

Poliamidni filamenti dobiveni ispredanjem iz taline s nanočesticama TiO₂: utjecaj na toplinsku vodljivost i prekidnu čvrstoću

Karolina Jaksik
Gunnar Seide
Thomas Gries

Institute for Textile Technology of the RWTH University (ITA)
Aachen NRW, Germany
e-mail: karolina.jaksik@ita.rwth-aachen.de
Prispjelo 18.9.2015.

UDK 677.494.675:677.017
Izvorni znanstveni rad*

Toplinska vodljivost termoplastičnih materijala može se povećati dodatkom nanočestica u polimer. Ispitane su različite vrste čestica titanijevog dioksida koje se razlikuju po svojoj specifičnoj površini. Također je mijenjana količina TiO₂ od 0 do 20 mas. % jer je potreban kompromis između povećane toplinske vodljivosti, smanjene čvrstoće i krutosti do kojih dolazi zbog povećanja koncentracije čestica. Ispitan je također način miješanja i utjecaj disperzanta na disperziju čestica u polimernoj matrici. Između ostalog, utvrđeno je da količina od 20 mas. % TiO₂ u PA 6 uzrokuje povećanje toplinske vodljivost od 26 %. Utvrđeno je da se PA 6 filamenti s 5 mas. % TiO₂ mogu dobro ispredati iz taline. Mehanička svojstva ovih modificiranih filamenata su dovoljno prikladna za daljnju tekstilnu obradu.

Ključne riječi: titanijev dioksid, poliamid 6, toplinska vodljivost, filamanti, proces ispredanja iz taline

1. Uvod

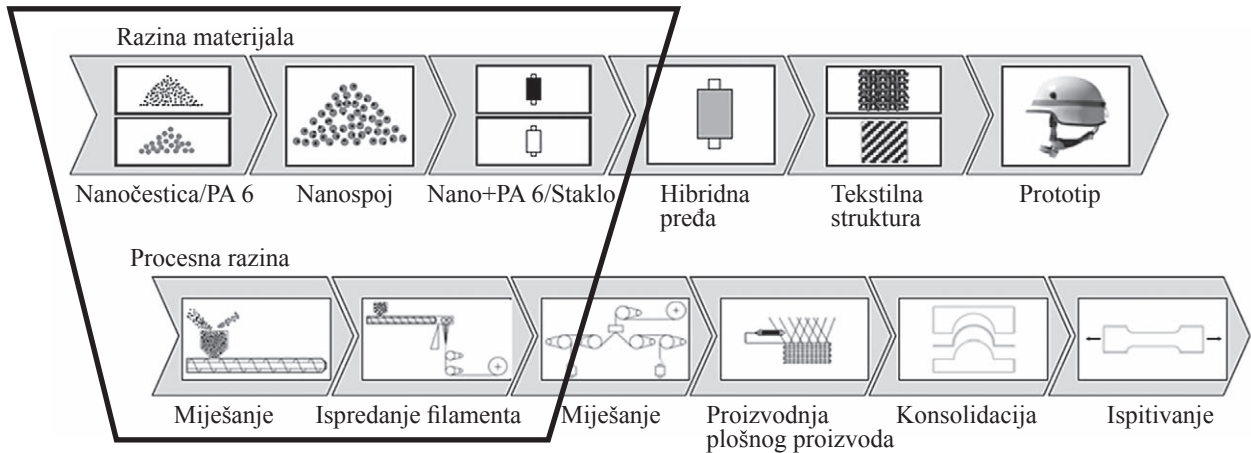
Lagane konstrukcije postaju sve važnije. Na području automobilske industrije teži se za najmanjom mogućom masom uz konstantna ili bolja mehanička svojstva. Smanjenje mase često znači smanjenje troškova. Da bi se to ostvarilo, razvijaju se termoplastični kompoziti pojačani vlaknima (FRTC), tzv. organski plošni materijali. Zbog toga se termoplastična vlakna miješaju su vlaknima za ojačavanje i prerađuju u tekstilne plošne

*Izlaganje na konferenciji CEC 2015 – 8th Central European Conference on Fiber-Grade Polymers, Chemical Fibers and Special Textiles, Zagreb, 16.–18. rujna 2015.

