end of each grip a positioning device is

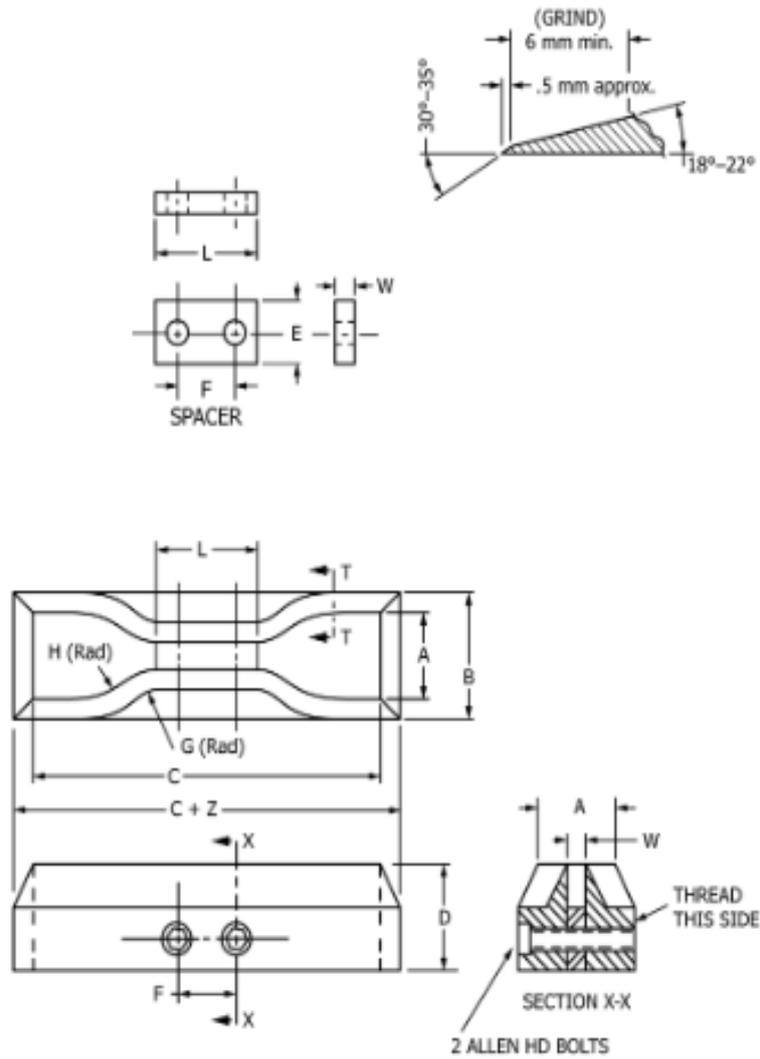


FIG. 2 Standard Dies for Cutting Dumbbell Specimens

Dimension	Units	Tolerance	Dimensions of Standard Dumbbell Dies ^A (Metric Units)					
			Die A	Die B	Die C	Die D	Die E	Die F
A	mm	±1	25	25	25	16	16	16
B	mm	max	40	40	40	30	30	30
C	mm	min	140	140	115	100	125	125
D	mm	±0.01 ^B	32	32	32	32	32	32
D,E	mm	±1	13	13	13	13	13	13
F	mm	±2	38	38	19	19	38	38
G	mm	±1	14	14	14	14	14	14
H	mm	±2	25	25	25	16	16	16
L	mm	±2	59	59	33	33	59	59
W	mm	+0.05, -0.00	12	6	6	3	3	6
Z	mm	±1	13	13	13	13	13	13

^A Dies whose dimensions are expressed in metric units are not exactly the same as dies whose dimensions are expressed in U.S. customary units. Dies dimensioned in metric units are intended for use with apparatus calibrated in metric units.
^B For dies used in clicking machines it is preferable that this tolerance be ±0.5 mm.

FIG. 2 (continued)

Dimensions of Standard Dumbbell Dies ^A (U.S. Customary Units)								
Dimension	Units	Tolerance	Die A	Die B	Die C	Die D	Die E	Die F
A	in.	+0.04	1	1	1	0.82 ^B	0.82 ^B	0.82 ^B
B	in.	max	1.6	1.6	1.6	1.2	1.2	1.2
C	in.	min	5.5	5.5	4.5	4	5	5
D	in.	+0.25 ^B	1.25	1.25	1.25	1.25	1.25	1.25
D-E	in.	+0.04	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
F	in.	+0.08	1.5	1.5	0.75	0.75	1.5	1.5
G	in.	+0.04	0.56	0.56	0.56	0.56	0.56	0.56
H	in.	+0.08	1	1	1	0.63	0.63	0.63
L	in.	+0.08	2.32	2.32	1.31	1.31	2.32	2.32
W	in.	+0.002, -0.000	0.500	0.250	0.250	0.125	0.125	0.250
Z	in.	+0.04	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5

^A Dies whose dimensions are expressed in metric units are not exactly the same as dies whose dimensions are expressed in U.S. customary units.

^B For dies used in clicking machines it is preferable that this tolerance be +0.02 in.

FIG. 2 (continued)

recommended for inserting specimens to the same depth in the grip and for alignment with the direction of pull.

10.4.2 Grips for testing straight specimens shall be constant pressure pneumatic, wedged, or toggle type designed to transmit the applied gripping force over the entire width of the gripped specimen.

11. Specimens

11.1 *Dumbbell Specimens*—Prepare five specimens for testing.

11.1.1 The test specimens may be injection molded or cut from a flat sheet not less than 1.3 mm (0.05 in.) nor more than 3.3 mm (0.13 in.) thick and of a size which will permit cutting a specimen by one of the standard methods (refer to Fig. 2 for the standard methods). Refer to 7.1 regarding thermoplastic rubber or thermoplastic elastomer specimens.

11.1.1.1 Sheets may be prepared directly by processing or from finished articles by cutting and buffing. If obtained from a manufactured article, the specimen shall be free of surface roughness, fabric layers, etc. in accordance with the procedure described in Practice D3183.

11.1.2 The preferred method of preparing specimens is by compression molding. The mold shall have cavities in depth and of a configuration described in subsection 8.2.2 of Practice D3182.

11.1.2.1 The specimens may be die-cut from the molded piece using Die C (refer to Fig. 2) unless otherwise specified. Cut the specimens from the sheet with a single impact stroke (hand or machine) to ensure smooth cut surfaces.

11.1.3 All specimens shall be cut so that the lengthwise portion of the specimens is parallel to the grain unless otherwise specified. Refer to 7.1.1 regarding anisotropy or grain directionality.

11.1.4 An alternative method of preparing dumbbell specimens is to mold them directly in the form of the dies described in Fig. 2 to the depth and of a configuration described in subsection 8.2.2 of Practice D3182.

11.1.5 *Marking Dumbbell Specimens*—Dumbbell specimens shall be marked with the bench marker described in 10.2, with no tension on the specimens at the time of marking. Marks shall be placed on the reduced section, equidistant from its center and perpendicular to the longitudinal axis. The between bench mark distance shall be as follows: for Die C or Die D of

Fig. 2, 25.00 ± 0.25 mm (1.00 ± 0.01 in.); for any other Die of Fig. 2, 50.00 ± 0.5 mm (2.00 ± 0.02 in.).

