



INGEGNERIA MECCANICA

PREPARAZIONE CAMPIONI, PROVE ED
ELABORAZIONI DATI

Studentessa:

Fabrizia Litterio

ADESIVO: Prodax-1400

Parametri tecnici Prodax	
Azienda produttrice	Beardow Adams
Punto di rammollimento (test method: BA QA102)	153°C-161°C
Viscosità a 180 °C (S. 27/5 rpm) (test method: BA QA102)	22.000-28.000 cP
Colore	Bianco
Tempo aperto	30 s
Capacità adesiva allo stato fuso	Elevatissima
Resistenza alla temperatura (test method: BS 5350 Part H3)	135°C

SUBSTRATI: Hostacom CR 1171 G1A G14008

Parametri tecnici Hostacom CR1171	
Azienda produttrice	Lyondell-Basell
Polimero	Copolimero (PP)
Rinforzo	12% di talco
Colore	Nero
Densità (23 °C)	0,99 g/cm ³
Resistenza all'impatto Charpy con intaglio (23 °C)	20 kJ/m ²
Resistenza all'impatto Charpy con intaglio (-30 °C)	4,2 kJ/m ²
Resistenza alla trazione (23 °C)	21 MPa

NANOPARTICELLE: Magnetite Fe₃O₄

Parametri tecnici Magnetite Fe ₃ O ₄	
Azienda produttrice	Sigma-Aldrich
Dimensione media particella	< 50 nm
Colore	Nero

PARTICELLE: Nanoplatelets di grafene

Parametri tecnici Grafene G3Nan	
Azienda produttrice	NANESA S.r.l
Dimensione laterale	15µm (D50)
Spessore	9nm
<i>Aspect ratio</i>	>1000
Colore	Nero-Grigio
Densità	0,023-0,018 g/cm ³
Resistività elettrica	0,001 Ohm·cm
Conduttività termica	>200 W/(m·K)

Due tipologie di adesivo modificato con nanoparticelle di Fe_3O_4 :

- Miscelazione manuale tramite piatto caldo e bacchetta di vetro
- Miscelazione manuale seguita da miscelazione tramite microestrusore

Dagli adesivi modificati con il 10% in peso di nanoparticelle, si sono ritagliati degli strati sottili da osservare al microscopio ottico:



L'immagine di sinistra riporta l'adesivo miscelato solo manualmente, quella a destra invece l'adesivo miscelato tramite estrusione. Da questa analisi emerge che l'adesivo estruso presenta un colore più omogeneo e minor numero di agglomerati rispetto all'adesivo miscelato manualmente.

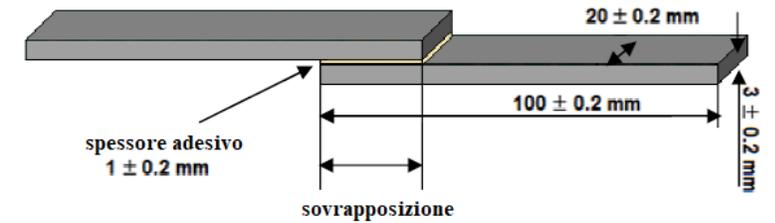


Miscelazione manuale



Miscelazione tramite microestrusore

- 15 con adesivo TAL QUALE con sovrapposizione di 10mm (**TQ_10mm**)
- 15 con adesivo TAL QUALE con sovrapposizione di 15mm (**TQ_15mm**)
- 5 con adesivo MODIFICATO (10%) NON ESTRUSO con sovrapposizione di 10mm (**10%NE_10mm**)
- 5 con adesivo MODIFICATO (10%) ESTRUSO con sovrapposizione di 10mm (**10%E_10mm**)
- 5 con adesivo MODIFICATO (10%) NON ESTRUSO con sovrapposizione di 20mm (**10%NE_20mm**)
- 5 con adesivo MODIFICATO (10%) ESTRUSO con sovrapposizione di 20mm (**10%E_20mm**)
- 5 con adesivo MODIFICATO (5%) NON ESTRUSO con sovrapposizione di 20mm (**5%_NE_20mm**)
- 5 con adesivo MODIFICATO (5%) ESTRUSO con sovrapposizione di 20mm (**5%_E_20mm**)



Geometria dei campioni

PROVE EFFETTUATE

PROVA: SLJ a 100 mm/min

VALUTAZIONE: resistenza al distacco per taglio in funzione dell'adesivo e della sovrapposizione

MACCHINA UTILIZZATA: Instron 8801

PROVINI TESTATI: TQ_10mm, TQ_15mm, 10%NE_10mm, 10%E_10mm

PROVA: SLJ a 5 mm/min e a 200 mm/min

VALUTAZIONE: resistenza al distacco per taglio in funzione della velocità e della sovrapposizione

PROVINI TESTATI: TQ_10mm, TQ_15mm

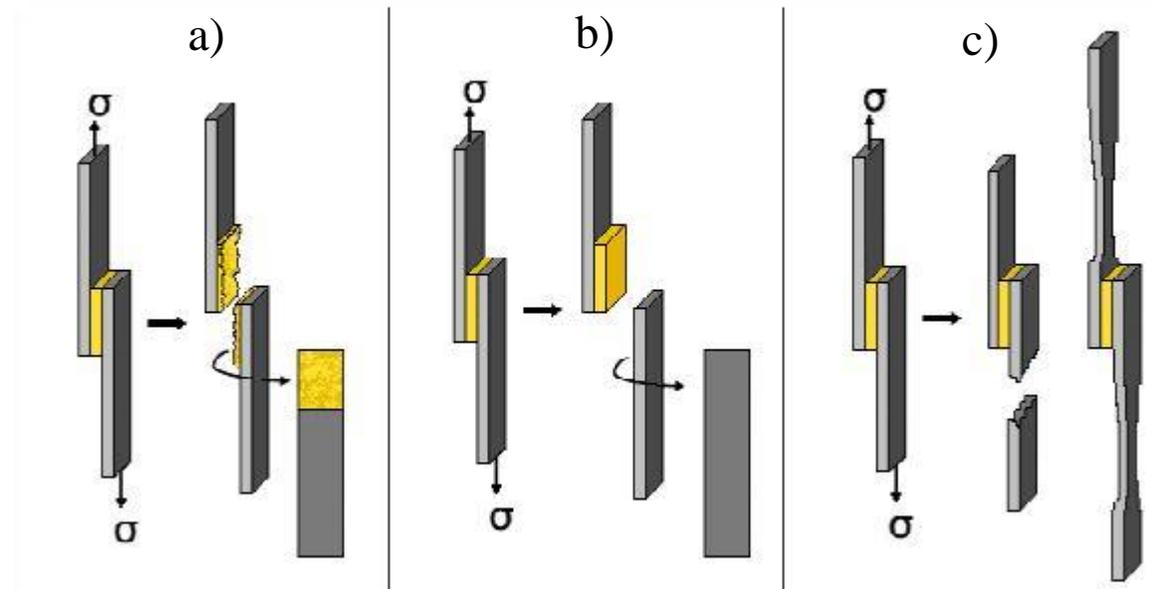
PROVA: riscaldamento all'induttore

VALUTAZIONE: temperatura e tempi di distacco dell'adesivo

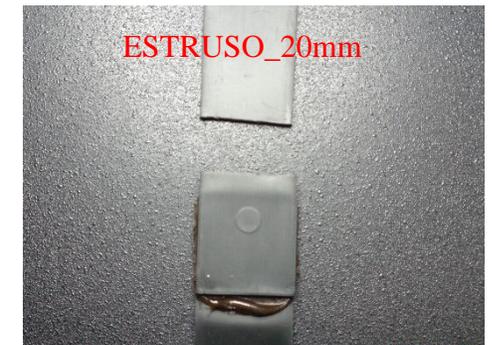
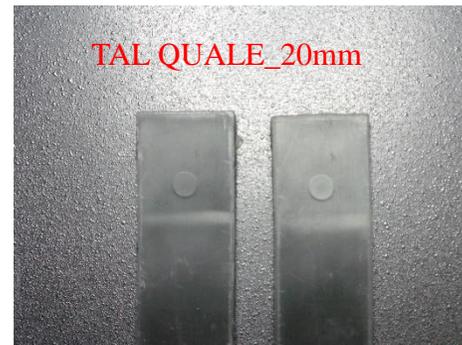
PROVINI TESTATI: 5%_NE_20mm, 5%_E_20mm, 10%NE_20mm, 10%E_20mm

Il giunto può subire tre tipologie di rotture:

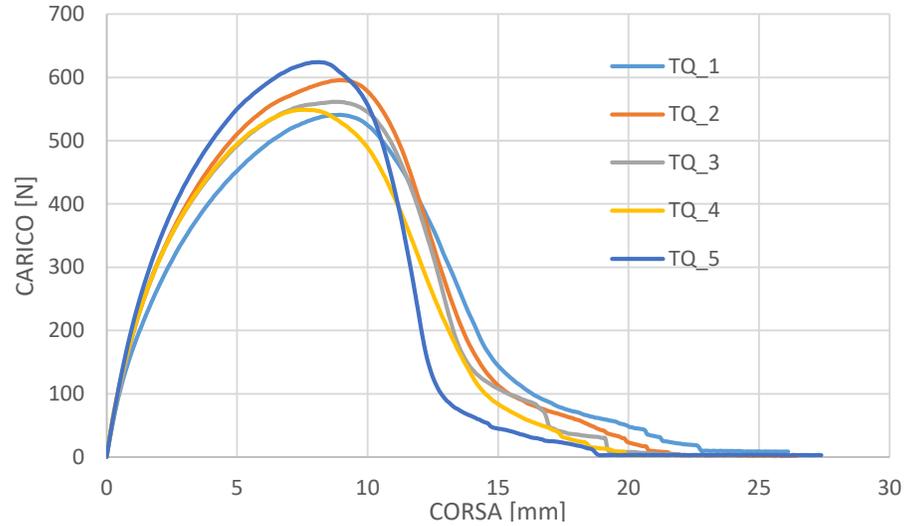
- a) Distacco coesivo
- b) Distacco adesivo
- c) Rottura/deformazione dei substrati



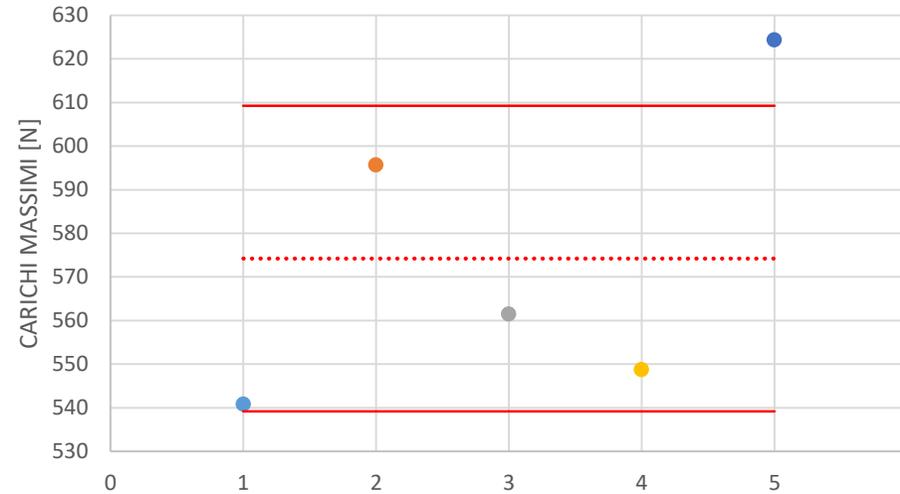
La prova di Single Lap Joint nel caso di sovrapposizione di 20 mm ha portato ad una rottura del caso c:



TAL QUALE 10mm

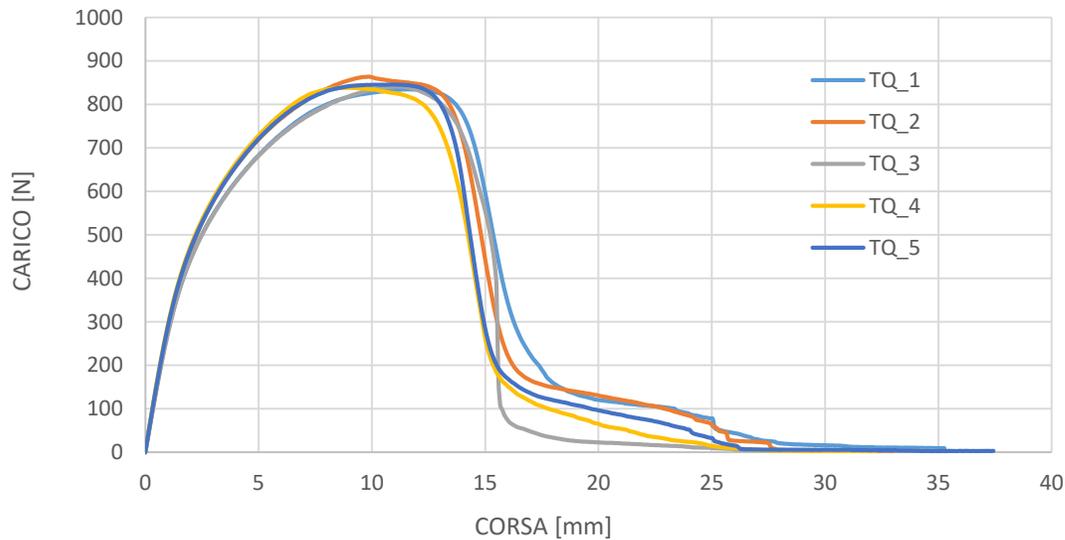


VALORI MASSIMI E DEVIAZIONE STANDARD

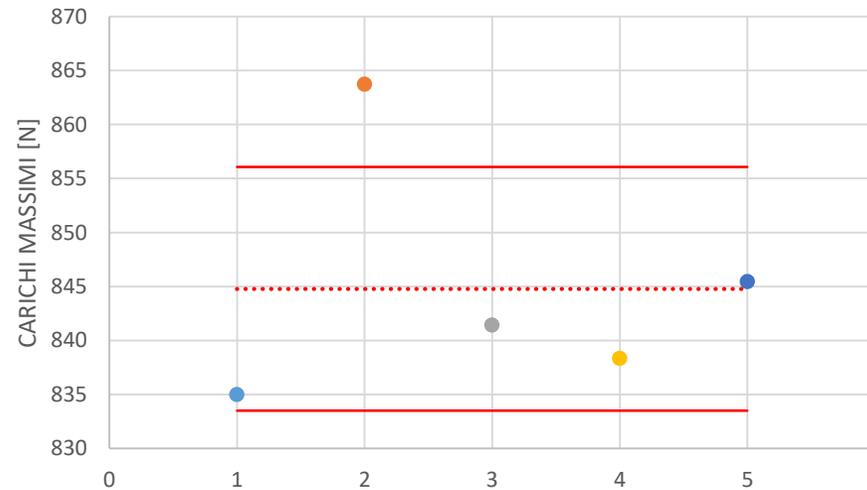


MEDIA MASSIMI: 574,21 [N]
DEV.ST: 35

TAL QUALE 15mm



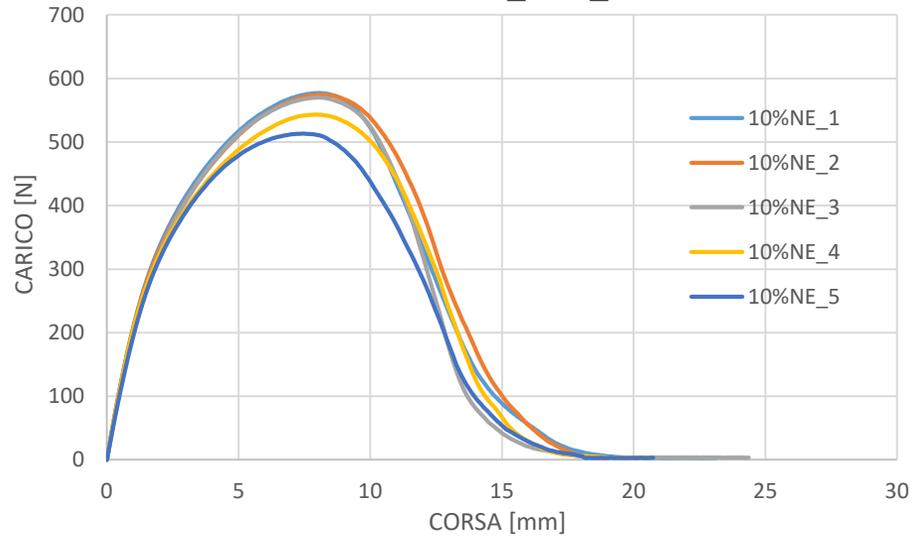
VALORI MASSIMI E DEVIAZIONE STANDARD



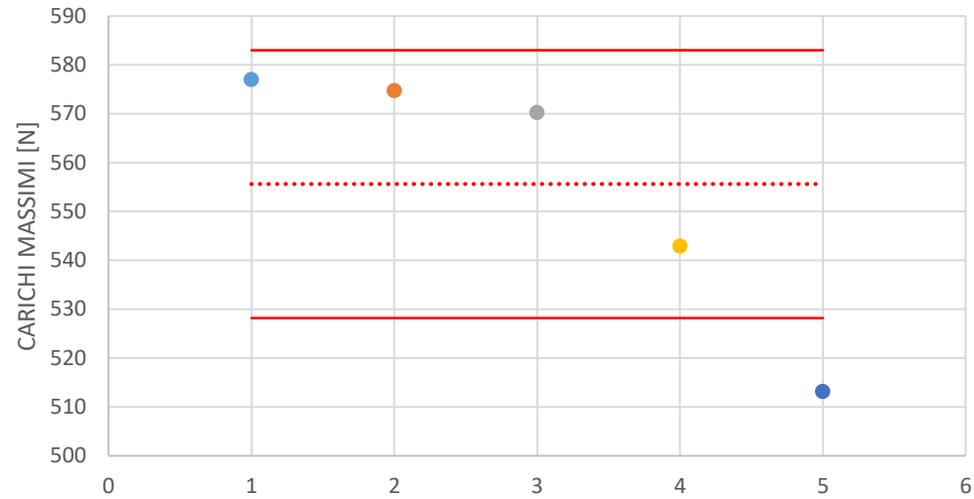
MEDIA MASSIMI: 844,78 [N]
DEV.ST: 11,28

RISULTATI PROVA SLJ 100mm/min

NON ESTRUSO_10%_10mm

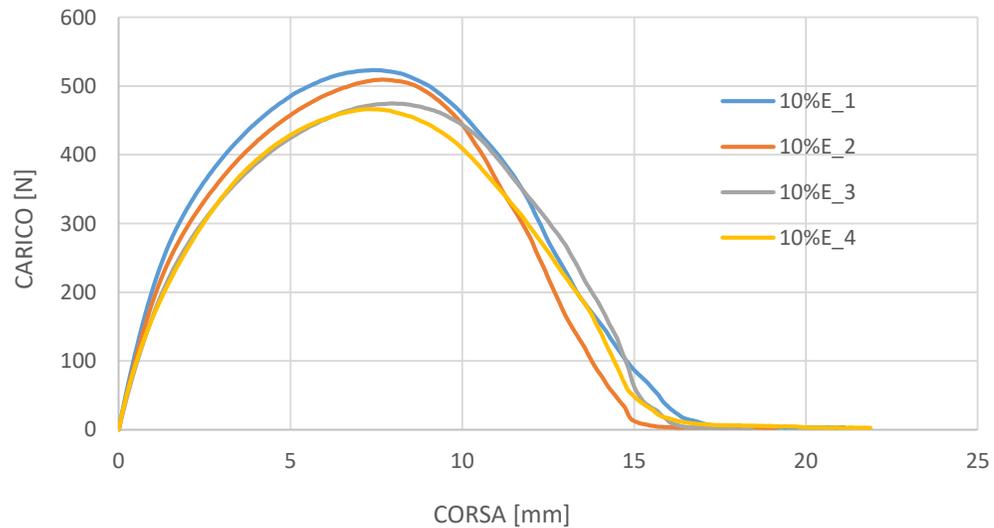


VALORI MASSIMI E DEVIAZIONE STANDARD

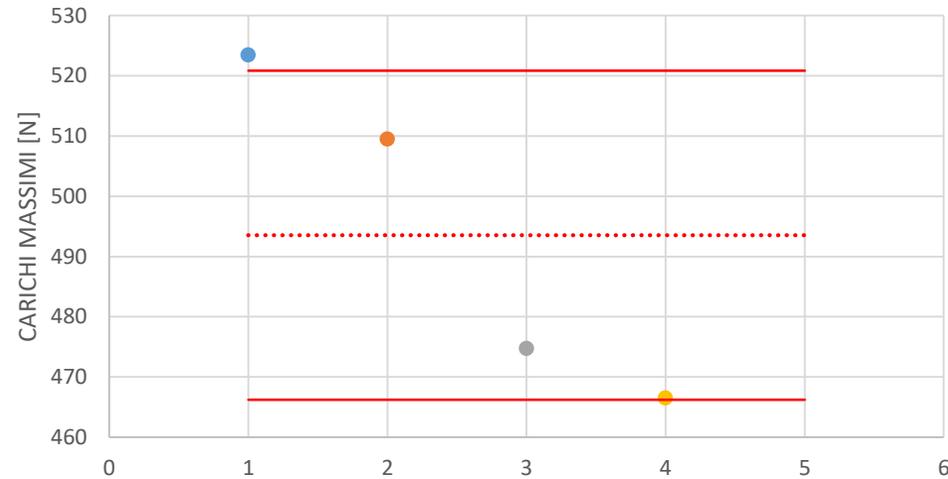


MEDIA MASSIMI: 555,59 [N]
DEV.ST: 27,40

10%_ESTRUSO_10mm

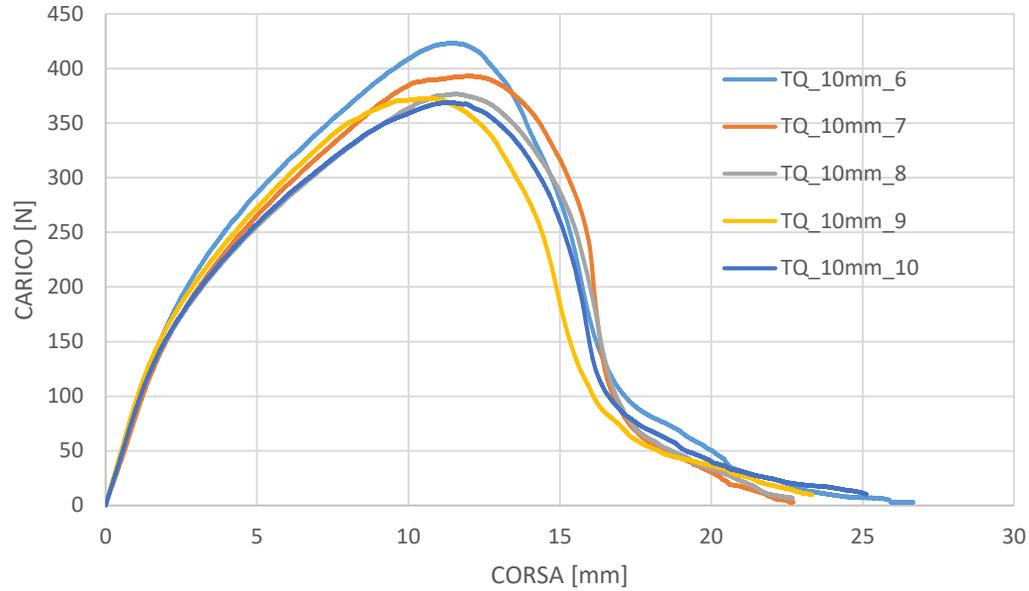


VALORI MASSIMI E DEVIAZIONE STANDARD

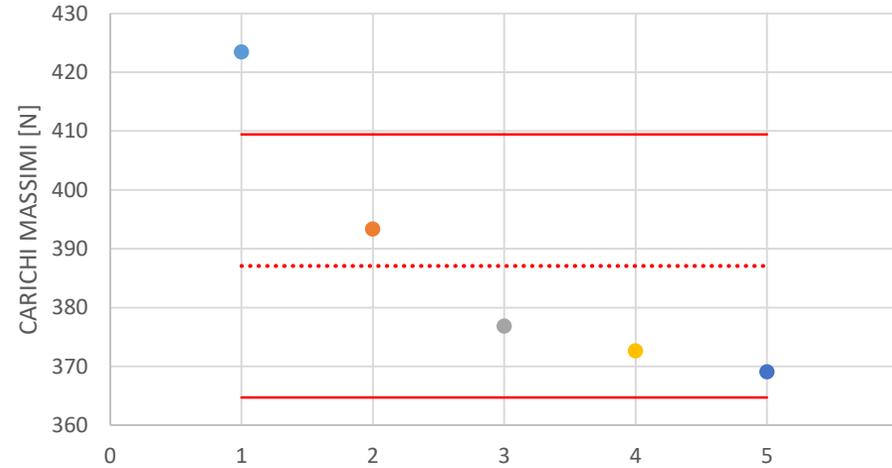


MEDIA MASSIMI: 493,53 [N]
DEV.ST: 27,29

TAL QUALE 10mm

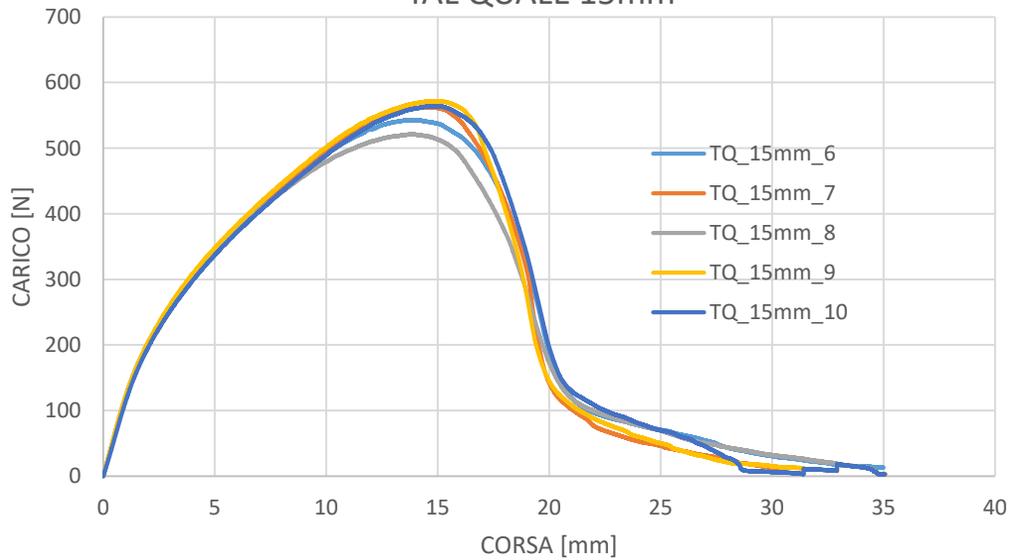


VALORI MASSIMI E DEVIAZIONE STANDARD

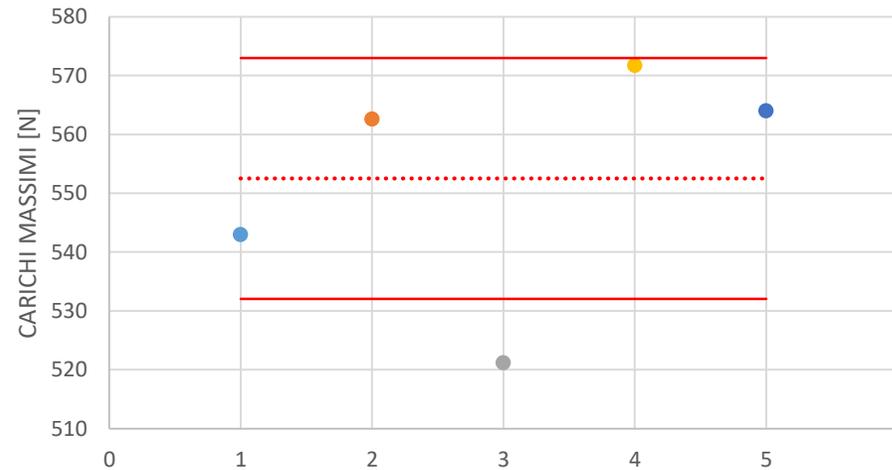


MEDIA MASSIMI: 387,06 [N]
DEV.ST: 22,36

TAL QUALE 15mm

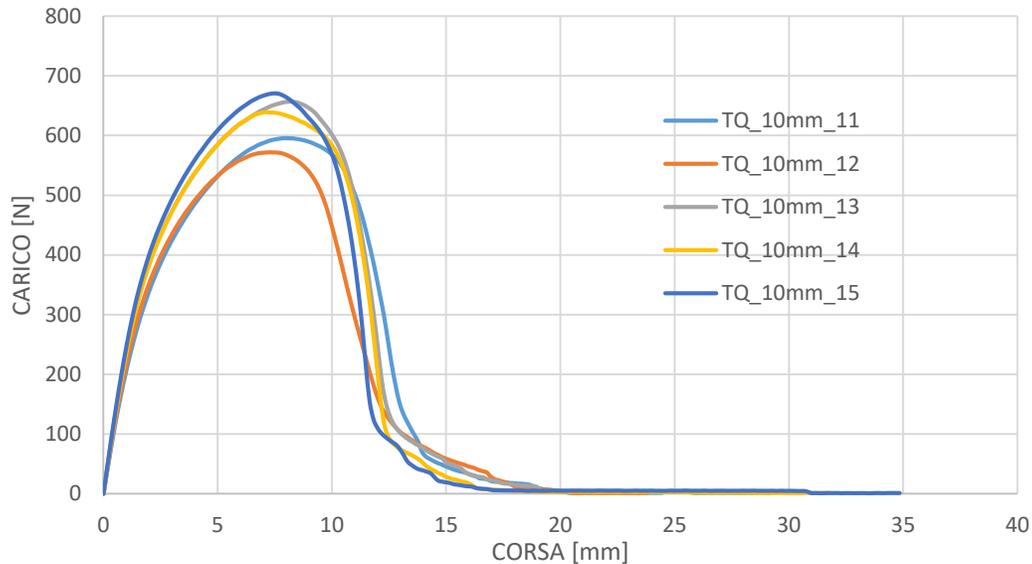


VALORI MASSIMI E DEVIAZIONE STANDARD

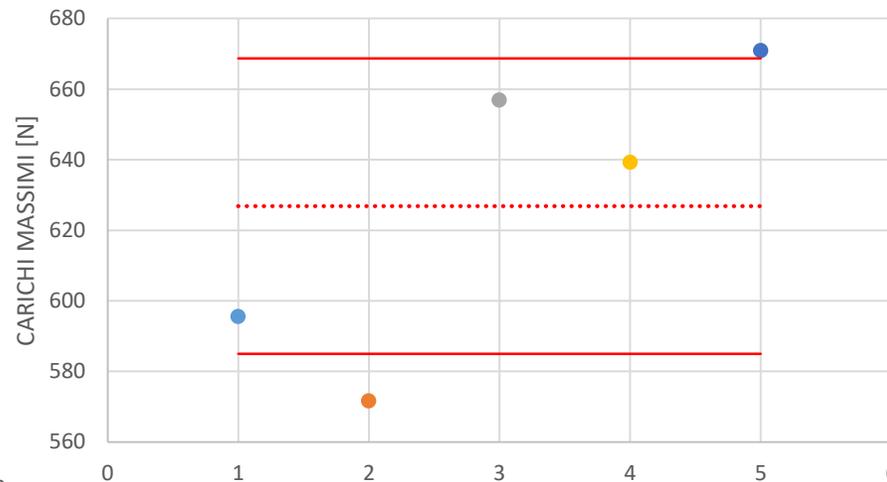


MEDIA MASSIMI: 552,49 [N]
DEV.ST: 20,47

TAL QUALE 10mm

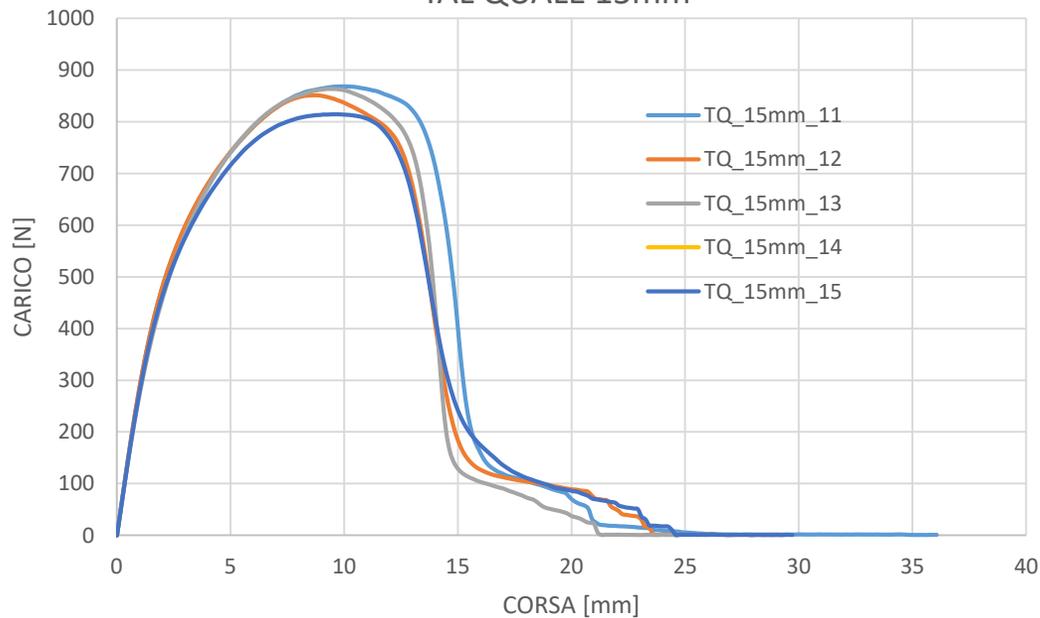


VALORI MASSIMI E DEVIATIONE STANDARD

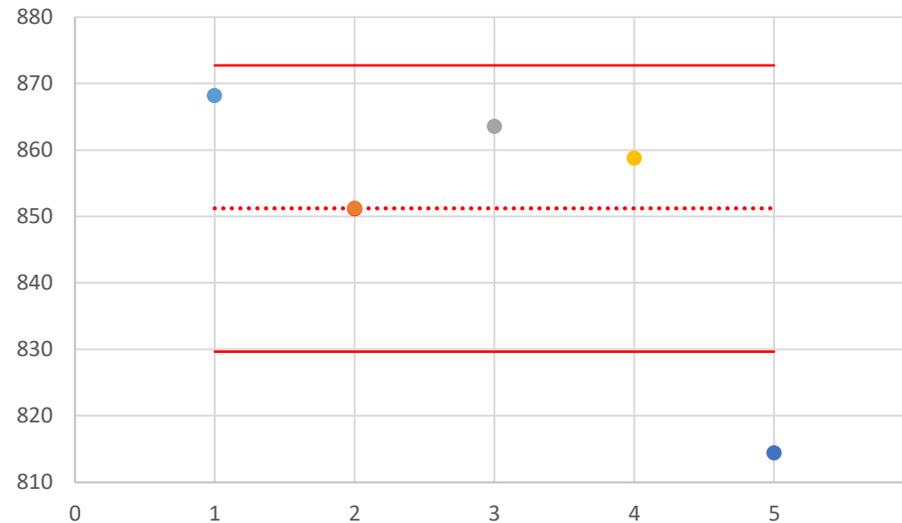


MEDIA MASSIMI: 626,85 [N]
DEV.ST: 41,90 [N]

