

TERMOPLASTIČNI KOMPOZITI Z VISOKO TOPLOTNO PREVODNOSTJO

**Teja PEŠL, Silvester BOLKA, Rebeka LORBER, Tamara ROZMAN,
Rajko BOBOVNIK, Blaž NARDIN**
Fakulteta za tehnologijo polimerov

IZVLEČEK

V prispevku bomo predstavili krojenje toplotne prevodnosti polimernih materialov v kombinaciji z njihovimi mehanskimi lastnostmi. Polimerni kompozit je sestavljen iz polikarbonatne (PC) termoplastične matrice, ki ji je za zvišanje toplotne prevodnosti dodan borov nitrid (BN). S pomočjo različnih kompatibilizatorjev pri ternarnem kompozitu dosežemo različne kombinacije toplotne prevodnosti in mehanskih lastnosti.

Kompavndiranje smo izvedli na dvopolžnem ekstruderju. V PC matrico smo dodali 50 % BN in 5 % različnih kompatibilizatorjev. Za izvedbo karakterizacije smo preizkušance pripravili s postopkom brizganja. Upogibni E modul, upogibna trdnost, raztezek pri upogibni trdnosti, toplotna prevodnost in temperatura razpada so močno odvisni od uporabljenega kompatibilizatorja. Pri visoki upogibni togosti dobimo tudi najvišjo upogibno trdnost, hkrati je ta kompozit najbolj krhek, ima pa najvišjo toplotno prevodnost. Najbolj žilav kompozit dobimo pri srednjih vrednostih upogibne togosti in trdnosti, hkrati je toplotna prevodnost najnižja.

Delo je bilo opravljeno v okviru projekta PolyMetal – Interreg SLO-AT, prednostna os krepitev čezmejne konkurenčnosti, raziskav in inovacij, kjer razvijamo stroškovno učinkovit polimerni material kovinskega videza in otipa. Sodelujoči partnerji iz Slovenije smo FTPO, Gorenje d.o.o. in Intra lighting d.o.o..

1 UVOD

V zadnjem času opažamo, da se vse več kovinskih materialov zamenjuje s polimernimi. Dokler gre le za vidik trdnosti in žilavosti še nekako najdemo ustrezen polimerni material, ki ga lahko še dodatno izboljšamo z raznoraznimi polnili. Ko pa pridemo do drugih funkcionalnosti, na primer odvajanja toplote v primeru hladilnih teles pri svetilih, pa mora polimerni material zadostiti tudi drugim lastnostim. V prispevku bomo torej predstavili študijo vpliva dodatka borovega nitrída (BN) na toplotno prevodnost in seveda tudi na mehanske in termične lastnosti izdelanih kompozitov s PC matrico. V okviru projekta PolyMetal (Interreg SLO-AT), prednostna os krepitev čezmejne konkurenčnosti, raziskav in inovacij, razvijamo stroškovno učinkovit polimerni material kovinskega videza in otipa. Za enega od projektnih partnerjev bi ta material lahko predstavljal rešitev za izdelavo hladilnega telesa pri svetilih, saj bi mu s tem omogočili večjo svobodo pri oblikovanju, saj se polimerni materiali lažje predelujejo kot kovine

in smo tako manj omejeni pri oblikovnem dizajnu.

2 EKSPERIMENTALNI DEL

Pri eksperimentalnem delu študije smo na podlagi predhodnih raziskav uporabili optimalno količino dodatkov ter nastavitve parametrov pri kompavndiranju in brizganju.

2.1 Uporabljeni materiali

Uporabili smo komercialno dostopen polikarbonat (Sabic Lexan 243 R), ki nam ga je doniralo podjetje Intra lighting d.o.o. iz Slovenije. Uporabili smo tri različne komercialno dostopne kompatibilizatorje in sicer TPU-g-MA (TU S5265), PE-g-MA (Fusabond N416), SEBS-MAH (Graftabond 02520 CAF). Kot polnilo smo uporabili borov nitrid (Powder BN Platelets 012P).

