





Karakterizacija materiala

Karakterizacija toplotnih/mehanskih/fizikalnih/haptičnih/obrabnih lastnosti kompozitov z visoko toplotno prevodnostjo

Vsebina:

- 1. Uvod
- 2 Materiali za karakterizacijo
- 3 Testiranje hladnega dotika materialov
- 4 Toplotne/mehanske/fizikalne lastnosti materialov
- 5 Haptične/obrabne lastnosti izbranih materialov
- 6. Zaključek
- 7 Objava

Obseg poročila: 23 strani

Slovenj Gradec, oktober 2021

Silvester Bolka (vodja projekta)

docent dr. Blaž Nardin (dekan FTPO)







1 Uvod

Karakterizacija materialov obsega celovito karakterizacijo materialov, ki so bili predstavljeni v DS 1 na podlagi zahtev projektnih partnerjev Gorenje gospodinjski aparati d.o.o. in Intra lighting d.o.o.. Raziskovalni partner Fakulteta za tehnologijo polimerov (FTPO) je izdelala testne vzorce iz teh materialov (kompavndiranje in brizganje) ter skupaj s projektnim partnerjem Montanuniversitaet Leoben (MUL) in Polymer Competence Center Leoben GmbH (PCCL) temeliito pregledala termične/mehanske/fizikalne/haptične/obrabne lastnosti vzorcev. Površine končnih izdelkov smo analizirali vsi projektni partnerji z novo razvito metodo hladnega dotika. Cilj teh aktivnosti je bil najti najustreznejši material (polimer) za optimizacijo in izdelavo prototipov z demonstratorskim orodjem. Poročilo je razdeljeno na tri vsebinske dele. V prvem delu je opisana sestava materiala. V drugem delu je predstavljena izvedba metode testa hladnega dotika in njeni rezultati. V tretjem delu so predstavljene izmerjene lastnosti. Zaključek vsebuje nadaljnje ukrepe, potrebne za optimizacijo in proizvodnjo kompozitov z visoko toplotno prevodnostjo. V zadnji točki so navedene objave, ki izhajajo iz DS3.







2 Materiali za karakterizacijo

V tabeli 1 so predstavljeni vzorci z njihovo sestavo. Za boljšo preglednost smo v tabeli uporabili naslednje kratice:

- > PE-HD polietilen visoke gostote; DOW HDPE 25055 E NATURAL
- > **PP** polipropilen; Ineos 100-GA02 DTA 1105
- > **PA** poliamid; Akulon K222-D Natural
- ABS akril-nitril-butadien-stiren; Elix ABS P2H-AT/0101083 LNS 202
- > PS polistiren; Edistir SR550 257869
- > PC Sabic Lexan 243 R
- AI aluminijev prah podjetja Talum, Slovenija
- C kompatibilizator; za PE-HD: Exxelor PE 1040; za PP: Exxelor PO 1020; C-SEBS: Graftbond SEBS-GMA ; C-TPU: U TU-S5265
- BN borov nitrid; 3M prašek BN CF Platelets 012P
- > WP odpadni papir iz Papirnice Vevče
- **T** smukec; Plustalc H15
- **GF** steklena vlakna; 3B steklena vlakna DS 1128-10N
- W volastonit; Aspect 3992
- > CaCO3-S CaCO3 z majhnimi delci; Calplex Extra
- > CaCO3-B CaCO3 z velikimi delci; Calplex 40
- L lubrikant; Croda ER
- > MB1 Master Batch kovinsko srebrna Maxithen HP7BA5567 Metallic silber
- > MB2 Master Batch kovinsko modra Maxithen HP5BB4417 Metallic blau
- > MB3 Master Batch kovinsko siva Maxithen HP9BA8837 Metallic grau

WB4 - Master Batch kovinsko vijolična - Maxithen HP5BB4397 Metallic violett

MB5 – Master Batch kovinsko rjava - Unimax UNS8BA5427 Metallic braun Vzorci od 822_2019_0103_06 do 822_2019_0103_09 so komercialno dostopni polimerni materiali z visoko toplotno prevodnostjo in so bili uporabljeni kot referenčni vzorci. Za vse druge vzorce so projektni partnerji potrdili sestavo. Vse vzorce smo skompavndirali na FTPO z dvopolžnim ekstruderjem in brizgali, da smo dobili vzorce za nadaljnjo laboratorijsko karakterizacijo.







