

Materialcharakterisierung

Charakterisierung der thermischen/mechanischen/physikalischen/haptischen/ Verschleißeigenschaften von Verbundwerkstoffen mit hoher Wärmeleitfähigkeit

Inhalt:

- 1 Einleitung
- 2 Materialien zur Charakterisierung
- 3 Cool-Touch-Test der Materialien
- 4 Thermische/mechanische/physikalische Eigenschaften der Materialien
- 5 Haptik/Verschleißeigenschaften der ausgewählten Materialien
- 6 Schlussfolgerung
- 7 Veröffentlichung

Umfang des Berichts: 27 Seiten

Slovenj Gradec, Oktober 2021

Silvester Bolka
(Projektleiter)

Ass. Prof. Dr. Blaž Nardin
(Dekan des FTPO)

1 Einführung

Die Materialcharakterisierung umfasst die umfassende Materialcharakterisierung von Materialien, die in WP 1 auf Basis der Produkthanforderungen der Partnerfirmen Gorenje gospodinjiski aparati d.o.o und Intra lighting d.o.o ausgewählt wurden. Der Forschungspartner, die Fakultät für Kunststofftechnik (FTPO), fertigte die Prüfmuster aus diesen Materialien (Compoundieren und Spritzgießen) und prüfte zusammen mit den Projektpartnern, Montanuniversität Leoben (MUL) und Polymer Competence Center Leoben GmbH (PCCL), umfassend die thermischen/mechanischen/physikalische/haptische/Verschleißigenschaften. Die endgültigen Polymeroberflächen wurden von allen Projektpartnern mit einer neu entwickelten Cool-Touch-Testmethode analysiert. Ziel dieser Aktivitäten war es, das am besten geeignete Material (Polymer) für die Optimierung und die Herstellung der Prototypen mit einem Demonstratorwerkzeug zu finden. Der Bericht gliedert sich in drei inhaltliche Teile. Im ersten Teil wird die Materialzusammensetzung beschrieben. Im zweiten Teil werden die Cool-Touch-Testmethode sowie die Ergebnisse vorgestellt. Im dritten Teil werden die gemessenen Eigenschaften vorgestellt. Die Schlussfolgerung umfasst weitere Maßnahmen, die zur Optimierung und Herstellung von Verbundwerkstoffen mit hoher Wärmeleitfähigkeit erforderlich sind. Abschließend werden im letzten Punkt die aus WP3 hervorgegangenen Veröffentlichungen aufgelistet.

2 Materialien zur Charakterisierung

Tabelle 1 umfasst die Liste der Muster inklusive ihrer Zusammensetzung. Für einen besseren Überblick wurden in der Tabelle folgende Abkürzungen verwendet:

- **PE-HD** – Polyethylen hoher Dichte; DOW HDPE 25055 E NATURAL
- **PP** – Polypropylen; Ineos 100-GA02 DTA 1105
- **PA** – Polyamid; Akulon K222-D Natural
- **ABS** – Acryl-Nitril-Butadien-Styrol; Elix ABS P2H-AT/0101083 LNS 202
- **PS** – Polystyrol; Edistir SR550 257869
- **PC** - Sabic Lexan 243 R
- **Al** – Aluminiumstaub von Talum, Slowenien
- **C** – Kompatibilisierungsmittel; für PE-HD: Exxelor PE 1040; für PP: Exxelor PO 1020; C-SEBS: Graftbond SEBS-GMA; C-TPU: U TU-S5265
- **BN** – Bornitrid; 3M Pulver BN CF Thrombozyten 012P
- **WP** – Altpapier von Papirnica Vevče
- **T-Talk**; Plustalk H15
- **GF** – Glasfasern; 3B Glasfaser DS 1128-10N
- **W** – Wollastonit; Aspekt 3992
- **CaCO₃-S** –CaCO₃ mit kleiner Partikelgröße; Calplex Extra
- **CaCO₃-B** –CaCO₃ mit großer Partikelgröße; Calplex 40
- **L** – Schmiermittel; Croda ER
- **MB1** – Masterbatch metallic silber - Maxithen HP7BA5567 Metallic silber
- **MB2** – Master Batch Metallic Blau - Maxithen HP5BB4417 Metallic Blau
- **MB3** – Master Batch metallic grau - Maxithen HP9BA8837 Metallic grau
- **MB4** – Master Batch Metallic Violett - Maxithen HP5BB4397 Metallic Violett
- **MB5** – Master Batch Metallic Braun - Unimax UNS8BA5427 Metallic Braun

Muster von 822_2019_0103_06 bis 822_2019_0103_09 sind kommerziell erhältliche hochwärmeleitende Verbundwerkstoffe und wurden als Referenzproben verwendet. Für alle anderen Muster bestätigten die Projektpartner die Zusammensetzung, und alle wurden bei FTPO auf einem Doppelschneckenextruder hergestellt und spritzgegossen, um die Muster für die weitere Laborcharakterisierung zu erhalten.

Tabelle 1: Für die Charakterisierung verwendete Materialien - Übersicht mit der Zusammensetzung der im Rahmen des Projekts hergestellten Verbundwerkstoffe. Kommerziell erhältliche Muster sind rot markiert.

Muster-Nr.	Zusammensetzung
822_2019_0103_00	PE-HD
822_2019_0103_01	PE-HD 5Al 10C
822_2019_0103_02	PE-HD 5Al 30C
822_2019_0103_03	PE-HD 20Al 10C
822_2019_0103_04	PE-HD 20Al 30C
822_2019_0103_05	PE-HD 12.5Al 20C
822_2019_0103_06	N2003-M
822_2019_0103_07	Makrolon TC8030
822_2019_0103_08	Konduit PX11313
822_2019_0103_09	Konduit PX13012
822_2019_0103_10-1	TPU Al-Folie 20
822_2019_0103_10-2	TPU Al-Folie 30
822_2019_0103_10-3	TPU Al-Folie 50
822_2019_0103_10-4	TPU Al-Folie 100
822_2019_0103_10-5	TPU Al-Folie 200
822_2019_0103_10-6	TPU Al-Folie 300
822_2020_0056_01	PE-HD
822_2020_0056_02	PE-HD 10T
822_2020_0056_03	PE-HD 20T
822_2020_0056_04	PE-HD 30T
822_2020_0056_05	PE-HD 10T 2C
822_2020_0056_06	PE-HD 20T 4C
822_2020_0056_07	PE-HD 30T 6C
822_2020_0127_01-1	PE-HD 10CaCO3-S
822_2020_0127_01-2	PE-HD 20CaCO3-S
822_2020_0127_01-3	PE-HD 30CaCO3-S
822_2020_0127_01-4	PE-HD 10CaCO3-S 2C
822_2020_0127_01-5	PE-HD 10CaCO3-S 4C
822_2020_0127_01-6	PE-HD 10CaCO3-S 6C
822_2020_0127_02-1	PE-HD 10CaCO3-B
822_2020_0127_02-2	PE-HD 20CaCO3-B
822_2020_0127_02-3	PE-HD 30CaCO3-B
822_2020_0127_02-4	PE-HD 10CaCO3-B 2C

822_2020_0127_02-5	PE-HD 10CaCO3-B 4C
822_2020_0127_02-6	PE-HD 10CaCO3-B 6C
822_2020_0164_01	PP 50BN 2L 3C
822_2020_0164_02	PP 50BN 2L 4C
822_2020_0164_03	PP 50BN 2L 5C
822_2020_0164_04	PP 50BN 2L 6C
822_2020_0164_05	PP 50BN 2L 7C
822_2020_0164_06	PP 40BN 10WP 2L 5C
822_2020_0164_07	PP 30BN 20WP 2L 5C
822_2020_0164_08	PP 25BN 25WP 2L 5C
822_2020_0164_09	PP 60BN 2L 5C-SEBS
822_2020_0164_10	PP 70BN 2L 5C-SEBS
822_2020_0164_11	PP 80BN 2L 5C-SEBS
822_2020_0190_00	PC
822_2020_0190_01	PC 50BN
822_2020_0190_02	PC 50BN 5C-TPU
822_2020_0190_03	PC 50BN 5C2-PE
822_2020_0190_04	PC 50BN 5C1-SEBS
822_2020_0218_01	PP 60BN 2L 5C
822_2020_0218_02	PP 55BN 5GF 2L 5C
822_2020_0218_03	PP 50BN 10GF 2L 5C
822_2020_0218_04	PP 45BN 15GF 2L 5C
822_2020_0218_05	PP 40BN 20GF 2L 5C
822_2020_0218_06	PP 35BN 25GF 2L 5C
822_2020_0218_07	PP 30BN 30GF 2L 5C
822_2020_0218_08	PP 25BN 35GF 2L 5C
822_2020_0218_09	PP 20BN 40GF 2L 5C
822_2021_0015_15	PA6 30BN 30W 2L
822_2021_0015_16	PA6 30BN 30GF 2L
822_2021_0015_17	PA6 30BN 30T 2L
822_2021_0015_18	PA6 30BN 30CaCO3B 2L
822_2021_0015_19	PA6 30BN 30CaCO3S 2L
822_2021_0015_20	PA6 30BN 30W 2L 5C
822_2021_0015_21	PA6 30BN 30GF 2L 5C
822_2021_0015_22	PA6 30BN 30T 2L 5C
822_2021_0015_23	PA6 30BN 30CaCO3B 2L 5C
822_2021_0015_24	PA6 30BN 30T 2L 5C

