



# Messa a punto di un protocollo per la misurazione della tenacità a frattura delle gomme: Un lavoro di squadra

Silvia Agnelli

Giornata di studio

*Proprietà dei materiali e trasferibilità da provino a manufatto:  
Metodi, strumenti, successi nella caratterizzazione dei materiali polimerici*

CSMT

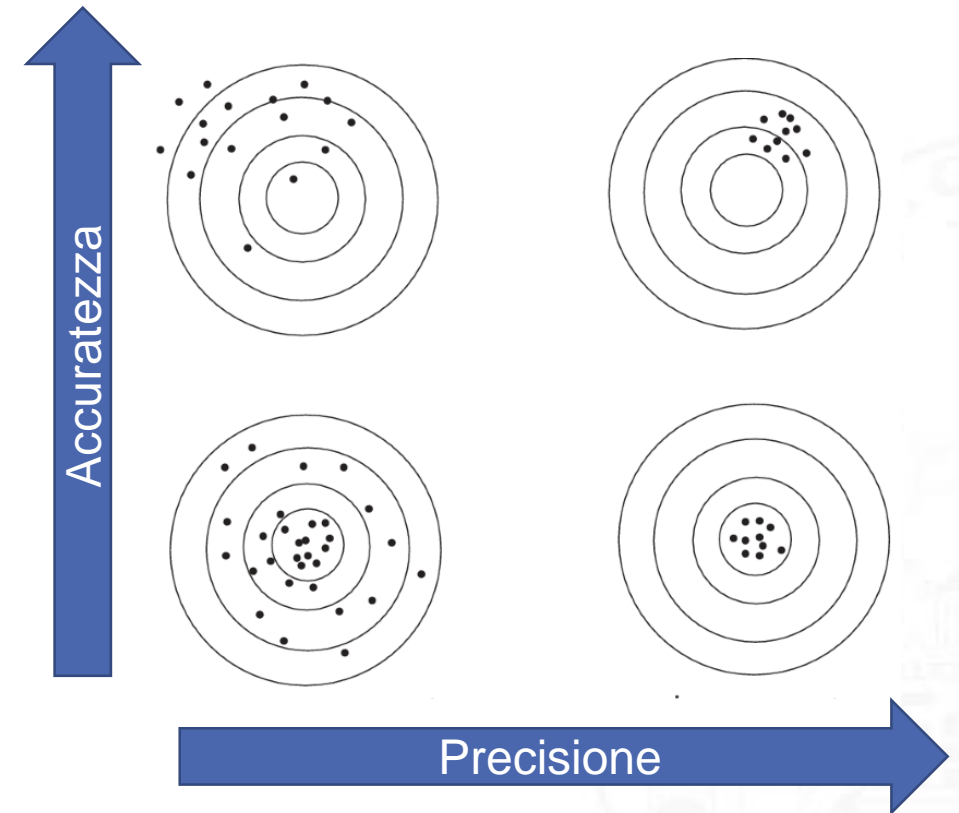
14 marzo 2023

# Sviluppo di una prova di laboratorio: quale futuro?

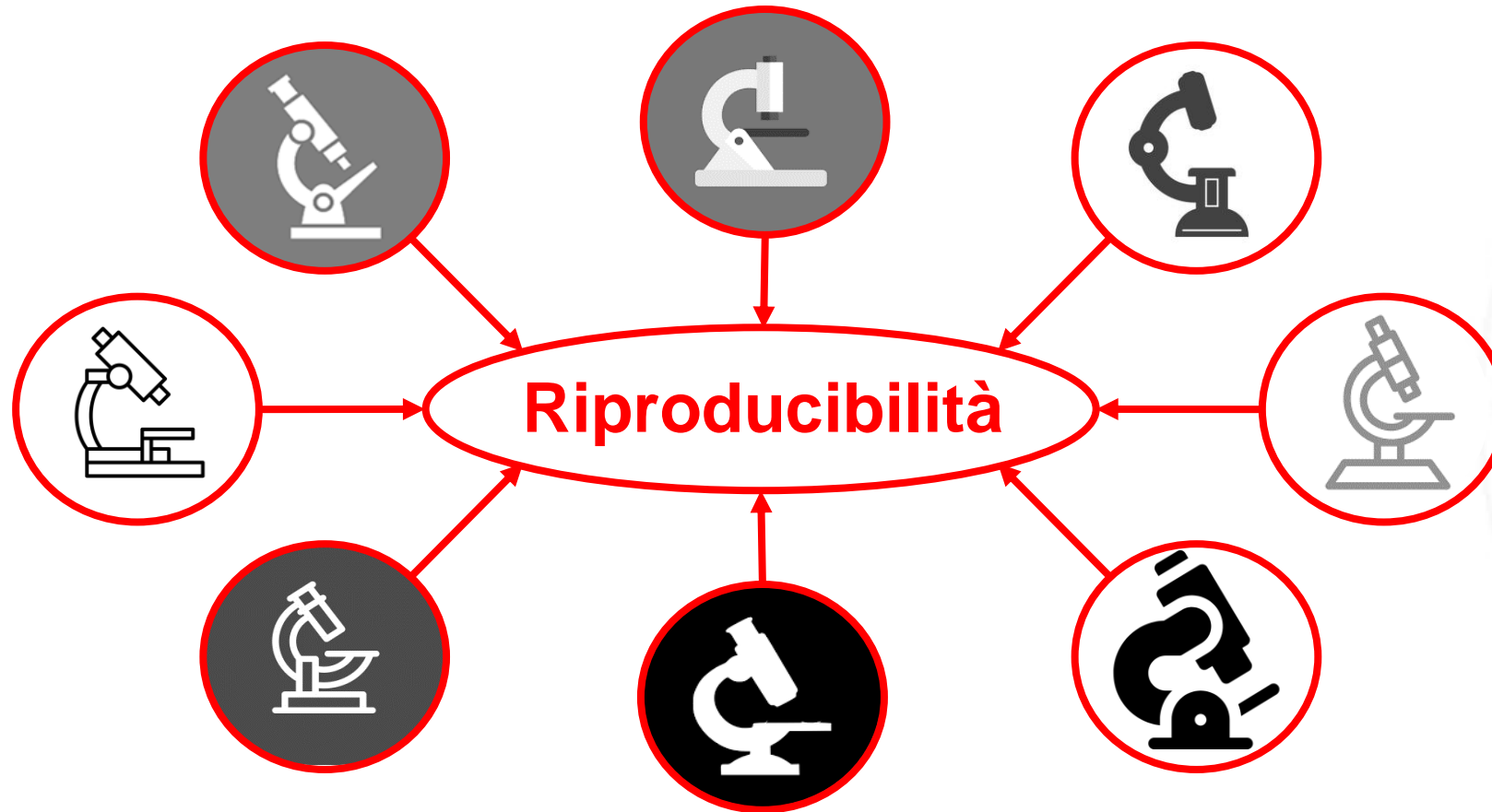


# Precisione di una misura

- **Ripetibilità** (nel singolo laboratorio): misura della variabilità nei risultati quando una misurazione è condotta da un singolo operatore utilizzando la stessa strumentazione in un breve intervallo di tempo.
- **Riproducibilità** (fra laboratori diversi): misura della variabilità nei risultati fra laboratori.



# Quantificare la riproducibilità: i Round Robin



# European Structural Integrity Society



The aim of **ESIS** (*European Structural Integrity Society*) is to develop and extend knowledge in all aspects of Structural Integrity and disseminating that knowledge world-wide with the objective of improving the safety and performance of engineering equipment, individual components and structures.

- L'ESIS coopera con altri organismi associati alle questioni di integrità strutturale, in particolare con gli organismi di standardizzazione come l'ASTM, il CEN, l'ISO e il VAMAS.
