



INGEGNERIA MECCANICA

PREPARAZIONE CAMPIONI, PROVE ED  
ELABORAZIONI DATI

Studentessa:

Fabrizia Litterio

**ADESIVO:** Prodás-1400

| Parametri tecnici Prodás                                   |                  |
|--|------------------|
| 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 <sup>3</sup> |
| Resistenza all'impatto Charpy con intaglio (23 °C)  | 20 kJ/m <sup>2</sup>   |
| Resistenza all'impatto Charpy con intaglio (-30 °C) | 4,2 kJ/m <sup>2</sup>  |
| Resistenza alla trazione (23 °C)                    | 21 MPa                 |

**NANOPARTICELLE:** Magnetite  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

| Parametri tecnici Magnetite $\text{Fe}_3\text{O}_4$ |               |
|---|---------------|
| 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             | 15 $\mu\text{m}$ (D50)        |
| Spessore                        | 9nm                           |
| <i>Aspect ratio</i>             | >1000                         |
| Colore                          | Nero-Grigio                   |
| Densità                         | 0,023-0,018 g/cm <sup>3</sup> |
| Resistività elettrica           | 0,001 Ohm·cm                  |
| Conduttività termica            | >200 W/(m·K)                  |

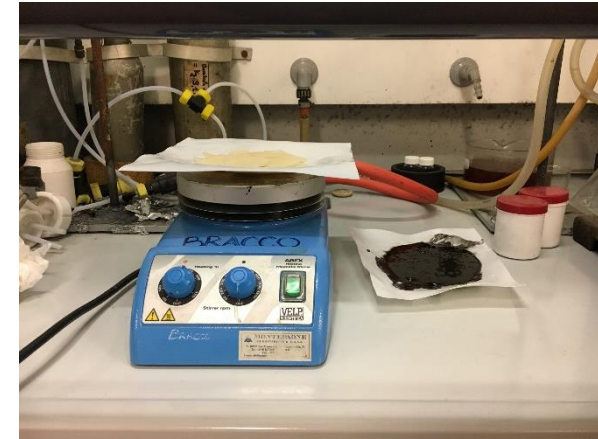
Due tipologie di adesivo modificato con nanoparticelle di  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ :

- 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.

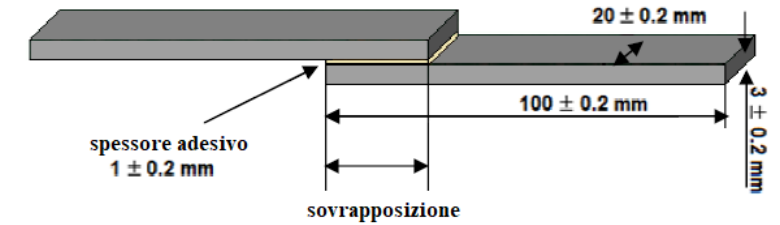


Miscelazione manuale



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

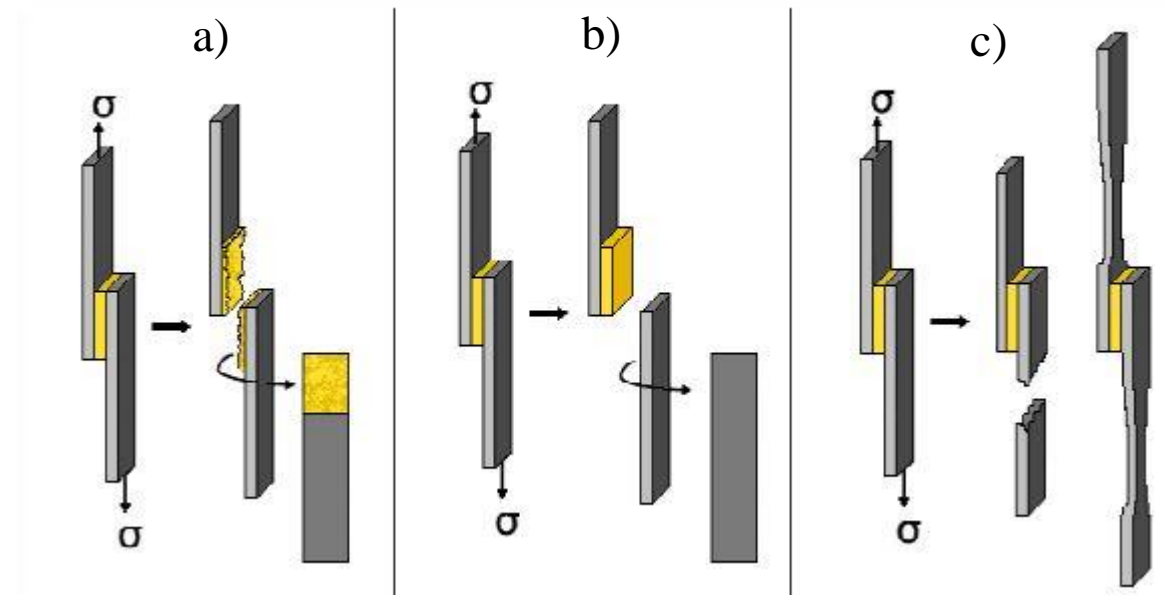
**VALUTAZIONE:** temperatura e tempi di distacco dell'adesivo

**PROVINI TESTATI:** 5%\_NE\_20mm, 5%\_E\_20mm, 10%NE\_20mm, 10%E\_20mm

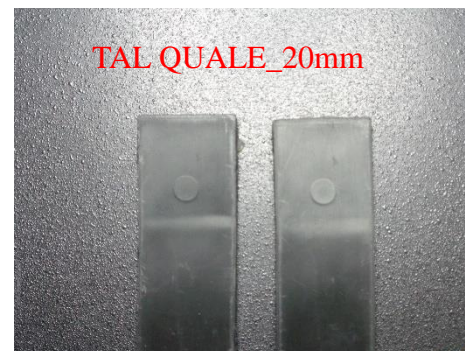


Il giunto può subire tre tipologie di rotture:

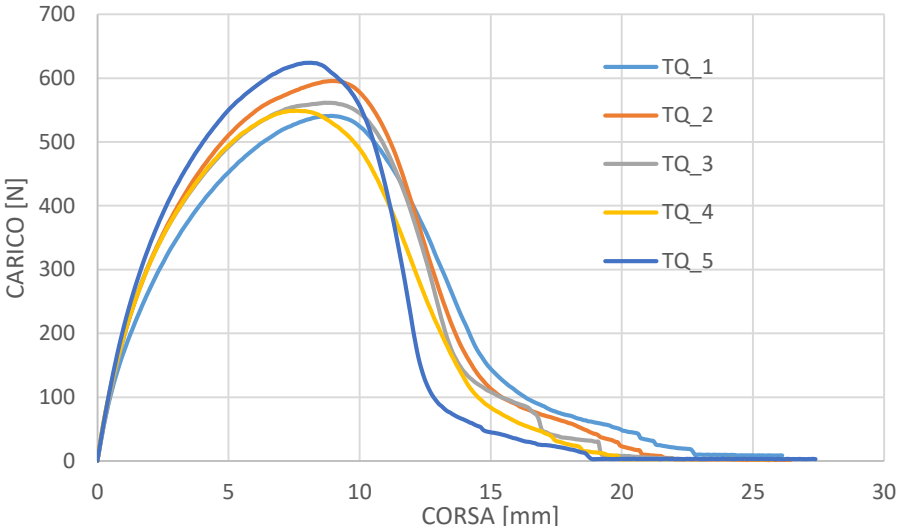
- a) Distacco coesivo
- b) Distacco adesivo
- c) Rottura/deformazione dei substrati



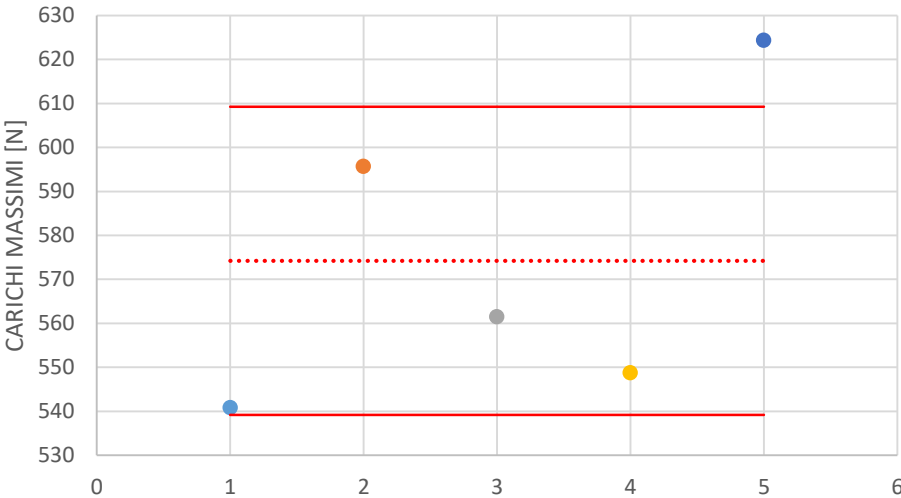
La prova di Single Lap Joint nel caso di sovrapposizione di 20 mm ha portato ad una rottura del caso c:



TAL QUALE 10mm

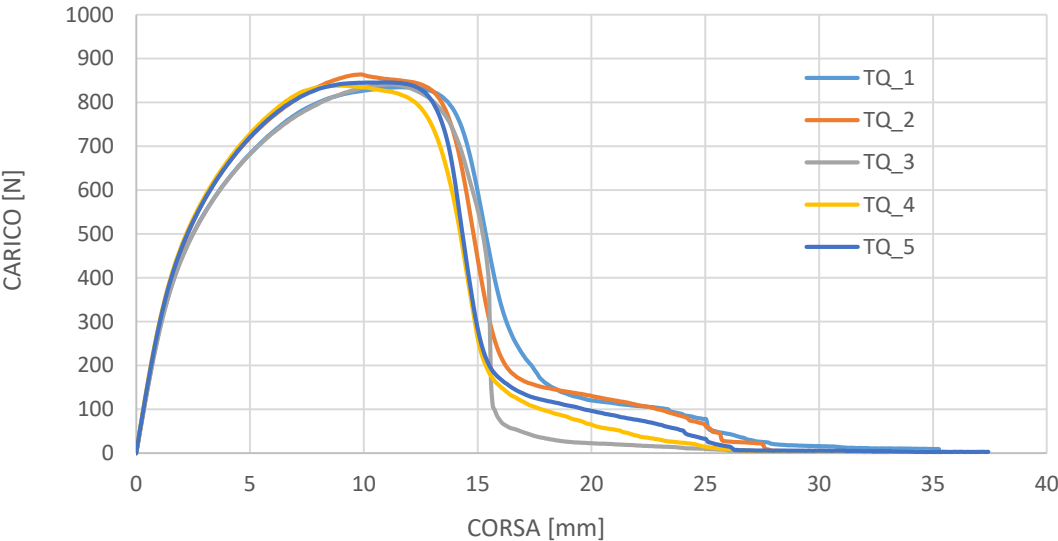


VALORI MASSIMI E DEVIAZIONE STANDARD

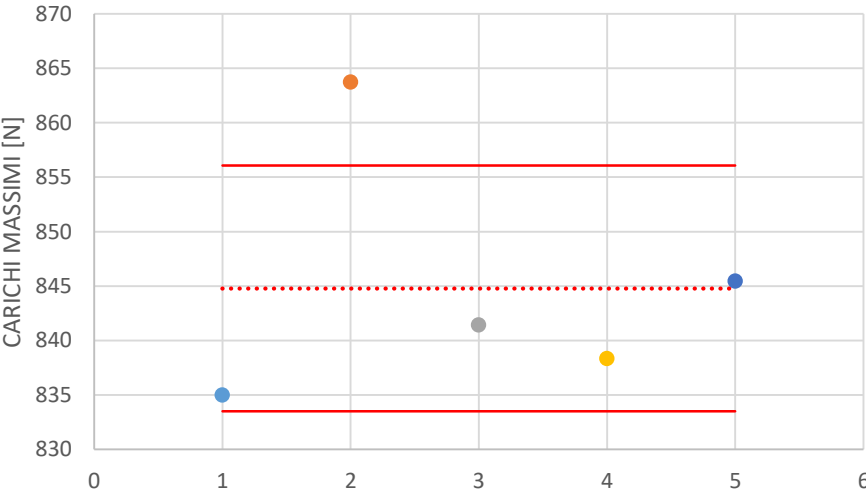


MEDIA MASSIMI: 574,21 [N]  
DEV.ST: 35

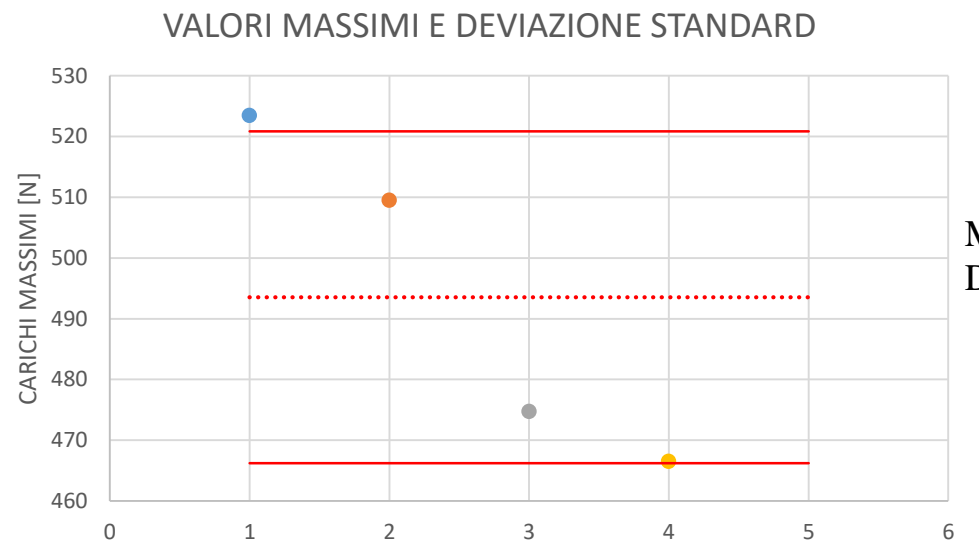
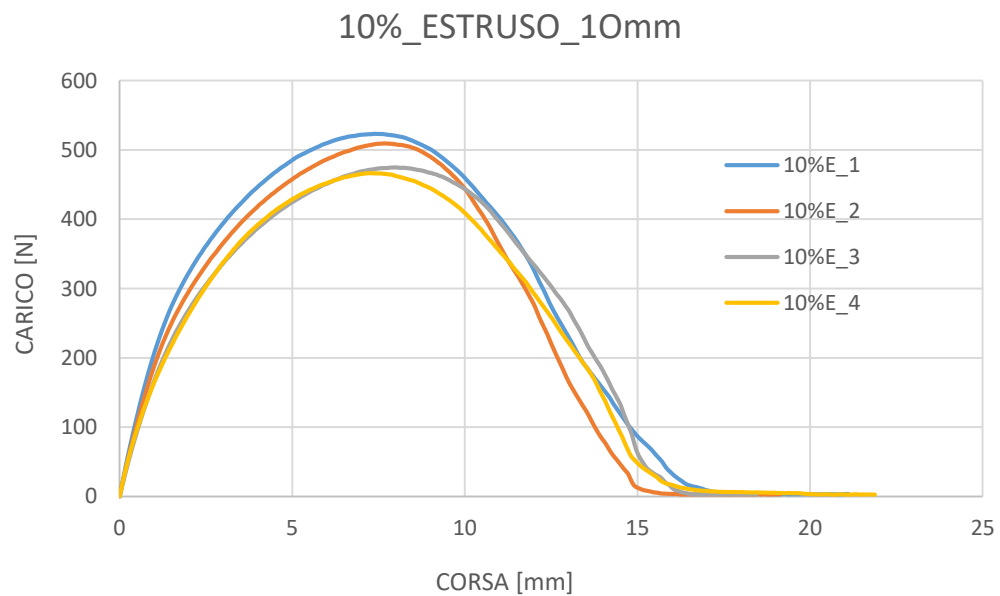
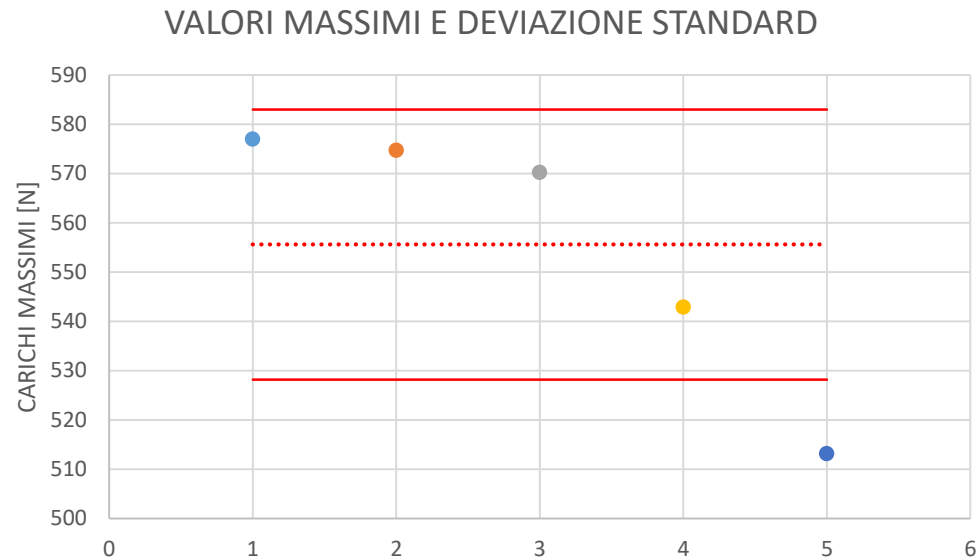
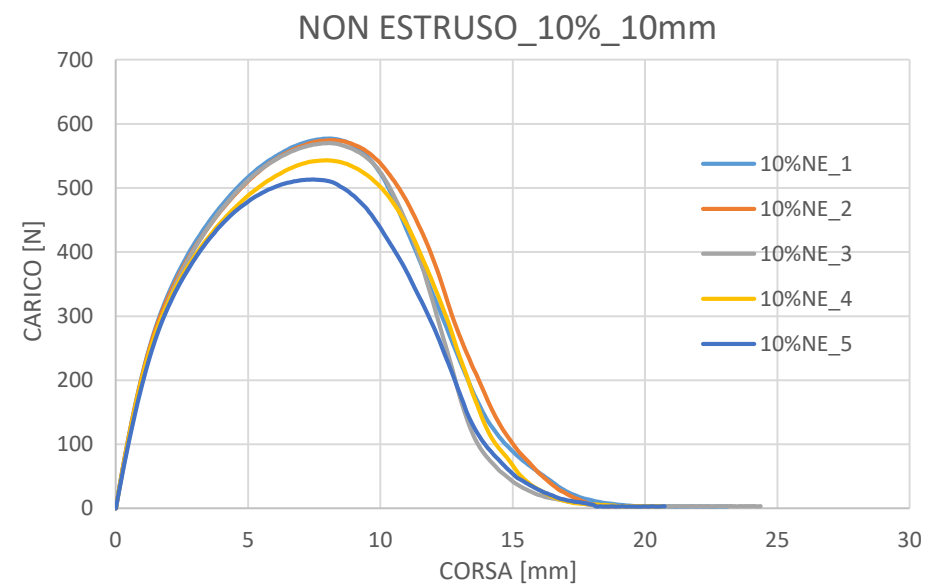
TAL QUALE 15mm