822_2021_0015_25	PA6 10BN 20CaCO3B 20GF 2L 5C
822_2021_0015_DoEnew	PA6 20BN 28CaCO3B 2GF 2L 4C
822_2021_0015_DoEnewMB	PA6 20BN 28CaCO3B 2GF 2L 4C 3MB
822_2021_0015_MB	PA6 15BN 5CaCO3B 30GF 2L 4C 3MB
822_2021_0109_00	PA6 60BN 4C
822_2021_0109_01	PA6 60BN 4C 5MB1
822_2021_0109_02	PA6 60BN 4C 5MB2
822_2021_0109_03	PA6 60BN 4C 5MB3
822_2021_0109_04	PA6 60BN 4C 5MB4
822_2021_0109_05	PA6 60BN 4C 5MB5
822_2021_0110_00	PP 60BN 4C
822_2021_0110_01	PP 60BN 4C 5MB1
822_2021_0110_02	PP 60BN 4C 5MB2
822_2021_0110_03	PP 60BN 4C 5MB3
822_2021_0110_04	PP 60BN 4C 5MB4
822_2021_0110_05	PP 60BN 4C 5MB5
822_2021_0111_00	PC 60BN 4C
822_2021_0111_01	PC 60BN 4C 5MB1
822_2021_0111_02	PC 60BN 4C 5MB2
822_2021_0111_03	PC 60BN 4C 5MB3
822_2021_0111_04	PC 60BN 4C 5MB4
822_2021_0112_00	ABS 60BN 4C
822_2021_0112_01	ABS 60BN 4C 5MB1
822_2021_0112_02	ABS 60BN 4C 5MB2
822_2021_0112_03	ABS 60BN 4C 5MB3
822_2021_0112_04	ABS 60BN 4C 5MB4
822_2021_0112_05	ABS 60BN 4C 5MB5
822_2021_0113_00	PS 60BN 4C
822_2021_0113_01	PS 60BN 4C 5MB1
822_2021_0113_02	PS 60BN 4C 5MB2
822_2021_0113_03	PS 60BN 4C 5MB3
822_2021_0113_04	PS 60BN 4C 5MB4
822_2021_0113_05	PS 60BN 4C 5MB5
822_2021_0164_01	PC 60BN 4C 5MB1
822_2021_0166_01	ABS 60BN 4C 5MB1
822_2021_0180_01	PBT 40BN 20GF 4C 5MB4

3 Cool-Touch-Test ausgewählter Materialien

Für die Bewertung von Cool-Touch sind Messungen der Wärmeleitfähigkeit aufgrund der Form und der Abmessungen des geprüften Objekts nicht immer durchführbar. Daher beschlossen die Projektpartner, eine neue Methode für den Cool-Touch-Test zu entwickeln, um eine Bewertung auch auf unebenen Oberflächen direkt durchführen zu können, auf denen diese Teile installiert sind. Für die Auswertung wurden die Muster verwendet, die nach zwei ausgewählten Technologien hergestellt wurden: IML (In Mould Labelling) und hochwärmeleitfähige Verbundwerkstoffe, und zwar alle Muster mit der Produktionsnummer 822_2019_0103. Das Ziel dieser Bewertung war, das Cool-Touch-Feeling zu bewerten, die Tests wurden unabhängig von jedem einzelnen Test durchgeführt, wobei das Testverfahren schnell, ohne Einschränkung hinsichtlich der Form des getesteten Objekts durchgeführt werden muss. Zur Herstellung von Prüfkörpern wurde das Werkzeug mit den Abmessungen 60 mm x 60 mm x 4 mm verwendet. Abb. 1 zeigt die hergestellten Teile.

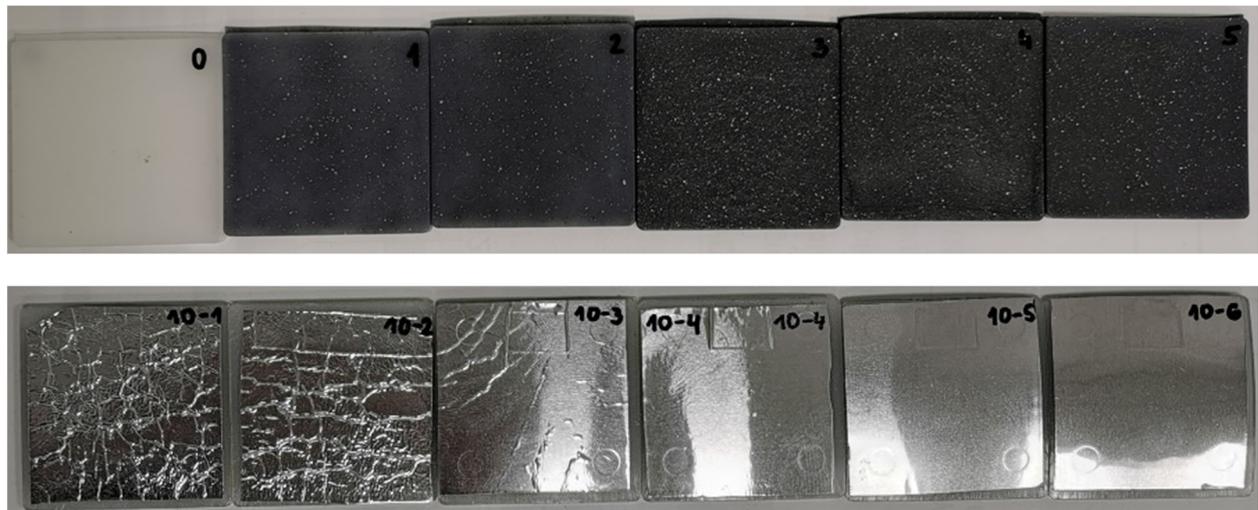


Abbildung 1: Für die Bewertung mit der Cool-Touch-Methode hergestellte Muster (822_2019_0103).

Der erste Schritt war die Entwicklung der Cool-Touch-Methode bei jedem einzelnen Projektpartner. Die Einschränkungen während der Testdurchführung wurden ebenso bewertet wie die Ergebnisse. Im zweiten Schritt wurde die gemeinsame Methode

entwickelt und die Muster für die nächste Durchführung des Tests nach der Cool-Toch-Methode ausgewählt. Bei allen Projektpartnern wurden erneut Tests mit Auswertung der Ergebnisse durchgeführt. Für diesen Schritt wurden die Muster 822_2019_0103_06, 822_2019_0103_08, 822_2019_0103_09, 822_2019_0103_10-4, 822_2019_0103_10-5 und 822_2019_0103_10-6 ausgewählt. Nachdem alle Ergebnisse ausgewertet wurden, wird die Prüfmethode festgelegt:

- Temperieren der Muster
- mindestens 24 Stunden bei 23 °C,
- bevor die Muster berührt werden, sollte die Handfläche 5 Sekunden lang eine Metallplatte berühren,
- man berührt die Testmuster mit derselben Handfläche und wartet danach 3 Sekunden,
- es folgt die Bewertung des Gefühls (niedrigere Zahl für kühleres Gefühl, höhere Zahl für wärmeres Gefühl),
- jedes Muster muss eine eindeutige Bewertungen haben,
- maximal 6 Muster sollten getestet werden.

Abb. 2 zeigt die Ergebnisse der ausgewählten Muster.