Tabela 1: Materiali, uporabljeni za karakterizacijo – pregled s sestavo kompozitov, skompavndiranih v okviru projekta. Komercialno dostopni vzorci so napisani z rdečo.

Vzorec št.	Sestava	
822_2019_0103_00	PE-HD	
822_2019_0103_01	PE-HD 5AI 10C	
822_2019_0103_02	PE-HD 5AI 30C	
822_2019_0103_03	PE-HD 20AI 10C	
822_2019_0103_04	PE-HD 20AI 30C	\sim
822_2019_0103_05	PE-HD 12.5AI 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	Alu folija TPU 20	
822_2019_0103_10-2	Alu folija TPU 30	
822_2019_0103_10-3	Alu folija TPU 50 💙 💛	
822_2019_0103_10-4	Alu folija TPU 100	
822_2019_0103_10-5	Alu folija TPU 200	
822_2019_0103_10-6	Alu folija TPU 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	\mathbf{O}
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 30CaCO3S 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

Fakulteta za tehnologijo polimerov



3 Testiranje izbranih materialov na hladen dotik

Meritve toplotne prevodnosti zaradi oblike in dimenzij testnega vzorca niso vedno izvedljive. Zato smo se projektni partnerji odločili za razvoj nove testne metode za ocenjevanje hladnega dotika, da bi lahko ocenjevanje izvajali tudi na neravnih površinah neposredno na napravah, kjer so ti izdelki nameščeni. Za ocenjevanje smo uporabili vzorce, izdelane z dvema izbranima tehnologijama: IML ("in mould labelling") in skompavndirani visoko toplotno prevodni kompoziti, in sicer vsi vzorci s proizvodno številko 822_2019_0103. Cilj tega ocenjevanja je bil občutek hladnega dotika; testi morajo biti izvedeni neodvisno od vsakega posameznika, postopek testiranja pa mora biti hiter brez omejitev glede oblike testiranega predmeta. Za izdelavo testnih vzorcev je bilo uporabljeno orodje dimenzij 60 mm x 60 mm x 4 mm. Na sliki 1 so predstavljeni vzorci.



Slika 1: Proizvedeni vzorci za izvedbo metode hladnega dotika (822_2019_0103).

Prvi korak je bil razvoj metode hladnega dotika pri vsakem projektnem partnerju. Ocenili smo tako omejitve med izvedbo testa kot tudi rezultate. V drugem koraku smo razvili skupno metodo in izbrali vzorce za naslednjo izvedbo testne metode hladnega dotika. Test smo ponovno opravili pri vseh projektnih partnerjih skupaj z oceno rezultatov. Za ta korak smo izbrali vzorce 822_2019_0103_06, 822_2019_0103_08, 822_2019_0103_09, 822_2019_0103_10-4, 822_2019_0103_10-5 in 822_2019_0103_10-6. Po oceni vseh rezultatov smo določili testno metodo:







- temperiranje vzorcev najmanj 24 ur pri 23 °C,
- pred dotikom vsakega vzorca se je potrebno z dlanjo dotakniti kovinske plošče za 5 sekund,
- > testnih vzorcev se dotaknemo z isto dlanjo in počakamo 3 sekunde,
- opravi se ocena občutka (nižja številka za hladnejši občutek, višja številka za toplejši občutek),
- > vsak vzorec mora imeti različno številko ocene,
- največje število vzorcev je 6.



Na sliki 2 so zbrani rezultati iz izbranih vzorcev.



Slika 2: Zbrane ocene testne metode hladnega dotika z meritvami toplotne prevodnosti (zelena) in izračuni kontaktne temperature (rjava).

