

Zenon TARTAKOWSKI, Justyna LEWANDOWSKA-KOSYL\*, Mateusz KOSYL

Zakład Tworzyw Polimerowych Instytutu Inżynierii Materiałowej, Zachodniopomorski Uniwersytet Technologiczny w Szczecinie, 70-310 Szczecin, Al. Piastów 19; \* e-mail: jlewandowska@zut.edu.pl

## Właściwości przetwórcze kompozytów polipropylenowych modyfikowanych grafitem ekspandowanym

**Streszczenie:** W artykule przedstawiono wyniki badań właściwości przetwórczych kompozytów polipropylenowych modyfikowanych grafitem ekspandowanym (PP/EG<sub>exp</sub>), do zastosowań na wyroby techniczne. Udział napelnacza grafitowego w kompozytach wynosił 1, 2,5 i 5% wag. Analizowano wpływ wielkości cząstek i ich udział wagowy na właściwości przetwórcze wytworzonych kompozytów. Badano stopień wypełnienia gniazda formującego o kształcie spiralnym i wielostopniowym, skurcz wtryskowy przy różnych parametrach przetwórczych (ciśnienie wtryskiwania, temperatura wtryskiwania) oraz masowy wskaźnik szybkości płynięcia materiałów kompozytowych. Stwierdzono, że ilość i wielkość cząstek grafitowych wpływa na zmniejszenie skurczu wtryskowego. Wzrost temperatury przetwórstwa i ciśnienia wtryskiwania, powoduje zwiększenie wypełnienia gniazda formującego. Wykazano również, że poprzez zmianę parametrów przetwórstwa można regulować stopień wypełnienia gniazda formującego. Przeprowadzone badania potwierdziły, możliwość aplikacji materiałów na specjalne wyroby techniczne o złożonej geometrii kształtu.

**Słowa kluczowe:** grafit ekspandowany, polipropylen, kompozyt

### PROCESSING PROPERTIES OF POLYPROPYLENE COMPOSITES MODIFIED EXPANDED GRAPHITE

**Abstract:** This paper presents the results of processing properties of polypropylene composites modified expanded graphite (PP / EG<sub>exp</sub>), which may be used for technical products for special application. The share of graphite filler in composites were 1, 2.5 and 5 wt%. The influence of particle size and the weight fraction on the processing properties of the composites produced has been studied. Materials were tested degree of filling of the cavity in a spiral shape, shrinkage after injection. Also analyzed the degree of filling the mold with the socket in the stepped shape of the product at different processing parameters (injection pressure, injection temperature) and the melt flow rate of composite materials. It was found that the amount and size of graphite particles reduces shrinkage after injection. The increase in processing temperature and injection pressure, increases the filling cavity. It was also shown that by varying the processing parameters can be adjusted by the degree of filling the cavity. The study confirmed the possibility of the application materials for special technical products with complex geometry shape.

**Keywords:** expanded graphite, polypropylene, composite

### 1. Wstęp

Tworzywa polimerowe są najczęściej stosowanymi materiałami na wyroby konstrukcyjne. Ich udział i zapotrzebowanie w różnych gałęziach przemysłu stale rośnie. Najczęściej wykorzystywanymi materiałami są tworzywa ter-

moplastyczne takie jak: PE, PP, PET, PA, PVC czy też PC, oraz stanowią one osnowę wielu kompozytów polimerowych. Jest to związane z szeregiem ich korzystnych właściwości [1].

Dynamiczny wzrost zapotrzebowania rynku na nowe materiały do zastosowań na wyroby techniczne spowodował, że dotychczas zna-

ne tworzywa polimerowe, w dużym stopniu zastępowane są materiałami kompozytowymi. Materiały te bowiem mają dodatki w postaci modyfikatorów (napelniaczy), które zmieniają szereg właściwości pierwotnych tworzyw. Proces modyfikacji prowadzi się zwykle w sposób chemiczny lub fizyczny, zaś związki modyfikujące mogą być pochodzenia organicznego lub nieorganicznego [2,3]. Jednym z najmniej rozpoznanych dodatków, stosowanych jako napelniacz, jest grafit po procesie ekspandowania, który charakteryzuje się rozwiniętą i zwiększoną powierzchnią aktywną. Materiał ten dzięki swojej specyficznej strukturze, nie wymaga stosowania innych dodatków modyfikujących zwiększających adhezję z osnową polimerową [4].