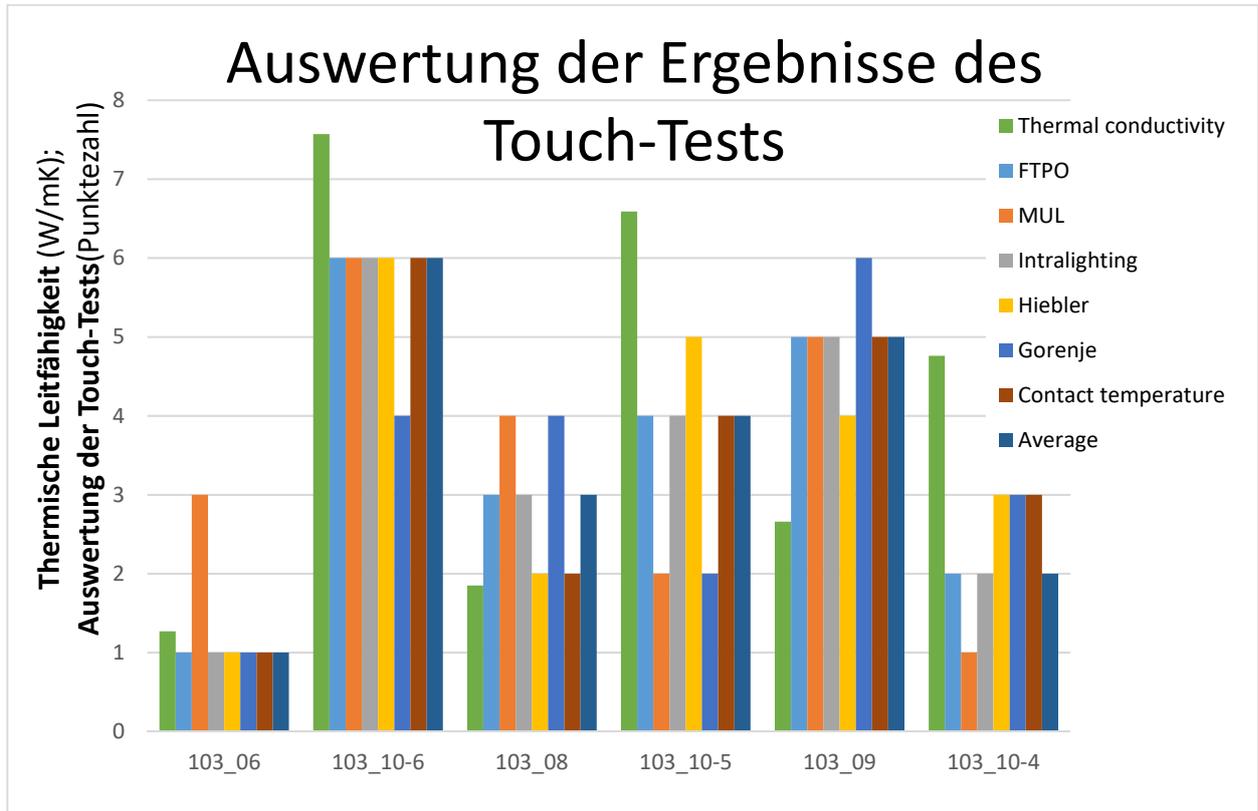


Abb. 2: Ergebnisse des entwickelten Cool-Touch-Testverfahrens mit der gemessenen Wärmeleitfähigkeit (grün) und berechneten Kontakttemperatur (braun).

4 Thermische/mechanische/physikalische Eigenschaften der Materialien

Nicht nur Cool-Touch, sondern auch thermische, mechanische und physikalische Eigenschaften der Materialien sind für die Verbundwerkstoffe mit hoher Wärmeleitfähigkeit entscheidend. Die Charakterisierung der hergestellten Muster wurde hauptsächlich bei FTPO, PCCL und MUL durchgeführt. Um eines der Ziele des Projekts – eine engere Zusammenarbeit zwischen den Institutionen – zu erreichen, wurden die Round-Robin-Tests für die DSC-Methode und die Hot-Disk-Methode durchgeführt.

Der Round-Robin-Test für DSC wurde bei FTPO und PCCL durchgeführt und die Ergebnisse sind in der Abb. 3 dargestellt. Es liegt auf der Hand, dass die Ergebnisse gut vergleichbar sind, was auf eine hohe wissenschaftliche Expertise bei der Durchführung der Messungen hinweist.

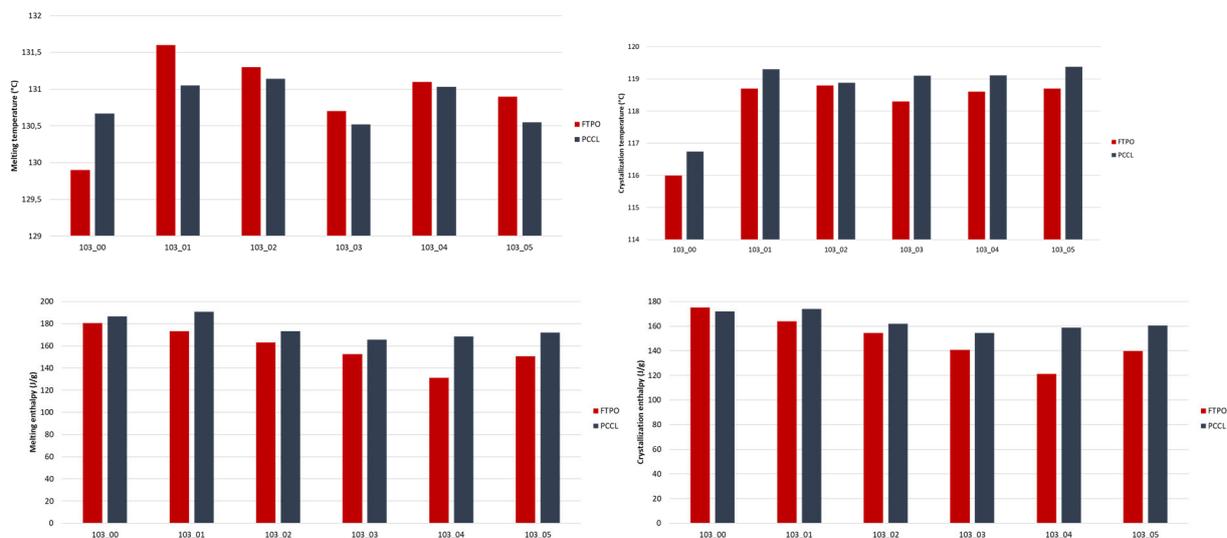


Abbildung 3: Die Ergebnisse des Round-Robin-DSC-Tests für die Muster von 822_2019_0103_00 bis 822_2019_0103_05 (Schmelztemperatur oben links, Kristallisationstemperatur oben rechts, Schmelzenthalpie unten links, Kristallisationsenthalpie unten rechts).

Round-Robin-Tests für die Wärmeleitfähigkeit wurden auch bei FTPO, PCCL, 3M und C3 durchgeführt. Die Ergebnisse sind in der Abb. 4 dargestellt. Die bei FTPO und PCCL erhaltenen Werte stimmen gut überein, ein größerer und unerklärlicher Unterschied findet sich bei C3.

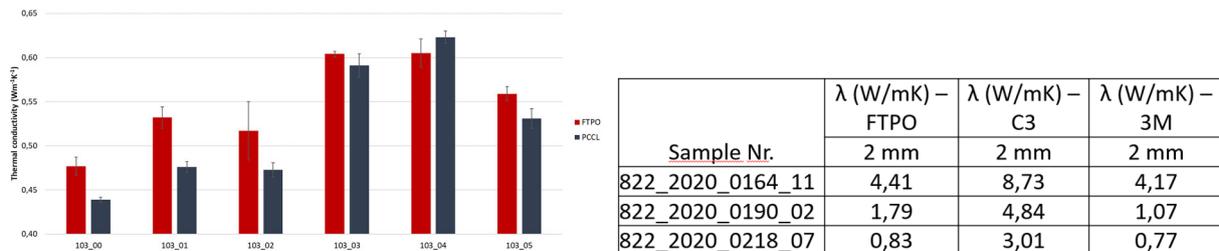


Abbildung 4: Die Ergebnisse des Round Robin Hot Disk-Tests für die Muster von 822_2019_0103_00 bis 822_2019_0103_05 (FTPO-PCCL) links und die Muster 822_2020_0164_11, 822_2020_0190_02 und 822_2020_0218_07 (FTPO-C3-3M) rechts.

Alle bei FTPO im Spritzgussverfahren hergestellten Muster wurden auch bei FTPO getestet und charakterisiert (thermische, mechanische und physikalische Eigenschaften), einige aber auch bei PCCL (DSC, Wärmeleitfähigkeit, Haptik und Verschleiß) und MUL (für die Simulation der Füllphase benötigte Materialdaten, z.B. c_p , λ , η und p_vT). Kurz vor dem Projektende wurden bei PCCL auch die tribologischen Eigenschaften charakterisiert. Die Ergebnisse werden in Abschnitt 5 beschrieben.

Die entscheidende Eigenschaft der Muster war jedoch die Wärmeleitfähigkeit. Durch Zugabe verschiedener Füllstoffe stieg die Wärmeleitfähigkeit von 0,48 W/mK auf 0,61 W/mK (PE 20Al), 0,72 W/mK (PE 30T), 0,56 W/mK (PE CaCO₃-S) und 0,57 W/mK (PE CaCO₃-B). Durch die Zugabe von BN stieg die Wärmeleitfähigkeit weitgehend, jedoch bei einer größeren Menge an zugegebenen BN. Für die Verbundwerkstoffe mit PP-Matrix wird der Einfluss des BN-Gehalts im Verbundwerkstoff auf die Wärmeleitfähigkeit dargestellt (Abb. 5). Wie aus der Abb. 5 ersichtlich, ist die Steigerung der Wärmeleitfähigkeit linear zu ca. 40 % Zusatz von BN. Mit dem höheren BN-Gehalt in der

PP-Matrix ist der Anstieg der Wärmeleitfähigkeit exponentiell. Bei den Mustern 822_2020_0164 war die Menge des Kompatibilisators unterschiedlich, die höchste Wärmeleitfähigkeit wurde aber mit 5 % Kompatibilisator erreicht. Verbundwerkstoffe ohne Kompatibilisatoren wiesen im Vergleich zu Verbundwerkstoffen mit Kompatibilisatoren eine geringere Wärmeleitfähigkeit auf. Die Zugabe von GF anstelle von BN verringerte die Wärmeleitfähigkeit. Bei den Verbundwerkstoffen mit der PA6-Matrix und 30 % BN sowie 30 % anorganischer Füllstoffe (Muster 822_2021_0015_05 bis 822_2021_0015_19) war die Wärmeleitfähigkeit bei Verbundwerkstoffen mit GF am höchsten. Nach der Zugabe des Kompatibilisators (Muster 822_2021_0015_20 bis 822_2021_0015_24) stieg die Wärmeleitfähigkeit auf höhere Werte und die höchste Wärmeleitfähigkeit zeigte sich nach der Zugabe von GF. Wärmeleitfähigkeit stieg auch durch die Zugabe von metallischen Master Batches. Die Ergebnisse sind in Tabelle 2 dargestellt.