VALORI MASSIMI E DEVIAZIONE STANDARD

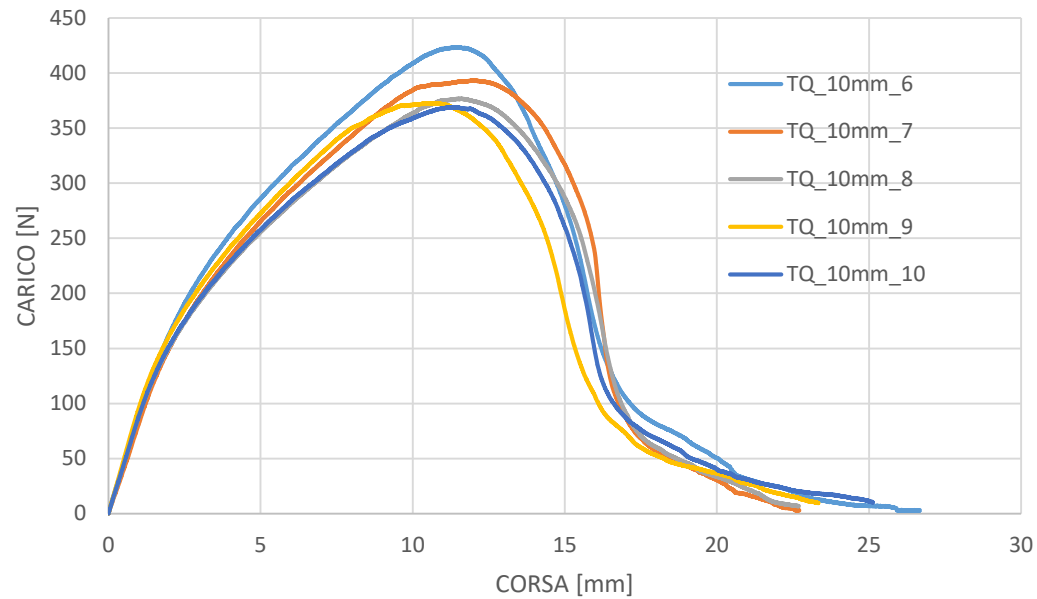


MEDIA MASSIMI: 844,78 [N]  
DEV.ST: 11,28

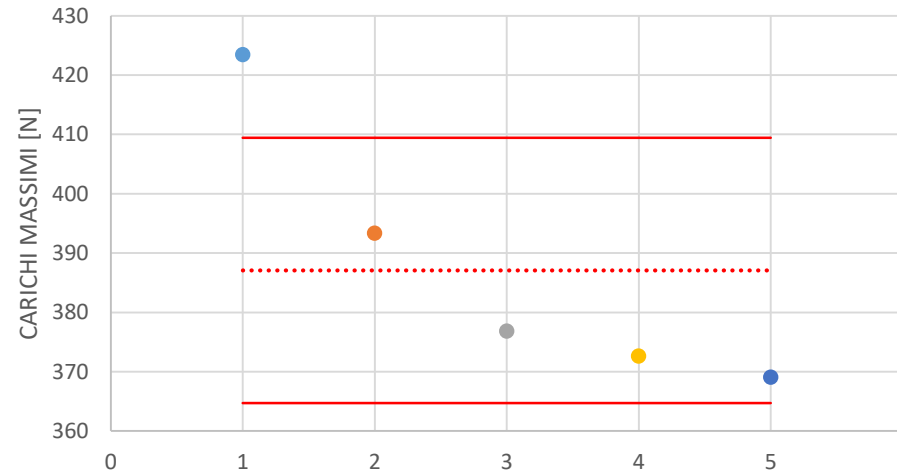




TAL QUALE 10mm

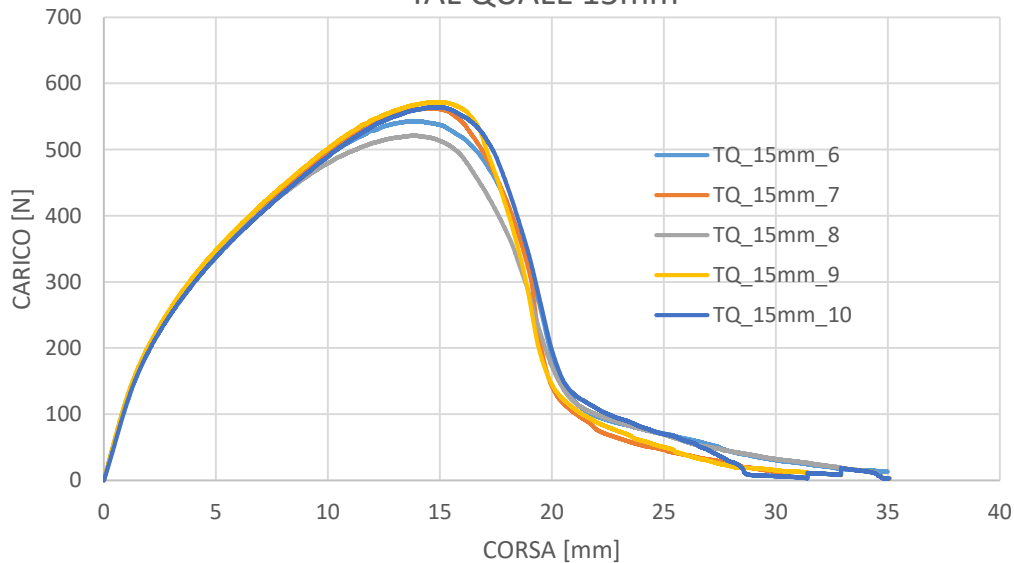


VALORI MASSIMI E DEVIAZIONE STANDARD

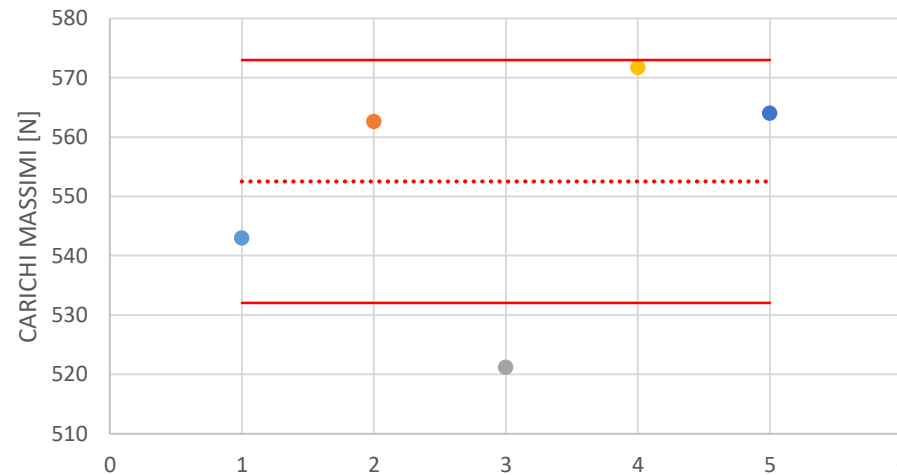


MEDIA MASSIMI: 387,06 [N]  
DEV.ST: 22,36

TAL QUALE 15mm

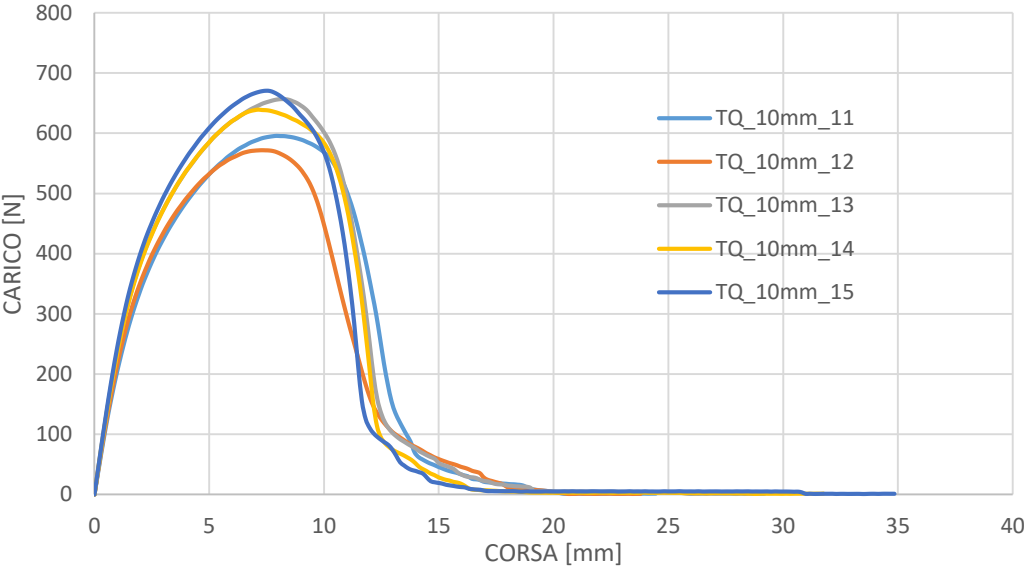


VALORI MASSIMI E DEVIAZIONE STANDARD