11.1.6 *Measuring Thickness of Dumbbell Specimens*—Three measurements shall be made for the thickness, one at the center and one at each end of the reduced section. The median of the three measurements shall be used as the thickness in calculating the cross sectional area. Specimens with a difference between the maximum and the minimum thickness exceeding 0.08 mm (0.003 in.), shall be discarded. The width of the specimen shall be taken as the distance between the cutting edges of the die in the restricted section.

11.2 *Straight Specimens*—Straight specimens may be prepared if it is not practical to cut either a dumbbell or a ring specimen as in the case of a narrow strip, small tubing or narrow electrical insulation material. These specimens shall be of sufficient length to permit their insertion in the grips used for the test. Bench marks shall be placed on the specimens as described for dumbbell specimens in 11.1.5. To determine the cross sectional area of straight specimens in the form of tubes, the mass, length, and density of the specimen may be required. The cross sectional area shall be calculated from these measurements as follows:

$$A = M/DL \quad (1)$$

where:

A = cross-sectional area, cm²,

M = mass, g,

D = density, g/cm³, and

L = length, cm.

Note 6— A in square inches = A (cm²) × 0.155.

12. Procedure

12.1 *Determination of Tensile Stress, Tensile Strength and Yield Point*—Place the dumbbell or straight specimen in the grips of the testing machine, using care to adjust the specimen symmetrically to distribute tension uniformly over the cross section. This avoids complications that prevent the maximum strength of the material from being evaluated. Unless otherwise specified, the rate of grip separation shall be 500 ± 50 mm/min (20 ± 2 in./min) (see Note 7). Start the machine and note the distance between the bench marks, taking care to avoid parallax. Record the force at the elongation(s) specified for the test and at the time of rupture. The elongation measurement is

ANEXO 5 : NORMA ASTM D2240 - Método de prueba estándar para las propiedades del caucho - Dureza del durómetro

Standard Test Method for Rubber Property—Durometer Hardness¹

This standard is issued under the fixed designation D2240; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This standard has been approved for use by agencies of the U.S. Department of Defense.

^{c1} NOTE—Editorially corrected 8.3 in November 2017.

1. Scope

1.1 This test method covers twelve types of rubber hardness measurement devices known as durometers: Types A, B, C, D, DO, E, M, O, OO, OOO, OOO-S, and R. The procedure for determining indentation hardness of substances classified as thermoplastic elastomers, vulcanized (thermoset) rubber, elastomeric materials, cellular materials, gel-like materials, and some plastics is also described.

1.2 This test method is not equivalent to other indentation hardness methods and instrument types, specifically those described in Test Method D1415.

1.3 This test method is not applicable to the testing of coated fabrics.

1.4 All materials, instruments, or equipment used for the determination of mass, force, or dimension shall have traceability to the National Institute for Standards and Technology, or other internationally recognized organizations parallel in nature.

1.5 The values stated in SI units are to be regarded as standard. The values given in parentheses are for information only. Many of the stated dimensions in SI are direct conversions from the U. S. Customary System to accommodate the instrumentation, practices, and procedures that existed prior to the Metric Conversion Act of 1975.

1.6 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety, health, and environmental practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

1.7 *This international standard was developed in accordance with internationally recognized principles on standardization established in the Decision on Principles for the Development of International Standards, Guides and Recom-*

mendations issued by the World Trade Organization Technical Barriers to Trade (TBT) Committee.

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:²

D374 Test Methods for Thickness of Solid Electrical Insulation (Metric) D0374_D0374M

D618 Practice for Conditioning Plastics for Testing

D785 Test Method for Rockwell Hardness of Plastics and Electrical Insulating Materials

D1349 Practice for Rubber—Standard Conditions for Testing

D1415 Test Method for Rubber Property—International Hardness

D4483 Practice for Evaluating Precision for Test Method Standards in the Rubber and Carbon Black Manufacturing Industries

F1957 Test Method for Composite Foam Hardness—Durometer Hardness

2.2 ISO Standard:³

ISO/IEC 17025: 1999 General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories

3. Summary of Test Method

3.1 This test method permits hardness measurements based on either initial indentation or indentation after a specified period of time, or both. Durometers with maximum reading indicators used to determine maximum hardness values of a material may yield lower hardness when the maximum indicator is used.

3.2 The procedures for Type M, or micro hardness durometers, accommodate specimens that are, by their dimensions or configuration, ordinarily unable to have their durometer hardness determined by the other durometer types described. Type M durometers are intended for the testing of

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D11 on Rubber and Rubber-like Materials and is the direct responsibility of Subcommittee D11.10 on Physical Testing.

Current edition approved Aug. 1, 2015. Published January 2016. Originally approved in 1964. Last previous edition approved in 2010 as D2240–05 (2010). DOI: 10.1520/D2240-15E01.

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

³ Available from International Organization for Standardization (ISO), 1 rue de Varembe, Case postale 56, CH-1211, Geneva 20, Switzerland.

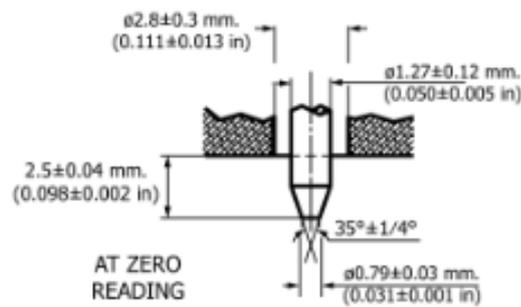


FIG. 1 (a) Type A and C Indentor

specimens having a thickness or cross-sectional diameter of 1.25 mm (0.050 in.) or greater, although specimens of lesser dimensions may be successfully accommodated under the conditions specified in Section 6, and have a Type M durometer hardness range between 20 and 90. Those specimens which have a durometer hardness range other than specified shall use another suitable procedure for determining durometer hardness.

4. Significance and Use

4.1 This test method is based on the penetration of a specific type of indenter when forced into the material under specified conditions. The indentation hardness is inversely related to the penetration and is dependent on the elastic modulus and viscoelastic behavior of the material. *The geometry of the indenter and the applied force influence the measurements such that no simple relationship exists between the measurements obtained with one type of durometer and those obtained with another type of durometer or other instruments used for measuring hardness.* This test method is an empirical test intended primarily for control purposes. No simple relationship exists between indentation hardness determined by this test method and any fundamental property of the material tested. For specification purposes, it is recommended that Test Method D785 be used for materials other than those described in 1.1.

5. Apparatus

5.1 *Hardness Measuring Apparatus, or Durometer, and an Operating Stand, Type 1, Type 2, or Type 3* (see 5.1.2) consisting of the following components:

5.1.1 Durometer:

5.1.1.1 *Presser Foot*, the configuration and the total area of a durometer presser foot may produce varying results when there are significant differences between them. It is recommended that when comparing durometer hardness determinations of the same type (see 4.1), that the comparisons be between durometers of similar presser foot configurations and total area, and that the presser foot configuration and size be noted in the Hardness Measurement Report (see 10.2.4 and 5.1.1.3).

5.1.1.2 *Presser Foot, Types A, B, C, D, DO, E, O, OO, OOO, and OOO-S*, with an orifice (to allow for the protrusion of the indenter) having a diameter as specified in Fig. 1 (a, b,

c, d, e, f, and g), with the center a minimum of 6.0 mm (0.24 in.) from any edge of the foot. When the presser foot is not of a flat circular design, the area shall not be less than 500 mm² (19.7 in.²).