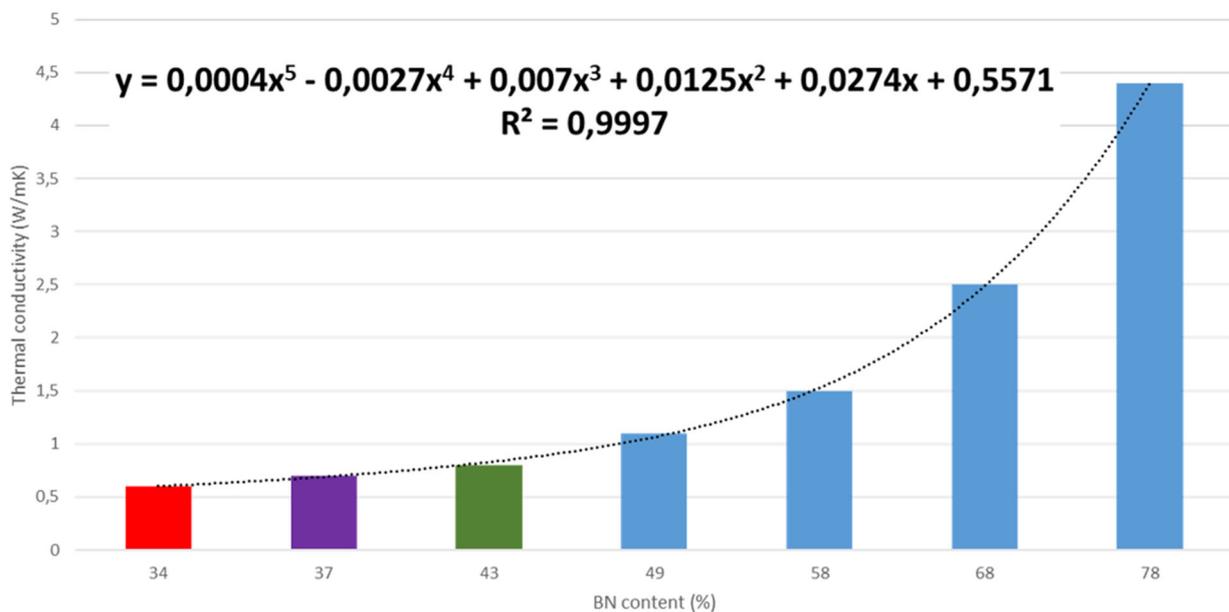


Abbildung 5: Wärmeleitfähigkeit als Funktion des hinzugefügten BN in der PP-Matrix.

Tabelle 2: Wärmeleitfähigkeit der Verbundwerkstoffe mit Zusatz von 60 Gew.% von BN.

Matrix	PA 6	PP	PC	ABS	PS
Nummer	109	110	111	112	113
Masterbatch	λ (W/mK)	λ (W/mK)	λ (W/mK)	λ (W/mK)	λ (W/mK)
ohne	2,74	1,95	1,97	2,41	2,01
Maxithen HP7BA5567 Metallic silber	3,48	2,26		2,63	2,16
Maxithen HP5BB4417 Metallic-Blau	2,93	2,4		2,68	2,03
Maxithen HP9BA8837 Metallic-Grau	3,05	2,22		2,84	2,42
Maxithen HP5BB4397 Metallic-Violett	3,81	2,31		2,54	2,67
Unimax UNS8BA5427 Metallic-Braun	2,92	2,36		2,8	2,15

Die mechanischen Eigenschaften werden von der Menge der BN-Zugabe beeinflusst. Bis zu einem BN-Anteil von 50 % steigen die Steifigkeit und die Festigkeit an, wenn der Verbundwerkstoff richtig kompatibelisiert wird. Bei höherem BN-Gehalt sanken die Steifigkeit und die Festigkeit. Die Zähigkeit nahm mit der zunehmenden Zugabe von BN ab. Bei der Zugabe von WP blieb die Steifigkeit auf dem gleichen Niveau, die Leistung stieg und sowie auch die Festigkeit. Durch die Zugabe von Al werden die Festigkeit und Steifigkeit erhöht, während die Zähigkeit aufgrund der guten Kompatibilität der Verbundwerkstoffe gleich bleibt. Die Zugabe von Talkum und kleinen CaCO₃ Füllstoffen steigen die Festigkeit und Steifigkeit, die Zähigkeit nimmt aber ab, mit dem Kompatibilisator sogar noch stärker. Durch die Zugabe von größeren CaCO₃-Füllstoffen steigen die Festigkeit und die Steifigkeit in der Anwesenheit des Kompatibilisators, die Zähigkeit blieb auf demselben Niveau. Durch die Zugabe von GF in die PP-basierten BN-Verbundwerkstoffe erreichte die Steifigkeit einen Maximalwert bei 25 % GF, die Festigkeit aber bei 15 % GF. Der Zusatz von Wollastonit erhöhte die Steifigkeit und die Festigkeit weniger als Talkum und Talkum weniger als GF. Der Zusatz von CaCO₃ erhöhte die Steifigkeit und die Festigkeit weniger als Wollastonit.

Einen enormen Einfluss auf die thermischen Eigenschaften hat die Zugabe von BN für HDT. Bei allen Mustern stieg der Wert. Zusätzlich verbessert sich HDT durch den Zusatz von GF, Talkum und CaCO₃-S und CaCO₃-B. Die HDT wird auch durch den Zusatz von WP bis zu 20 % besser.

Am interessantesten war der Einfluss des Kompatibilisatorstyps auf die thermischen und mechanischen Eigenschaften der auf PC basierten Verbundwerkstoffe mit 50 % BN (Tabelle 3 und 4 sowie Abb. 6 und 7). Die Steifigkeit lag zwischen 3,8 GPa und 9,8 GPa (von 7,5 GPa für PC 50BN und 2,0 GPa für reines PC) und die Festigkeit zwischen 39 MPa und 64 MPa (von 49 MPa für PC 50BN und 101 MPa für reines PC). Die Glasübergangstemperatur sank auf 97°C bis 128° C (von 130°C für PC 50BN und 143°C für reines PC). Ausführliche Informationen zu diesem Thema finden Sie in der Veröffentlichung von Bolka et al. [1].

Tabelle 3: Die Ergebnisse der Biegeversuche wurden für die Muster 822_2020_0190 gegenübergestellt.

Musterr	Elastizitätsmodul (GPa)	Biegefestigkeit (MPa)	Biegedehnung bei Biegefestigkeit (%)
822_2020_0190_00	1,97	101,4	8,12
822_2020_0190_01	7,53	49,5	0,78
822_2020_0190_02	9,77	64,2	0,77
822_2020_0190_03	3,77	38,8	1,43
822_2020_0190_04	7,1	63	1,38

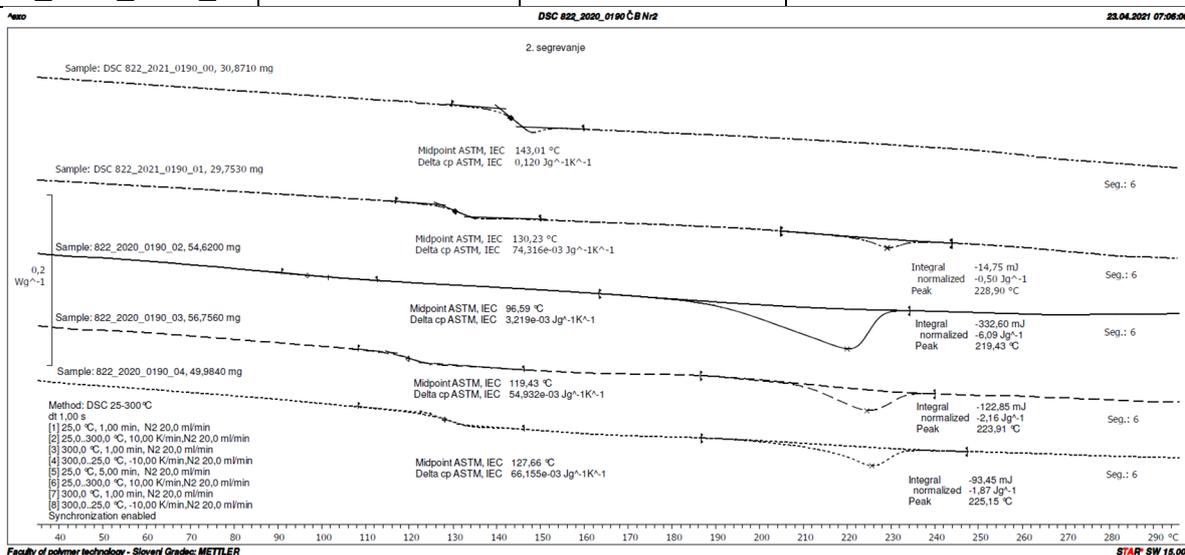


Abbildung 6: DSC-Thermogramme der Muster 822_2020_0190 – Auswertungen der zweiten Erwärmung.