2.2 Priprava vzorcev

Izdelali smo pet serij vzorcev in sicer smo pri vzorcu 0 uporabili samo PC, pri preostalih verzijah smo dodali 50 % BN, pri vzorcih 2, 3 in 4 pa še 5 % kompatibilizatorja. Pri vzorcu 2 smo dodatno uporabili kompatibilizator TPU-g-MA, pri vzorcu 3 PE-g-MA in pri vzorcu 4 SEBS-MAH. V tabeli 1 je prikazana sestava vzorcev.

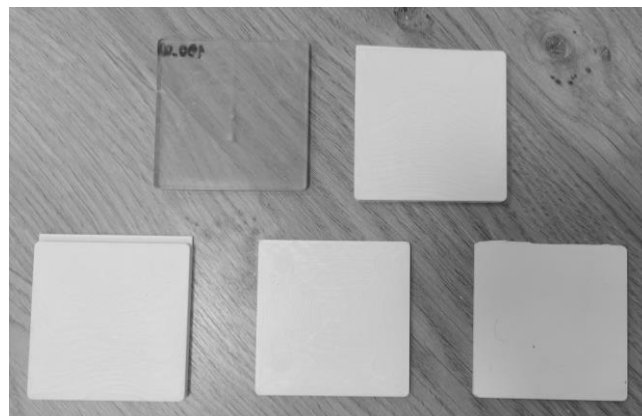
Tabela 1: Sestava vzorcev

Vzorec	PC (%)	BN (%)	TPU-g-MA (%)	PE-g-MA (%)	SEBS-MAH (%)
0	100	0	0	0	0
1	50	50	0	0	0
2	45	50	5	0	0
3	45	50	0	5	0
4	45	50	0	0	5

Pred kompavndiranjem smo PC posušili na vlažnost pod 0,02 %, pred brizganjem pa smo kompozit prav tako posušili na vlažnost pod 0,02 %.

Vse vzorce smo najprej kompavndirali na dvopolžnem ekstruderju Labtech LTE 20-44. Premer polžev je bil 20 mm, L/D razmerje 44:1, obrati polžev 400 min^{-1} , temperature cilindra od $250 \text{ }^\circ\text{C}$ na vstopni coni do $265 \text{ }^\circ\text{C}$ na šobi. Šoba je imela dve odprtini premera 4 mm. Filamenta smo vodili preko vodne kopeli ($15 \text{ }^\circ\text{C}$) v granulator Scheer, kjer smo filamenta narezali na dolžino okoli 5 mm.

Brizgali smo na brizgalnem stroju Krauss Maffei KM 50-180 CX. Premer polža je bil 30 mm. Temperaturni profil od $255 \text{ }^\circ\text{C}$ (vstopna cona) do $265 \text{ }^\circ\text{C}$ (na šobi). Temperatura orodja je bila $25 \text{ }^\circ\text{C}$, čas hlajenja 10 s. Slika 1 prikazuje brizgane ploščice zgoraj vzorca 0 in 1, spodaj pa vzorci 2, 3 in 4. Brizgali smo ploščice velikosti $60 \text{ mm} \times 60 \text{ mm} \times 4 \text{ mm}$, ki so primerne za merjenje toplotne prevodnosti, iz njih pa smo pripravili tudi vzorce za ostale laboratorijske teste.



Slika 1: Od leve proti desni zgoraj vzorca 0 in 1, spodaj vzorci 2, 3 in 4

2.3 Laboratorijski testi

Vse laboratorijske teste smo opravili v laboratorijih na Fakulteti za tehnologijo polimerov v Slovenj Gradcu.

Upogibne teste smo izvedli na trgalnem stroju Shimadzu AG-X plus 10 kN. Upogibne teste smo izvedli skladno s standardom ISO 178. Razmik med podporama je bil 48 mm, hitrost testiranja pa 2 mm/min .