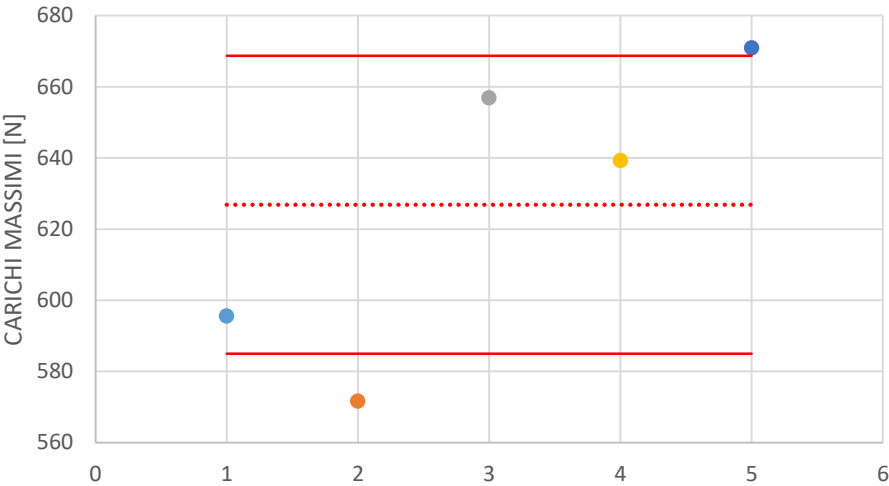


MEDIA MASSIMI: 552,49 [N]  
DEV.ST: 20,47

TAL QUALE 10mm

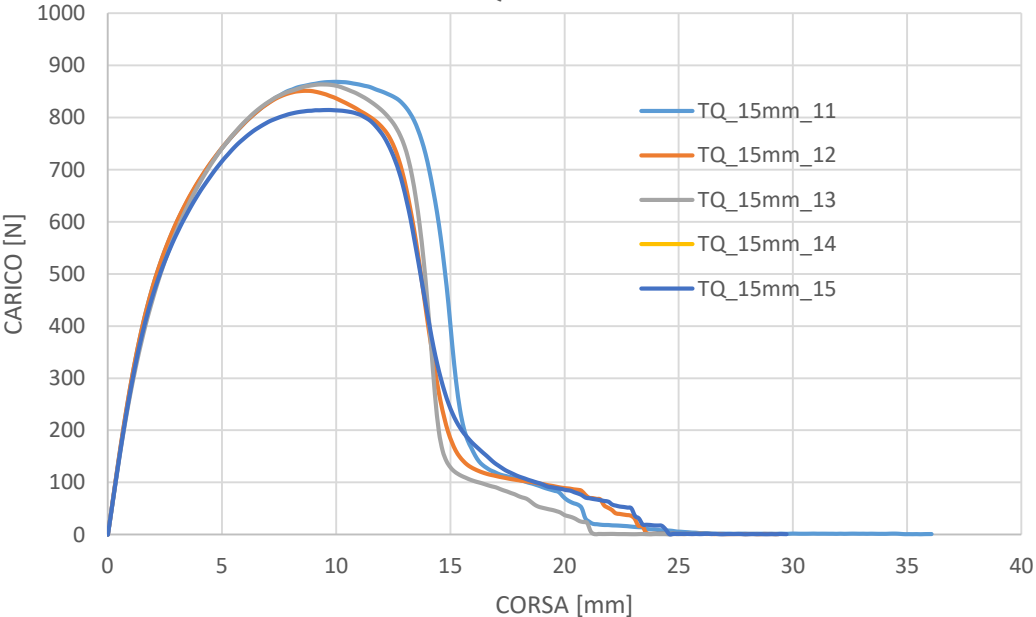


VALORI MASSIMI E DEVIATIONE STANDARD

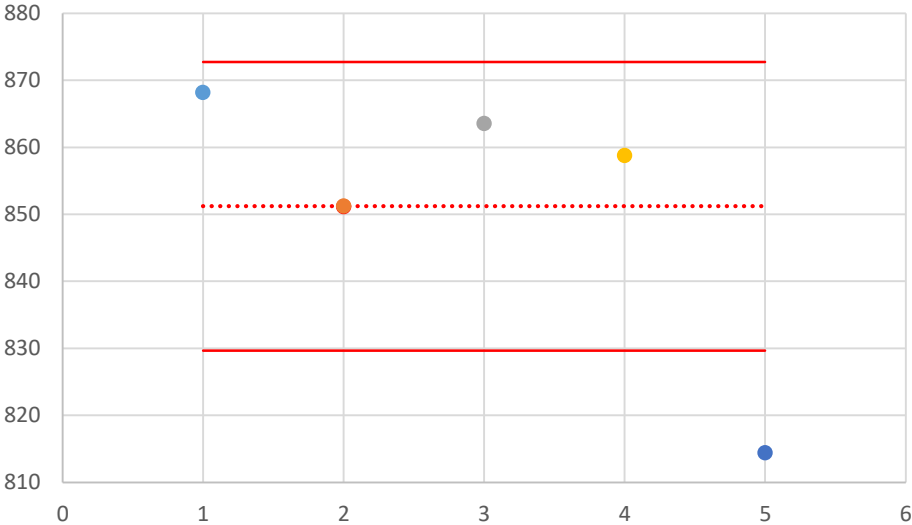


MEDIA MASSIMI: 626,85 [N]  
DEV.ST: 41,90 [N]

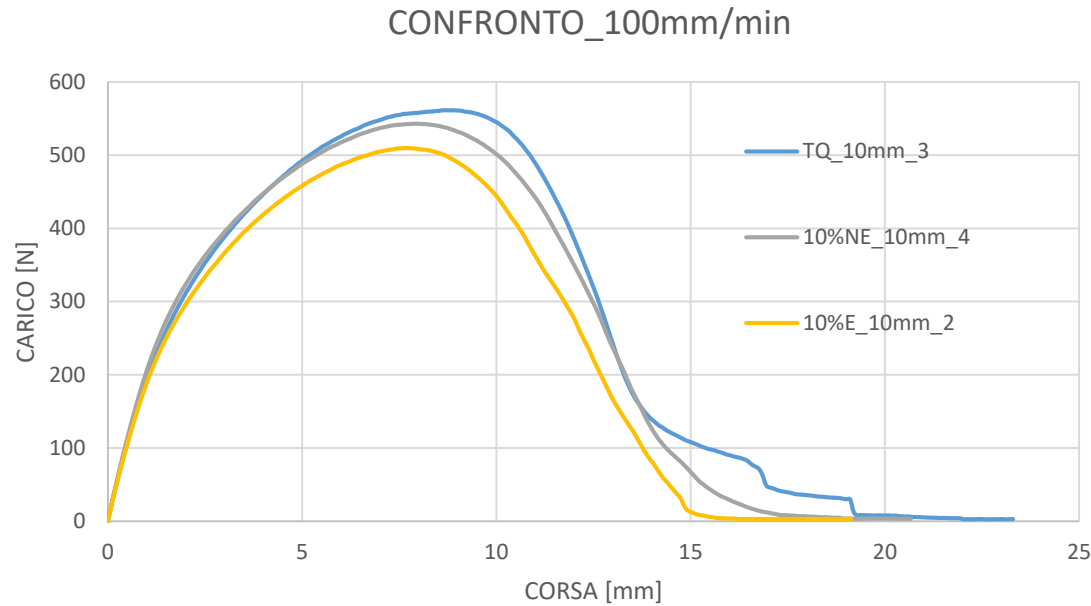
TAL QUALE 15mm



VALORI MASSIMI E DEVIATIONE STANDARD



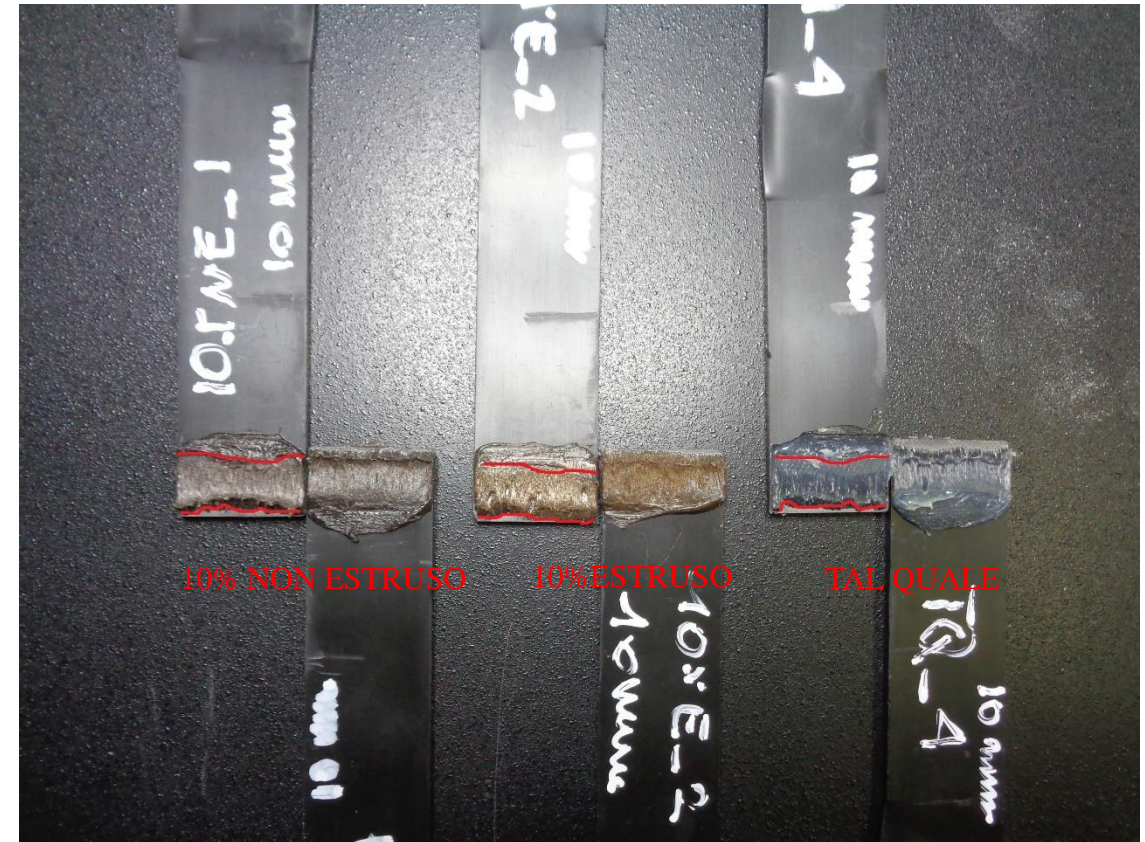
MEDIA MASSIMI: 851,20 [N]  
DEV.ST: 21,53 [N]