Fakulteta za tehnologijo polimerov **TPO**





4 Toplotne/mehanske/fizikalne lastnosti materialov

Za kompozite z visoko toplotno prevodnostjo so ključnega pomena ne le hladen dotik, temveč tudi toplotne, mehanske in fizikalne lastnosti materialov. Karakterizacijo proizvedenih vzorcev smo v glavnem izvedli FTPO, PCCL in MUL. Za dosego enega od ciljev projekta – tesnejšega sodelovanja med institucijami – je bila izvedena medlaboratorijska primerjava za metodo DSC in metodo Hot Disk.

FTPO in PCCL sta opravila medlaboratorijsko primerjavo za DSC. Rezultati so predstavljeni na sliki 3. Očitno je, da so rezultati dobro primerljivi, kar kaže na visok nivo znanstvenega znanja pri izvajanju meritev.



Slika 3: Rezultati medlaboratorijske primerjave za DSC pri vzorcih od 822_2019_0103_00 do 822_2019_0103_05 (temperatura tališča zgoraj levo, temperatura kristalizacije zgoraj desno, entalpija taljenja spodaj levo, kristalizacijska entalpija spodaj desno).

Na FTPO, PCCL, 3M in C3 smo izvedli medlaboratorijsko primerjavo tudi za toplotno prevodnost. Rezultati so predstavljeni na sliki 4. Vrednosti, ki sta jih pridobila FTPO in PCCL, se tesno ujemata, zgolj pri C3 najdemo večjo in nepojasnjeno razliko.









	λ (Μ	//mK) –	λ (W/mK) –	λ (W/mK) –
	F	ТРО	C3	3M
Sample Nr.	2	mm	2 mm	2 mm
822_2020_0164	_11 4	1,41	8,73	4,17
822_2020_0190	_02	1,79	4,84	1,07
822_2020_0218	_07 (),83	3,01	0,77

Slika 4: Rezultati medlaboratorijske primerjave meritev Hot Disk za vzorce od 822_2019_0103_00 do 822_2019_0103_05 (FTPO-PCCL) na levi in za vzorce 822_2020_0164_11, 822_2020_0190_02 ter 822_2020_0218_07 (FTPO-C3-3M) na desni strani.

Vse vzorce, izdelane na FTPO s tehnologijo brizganja, smo tudi stestirali in skarakterizirali (toplotne, mehanske in fizikalne lastnosti), nekatere vzorce smo testirali tudi na PCCL (DSC, toplotna prevodnost, haptika in obraba) in MUL (podatki o materialu, potrebni za simulacijo polnjenja, npr. c_p , λ , η in pvT). Proti koncu projekta smo na PCCL karakterizirali tudi tribološke lastnosti. Ugotovitve so opisane v poglavju 5.

Odločilna lastnost za izbiro končnih vzorcev je bila toplotna prevodnost. Z dodatkom različnih polnil se je toplotna prevodnost povečala z 0,48 W/mK na 0,61 W/mK (PE 20AI), 0,72 W/mK (PE 30T), 0,56 W/mK (PE CaCO3-S) in 0,57 W/mK (PE CaCO3-B). Z dodajanjem BN se je toplotna prevodnost povečala v večji meri, vendar z večjo količino dodanega BN. Za kompozite z matrico PP je prikazan vpliv količine BN v kompozitu na toplotno prevodnost (slika 5). Kot je razvidno iz slike 5, je povečanje toplotne prevodnosti linearno do pribl. 40 % dodanega BN. Z večjo količino BN v matrici PP je povečanje toplotne prevodnosti eksponentno. Pri vzorcih 822 2020 0164 se je količina kompatibilizatoria razlikovala, najvišja toplotna prevodnost je bila dosežena s 5 % kompatibilizatoria. Kompoziti brez kompatibilizatoria so imeli nižio toplotno prevodnost v primerjavi s kompoziti s kompatibilizatorjem. Dodajanje GF namesto BN je znižalo toplotno prevodnost. Pri kompozitih z matrico PA6 in 30 % BN ter 30 % anorganskih polnil (vzorci od 822 2021 0015 05 do 822 2021 0015 19) so imeli najvišjo toplotno dodajanju kompatibilizatorja prevodnost kompoziti Ζ GF. Po (vzorci od 822 2021 0015 20 do 822 2021 0015 24) se je toplotna prevodnost povišala, dodajanje GF pa je privedlo do najvišje toplotne prevodnosti. Toplotna prevodnost se je







povečala tudi po dodajanju kovinskih Master Batchev. Rezultati so predstavljeni v tabeli



