

MARCIN GAJEWSKI<sup>1)</sup>

# COMPARISON OF RHEOLOGICAL PROPERTIES OF CHOSEN ELASTOMERS USED IN PRODUCTION OF BRIDGE BEARINGS

# PORÓWNANIE WŁAŚCIWOŚCI REOLOGICZNYCH WYBRANYCH ELASTOMERÓW STOSOWANYCH DO PRODUKCJI ŁOŻYSK MOSTOWYCH

STRESZCZENIE. W pracy przedstawiono wyniki badań reologicznych przeprowadzonych za pomocą reometru DMA na próbkach typowych elastomerów powstałych na bazie kauczuku naturalnego (NR) i kauczuku syntetycznego (CR) stosowanych do produkcji łożysk mostowych. W badaniach wyznaczono moduły zespolone i katy przesuniecia fazowego w bardzo szerokim zakresie temperatury i częstotliwości, wyznaczono wartości temperatury zeszklenia, określono krzywe wiodace poszczególnych materiałów oraz przeprowadzono badania, w których indenter (wałebnik) o kulistym kształcie jest wciskany w badany materiał z liniowo narastającą siłą. Uzyskane wyniki mogą służyć do jakościowej i ilościowej oceny poszczególnych materiałów, jak również do wyznaczenia wybranych parametrów materiałowych modeli konstytutywnych liniowej lepko-sprężystości formułowanych dla teorii małych odkształceń. W przypadku testu wgniatania (indentacji) jego wyniki mogą posłużyć do pośredniej weryfikacji modeli konstytutywnych hipersprężystości i hiperlepkosprężystości formułowanych w ramach teorii dowolnych deformacii. Praca zawiera także elementy oceny wpływu starzenia długoterminowego (naturalnego) na zmianę właściwości reologicznych materiału.

**SŁOWA KLUCZOWE:** DMA, elastomerowe łożyska mostowe, moduły zespolone, starzenie elastomerów, temperatura zeszklenia, tłumienie, właściwości reologiczne.

ABSTRACT. The paper presents the results of rheological testing performed with the use of DMA (Dynamic Mechanical Analyser) rheometer on specimens made of natural rubber (NR) and synthetic rubber (CR) elastomeric materials typically used for production of bridge bearings. The experiments provided the values of complex stiffness modulus and phase shift angles over a very wide temperature and frequency range, enabled determination of glass transition temperatures and plotting the master curves of the respective materials and, moreover, indentation tests were carried out with a spherical indenter pressed down with linearly increasing force. The test results can be used for both qualitative and quantitative evaluation of the materials and for determining certain mechanical parameters of linear viscoelastic constitutive models formulated for the infinitesimal strain theory. The indentation test was conducted to obtain values which can be used for indirect validation of constitutive hyperelastic and visco-hyperelastic models built up for continuum large deformation theory. Moreover, the paper partly evaluates the effect of long-term (natural) ageing of materials on their rheological properties.

**KEYWORDS:** ageing of elastomers, complex stiffness modulus, damping, DMA, elastomeric bridge bearings, glass transition temperature, rheological properties.

Donds and Dridges Dressi Master 16 (2017) 17 (1

<sup>&</sup>lt;sup>1)</sup> Instytut Badawczy Dróg i Mostów, ul. Instytutowa 1, 03-302 Warszawa; mgajewski@ibdim.edu.pl

### 1. WSTĘP

W budownictwie drogowym elastomery są stosowane w wielu obszarach takich jak: dylatacje, uszczelnienia, elementy łożyskowania konstrukcji mostowych, wibroizolacje w podtorzu kolejowym i nawierzchniach drogowych itp. [1-5]. Główne zadania, jakie spełniają elastomery, wynikają bezpośrednio z ich właściwości termo-reologicznych [6-9]. Materiały te charakteryzują się znaczną odkształcalnością przy zachowaniu sprężystego charakteru deformacji, zdolnością tłumienia drgań, odpornością na czynniki środowiskowe, dobrą adhezją do metali (uzyskiwaną w procesie wulkanizacji), znaczną odpornością na pękanie zmęczeniowe typu niskocyklowego i wysokocyklowego. Wszystkie te właściwości zmieniają się w funkcji temperatury i prędkości deformacji (która w typowych badaniach reologicznych może być rozumiana jako częstotliwość), ujawniając szczególne cechy fizyczne wynikające z mikroskopowej budowy wewnętrznej poszczególnych gatunków elastomerów. Wśród tych wyjątkowych cech należy wymienić m.in. zdolność do rozpraszania energii [6, 8].

W niniejszej pracy analizowane są właściwości termoreologiczne trzech wybranych elastomerów stosowanych w produkcji łożysk elastomerowych powszechnie używanych w mostownictwie w celu umożliwienia prognozowanych ruchów elementów nośnych mostów wynikających głównie z ich rozszerzalności termicznej [4, 5, 9, 10]. Łożyska elastomerowew mostownictwie są powszechnie używane [9-11], ale ostatnio coraz częściej stosowane są także w przypadku konstrukcji metalowych jako elementy tłumiące drgania w zastępstwie typowych rozwiązań [12].

Fizyczno-mechaniczne badania przeprowadzane na izotropowych elastomerach w ogólności można podzielić ze względu na ich cel. Zazwyczaj podstawowym przedmiotem tych badań jest otrzymanie charakterystyki mechanicznej materiału w szerokim zakresie częstotliwości i temperatury, a tutaj standardowo wykorzystuje się reometry typu DSR (ang. Dynamic Shear Rheometer, ścinania) i DMA (ang. Dynamic Mechanical Analyser, uniwersalny, z różnymi postaciami deformacji) [13]. Urządzenia te w ogólności pozwalają na realizacje znacznych deformacji badanych elementów, ale podstawowe badania z wymuszeniami harmonicznymi są prowadzone przy założeniu, że materiał może być opisany relacjami liniowej lepko-sprężystości w ramach teorii małych odkształceń. Przy tym założeniu wyznaczane są wartości normy zespolonego modułu sztywności (jego składowe), kat przesunięcia fazowego, pośrednio jest wyznaczana temperatura zeszklenia itp. Tak uzyskane wyniki zaprezentowane np. w postaci krzywych wiodących, wykresów Black'a mogą służyć do oceny

## **1. INTRODUCTION**

Elastomers are used in many road applications including expansion joints, sealing joints, bridge bearing elements, vibration damping pads under railway tracks and in pavement structures, etc. [1-5]. The main functions of elastomers result directly from their specific thermorheological properties [6-9]. These materials characteristic feature is a considerable deformation capacity in the elasticity range, vibration damping ability, resistance to environmental factors, good adhesion to metal surfaces (obtained through vulcanisation) and high resistance to fatigue cracking under low and high cycle loading. All these properties change as a function of temperature and strain rate (which in typical rheological tests can be understood also as frequency) exhibiting specific physical features resulting from the microscopic internal structure typical of a given elastomeric material. Among these specific features energy dissipation capacity should be underlined [6, 8].

This paper analyses thermo-rheological properties of three chosen elastomeric materials used for production of elastomeric bearings widely used in bridge structures to enable predicted movements of the bridge elements caused by thermal expansion [4, 5, 9, 10]. Being a popular product for bridge applications [9-11] elastomeric bearings are also increasingly used for damping vibrations in metal structures as an alternative to conventional systems [12].

There are different objectives of testing the physical and mechanical properties of elastomeric materials. Usually the main aim is to determine the mechanical properties of the tested material over a wide frequency and temperature ranges typically with the use of two types of instruments: Dynamic Shear Rheometer (DSR) and Dynamic Mechanical Analyser (DMA), the later being a versatile unit handling various deformation modes [13]. In particular, these units allow for considerable deformations of the test specimens although the basic tests with harmonic excitations assume that the tested materials can be described by linear viscoelasticity stress-strain relationships of infinitesimal strain theory. This assumption is the basis for determining the norm of the complex stiffness modulus (its real and imaginary components), phase shift angle, glass transition temperature (indirectly), etc. The obtained results, represented, for example by master curves, Black diagrams can be used for evaluation of materials and also for calibration of infinitesimal strain constitutive viscoelasticity models [14-16]. While this type of modelling can be appropriate in certain situations

materiałów ale także do kalibracji modeli konstytutywnych lepko-sprężystości małych odkształceń [14-16]. O ile takie modelowanie materiału w pewnych przypadkach jest uzasadnione (lepiszcza asfaltowe, mieszanki mineralno-asfaltowe, metale w podwyższonej temperaturze, wkłady elastomerowe łożysk garnkowych, itp.), to w przypadku elastomerów używanych w elastomerowych łożyskach mostowych, które są poddawane znacznym deformacjom, jest niewystarczające [3]. Gdy więc celem badań jest wyznaczenie parametrów materiałowych do modelowania łożysk pod różnymi typami obciążeń [2, 17, 18] trzeba prowadzić badania innego typu jak to opisano w [19].