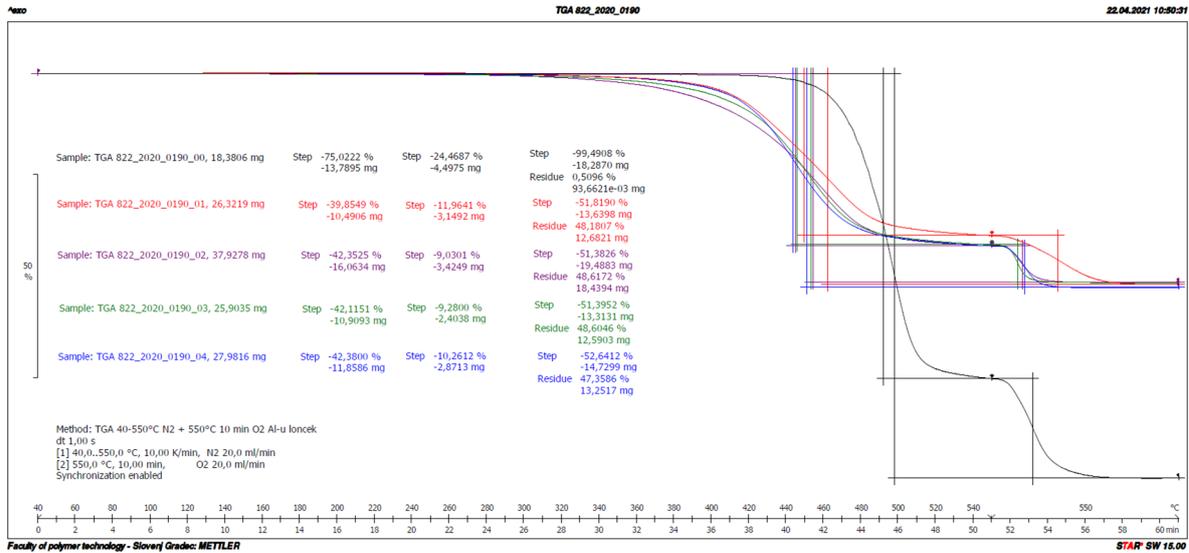


Abbildung 7: TGA-Thermogramme für die Muster 822_2020_0190.

Tabelle 4: DMA Ergebnisse für die Muster 822_2020_0190.

Muster	E' bei 30 °C (GPa)	HDT (°C)	Tg bei tan δ (°C)	Spitze bei tan δ (-)
822_2020_0190_00	1,98	147,4	158/197	1.715/0.814
822_2020_0190_01	5,41	145,5	149/174	1.218/0.903
822_2020_0190_02	7,8	129,6	134/157	1,234/0,939
822_2020_0190_03	3,84	140	146/174	1,375/0,902
822_2020_0190_04	5,19	147,4	151/182	1.274/1.057

5 Haptik/Verschleißigenschaften von ausgewählten Materialien

PCCL und MUL unterstützten den Arbeitspaketleiter FTPO mit verschiedenen Messungen, um einerseits die grenzüberschreitende Kooperation zu stärken und andererseits die geforderten Projektziele zu erreichen. PCCL konzentrierte sich auf: (i) mehr bilaterale Treffen mit FTPO und MUL, um die Rezepturen des Materials festzulegen (siehe Tabelle 1) und die erzielten Ergebnisse zu besprechen, sowie (ii) die haptischen Eigenschaften ausgewählter Materialien anhand von Rauheitsmessungen zu bestimmen und (iii) die Verschleißigenschaften von Mustern mit der Produktionsnummer 822_2020_0190 (PC50BN mit 3 verschiedenen Kompatibilisatoren) zu prüfen.

5.1 Bestimmung der haptischen Eigenschaften von ausgewählten Materialien in Bezug auf Rauheitsmessungen

Voruntersuchungen zeigten, dass die Rauheit des Formteils unter Verwendung eines Spritzgusswerkzeugs mit Standardeinsatz je nach verwendetem Material sehr unterschiedlich ist ($R_a = 0,26 \mu\text{m}$, Abb. 8). Für weitere Einzelheiten siehe Kerschbaumer et al. [2].

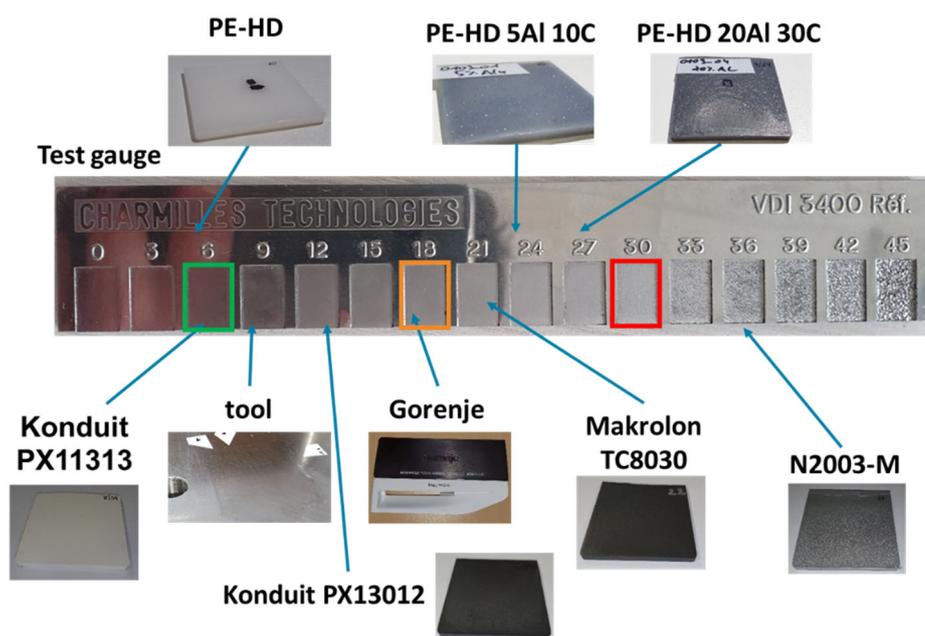


Abbildung 8: Klassifizierung der Voruntersuchungen über die Qualität der Abformung bei handelsüblichen Thermoplasten mit einem Konfokalmikroskop und einem Standardeinsatz mit einer Profilrauheit von $R_a = 0,26 \mu\text{m}$.

Nachfolgend wurde folgende Hypothese formuliert: die Form, die Menge und die Größe der verwendeten Füllstoffe sind entscheidend dafür, wie die Oberfläche der Form abgeformt wird. Das gesamte Konsortium beschloss, diese Hypothese wissenschaftlich zu prüfen, da die Mikrostruktur von Formteilen einen entscheidenden Einfluss auf das Gefühl bei der Berührung hat. Zu diesem Zweck wurden vom Partner Richard Hiebler GmbH drei Einsätze mit deutlich unterschiedlichen Rauheitswerten zur Verfügung gestellt. Die verwendete Ausrüstung zur Herstellung von Spritzgussteilen ist in der Abbildung 9 dargestellt und die verwendeten Materialien basierten auf PE-HD mit unterschiedlichem Füllstoffgehalt, Füllstoffgröße und Kompatibilisatoren (Produktionsnummer 822_2020_0056 und 822_2020_0127 in Tabelle 1).