Slika 5: Toplotna prevodnost kot funkcija dodanega BN v matrici PP.

Matrica	PA6	PP	PC	ABS	PS
Število	109	110	111	112	113
Master Batch	λ (W/mK)	λ (W/mK)	λ (W/mK)	λ (W/mK)	λ (W/mK)
brez	2,74	1,95	1,97	2,41	2,01
Maxithen HP7BA5567 kovinsko srebrna	3,48	2,26		2,63	2,16
Maxithen HP5BB4417 kovinsko modra	2,93	2,4		2,68	2,03
Maxithen HP9BA8837 kovinsko siva	3,05	2,22		2,84	2,42
Maxithen HP5BB4397 kovinsko vijolična	3,81	2,31		2,54	2,67
Unimax UNS8BA5427 kovinsko rjava	2,92	2,36		2,8	2,15

Tabela 2: Toplotna prevodnost kompozitov z dodatkom 60 % BN.

Količina dodanega BN vpliva na mehanske lastnosti. Do 50 % BN se togost in trdnost povečata, če je kompozit pravilno kompatibiliziran. Z večjo količino BN sta se togost in trdnost zmanjšali. Žilavost se je zmanjšala z naraščajočim deležem BN. Z dodajanjem







odpadnega papirja je togost ostala na enaki ravni, povečala se je trdnost in tudi žilavost. Z dodatkom AI se povečata trdnost in togost, žilavost pa ostane na enaki ravni zaradi dobre kompatibiliziranosti kompozitov. Dodajanje smukca in majhnega CaCO₃ je povečalo trdnost in togost ter zmanjša žilavost, s kompatibilizatorjem še bolj. Z dodajanjem večjega CaCO₃ sta bili trdnost in togost povečani v prisotnosti kompatibilizatorja, žilavost pa je ostala na enaki ravni. Z dodajanjem GF v kompozite BN, osnovane na PP, je togost dosegla maks. vrednost pri 25 % GF, trdnost pa je dosegla maks. vrednost pri 15 % GF. Dodajanje volastonita je povečalo togost in trdnost v manjši meri kot talk, ta pa v manjši meri kot GF. Dodajanje CaCO₃ je povečalo togost in trdnost v manjši meri kot dodajanje volastonita.

Dodajanje BN ima velik vpliv na HDT, saj je bila vrednost višja pri vseh vzorcih. Poleg tega se HDT izboljša z dodajanjem GF, smukca in CaCO3-S ter CaCO3-B. HDT se izboljša tudi z dodajanjem WP do 20 %.

Najbolj zanimiv je bil vpliv vrste kompatibilizatorja na toplotne in mehanske lastnosti kompozitov na osnovi PC s 50 % BN (tabela 3 in 4 ter tudi na sliki 6 in 7). Togost je dosegla med 3,8 GPa in 9,8 GPa (od 7,5 GPa za PC 50BN in 2,0 GPa za čist PC) in trdnost med 39 MPa in 64 MPa (od 49 MPa za PC 50BN in 101 MPa za čist PC). Temperatura steklastega prehoda je padla na med 97 °C in 128 °C (s 130 °C za PC 50BN in 143 °C za čist PC). Podrobne informacije o tej tematiki lahko najdete v publikaciji Bolka et al. [1].

Vzorec	Upogibni E modul (GPa)	Maksimalna upogibna trdnost (MPa)	Raztezek pri maksimalni upogibni trdnosti (%)
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

Tabela 3: Rezultati prožnostnih testov za vzorce 822_2020_0190.