Niniejsza praca przedstawia wyniki badań właściwości przetwórczych nowych materiałów kompozytowych, zawierających napelniacz proszkowy w postaci grafitu po procesie ekspandowania. Porównano właściwości kompozytów wytworzonych z udziałem napelniaczy o różnej wielkości cząstek.

## 2. Materiał badawczy

Do wykonania materiałów badawczych zastosowano jako:

- osnowę – granulát polipropylenowy (o nazwie handlowej Metocene HM648T, firmy Brenntag), o gęstości 0,90 g/cm<sup>3</sup>. Materiał oznaczony symbolem PP.
- napelniacz – grafit wyekspandowany (EG 290, produkowanego przez firmę SINO-

GRAF; temp. procesu ekspandowania 400°C, czas 15 min). Materiał poddano procesowi rozdrabniania mechanicznego, z którego wysegregowano dwie frakcje tj. o ziarnistości do 41µm (ok. 18% całej frakcji) oraz 300÷400 µm (ok.80% całej frakcji). Materiał oznaczono symbolem EG<sub>exp</sub>A (dla wielkości ziaren do 41 µm) i EG<sub>exp</sub>B (dla wielkości ziaren 300÷400 µm).

Z wyżej wymienionych materiałów wykonano kompozyty, które przedstawiono w tabeli 1.

Materiały, które posłużyły do wytworzenia kompozytów podlegały procesowi suszenia przez 48h w temp. 50°C. Przy pomocy mieszalnika typu Brabender (temp. komory mieszalnika 200°C, czas mieszania 5 min) zostały wytworzone dwa koncentraty zawierające 10% napelniacza (PP/EG<sub>exp</sub>A10% i PP/EG<sub>exp</sub>B10% ), które posłużyły do wytworzenia materiałów badawczych o określonym składzie. Przy użyciu wyciarkarki jednoślismakowej WT32 prod. Metalchem Gliwice, wytłoczono materiały do badań, które następnie poddano granulacji. Przygotowane granulaty posłużyły do wykonania próbek do badań, przy użyciu wtryskarki ślimakowej BOY 15.

## 3. Metodyka badań

Dla określenia właściwości przetwórczych wykonano następujące badania pozwalające określić:

- a) stopień wypełnienia gniazda formującego wielostopniowego,

Tabela 1. Skład i oznaczenia badanych kompozytów.

Nr	Oznaczenia kompozytów	Udział %wag. napelniacza	Wielkość ziaren napelniacza [µm]	Osnowa
1	PP/EG <sub>exp</sub> A1%,	1% A	<41	PP
2	PP/EG <sub>exp</sub> A2,5%	2,5% A		
3	PP/EG <sub>exp</sub> A5%,	5% A		
4	PP/EG <sub>exp</sub> B1%,	1% B	300÷400	PP
5	PP/EG <sub>exp</sub> B2,5%,	2,5% B		
6	PP/EG <sub>exp</sub> B5%,	5% B		

Gdzie: A – EG<sub>exp</sub>A, B – EG<sub>exp</sub>B

b) stopień rozplywu tworzywa w formie spiralnej,  
 c) skurcz wtryskowy,  
 d) masowy wskaźnik szybkości płynięcia MFR  
 Badania właściwości przetwórczych przeprowadzono przy użyciu zespołu jednogniazdowych form wtryskowych, z gniazdem o kształcie spirali (okrągłej i kwadratowej), o kształcie wyrobu wielostopniowego (schodkowego) oraz prostokątnego o wymiarach 20×100×1 mm. Określenie stopnia wypełnienia formy prowadzono na podstawie pomiaru długości wypraski spiralnej oraz procentowego wypełnienia formy o gnieździe wyrobu schodkowego.