Notes: 1—The Type OOO and the Type OOO-S, designated herein, differ in their indenter configuration, spring force, and the results obtained. See Table 1 and Fig. 1 (e and g).

5.1.1.3 *Presser Foot*—flat circular designs designated as Type *xR*, where *x* is the standard durometer designation and *R* indicates the flat circular press foot described herein, for example, Type *aR*, *dR*, and the like. The presser foot, having a centrally located orifice (to allow for the protrusion of the indenter) of a diameter as specified in Fig. 1 (a through g). The flat circular presser foot shall be 18 ± 0.5 mm (0.71 ± 0.02 in.) in diameter. These durometer types shall be used in an operating stand (see 5.1.2).

(a) Durometers having a presser foot configuration other than that indicated in 5.1.1.3 shall not use the Type *xR* designation, and it is recommended that their presser foot configuration and size be stated in the Hardness Measurement Report (see 10.2.4).

5.1.1.4 *Presser Foot, Type M*, with a centrally located orifice (to allow for the protrusion of the indenter), having a diameter as specified in Fig. 1 (d), with the center a minimum of 1.60 mm (0.063 in.) from any edge of the flat circular presser foot. The Type M durometer shall be used in a Type 3 operating stand (see 5.1.2.4).

5.1.1.5 *Indenter*, formed from steel rod and hardened to 500 HV10 and shaped in accordance with Fig. 1 (a, b, c, d, e, or g), polished over the contact area so that no flaws are visible under 20x magnification, with an indenter extension of 2.50 ± 0.04 mm (0.098 ± 0.002 in.).

5.1.1.6 *Indenter, Type OOO-S*, formed from steel rod and hardened to 500 HV10, shaped in accordance with Fig. 1 (f), polished over the contact area so that no flaws are visible under 20x magnification, with an indenter extension of 5.00 ± 0.04 mm (0.198 ± 0.002 in.).

5.1.1.7 *Indenter, Type M*, formed from steel rod and hardened to 500 HV10 and shaped in accordance with Fig. 1 (d), polished over the contact area so that no flaws are visible under 50x magnification, with an indenter extension of 1.25 ± 0.02 mm (0.049 ± 0.001 in.).

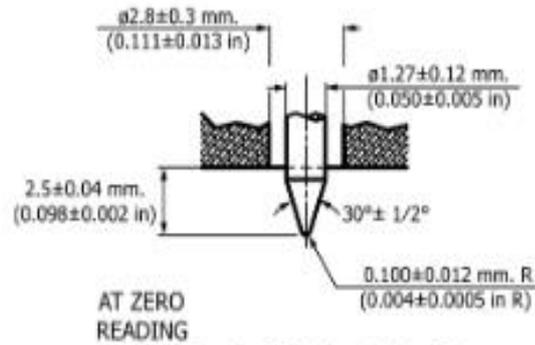


FIG. 1 (b) Type B and D Indentor (continued)

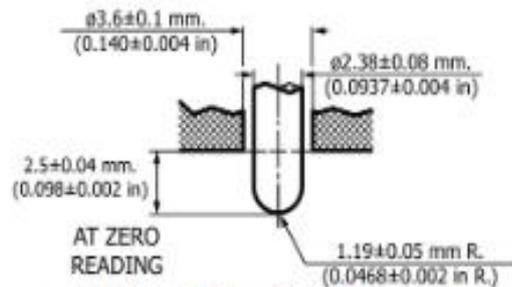


FIG. 1 (c) Type O, DO, and OO Indentor (continued)

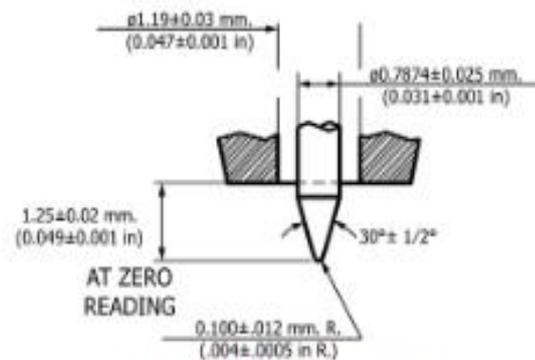


FIG. 1 (d) Type M Indentor (continued)

5.1.1.8 *Indentor Extension Indicator*, analog or digital electronic, having a display that is an inverse function of the indentor extension so that:

(1) The display shall indicate from 0 to 100 with no less than 100 equal divisions throughout the range at a rate of one hardness point for each 0.025 mm (0.001 in.) of indentor movement.

(2) The display for Type OOO-S durometers shall indicate from 0 to 100 with no less than 100 equal divisions throughout the range at a rate of one hardness point for each 0.050 mm (0.002 in.) of indentor movement.

(3) The display for Type M durometers shall indicate from 0 to 100 with no less than 100 equal divisions at a rate of one hardness point for each 0.0125 mm (0.0005 in.) of indentor movement, and

(4) In the case of analog dial indicators having a display of 360°, the points indicating 0 and 100 may be at the same point on the dial and indicate 0, 100, or both.

5.1.1.9 *Timing Device (optional)*, capable of being set to a desired elapsed time, signaling the operator or holding the hardness reading when the desired elapsed time has been reached. The timer shall be automatically activated when the

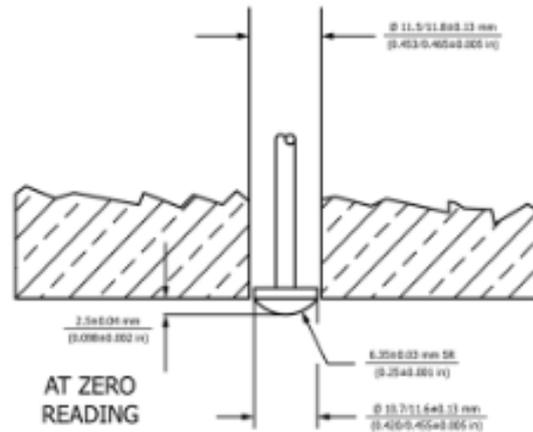


FIG. 1 (e) Type OOO Indenter (continued)

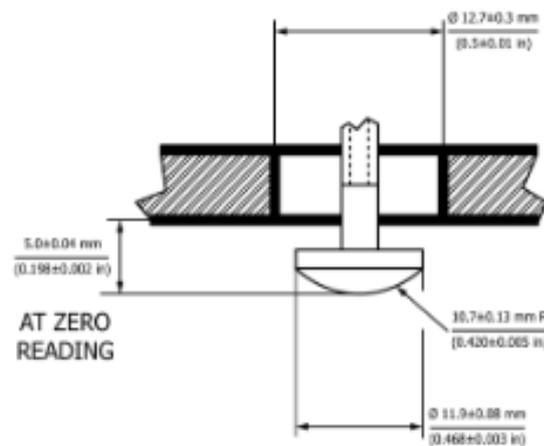


FIG. 1 (f) Type OOO-S Indenter (continued)

presser foot is in contact with the specimen being tested, for example, the initial indenter travel has ceased. Digital electronic durometers may be equipped with electronic timing devices that shall not affect the indicated reading or determinations attained by more than one-half of the calibration tolerance stated in Table 1.

5.1.1.10 *Maximum Indicators (optional)*, maximum indicating pointers are auxiliary analog indicating hands designed to remain at the maximum hardness value attained until reset by the operator. Electronic maximum indicators are digital displays electronically indicating and maintaining the maximum value hardness valued achieved until reset by the operator.