W przypadku modeli konstytutywnych hipersprężystości czy lepko-hipersprężystości materiałów izotropowych konieczne jest przeprowadzenie badań w zakresie znacznych deformacji, realizując różne schematy obciążenia i deformacji. Dla większości takich badań w próbce realizowane są w przybliżeniu jednorodne stany naprężenia/deformacji (jednoosiowe rozciaganie, dwuosiowe rozciaganie, równomierne ściskanie, czyste ścinanie itp.), wtedy na podstawie rozwiązań analitycznych przy zastosowaniu nieliniowych metod optymalizacyjnych możliwe jest wyznaczenie parametrów materiałowych. Ostatnio jednak w związku z rozwojem metod numerycznych oraz optycznych metod pomiaru przemieszczeń coraz częściej stosuje się analizę odwrotną i metody optymalizacji do wyznaczenia parametrów materiałowych na podstawie badań przeprowadzanych na próbkach ze znacznymi niejednorodnościami pól naprężenia, odkształcenia i przemieszczenia [20]. Przykładem tego typu badania w tej pracy może być test wgniatania, który w ogólności może być użyty nie tylko do oceny cech materiału w zakresie znacznych deformacji, ale także do wyznaczenia parametrów modeli konstytutywnych np. hipersprężystości. Kolejnym aspektem poruszanym w niniejszym artykule jest starzenie materiału [21]. Przedstawiony tutaj przypadek starzenia w żaden sposób nie może być oceniony ilościowo, wynika tylko i wyłącznie z upływu czasu. Niemniej jednak wydaje się, że ocena właściwości materiału po upływie ponad 30 lat pozwala na wyciągniecie jakościowych wniosków odnośnie trwałości elastomerów w realnej perspektywie czasowej.

### 2. MATERIAŁY DO BADAŃ

#### 2.1. MATERIAŁ ŁOŻYSKA ELASTOMEROWEGO O NOŚNOŚCI 0,6 MN Z KOŃCA LAT OSIEMDZIESIĄTYCH XX WIEKU (MATERIAŁ A - CR)

Pierwszy z analizowanych w tej pracy materiałów pochodzi z łożyska elastomerowego o nośności 0,6 MN wyproduko-

(for example in the case of bituminous binders, bituminous mixtures, metals heated up to elevated temperatures, elastomeric pads of pot bearings, etc.) it is definitely insufficient for modelling elastomers in elastomeric bridge bearings which are subjected to large deformations during service life [3]. Therefore, when the objective is to determine the mechanical parameters of materials for modelling the bridge bearings with different load types [2, 17, 18], tests of other type are needed, as described in [19].

In the case of hyperelastic or visco-hyperelastic constitutive models of isotropic materials it is necessary to perform large deformation tests with different loading and deformation modes. In most cases, approximately uniform stress/strain states are generated in the specimens subjected to test loading (uniaxial tension, biaxial tension, uniform compression, pure shearing, etc.) and then it is possible to determine the mechanical parameters of the material on the basis of analytical solutions with the application of non-linear optimisation methods. However, with the recent development of numerical methods and application of optical sensors for measurement of displacements, inverse analysis is increasingly used in combination with optimisation methods to determine mechanical parameters of materials on the basis of tests preformed on specimens with highly non-homogenous stress, strain and displacement fields [20]. The indentation test used in this project is an example of such tests and in general it can be used not only for evaluating the properties of materials subjected to large strains but also for determining the parameters of constitutive models, hyperelasticity models for example. The next issue dealt with in this paper is an ageing of the material [21]. The ageing case presented in this paper does not classify for quantitative evaluation due to purely time-related type of ageing. Still, evaluation of the properties of over 30-year old material could be used to derive some qualitative conclusions regarding durability of elastomers in real time scale.

### 2. MATERIALS USED IN THE RESEARCH 2.1. MATERIAL OF ELASTOMERIC BEARING OF 0.6 MN LOAD CAPACITY, MANUFACTURED IN 1980s (MATERIAL A - CR)

The first material analysed in this research comes from an elastomeric bearing of 0.6 MN load capacity, manufactured by Zakłady Gumowe Górnictwa in Bytom, Poland at the end of 1980s [22, 23]. The chemical composition of the chlorinated rubber (CR) elastomer is given in Table 1.

wanego pod koniec lat osiemdziesiątych XX wieku przez Zakłady Gumowe Górnictwa w Bytomiu [22, 23]. Skład elastomeru na bazie chlorokauczuku (CR) zamieszczono w Tabl. 1.

Table 1. Elastomer composition – material A (CR) Tablica 1. Skład elastomeru – materiał A (CR)

Name of the component / Nazwa surowca	Percent by weight [wt%] / Udział procentowy na jednostkę masy [%]		
Butaclor MH-30	24.6		
Neoprene / Neopren GRT	36.8		
Magnesium oxide / Tlenek Magnezu MgO	2.6		
Zinc oxide / Tlenek Cynku ZnO	2.9		
Dibutyl phthalate / Ftalan dwubutylu	6.1		
Carbon black Corax / Sadza Corax A	23.9		
Zinc stearate / Stearynian Cynku	0.6		
Thiuram	0.5		
Stabilizer / Stabilizator AR	1.0		
Pharmaceutical white oil / Olej wazelinowy	0.3		
Robac 22	0.7		

Łożysko elastomerowe oryginalnie miało wymiary: 190×320×72 mm i projektowaną nośność wynoszącą 0,6 MN. Łożysko zbrojone było pięcioma blachami stalowymi o grubości 3 mm, o wymiarach w planie takich aby zapewnić zewnętrzną warstwę ochronną dla stali wynoszącą 4,5 mm (tj. 181×311 mm). Łożysko pod koniec 1987 roku poddane zostało badaniom w Instytucie Badawczym Dróg i Mostów w Warszawie przez dr. inż. Andrzeja Niemierkę. Na przedmiotowym egzemplarzu wykonano test nośności na ściskanie, a uzyskane wyniki opisano w pracy [22]. Łożysko po wykonaniu testu nośności zostało przecięte na cztery części, tak aby odsłonić strukturę wewnętrzną łożyska i ocenić ewentualne uszkodzenia elastomeru i blach zbrojenia. Jeden z czterech elementów oznaczony jako 9W zaprezentowano na rysunku 7 w pracy [22]. Element ten przez kolejne lata był magazynowany w warunkach temperatury i wilgotności typowych dla biur i ogrzewanych magazynów. Nie był wystawiony na ekspozycję słoneczną. W kwietniu 2015 r. ponownie wykonano dokumentację fotograficzną elementu i pobrano z niego próbki materiału do badań. Przykładowe zdjęcie elementu przed pobraniem próbek do badań materiałowych przedstawiono na Rys. 1.

Fig. 1. Part of 9W elastomeric bearing subjected to compression test in 1987 – state in April 2015; the photo in figure 7 in [22] Rys. 1. Część łożyska elastomerowego 9W poddanego badaniu nośności na ściskanie w roku 1987 – stan w kwietniu 2015 r.; zdjęcie zamieszczone na rysunku 7 w [22]

Originally the bearing had the dimensions of  $190 \times 320 \times$ ×72 mm and 0.6 MN load capacity. It was reinforced with five 3 mm thick steel plates of 118×311 mm in size with 4.5 mm thick protective cover. At the end of 1987 the bearing was tested at Road and Bridge Research Institute in Warsaw Branch by Dr. Andrzej Niemierko. The bearing was subjected to compression test and the results were presented in [22]. After the load capacity test the bearing was cut into four parts to expose the internal structure to check the test piece for damage to the elastomer and/or to the reinforcing plates. One of the four pieces, designated 9W is presented in Fig. 7 in [22]. For the following years it was stored at temperature and humidity conditions typical of offices and heated storage facilities. It was not exposed to solar radiation. In April 2015 it was photographed once again and samples were cut for testing. One of the photographs taken at that time before cutting the samples is presented in Fig. 1.



Na podstawie sporządzonej dokumentacji fotograficznej i analizy stanu łożyska można stwierdzić:

- a) W trakcie realizacji testu ściskania łożyska do wyczerpania jego nośności nastąpiło zerwanie jednej z blach zbrojenia.
- b) Pozostałe blachy są lokalnie odkształcone poza granicę plastyczności stali, co potwierdzają zachowane deformacje trwałe.
- c) W przypadku znacznej powierzchni interfejsów elastomer-blacha nastąpiło zniszczenie adhezyjne połączenia, niemniej jednak w przypadku powierzchni interfejsów zlokalizowanych w okolicach obwodowych łożyska połączenie jest w nienaruszonym stanie.
- d) Lokalnie zaobserwować można też zniszczenie kohezyjne w elastomerze, ale należy podejrzewać, że nastąpiło ono jako następstwo przemieszczania się zerwanej blachy zbrojenia.
- e) Widać wyraźne ślady utleniania w przypadku stali zbrojącej (widoczna lokalnie postępująca korozja) jak i w przypadku elastomeru.