Badania stopnia wypełnienia gniazd form wtryskowych prowadzono przy:

- ciśnieniach wtryskiwania (P): 25, 75, 100, 125 MPa,
- temperaturze wtryskiwania ( $T_w$ ): 190, 200, 210°C.

Temperatura formy wtryskowej ( $T_f$ ) wynosiła 30°C, natomiast czas cyklu wtryskowego wynosił 22s. Skurcz wtryskowy, określono na podstawie pomiaru długości wypraski prostokątnej. Sposób prowadzenia badań opisano we wcześniejszych publikacjach [5,6]. Badanie masowego wskaźnika szybkości płynięcia

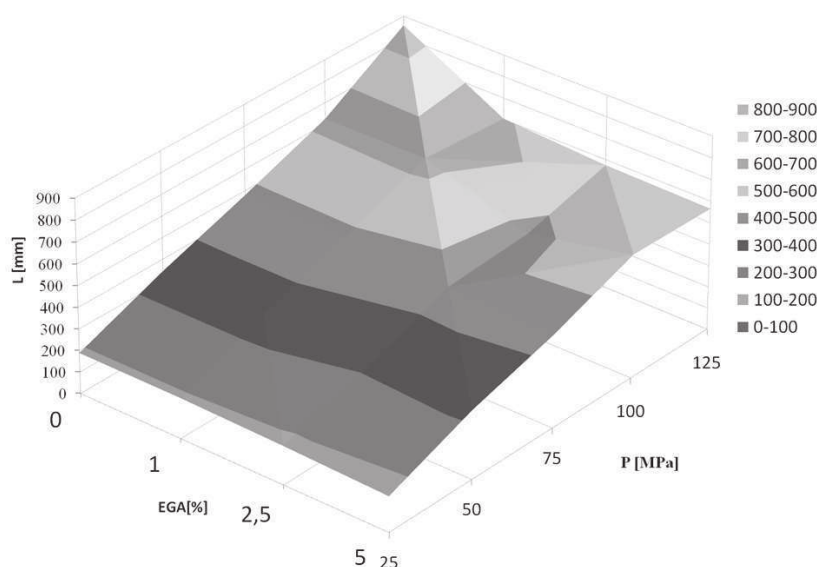
MFR przeprowadzono przy pomocy plastometru obciążnikowego Ceast 6841/048, stosując obciążenie (Q) 12÷33,6N i temperaturę (T) 190÷210 °C.

#### 4. Wyniki badań

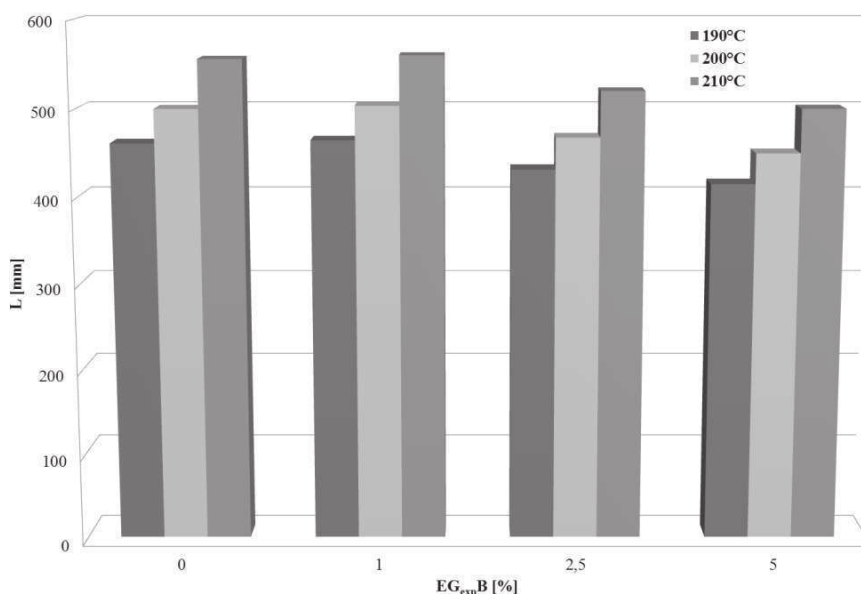
Poniżej przedstawiono wyniki badań pozwalające określić właściwości przetwórcze wykonanych materiałów kompozytowych. Wyniki badań opracowano w postaci graficznej, a wybrane wyniki badań przedstawiono w poniższej pracy.