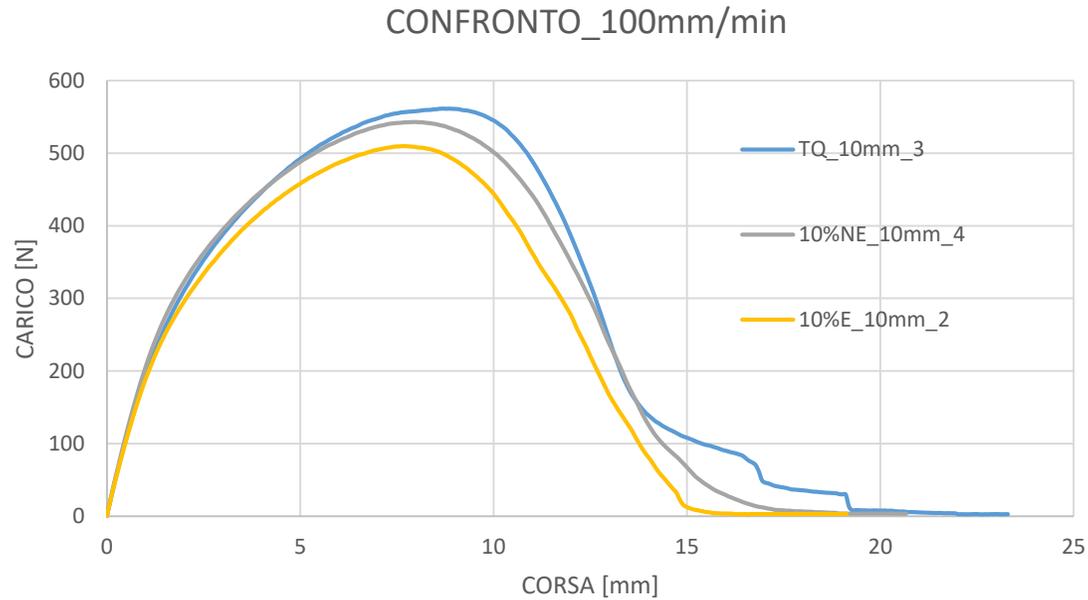
TAL QUALE 15mm



VALORI MASSIMI E DEVIATIONE STANDARD



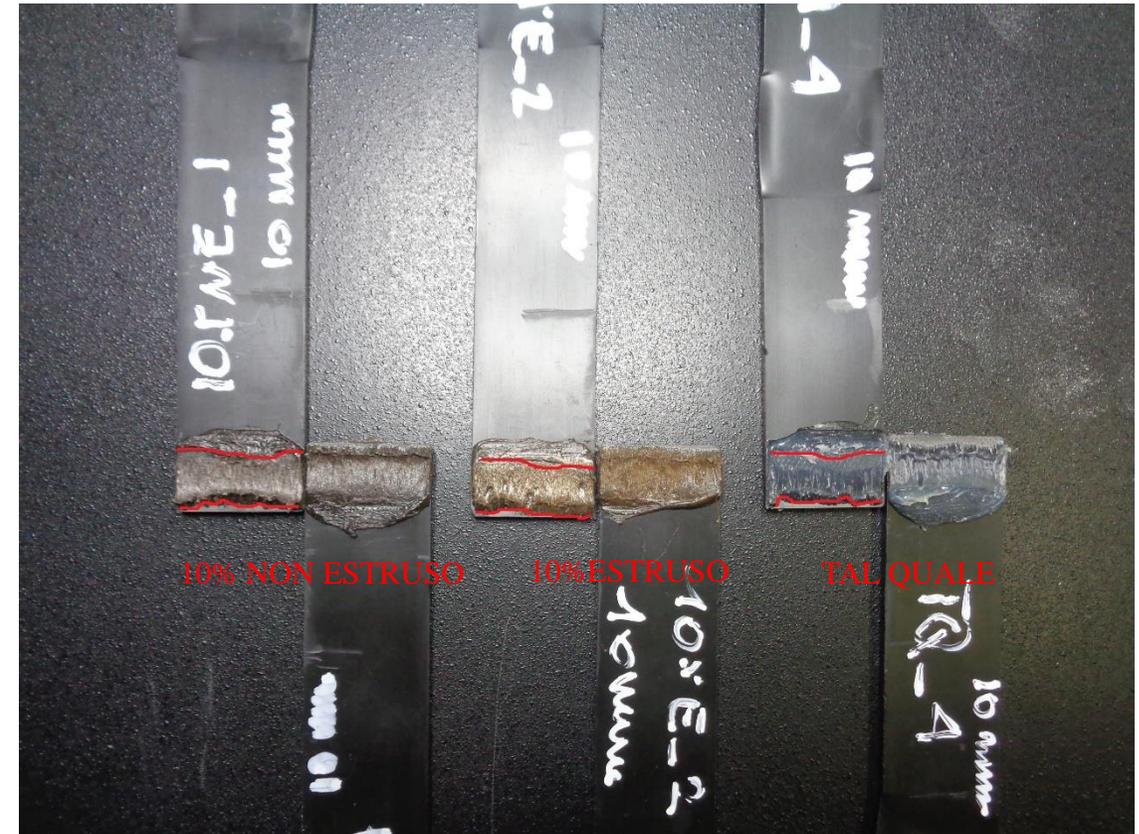
MEDIA MASSIMI: 851,20 [N]
DEV.ST: 21,53 [N]



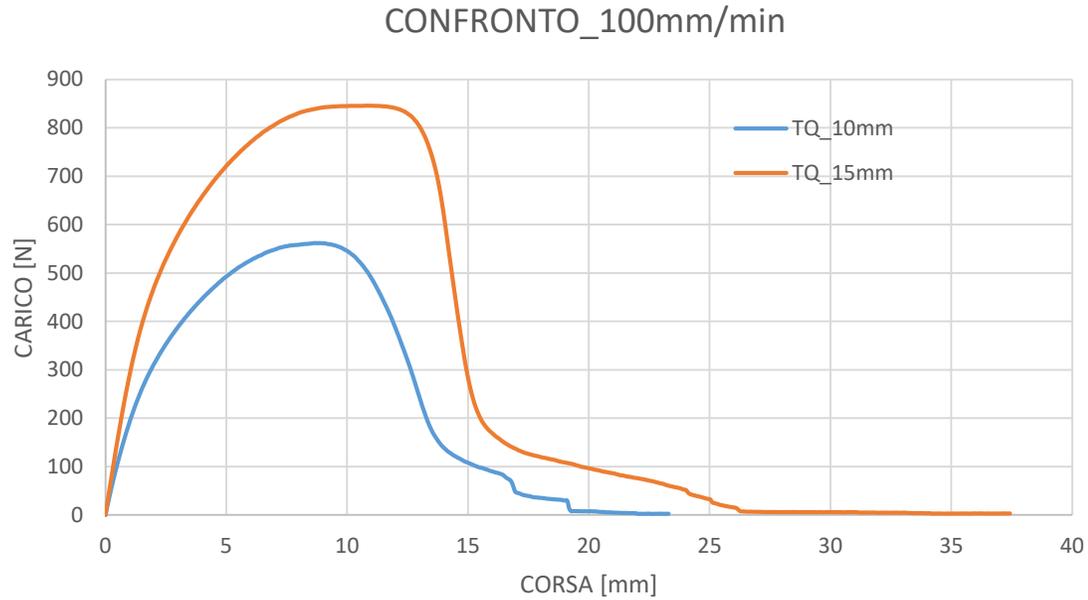
	MEDIA DEI MAX [N]	DEV.ST [N]
TQ_10mm	574,21	35
10%NE_10mm	555,59	27,40
10%E_10mm	493,53	27,29

In tabella i valori massimi riportati sono ottenuti come la media dei massimi delle cinque prove effettuate per ogni tipologia di adesivo

A parità di sovrapposizione e di velocità di prova, il carico massimo varia di poco e il **valore minimo** è stato fornito dal provino incollato mediante **adesivo modificato estruso**. Gli agglomerati eventualmente presenti nell'adesivo non estruso possono creare resistenza alla prova e questo può spiegare il perché del carico massimo maggiore rispetto al carico ottenuto per il provino con l'adesivo estruso.

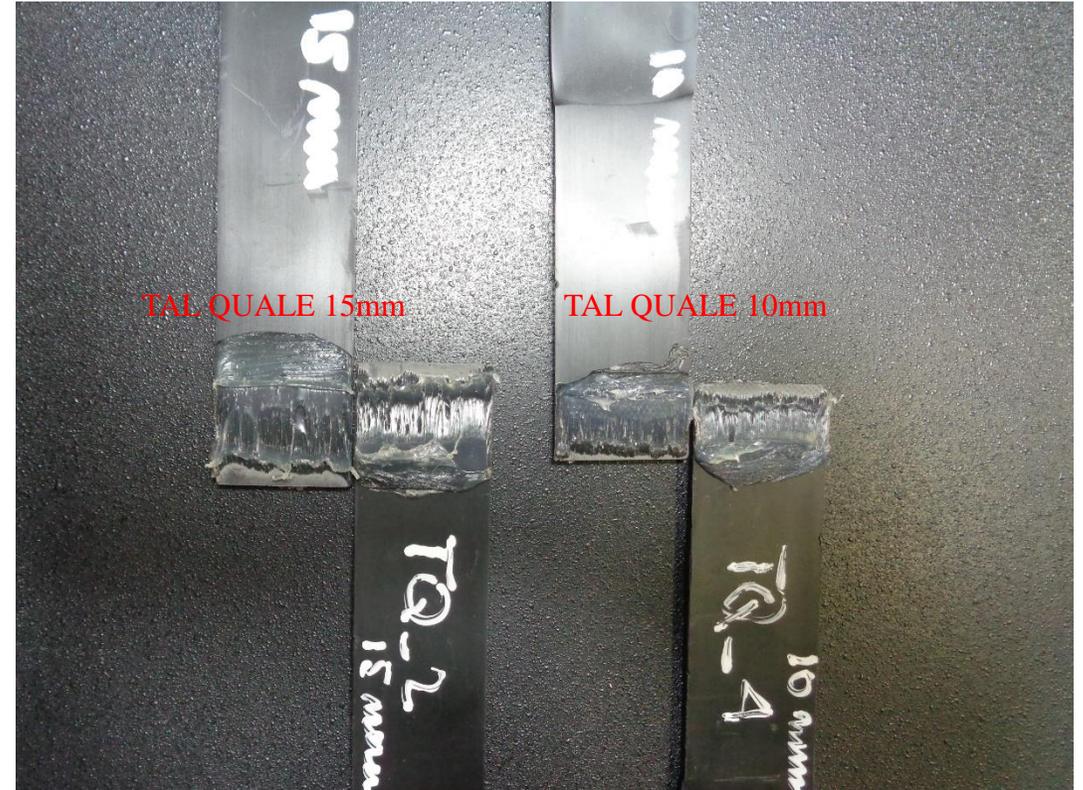


La prova di Single Lap Joint nel caso di sovrapposizione di 10 mm ha portato ad una rottura di tipo coesivo e adesivo. Nel caso di **adesivo estruso** l'area caratterizzata da distacco coesivo risulta essere maggiore.



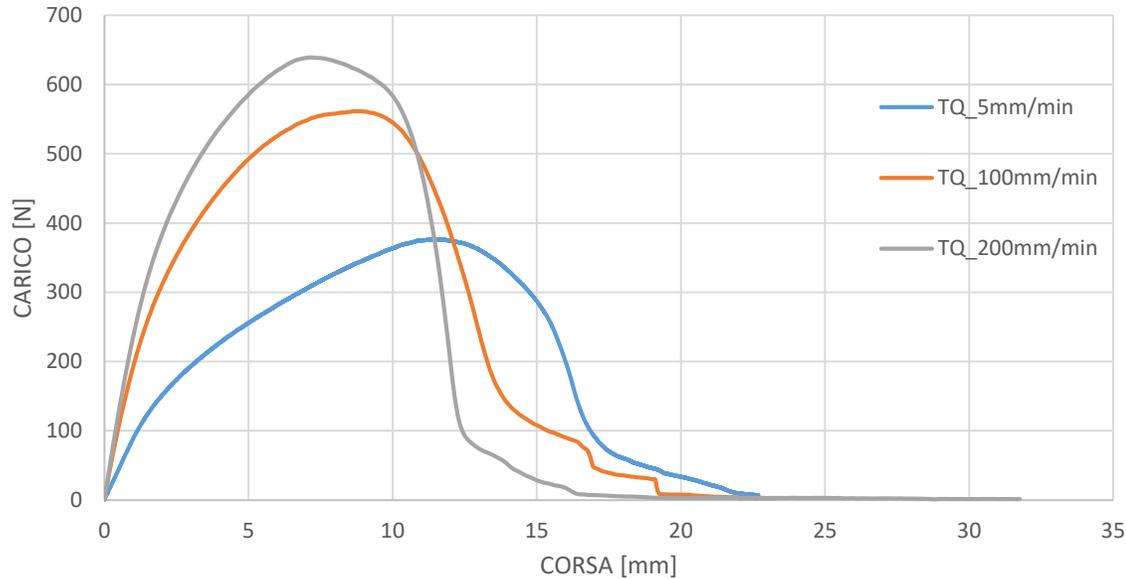
	MEDIA DEI MAX [N]	DEV.ST [N]
TQ_10mm	574,21	35
TQ_15mm	844,21	11,28

A parità di tipologia di adesivo e di velocità, il provino con sovrapposizione maggiore presenta un carico massimo più elevato.



Entrambi i provini presentano una rottura coesiva e adesiva senza alcuna deformazione degli aderenti.

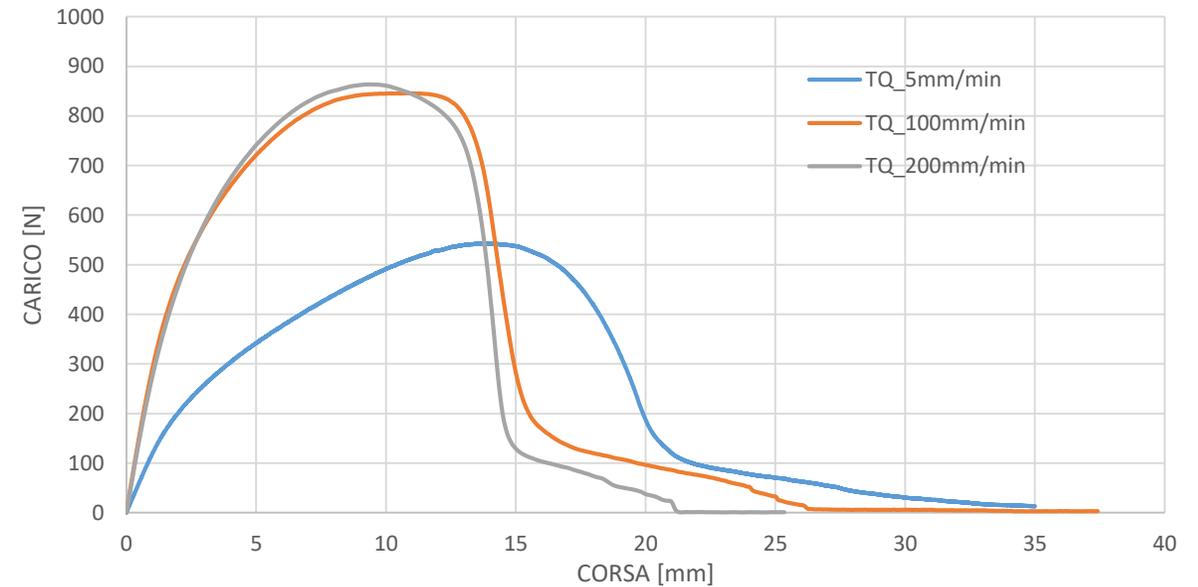
TAL QUALE 10mm



	MEDIA DEI MAX [N]	DEV.ST [N]
TQ_5mm/min	387,06	22,36
TQ_100mm/min	574,21	35
TQ_200mm/min	626,85	41,90

A parità di tipologia di adesivo, all'aumentare della velocità il carico massimo aumenta.