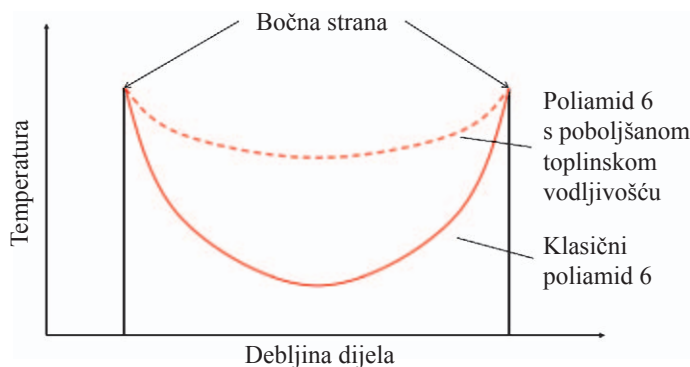
proizvode. Nakon toga slijede konsolidacija i oblikovanje u vrućoj preši pod utjecajem temperature. Proces prikazan na sl.1 opisuje pristup koji je već ostvaren na Institutu za tekstilnu tehnologiju Sveučilišta RWTH (ITA).

Za optimalnu konsolidaciju razdioba temperature mora biti homogena kroz cijeli organski plošni materijal [1]. Previsoka temperatura oštećuje polimernu strukturu. Niža temperatura zahtijeva duže vrijeme zadržavanja u vrućoj preši. Ova faza je zapravo usko grlo u procesu proizvodnje. Na sl.2 prikazana je kvalitetna razdioba temperature kroz debljinu svih dijelova kompozita.

Brži proces znači smanjenje troškova. Smanjenje mase znači veći stupanj iskorištenja energije čime se smanjuju operativni troškovi. Zato su propisi EU temelj istraživanja na ovom području. Na primjer, Europska unija ima za cilj smanjiti proizvodnju CO₂ za 20% do 2020. u odnosu na 2009. Da bi se postigao taj cilj, važno je stvoriti održiv i ekonomičan način mobilnosti i prijevoza [2]. Ovi organski plošni materijali imaju potencijal u povezivanju male mase proizvoda i velike serijske proizvodnje. Na Institutu za tekstilnu tehnologiju sveučilišta RWTH (ITA) istražuje se rješenje za postizanje kraćih vremena proizvodnje. Nanočestice se



Sl.1 Pristup i proces proizvodnje organskih plošnih materijala na ITA



Sl.2 Razdioba temperature kroz klasični i poboljšani PA

dobiju u polimer da bi se povećala njegova toplinska vodljivost.

2. Materijali i postupci

U ovom poglavlju opisuje se eksperimentalni dio istraživanja i predstavljaju materijali i primijenjeni postupci. U tab.1 prikazana su svojstva upotrijebljenih materijala, odnosno njihova toplinska vodljivost i specifična površina nanočestica TiO₂. Kao matični polimer korišten je PA 6 relativne viskoznosti 2,4. Kao dodaci korištene su dvije vrste čestica TiO₂, RM 220 i RM 300 koje se razlikuju samo po veličini čestica, odnosno po specifičnoj površini. Nadalje

je upotrijebljeno pomoćno sredstvo za disperziranje Brüggolen P 130 u nekim pokusima kako bi se ispitalo postoji li značajan pozitivan utjecaj na povećanje toplinske vodljivosti ili na svojstva ispredivosti u procesu ispređanja iz taline.

Za miješanje materijala korišten je dvopužni ekstruder Lab-Compounder KEDSE 20/40 D tvrtke Brabender GmbH & Co. KG, Duisburg, Njemačka pri temperaturi ekstruzije od 260 °C. Ispitivani su različiti dodaci, odnosno njihove količine, tab.2. Toplinska svojstva ispitivanih uzoraka ispitana su kapilarnom reologijom, sl.3.