Badania wypełnienia formy z gniazdem w kształcie spirali okrągłej i kwadratowej przeprowadzono w szerokim zakresie temperatury wtryskiwania (190÷210°C), oraz ciśnienia wtryskiwania (25÷125 MPa). Przebieg zmian wypełnienia formy spiralnej okrągłej (L – długość wypraski) w zależności od zawartości napelnacza oraz ciśnienia wtryskiwania przedstawiono na rysunku 1.

Zauważono, że koncentracja napelnacza w ilości 1 i 2,5 % w kompozycie nie ma istotnego wpływu na długość wypraski spiralnej. Przy dalszym wzroście ilości napelnacza do 5 %, zauważono zmniejszenie długości spirali, co związane jest ze wzrostem lepkości kompozy-



Rys. 1. Przebieg zmian wypełnienia formy z gniazdem w kształcie spirali okrągłej (L – długość wypraski) w zależności od zawartości napelnacza oraz ciśnienia wtryskiwania ( $T = 200^\circ\text{C}$ , wielkość ziaren < 41  $\mu\text{m}$ )



Rys. 2. Przebieg zmian wypełnienia formy z gniazdem w kształcie spirali kwadratowej ( $L$  – długość wypraski) w zależności od zawartości napełniacza oraz temperatury wtryskiwania ( $P = 100$  MPa, wielkość ziaren  $300 \div 400$   $\mu\text{m}$ ).

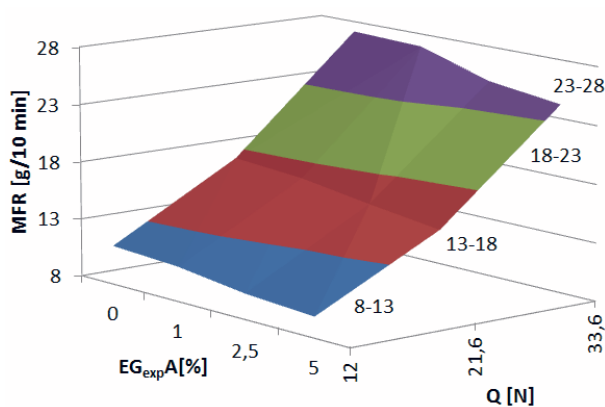
tu w stanie uplastycznionym. Wzrost ciśnienia wtryskiwania powoduje zwiększenie wypełnienia gniazda formującego dla wszystkich badanych materiałów. Porównując długość wypraski spiralnej z kompozytu zawierającego 5% napełniacza oraz materiału nie modyfikowanego przetwarzanego przy ciśnieniu 125 MPa w każdym zakresie temperatur z długością wypraski spiralnej materiału nie modyfikowanego, stwierdzono, że ulega ono zmniejszeniu o ok. 25%.

Przebieg zmian wypełnienia formy z gniazdem w kształcie spiralnej kwadratowej ( $L$  – długość wypraski) w zależności od zawartości napełniacza oraz temperatury wtryskiwania przedstawiono na rysunku 2.

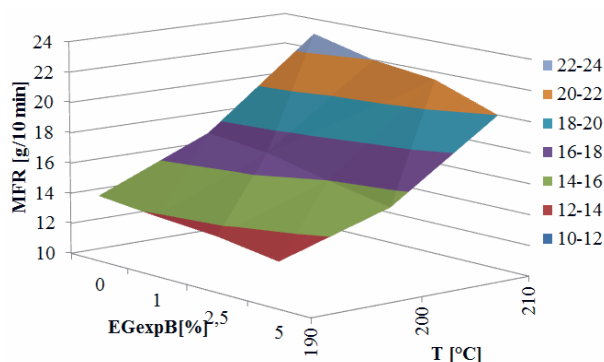
Zauważono, że wraz ze wzrostem temperatury przetwórstwa zwiększa się wypełnienie formy z gniazdem w kształcie spirali kwadratowej. Związane jest to, że zmniejszeniem lepkości materiału kompozytowego poddanego badaniom pod wpływem zwiększającej się temperatury. Zaobserwowano, że wraz ze wzrostem ilości napełniacza w kompozytach długość wypraski spiralnej uległa zmniejszeniu. Jednocześnie zaobserwowano, że wielkość cząstek nie ma istotnego wpływu na rozpliw