TAL QUALE 15mm



	MEDIA DEI MAX [N]	DEV.ST [N]
TQ_5mm/min	552,49	20,47
TQ_100mm/min	844,78	11,28
TQ_200mm/min	851,20	21,53

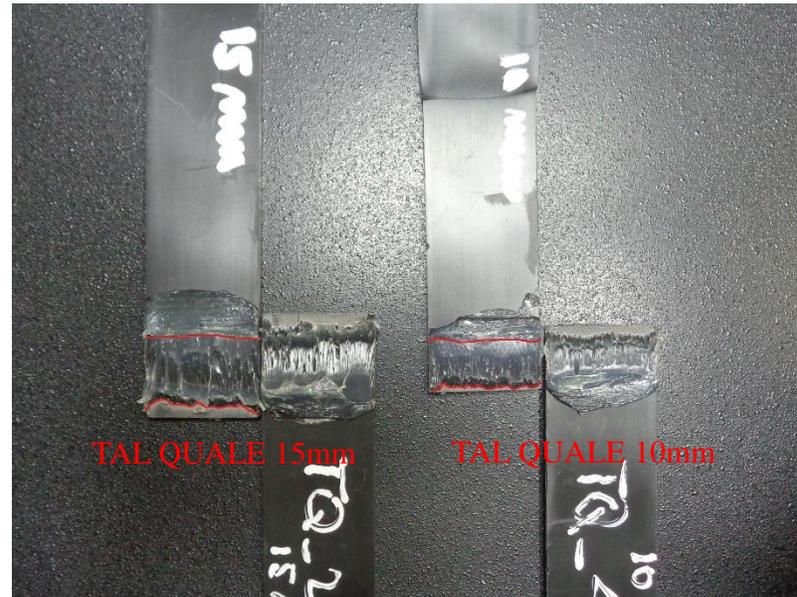
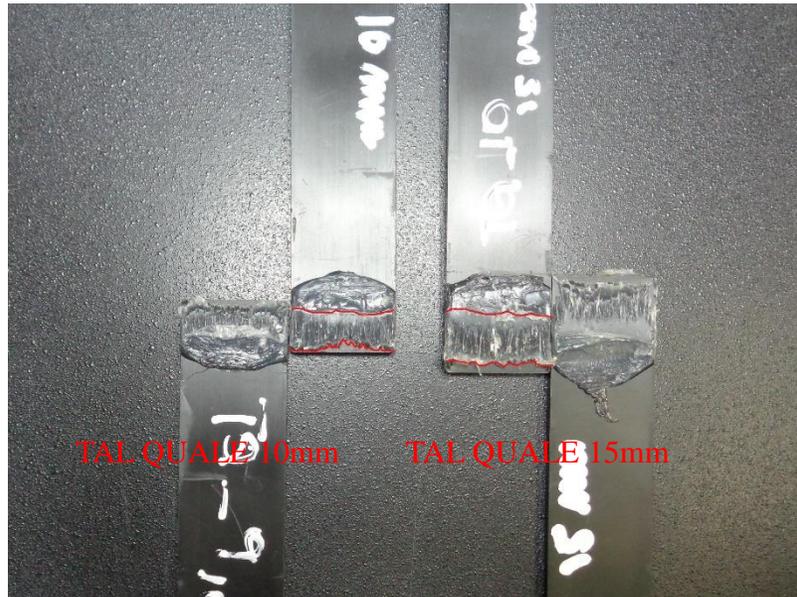
La prova quasi statica (velocità di 5 mm/min) fornisce un carico massimo nettamente inferiore.

Analizzando i provini con adesivo tal quale, a parità di velocità i provini con sovrapposizione maggiore (15 mm) presentano carichi massimi più elevati

5 mm/min

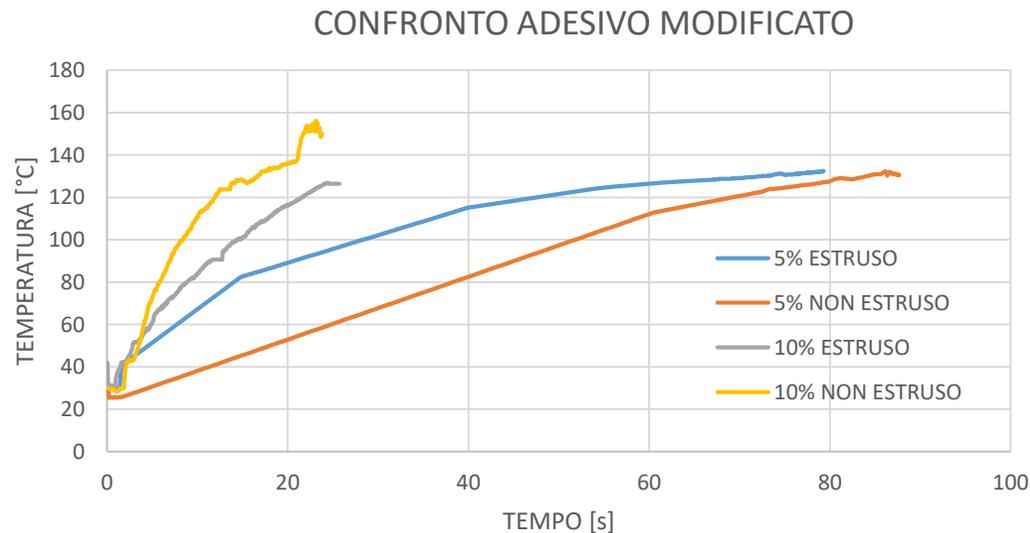
100 mm/min

200 mm/min



Tutti i provini presentano una frattura sia coesiva che adesiva. L'area in rosso delimita la zona di frattura coesiva ed è possibile notare che quest'area è maggiore in caso di sovrapposizione di 10 mm e diminuisce all'aumentare della velocità.

TIPOLOGIA DI PROVINO	TEMPO MEDIO [s]	DEV.ST [s]	TEMPERATURA MEDIA [°C]	DEV.ST [°C]
5% NON ESTRUSO	75,4	7,96	132,7	4,73
5% ESTRUSO	83,25	13,05	132,25	0,35
10% NON ESTRUSO	21,5	1,29	147,37	14,15
10% ESTRUSO	23,67	3,91	133,9	13,09

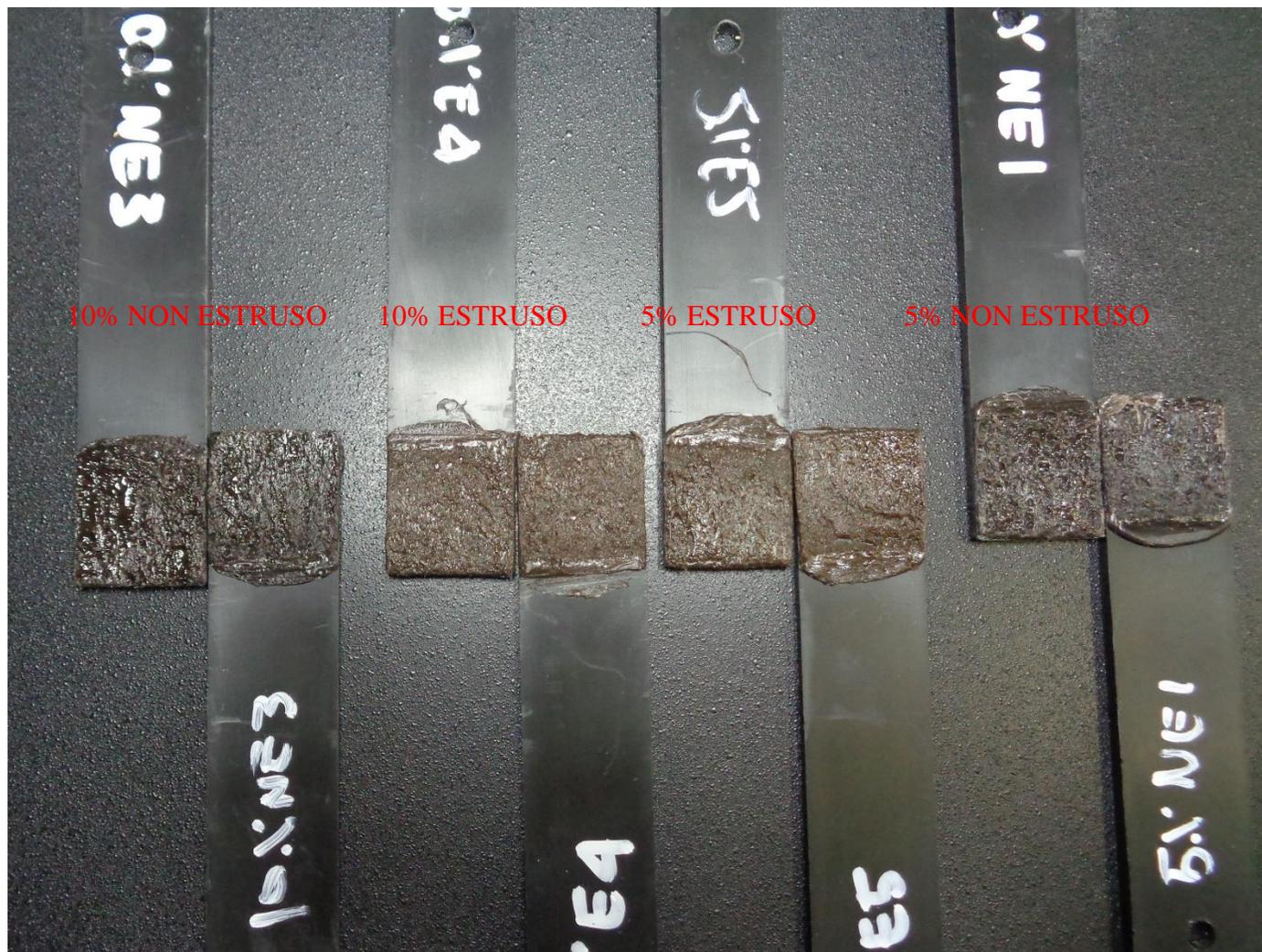


PARAMETRI FISSI:

- Tensione: 400 [V]
- Frequenza media: 272,5 [kHz]
- Potenza media: 7350 [W]

L'adesivo modificato con il 10% di nanoparticelle presenta un tempo medio di distacco molto minore rispetto al tempo medio dell'adesivo modificato con il 5%. L'adesivo estruso ha un tempo medio maggiore dell'adesivo miscelato manualmente, ma una temperatura media minore.

RISULTATI PROVA ALL'INDUTTORE



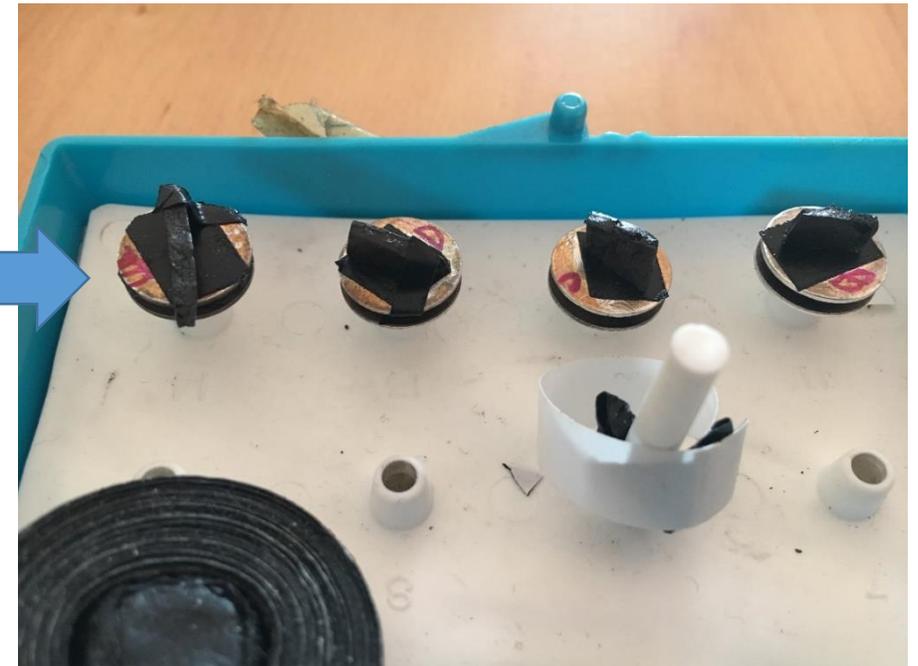
Adesivo: modificato con 10% di Magnetite e 0,1-0,5-1% di grafene.

Miscelazione:

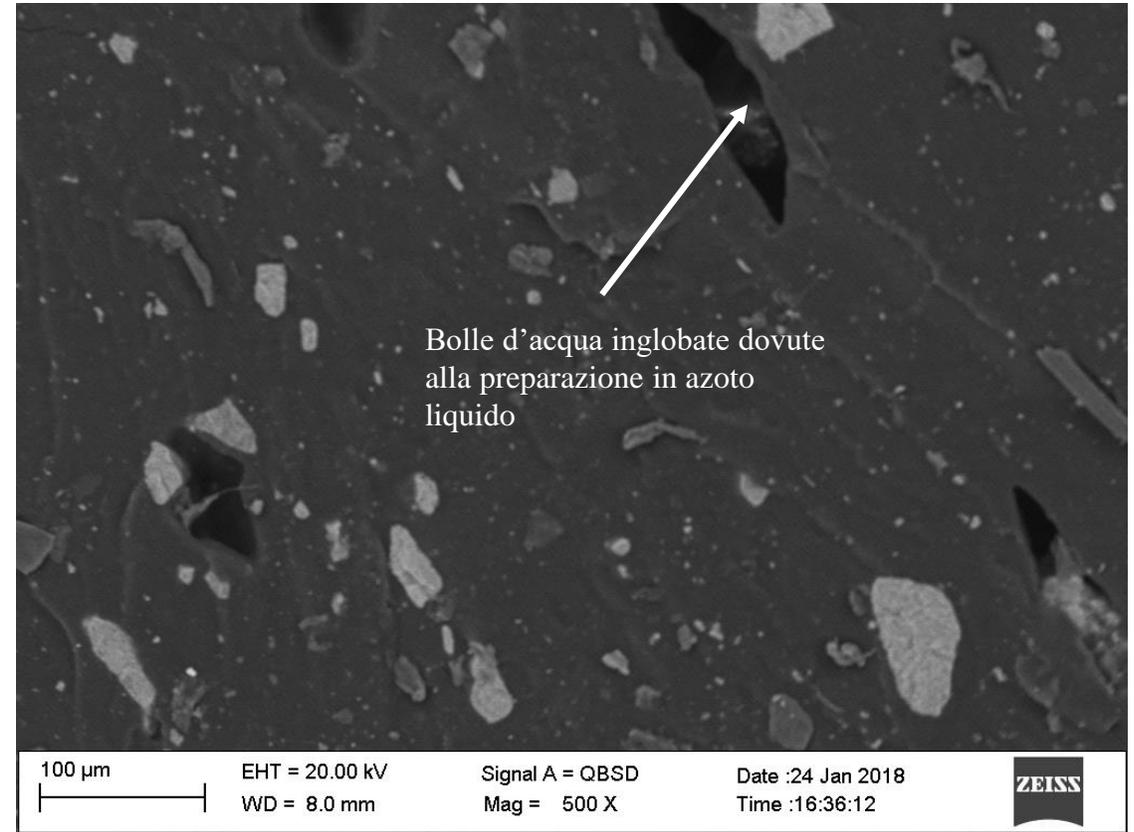
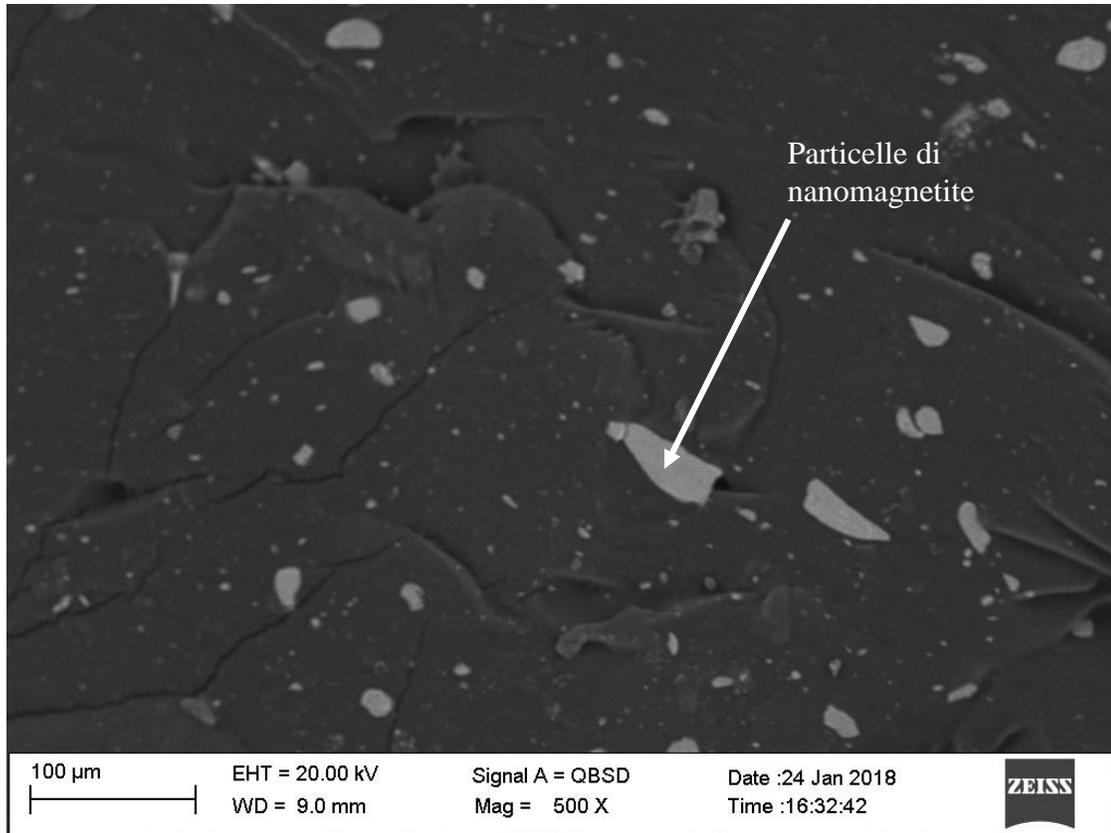
- manuale tramite bacchetta di vetro
- mediante microestrusore