|            | 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      |

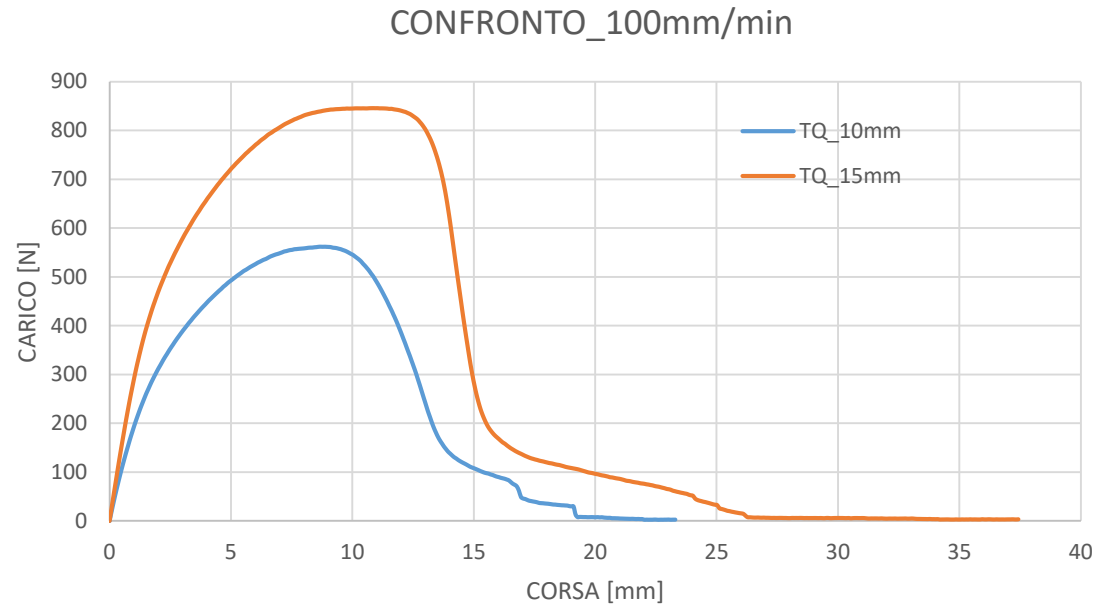
In tabella i valori massimi riportati sono ottenuti come la media dei massimi delle cinque prove effettuate per ogni tipologia di adesivo

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.



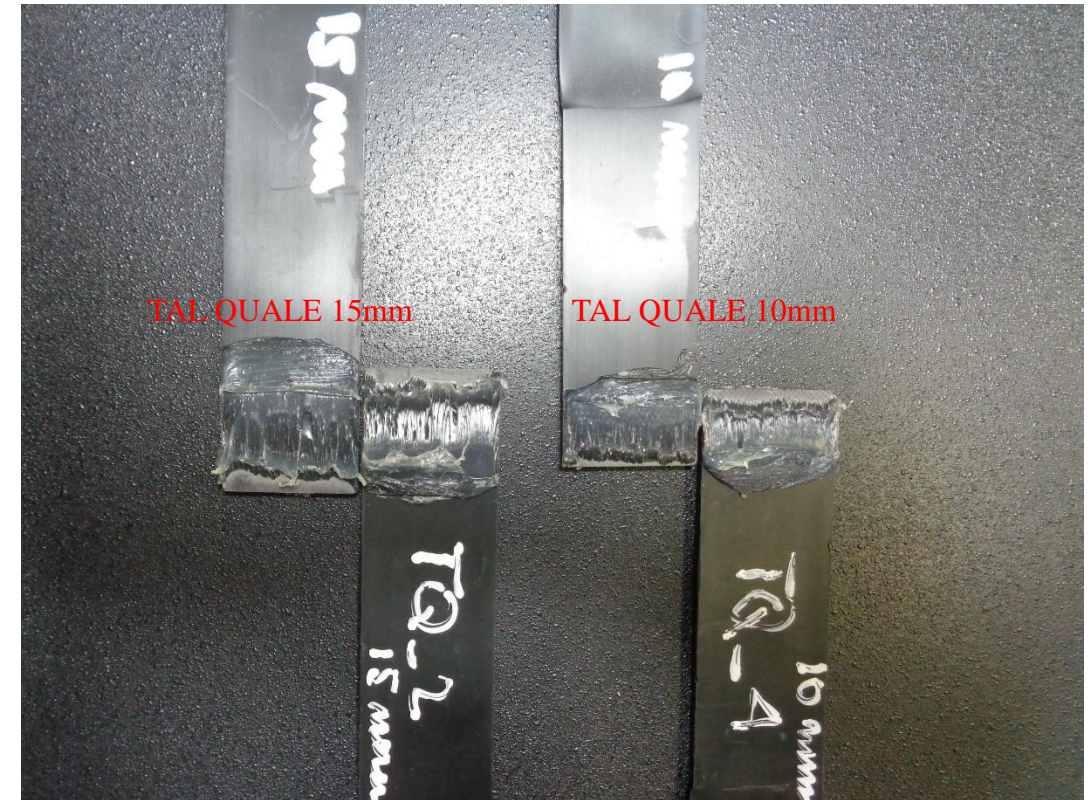
La prova di Single Lap Joint nel caso di sovrapposizione di 10 mm ha portato ad una rottura di tipo coesivo e adesivo. Nel caso di **adesivo estruso** l'area caratterizzata da distacco coesivo risulta essere maggiore.





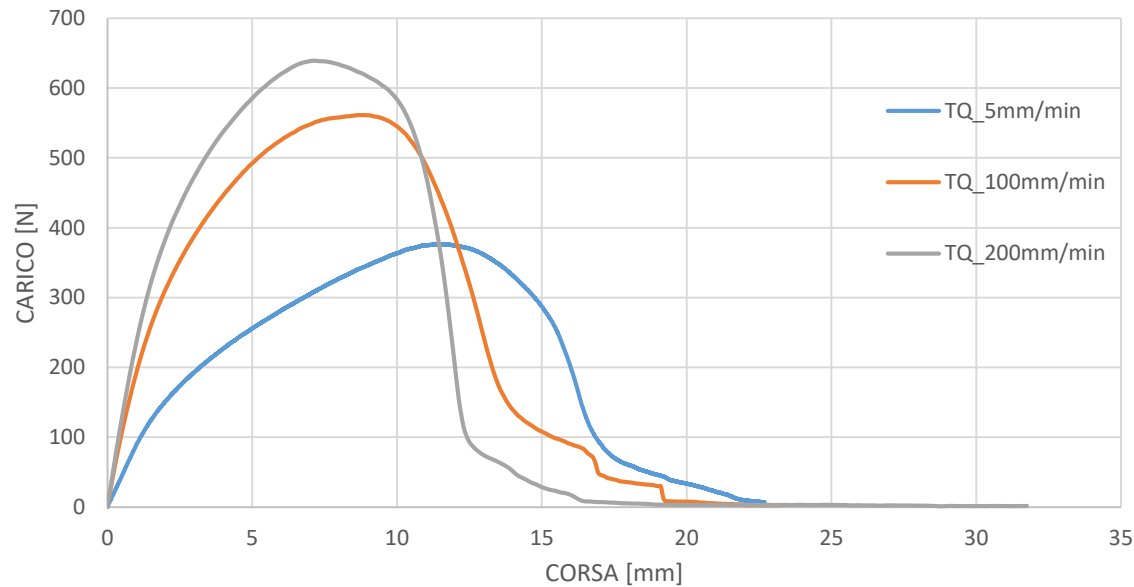
|         | MEDIA DEI MAX [N] | DEV.ST [N] |
|---------|-------------------|------------|
| TQ_10mm | 574,21            | 35         |
| TQ_15mm | 844,21            | 11,28      |

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.