Ova metoda inducira određeni toplinski tok (količinu topline) u materijal i mjeri vrijeme potrebno da dođe do povećanja njegove topline (temperature) do prethodno definiranog iznosa. Pomoću izmjerenih vrijednosti izračunava se toplinska vodljivost prema sljedećoj jednadžbi (1):

$$\lambda = \frac{Q \cdot k}{4 \cdot \pi \cdot l} \cdot \frac{\ln \frac{t_2}{t_1}}{T_2 - T_1} \quad (1)$$

Gdje su: λ - toplinsku vodljivost, Q - količina inducirane topline, k - konstanta kapilarnog reometra, l je duljina grijaće žice, t_1 i t_2 - prvo i drugo vrijeme, T_1 i T_2 - prva i druga temperatura [3].

Modificirani filamenti s količinom od 5 mas. % TiO₂ proizvedeni su na uređaju za ispređanje iz taline na Institutu za tekstilnu tehnologiju Sveučilišta RWTH (ITA) (sl.4). Upotrijebljena je glava mlaznica za ispređanje s 96 rupica promjera od 25 μm. Pređa se izrađuje s malom orijentacijom (LOY) da bi moguće naknadno skupljanje bilo što manje. Mehanička svojstva se ispituju postupkom jednoaksijalnog vlačnog ispitivanja u svrhu kontrole jesu li mehanička svojstva, unatoč prisutnosti čestica TiO₂, prikladna za daljnju tekstilnu preradu.

3. Rezultati

Razmatraju se rezultati spomenutih ispitivanja. Prvo se opisuje utjecaj miješanja praha TiO₂ i praha ili gra-

Tab.1 Svojstva upotrijebljenih materijala

Materijal	Toplinska vodljivost - λ [W/mK]	Specifična površina - S [m ² /g]
Poliamid 6 (PA 6)	0.245	-
TiO ₂ RM 220	12.0	60
TiO ₂ RM 300	12.0	70

Tab.2 Količina punila kod različitih spojeva

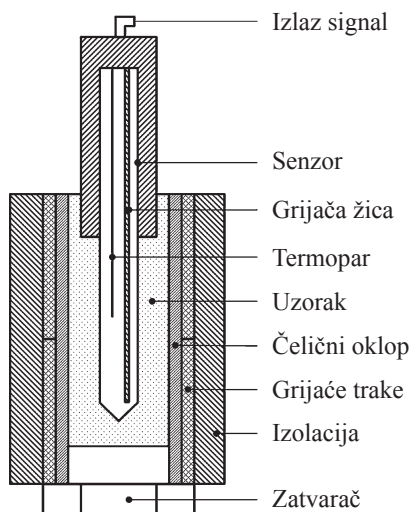
Polimer	Dodatak	Količina (mas. %)
PA 6	TiO ₂ RM 220	4
PA 6	TiO ₂ RM 300	4
PA 6 - prah	TiO ₂ RM 300	4
PA 6	TiO ₂ RM 220	10
PA 6	TiO ₂ RM 300	10
PA 6	TiO ₂ RM 300 + P 130	10 + 0.1
PA 6 - prah	TiO ₂ RM 300	10
PA 6	TiO ₂ RM 300	14
PA 6	TiO ₂ RM 220	14
PA 6 - prah	TiO ₂ RM 300	14
PA 6	TiO ₂ RM 300	20
PA 6	TiO ₂ RM 300 + P 130	20 + 0.2
PA 6	TiO ₂ RM 220	20
PA 6 - prah	TiO ₂ RM 300	20

nulata PA 6. Zatim slijedi analiza modifikacije različitih vrsta TiO₂ i dodatne upotrebe pomoćnog sredstva za disperziju.

