



CAMBIO EN EL GRADO DE CRISTALINIDAD EN EPDM OXIDADO E IRRADIADO CON NEUTRONES UTILIZANDO FTIR Y DSC

E.D. Giordano^{(1,2)*}, O.A. Lambri⁽¹⁾, P. E. Salvatori^(2,5), D. Gargicevich⁽¹⁾, F. G. Bonifacich⁽¹⁾, F. A. Sánchez⁽⁴⁾, C. E. Boschetti⁽²⁾, E. Nicocia⁽⁵⁾, J. A. García^(3a), F. Plazaola^(3b), R. R. Mocellini⁽¹⁾.

⁽¹⁾ CONICET – UNR, Laboratorio de Materiales, Escuela de Ingeniería Eléctrica, Centro de Tecnología e Investigación Eléctrica, Facultad de Ciencias Exactas, Ingeniería y Agrimensura, Avda. Pellegrini 250, (2000) Rosario, Argentina

⁽²⁾ CONICET – UNR, Área de Tecnología Química, Facultad de Ciencias Bioquímicas y Farmacéuticas, Rosario, Argentina.

⁽³⁾ Facultad de Ciencias y Tecnología, Universidad del País Vasco, UPV/EHU, Apdo. 644, 48080 Bilbao, País Vasco, Spain.

(a) Departamento de Física Aplicada II.

(b) Elektriika eta Elektronika Saila.

⁽⁴⁾ División Física de Reactores Avanzados, Reactor Nuclear RA6, Centro Atómico Bariloche, Comisión Nacional de Energía Atómica, Río Negro, Argentina.

⁽⁵⁾ PETROBRAS, Planta Puerto San Martín, Santa Fe, Argentina

*Correo Electrónico: giordano@fceia.unr.edu.ar

RESUMEN

El estudio del grado de cristalinidad en caucho de Etileno Propileno Dieno tipo M (EPDM) irradiado con neutrones y también sometido a envejecimiento “in-situ” en las torres de transmisión de energía eléctrica ha sido determinado desde mediciones de análisis mecánico dinámico y aniquilación de positrones. Sin embargo, no se ha podido determinar hasta el momento, la variación del grado de cristalinidad en forma directa por ejemplo desde estudios de absorción infrarroja, difracción de rayos X o técnicas calorimétricas. Por lo tanto, el objetivo del presente trabajo es lograr determinar la variación del grado de cristalinidad del EPDM mediante estudios de espectroscopía infrarroja (FTIR) acoplada a un dispositivo de reflectancia total atenuada (ATR) y mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC).

Las muestras fueron obtenidas de un aislador polimérico comercial de EPDM empleado en líneas de transmisión de 66 kV, reforzado con partículas de ATH (AVATOR-SITECE, Argentina). Las muestras fueron sometidas a tratamientos de oxidación en aire a diferentes temperaturas y tiempos y a irradiaciones con neutrones a temperatura ambiente en dosis de 82, 415, 830, 4150 and 8300 Gy. Las irradiaciones se realizaron en el reactor RA-6 de la Comisión Nacional de Energía Atómica operando a 400 kV.

Mediante el análisis de los espectros FTIR se pudo observar una disminución del porcentaje de etileno [1] y a partir de esta variación se determinó el cambio en el grado de cristalinidad empleando la relación de las señales 1462 cm^{-1} y 1454 cm^{-1} [2]. Asimismo, las muestras fueron sometidas a estudios de DSC, revelándose la correspondencia de los resultados de FTIR y la fracción de volumen de cristales en fusión. Las entalpías del proceso de fusión también fueron determinadas para el conjunto de muestras estudiadas. Estos resultados son correlacionados con previos estudios de aniquilación de positrones y análisis mecánico dinámico encontrándose una excelente correspondencia.

ABSTRACT

The study of the degree of crystallinity in Ethylene Propylene Diene rubber-type M (EPDM) both irradiated with neutrons and subjected to aging "in-situ" in towers of power transmission has been determined from measurements of dynamic mechanical analysis and positron annihilation spectroscopy. However, it has not been determined so far, the variation in the degree of crystallinity directly from infrared absorption studies, X-ray diffraction or calorimetric techniques. Therefore, the aim of this work is to determine the variation in the degree of crystallinity of the EPDM through infrared spectroscopy studies (FTIR), coupled to an attenuated total reflectance device (ATR), and differential scanning calorimetry (DSC).

Samples were obtained from a commercial EPDM polymeric insulator used in transmission lines of 66 kV, reinforced with ATH particles (AVATOR-SITECE, Argentina). Samples were subjected both to oxidation treatment in air at different temperatures for different periods of time and to neutron irradiations at room temperature at doses of 82, 415, 830, 4150 and 8300 Gy. The irradiations were performed at the RA-6 reactor of the National Atomic Energy Commission operated at 400 kV.

By analyzing the FTIR spectra a decrease of ethylene percent was observed [1] and from this variation the change in the degree of crystallinity was determined by using the ratio of the signals 1462 cm^{-1} and 1454 cm^{-1} [2]. Also, the samples were subjected to DSC studies, revealing the correspondence of FTIR results and the volume fraction of crystals melted. The enthalpies of melting process also were determined for all tested samples. These results are correlated with previous studies of positron annihilation spectroscopy and dynamic mechanical analysis achieving an excellent agreement.

REFERENCIAS

- 1 I. Abu-Isa, "Thermal degradation of thin films of isotactic polypropylene and polypropylene with ketonic additives," J. Polym. Sci. Part A-1, Vol. 8, (1970), p. 961–972.
- 2 M. W. Urban, "Attenuated Total Reflectance Spectroscopy of Polymers: Theory and Practice. Polymer Surfaces and Interfaces Series"; 1996, American Chemical Society.

TÓPICO DEL CONGRESO O SIMPOSIO: T12

PRESENTACIÓN (ORAL O PÓSTER): P (poster)