5.1.1.11 Analog maximum indicating pointers have been shown to have a nominal effect on the values attained, however, this effect is greater on durometers of lesser total mainspring loads; for example, the effect of a maximum indicating pointer on Type D durometer determinations will be less than those determinations achieved using a Type A durometer. Analog style durometers may be equipped with

maximum indicating pointers. The effect of a maximum indicating pointer shall be noted at the time of calibration in the calibration report (see 10.1.5), and when reporting hardness determinations (see 10.2.4). Analog Type M, OO, OOO, and Type OOO-S durometers shall not be equipped with maximum indicating pointers.

5.1.1.12 Digital electronic durometers may be equipped with electronic maximum indicators that shall not affect the indicated reading or determinations attained by more than one half of the spring calibration tolerance stated in Table 1.

5.1.1.13 *Calibrated Spring*, for applying force to the indenter, in accordance with Fig. 1 (a through g) and capable of applying the forces as specified in Table 1.

5.1.2 *Operating Stand (Fig. 2)*:

5.1.2.1 Type 1, Type 2, and Type 3 shall be capable of supporting the durometer presser foot surface parallel to the specimen support table (Fig. 3) throughout the travel of each. The durometer presser foot to specimen support table parallelism shall be verified each time the test specimen support table

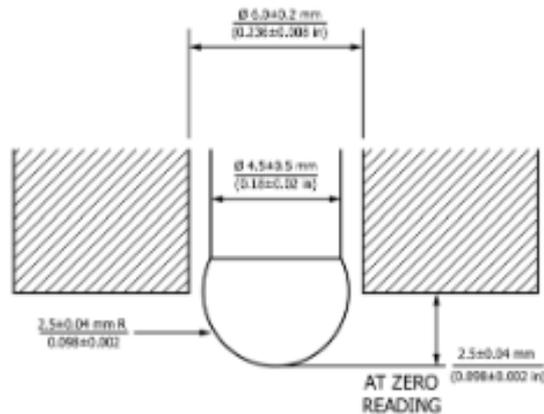


FIG. 1 (g) Type E Indenter (continued)

TABLE 1 Durometer Spring Force Calibration^a
All Values are in N

Indicated Value	Type A, B, E, O	Type C, D, DO	Type M	Type OO, OOO	Type OOO-S
0	0.55	0	0.324	0.203	0.167
10	1.3	4.445	0.368	0.294	0.343
20	2.05	8.89	0.412	0.385	0.520
30	2.8	13.335	0.456	0.476	0.696
40	3.55	17.78	0.5	0.566	0.873
50	4.3	22.225	0.544	0.657	1.049
60	5.05	26.67	0.589	0.748	1.226
70	5.8	31.115	0.633	0.839	1.402
80	6.55	35.56	0.677	0.93	1.579
90	7.3	40.005	0.721	1.02	1.755
100	8.05	44.45	0.765	1.111	1.932
N/durometer unit	0.075	0.4445	0.0044	0.00908	0.01765
Spring Calibration Tolerance	± 0.075 N	± 0.4445 N	± 0.0176 N	± 0.0182 N	± 0.0353 N

^a Refer to 5.1.1.3 for the Type x/F designation.

is adjusted to accommodate specimens of varying dimensions. This may be accomplished by applying the durometer presser foot to the point of contact with the specimen support table and making adjustments by way of the durometer mounting assembly or as specified by the manufacturer.

5.1.2.2 *Operating Stand, Type 1* (specimen to indenter type), shall be capable of applying the specimen to the indenter in a manner that minimizes shock.

5.1.2.3 *Operating Stand, Type 2* (indenter to specimen type), shall be capable of applying the indenter to the specimen in a manner that minimizes shock.

5.1.2.4 *Operating Stand, Type 3* (indenter to specimen type), hydraulic dampening, pneumatic dampening, or electro-mechanical (required for the operation of Type M durometers) shall be capable of controlling the rate of descent of the indenter to the specimen at a maximum of 3.2 mm/s (0.125 in./s) and applying a force sufficient to overcome the calibrated spring force as shown in Table 1. Manual application, Type 1 or Type 2 operating stands are not acceptable for Type M durometer operation.

5.1.2.5 The entire instrument should be plumb and level, and resting on a surface that will minimize vibration. Operating

the instrument under adverse conditions will negatively affect the determinations attained.

5.1.2.6 *Specimen Support Table*, (Fig. 3) integral to the operating stand, and having a solid flat surface. The specimen support platform may have orifices designed to accept various inserts or support fixtures (Fig. 3) to provide for the support of irregularly configured specimens. When inserts are used to support test specimens, care must be taken to align the indenter to the center of the insert, or the point at which the indenter is to contact the specimen. Care should be exercised to assure that the indenter does not abruptly contact the specimen support table as damage to the indenter may result.

6. Test Specimen

6.1 The test specimen, herein referred to as "specimen" or "test specimen" interchangeably, shall be at least 6.0 mm (0.24 in.) in thickness unless it is known that results equivalent to the 6.0-mm (0.24-in.) values are obtained with a thinner specimen.

6.1.1 A specimen may be composed of plied pieces to obtain the necessary thickness, but determinations made on such specimens may not agree with those made on solid specimens, as the surfaces of the plied specimens may not be in complete

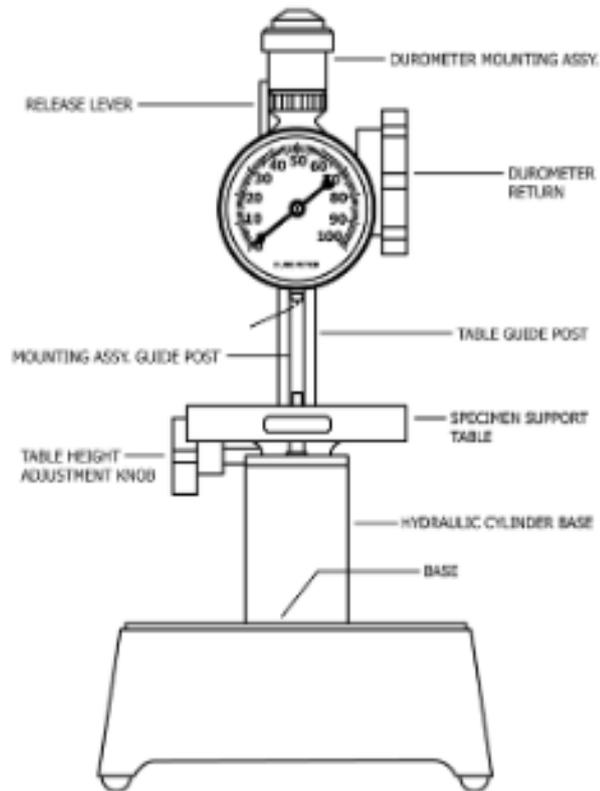
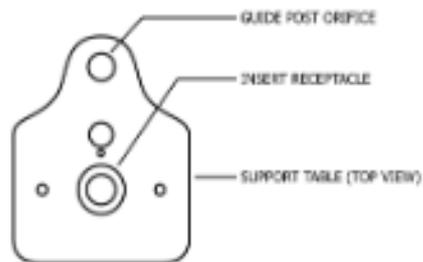


FIG. 2 Durometer Operating Stand



TYPICAL TABLE INSERTS USED FOR POSITIONING TUBING, O-RINGS AND SMALL SPECIMENS

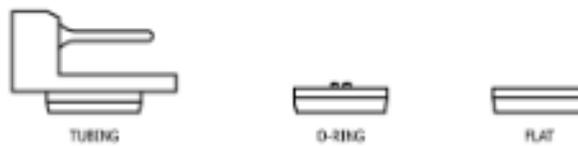


FIG. 3 Small Specimen Support Table

ANEXO 6: NORMA ASTM D624 – Método de prueba estándar para resistencia al desgarro de caucho vulcanizado convencional y elastómeros termoplásticos.