Dinamične mehanske analize (DMA) smo izvedli na Perkin Elmer DMA 8000. Vzorce smo testirali na upogib z dvojno prižemo s frekvenco 1 Hz, amplitudo $0,02 \text{ mm}$ in do $200 \text{ }^\circ\text{C}$. Hitrost segrevanja je bila $2 \text{ }^\circ\text{C/min}$.

Termogravimetrične analize (TGA) smo izvedli na instrumentu Mettler Toledo TGA/DSC 3+. Vzorec smo segrevali od $40 \text{ }^\circ\text{C}$ do $550 \text{ }^\circ\text{C}$, s hitrostjo segrevanja $10 \text{ }^\circ\text{C/min}$, v dušikovi atmosferi (20 mL/min), nato pa izotermno držali pri $550 \text{ }^\circ\text{C}$ 10 min v kisikovi atmosferi (20 mL/min).

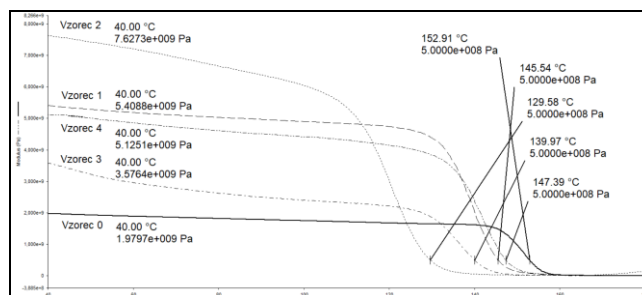
Toplotno prevodnost smo izmerili z napravo Hot Disk TPS 1500. Meritve smo izvajali s senzorjem 5465 s polmerom $3,189 \text{ mm}$. Meritve smo izvajali v skladu s standardom ISO 22007-2.

2.4 Rezultati

Dodatek 50 % BN matrici zniža upogibno trdnost (σ_{fM}) za 50 % in raztezek pri upogibni trdnosti (ϵ_{fM}) za 90 % ter zviša upogibni modul (E_f) za 280 % (Sliki 2 in 3). Ob dodatku kompatibilizatorjev se upogibne lastnosti še

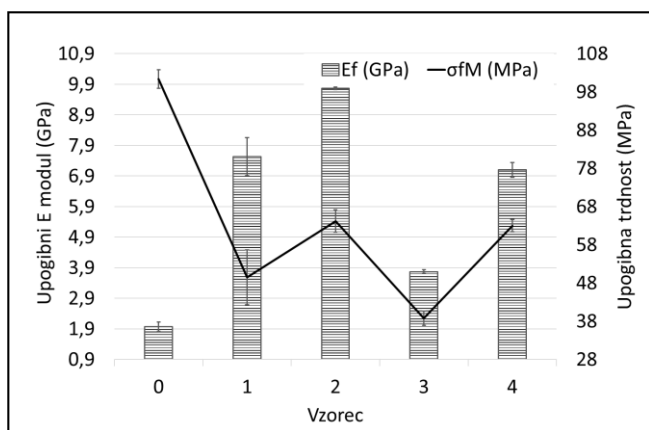
dodatno spreminjajo. Ob dodatku 5 % kompatibilizatorja TPU-g-MA se tako E_f kot σ_{fM} povišata za 30 % in dosežeta vrednosti 9,8 GPa oz. 64,2 MPa, ϵ_{fM} pa se zniža za 1 % v primerjavi z vzorcem 1, v primerjavi s čisto PC matrico pa se E_f poviša za 396 %, σ_{fM} in ϵ_{fM} pa se znižata za 37 % oz. 91 %. Ob dodatku 5 % kompatibilizatorja PE-g-MA se tako E_f kot σ_{fM} znižata za 50 % oz. 22 %, ϵ_{fM} pa se zviša za 83 % v primerjavi z vzorcem 1, v primerjavi s čisto PC matrico pa se E_f poviša za 91 %, σ_{fM} in ϵ_{fM} pa se znižata za 62 % oz. 82 %. Ob dodatku 5 % kompatibilizatorja SEBS-MAH se E_f zniža za 6 % oz. 22 %, tako σ_{fM} kot ϵ_{fM} pa se zvišata za 27 % oz. 77 % v primerjavi z vzorcem 1, v primerjavi s čisto PC matrico pa se E_f poviša za 260 %, σ_{fM} in ϵ_{fM} pa se znižata za 38 % oz. 83 %.