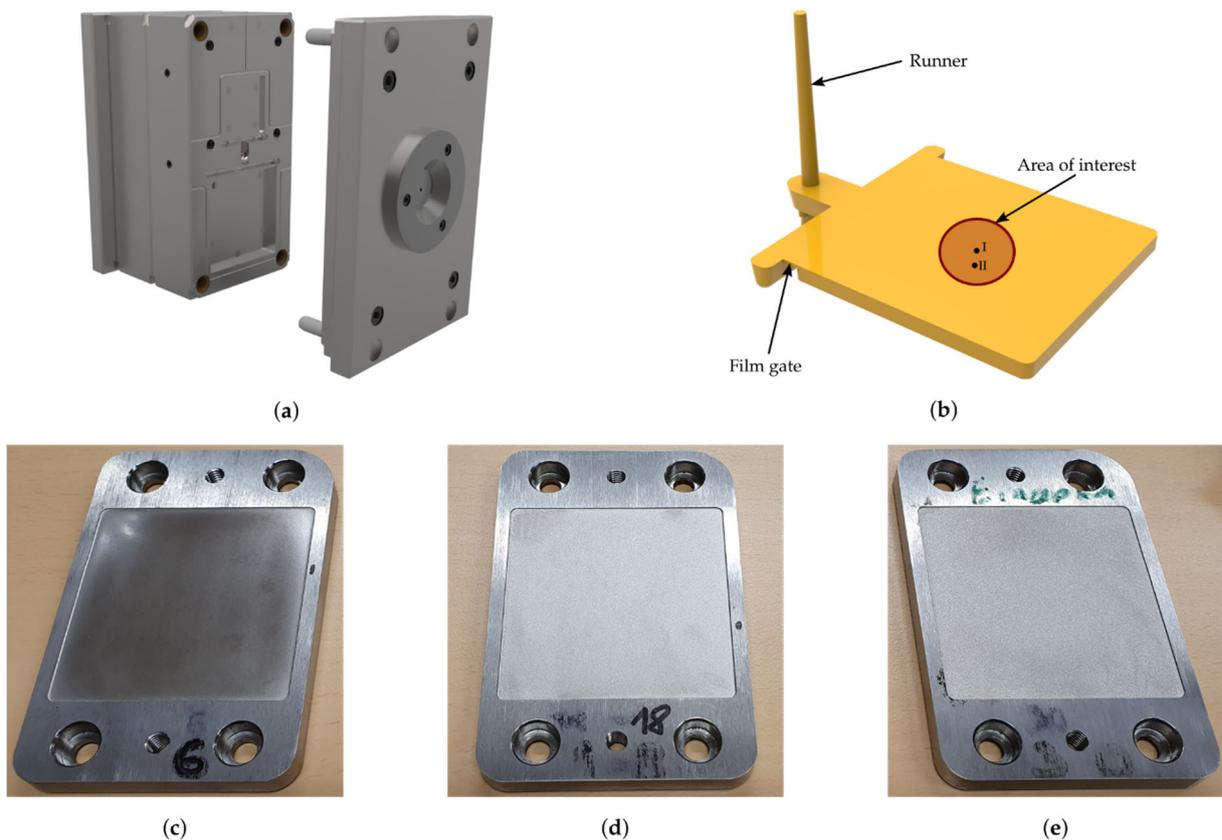


Abbildung 9: die verwendete Ausrüstung für die Herstellung von Spritzgussteilen mit bestimmten Rauheitswerten. (a) Werkzeug mit austauschbaren Einsätzen. (b)

Spritzgussteil mit einer Abmessung von 60 mm x 60 mm x 4 mm unter Verwendung eines Einsatzes ohne vorgegebene Rauheit. (c-e) Von der Richard Hiebler GmbH, Stainz, Österreich, bereitgestellte Formeinsätze mit Ziellinienrauhigkeitswerten R_a von 0,2 μm , 0,8 μm und 3,2 μm zur Herstellung von rechteckigen Formteilen mit den Abmessungen 60 mm x 60 mm x 2,5 mm [3].

Daher muss, wie in Abbildung 10 dargestellt, zwischen zwei Fällen unterschieden werden, nämlich ob das ungefüllte Matrixpolymer bis zum Grund der Täler strömen kann oder nicht. Wenn die Fließfront der gefüllten Thermoplaste nicht erstarrt bevor sie den Grund der Täler erreicht, führt eine Vergrößerung des Füllstoffdurchmessers und des Füllstoffgehalts zu einer Erhöhung von $\Delta\bar{R}_a$, d.h. das Formteil wird im Vergleich zur gewählten Einsatzrauheit rauer. Ein weiterer Einflussfaktor ist die Größe des Füllstoffs, d.h. ob er in die Täler passt oder nicht. Ist dies jedoch nicht der Fall, z.B. bei der Verwendung von Einsätzen mit R_a -Werten niedriger als 0,8 μm und dem Füllstoff CalPlex 40 mit einem D50-Wert von 16 μm -25 μm , wird die Geometrie des Füllstoffs primär abgeformt. Erstarrt die Fließfront vor dem Erreichen des Tals, z.B. wie bei einer Einsatzrauheit von 3,2 μm , führt dies in der Regel zu deutlich glatteren Mustern. Sowohl die Zugabe von Füllstoff als auch eine Veränderung der Füllstoff- oder Kompatibilisatormenge zeigen keine signifikante Auswirkung auf die Abdruckqualität.

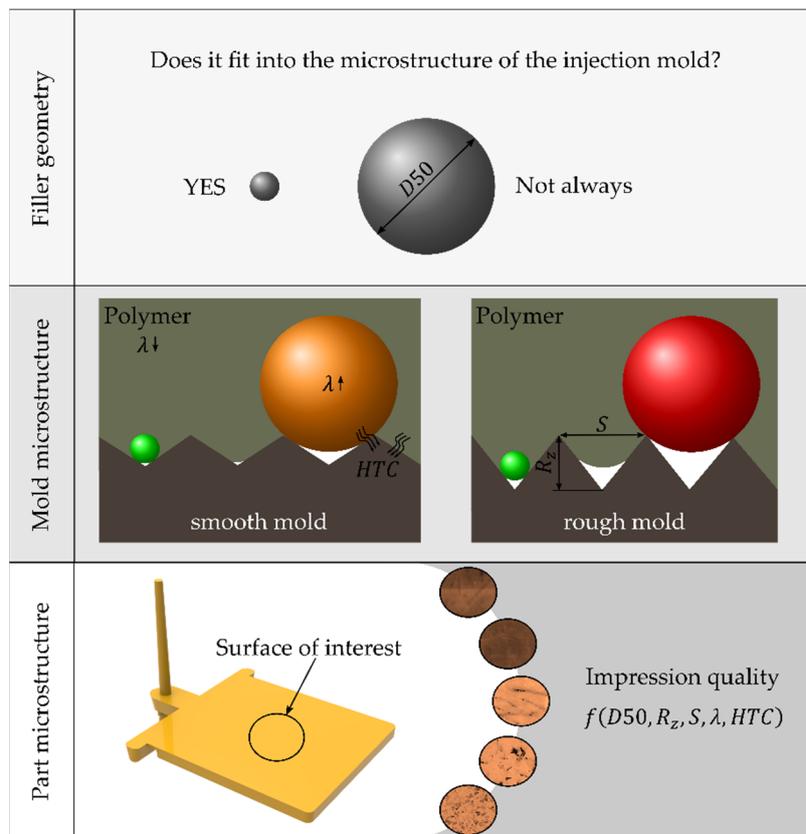
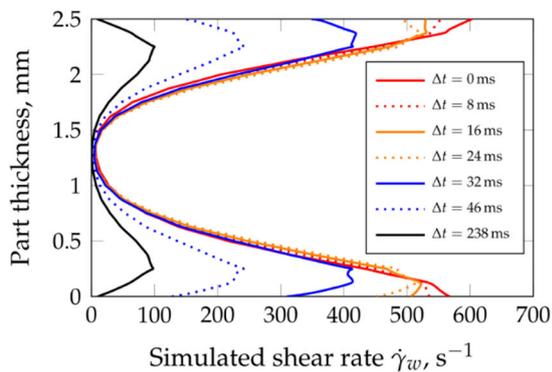


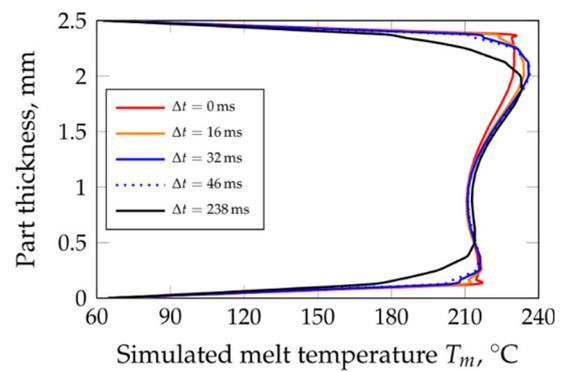
Abbildung 10: Auswirkung auf die Qualität der Abformung im Allgemeinen [3].

Zusammenfassend ist die Abformqualität eine Funktion der Füllstoffgröße, der Größe der Täler in der Mikrostruktur, repräsentiert durch R_z und S , sowie der Wärmeleitfähigkeit des Füllstoffs, des Matrixpolymers und des Wärmeübergangskoeffizienten. Ausführliche Informationen zu diesem Thema finden sich in der Veröffentlichung von Kerschbaumer et al. [3].

Um die Abformqualität zu verbessern, wurde die auftretende Schmelztemperatur und die Schergeschwindigkeit während des Füllvorgangs auf der Basis einer Simulation berechnet (siehe Abb. 11). Die erforderlichen Materialdaten wurden von MUL ermittelt und die Simulation wurde bei MUL durchgeführt.



(a)



(b)

Abbildung 11: Simulierte (a) Schergeschwindigkeiten und (b) Temperaturverteilungen 297 ms nach dem Anfang der Füllphase (PE-HD, Mitte des Formteils). Die Zeitschritte repräsentieren die Abnahme durch Aushärtungsprozesse an der Kavitätenwand [3].

Anschließend wurden an der MUL die Viskositätsmessungen durchgeführt, und zwar unter Verwendung der simulierten Parameter ($\dot{\gamma} = 500 s^{-1}$, $T = 215 ^{\circ}C$) und mit dem Ziel, die Abformqualität mit der Materialviskosität zu korrelieren. Aufgrund dieser Untersuchungen (Abbildung 12) konnte die Voraussetzung, dass eine gleiche Viskosität unter gegebenen Prozessbedingungen zu einer identischen Abformqualität führt, nicht bestätigt werden. Vergleichen Sie die Abformqualität für grün und rot markierte Werte in der Tabelle 5. Formulierungen mit gleicher Viskosität unter gegebenen Prozessbedingungen ergaben bei der Abformqualität einen Faktor von bis zu 3.