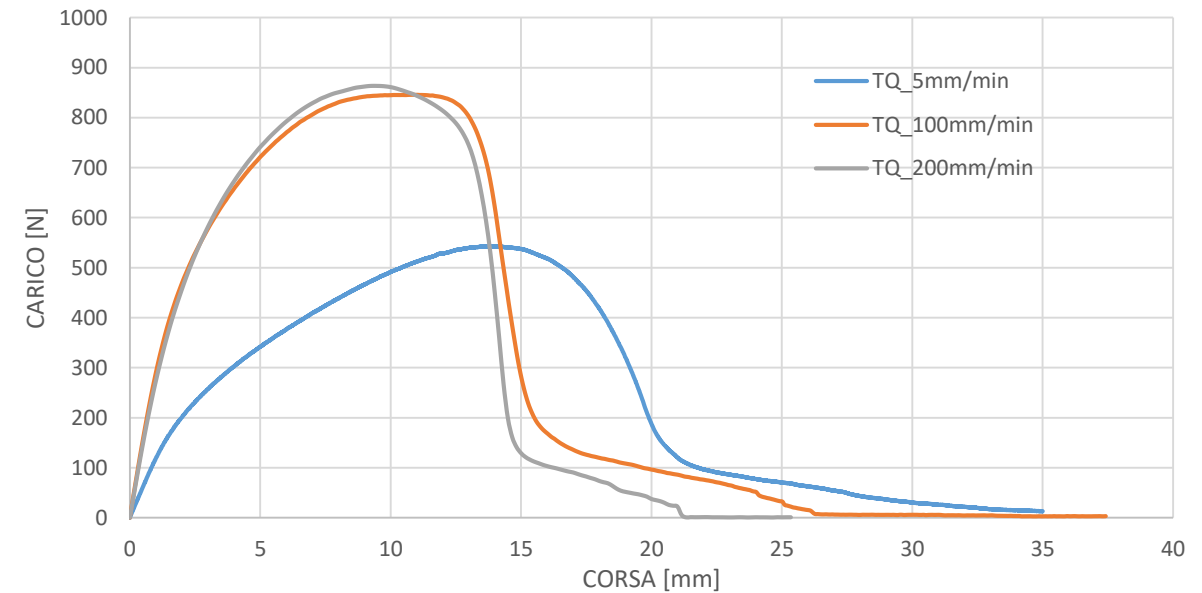
TAL QUALE 10mm



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

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

TAL QUALE 15mm



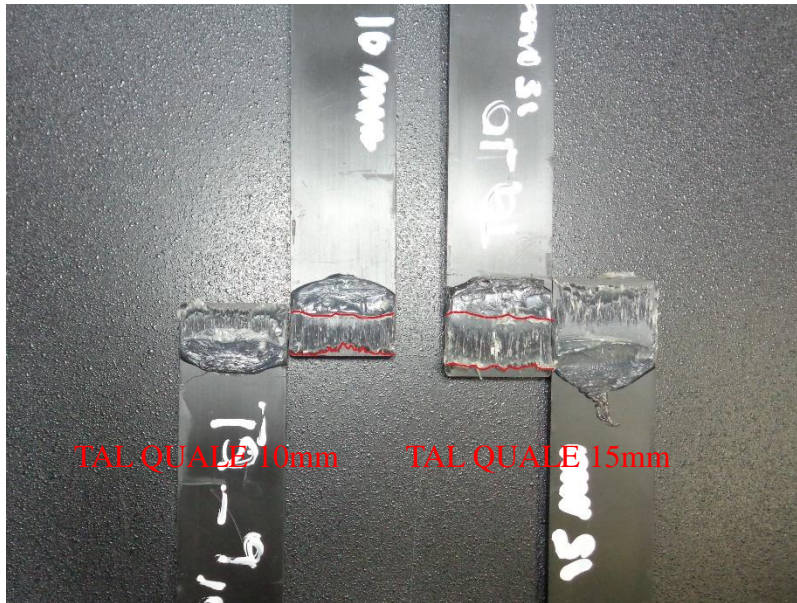
|                     | MEDIA DEI MAX [N] | DEV.ST [N] |
|---------------------|-------------------|------------|
| <b>TQ_5mm/min</b>   | 552,49            | 20,47      |
| <b>TQ_100mm/min</b> | 844,78            | 11,28      |
| <b>TQ_200mm/min</b> | 851,20            | 21,53      |

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

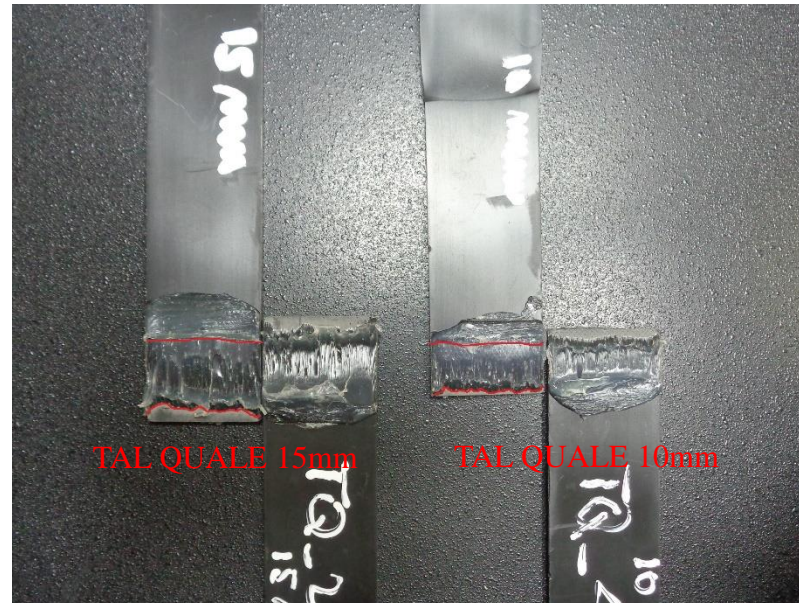
Analizzando i provini con adesivo tal quale, a parità di velocità i provini con sovrapposizione maggiore (15 mm) presentano carichi massimi più elevati



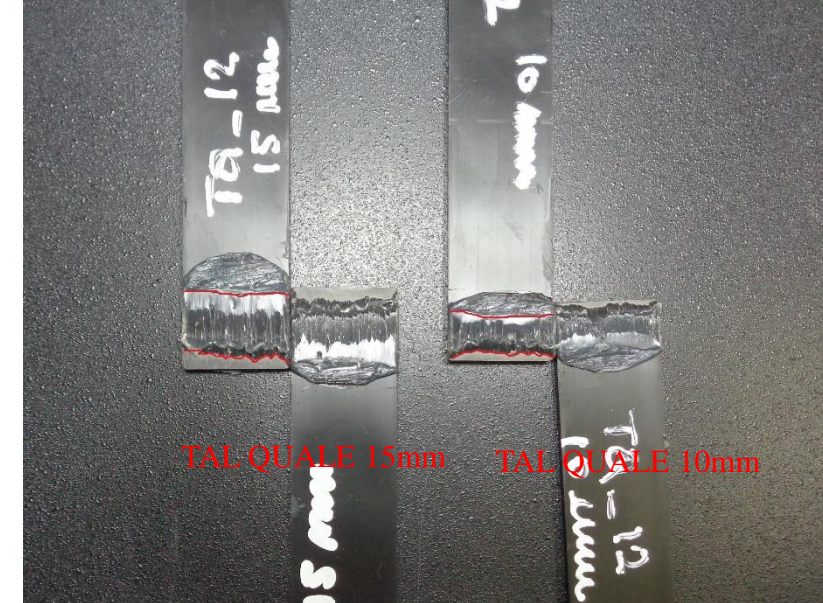
5 mm/min



100 mm/min



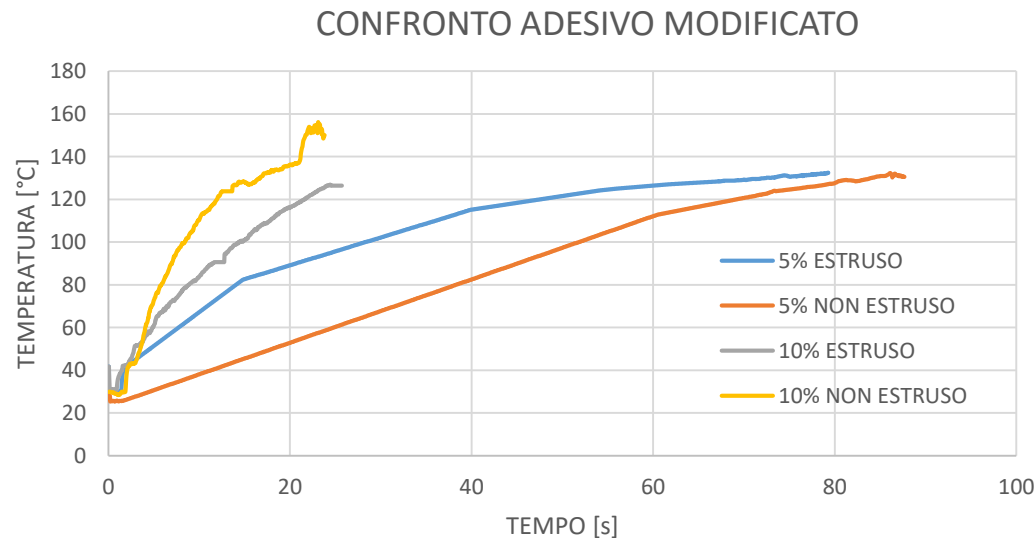
200 mm/min



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.