3.2.6 *complete trace*—the section of a graphical plot of force versus jaw separation distance between the point at which the first peak occurs and the point at which the test is terminated.

3.2.7 *peak*—a point at which the slope of a trace changes from positive to negative.

3.2.8 *range*—the difference between the greatest and the smallest observed test values.

3.2.9 *valley*—a point at which the slope of a trace changes from negative to positive.

4. Summary of Test Method

4.1 A tearing strain (and stress) is applied to a test specimen by means of a tensile testing machine operated without interruption at a constant rate of crosshead traverse until the specimen is completely torn.

4.2 This test method measures the force per unit thickness required to rupture, initiate, or propagate a tear through a sheet of rubber in the form of one of several test piece geometries:

4.2.1 Type A, a razor-nicked test piece with a crescent shape, as shown in Fig. 1, Die A. The force in this test piece

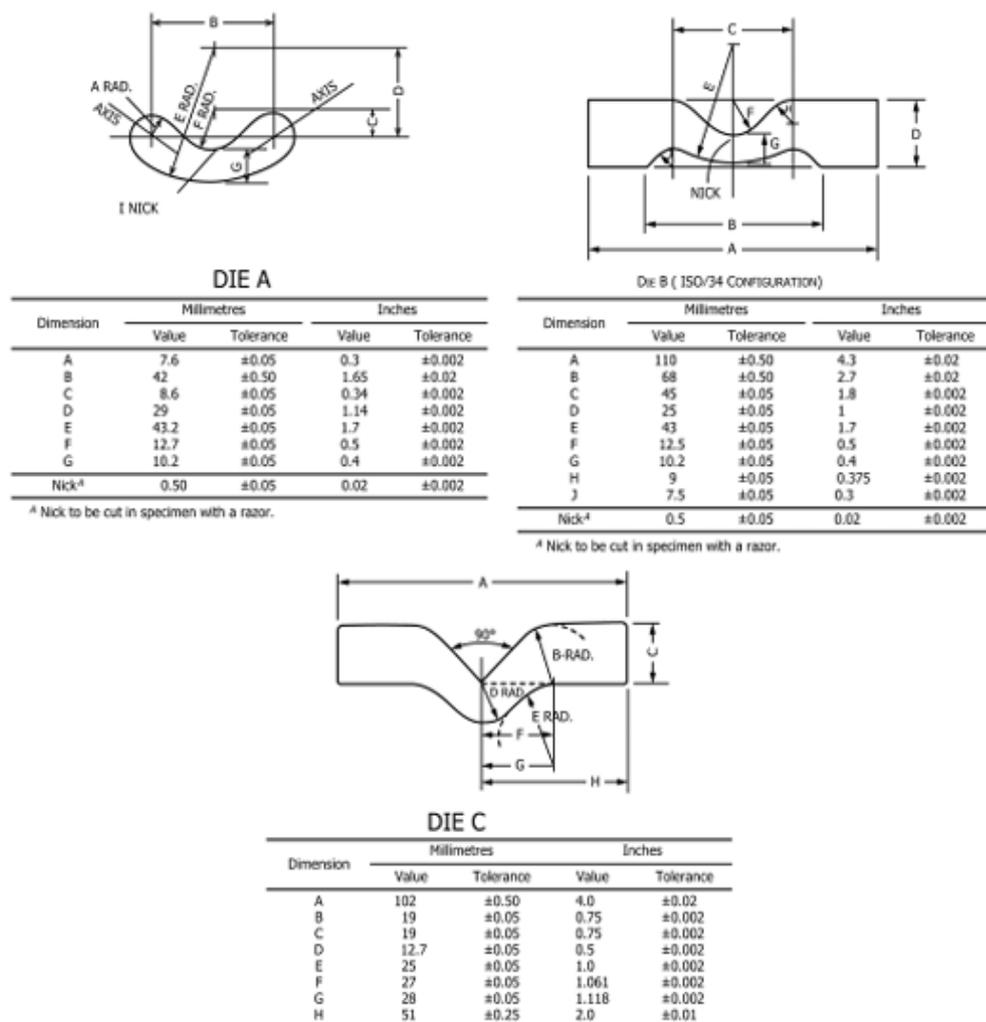


FIG. 1 Type A, B and C Tear Test Specimen Cutting Dies

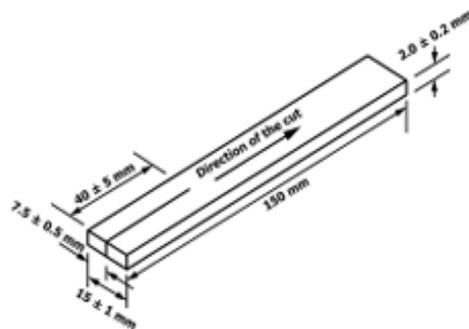
acts in a direction substantially along the major axis (length) and perpendicular to the "nick", or razor cut. Type A is used to measure tear propagation and is normally cut from smaller test specimens that can not accommodate other test types.

4.2.2 Type B, a razor-nicked test piece with a crescent shape and with tab ends, as shown in Fig. 1, Die B. The force in this test piece acts in a direction substantially along the major axis (length) and perpendicular to the "nick", or razor cut. Type B also measures tear propagation and is preferred over Type A when the test sample allows.

4.2.3 Type C, an un-nicked test piece with a 90° angle on one side and with tab ends, as shown in Fig. 1, Die C. The force acts on the test piece in a direction substantially parallel to the tab ends of the specimen (45° to the 90° center angle) in the direction of grip separation. Type C measures rupture, or tear initiation strength at the stress concentration located at the 90° apex. If tear initiation does not occur at the apex, the results are more indicative of tensile strength than tear strength.

4.2.4 Type T, a trouser tear test piece, as shown in Fig. 2. Type T measures tear propagation in a direction parallel to the length of both legs.

4.2.5 Type CP, a test piece described in Fig. 3, which is a modified trouser tear test piece with a constrained path for the tear. Type CP also measures tear propagation in a direction



Positioning of trouser tear test piece in testing machine

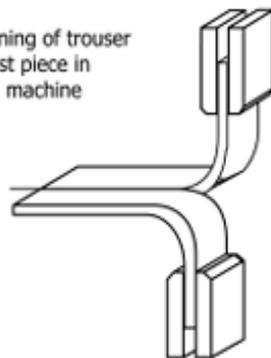


FIG. 2 Trouser Tear Test Specimen

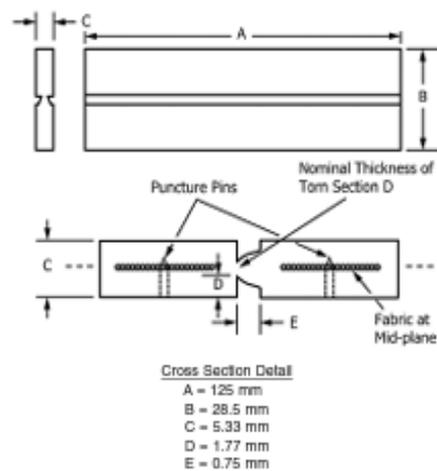


FIG. 3 Schematic diagram of "Constrained Path" tear test piece (1)

parallel to the length of both legs, but the constrained path prevents the tear from propagating away from this path, and the thicker legs eliminate the influence of leg extension which may occur with Type T test pieces. See (1) for more information on CP tear testing.