### 2.2. ELASTOMER WSPÓŁCZEŚNIE STOSOWANY DO PRODUKCJI ŁOŻYSK MOSTOWYCH (MATERIAŁ B - NR)

Dzięki uprzejmości firmy, która jest bezpośrednim producentem elastomerowych łożysk mostowych otrzymano materiały do badań w postaci elastomerowych elementów powierzchniowych o wymiarach w planie 292×198 mm i różnych grubościach, których datę produkcji ustalono na maj 2015 roku. Niestety firma nie zgodziła się na podanie nazwy handlowej materiału, gdyż byłoby to równoznaczne z ujawnieniem jego składu. Wiadomo jedynie, że jest to guma wykonana na bazie kauczuku naturalnego (NR) i spełnia wymagania normy PN-EN 1337 [24, 25].

#### 2.3. ELASTOMER O SKŁADZIE CHEMICZNYM JAK MATERIAŁ A WYPRODUKOWANY WSPÓŁCZEŚNIE (MATERIAŁ C - CR)

W celu oceny wpływu starzenia w przypadku materiału A, na podstawie składu zamieszczonego w Tabl.1 wyprodukowano w Zakładzie Badawczo-Doświadczalnym Technologii Elastomerów Instytutu Inżynierii Materiałów Polimerowych i Barwników w Piastowie analogiczny materiał, który możemy traktować jako materiał referencyjny (niepostarzony). W przypadku materiału A starzenie odbywało się jako proces niekontrolowany i związane jest głównie z wiekiem The following conclusions were drawn from the photos and condition evaluation of the bearing:

- a) Failure in compression test occurred by rupture of one of the reinforcing plates.
- b) The remaining plates got locally deformed beyond yield point as evidenced by retained permanent strain.
- c) Debonding of elastomer-steel interfaces was limited to larger areas and the interfaces at the perimeter of the test piece have remained intact.
- d) Moreover, cohesive failure can be found locally in the elastomer, yet this can be attributed to the steel plate displacement following rupture.
- e) Traces of oxidation can be clearly seen on both the steel plates and on the elastomer (in the first case progressive corrosion has also been observed locally).

#### 2.2. ELASTOMER CURRENTLY USED FOR PRODUCTION OF BRIDGE BEARINGS (MATERIAL B - NR)

The material used for testing were surface elastomeric elements with horizontal dimensions of 292×198 mm and different thicknesses produced in May 2015, obtained by the courtesy of elastomeric bridge bearings manufacturer. Unfortunately, the trade name of the material could not be disclosed as it would mean disclosing of its composition. What we know is that it is a natural rubber based material meeting the requirements of EN 1337 [24, 25].

#### 2.3. ELASTOMER WITH CHEMICAL COMPOSITION LIKE MATERIAL A FROM CONTEMPORARY PRODUCTION (MATERIAL C - CR)

For evaluation of the effect of ageing on the performance of material A a control (non-aged) sample was produced at the Elastomer Research Centre of IIMPiB Piastów, Poland using the composition given in Table 1. In the case of material A ageing was an uncontrolled process and its effects are related primarily to the age of the sample cut from the bearing. It is not possible to determine the level of exposure to UV rays, oxidation rate or the effect of repeated loading of the bearing resulting in deterioration of the material.

# **3. TESTING PROCEDURE**

All the tests whose results are presented and analysed below were conducted with the use of DMA rheometer. The tests were carried out mainly under dual cantilever setup on materiału pobranego z łożyska. Nie jest możliwe określenie stopnia ekspozycji na promieniowanie UV, szybkości utleniania czy wpływu powtarzalnych obciążeń łożyska powodujących degradację materiału.

### 3. METODOLOGIA BADAWCZA

Wszystkie badania, których wyniki są dalej prezentowane i analizowane, zostały przeprowadzone za pomocą reometru DMA. Badania przeprowadzono głównie w trybie tzw. "podwójnego wspornika" na próbkach pryzmatycznych, które były cyklicznie zginane przy tzw. wymuszeniu przemieszczeniowym albo siłowym. Badania te uzupełniono o wyniki testu twardości Shore'a oraz wyniki próby wgniatania.

Badania z wykorzystaniem reometru DMA przeprowadza się na stosunkowo niewielkich próbkach, które wraz z systemem ich mocowania są umieszczone w komorze termicznej. Temperatura w tej komorze może być regulowana w zakresie od -100°C do 600°C zgodnie z uprzednio zadanym programem. Obniżanie temperatury w komorze jest realizowane poprzez nadmuch zimnego powietrza z chłodziarki ACS, zaś jej podwyższanie jest możliwe w wyniku ogrzewania komory przy zastosowaniu grzałek elektrycznych. W przypadku testu cyklicznego zginania końce próbki pryzmatycznej są mocowane w specjalnych uchwytach, które w trakcie badania są nieruchome, zaś przez uchwyt środkowy można realizować obciążenie zadając je w trybie sterowania siłowego albo w trybie sterowania przemieszczeniowego (Rys. 2 i 3). Ruchomy element reometru, przez który przekazywane jest obciążenie jest łożyskowany przy zastosowaniu łożysk powietrznych, a więc opory jego ruchu, które w sposób istotny wpływają na wyniki pomiarów, mogą być zminimalizowane. Podstawowe eksperymenty doświadczalne, wykonywane w celu wyznaczenia parametrów relacji lepkosprężystości w przypadku teorii małych odkształceń, w praktyce są traktowane jako zadania quasi-statyczne. Metodologia poszczególnych badań opisana jest w wielu monografiach i w kontekście różnych typów materiałów konstrukcyjnych, np. [13] i [26].

Fig. 3. Elastomer specimen placed in the indentation test fixture Rys. 3. Próbka elastomerowa umieszczona w przystawce do wykonywania testu wgniatania

prismatic specimens which were subjected to cyclic loador displacement-controlled bending. Shore's hardness and indentation tests were carried out to obtain additional data of interest.

DMA tests are carried out on relatively small specimens which together with holder are placed inside the temperature chamber. The chamber temperature can be controlled in the range of -100°C to 600°C according to the preset program. In the test setup cold air from ASC unit was supplied to the chamber to lower the temperature and electric heaters were the source of heat. In the cyclic bending test the ends of prismatic specimen were fitted in special fixed grips and load was applied through the middle grip in load- or displacement-controlled regime (Figs. 2 and 3). The moving element of rheometer through which load was applied on the specimen was supported on air bearings to minimise the resistance to movement which affects the measurement results. The basic experiments conducted to determine the parameters of viscoelastic relations valid for the infinitesimal strain theory are, in common practice, treated as quasi-static problems. The regimes of the tests used in this research are described in many monographs and with respect to different types of structural materials, for example in [13] and [26].



Fig. 2. Elastomer specimen fitted in double cantilever clamp Rys. 2. Próbka elastomerowa zamontowana w uchwycie typu "podwójny wspornik"



Z prób o wymuszeniach harmonicznych [27], o zadanej częstości kołowej:  $\omega = 2\pi f$  (*f* jest częstotliwością w Hz) po przyjęciu założenia o liniowości własności lepkosprężystych badanego materiału, można wyznaczyć tzw. zespolone moduły sztywności  $E^*(\omega)$  (w ogólności z badań otrzymujemy zbiory tych modułów dla poszczególnych częstości/ częstotliwości). Zakładając wymuszenie kinematyczne (będące w eksperymencie częścią rzeczywistą albo urojoną poniższej funkcji):

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 e^{i\omega t} = \varepsilon_0 (\cos \omega t + i \sin \omega t), \qquad (1)$$

(gdzie  $i^2 = -1$ ), ze względu na dyssypację energii, otrzymamy w odpowiedzi (po ustaleniu się stanu równowagi):

$$\sigma(t) = \sigma_0 e^{i(\omega t + \delta)} = \sigma^* e^{i\omega t} , \qquad (2)$$

gdzie  $\omega$  jest znaną częstością wymuszenia, a  $\delta$  kątem przesunięcia fazowego. Moduł zespolony sztywności jest zdefiniowany następująco:

$$E^* = \sigma^* / \varepsilon_0, \ E^* = E' + iE'' = \left| E^* \right| (\cos \delta + i \sin \delta).$$
 (3)

Część rzeczywistą modułu zespolonego nazywa się często dynamicznym modułem sprężystości, a część urojoną modułem stratności, ponieważ określa rozpraszanie energii [1]. Składowe rzeczywista i urojona modułu są funkcjami rzeczywistymi dodatniej zmiennej  $\omega$ . Tangens kąta przesunięcia fazowego  $\delta$  wyraża się wzorem:

$$tg\delta = E''/E' \tag{4}$$

i często nazywany jest stratnością mechaniczną [21]. Moduł *E*" jest odpowiedzialny za rozpraszanie energii. Zakładając odkształcenie w postaci funkcji:

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \sin \omega t = \varepsilon_0 \sin(2\pi f t), \qquad (5)$$

otrzymamy następującą funkcję naprężenia:

$$\sigma(t) = \sigma_0 \sin(\omega t + \delta) = \varepsilon_0 E' \sin \omega t + \varepsilon_0 E'' \cos \omega t .$$
 (6)

Widać, że odpowiedź jest złożona z dwóch elementów o różnych amplitudach. Pierwszy element jest zgodny w fazie z zadanym wymuszeniem, zaś drugi jest przesunięty w fazie o kąt  $\pi/2$ . W jednym cyklu obciążenia i odciążenia (o okresie  $1/f \equiv T$ ) występuje rozpraszanie energii, które jest wprost proporcjonalne do E'' [27]:

$$\int_{0}^{1/j} \sigma \dot{\varepsilon} dt = \pi \varepsilon_{0}^{2} E'' = \pi \varepsilon_{0}^{2} E' \mathrm{tg} \delta .$$
<sup>(7)</sup>

W ogólności w DMA można zastosować wiele uchwytów różnego typu, które realizują odmienne typy deformacji takie jak: ścinanie, ściskanie, rozciąganie, zginanie, wgniatanie itp. W związku z tym w celu uzupełnienia badań, przeprowadzono także testy wgniatania, a więc wciskania wgłębnika o kulistej końcówce w badany materiał (Rys. 3). Assuming linear viscoelastic behaviour of the tested materials the results of tests using harmonic excitation [27] with preset angular frequency of:  $\omega = 2\pi f$  (where f is the frequency in Hz) can be used to calculate the complex modulus of elasticity  $E^*(\omega)$  (generally the tests provide sets of values of complex moduli for the respective frequencies/angular frequencies). Assuming kinematic excitation (which in the experiment is the real or imaginary part of the following function):

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 e^{i\omega t} = \varepsilon_0 (\cos \omega t + i \sin \omega t), \qquad (1)$$

(where  $i^2 = -1$ ), the response, due to dissipation of energy, will be (after reaching the equilibrium state):

$$\sigma(t) = \sigma_0 e^{i(\omega t + \delta)} = \sigma^* e^{i\omega t} , \qquad (2)$$

where  $\omega$  is a known angular frequency of excitation and  $\delta$  is the phase shift angle. The complex stiffness modulus is defined as follows:

$$E^* = \sigma^* / \varepsilon_0, \ E^* = E' + iE'' = E^* |(\cos \delta + i \sin \delta).$$
 (3)

The real part of the complex stiffness modulus is called elastic (or storage) modulus and the imaginary part representing the dissipation of energy is called damping (or loss) modulus [1]. The real and imaginary parts of the complex stiffness modulus are real functions of a positive variable  $\omega$ . The tangent of the phase shift angle  $\delta$  is expressed by the following equation:

$$\tan \delta = E''/E' \tag{4}$$

and it is often called mechanical loss coefficient [21]. Modulus E'' is associated with dissipation of energy. Assuming the following function to describe strain:

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \sin \omega t = \varepsilon_0 \sin(2\pi f t), \qquad (5)$$

yields the following stress function:

$$\sigma(t) = \sigma_0 \sin(\omega t + \delta) = \varepsilon_0 E' \sin \omega t + \varepsilon_0 E'' \cos \omega t .$$
 (6)

As it can be seen, the response comprises of two elements of different amplitudes. The first element is in phase with excitation and the second is shifted out of phase by an angle of  $\pi/2$ . The amount of energy dissipated in one loading/unloading cycle (with period of  $1/f \equiv T$ ) is directly proportional to E'' [27]:

$$\int_{0}^{1/J} \sigma \dot{\varepsilon} dt = \pi \varepsilon_{0}^{2} E'' = \pi \varepsilon_{0}^{2} E' \tan \delta .$$
<sup>(7)</sup>

Generally, different types of specimen holders can be used in DMA for different deformation modes, namely: shearing, compression, tension, bending, indentation, etc. Hence, in order to obtain a more thorough picture, indentation tests were carried out in which a spherical-tip indenter was pressed into the tested material (Fig. 3). W tego typu teście nie realizuje się jednorodnych pól przemieszczeń, odkształceń i naprężeń, ale realizuje się ich istotną niejednorodność. Badanie tego typu jest bardzo łatwe do przeprowadzenia i pośrednio pozwala na ocenę właściwości sprężystych, lepkich i plastycznych materiałów.

# 4. WYNIKI BADAŃ WŁAŚCIWOŚCI TERMO-MECHANICZNYCH ELASTOMERÓW W DMA

#### 4.1. POMIAR MODUŁÓW ZESPOLONYCH W TEŚCIE Z LINIOWYM WZROSTEM TEMPERATURY - TEMPERATURA ZESZKLENIA

Z literatury przedmiotu wynika, że temperaturę zeszklenia można wyznaczyć na kilka sposobów [21, 26, 28]. Trzy najpopularniejsze bazuja odpowiednio na wykresach cześci sprężystej i lepkiej modułu zespolonego sztywności oraz tangensa kąta przesunięcia fazowego w funkcji temperatury (Rys. 4-6). W ogólności badanie, na podstawie którego określa się temperaturę zeszklenia, realizuje się w następujący sposób: wykonuje się ciągły pomiar modułu zespolonego przy wymuszeniu przemieszczeniowym (z maksymalnym odkształceniem wzdłuż osi próbki pryzmatycznej o wartości np. 0,1%) i wybranej częstotliwości (np. 10 Hz) zmieniając liniowo temperaturę (np. od wartości -70°C z prędkością 2°C/min do wartości końcowej temperatury wynoszącej 120°C). Następnie analizie poddaje się uzyskane wyniki dotyczące części rzeczywistej i urojonej modułu sztywności oraz tangensa kąta przesunięcia fazowego w funkcji temperatury. Analizując poszczególne wykresy można stwierdzić, że każdy z nich ma dość charakterystyczny dla elastomerów przebieg. W przypadku wykresu tangensa kąta przesunięcia fazowego (Rys. 6) wykres ma wyraźne maksimum globalne przy określonej temperaturze, która jest interpretowana jako temperatura zeszklenia  $T_z^{\operatorname{tg}\delta}$ . W przypadku wykresów części urojonej modułu zespolonego (Rys. 5) czyli E''(T) można zauważyć, że mają zbliżony charakter do wykresów tangensa kata przesunięcia fazowego. W związku z tym sposób wyznaczania temperatury zeszklenia  $T_z^{E^*}$ jako temperatury odpowiadającej maksymal-nej wartości części urojonej na wykresie jest również taki sam. Inny charakter ma jednak funkcja E'(T), która jest funkcją monotoniczną (Rys. 4), tj. ciągle malejącą przy wzroście temperatury. Można jednak w szerokim zakresie temperatury wyróżnić trzy przedziały, w których funkcje z dobrym przybliżeniem można aproksymować funkcją liniowa. W tych trzech przedziałach, środkowy ma współSignificant non-homogeneity of displacement, strain and stress fields are applied in this test. This type of testing is very easy to perform and it enables indirect evaluation of elastic, viscous and plastic properties of materials.

# 4. DETERMINATION OF THE THERMO-MECHANICAL PROPERTIES OF ELASTOMERS USING DMA

#### 4.1. DETERMINATION OF THE COMPLEX MODULUS IN THE TEST WITH LINEAR INCREASE OF TEMPERATURE - GLASS TRANSITION TEMPERATURE

Several methods to determine the glass transition temperature are reported in references [21, 26, 28]. The three most popular of them are based respectively on the graphs of the elastic and viscous parts of the complex stiffness modulus and the phase shift tangent vs. temperature graph (Figs. 4-6). Generally the tests to determine the glass transition temperature follow the procedure as described below: complex modulus is measured continually under displacement controlled loading (with controlled maximum strain along the prismatic specimen axis with exemplary value 0.1%) and at a chosen frequency (for example 10 Hz) under linearly changing temperature (for example from the initial temperature of -70°C to the final temperature of 120°C increasing at a rate of 2°C/minute). The next step is an analysis of results relevant to the real and imaginary parts of the complex modulus and to the tangent of phase shift values as a function of temperature. Analysing the curves we can see that they follow a pattern which is quite typical of elastomers. In the case of the tangent of phase shift curve (Fig. 6) there is a distinct global peak at a specific temperature which can be interpreted as the glass transition temperature  $T_z^{\tan\delta}$ . In turn, the curves of the imaginary part of the complex modulus (Fig. 5), that is E''(T) follow a similar pattern to the curves of the tangent of the phase shift angle. Hence, the glass transition temperature  $T_z^{E^*}$  will be determined in the same way, as a temperature corresponding to the maximum value of the imaginary part in the graph. E'(T) function is different in that, it is monotone decreasing with the increase in temperature (Fig. 4). However, three intervals can be identified in the wide temperature range in which the function can be approximated by a linear function with a good degree of accuracy. In the three intervals, the middle one has the highest slope module and is used as the basis for determining the glass transition temperature  $T_z^{E'}$ . The limits of czynnik kierunkowy o najwyższej wartości bezwzględnej i jest bazą do wyznaczenia temperatury zeszklenia  $T_z^{E'}$ . Granice przedziału są określane jako wartości temperatury odpowiadające punktom przecięcia liniowych aproksymacji we wszystkich trzech przedziałach, a temperatura zeszklenia jest temperaturą określoną jako środek tego przedziału.

the interval are defined as the temperatures corresponding to the points of intersection of the linear approximations in all the three intervals and the glass transition temperature is determined at the midpoint of that interval.