Aexo	DSC 822_2020_0190 ČB Nr2	23.04.2021 07:06:00
	2. segrevanje	
Sample: DSC 822_2021_0190_00, 30,8710 mg		
Sample: DSC 822_2021_0190_01, 29,7530 mg	Midpoint ASTM, IEC 143,01 °C Delta cp ASTM, IEC 0,120 Jg^-1K^-1	
		58 <u>9</u> .: 0
Sample: 822_2020_0190_02, 54,6200 mg	Midpoint ASTM, IEC 139,23 °C Delta cp ASTM, IEC 74,316e-03 Jg^-1K^-1	Integral -14,75 mJ normalized -0,50 Jg/s-1 Seg.: 6
Sample: 822_2020_0190_03, 56,7560 mg	MdpointASTM, IEC 96,59 °C Delta cp ASTM, IEC 3,219e-03 Jg^-1K^-1	Integral -332,60 mJ normalized -6,09 Jg^-1 Seg.: 6 Peak 219,43 °C
Sample: 822_2020_0190_04, 49,9840 mg	MdpointASTM, IEC 119,43 C Delta cp.ASTM, IEC 54,932e-03 Jg^-1K^-1	
dt 1,00 s [1] 25,0 °C, 1,00 min, N2 20,0 ml/min [2] 25,0 °C, 1,0,0 K/min,N2 20,0 ml/min [3] 300,0 °C, 1,00 min, N2 20,0 ml/min		normalized -2,16 Jg%-1 Seg.: 6 Peak 223,91 °C
14 3000.250 °C, 10,00 kmin,22 200 milinin 15 25.0° C, 500 min, N2 200 milinin 16 25.0.300,0°C 1,000 Kmin,N2 200 milinin 17 300.0°C, 1,000 mi, N2 200 milinin 18 3000.250 °C, 10,00 Kmin,N2 200 milinin Synchronization enabled	Midpoint ASTM, IEC 127,66 °C Delta cp ASTM, IEC 66,1556-03 Jg^-1K^-1	Integral 93,45 mJ Seg.: 6 normalized -1,87 Jg%1 Peak 225,15 °C
40 50 50 70 80 90 100 110 Faculty of polymer technology - Slovenj Grades: METTLER	120 130 140 150 160 170 180 190 200 210 220 230) 240 250 260 270 280 290 ℃ STAR* SW 15.00

Slika 6: Termogrami DSC za vzorce 822_2020_0190 – rezultati drugega segrevanja.



Slika 7: Termogrami TGA za vzorce 822_2020_0190.

Tabela 4: zbrani rezultati DMA za vzorce 822_2020_0190.

E' pri 30 °C (GPa) HDT (°C) T_g pri tan δ (°C) Vzorec 822 2020 0190 00 1,98 147,4 158/197

Vrh pri tan δ (-) 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

Fakulteta za tehnologijo polimerov FTPO





5 Haptične/obrabne lastnosti izbranih materialov

PCCL in MUL sta podprla vodilnega partnerja delovnega sklopa FTPO z različnimi meritvami za krepitev čezmejnega sodelovanja na eni strani in doseganje zahtevanih ciljev projekta na drugi strani. PCCL se je osredotočil na: (i) več bilateralnih srečanj s FTPO in MUL za opredelitev formulacij materialov (glej tabelo 1) in razpravo o pridobljenih rezultatih, (ii) določitev haptičnih lastnosti izbranih materialov glede na meritve hrapavosti in (iii) preiskavo lastnosti obrabe vzorcev s proizvodno številko 822_2020_0190 (PC50BN s tremi različnimi kompatibilizatorji).

5.1 Določanje haptičnih lastnosti izbranih materialov glede na meritve hrapavosti

Preliminarne raziskave so pokazale, da se hrapavost nabrizganega izdelka močno razlikuje glede na material, kljub temu, da je uporabljen vedno enak standardni vložek ($R_a = 0,26 \ \mu m$, slika 8). Za več podrobnosti glejte Kerschbaumer et al. [2].