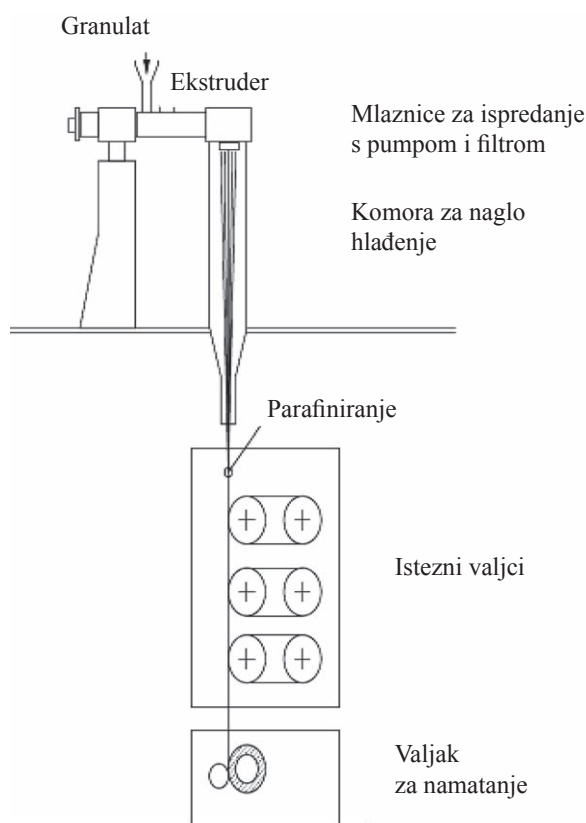
Razamtrajući rezultate spojeva komponenti na bazi PA granulata uočeno je konstantno povećanje toplinske vodljivosti s povećanjem udjela TiO₂ (sl.5). Povećanje toplinske vodljivosti kod uzoraka na bazi praha PA ne razlikuje se značajno. Može se zaključiti da oblik polimera nema značajan pozitivan utjecaj na toplinsku vodljivost. Međutim, iz dobivenih malih odstupanja u odnosu na vrijednosti za PA granulata utvrđena je dobra reproducibilnost.

Na sljedećem dijagramu pokazani su rezultati mjerenja toplinske vodljivosti uzoraka s dodatkom različitih vrsta TiO₂, odnosno RM 220 i RM 300 (sl.6). Općenito se uočava povećanje toplinske vodljivosti kod povećanja količine TiO₂, a nije uočena povezanost tog povećanje o vrsti upotrijebljenog TiO₂.

Zato su pokusi ispredanja iz taline provedeni samo s vrstom TiO₂ RM 220. Pokusi su pokazali da upotreba



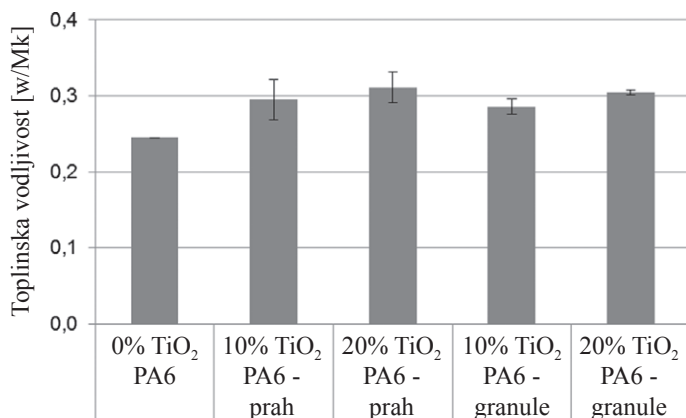
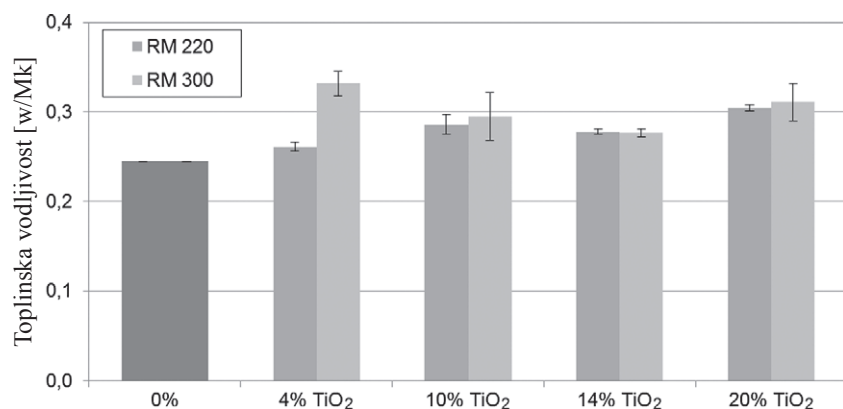
Sl.3 Shema kapilarne reologije