- I 21 comitati tecnici (Technical Committee, TC) dell'ESIS lavorano su diversi aspetti dell'integrità strutturale.

# ESIS TC4: Polymers, Polymer structures and Adhesives

Principale attività: sviluppare procedure di prova basate sulla meccanica della frattura (in genere nell'ambito dell'ISO), basate su esperimenti estensivi di tipo round robin.



*Eurotel Victoria, Les Diablerets (CH)*

## Aree di lavoro:

- Prove Jc sui polimeri  
Francesco Baldi (Università degli Studi di Brescia)
- Intaglio dei polimeri  
Rui De Oliveira (BASF)
- Prove di peeling sui laminati flessibili  
Neal Murphy (University College Dublin)
- Prove di peeling sui laminate  
Laurent Warnet (University of Twente)
- Prove sugli adesivi strutturali  
Bamber Blackman (Imperial College London)
- Prove sui laminate  
Andreas Brunner (ex EMPA)
- Prove sulla gomma  
Silvia Agnelli (Università degli Studi di Brescia)



# Attività ESIS sulla gomma

Chi siamo?

“The Rubber Team”



Silvia Agnelli



Claudia Marano



Bernd Schrittester



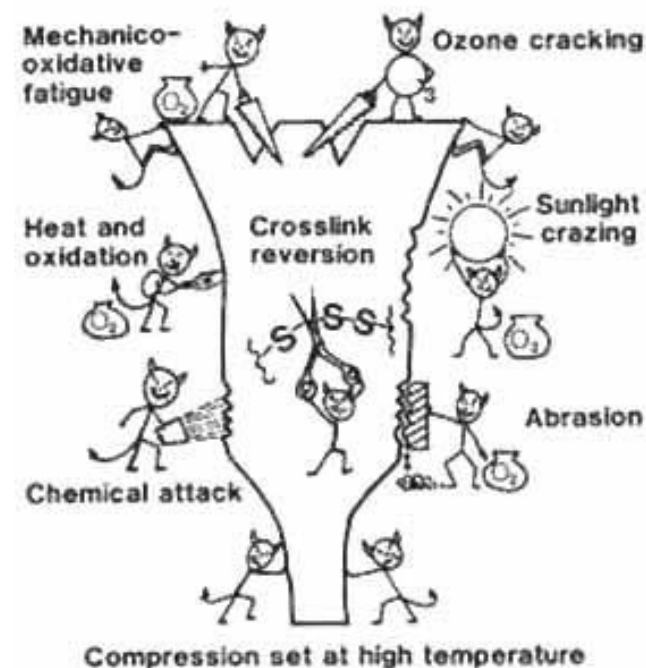
# Perché un'attività sulla gomma?

La gomma è utilizzata per applicazioni ingegneristiche come pneumatici e prodotti tecnici (tubi, flessibili, cinghie di trasmissione e di trasporto, guarnizioni, rondelle, antivibranti, ...).