4.3 No Correlation of results from one test type to another should be expected, as each test type measures tear strength for a different tear specimen geometry.

5. Significance and Use

5.1 Vulcanized rubber and thermoplastic elastomers (TPE) often fail in service due to the generation and propagation of a special type of rupture called a tear. This test method measures the resistance to tearing action.

5.2 Tear strength may be influenced to a large degree by stress-induced anisotropy (mechanical fibering), stress distribution, strain rate, and test piece size. The results obtained in a tear strength test can only be regarded as a measure under the conditions of that particular test and may not have any direct relation to service performance. The significance of tear testing must be determined on an individual application or product performance basis.

6. Apparatus

6.1 *Testing Machine*—The testing machine shall conform to the requirements as specified in Test Methods D412. It shall be capable of registering the applied forces within $\pm 2\%$ of the total force range or capacity during the test while maintaining the specified rate of jaw separation:

6.1.1 For Type A, B or C test pieces, the rate of jaw separation shall be 500 ± 50 mm/min. (20 ± 2.0 in./min.).

6.1.2 For Type T and Type CP test pieces, the rate of jaw separation shall be 50 ± 5 mm/min. (2 ± 0.2 in./min.).

6.1.2.1 A low inertia machine having a continuous recording of force is essential when using the Type T or Type CP trouser tests.

Note: 1—Inertia (pendulum) type dynamometers may give results which differ from one another because of frictional and inertial effects. A low inertia (electronic or optical transducer) dynamometer gives results which are free from these effects and is preferred.

6.1.3 Calibration of the testing machine shall be routinely verified according to the manufacturer's recommendations. Verification of calibration shall be evidenced by a written record which shows the date of verification and the testing machine's accuracy at that time.

6.2 The test may be conducted at elevated or lower temperatures listed in Practice D1349 using equipment described in Test Methods D412.

6.3 *Grips*—The testing machine shall be equipped with grips that tighten automatically and exert a uniform pressure across the gripping surfaces. Grips shall provide adequate pressure as tension increases to prevent specimen slippage. Constant pressure pneumatic grips are satisfactory for most specimens. Test pieces shall be inserted in the grips symmetrically positioned and in axial alignment with the direction of pull. The depth of insertion of the test piece in the grips must be consistent and sufficient to prevent slipping. Type T and Type CP specimens shall be inserted in the grips as shown in Fig. 2.

6.4 *Test Piece Cutting Dies*—Test pieces for tear strength shall be cut from a test specimen using cutting dies conforming to one of the shapes described in Figs. 1 and 2, or molded according to Fig. 3 for Type CP tests.

6.4.1 The inside faces of the cutting dies shall be perpendicular to the plane formed by the cutting edges and polished for a distance of at least 5 mm (0.2 in.) from the cutting edge. The die shall at all times be sharp and free from nicks.

6.4.2 It is important that the apex of the 90° angle in Die C be sharpened to provide a sharp corner. If a segmented Die C is used, the segment incorporating the apex shall extend a minimum of 25 mm from the apex in both directions.

6.4.3 Test piece cutting dies shall be routinely examined and verified for accuracy. One method may be by preparing a test piece and measuring it for conformance to the dimensions listed in Figs. 1 and 2. Another method may be by testing of a control compound and comparing the test results with those obtained with a compound of the same formulation using dies known to be accurate. Verification shall be documented by a dated written record.

6.5 Nicking devices are used to make an initial cut in test pieces for Type A or B tests.

6.5.1 The nicking device shall secure the test piece in a manner that prevents movement, so that the cutting mechanism introduces a razor blade on a plane perpendicular to the major axis of the test piece. The blade shall be positioned to produce a precisely controlled and cleanly separated cut in the specimen. Alternatively, a nicking die may also provide acceptable results so long as the die is routinely examined and verified for accuracy as specified in 6.4.3.

7. Test Piece Preparation

7.1 Cut test pieces shall be obtained from molded test specimen sheets. Compression molded test specimen sheets shall use molds conforming to Practice D3182. Molded test specimen sheets may also be prepared by injection molding into plaques. For test pieces cut from products, Practice D3183 shall be followed.

7.1.1 Molded test specimen sheets shall be 2.3 ± 1.0 mm (0.09 ± 0.04 in.) thick with the milling grain or flow direction clearly marked.

7.1.2 Injection molded test specimen sheets may not have the same degree of anisotropy as compression molded sheets, and this may affect the tear test results. In injection molded sheets, the grain direction is parallel to the flow direction.

7.1.3 Anisotropy may also affect results for test pieces cut from products. A record of the orientation of cut test pieces shall also be made in these cases.

7.2 Molded test pieces are molded in shapes defined by the specifications in Fig. 1, Fig. 2 or Fig. 3. Molded test pieces may produce different results from cut test pieces.

7.3 The usual practice is to test with the grain running the length of the test piece. For Type A, B and C test pieces, the tear would thus be recorded as across the grain. It is to be assumed, unless otherwise specified, that all Type A, B or C test pieces are prepared in this manner. Type T and CP test pieces are also prepared with the grain running parallel to the length. This means that for Type T and CP tests the tear will be parallel to the grain. Where grain effects are significant and are to be evaluated, an additional set of test pieces shall be prepared with the grain running across the length. Results so obtained shall be recorded as with the grain for Type A, B or C tests and across the grain for Type T and CP tests.

7.4 Using the cutting die for the desired test type, cut the test pieces from the sheet with a single impact stroke (by hand or machine) to ensure smooth cut surfaces.

7.5 For Type A and B test pieces, nick the test piece using the nicking device described in 6.5.1. Wet the blade with water or soap solution prior to nicking the test piece. Nick the test piece to a depth of 0.50 ± 0.05 mm (0.020 ± 0.002 in.) with a single stroke of the blade. If a nicking die is used, the nick is formed when the test piece is cut from the sheet.

7.5.1 To assure a proper cut with the nicking device, one or two preliminary nicks shall be made on extra test pieces and the depth of the cut checked using a microscope with a minimum of 10× magnification.

7.6 For Type T and CP test pieces, an initial cut should be made with a razor blade or sharp knife. The last 1 mm (approximately) of the cut shall be made with a single stroke.

7.6.1 Type T test pieces shall have an initial cut of 40 ± 5 mm as shown in Fig. 2.

7.6.2 Type CP test pieces shall have an initial cut of 60 ± 5 mm made down the groove between the two legs.

7.7 Three test pieces per sample shall be tested for tear strength, and the median value of the test pieces reported as a test result. If an individual test piece tear strength value deviates by more than 20% from the median of all three test

Physical Properties

Properties presented below are to be used as a guide and not intended for specification purposes.