Passaggi preparazione provini:

1. Tramite una pressa riscaldata si è ottenuto un disco di spessore omogeneo tra due fogli di alluminio
2. Il provino viene rotto in più parti dopo essere stato immerso in azoto liquido per infragilirlo. Si vuole ottenere, dunque, una frattura fragile in modo che la superficie risulti il più possibile piana e priva di deformazioni del materiale
3. Posizionamento su piattello

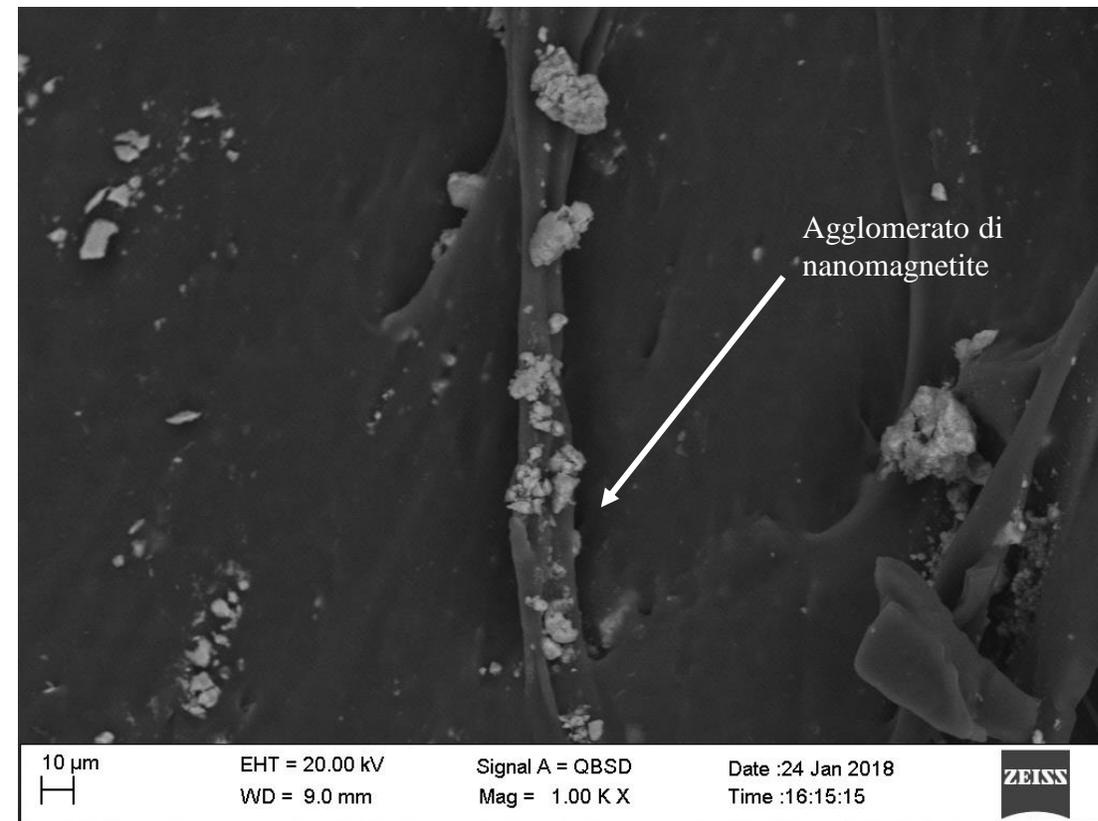
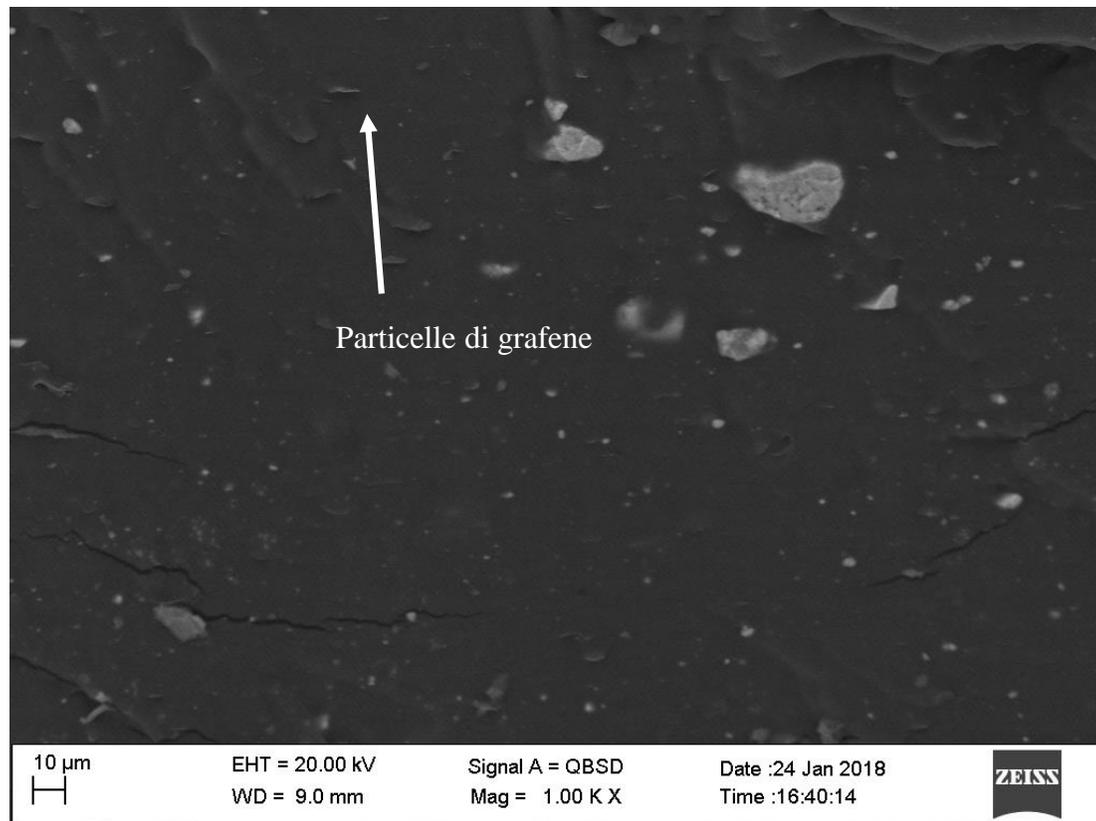


Adesivo modificato con 10% di Magnetite e lo 0.1% di grafene



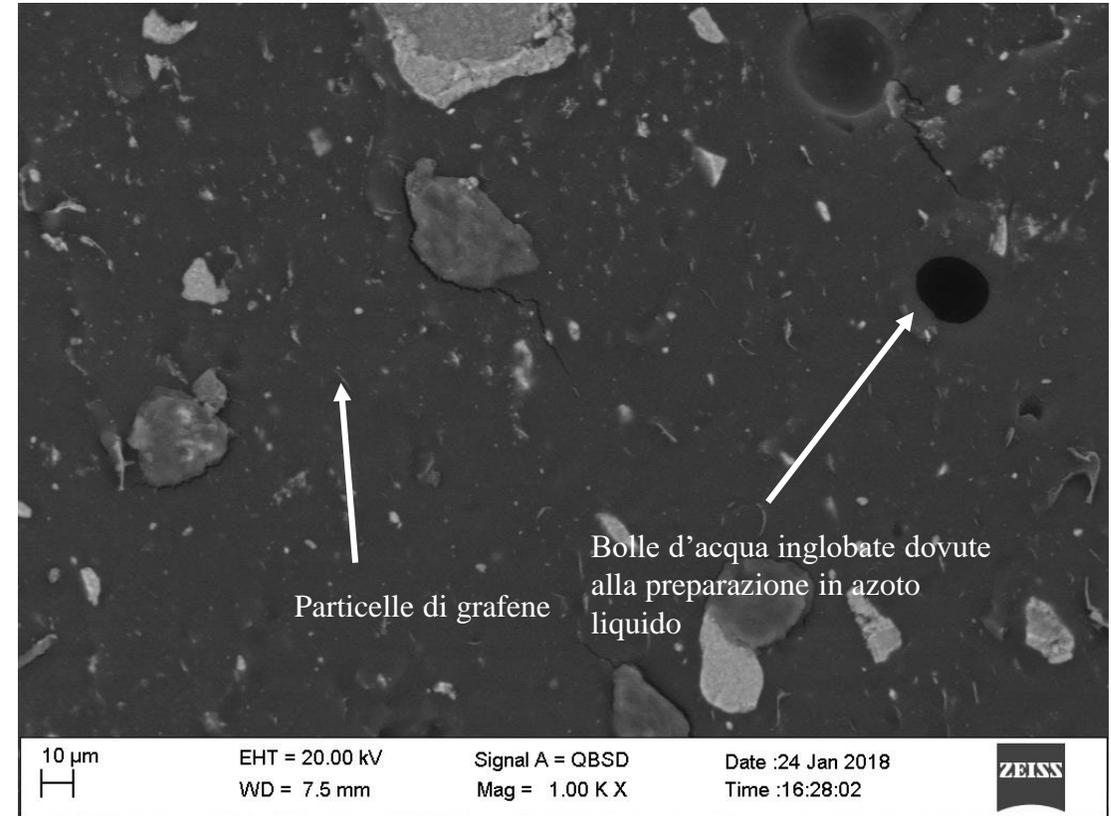
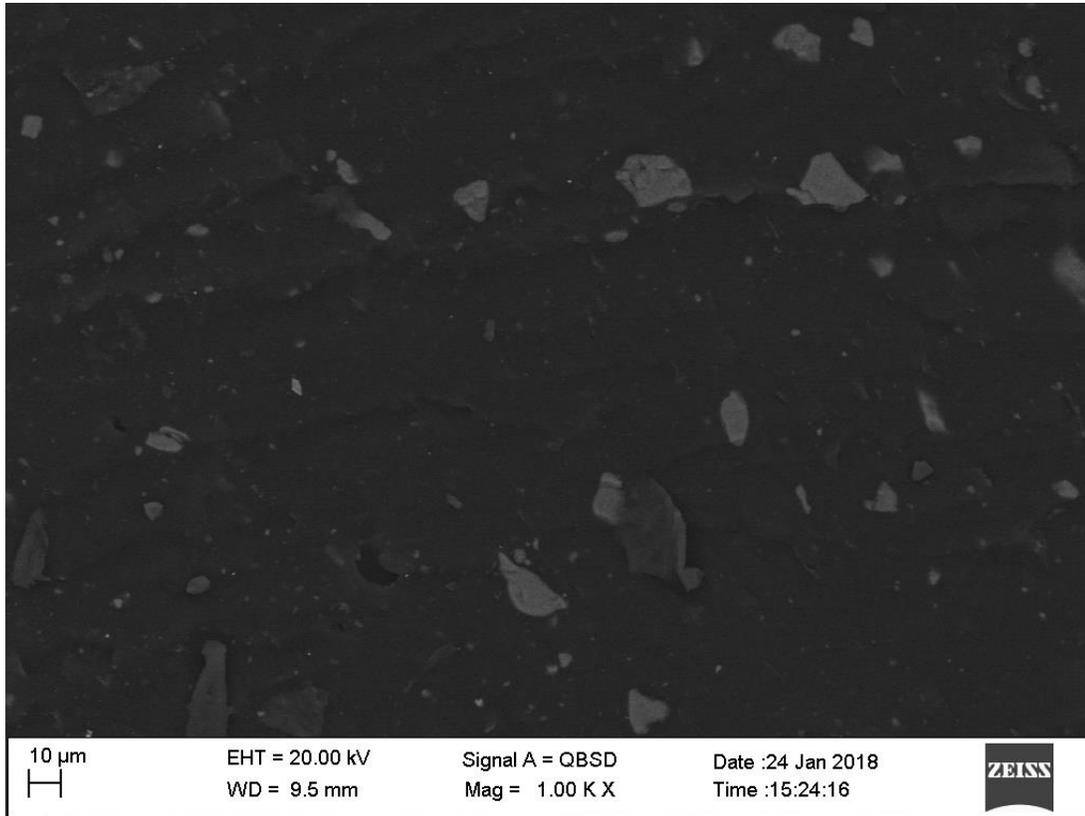
L'adesivo di sinistra è microestruso, quello di destra no. Effettivamente in quella di sinistra sono minori le particelle di magnetite di grandi dimensioni e sembrano particelle singole non agglomerati. La percentuale di grafene è molto bassa e risulta difficile localizzare le particelle di grafene in queste immagini.

Adesivo modificato con 10% di Magnetite e lo 0.5% di grafene



Nell'adesivo microestruso (immagine di sinistra) le particelle di nanomagnetite risultano essere di piccola dimensione e disperse su tutta la superficie. Nell'adesivo di destra, non microestruso, le particelle di nanomagnetite formano degli agglomerati. Le particelle di grafene si presentano in forma allungata.

Adesivo modificato con 10% di Magnetite e l'1% di grafene



A sinistra vi è l'adesivo estruso, a destra quello non estruso.

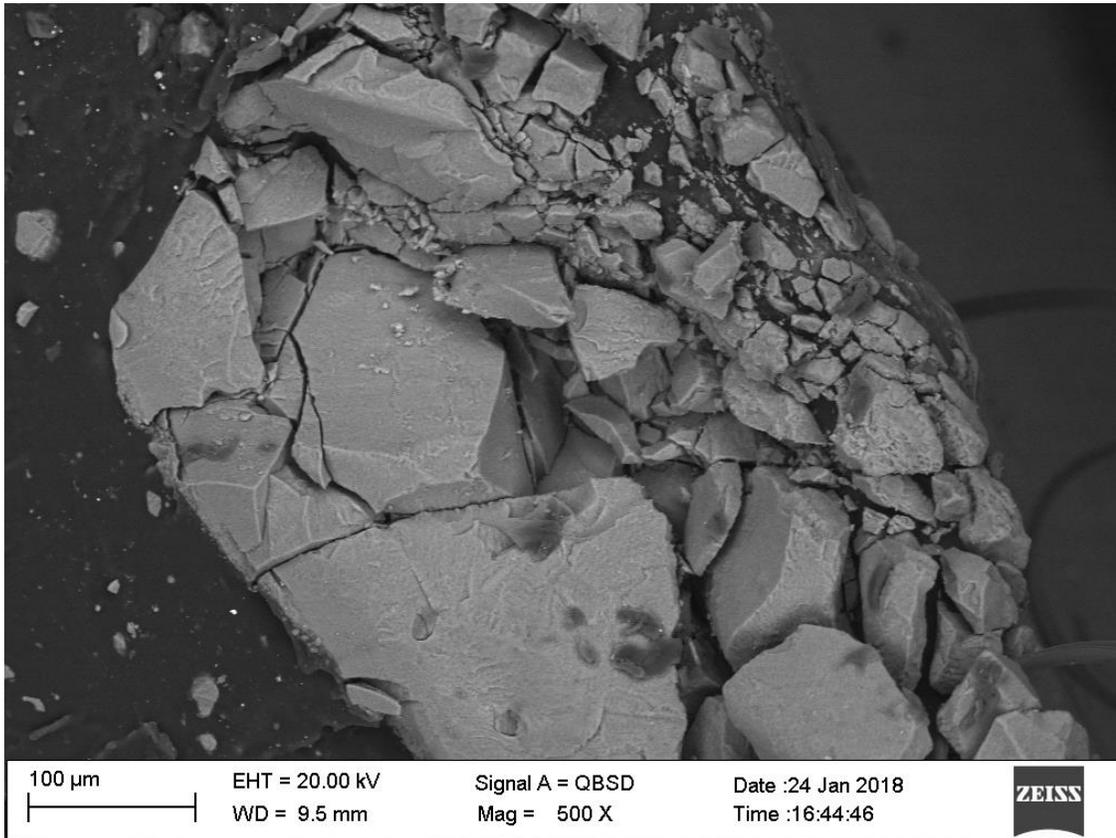


Immagine di adesivo modificato con il 10% di nanomagnetite e lo 0.5% di grafene non estruso.
Per capire se si tratta di magnetite o grafite si è deciso di effettuare un'analisi al SEM delle particelle