Tali applicazioni sono talvolta soggette a guasti dovuti a diversi fenomeni di rottura: fatica, delaminazione, infragilimento, rigonfiamento, decompressione rapida da gas



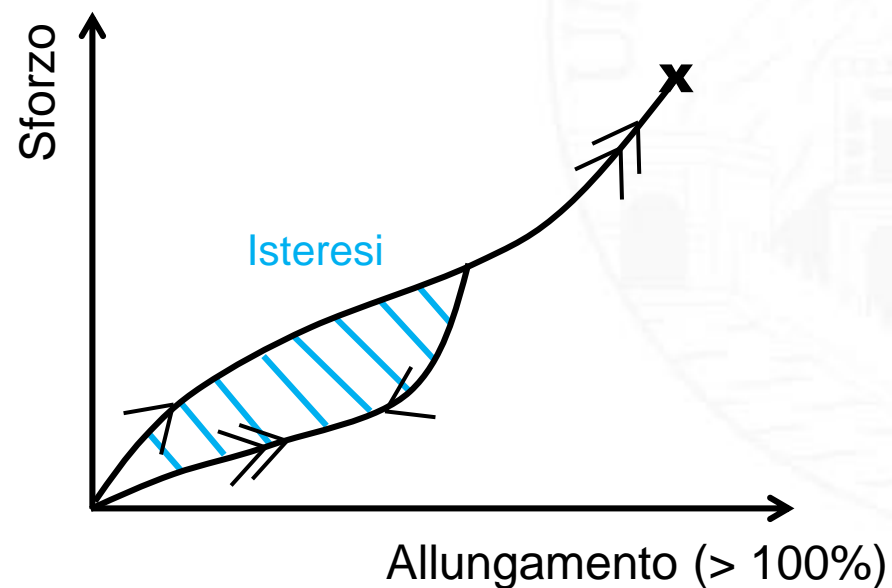
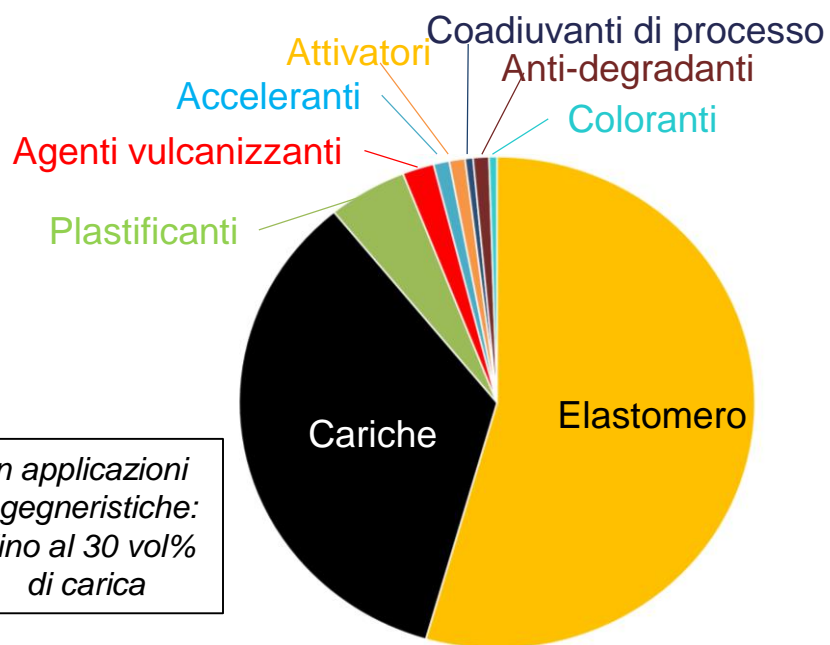
Types of degradation in natural and synthetic rubber vulcanizates





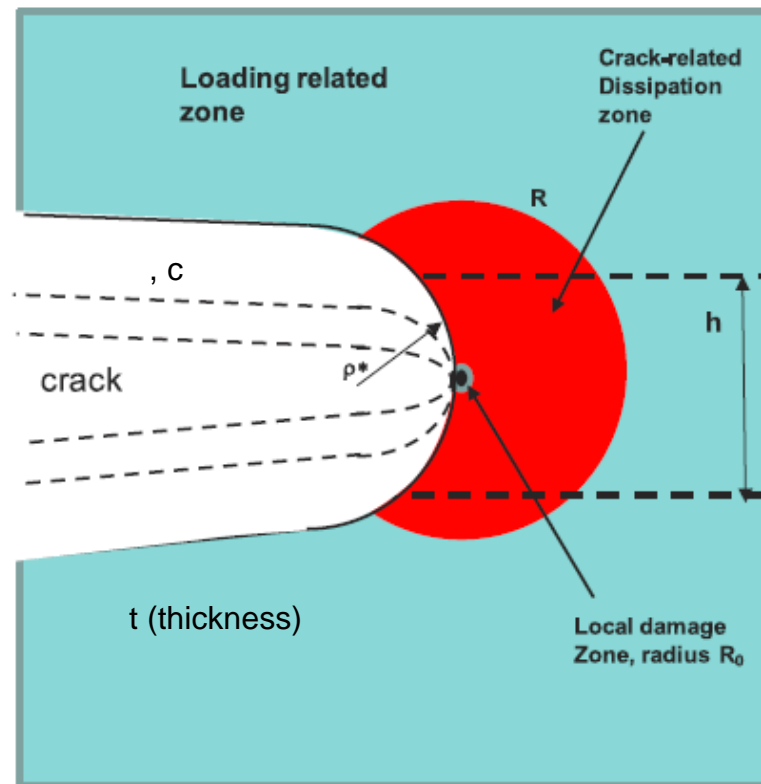
# Cos'è la gomma?

- La gomma è un materiale composito, a base di un polimero che presenta un comportamento elastomerico.
- Il comportamento meccanico della gomma è elastico non lineare e dissipativo.