Slika 8: Razvrstitev predhodnih raziskav o hrapavosti brizganih vzorcev komercialno dostopnih termoplastov s pomočjo konfokalnega mikroskopa in uporabe standardnega vložka s profilom hrapavosti $R_a = 0,26 \ \mu m$.

Posledično je bila oblikovana naslednja hipoteza: oblika, količina in velikost uporabljenih polnil so odločilne za oblikovanje površine izdelkov. Celoten konzorcij se je odločil, da to







hipotezo razišče na znanstveni način, saj mikrostruktura brizganih izdelkov odločilno vpliva na občutek dotika. V ta namen je partner Richard Hiebler GmbH izdelal tri vložke z različnimi vrednostmi hrapavosti. Uporabljena oprema za izdelavo vbrizganih delov je prikazana na sliki 9, uporabljeni materiali pa so temeljili na PE-HD z različnimi deleži polnila, velikostjo polnila in kompatibilizatorjem (proizvodna številka 822_2020_0056 in 822_2020_0127 v tabeli 1).



Slika 9: Uporabljena oprema za proizvodnjo brizganih izdelkov z določenimi vrednostmi hrapavosti. (a) Kalup z zamenljivimi vložki. (b) brizgani izdelek z dimenzijo 60 mm x 60 mm x 4 mm z uporabo vložka brez določene hrapavosti. (c–e) Vložki za orodje, ki jih je zagotovil Richard Hiebler GmbH., Stainz, Avstrija, s ciljno vrednostjo profila hrapavosti R_a 0,2 µm, 0,8 µm in 3,2 µm za izdelavo pravokotnih delov z dimenzijami 60 mm × 60 mm × 2,5 mm [3].

Ugotovili smo, kot je tudi prikazano na sliki 10, da je potrebno razlikovati med dvema primeroma; ali je mogoče, da čista polimerna matrica steče na dno doline profila hrapavosti površine ali ne. Če se fronta tečenja polnjenih termoplastov ne strdi, preden

doseže dno doline profila hrapavosti površine, povečanje premera polnila in vsebnosti polnila povzroči povečanje $\Delta \overline{R}_a$, tj. oblikovani del postane bolj hrapav v primerjavi z izbrano hrapavostjo vložka. Drugi vplivni dejavnik je povezan z velikostjo polnila, to je, ali se prilega v doline profila hrapavosti površine ali ne. V primeru, da to ne drži, na primer pri uporabi vložkov z vrednostmi R_a, nižjimi od 0,8 µm, in polnila CalPlex 40 z vrednostjo D50 16 µm–25 µm, je geometrija polnila primarno oblikovana. Ko se fronta tečenja taline strdi, preden doseže dno doline profila hrapavosti površine, kot je na primer opaziti pri hrapavosti vložka 3,2 µm, to na splošno vodi do bistveno bolj gladkih vzorcev. Kakršno koli dodajanje polnila in sprememba količine polnila ali kompatibilizatorja ne kaže pomembnega vpliva na kakovost odtisa profila hrapavosti na površino izdelka.

Slika 10: Vpliv na kakovost odtisa profila hrapavosti na površino izdelka za splošni primer [3].

Če povzamemo; kakovost odtisa profila hrapavosti na površino izdelka je funkcija velikosti polnila, dimenzije doline profila hrapavosti površine, ki jo predstavlja R_z in S, toplotne prevodnosti polnila in polimerne matrice ter koeficienta prenosa toplote. Podrobne informacije o tej tematiki lahko najdete v publikaciji Kerschbaumerja et al. [3].

Da bi izboljšali kakovost odtisa profila hrapavosti na površino izdelka, smo na podlagi simulacije polnjenja izračunali pojavljajočo temperaturo taline in strižne hitrosti na steni orodja v fazi polnjenja (glej sliko 11). Potrebne podatke o materialih smo izmerili na MUL, prav tako smo tam izvedli simulacijo.