		E93A / MOCA	E93A / E300*	E93A / E110**	TEST METHOD
Hardness	(Shore A)	93 ± 3	93 ± 3	89 ± 3	AS1683.15
Tensile Strength	MPa (psi)	43.0 (6237)	40.0 (5802)	34.0 (4931)	AS1683.11
100% Modulus	MPa (psi)	11.0 (1595)	7.6 (1102)	10.0 (1450)	AS1683.11
200% Modulus	MPa (psi)	12.5 (1813)	11.4 (1653)	14.0 (2031)	AS1683.11
300% Modulus	MPa (psi)	17.9 (2596)	15.5 (2248)	19.0 (2756)	AS1683.11
Angle Tear Strength, Die C	(kN/m)	86	85	99	AS1683.12
Trouser Tear Strength	(kN/m)	39	39	35	AS1683.12
Elongation	(%)	420	420	379	AS1683.11
DIN Resilience	(%)	50	50	54	DIN53512
DIN Abrasion Resistance 10N	(mm ³)	60	62	27	AS1683.21
DIN Abrasion Resistance 5N	(mm ³)	22	22	17	AS1683.21
Compression Set / 22 hr at 70°C	(%)	28	40	33	AS1683.13
Cured Specific Gravity	(g/cm ³)	1.10	1.10	1.10	AS1683.4

Please note * Ethacure 300

** Eracure 110

Processing Procedure

1. Erapol E93A should be heated to 80 ± 5°C and thoroughly degassed at -95kpa of vacuum until excessive foaming stops.
2. The curative should be added to E93A, the MOCA must first be melted at 110 - 120°C prior to mixing and Ethacure 300/Eracure 110 processed at room temperature. After adding the curative, mix thoroughly, being careful not to introduce air into the mixture.
3. Pour mixed materials into moulds that have been preheated to 80 - 100°C and pre-coated with release agent.

NOTE: If a longer pot life is required, then E93A should be used at 70 - 75°C, MOCA at 110 - 120°C or Ethacure 300/Eracure 110 at room temperature. Post cure temperature should be increased to 100 - 110°C to avoid glassiness in the final polymer. Shrinkage will also be minimised if the above conditions are used.

Adhesion

Adhesion of Erapol based elastomers to various substrates is at best marginal if a primer is not used. Please consult Era Polymers for specific recommendations to improve adhesion.

Handling Precautions

Erapol E93A contains small amounts of free TDI. Therefore the product should be used in well-ventilated areas. Avoid breathing in vapours and protect skin and eyes from contact.

In case of skin contact, immediately remove excess, wash with soap and water. For eye contact, immediately flush with water for at least 15 minutes. Call a physician.

If nose, throat or lungs become irritated from breathing in vapours, remove exposed person to fresh air. Call a physician.



This information is of general nature and is supplied without recommendation or guarantee. It does not make claim to be free from patent infringement. Properties shown are typical and do not imply specification tolerances. Era Polymers cannot accept liability for loss or damage through use. Whilst these technical details are based on expert knowledge, practical experience and laboratory testing, successful application depends upon the nature and conditions in which the products are supplied. Users must, by comparison with testing, evaluate the product in their own application.

Version 12

Date of Issue: 11 April 2017

Page 2 of 2



ANEXO 8: FICHA TÉCNICA NANOTUBOS DE CARBONO

2.2 GHS Label elements, including precautionary statements Pictogram

Signal word: Danger

Warning Hazard statement(s)

H319 Causes serious eye irritation.

H335 May cause respiratory irritation.

H351 Suspected of causing cancer.

Precautionary statement(s)

P201 Obtain special instructions before use.

P202 Do not handle until all safety precautions have been read and understood.

P261 Avoid breathing dust/ fume/ gas/ mist/ vapours/ spray.

P264 Wash skin thoroughly after handling.

P271 Use only outdoors or in a well-ventilated area.

P280 Wear protective gloves/ protective clothing/ eye protection/ face protection.

P304 + P340 + P312 IF INHALED: Remove person to fresh air and keep comfortable for breathing. Call a POISON CENTER or doctor/ physician if you feel unwell.

P305 + P351 + P338 IF IN EYES: Rinse cautiously with water for several minutes. Remove contact lenses, if present and easy to do. Continue rinsing.

P308 + P313 IF exposed or concerned: Get medical advice/ attention.

P337 + P313 If eye irritation persists: Get medical advice/ attention.

P403 + P233 Store in a well-ventilated place. Keep container tightly closed.

P405 Store locked up.

P501 Dispose of contents/ container to an approved waste disposal plant.

2.3 Hazards not otherwise classified (HNOC) or not covered by GHS - none

3 - Composition/Data on Components:

! **Chemical characterization:**

! **Description: (CAS#)**

<u>Component</u>	<u>%</u>	<u>OSHA/PEL</u>	<u>ACGIH/TLV</u>
Carbon	Up to 100%	15 mg/m ³ (total dust) 5 mg/m ³ (respirable fraction)	2 mg/m ³ TWA
Metallic impurity	Balance		

*Exposure limits based on synthetic graphite

4 - First Aid Measures

! **After inhalation**

Remove to fresh air. If required, provide artificial respiration. Keep patient warm. Seek immediate medical



7 - Handling and Storage

- ! **Handling:** Use PERSONAL PROTECTIVE EQUIPMENT and exposure controls given in Section 8.
Detailed information on handling carbon nanotubes may be found at the ASTM Standard E 2535 - 07, "Standard Guide for Handling Unbound Engineered Nanoscale Particles in Occupational Settings," ASTM International, West Conshohocken, PA, www.astm.org.
- ! **Storage:** Keep in closed container for storage
- ! **Information for safe handling:**
Keep container tightly sealed.
Store in cool, dry place in tightly closed containers.
Ensure good ventilation at the workplace.
- ! **Information about protection against explosions and fires:**
No Special Requirements
- ! **Requirements to be met by storerooms and receptacles:**
No special requirements.
- ! **Information about storage in one common storage facility:**
Store away from oxidizing agents.
Store away from halogens.
Do not store together with acids.
- ! **Further information about storage conditions:**
Keep container tightly sealed.
Store in cool, dry conditions in well sealed containers.

8 - Exposure Controls and Personal Protection

- ! **Additional information about design of technical systems:**
Properly operating chemical fume hood designed for hazardous chemicals and having an average face velocity of at least 100 feet per minute.

Components with limit values that require monitoring at the workplace:

Graphite mg/m³
ACGIH TLV 2
Belgium TWA 2.5
Finland TWA 5
France VME 2
Germany MAK 6
Ireland TWA 5
Korea TLV 2
Netherlands MAC-TGG 2
Poland TWA 2
Sweden NGV 5 (dust)
Switzerland MAK-W 2.5
United Kingdom 5-LTEL



ANEXO 9: FICHA TÉCNICA CURATIVO – MOCA

Especificación de MOCA

Peso Molecular	267,16
Peso equivalente	133.575
Apariencia	Luz amarillo gránulo (100% a 1/2 de malla de Sereno)
Olor	Ligero
Amine	7,4-7,6 (mmol/g)
La gravedad específica en 24 ^o C	1,44
La gravedad específica 107 ^o C	1,26
Punto de fusión de	110-120 ^o C
Almacenamiento de la estabilidad	Ligeramente higroscópico
Solubilidad	Soluble en MEK... DNF... tolueno acetona etanol Insoluble en agua
El uso de	Agente de curado para poliuretano y epoxi
Paquete	25kg o 50kg por tambor de fibra
Toxicidad	Oral LD90 es de 5.000 mg/kg

Característica

Para poliuretano que reacciona con MOCA

Resistencia a la abrasión

Elasticidad no importa con baja o alta dureza

La resistencia a la tracción lágrima fuerza de compresión

Química de ozono y resistencia al frío

Resistencia al impacto

Absorción de vibraciones



ANEXO 10: FICHA TÉCNICA PRIPLAST

Priplast™ 1838 – Amorphous Polyester Polyol MW 2000

Priplast 1838 bio-based building block for high performance polyurethane systems

Priplast 1838 is a versatile and all-round building block for polyurethane systems, used in adhesives, coatings and elastomers that require an overall high performance. This amorphous polyol provides extreme hydrophobicity and excellent colour. Priplast 1838 also offers enhanced durability as it brings superior chemical, oxidative and UV resistance. This liquid polyol has a molecular weight of 2000.