# Come si misura la resistenza a frattura della gomma?

Una visione globale\*:



$$\rho^*, R \ll c, t$$

LEFM

(Tutti i processi inelastici o non lineari sono confinati in una piccola regione)

$$R \ll \rho^*$$

Meccanica della  
frattura non lineare  
elastica  
( $G = G_{\text{local}}$ )

$$R \sim \rho^*$$

$$G \neq G_{\text{local}}$$

**Figure 44.** Schematic of a propagating crack in a soft material showing the radius of the dissipative zone  $R$ , the radius of the local damage zone  $R_0$ , the thickness of the sample  $h$  as well as several crack tip radii that also represent the size of the large strain zone.

\* Creton C., Ciccotti M., Rep. Prog. Phys., 79 (2016)

# 1° attività di Round Robin sulla gomma

Attività Round Robin su "misurazione della tenacità alla frattura delle gomme in condizioni quasi statiche"

**SCOPO:** *valutare la ripetibilità e la riproducibilità di tali test.*

**Focus su prove quasi statiche, modo I, all'innesco**



- possibilità di studiare aspetti di base (intaglio, osservazione dell'innesco, ...)
- sperimentalmente più facile = più partecipanti

**Focus su gomme commerciali industriali**



- più interessanti per le aziende
- coprono applicazioni di largo volume

# Round Robin: partecipanti

1. University of Brescia (I)
2. Politecnico di Milano (I)
3. Scioflex / Polymer Competence Center  
Leoben /Montainuniversitaet Leoben (A)
4. Imperial College London (UK)
5. Tel Aviv University (IL)
6. Mines ParisTech (F)
7. Technische Hochschule Mittelhessen (DE)
8. University College Dublin (IE)
9. Polymer Service Merseburg (D)
10. University of Twente (NL)
11. Universidad Rey Juan Carlos, Madrid (E)
12. BASF (DE)
13. Arts et Métiers, Talence (FR)
14. Johannes Kepler Universität Linz (A)
15. Tomas Bata University (CZ)

# Round Robin: la timeline

- Aprile 2021
  - Proposta del Round Robin
  - Approvazione ESIS
  - Candidatura partecipanti
- Settembre 2021
  - Presentazione del RR
  - Protocollo spedito ai partecipanti per una revisione
- Novembre 2021
  - Scadenza per la revisione del protocollo
- Gennaio 2022
  - Test preliminari effettuati
  - Materiale e protocollo spediti ai partecipanti
  - Inizio dell'attività di RR
- Aprile 2022
  - Presentazione dei primi risultati del RR al meeting ESIS
- Settembre 2022
  - Presentazione dei risultati del RR al meeting ESIS
- Aprile 2023
  - Presentazione dei risultati completi del RR al meeting ESIS
  - Proposta di attività future



# Round Robin: il protocollo

**Protocol for the measurement of fracture toughness of rubbers in quasi-static conditions**

**An ESIS TC4 Activity**

**by Silvia Agnelli, Claudia Marano, Bernd Schrittester**

**Version 1:** This first version is meant as a basis for the first Round Robin to be performed by the ESIS TC4 committee. *Instructions specific for the Round Robin activity are written in italics.*

Legend: yellow highlighted are the details to be defined by reviewing literature or by preliminary tests

# Round Robin: il protocollo

## Materiali:

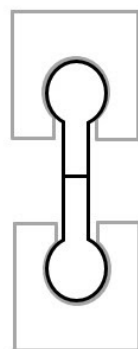
NBR commerciale rinforzata con nerofuno (da Leoben - B. Schrittester)

## Provini:

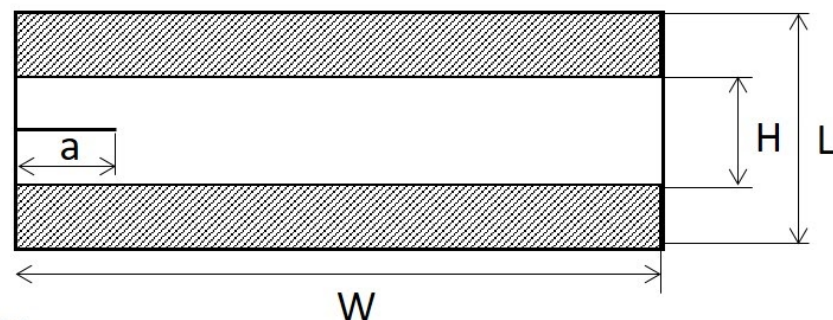
Provini "Pure Shear" da intagliare

Placche da 2 mm, da cui ritagliare provini "Single Edge Notched in Tension", SENT

1. Pure Shear (PS)

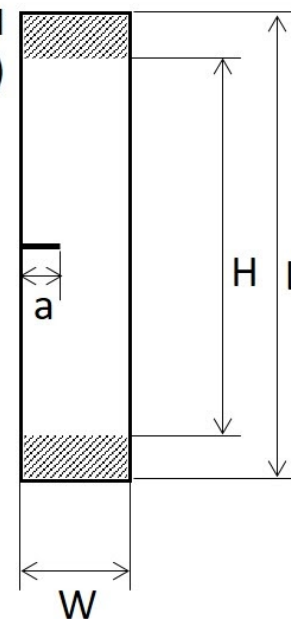


*Side view of PS specimen with clamps*



= clamped area

2. Single Edge Notched in Tension (SENT)



# Round Robin: il protocollo

## Afferraggi per provini PS:

Calendario per il prestito degli afferraggi

	Months							
Labs	March	April	May	June	July	August	September	October
Imperial College London (UK)								
Tel Aviv University (IL)								
University of Brescia (I)								
Politecnico di Milano (I)								
Polymer Service Merseburg (D)								
Universidad Rey Juan Carlos, Madrid (E)								
BASF (DE)								

# Round Robin: il protocollo

## L'intaglio:

L'operazione di intaglio dev'essere svolta dai singoli partecipanti.  
Sono permesse due tecniche manuali, con una lametta:

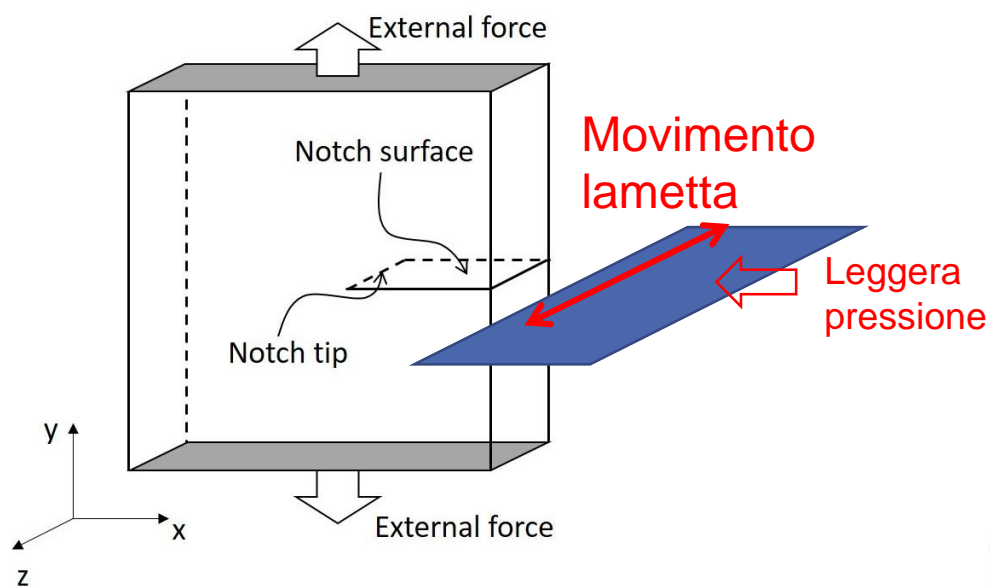


Lametta  
Stanley

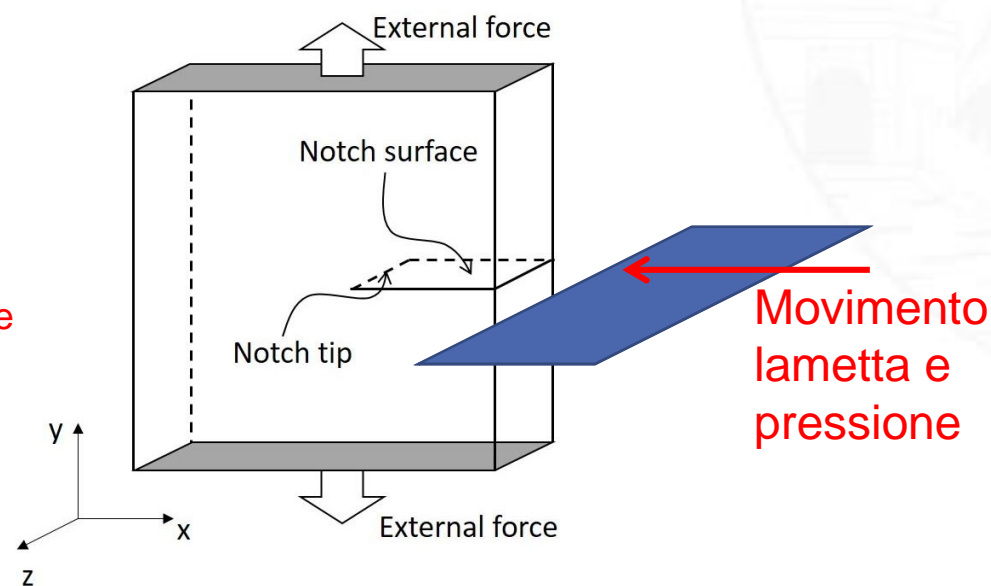


Lametta  
Gillette

### 1. Metodo a "zig-zag"



### 2. Metodo a spinta

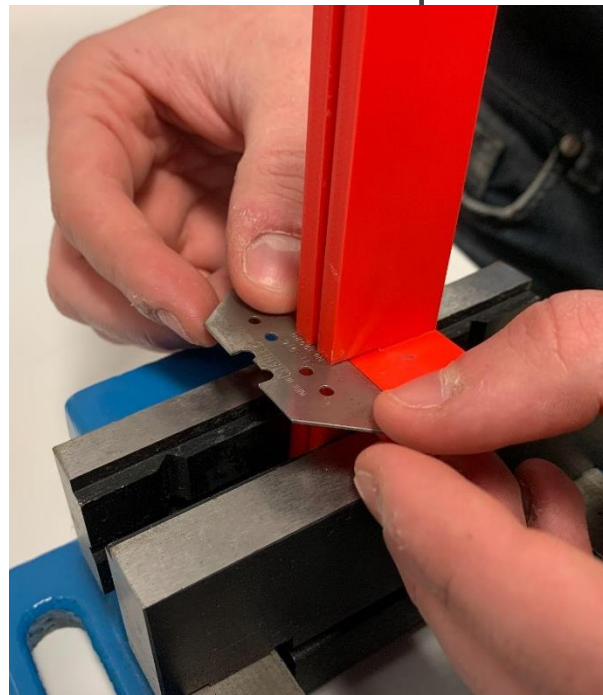


# Round Robin: il protocollo

## L'intaglio:

con entrambi i metodi è possibile aiutarsi con una guida esterna

Esempio di guida stampata in 3D per guidare la lametta con i provini SENT:

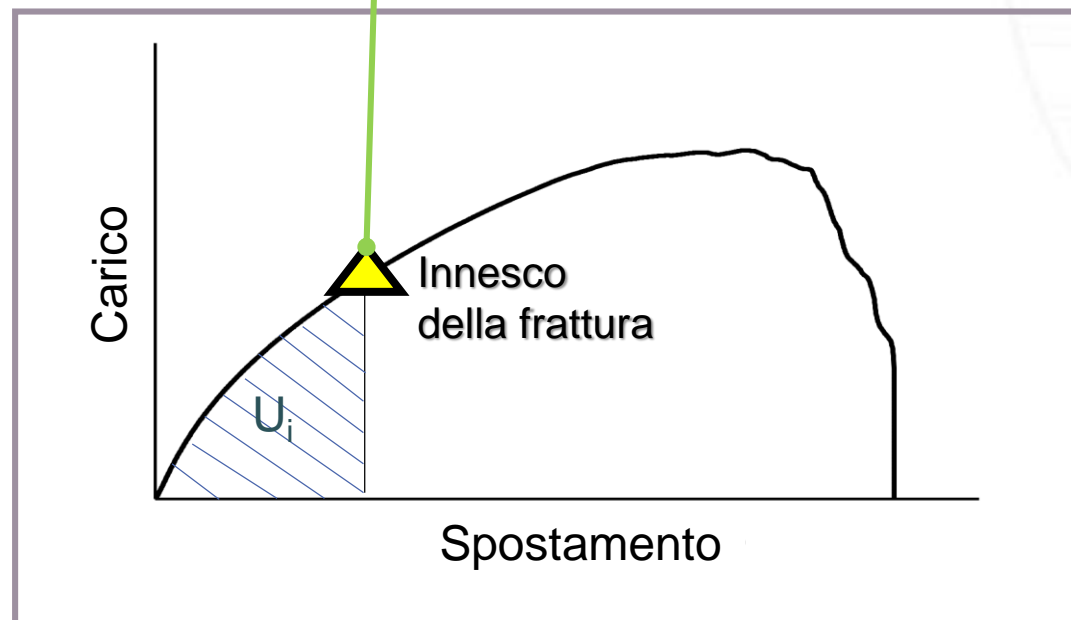
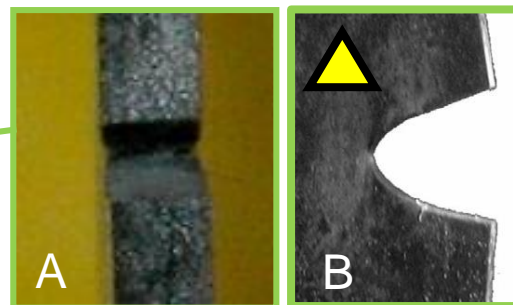
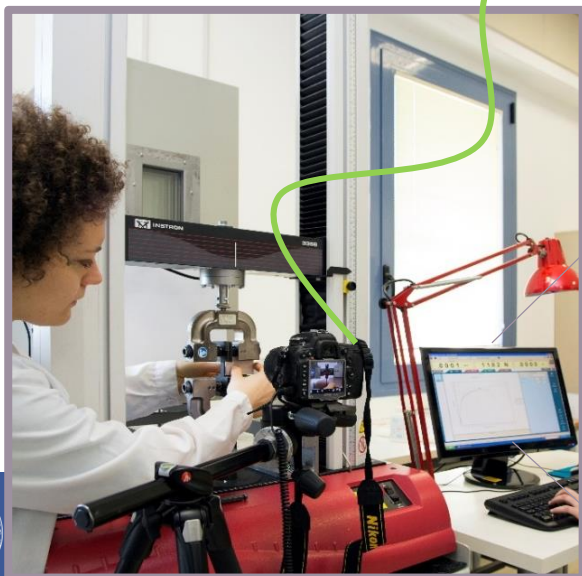




# Round Robin: il protocollo

## Monitoraggio dell'innesco:

sono proposti due metodi: visione frontale (A) e laterale (B).



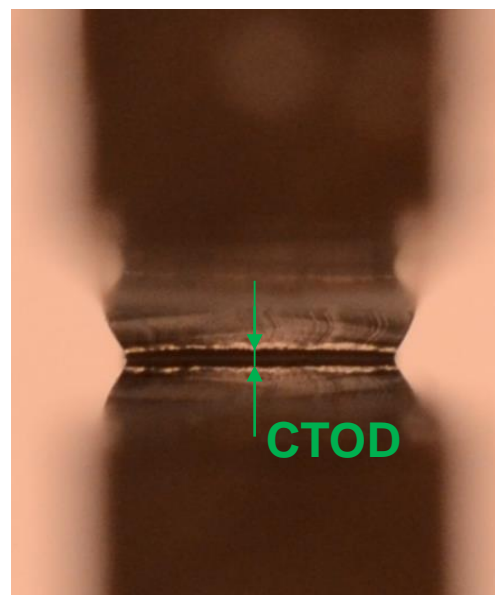
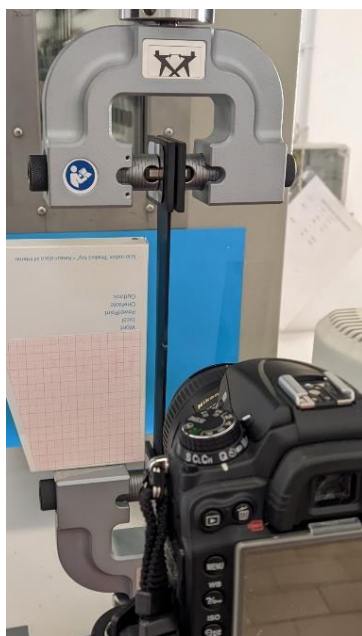
# Round Robin: il protocollo

## Monitoraggio dell'innesco:

sono proposti due metodi: visione frontale (A) e laterale (B).