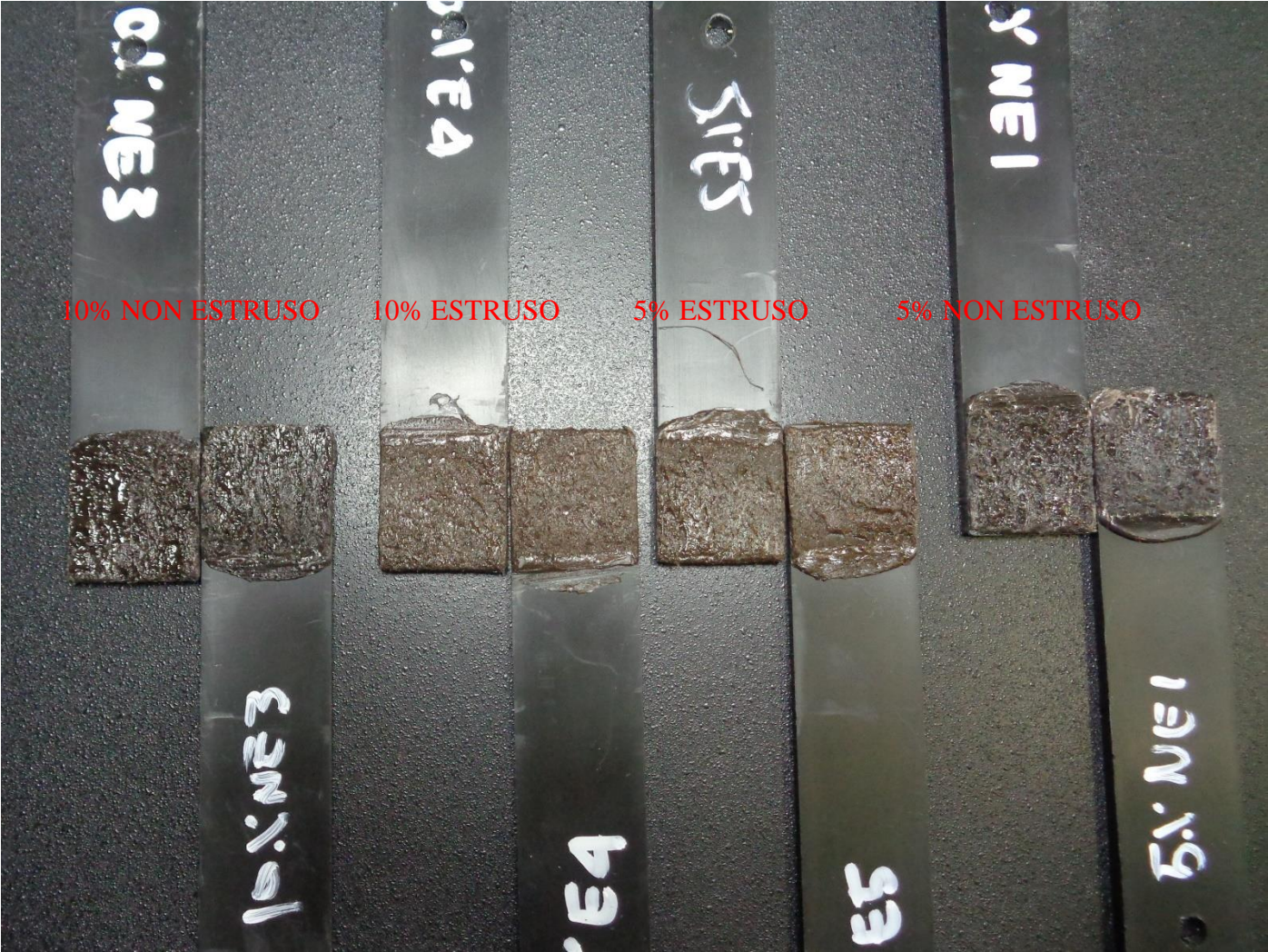
| TIPOLOGIA DI PROVINO | TEMPO MEDIO [s] | DEV.ST [s] | TEMPERATURA MEDIA [°C] | DEV.ST [°C] |
|----------------------|-----------------|------------|------------------------|-------------|
| 5% NON ESTRUSO       | 75,4            | 7,96       | 132,7                  | 4,73        |
| 5% ESTRUSO           | 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.





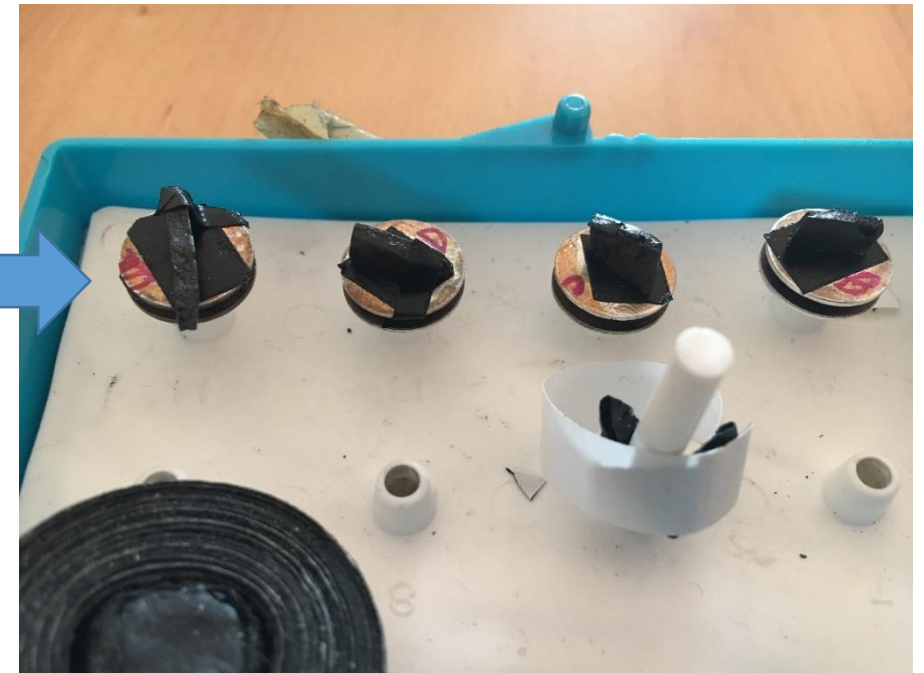
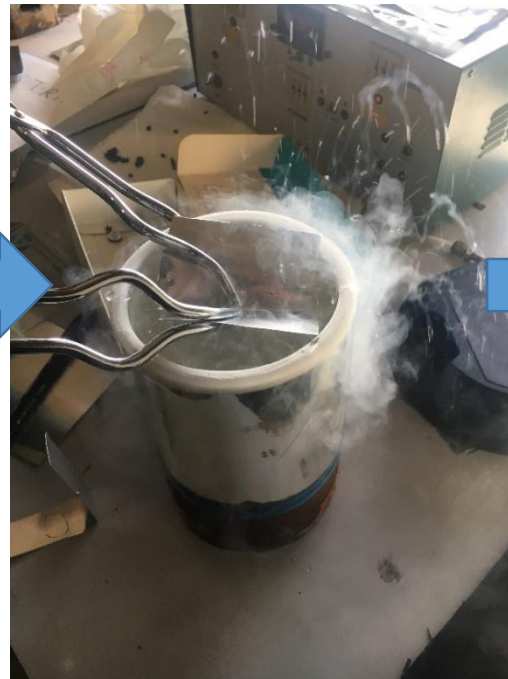
**Adesivo:** modificato con 10% di Magnetite e 0,1-0,5-1% di grafene.