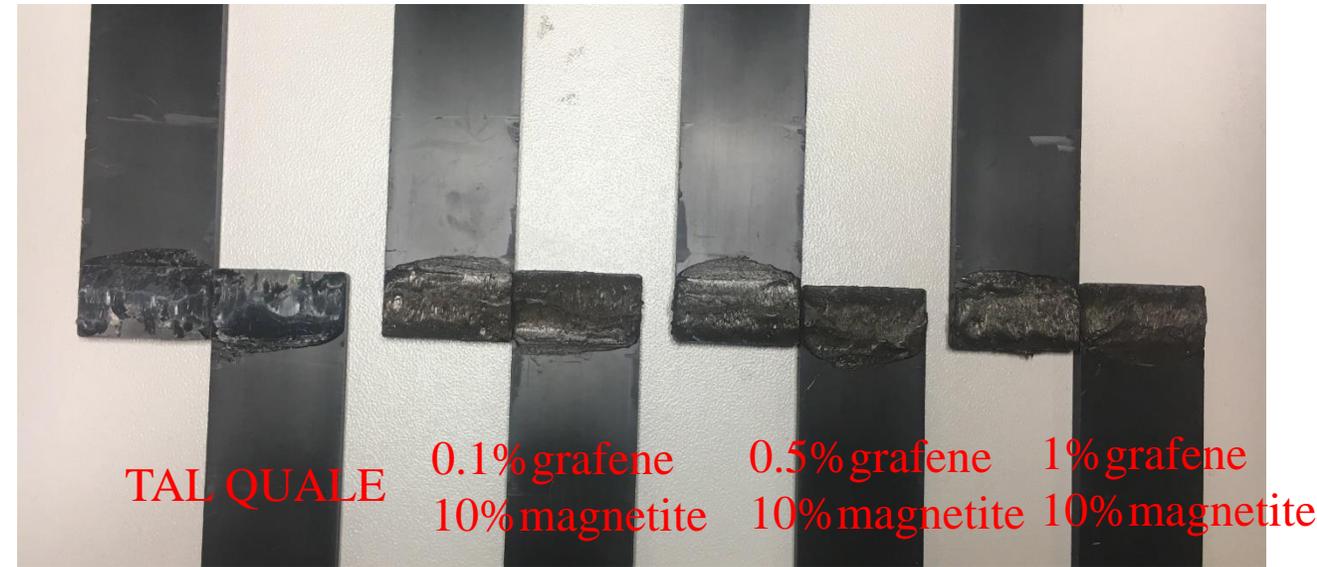
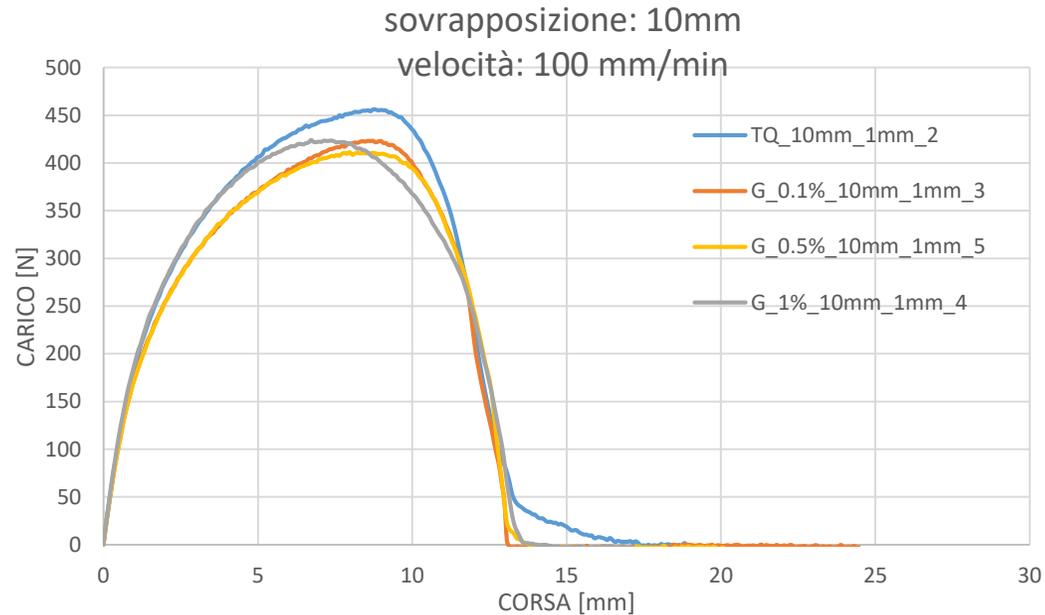
CARATTERIZZAZIONE MECCANICA

Tipologia di prova: prova SLJ

Valutazione: carico massimo

Variabili:

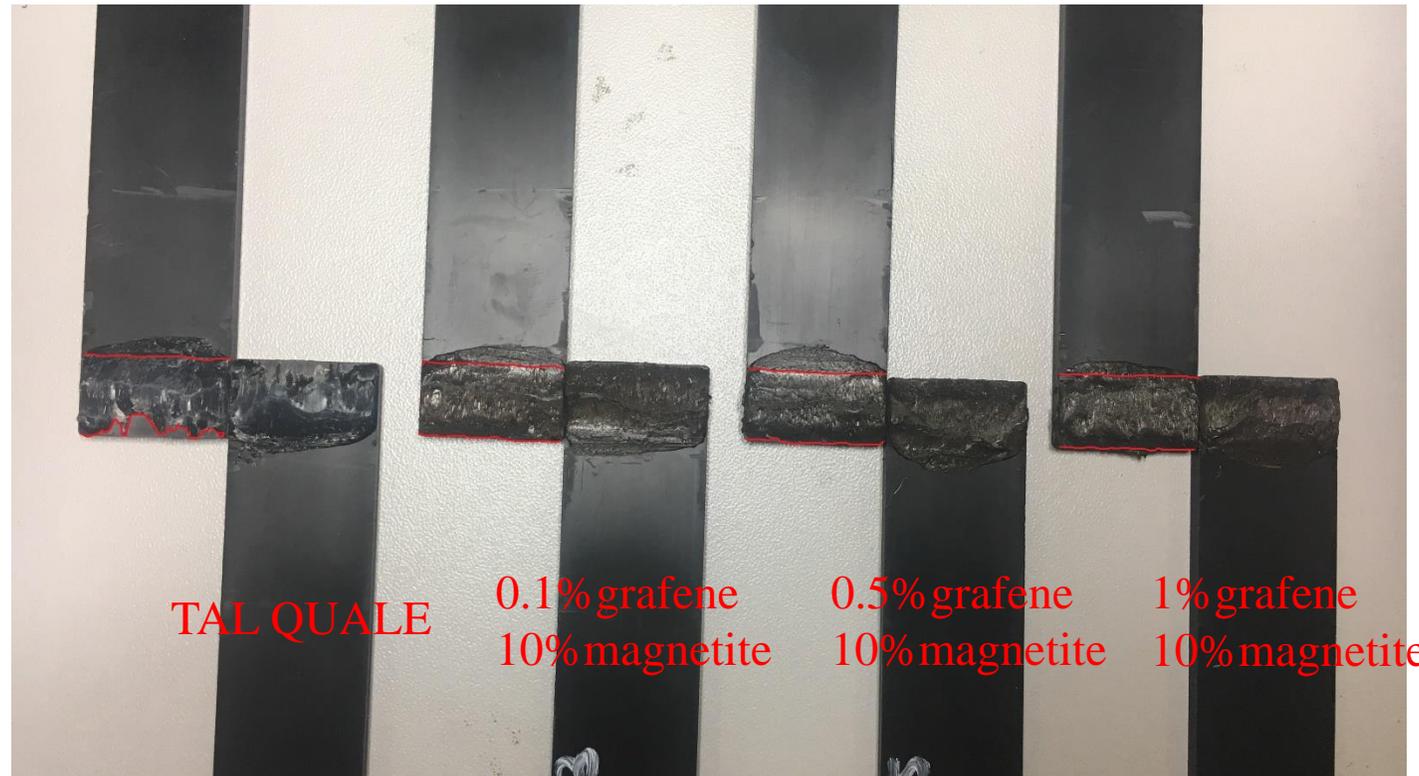
- ❖ Tipologia di adesivo:
 - Tal quale
 - Modificato con 10% di Magnetite e 0.1% di Grafene
 - Modificato con 10% di Magnetite e 0.5% di Grafene
 - Modificato con 10% di Magnetite e 1% di Grafene
- ❖ Overlap:
 - 10mm
 - 15mm
- ❖ Sovrapposizione:
 - 0.5mm
 - 1mm
 - 1.5mm
- ❖ Velocità di prova:
 - 5mm/min
 - 100mm/min
 - 200mm/min



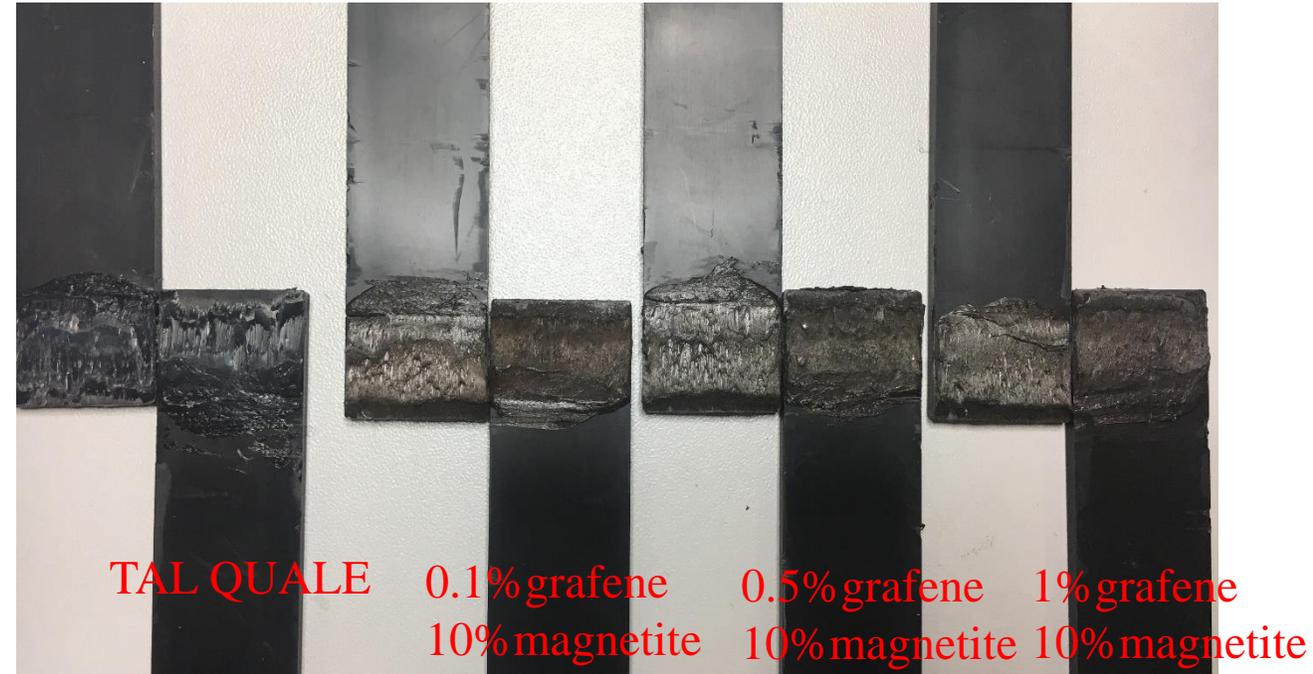
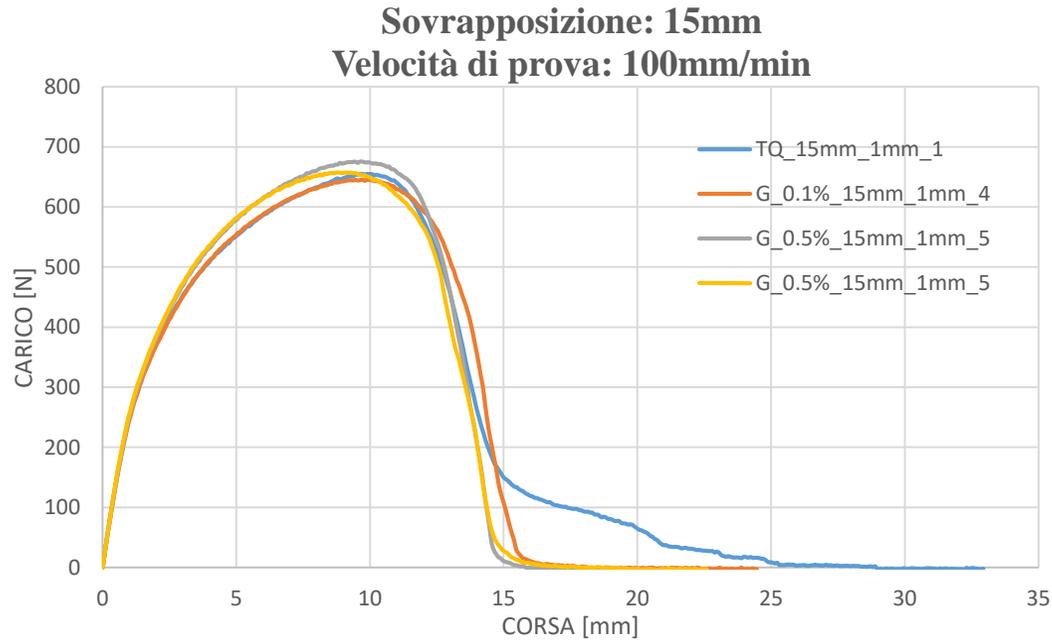
	MEDIA DEI MAX [N]	DEV.ST [N]
TQ_10mm_1mm	465,82	15,35
G_0.1%_10mm_1mm	419,26	6,96
G_0.5%_10mm_1mm	411,14	10,74
G_1%_10mm_1mm	426,20	10,70

Il valore massimo riportato in tabella è dato dalla media dei massimi cinque prove effettuate per ciascuna tipologia di adesivo, con la relativa deviazione standard

A parità di *overlap* (10mm) le proprietà meccaniche dell'adesivo modificato con grafene peggiorano di poco rispetto al tal quale.



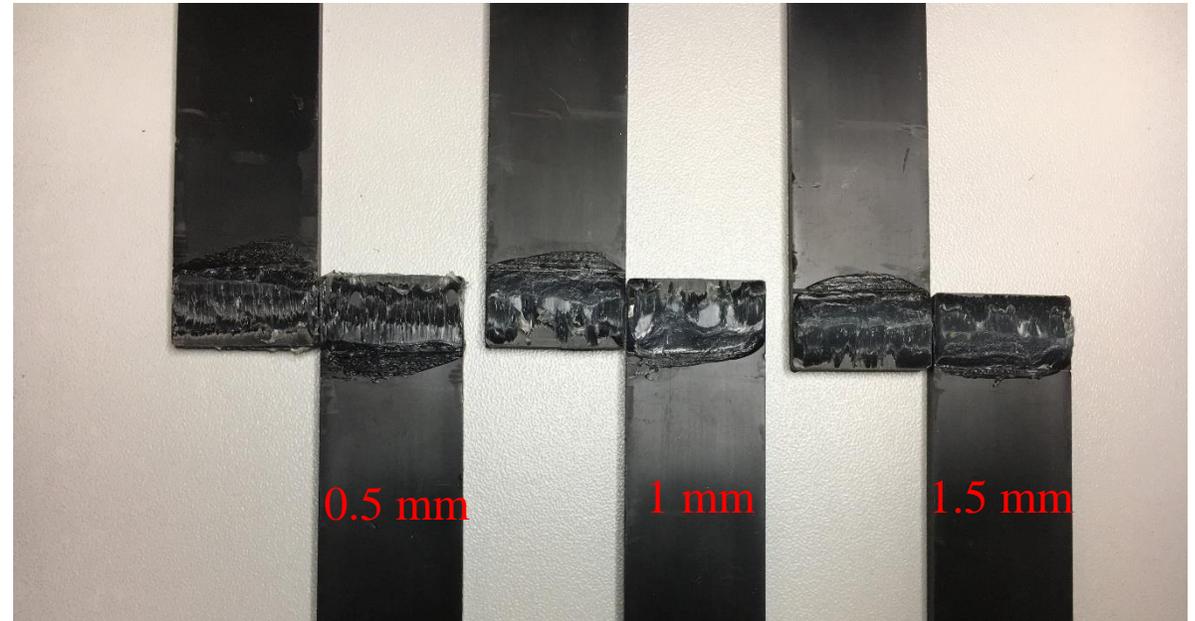
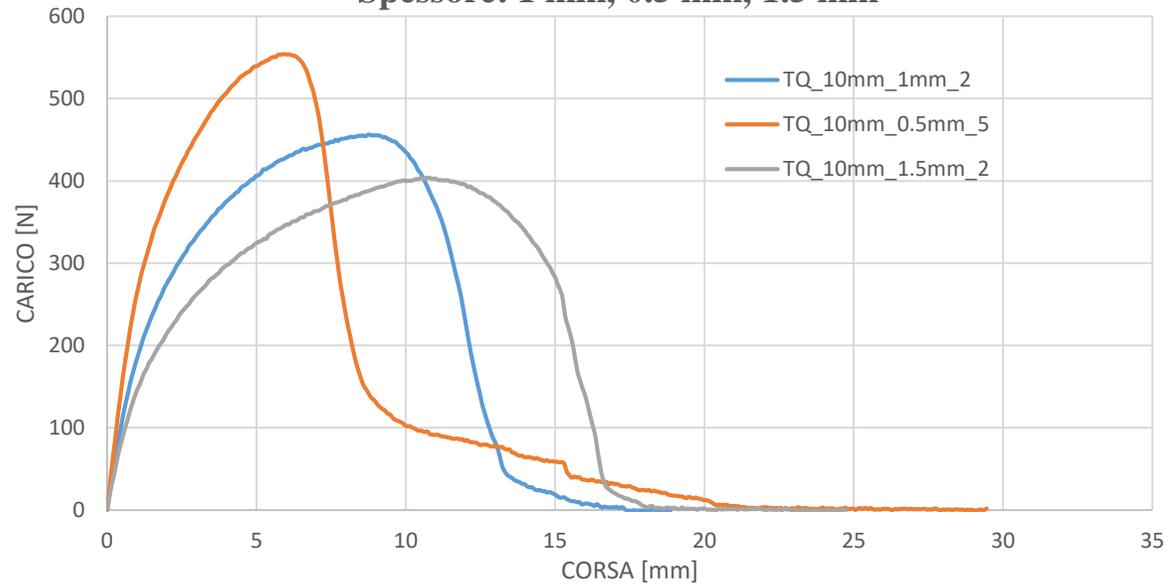
I provini sono realizzati con adesivo modificato con il 10% di magnetite e diverse percentuali di grafene. Dal punto di vista della coesione le particelle apportano dei miglioramenti. Infatti, nel caso di adesivo modificato con grafene e nanomagnetite la frattura risulta essere sia coesiva che adesiva, ma l'area soggetta a frattura adesiva è minima.