Per i PS si usa il metodo B, per i SENT sia il metodo A che B.

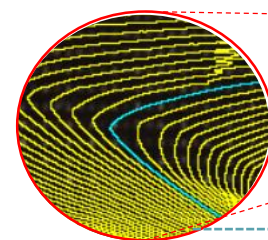
### Metodo A



CTOD

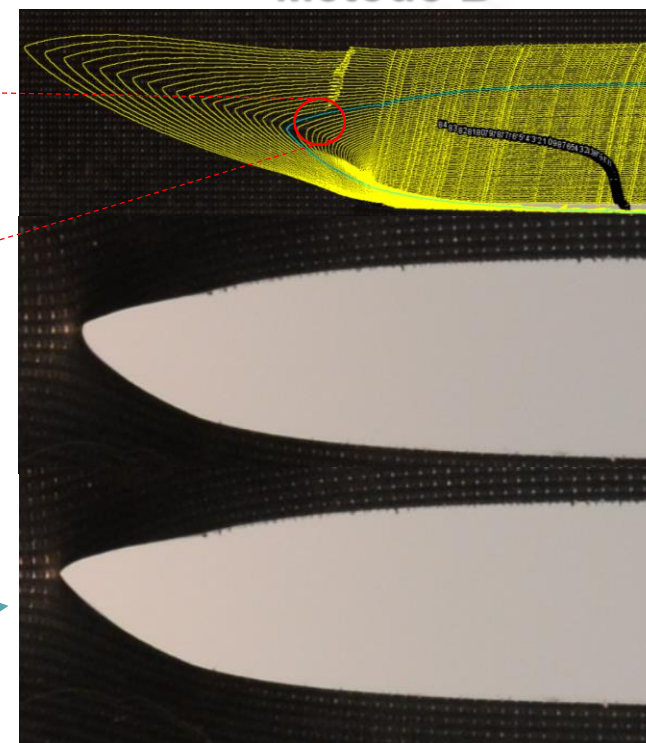
L'innesco è al Crack Tip Opening Displacement (CTOD) di 0.1 mm,  
(Ramorino et al., Eng. Frac. Mech., 2010)

### Metodo B



1 s prima  
dell'innesco

Innesco della  
frattura



L'innesco è definito all'istante in cui l'apice arrotondato della cricca diventa acuto.

# Round Robin: il protocollo

## Calcolo della tenacità a frattura:

equazioni presenti in letteratura scientifica (*Rivlin and Thomas, J. Pol. Sci, 1953*)

Per provini PS:

$$u_c = \frac{U_i}{t \cdot (W - a)}$$

Per provini SENT:

$$u_c = k(\lambda) \cdot \frac{U_i}{t \cdot W \cdot H}$$

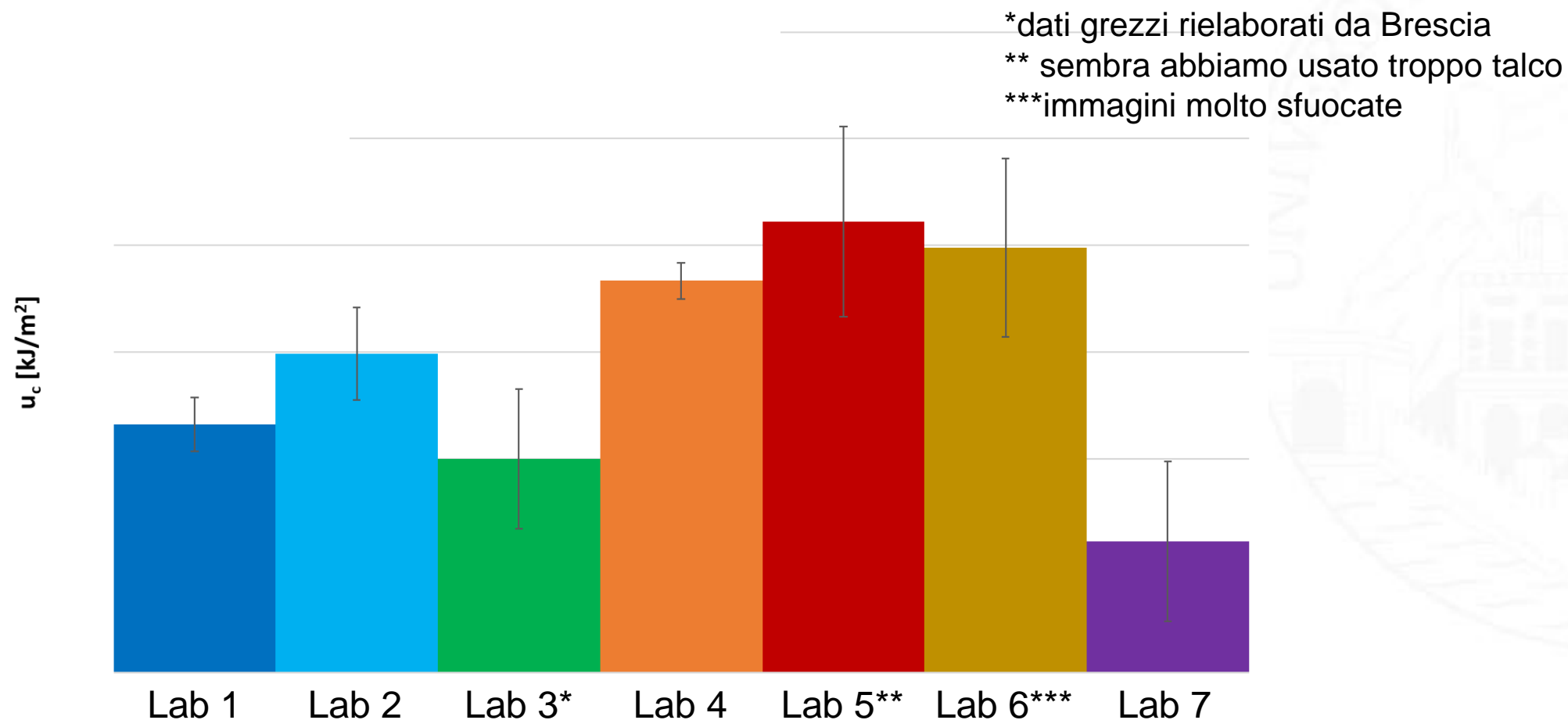
dove:

$$k(\lambda) = \frac{2\pi}{\lambda^{1/2}}$$

(*H.H. Greensmith, J. Appl. Polym. Sci., 1963*)

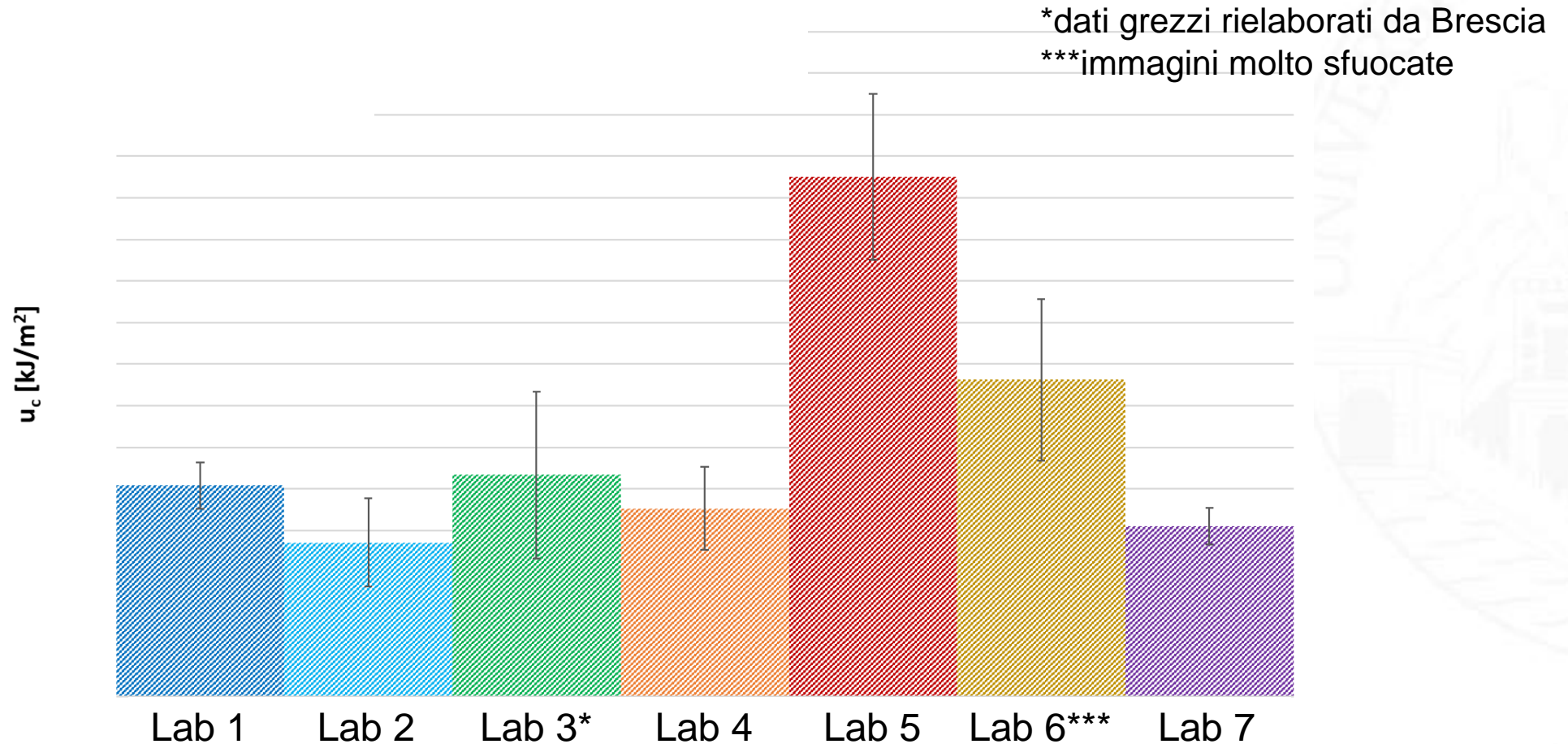
# Round Robin: i primi risultati

Confronto  $u_c$  da SENT, metodo A (vista frontale)



# Round Robin: i primi risultati

Confronto  $u_c$  da SENT, metodo B (vista laterale)





# I Round Robin sulla gomma: prossimi passi

## Migliorare il protocollo

- Fornire maggiori dettagli sulla procedura di monitoraggio dell'innesco
- Attivare un II Round Robin su materiale più omogeneo e isotropo

## Ricerca di base

- Definire le dimensioni geometriche e le caratteristiche del materiale per ottenere un valore di tenacità intrinseco
- Definire il significato fisico dell'innesco come monitorato con metodo A e con metodo B

# Conclusioni

La strada è ancora lunga, ma...

...”se le formiche si mettono d’accordo,  
possono spostare un elefante.”

(proverbio africano)