Fig. 4. Real part of the complex stiffness modulus E'(T) in [MPa] as a function of temperature (f=10 Hz,  $\varepsilon_{max}=0.001$ ,  $v_{T}=2^{\circ}$ C/min) Rys. 4. Część rzeczywista zespolonego modułu sztywności E'(T) w [MPa] w funkcji temperatury (f=10 Hz,  $\varepsilon_{max}=0.001$ ,  $v_{T}=2^{\circ}$ C/min)



Fig. 5. Imaginary part of the complex stiffness modulus E''(T) in [MPa] as a function of temperature (*f*=10 Hz,  $\varepsilon_{max}$ =0.001,  $v_{\tau}$ =2°C/min)

Rys. 5. Część urojona zespolonego modułu sztywności E''(T) w [MPa] w funkcji temperatury (f=10 Hz,  $\varepsilon_{max}$ =0,001,  $v_{\tau}$ =2°C/min)

Temperatura zeszklenia jako parametr fizyczny charakteryzujący elastomery wykorzystywane w łożyskach mostowych ma dość istotne znaczenie. W ogólności przekroczenie tej temperatury (wejście w stan "szklisty") prowadzi do gwałtownego spadku możliwości tłumiących łożyska przy jego jednoczesnym istotnym usztywnieniu, co można zaobserwować porównując wykresy na Rys. 4 i 6 w zakresie od -70°C do -20°C. Praca łożyska przy takich wartościach temperatury może prowadzić do pękania elastomeru, utraty połączenia między elementami zbrojącymi a elastomerem czyli w konsekwencji do jego uszkodzenia. Wartości In the case of elastomers used for production of bridge bearings the glass transition temperature is a quite important physical parameter. In general, upon exceeding the glass transition temperature (entering the glassy region) the damping performance of the bearing drops rapidly which is accompanied by considerable stiffening of the material as it can be seen by comparing the -70°C to -20°C part of the graphs in Fig. 4 and in Fig. 6. In-service loading of the bearing at such temperatures can cause cracking of elastomer, debonding of steel/elastomer interfaces, this meaning failure of the device. The glass temperatury zeszklenia wyznaczone trzema sposobami zestawiono w Tabl. 2. Zauważyć można, że niezależnie od metody wyznaczania najniższą wartość temperatury zeszklenia uzyskano w przypadku próbki B (NR) i wynosi ona  $T_z^{E^*}$ = -52,7°C. Analizując wyniki temperatury zeszklenia w przypadku próbek A i C (postarzonej i niepostarzonej CR), stwierdzić można, że starzenie materiału sprawia, że temperatura zeszklenia przyjmuje coraz wyższe wartości. Dla próbki A wartość temperatury zeszklenia wynosi  $T_z^{\text{tg}\delta}$  = -22,2°C, a więc jest to wartość, która w okresie zimowym z łatwością może być przekroczona. transition temperatures determined in three ways are presented in Table 2. In all methods the lowest glass transition temperature was obtained for the specimen B (NR):  $T_z^{E'} = -52.7^{\circ}$ C. Analysing the glass transition temperatures determined for specimens A and C (aged and non-aged CR) we can see that ageing has an increasing effect thereon. The glass transition temperature determined on specimen A is  $T_z^{\tan \delta} = -22.2^{\circ}$ C which can be easily exceeded in winter.



Rys. 6. Wartość tg  $\delta = E'' / E'$  w funkcji temperatury T (f=10 Hz,  $\varepsilon_{max}$ =0,001,  $v_T$ =2°C/min)

Table 2. Glass transition temperatures determined with different methods Tablica 2. Wartości temperatury zeszklenia wyznaczone przy zastosowaniu odmiennych metod

Material designation Oznaczenie materiału	$T_z^{\tan\delta}$ [°C]	$T_z^{E^*}[^{\circ}\mathrm{C}]$	$T_z^{E'}$ [°C]
А	-22.2	-29.7	-29.4
В	-45.7	-52.7	-43.7
С	-26.9	-33.4	-28.6

Część rzeczywista zespolonego modułu sztywności w zakresie temperatury typowej pracy łożyska elastomerowego tj. od -20°C do 50°C ma najwyższą wartość w przypadku materiału A, zaś najniższą w przypadku materiału C. Różnica ta może być interpretowana jako wpływ starzenia materiału. W celu lepszej wizualizacji tego wpływu na Rys. 7 zamieszczono wykres różnicy procentowej normy modułu zespolonego określonej zgodnie ze wzorem:

$$DE_{IJ}^{*} = \frac{\left|E_{I}^{*}\right| - \left|E_{J}^{*}\right|}{E_{J}^{*}} \cdot 100\%, \ I, J \to A, B, C \quad (8)$$

dla materiału A i C  $(DE_{4C}^{*})$  w funkcji temperatury badania.

The real part of the complex modulus of elasticity in typical operating temperatures of -20°C to 50°C obtains the highest value for the material A and the lowest value for the material C. This difference can be attributed to the effect of ageing. This effect is clearly illustrated in the graph in Fig. 7 showing percent difference of the norm of the complex modulus determined according to the equation:

$$DE_{IJ}^{*} = \frac{\left|E_{I}^{*}\right| - \left|E_{J}^{*}\right|}{E_{J}^{*}} \cdot 100\%, \ I, J \to A, B, C$$
(8)

for materials A and C (i.e.  $DE_{AC}^*$ ) as a function of test temperature. For the temperatures approaching -25°C the

Dla temperatury bliskiej -25°C wartość normy modułu zespolonego uzyskanego dla materiału A jest większa o ponad 270% od wartości dla materiału C. W zakresie temperatury od 0°C do 50°C różnica ta jest niemal stała i nieznacznie większa niż 100%. value of the norm of the complex complex modulus of material A is by over 270% higher than that corresponding for material C. Between 0°C and 50°C the difference is almost constant and slightly higher than 100%.



Fig. 7. Percent difference in the value of norm of complex stiffness modulus  $DE_{AC}^{*}$  between materials A and C (aged and non-aged) as a function of temperature T

Rys. 7. Różnica procentowa w wartości normy modułu zespolonego  $DE_{AC}^{*}$  między materiałem A i C (postarzony i niepostarzony) w funkcji temperatury T

Na Rys. 8 zaprezentowano natomiast różnicę procentową między normą modułu zespolonego materiału B i C. Na wykresie tym porównano niestarzony materiał NR i CR. Sztywność materiału B jest w zakresie typowej temperatury pracy największa i waha się od 0 do 100%. Funkcja  $DE_{BC}^{*}(T)$  jest w szerokim zakresie temperatury bardzo zmienna, wykazując dużą wrażliwość materiałów na zmieniającą się temperaturę. Fig. 8 in turn presents the percentage difference between the norm of the complex modulus between materials B and C. The graph compares non-aged materials NR and CR. The highest stiffness at typical operating temperatures was obtained for material B, varying between 0% and 100%. Function  $DE_{BC}^{*}(T)$  highly variable over the wide temperature range indicating high sensitivity of the materials to temperature variation.



Fig. 8. Percent difference in the value of norm of complex stiffness modulus  $DE_{BC}^{*}$  between materials B and C (currently used NR and non-aged CR) as a function of temperature T

Rys. 8. Różnica procentowa w wartości normy modułu zespolonego  $DE_{BC}^{*}$  między materiałem B i C (NR obecnie stosowany i niepostarzony CR) w funkcji temperatury T

#### 4.2. POMIAR MODUŁÓW ZESPOLONYCH -KRZYWA WIODĄCA

W standardowej sytuacji z badania zginania belki elastomerowej otrzymujemy wartości modułów zespolonych (część rzeczywistą i urojoną oraz kąt przesunięcia fazowego) dla ustalonych wartości temperatury  $T_i$  i ustalonych wartości częstotliwości  $f_i$ . Jako że kalibracja jakiegokolwiek bardziej złożonego modelu konstytutywnego na podstawie tylko wybranych i ograniczonych wartości temperatury i częstotliwości jest niemożliwa, dlatego trzeba rozszerzyć dziedzinę funkcji. Zakłada się wtedy, że zachodzi tzw. analogia temperaturowo-czasowa (częstotliwościowa) [21] i stosuje się np. wzór Arrheniusa:

$$a_{T} = \exp\left[\frac{dH}{k}\left(\frac{1}{\theta} - \frac{1}{273 + T_{R}}\right)\right],$$
 (9)

gdzie:

 $a_T$  – współczynnik przesunięcia temperaturowoczęstotliwościowego,

 $T_{R}$  – temperatura odniesienia,

- H energia aktywacji procesu,
- k stała Boltzmanna,
- $\theta$  temperatura w skali Kelvina.