Tabelle 5: Korrelationen von Viskositätswerten η und Abformqualität $\Delta\bar{R}_a$ der Einsätze mit geringer Rauheit für ausgewählte Formulierungen. Die Viskositäten wurden im linear viskoelastischen Bereich (Dehnung von 10 %) bei einer Prüftemperatur von 215°C und einer Schergeschwindigkeit von 500 s⁻¹ bestimmt. Kompatibilisator ist mit C und der Füllstoff mit F gekennzeichnet [3].

Formulierung	CaCO ₃ -S		T		CaCO ₃ -B		
	PE-HD	η , Pa s	$\Delta\bar{R}_a$, μm	η , Pa s	$\Delta\bar{R}_a$, μm	η , Pa s	$\Delta\bar{R}_a$, μm
+10 Gew.% F		188±8	0,17	186±1	0,51	183±11	0,65
+ 2 Gew.% C							
+20 Gew.% F		193±15	0,47	186±1	0,48	192±11	1,11
+30 Gew.% F							
+ 6 Gew.% C		304±6	0,53	303±1	1,14	255±16	3,51

η : Mittelwert aus drei Messungen

Wie bereits in Abschnitt 4 beschrieben, haben jedoch Unterschiede im Kompatibilisator einen signifikanten Einfluss auf die thermischen und mechanischen Eigenschaften der PC-basierten Verbundwerkstoffe mit 50 % BN (Produktionsnummer 822_2020_0190). Wie in Abbildung 12 dargestellt, hat die Änderung des Kompatibilisators keinen Einfluss auf die Rauheit des gefertigten Teils.

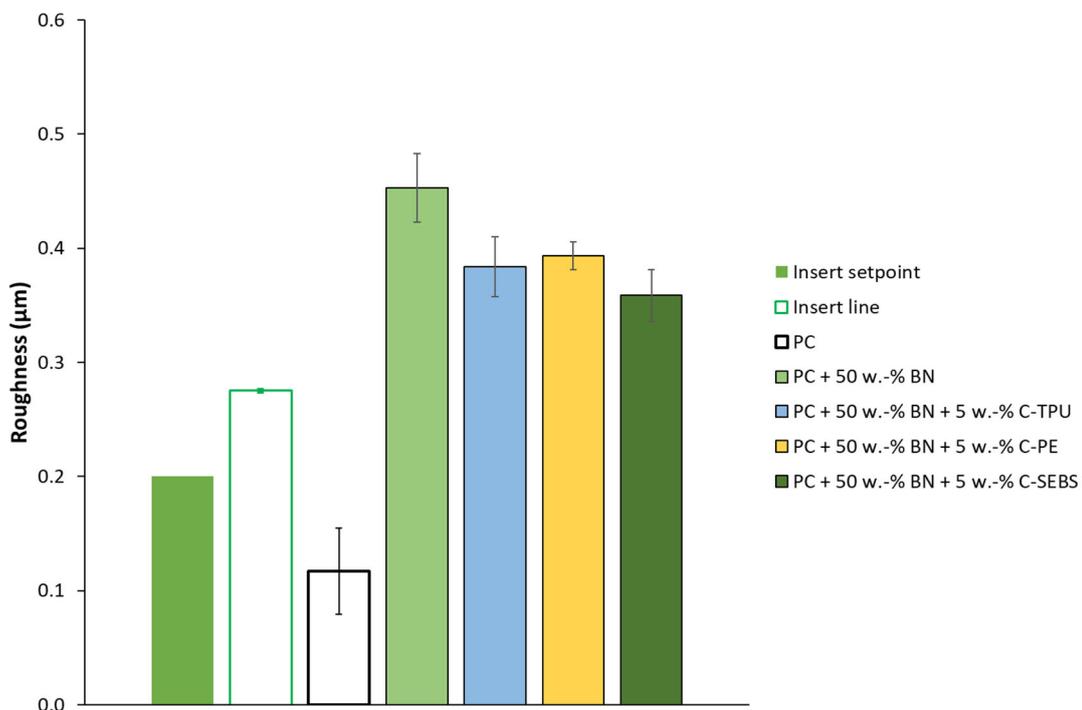


Abbildung 12: Einfluss verschiedener Kompatibilisatoren auf die Rauheit des gefertigten Teils.

5.2 Verschleißeigenschaften ausgewählter Formulierungen basierend auf tribologischen Untersuchungen

Kurz vor Projektende wurden von PCCL die tribologischen Eigenschaften von PC-basierten Verbundwerkstoffen (Produktionsnummer 822_2020_0190) charakterisiert, um die Ergebnisse mit dem bisher von FTPO ermittelten Materialverhalten zu korrelieren. Zunächst wurden Vorversuche durchgeführt, um geeignete Testbedingungen zu definieren. Wie in Abbildung 13 dargestellt, wurden die Testbedingungen auf $F_N=1\text{ N}$, $v=0,1\text{ ms}^{-1}$ und $t=1\text{ h}$ festgelegt.

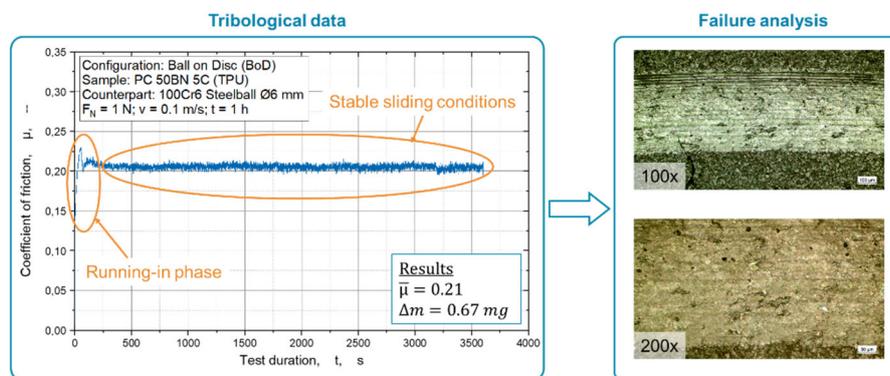


Abbildung 13: Tribologische Vorversuche (Ball-on-Disc-(BoD)-Methode) zur Festlegung geeigneter Testbedingungen.

Danach wurde die Reproduzierbarkeit überprüft. Es konnte bewiesen werden, dass die Reproduzierbarkeit für alle 3 getesteten Muster pro Formulierung gegeben ist. Ein Beispiel für die Formulierung PC 50 BN 5 C-TPU ist in den Abbildungen 14 und 15 dargestellt.

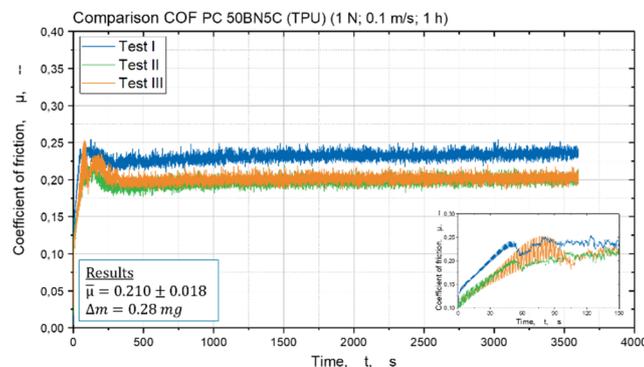


Abbildung 14: Die Reproduzierbarkeit der BoD-Methode, angegeben für alle 3 getesteten Muster pro Formulierung (PC 50 BN 5 C-TPU).