L'adesivo modificato con il 10% di magnetite e lo 0.5% di grafene è quello che presenta il carico massimo maggiore. Aumentando l'*overlap* il carico massimo aumenta.

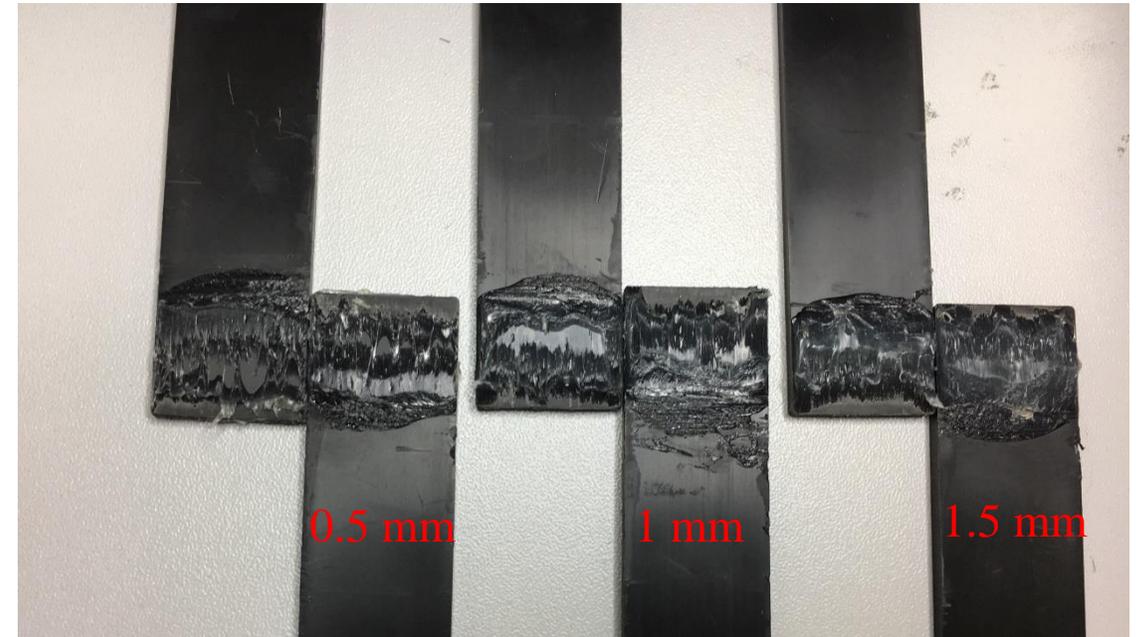
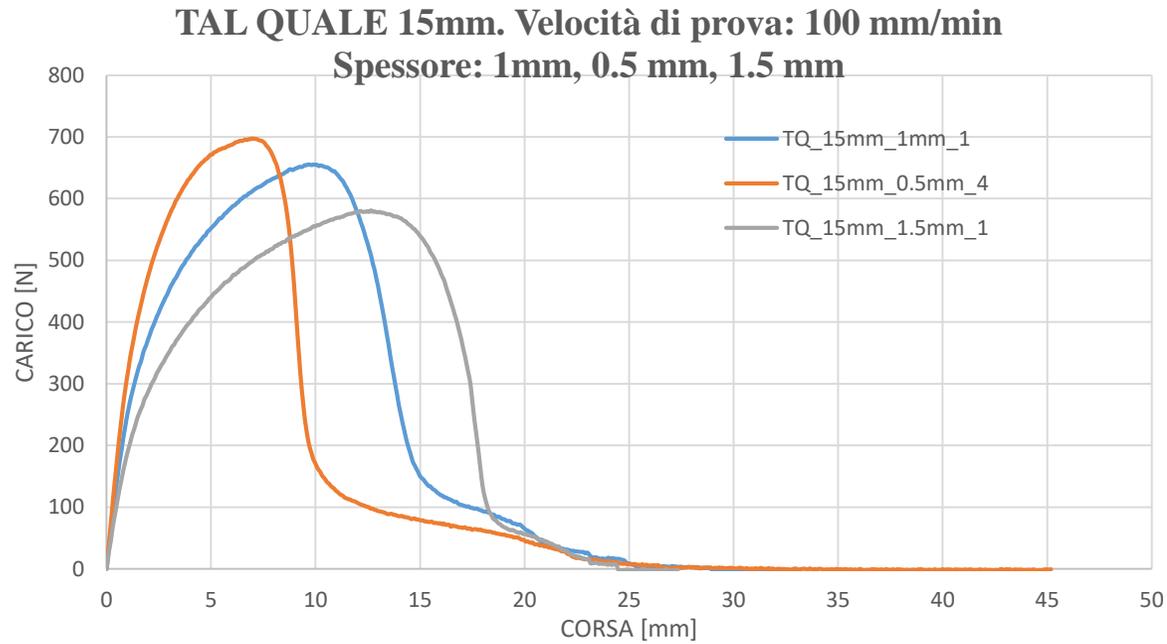
	MEDIA DEI MAX [N]	DEV.ST [N]
TQ_15mm_1mm	643,03	30,30
G_0.1%_15mm_1mm	645,38	27,53
G_0.5%_15mm_1mm	671,46	28,91
G_1%_15mm_1mm	655,49	26,80

TAL QUALE 10mm. Velocità di prova: 100 mm/min
Spessore: 1 mm, 0.5 mm, 1.5 mm



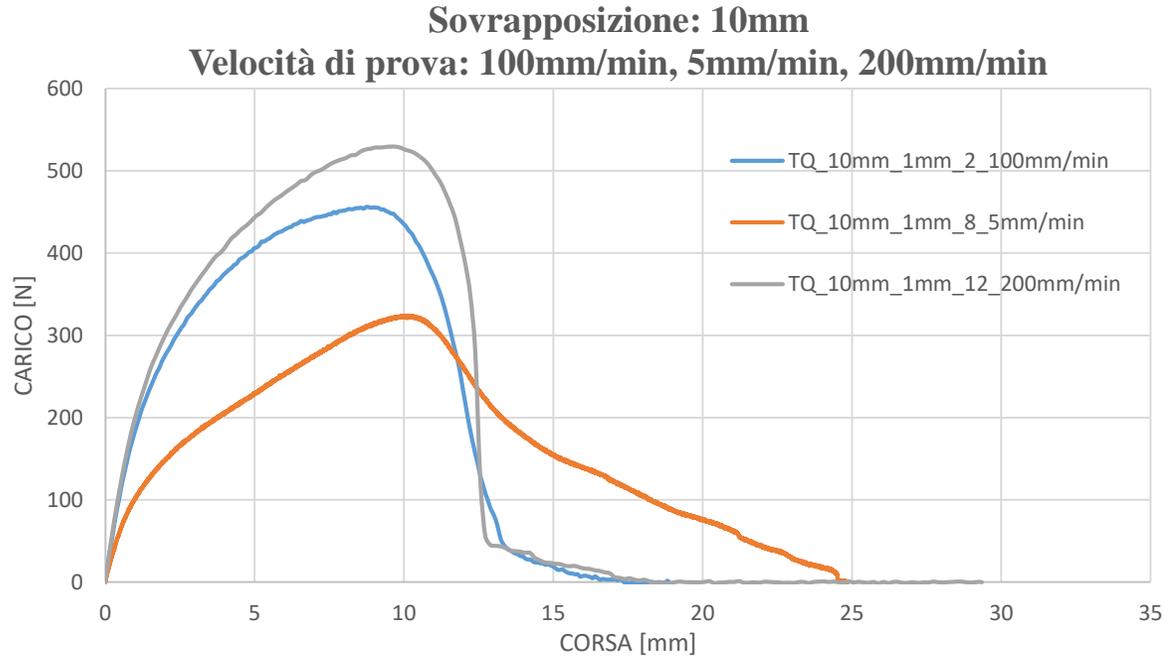
	MEDIA DEI MAX [N]	DEV.ST [N]
TQ_10mm_1mm	465,48	15,35
TQ_10mm_0.5mm	555,25	32,69
TQ_10mm_1.5mm	403,01	12,82

All'aumentare dello spessore dell'adesivo il carico massimo diminuisce

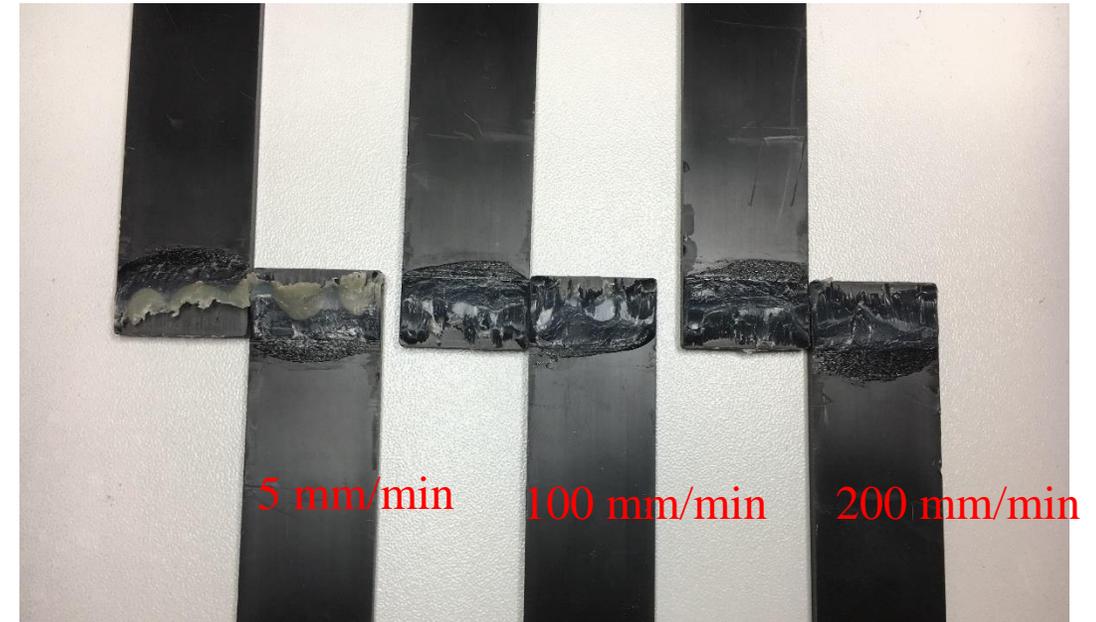


	MEDIA DEI MAX [N]	DEV.ST [N]
TQ_15mm_1mm	643,03	30,30
TQ_15mm_0.5mm	697,45	39,84
TQ_15mm_1.5mm	576,16	18,08

All'aumentare dell'overlap il carico massimo aumenta e all'aumentare dello spessore diminuisce



	MEDIA DEI MAX [N]	DEV.ST [N]
TQ_10mm_100mm/min	465,48	15,35
TQ_10mm_5mm/min	322,68	7,07
TQ_10mm_200mm/min	527,79	17,48



Osservando l'immagine, si nota che con tutte e tre le velocità si ha una frattura sia coesiva che adesiva, ma nel caso di velocità di 5mm/min la frattura adesiva coinvolge un'area maggiore. Questo fenomeno può essere dovuto al fatto che a velocità più basse si generano delle tensioni superficiali significative tra adesivo e aderente in tutta l'area di sovrapposizione e non solo nelle estremità.

A parità di *overlap* e spessore dell'adesivo, all'aumentare della velocità di prova il carico massimo aumenta

I provini con adesivo modificato con le diverse percentuali di grafene (e il 10% di nanomagnetite) sono stati sottoposti al riscaldamento tramite induttore in modo da valutare il tempo medio e la temperatura media di distacco.

Le prove sono state effettuate mantenendo fissi i seguenti parametri:

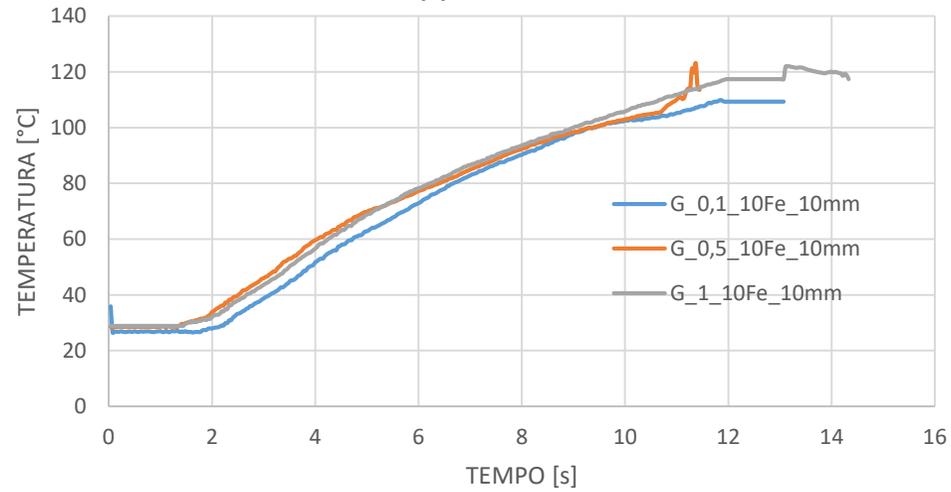
- Tensione: 400 [V]
- Frequenza media: 316 [kHz]
- Potenza media: 6 [kW]

TIPOLOGIA DI PROVINO	TEMPO MEDIO [s]	DEV.ST [s]	TEMPERATURA MEDIA [°C]	DEV.ST [°C]
0.1%grafene_10mm	10,727	0,596	107,2	4,2
0.1%grafene_15mm	10,184	0,355	121,27	5,5
0.5%grafene_10mm	10,392	0,813	105,333	11,3
0.5%grafene_15mm	10,346	0,29	118,37	0,49
1%grafene_10mm	11,217	0,728	112,8	4,99
1%grafene_15mm	10,926	0,421	119,27	2,57