Benefits

- Versatile and all-round polyol for high performance applications
- Excellent hydrolytic resistance
- Superior colour stability
- Extreme UV resistance
- Enhanced durability: hydrolytic, thermo-oxidative and UV stability
- 82% renewable carbon content

Applications

- Adhesives & Sealants
- Automotive Coatings
- Elastomers
- Engineering Plastics
- Industrial Coatings

Function

- Building Block



Typical properties* Priplast 1838

	Unit	Value
Dynamic viscosity	mPa.s at 25°C	14 000
Form	at 25°C	Liquid
Functionality		2
Hydroxyl value	mg KOH/g	56
Molecular Weight	g/mol	2000
Renewable carbon	%	82

*This is not a sales/product specification

Regulatory status

Please visit our [online MSDS Centre](http://www.msds.crodadirect.com) at www.msds.crodadirect.com and search for this product. Section 15 of the MSDS contains the latest regulatory status. In case of any further questions, please contact your local Croda sales representative.

Food contact approval status*

Regulation	Compliant
FDA (175.105)	Yes
FDA (175.300)	Yes with explicit directions
EU (No. 10/2011)	Yes

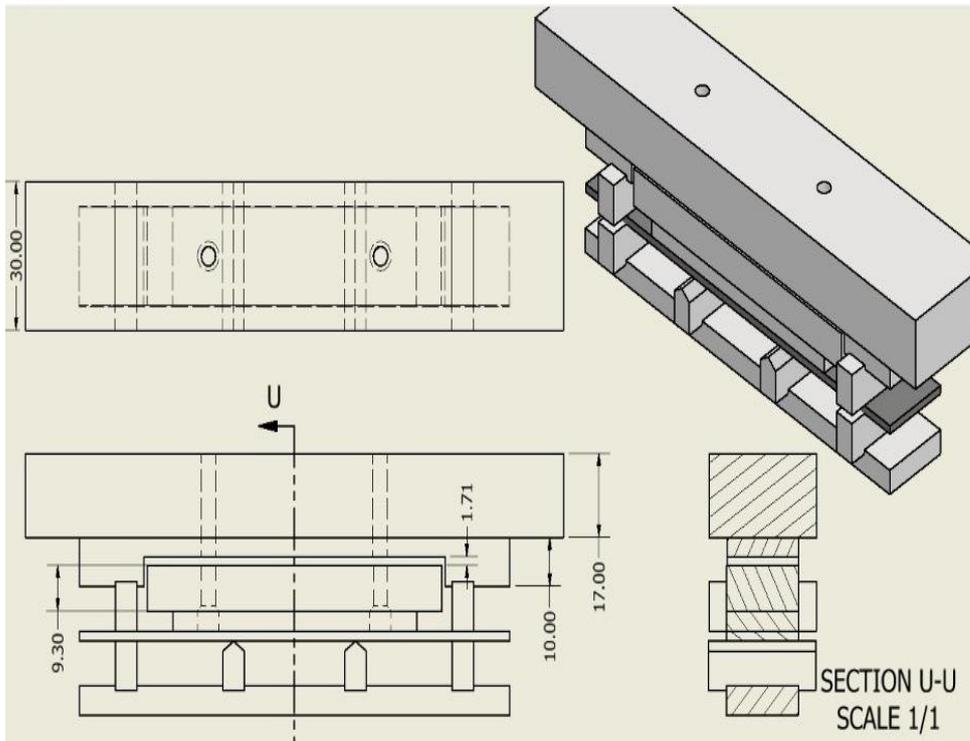
*Please contact Croda for individual statements

Further information

Please visit our website www.crodacoatingsandpolymers.com or contact a Croda sales representative for samples and further application information.

Diseño y fabricación de un medidor de resistividad volumétrica

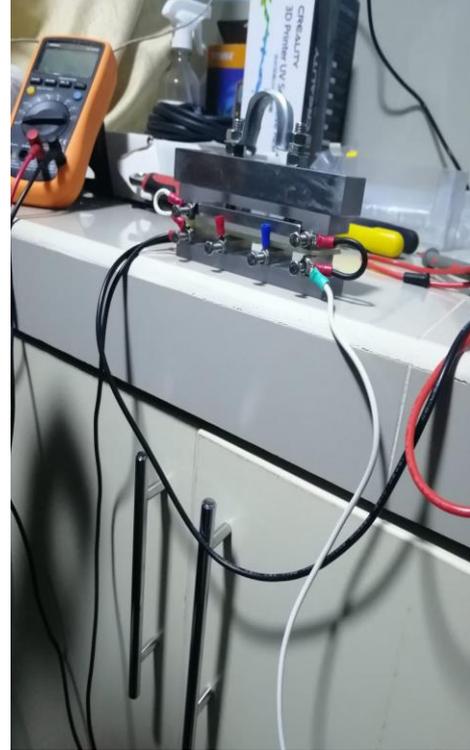
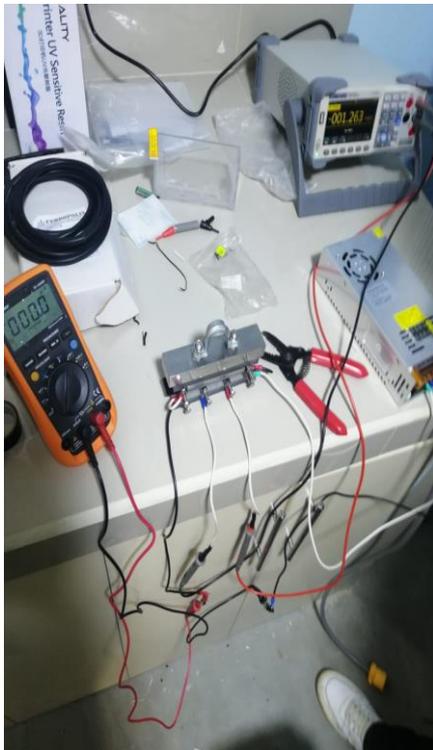
ANEXO 11: Diseño de ensamble



ANEXO 13: Materiales a usados para medida son multímetro y medidor de conductividad.



ANEXO 14: Instalación del multímetro y equipo medidor de conductividad para la medida de los elastómeros.



ANEXO 15: Evidencias fotográficas

1. Medición de los elastómeros para medidas de tracción y elongación.



2. Curado de los elastómeros de poliuretano en mufla.



3. Desgasificación de los elastómeros de poliuretano con ayuda de un soplete.



4. Medición de la tracción, rotura y elongación de los elastómeros conformados.