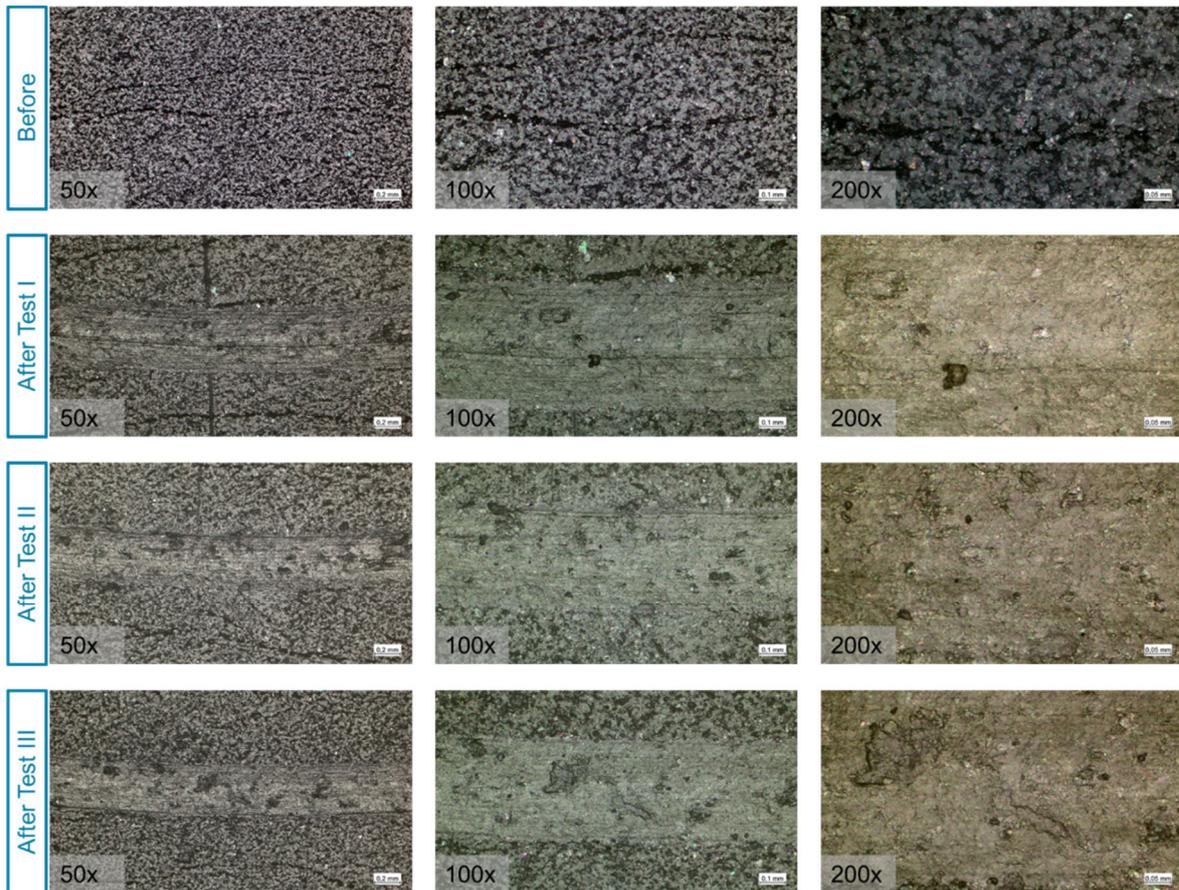


Abbildung 15: Visuelle Kontrolle der nach BoD-Methode getesteten Muster von PC 50 BN 5 C-TPU.

Die Zugabe des Füllstoffs Bornitrid (BN) zum reinen PC reduziert den Reibungskoeffizienten (COF) erheblich. Es ist zu beachten, dass die Zugabe eines anderen Kompatibilisators in die PC 50 BN-Formulierung keine Auswirkungen auf den COF hat, zumindest nicht nach einer Testdauer von $t=1h$ (Abb. 16).

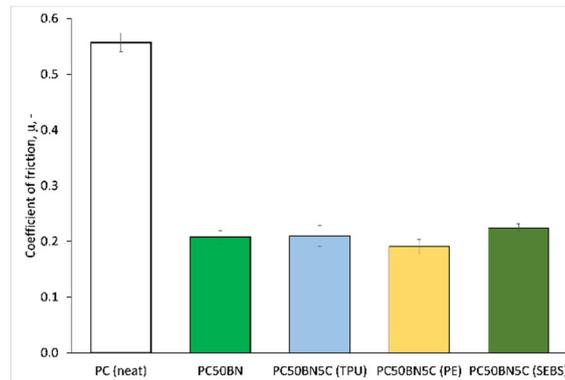


Abbildung 16: Die Zugabe verschiedener Kompatibilisatoren in die PC 50 BN-Formulierung hat keinen Einfluss auf den COF bei einer Testzeit von 1 h.

Dementsprechend wurden abschließende BoD-Tests mit einer Testdauer von nur 20 s durchgeführt. Nach dieser kurzen Testzeit konnte ein Trend beobachtet werden (Abbildung 17). Der Einfluss verschiedener Kompatibilisatoren ist nun deutlich zu sehen. PC mit 50 % BN und Kompatibilisator TPU weisen den niedrigsten COF auf, der höchste konnte mit dem Kompatibilisator SEBS erzielt werden.

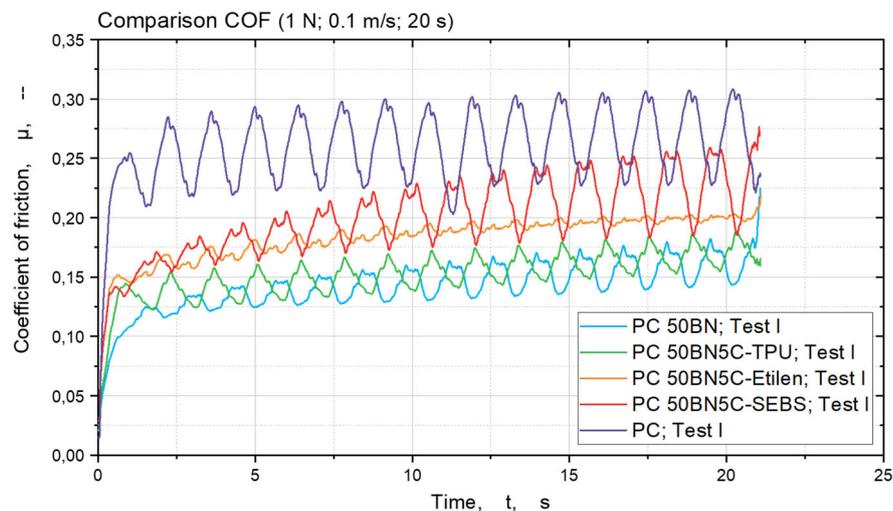


Abbildung 17: CoF der Formulierungen auf Basis von PC 50 BN nach einer Testzeit von 20 s.

Wenn die Ergebnisse (Biegung, DMA, DSC und thermische Eigenschaften) verglichen wurden, konnte man folgende Korrelation sehen: CoF verringert sich, wenn das Material eine höhere Wärmeleitfähigkeit, eine niedrigere Wärmeformbeständigkeit und eine niedrigere Glasübergangstemperatur aufweist.

6 Schlussfolgerungen

Das Projekt wurde mit 103 verschiedenen Materialformulierungen, 91 Compoundierzyklen, 103 Spritzgusszyklen, 108 Wärmeleitfähigkeitsmessungen und 345 weiteren Labormessungen durchgeführt.

Durch die Zusammenarbeit aller Projektpartner und auch anderer Institutionen und KMU wurde eine neue Testmethode für den Cool-Touch entwickelt. Die Auswahl der Materialien eröffnet auch ein neues Forschungsfeld (Einfluss der Partikelgröße und -form auf die Rauheit der Spritzgussteile), das auch für die Industriepartner sehr interessant ist. Die Weiterentwicklung in diesem Bereich erfolgt mit der Charakterisierung der tribologischen Eigenschaften mit Schwerpunkt auf den verwendeten Kompatibilisatoren. Der Einfluss des Kompatibilisators auf die mechanischen und thermischen Eigenschaften bei den Verbundwerkstoffen mit PC-Matrix eröffnete neue Forschungsfelder und neue Möglichkeiten, um maßgeschneiderte Verbundwerkstoffeigenschaften zu erzielen. Die Verbundwerkstoffe mit hoher Wärmeleitfähigkeit wurden compoundiert, spritzgegossen und charakterisiert. Durch die Verwendung des richtigen Kompatibilisators und Schmiermittels wurden die gewünschten Eigenschaften erreicht und Prototypen wurden bei Intra Lighting und Gorenje hergestellt. Das Spritzgießen des Verbundwerkstoffs mit hoher Wärmeleitfähigkeit ist eine geeignete Technologie für die Projektpartner Intra Lighting und Gorenje. Die gewünschte Wärmeleitfähigkeit wurde durch die Zugabe von 60 % BN in die thermoplastische Matrix erreicht, das gewünschte Aussehen durch die Zugabe von 5 % metallischem Masterbatch. Zur weiteren Optimierung der Eigenschaften und vor allem des Preises der Verbundwerkstoffe soll in der Zukunft die Mischung von BN mit GF und Talk oder CaCO₃ hergestellt werden.

7 Veröffentlichung

- [1] Bolka, S.; Pešl, T.; Kerschbaumer, R.C.; Nardin, B. *Einfluss von Kompatibilisierungsmitteln auf die Oberflächenrauheit, die mechanischen und thermischen Eigenschaften von thermoplastischen Verbundwerkstoffen mit hoher Wärmeleitfähigkeit*. V: MEŠL, Maja (ur.), et al. Plastic Gears Conference 2021: Zusammenfassung: 17.-18. Juni 2021, Slovenj Gradec, Slowenien, 21
<https://www.ftpo.eu/Plasticgears>
- [2] Kerschbaumer, R.C.; Mesl, M.; Bolka, S.; Teja, P.; Meza, M.; Mihelic, A.; Dovzak, A.; Stückler, S.; Reumüller, R. (2021) *Auswirkung verschiedener thermoplastischer Werkstoffe auf die Abdruckqualität von Spritzgussteilen*. In: Walter Friesenbichler (Hg.): 29. Leoben-Tagung für Polymertechnik und -wissenschaft. 50 Jahre Polymer Engineering and Science an der Montanuniversität Leoben, Band 10. Leoben: Eigenverlag (Band 10), S. 217–218, doi: 10.13140/RG.2.2.36361.36963
- [3] Kerschbaumer, RC; Bolka, S.; Pesl, T.; Duretek, I.; Lucyshyn, T. *Die Beziehung zwischen einer definierten Mikrostruktur innerhalb der Formoberfläche und der entsprechenden Rauheit des Teils: Eine systematische Studie zu Partikelgröße, Füllstoff- und Kompatibilisatorgehalt*. *Polymere* 2021, 13, 2757 <https://doi.org/10.3390/polym13162757>