Sl.4 Postupak dobivanja PA filameta ispredanjem iz taline

pomoćnog sredstva za disperziju nema značajan utjecaj na toplinsku vodljivost. Međutim, nanomodificirani materijal koji sadrži P 130 korišten je u nekim pokusima ispredanja uz očekivanje pozitivnog utjecaja na svojstva ispredivosti. Pokusi su dokazali da je moguće ispredati filamente iz taline koji sadrže 5 mas. % TiO₂ procesom koji je stabilan barem 12 h.

U tab.3 navedena su mehanička svojstva tako dobivenih filamenata. Prekidna čvrstoća je manja nego kod filamenata od čistog PA 6, ali je ipak dovoljno velika za daljnju tekstilnu preradu kao što je npr. tkanje. Pomoćno sredstvo za disperziju nema značajan utjecaj na svojstva ispredanja ili vrijeme upotrebe filtra. Budući da je upotreba pomoćnog sredstva za dis-

Sl.5 Toplinska vodljivost spojeva izrađenih od TiO₂ i PA 6 u obliku praha i granulata.Sl.6 Toplinska vodljivost spojeva PA 6 koji sadrže različite tipove i količine TiO₂

Tab.3 Mehanička svojstva nanomodificiranih i nemodificiranih filamenata ispredanih iz taline

Svojstvo	Vrijednost	Vrijednost
	nanomodificirani PA6-filamenti	nemodificirani PA6-filamenti*
Finoća	513.4 dtex	484.41 dtex
Prekidna čvrstoća	363.7 cN	812.15 cN
Preostalo istezanje	255 %	244 %

* Ne postoji referentna pređa izrađena iz istog PA6 istih procesnih parametara, vrijednosti za čisti PA 6 navedene u tab.3 su od slične proizvedene pređe.

perziju skuplja i zahtijeva dodatnu procesnu fazu, ono nije korišteno u sljedećim ispitivanjima.

4. Zaključak

Rezultati se interpretiraju prema njihovom utjecaju na toplinsku vodljivost i mehanička svojstva. Upotreba termoplastičnog proizvoda u praška-

stom obliku umjesto u obliku granulata ne utječe na toplinsku vodljivost kompozita. Korištenje praškastih polimera je skuplje i tehnološki zahtjevnije pa se zato ne preporučuje. Ispitivanja različitih vrsta TiO₂ pokazuju da one nemaju značajan utjecaj na toplinsku vodljivost. Zato se zaključuje da aktivna površina TiO₂ nema

značajan utjecaj na toplinsku vodljivost jer je to bila jedina razlika između RM 220 i RM 300. Međutim, veliko odstupanje uočeno kod spojeva koji sadrže 4% TiO₂ dovodi do pretpostavke da aktivna površina utječe na razdiobu čestica i toplinsku vodljivost kod malih količina punila. Zato su potrebna daljnja ispitivanja. Ispitivanja su također pokazala da upotreba pomoćnog sredstva za disperziju Brüggolen P 130 ne utječe značajno ni na toplinsku vodljivost ni na ispredivost. Zato se ne preporučuje njegova upotreba. Modifikacija PA 6 s TiO₂ u nanopodručju povećava toplinsku vodljivost. Kod količine punila od 20 mas. % toplinska vodljivost se može povećati za 26 %. Pokusi su također dokazali da je moguće ispredanje filamenata iz taline s 5 mas. % TiO₂. Proces je tako stabilan da se planiraju daljnji eksperimenti s većom količinom punila. Mehanička svojstva su također pozitivna tako da se može pristupiti sljedećim fazama u procesnom lancu razvijenom na Institutu za tekstilnu tehnologiju Sveučilišta RWTH (ITA).