% v primerjavi s čistim PC. Dodatek kompatibilizatorja TPU-g-MA še dodatno zviša E' kompozitu, medtem ko dodatek kompatibilizatorja PE-g-MA in kompatibilizatorja SEBS-MAH v primerjavi z vzorcem 1 zniža E' . Kljub temu imata vzorca 3 in 4 višji E' kot čista PC matrica in sicer za 81 % oz. 159 %.

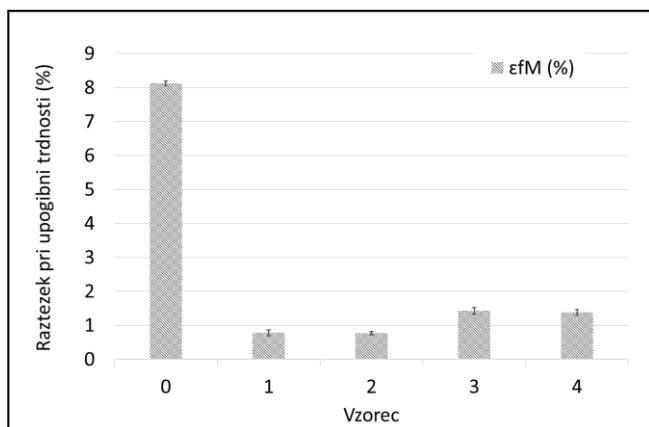


Slika 4: Dinamični E modul

TGA analiza (Tabela 2, Slika 5) prikazuje enostopenjski razpad vzorcev. Temperatura degradacije se pri vseh vzorcih zniža v primerjavi s čisto PC matrico in sicer pri vzorcu 1 za 34 °C, pri vzorcu 2 za 41 °C, pri vzorcu 3 za 48 °C in pri vzorcu 4 za 54 °C. Razpad predstavlja razpad PC matrice ter kompatibilizatorjev v primeru vzorcev 2, 3 in 4. Kompatibilizatorji in borov nitrid znižajo temperaturo degradacije PC zaradi slabih medfaznih interakcij med borovim nitridom in PC matrico, kar je skladno z upogibnimi rezultati, kjer se v primerjavi s čistim PC upogibna trdnost zniža pri vseh ostalih vzorcih.



Slika 2: Upogibni E modul in upogibna trdnost



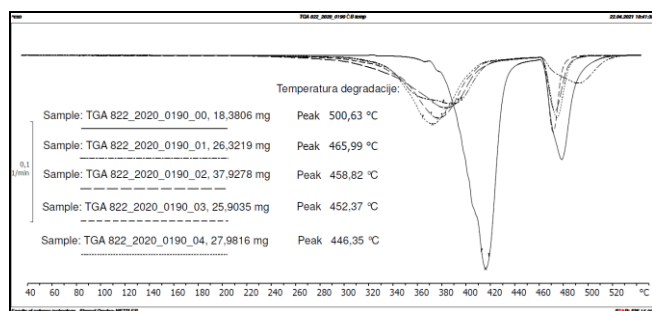
Slika 3: Raztezek pri upogibni trdnosti

Dodatek BN v PC matrici zviša dinamični E modul (E') (Slika 4) v celotnem temperaturnem intervalu. Pri temperaturi 40 °C je E' višji za 173