Slika 11: Simulirane (a) strižne hitrosti in (b) porazdelitve temperature 297 ms po pričetku faze polnjenja (PE-HD, središče brizganega izdelka). Časovni koraki predstavljajo zmanjšanje zaradi procesov strjevanja taline na steni orodja [3].

Na MUL smo nato izvedli meritve viskoznosti z uporabo simuliranih parametrov ($\dot{\gamma} = 500 \text{ s}^{-1}$, T = 215 °C), da bi lahko povezali kakovost odtisa profila hrapavosti na površino izdelka z viskoznostjo materiala. Na podlagi teh preiskav (slika 12) ni bilo mogoče potrditi predpostavke, da enaka viskoznost pri danih pogojih procesa vodi do enake kakovosti odtisa profila hrapavosti na površino izdelka. Če primerjamo kakovosti odtisa profila hrapavosti odtisa profila hrapavosti na površino izdelka za zelene in rdeče vrednosti v tabeli 5, lahko vidimo, da imajo formulacije, ki imajo enako viskoznost pri danih pogojih procesa, razliko v kakovosti odtisa profila hrapavosti na površino izdelka tudi do 3x.

Tabela 5: Korelacije vrednosti viskoznosti η in kakovosti odtisa $\Delta \overline{R}_a$ vložka z nizko hrapavostjo za izbrane formulacije. Viskoznosti smo določili v linearnem viskoelastičnem območju (10 % raztezek) pri preskusni temperaturi 215 °C in strižni hitrosti 500 s⁻¹. Kompatibilizator je označen s C, polnilo pa s F [3].

Formulacija	CaC	CO3-S T		Т	CaCO3-B		
PE-HD	η, Ρa s	$\Delta \overline{R}_a$, µm	η, Ρa s	$\Delta \overline{R}_a$, μm	η, Ρa s	$\Delta \overline{R}_a$, μm	
+10 % F + 2 % C	188±8	0,17	186±1	0,51	183±11	0,65	
+20 % F	193±15	0,47	186±1	0,48	192±11	1,11	
+30 % F + 6 % C	304±6	0,53	303±1	1,14	255±16	3,51	

η: povprečna vrednost treh meritev

Kot smo opisali že v poglavju 4, imajo različni kompatibilizatorji pomemben vpliv na toplotne in mehanske lastnosti kompozitov na osnovi PC s 50 % BN (proizvodna številka 822_2020_0190). Kot je prikazano na sliki 12, različni kompatibilizatorji ne vplivajo na hrapavost brizganega izdelka.

Slika 12: Vpliv različnih kompatibilizatorjev na hrapavost brizganega izdelka.

5.2 Obrabne lastnosti izbranih formulacij na podlagi triboloških raziskav

Malo pred koncem projekta smo na PCCL karakterizirali tribološke lastnosti kompozitov na osnovi PC (proizvodna številka 822_2020_0190), da bi rezultate lahko povezali z materialnimi lastnostmi, ki smo jih izmerili na FPTO. Najprej so bili izvedeni preliminarni testi, s katerimi so bili določeni ustrezni testni pogoji. Kot je prikazano na sliki 13, so bili testni pogoji nastavljeni na $F_N=1N$, v=0,1 ms⁻¹in t=1 h.

Slika 13: Preliminarni tribološki testi (metoda Ball on Disc-(BoD)) za določitev ustreznih testnih pogojev.

Nato smo preverili ponovljivost. Dokazali smo, da so meritve ponovljive za vse 3 testirane vzorce na formulacijo. Primer meritev za formulacijo PC 50 BN 5 C-TPU je podan na slikah 14 in 15.

Slika 14: Ponovljivost metode BoD je podana za 3 testirane vzorce na formulacijo (PC 50 BN 5 C-TPU).

Slika 15: Optična preiskava vzorcev PC 50 BN 5 C-TPU, testiranih po metodi BoD.

Dodajanje polnila borovega nitrida (BN) čistemu PC bistveno zmanjša koeficient trenja (COF). Upoštevati je potrebno, da dodajanje različnih kompatibilizatorjev v formulacijo PC 50 BN nima vpliva na COF, vsaj ne po testnem obdobju t=1h (slika 16).