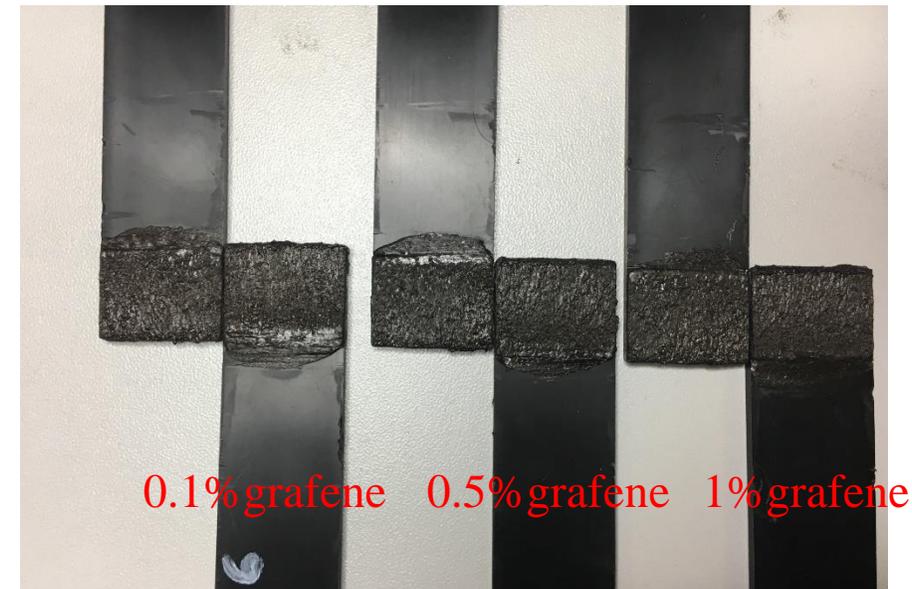
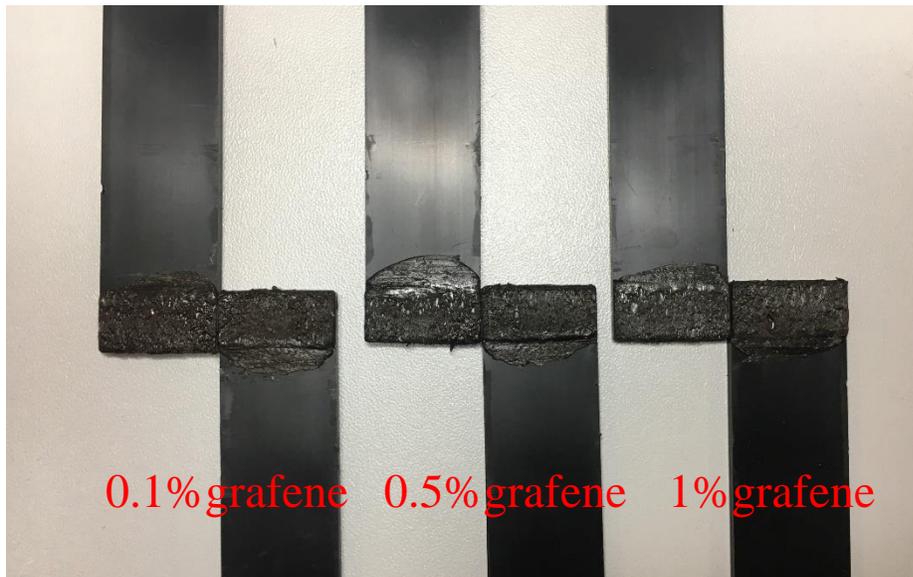
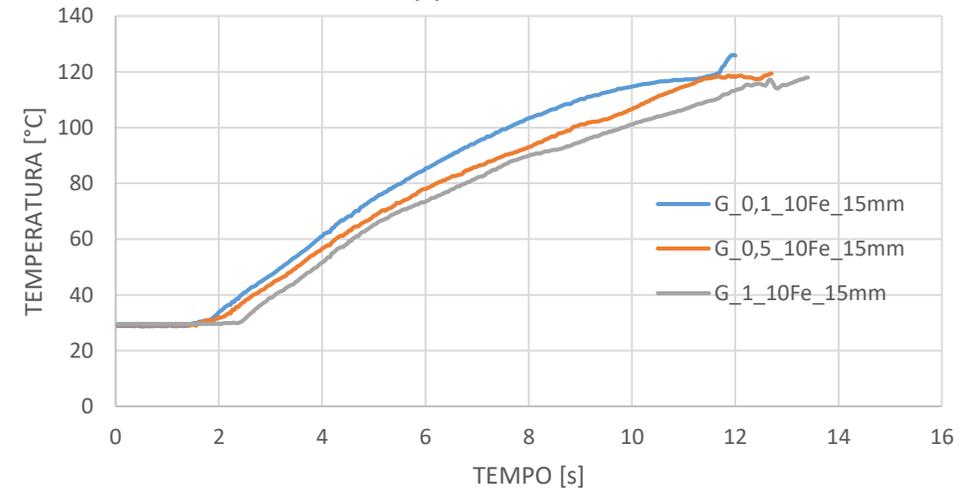
Si nota che i tempi medi risultano essere molto vicini tra di loro (tempo medio 10,63 secondi con una dev.st di 0,213 secondi) indipendentemente dalla tipologia di adesivo e dalla lunghezza dell'*overlap*. Questo risultato dimostra che le diverse percentuali di grafene non sono tali da aumentare la conducibilità totale dell'adesivo.

RISULTATI PROVA ALL'INDUTTORE

10%Magnetite
Sovrapposizione: 10mm



10%Magnetite
Sovrapposizione: 15mm



Prova: riscaldamento al microonde

Tipologia di adesivo:

- Adesivo tal quale modificato co 10% di Fe_3O_4 e 0.1% di grafene
- Adesivo tal quale modificato co 10% di Fe_3O_4 e 0.5% di grafene
- Adesivo tal quale modificato co 10% di Fe_3O_4 e 1% di grafene

Prove preliminari effettuate per tre pesi differenti:

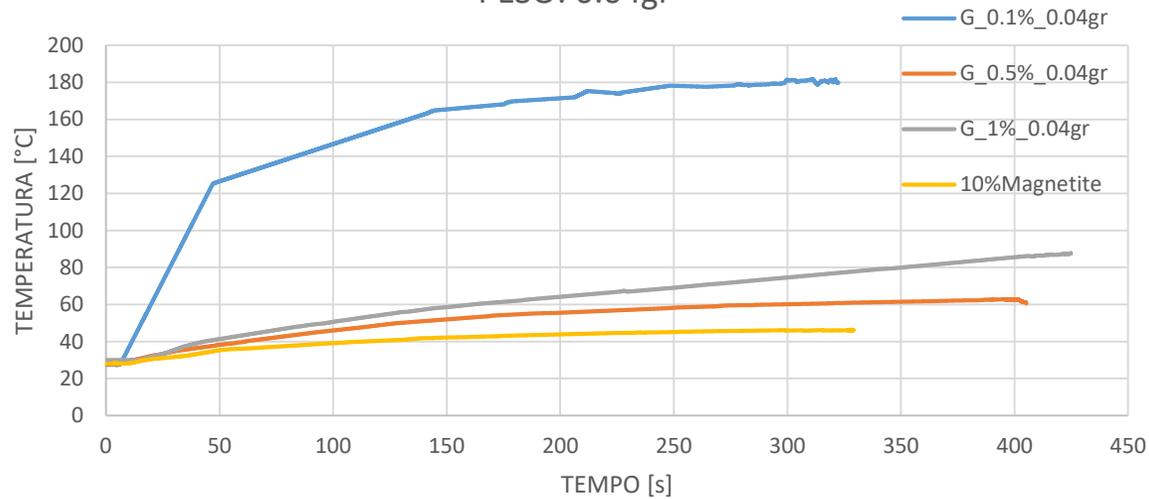
- 0.04 gr
- 0.1 gr
- 0.2 gr

Ogni prova è stata effettuata 3 volte mantenendo invariata la forma del campione e la posizione all'interno del microonde

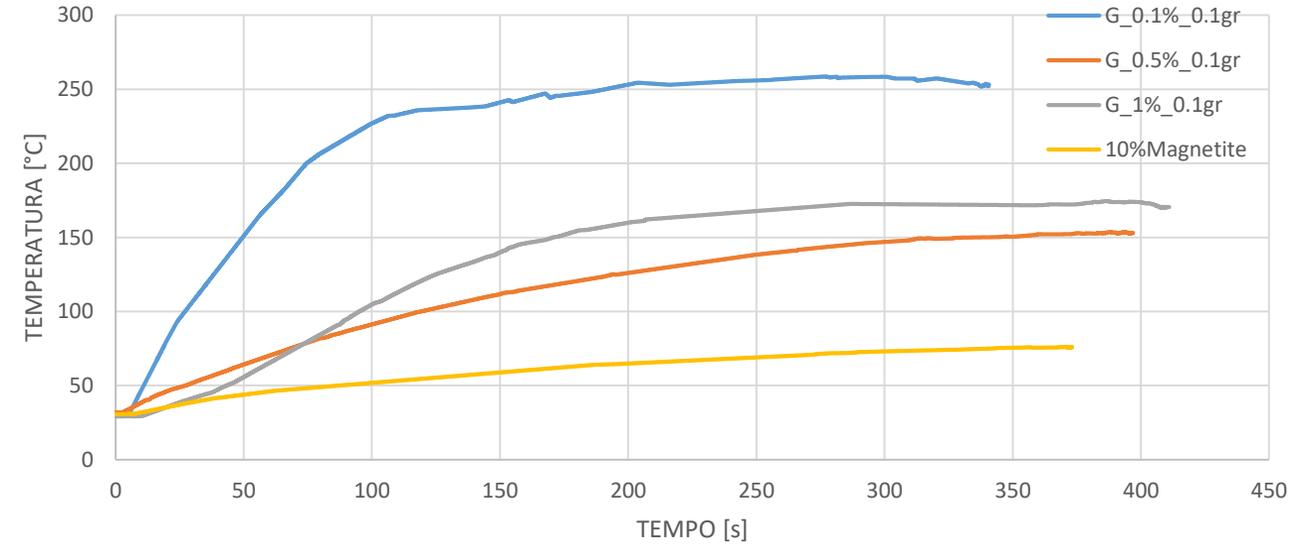
Parametri fissi:

- Potenza: 300 [W]

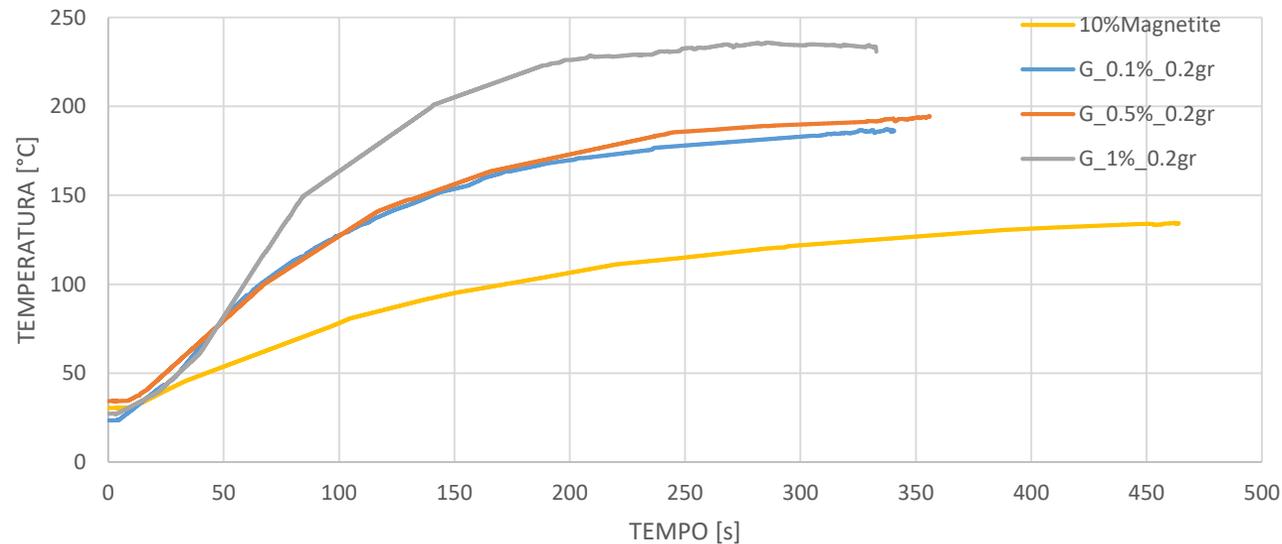
PESO: 0.04gr



PESO: 0.1gr



PESO: 0.2gr



Come sarà spiegato meglio nella prossima slide, gli andamenti di tali grafici sono da verificare con ulteriori prove a seguito della calibrazione della termo-camera

TIPOLOGIA DI PROVINO	TEMPERATURA MEDIA_max [°C]	DEV.ST [°C]
0.1%grafene_0.04g	195,23	17,5
0.5%grafene_0.04g	65,4	4,59
1%grafene_0.04g	93,53	28,69
10%Magnetite_0.04g	48	2,263
0.1%grafene_0.1g	251,5	13,885
0.5%grafene_0.1g	153,4	0,346
1%grafene_0.1g	169,367	8,98
10%Magnetite_0.1g	77,4	1,838
0.1%grafene_0.2g	190,05	4,03
0.5%grafene_0.2g	200,73	7,094
1%grafene_0.2g	247,73	23,68
10%Magnetite_0.2	120,35	20,01

Si nota che:

- All'aumentare del peso del campione le temperature aumentano.
- A parità di percentuale di nanoparticelle di magnetite (10%) e all'aumentare della percentuale del grafene la temperatura aumenta.

L'adesivo modificato con lo 0.1% di grafene presenta, tuttavia, un andamento anomalo. A tal proposito, si precisa che i risultati ottenuti da queste prove e riportati in questa tabella e nei grafici precedenti devono essere verificati (ed eventualmente corretti) effettuando una calibrazione adeguata della termo-camera.

Perfezionamento del metodo di prova

Il perfezionamento del metodo di prova prevede la calibrazione della termo-camera.

Dalle prove preliminari effettuate al microonde è emerso:

- Ripetibilità dei risultati (le curve sono sovrapponibili)
- Al variare della messa a fuoco della termo-camera, le temperature rilevate sono diverse (in particolare alle alte temperature)

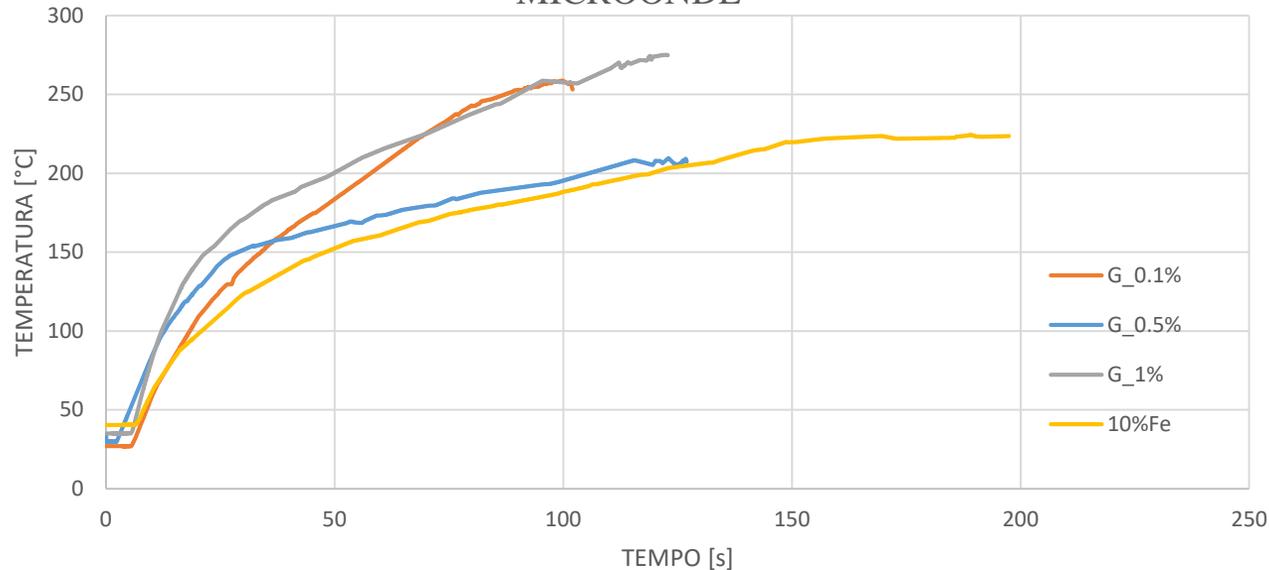
Si è deciso, dunque, di effettuare una prova per ciascuna tipologia di adesivo a parità di:

- Potenza: 300 [W]
- Posizione del campione (centrale)
- Peso del campione: 0.1gr
- Messa a fuoco della termo-camera

Valutazione dati:

- Curva tempo-temperatura
- Tempo impiegato dall'adesivo per arrivare a $T=150$ °C (calcolata (da studi precedenti) come la temperatura di scorrimento dell'adesivo)

CONFRONTO ADESIVI: RISCALDAMENTO TRAMITE LE
MICROONDE



Tempo raggiungimento temperatura di scorrimento [s]	
0.1% grafene_10% magnetite	28,37
0.5% grafene_10% magnetite	26,48
1% grafene_10% magnetite	16,56
10% magnetite	41,44

Questi risultati sono più coerenti con le aspettative. Infatti, tutti gli adesivi giungono a fusione ma è evidente che all'aumentare della percentuale di grafene la parte iniziale della curva risulta essere più ripida e la temperatura massima raggiunta dall'adesivo più elevata.

Osservando i tempi, l'adesivo non modificato con l'aggiunta di grafene impiega circa 42 secondi contro i 17 secondi dell'adesivo con la percentuale maggiore di grafene.

Prove di completamento da effettuare:

- Prove al microonde a parità di massa a fuoco per campioni di 0.04gr e 0.2gr
- Prove SLJ con adesivo modificato con le varie percentuali di grafene
NON MICROESTRUSO
- Analisi termogravimetrica (TGA)
- Analisi al SEM delle particelle di magnetite e di grafene
- Calcolo delle tensioni mediante metodo Excel