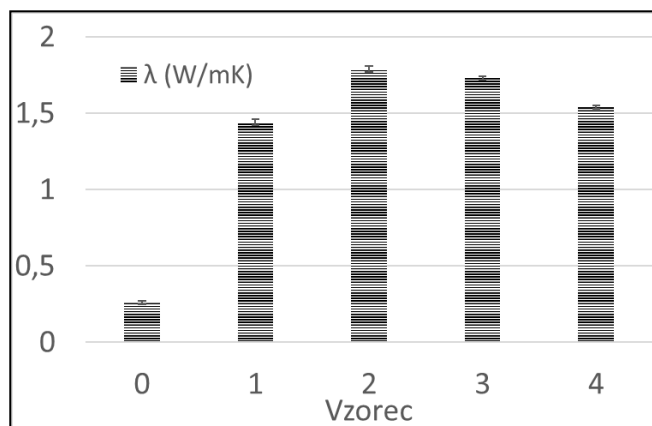
Tabela 2: Rezultati termogravimetrične analize

Vzorec	T_d (°C)	1. razpad (%)	Saje (%)	Anorganski ostaneček (%)
0	500,63	75,02	24,47	0,51
1	465,99	39,85	11,96	48,19
2	458,82	42,33	9,04	48,63
3	452,37	42,09	9,29	48,62
4	446,35	42,36	10,28	47,36

Rezultati meritve toplotne prevodnosti so pokazali, da smo z dodatkom borovega nitrida uspeli povečati toplotno prevodnost čiste PC matrice iz 0,26 W/mK na 1,44 W/mK pri vzorcu 1. Z dodajanjem kompatibilizatorjev smo toplotno prevodnost še povežali in sicer z dodatkom kompatibilizatorja TPU-g-MA na 1,79 W/mK, z dodatkom PE-g-MA na 1,73 W/mK in z dodatkom SEBS-MAH na 1,54 W/mK.



Slika 5: Temperatura razpada posameznih vzorcev



Slika 6: Rezultati meritev toplotne prevodnosti

3 SKLEP

V sklopu študije smo uspeli PC matrici z dodatkom BN povežati upogibno togost za vsaj 90 % (pri dodatku 50 % BN in 5 % PE-g-MA), največ pa pri vzorcu z dodatkom 50 % BN in 5 % TPU-g-MA in sicer za 396 %, vendar pa smo hkrati tudi poslabšali upogibno trdnost vzorcem, kar je logično, saj smo dodali 50 % polnila. Najvišja upogibna trdnost med vzorci z dodanimi BN je prav tako pri vzorcu 2, ki ima dodan tudi kompatibilizator TPU-g-MA. Podobno smo opazili tudi pri DMA analizi, kjer se je dinamični

E modul povežal pri vseh vzorcih v primerjavi s čisto matrico, najvišji pa je tako kot pri upogibnem testu pri vzorcu 2, kjer smo dodali kompatibilizator TPU-g-MA, najnižji pa pri vzorcu 3, kjer smo dodali kompatibilizator PE-g-MA. S TGA analizo smo ugotovili, da se z dodatkom BN zniža temperatura degradacije za 35 °C, z dodatkom kompatibilizatorjev pa le-to še dodatno znižamo. Z meritvami toplotne prevodnosti smo ugotovili, da smo bili zelo uspešni pri povežanju toplotne prevodnosti, saj smo že samo z dodatkom 50 % BN zvišali toplotno prevodnost za 450 %, z dodatkom različnih kompatibilizatorjev pa se je toplotna prevodnost še dodatno povežala. Najvišja toplotna prevodnost je bila ob dodatku 5 % TPU-g-MA. Upogibni E modul, upogibna trdnost, raztezek pri upogibni trdnosti, toplotna prevodnost in temperatura steklastega prehoda so torej močno odvisni od uporabljenega kompatibilizatorja. Pri visoki upogibni togosti dobimo tudi najvišjo upogibno trdnost, hkrati je ta kompozit najbolj krhek, ima pa najvišjo toplotno prevodnost.

Prispevek »TERMOPLASTIČNI KOMPOZITI Z VISOKO TOPLOTNO PREVODNOSTJO« je nastal v okviru izvajanja projekta PolyMetal, ki je projekt čezmejnega sodelovanja, ki se izvaja v okviru Programa sodelovanja Interreg V-A Slovenija-Avstrija v programskem obdobju 2014–2020 in je sofinanciran s sredstvi Evropske unije iz Evropskega sklada za regionalni razvoj.