w gnieździe spiralnym. Dodatek napełniacza grafitowego spowodował zmniejszenie skurczu wtryskowego kompozytu w porównaniu do materiału niemodyfikowanego, z wartości ok. 2% do wartości 0,1%. Wraz ze wzrostem koncentracji napełniacza zmniejszał się skurcz wtryskowy badanych materiałów.

Przebieg zmian MFR kompozytów w zależności od zawartości napełniacza oraz obciążenia przedstawiono na rysunku 3, natomiast od stosowanej temperatury na rysunku 4.



Rys. 3. Przebieg zmian MFR kompozytów w zależności od zawartości napełniacza oraz obciążenia ( $T = 200$   $^{\circ}\text{C}$ , wielkość ziaren  $< 41$   $\mu\text{m}$ )



Rys. 4. Przebieg zmian MFR kompozytów w zależności od zawartości napełniacza oraz temperatury ( $Q = 21,6 N$ , wielkość ziaren  $300 \div 400 \mu m$ )

Wzrost ilości napełniacza w badanych kompozytach powoduje zmniejszenie masowego wskaźnika szybkości płynięcia MFR. Przy zawartości 5% napełniacza o małych cząsteczkach zanotowano zmniejszenie się MFR o ok. 10% w odniesieniu do materiału nie modyfikowanego. Dodatek 5% dużych cząsteczek grafitu spowodował zmniejszenie MFR o ok. 15% w odniesieniu do niemodyfikowanego polipropylenu. Zaobserwowano, że wskaźnik szybkości płynięcia MFR dla wszystkich badanych materiałów zwiększa się wraz ze wzrostem temperatury badania oraz ze wzrostem zastosowanego obciążenia.

## 5. Wnioski

Przeprowadzone badania wykazały, że zastosowany napełniacz w postaci grafitu po procesie ekspandowania może być zastosowa-

ny do materiałów kompozytowych na osnowie PP. Modyfikacja PP napełniaczem grafitowym powoduje zmniejszenie się skurczu wtryskowego pozwalając na zastosowanie tego kompozytu na wyroby o złożonych kształtach wymagające wysokiej stabilności wymiarowej, zaobserwować można to już przy dodatku 1% napełniacza. Jednocześnie taka ilość napełniacza nie powoduje istotnych zmian innych właściwości przetwórczych materiału. Wielkość stosowanych ziaren napełniacza nie wpłynęła na różnice we właściwościach przetwórczych materiałów kompozytowych.

## Literatura:

- [1] Utracki L.A., L.: *Commercial Polymer Blends*, Chapman & Hall, London 1998
- [2] Stabik J.: *Wybrane zagadnienia reologii uplastycznionych materiałów napełnionych*, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice 2004
- [3] Stabik J.: *Wpływ geometrii ziaren napełniacza na lepkość polimerów uplastycznionych*, 8 Seminar Plastics in Mechine Design, Kraków 1997
- [4] Skoczkowski K.: *Technologia produkcji wyrobów węglowo-grafitowych*, Śląskie Wydawnictwo Techniczne, 1995
- [5] Tartakowski Z.: *Badania właściwości przetwórczych recyklatów poliolefinowych*, *Tworzywa sztuczne i chemia*, 15/2004.
- [6] Tartakowski Z.: *Właściwości przetwórcze modyfikowanych recyklatów poliolefinowych z izolacji kabli energetycznych*, *Przetwórstwo Tworzyw*, 5(143)/2011.