Parametr  $a_T$  jest współczynnikiem skalującym częstotliwości  $f_i$  zgodnie ze wzorem:

$$\left| E^{*}(T_{i},f_{i}) \right| = \left| E^{*}(T_{j},f_{j}) = a_{T}(T_{i},T_{j}) \cdot f_{i} \right|.$$
(10)

Analogiczną zależność można zapisać dla kąta przesunięcia fazowego:

$$\delta(T_i, f_i) = \delta(T_j, a_T(T_i, T_j) \cdot f_i).$$
(11)

Należy podkreślić, że w tym artykule analogia temperaturowo-czasowa i wzór Arrheniusa jest stosowany w celu rozszerzenia zakresu częstotliwości przy tworzeniu tzw. krzywej wiodącej w temperaturze odniesienia  $T_R$  zgodnie ze wzorem (10) [15]. Wzór (10) pozwala na odpowiednie przeliczenie wyników uzyskanych dla wyższych lub niższych (od temperatury referencyjnej) wartości temperatury. I tak w przypadku niższych wartości temperatury współczynnik skalujący zwiększa wartość częstotliwości, zaś w przypadku wyższych wartości temperatury zmniejsza wartość częstotliwości. Zabieg ten pozwala rozszerzyć dziedzinę częstotliwości poza zakres sprzętowo możliwych do wykonania pomiarów. W ogólności przy wyznaczaniu parametrów materiałowych modeli reologicznych zawsze konieczne jest określenie granicznych wartości modułów,

#### 4.2. COMPLEX MODULI MEASUREMENTS -MASTER CURVE

For the standard elastomeric beam bending test, the values of the complex moduli (real and imaginary parts and phase shift value) for the chosen temperature  $T_i$  and frequency  $f_i$  are determined. Since it is not possible to calibrate a more complex constitutive model with selected and limited temperature and frequency data it is necessary to extend the domain of the function. To this end, assuming that the time-temperature superposition holds true [21] it is possible to use for example Arrhenius equation:

$$a_{T} = \exp\left[\frac{dH}{k}\left(\frac{1}{\theta} - \frac{1}{273 + T_{R}}\right)\right],$$
(9)

where:

 $a_{T}$  – temperature-frequency shift factor,

 $T_{R}$  – reference temperature,

- H process activation energy,
- k Boltzman constant,
- $\theta$  temperature in Kelvin.

Parameter  $a_T$  is the scaling factor of frequency  $f_i$  according to the following equation:

$$\left| E^{*}(T_{i}, f_{i}) \right| = \left| E^{*}(T_{j}, f_{j}) = a_{T}(T_{i}, T_{j}) \cdot f_{i} \right|.$$
(10)

A similar relationship can be written for the phase shift angle:

$$\delta(T_i, f_i) = \delta(T_j, a_T(T_i, T_j) \cdot f_i).$$
(11)

It must be noted that the time-temperature superposition and the Arrhenius equation are used to extend the frequency range for plotting the master curve at the reference temperature  $T_R$  according to equation (10), [15]. Equation (10) enables converting the results obtained at temperatures higher or lower than the reference temperature. The frequency is increased for temperatures below and decreased for temperatures above the reference temperature. This enables expanding the frequency domain beyond the range defined by the test equipment limitations. In general, when determining the mechanical parameters used in the rheological models of materials it is always necessary to determine the limit values of moduli, i.e. instantaneous modulus calculated as  $|E^*(T_R, f \to \infty)|$ and relaxed modulus calculated as  $|E^*(T_R, f \to 0)|$ , [27].

For the analysed elastomers the complex modulus was measured for the chosen frequencies of 0.1, 1, 2, 5, 10, 15, 20, 25 and 30 Hz in controlled displacement test with

tj. tzw. modułu "natychmiastowego"  $|E^*(T_R, f \to \infty)|$ i modułu "zrelaksowanego"  $|E^*(T_R, f \to 0)|$ , [27].

W przypadku analizowanych elastomerów przeprowadzono pomiar zespolonego modułu sztywności dla zadanych częstotliwości: 0,1, 1, 2, 5, 10, 15, 20, 25 i 30 Hz w trybie sterowania przemieszczeniowego, który realizuje maksymalne odkształcenie w kierunku osi próbki pryzmatycznej o wartości 1%. Temperaturę zmieniano skokowo co 10°C od wartości -50°C do 100°C. Oznacza to, że w sumie uzyskano 9×11 punktów pomiarowych. Każde z badań powtórzono w celu wyeliminowania ewentualnych grubych błędów pomiarowych. Uzyskane wyniki w postaci krzywych wiodacych i krzywych Black'a przedstawiono odpowiednio na Rys. 9 i 10. Na podstawie krzywych wiodących można stwierdzić, że w zakresie typowych częstotliwości pracy łożysk elastomerowych (tj. 0,1 do 10 Hz) materiał A ma najwyższą wartość normy modułu zespolonego. Dużo niższe wartości w tym samym zakresie wykazuje materiał B, choć należy zauważyć, że charakter funkcji jest identyczny jak w przypadku materiału A, tj. jednostajnie rosnacy przy wzroście częstotliwości (w skali logarytmicznej funkcja mogłaby być przybliżona linią prostą). Odmienny charakter ma natomiast funkcja normy modułu w przypadku materiału C - w zakresie analizowanych częstotliwości funkcja ma lokalne minimum (w pozostałych przypadkach była ona jednostajnie rosnaca w funkcji argumentu). Analizując z kolei krzywe Black'a dla poszczególnych materiałów można zauważyć, że wartość kąta przesunięcia fazowego nie przekracza 45° i jest najwyższa w przypadku materiału C. Krzywe Black'a dla materiałów A i B niemal nakładają się na siebie. Na podstawie ich charakterystycz-

nego kształtu można stwierdzić, że w ogólności możliwości tłumiące materiałów zależą od wartości normy modułu, a więc w przypadku łożysk mostowych pośrednio od obciążenia. Zbyt małe albo zbyt duże obciążenie nie pozwala wykorzystać w całości potencjalnych możliwości tłumiących materiału (największe możliwości tłumiące występują między 100-1000 MPa). Oczywiście przekroczenie górnej wartości normy modułu ze względów projektowych jest niemożliwe i niedozwolone i dlatego w praktyce projektowej jest ważne, aby starać się w sposób istotny dociążać łożyska tak, aby zbliżać się do dolnej granicy tego przedziału. maximum strain of 1% along the prismatic specimen axis. The temperature was varied between -50°C and 100°C at 10°C intervals. This gives to total number of 9×11 test points. Each test was repeated to eliminate potential gross errors. The results are presented as master curves and Black diagrams in Fig. 9 and in Fig. 10. The master curves show that material A has the highest norm of the complex modulus over the frequency range typical of elastomeric bearings operation (i.e. 0.1-10 Hz). Much lower values in the same range were obtained for material B, yet it is important to note the same pattern followed by the curve, i.e. steadily increasing with the increase of frequency (in logarithmic scale graph it could be well approximated with a line). A different function is obtained for material C having a local minimum in the analysed frequency range (the other functions are steadily increasing with the increase of an argument). Analysing the Black diagrams of the respective materials we can see that the phase shift never exceeds 45° and is the highest for material C. The Black diagram of material A almost coincides with the curve of material B. Considering their characteristic shape we can conclude that damping properties of materials generally depend on the value of the norm of modulus, and this being so, the damping performance of bridge bearings depends indirectly on the load level. A too small or too high load will not allow using the beneficial damping properties of the material (reaching the maximum in the range of 100-1000 MPa). Since exceeding of the upper limit of the norm of modulus is neither possible or acceptable from the engineering point of view the aim should be to increase the load as required to get close to the lower limit of that range.