(Preveo M. Horvatić)

Zahvala

Posebna zahvala Saveznom ministarstvu obrazovanja i istraživanja Njemačke kao i svim partnerima koji su financirali različite istraživačke projekte koji su omogućili dobivanje ovih rezultata.

Literatura:

- [1] N. N. Handbuch Faserverbundkunststoffe - Grundlagen, Verarbeitung, Anwendungen. AVK - Industrievereinigung Verstärkte Kunststoffe e.V. ISBN-10: 3834 808814. Wiesbaden: Vieweg+ Teubner, 2014.
- [2] Friedrich H.: Leichtbau in der Fahrzeugtechnik. ISBN-10: 3834 814679. Wiesbaden: Springer Verlag, 2012
- [3] Menges G., E. Haberstroh, W. Michaeli, E. Schmachtenberg: Werkstoffkunde Kunststoffe. ISBN: 978-3-446-42762-4. München, Carl Hanser Verlag, 2011

SUMMARY

Melt-spun polyamide-filaments with TiO₂-nanoparticles: influence on thermal conductivity and tensile strength

K. Jaksik, G. Seide, Th. Gries

One solution for increasing the thermal conductivity of thermoplastics is adding nanoparticles to the polymer. Various titanium dioxide particle types are tested, which differ in their surface area. Also the amount of TiO₂ is varied between 0 wt-% and 20 wt-%, because a compromise is needed between increased thermal conductivity and reduced strength and rigidity caused by increasing the concentration of particles. Furthermore, the way of compounding and the influence of dispersant on the particle dispersion in the polymer matrix are examined. Inter alia it could be determined that an amount of 20 wt-% TiO₂ in polyamide 6 leads to an increase of thermal conductivity of 26 %. It can be shown that polyamide 6-filaments with 5 wt-% TiO₂ can be melt spun. The mechanical properties of these modified filaments are still high enough for further textile treatment.

Key words: titanium dioxide, polyamide 6, thermal conductivity, filaments, melt spinning process

Institute for Textile Technology of the RWTH University (ITA)

Aachen NRW, Germany

e-mail: karolina.jaksik@ita.rwth-aachen.de

Received September 18, 2015

Schmelzgesponnene Polyamid-Filamente mit TiO₂-Nanopartikeln; Einfluss auf die Wärmeleitfähigkeit und Zugfestigkeit

Eine Lösung zur Erhöhung der Wärmeleitfähigkeit von Thermoplasten ist das Hinzufügen von Nanopartikeln zum Polymer. Es wurden verschiedene Titan-dioxidpartikeltypen getestet, die sich in ihrer Oberfläche unterscheiden. Die Menge von TiO₂ wurde zwischen 0 bis 20 Gew.-% variiert, weil ein Kompromiss zwischen erhöhter Wärmeleitfähigkeit und geringerer Festigkeit und Steifigkeit, die durch die Erhöhung der Partikelkonzentration verursacht werden, erforderlich ist. Darüber hinaus wurden die Art des Compoundierens und der Einfluss des Dispergiermittels auf die Partikeldispersion in der Polymermatrix untersucht. Ausserdem konnte festgestellt werden, dass eine Menge von 20 Gew.-% TiO₂ in Polyamid 6 zu einer Erhöhung der Wärmeleitfähigkeit von 26 % führt. Es konnte gezeigt werden, dass Polyamid-6-Filamente mit 5 Gew.-% TiO₂ schmelzgesponnen werden können. Die mechanischen Eigenschaften dieser modifizierten Filamente sind für eine weitere Textilbehandlung noch hoch genug.