Slika 16: Dodajanje različnih kompatibilizatorjev v formulacijo PC 50 BN ne vpliva na COF v času enournega testa.

V skladu s tem so bili izvedeni končni testi BoD, ki so trajali zgolj 20 s. Po tem kratkem obdobju testiranja je bilo mogoče zaslediti trend, ki ga opazimo na sliki 17. Jasno je razviden vpliv različnih kompatibilizatorjev. PC s 50 % BN in kompatibilizator TPU kažeta najnižji COF, najvišjega pa dosežemo s kompatibilizatorjem SEBS.

Slika 17: CoF formulacij na osnovi PC 50 BN po testnem času 20 s.

Če primerjamo rezultate (upogibni test, DMA, DSC in toplotne lastnosti), je mogoče opaziti naslednjo korelacijo: do nizkega CoF pride, ko ima material višjo toplotno prevodnost, nižji HDT in nižjo temperaturo steklastega prehoda.

6 Zaključki

V okviru projekta smo naredili 103 različne formulacije materialov, 91 ciklov kompavndiranja, 103 cikle brizganja, 108 meritev toplotne prevodnosti in 345 drugih laboratorijskih meritev.

Zahvaljujoč sodelovanju med vsemi projektnimi partnerji in tudi drugimi institucijami ter strokovnjaki je bila razvita nova testna metoda hladnega dotika. Izbor materialov nam je razkril tudi novo raziskovalno področje (vpliv velikosti in oblike delcev na hrapavost brizganih izdelkov), ki je zelo zanimivo tudi za industrijske partnerje. Nadaljnji razvoj na tem področju bo potekal s karakterizacijo triboloških lastnosti, pri čemer bo poudarek na uporabljenem kompatibilizatorju. Vpliv kompatibilizatorja na mehanske in toplotne lastnosti kompozitov z matrico PC je odprl novo področje raziskav in nove možnosti za ustvarjanje lastnosti kompozita, izdelanih po želji. Kompoziti z visoko toplotno prevodnostjo so bili kompavndirani, brizgani in karakterizirani. Z uporabo ustreznega kompatibilizatorja in lubrikanta smo v Intra lighting in Gorenju dosegli želene lastnosti in izdelali prototipe. Brizganje kompozita z visoko toplotno prevodnostjo je ustrezna tehnologija za projektna partnerja Intra lighting in Gorenje. Želeno toplotno prevodnost smo dosegli z dodajanjem 60 % BN termoplastični matrici, želeni videz pa z dodajanjem 5 % kovinskega Master Batcha. Za nadaljnjo optimizacijo lastnosti in predvsem cene kompozitov je potrebno v prihodnosti proizvesti mešanico BN in GF ter talka ali CaCO₃.

7 Objave

[1] Bolka, S.; Pešl, T.; Kerschbaumer, R.C.; Nardin, B. Effect of compatibilizers on surface roughness, mechanical, and thermal properties of thermoplastic composites with high thermal conductivity. V: MEŠL, Maja (ur.), et al. Konferenca Plastic Gears 2021 : knjiga povzetkov : 17.-18. junij 2021, Slovenj Gradec, Slovenija, 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) *Impact of Different Thermoplastic Materials on the Impression Quality of Injection Molded Parts*. V: Walter Friesenbichler (Hg.): 29th Leoben-Conference on Polymer Engineering and Science. 50 years Polymer Engineering and Science at Montanuniversität Leoben, Band 10. Leoben: Eigenverlag (Band 10), S. 217–218, doi: 10.13140/RG.2.2.36361.36963
- [3] Kerschbaumer, R.C.; Bolka, S.; Pesl, T.; Duretek, I.; Lucyshyn, T. The Relationship between a Defined Microstructure within the Mold Surface and the Corresponding Roughness on the Part: A Systematic Study on Particle Size, Filler-, and Compatibilizer Content. Polymers 2021, 13, 2757 https://doi.org/10.3390/polym13162757