Fig. 9. Master Curves - norm of the complex modulus  $|E^{\dagger}|$  as a function of reduced frequency  $\log(a_{\tau}(T_{R}, T_{j}) \cdot f_{i})$ Rys. 9. Krzywe wiodące - norma modułu zespolonego  $|E^{\dagger}|$  w funkcji częstotliwości zredukowanej  $\log(a_{\tau}(T_{R}, T_{j}) \cdot f_{i})$ 



#### 4.3. BADANIA WGNIATANIA (INDENTACJI)

Do badania wgniatania (Rys. 3) przygotowano próbki o wymiarach w planie około 16,5×16,5 mm tak, aby miały te sama grubość 5,1 mm (z dokładnościa do 0,05 mm). Następnie próbki zostały umieszczone na podstawce i poddane działaniu wgłebnika o kulistej końcówce o średnicy 2,88 mm. Badanie przeprowadzono przy sześciu wartościach temperatury: -40, -20, 0, 20, 40 i 60°C, realizując obciążenie wgłębnika stałą siłą narastającą w czasie od zera z prędkością 1 N/min do wartości 18 N. Obciążenie to jest na tyle małe, że po odciążeniu próbka wraca do oryginalnego kształtu (nie ma deformacji trwałych). Zwiększającemu się obciażeniu towarzyszy narastające w czasie przemieszczenie, którego końcową wartość po upływie czasu 18 min przedstawiono w formie wykresów słupkowych dla wszystkich trzech materiałów i różnych wartości temperatury badania (Rys. 11). Na podstawie tych badań można stwierdzić, że najbardziej podatnym na deformację materiałem niezależnie od temperatury jest materiał B, następnym w kolejności jest materiał C zaś najmniej podatnym materiał A. Identyczne wnioski można sformułować na podstawie wyników badania twardości Shore'a zamieszczonych w Tabl. 3.

#### **4.3. INDENTATION TEST**

The indentation test (Fig. 3) was performed on specimens of ca. 16.5×16.5 mm by 5.1 mm thick (measured with 0.05 mm accuracy). The specimens were placed on the test platen and pressed with indenter with 2.88 mm diameter spherical tip. The test was carried out at different temperatures of -40, -20, 0, 20, 40 and 60°C at 18 N maximum test force increased at a rate of 1 N/minute. With such a small load the sample recovers to its original shape after removing the load (no permanent deformation occur). The increase of force results in an increase of displacement whose final value after 18 minutes is presented in the bar graphs for the three materials and different test temperatures (Fig. 11). These tests allow us to conclude that material B is the most susceptible to deformation of the three tested materials, followed by C and A which is the least susceptible one. The same conclusions can be derived from the Shore's test results given in Table 3.

Table 3. Results of Shore A hardness test Tablica 3. Wartości twardości Shore'a (skala A)

Material / Materiał	А	В	С
Shore hardness, A scale / Twardość Shore'a, skala A	78	64	66

Badanie wgniatania potwierdziło wyniki uzyskane dla badania temperatury zeszklenia. W przypadku materiału A widać wyraźne usztywnienie materiału w temperaturze -40°C, które jest nieproporcjonalnie wysokie w stosunku do pozostałych materiałów. Fakt ten potwierdzają także wykresy siły w funkcji przemieszczenia wgłębnika przy badaniu w temperaturze -40°C zamieszczone na Rys. 12. The indentation test results are in line with the glass transition temperature values. In the case of material A stiffening of the material is clearly evident at the temperature of 40°C below zero and it is disproportionately higher than stiffening of other materials. This observation is confirmed by the graph in Fig. 12 showing force as a function of indenter displacement at the test temperature of 40°C Dodatkowo na Rys. 13 zamieszczono analogiczne wykresy uzyskane w temperaturze badania 20°C, ale tutaj różnice między największymi przemieszczeniami nie są aż tak znaczne. Badania wgniatania interpretowane mogą być jako zadanie kontaktowe teorii dowolnych deformacji i mogą posłużyć do pośredniego wyznaczania parametrów relacji hipersprężystości albo lepko-sprężystości dużych deformacji [20]. Przykładowo w pracy [19] zaprezentowano testy jednoosiowego ściskania, ścinania przy ściskaniu i dwuosiowego rozciągania, z których w sposób bezpośredni można wyznaczać parametry relacji konstytutywnych.



Fig. 11. Comparison of the maximum displacement corresponding to 18 N force in the temperature range of -40°C to 60°C for all the three tested materials

Rys. 11. Porównanie maksymalnego przemieszczenia odpowiadającego sile o wartości 18 N w zakresie temperatury od -40°C do 60°C dla wszystkich trzech badanych materiałów

#### 5. PODSUMOWANIE I WNIOSKI

Na podstawie przeprowadzonych badań doświadczalnych za pomocą reometru DMA można sformułować następujące wnioski:

- Wszystkie trzy badane elastomery mają typowe dla tego rodzaju materiałów cechy mechaniczne. Wykresy części rzeczywistej i urojonej zespolonego modułu sztywności i tangensa kąta przesunięcia fazowego mają charakterystyczne i bardzo zbliżone do siebie przebiegi.
- 2) Uogólniając materiał obecnie stosowany na łożyska (materiał B) w przedziale typowej temperatury jego pracy jest bardziej podatny na deformacje niż materiały A i C. Przy wartościach temperatury przekraczających 10°C wartość normy zespolonego modułu sztywności materiału A jest niższa o około 5 MPa od modułu sztywności w przypadku materiałów B i C. Z kolei przy wartościach temperatury niższych od tej wartości i dążących

below zero. In same graphs at the test temperature 20°C, presented in Fig. 13 the differences between the extreme displacements are not so big. The indentation test can be interpreted as a contact problem of the continuum large deformation theory and can be used for determining the parameters of hyperelasticity or viscohyper elasticity constitutive relationships [20]. An example of such application is reported in [19] where the results of uniaxial compression, shearing in compression and biaxial tension tests are used to indirectly determine the parameters of constitutive relations.



Fig. 12. Force as a function of indenter displacement at the test temperature of -40  $^\circ\text{C}$ 

Rys. 12. Siła w funkcji przemieszczenia wgłębnika przy badaniu w temperaturze -40°C



Fig. 13. Force as a function of indenter displacement at the test temperature of  $20^{\circ}C$ 

Rys. 13. Siła w funkcji przemieszczenia wgłębnika przy badaniu w temperaturze 20°C

do -20°C materiał A istotnie się usztywnia i wartość modułu sztywności jest ponad 5-krotnie większa od modułu sztywności w przypadku materiałów B i C (przy 10 Hz i -20°C wynosi ponad 198 MPa).

- 3) Część urojona zespolonego modułu sztywności przy temperaturze typowej dla pracy łożyska (tj. między 10°C a 50°C) przyjmuje wartości na porównywalnym poziomie dla wszystkich badanych materiałów. Przy temperaturze poniżej 10°C właściwości tłumiące materiału A są znacznie lepsze. Niemniej jednak należy stwierdzić, że poprawie właściwości tłumiących w tym zakresie temperatury towarzyszy istotny wzrost normy modułu sztywności, co nie jest korzystne z powodów przedstawionych dalej.
- 4) Niezależnie od sposobu określania tzw. temperatury zeszklenia ("temperatury zesztywnienia" według nazewnictwa występującego w normach z branży drogowej) widać wyraźnie, że jej wartość w przypadku materiału stosowanego w obecnie produkowanych łożyskach jest o 14°C – 23°C niższa niż w przypadku materiału odzyskanego ze starego łożyska. O ile w przypadku materiału stosowanego obecnie można z całą pewnością stwierdzić, że łożysko nigdy w trakcie normalnej pracy (jako łożysko mostowe poddane działaniu naturalnych czynników pogodowych) nie będzie poddane wartościom temperatury niższym od temperatury zeszklenia, o tyle w przypadku łożyska starego pewności takiej nie ma. Ze względu na to, że przy zbliżaniu się do temperatury zeszklenia wartość normy zespolonego modułu sztywności rośnie wielokrotnie (po jej przekroczeniu nawet kilkuset razy), to może to prowadzić do delaminacji łożyska, tj. odspajania elementów elastomerowych od elementów zbrojenia w postaci płyt stalowych, a więc do zniszczenia łożyska.
- 5) Wpływ starzenia materiału wraz z upływem czasu (porównanie właściwości materiału A i C) jest dość wyraźny i objawia się wzrostem wartości normy modułu sztywności o około 100% w zakresie temperatury od 0°C do 70°C. Obniżanie temperatury poniżej zera skutkuje wzrostem tej różnicy aż do blisko 300% w temperaturze zbliżonej do temperatury zeszklenia.
- 6) Reometr DMA jest urządzeniem umożliwiającym bardzo wnikliwą analizę właściwości mechanicznych materiałów elastomerowych w szerokim zakresie temperatury (-100°C do 600°C), częstotliwości (0,01 Hz do 200 Hz) i deformacji. Połączenie tego typu wyników z technikami modelowania numerycznego MES może pozwolić na racjonalne przewidywanie zachowania łożysk mostowych

### 5. SUMMARY AND CONCLUSIONS

The results of experimental research carried out with DMA allow us to conclude as follows:

- 1) All the three tested elastomers have mechanical properties typical of materials of this kind. The curves of the real and imaginary part of the complex modulus of elasticity and the shift angle curves follow a characteristic and similar pattern.
- In general in the typical range of operating temperatures the material currently used for production of bearings (material B) is more susceptible to deformation than materials A and C. At the temperatures exceeding 10°C the value of norm of the complex modulus of elasticity of material A is lower by ca.
   MPa than the modulus of elasticity of materials B and C. Furthermore, at temperatures lower than this value and tending to 20°C below zero material A becomes much stiffer with the modulus value by over five times greater than the modulus of materials B and C (198 MPa at 10 Hz and -20°C).
- 3) The imaginary part of the complex stiffness modulus at typical operating temperatures (that is between 10°C and 50°C) obtains a similar value for all the tested materials. At temperatures lower than 10°C material A has much better damping properties. However, it must be noted that improvement of damping properties at these temperatures is accompanied by a considerable increase in the norm of the complex stiffness modulus which is not desirable for the reasons described below.
- 4) Whichever method of determining the glass transition temperature (or stiffening temperature as it is referred in the Polish road engineering standards) we choose, the result obtained for the material used in currently produced bearings is by  $14^{\circ}C - 23^{\circ}C$  lower than for the material obtained on the material recovered from the old bearing. While for the currently used material we can be sure that during normal operation (as a bridge bearing exposed to environmental factors) it will never be exposed to temperatures below the glass transition point we cannot exclude such possibility in the case of the old bearing material. Since upon approaching the glass transition temperature the value of norm of the complex modulus increases several times (and up to a few hundred times upon exceeding that temperature) it can lead to delamination, i.e. debonding of elastomer from steel reinforcing plates i.e. cause damage to the bearing.

w złożonych stanach naprężenia zarówno o charakterze statycznym, jak i dynamicznym.

#### **INFORMACJE DODATKOWE**

Autor pragnie podziękować dr. inż. *Andrzejowi Niemierko* z Instytutu Badawczego Dróg i Mostów w Warszawie za udostępnienie do badań materiału z łożyska elastomerowego badanego przez Niego w latach osiemdziesiątych XX wieku oraz przekazane uwagi, które z pewnością miały pozytywny wpływ na treść niniejszego artykułu. Autor kieruje również podziękowania do pracowników Zakładu Badawczo-Doświadczalnego Technologii Elastomerów Instytutu Inżynierii Materiałów Polimerowych i Barwników w Piastowie, którzy przygotowali próbki do badań według historycznej receptury.

#### **BIBLIOGRAFIA / REFERENCES**

- Cardone D., Gesualdi G.: Experimental evaluation of the mechanical behavior of elastomeric materials for seismic applications at different air temperatures. International Journal of Mechanical Sciences, 64, 1, 2012, 127-143
- [2] *Gajewski M., Szczerba R., Jemioło S.*: Modelling of elastomeric bearings with application of Yeoh hyperelastic material model. Procedia Engineering, **111**, 2015, 220-227
- [3] Jemioło S., Gajewski M., Szczerba R.: Zastosowanie hipersprężystości i MES w modelowaniu mostowych łożysk elastomerowych. Polska Akademia Nauk, Komitet Inżynierii Lądowej i Wodnej, Studia z zakresu Inżynierii, nr. 92, monografia pt. "Współczesna mechanika konstrukcji w projektowaniu inżynierskim", eds. Garstecki A., Gilewski W., Pozorski Z., Warszawa 2015, 97-122
- [4] *Lee D.J.*: Bridge bearings and expansion joints. E and FN SPON, London-Madras, 1994
- [5] *Long J.E.*: Bearings in Structural Engineering, Newnes-Butterworths, London, 1974
- [6] Bhuiyan A.R., Okui Y., Mitamura H., Imai T.: A rheology model of high damping rubber bearings for seismic analysis: Identification of nonlinear viscosity. International Journal of Solids and Structures, 46, 7-8, 2009, 1778-1792
- [7] Dulińska J.M., Szczerba R.: Simulation of dynamic behaviour of RC bridge with steel-laminated elastomeric bearings under high-energy mining tremors. Key Engineering Materials, 531-532, 2013, 662-668
- [8] Mori A., Carr A.J., Cooke N., Moss P.J.: Compression behaviour of bridge bearings used for seismic isolation. Engineering Structures, 18, 5, 1996, 351-362

- 5) The effect of natural ageing of the material (assessed by comparing the properties of materials A and C) is quite evident and manifested by an increase in the modulus value by ca 100% in the temperature range from 0°C to 70°C. Decreasing the temperature below zero increases this difference to almost 300% at the temperature close to the glass transition point.
- 6) DMA enables a very in-depth analysis of the mechanical properties of elastomeric materials over a wide range of temperature (-100°C 600°C), frequency (0.01 Hz to 200 Hz) and deformation. Combining these results with FEM numerical modelling can enable rational prediction of the behaviour of bridge bearings in complex stress states under static and dynamic loading conditions.

#### ACKNOWLEDGMENTS

I would like to thank Dr. *Andrzej Niemierko* from the Road and Bridge Research Institute in Warsaw Branch for providing the material cut from the bearing tested by him in the 1980s and for comments which helped considerably improve this paper. I would also like to thank the personnel of the Elastomer Research Centre of IIMPiB Piastów, Poland for preparing specimens according to the historical formula.

- [9] Zobel H.: Naturalne zjawiska termiczne w mostach. WKŁ, Warszawa, 2003
- [10] Niemierko A.: Historia współczesnych łożysk mostowych. Łożyska elastomerowe i elastomerowo-ślizgowe. Drogownictwo, LXX, 1, 2015, 3-9
- [11] Ramberger G.: Structural Bearings and Expansion Joints for Bridges. Structural Engineering Documents, 6, International Association for Bridge and Structural Engineering, Switzerland, 2002
- [12] *Pelc J., Kolator B.A.*: Passive vibration damping in a truss telecommunication tower. Technical Sciences, 17, 3, 2014, 249-258
- [13] Mezger T.G.: The Rheology Handbook, For users of rotational and oscillatory rheometers. VincentzVerlag, Hannover, 2002
- [14] Nagórski R., Wiśniakowski P., Błażejowski K., Nagórska M.: Comparative analysis of properties of Bürgers', Boguslavskis' and Zener's materials in view of tests of stress and strain in reference to properties of asphalt mixes. Roads and Bridges - Drogi i Mosty, 11, 1, 2012, 7-34

- [15] Gajewski M., Jemioło S.: Application of non-linear optimization methods for determination of Prony series parameters of visco-elastic materials, in: Computer systems aided science and engineering work in transport, mechanics and electrical engineering. Monograph No. 122, Technical University of Radom Publishing Office, Radom, 2008, 125-130
- [16] Tsai H.C., Hsueh S.J.: Mechanical properties of isolation bearings identified by a viscoelastic model. International Journal of Solids and Structures, 38, 1, 2001, 53-74
- [17] Burtscher S.L., Dorfmann A.: Compression and shear tests of anisotropic high damping rubber bearings. Engineering Structures, 26, 13, 2004, 1979-1991
- [18] Warn G.P., Weisman J.: Parametric finite element investigation of the critical load capacity of elastomeric strip bearings. Engineering Structures, 33, 12, 2011, 3509-3515
- [19] Lechman M., Mazurczuk R., Fedorczyk Z.: Badania elastomerów w złożonych stanach odkształcenia. Badania i Studia - Research and Studies, Prace Instytutu Techniki Budowlanej, 153, 1, 2010, 3-17
- [20] Gajewski M., Kowalewski Ł.: Inverse analysis and DIC as tools to determine material parameters in isotropic metal plasticity models with isotropic strain hardening. Materials Testing, 58, 10, 2016, 818-825

- [21] Ferry J.D.: Lepkosprężystość polimerów. Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, Warszawa, 1965
- [22] Niemierko A.: Weryfikacja doświadczalna łożysk gumowych 1,2 MN wykonywanych w zakładach gumowych górnictwa. Prace Instytutu Badawczego Dróg i Mostów, 3-4, 1986, 55-89
- [23] Niemierko A.: Historia współczesnych łożysk mostowych. Łożyska elastomerowe i elastomerowo-ślizgowe. Drogownictwo, LXX, 1, 2015, 3-9
- [24] PN-EN 1337-1:2003 Łożyska konstrukcyjne Część 1: Postanowienia ogólne
- [25] PN-EN 1337-3:2010 Łożyska konstrukcyjne Część 3: Łożyska elastomerowe
- [26] Ward J.M.: Mechaniczne własności polimerów jako tworzyw konstrukcyjnych. PWN, Warszawa, 1975
- [27] Jemioło S.: Wykłady z reologii (maszynopis niepublikowany w formie preskryptu z wykładu prowadzonego na Wydziale Inżynierii Lądowej Politechniki Warszawskiej), 2011
- [28] Zawadzki J.: Problemy wytężenia i znużenia polimerów jako tworzyw konstrukcyjnych. PWN, Warszawa 1978