**Miscelazione:**

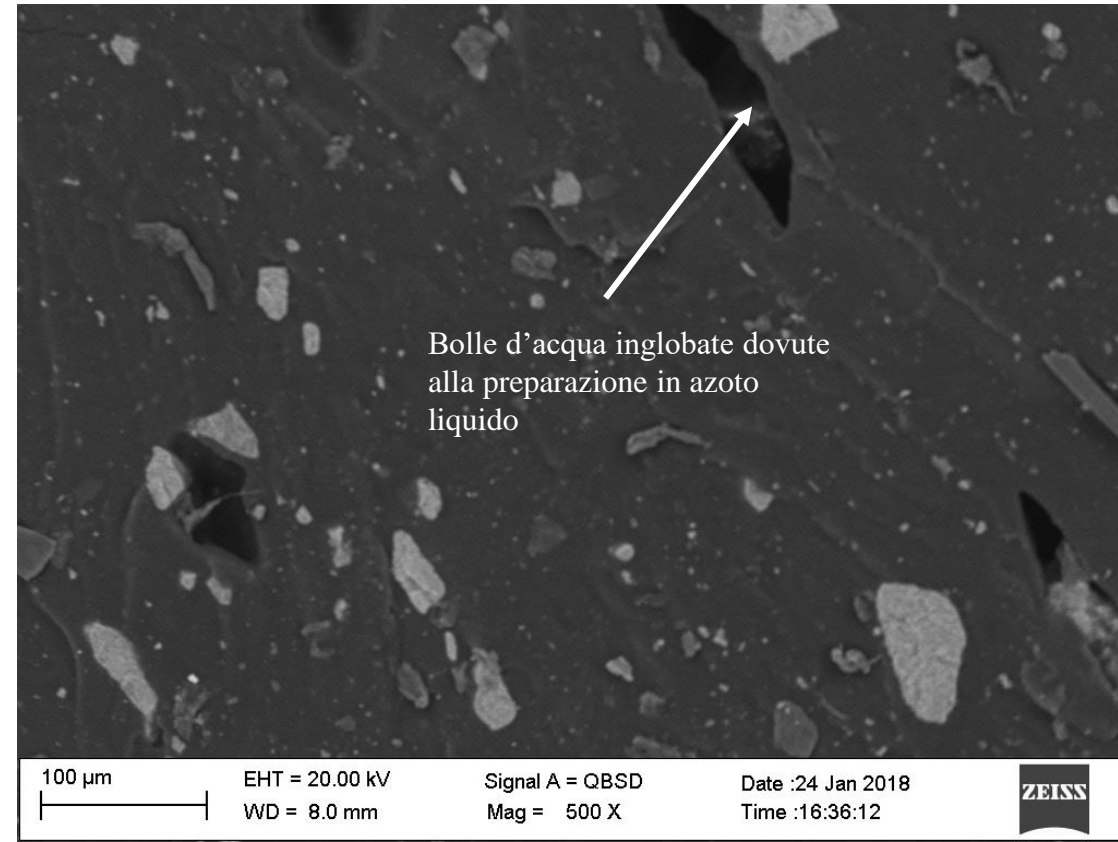
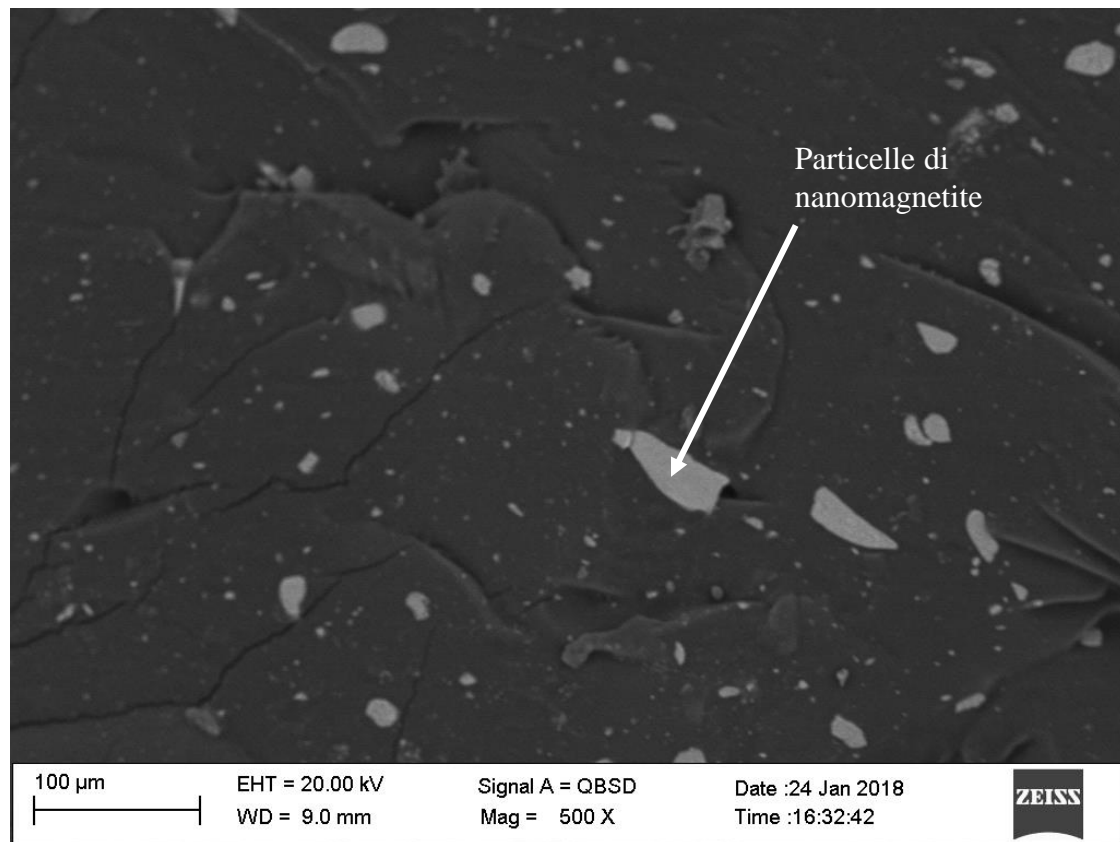
- manuale tramite bacchetta di vetro
- mediante microestrusore

**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

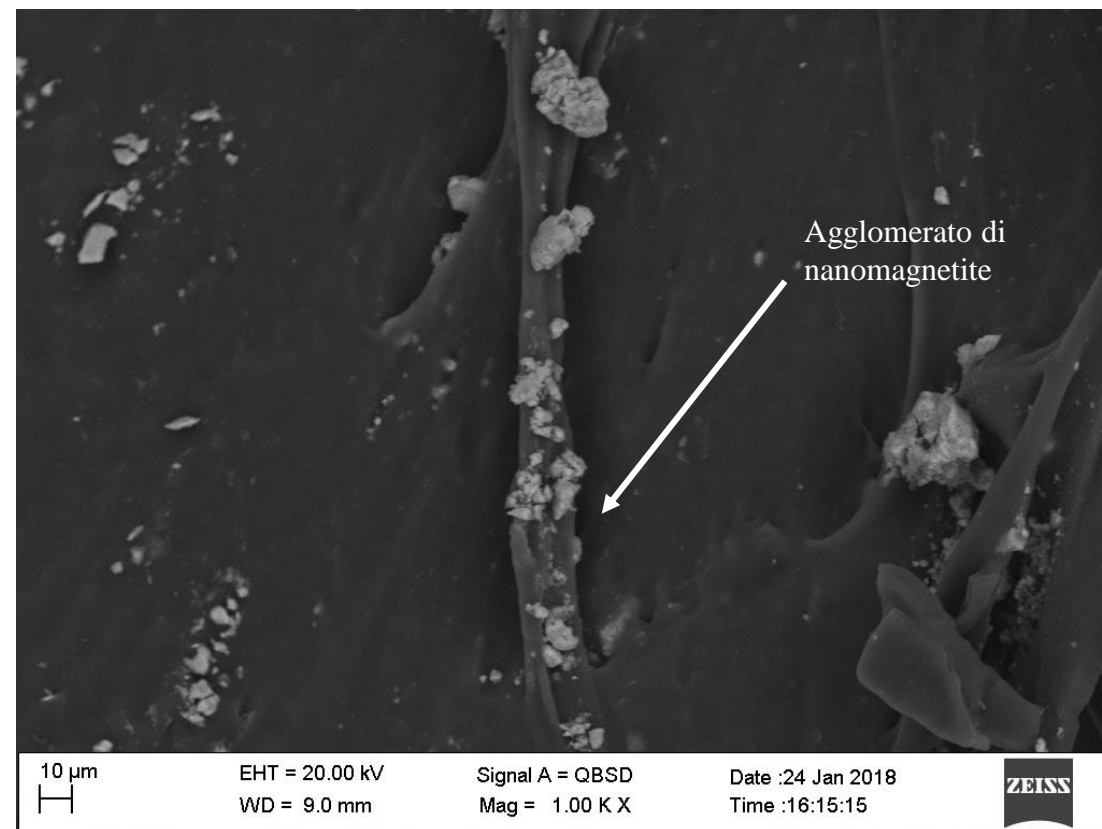
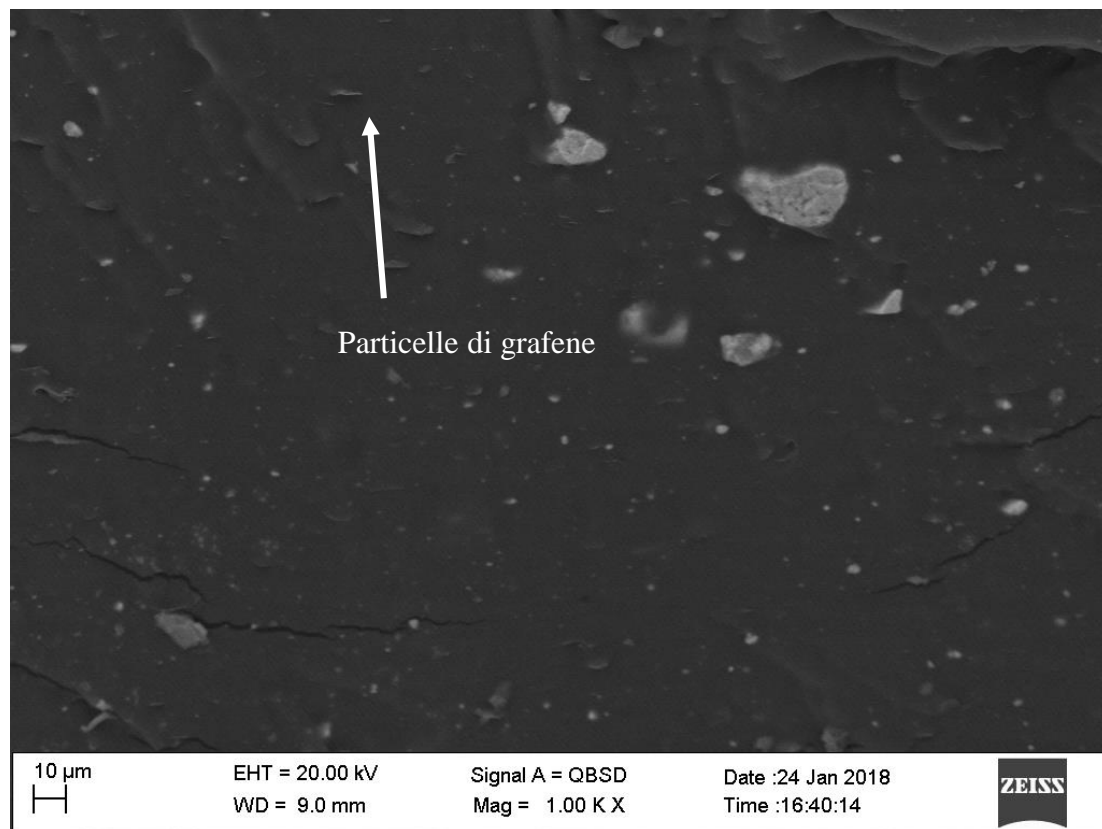


Adesivo modificato con 10% di Magnetite e lo 0.1% di grafene



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.

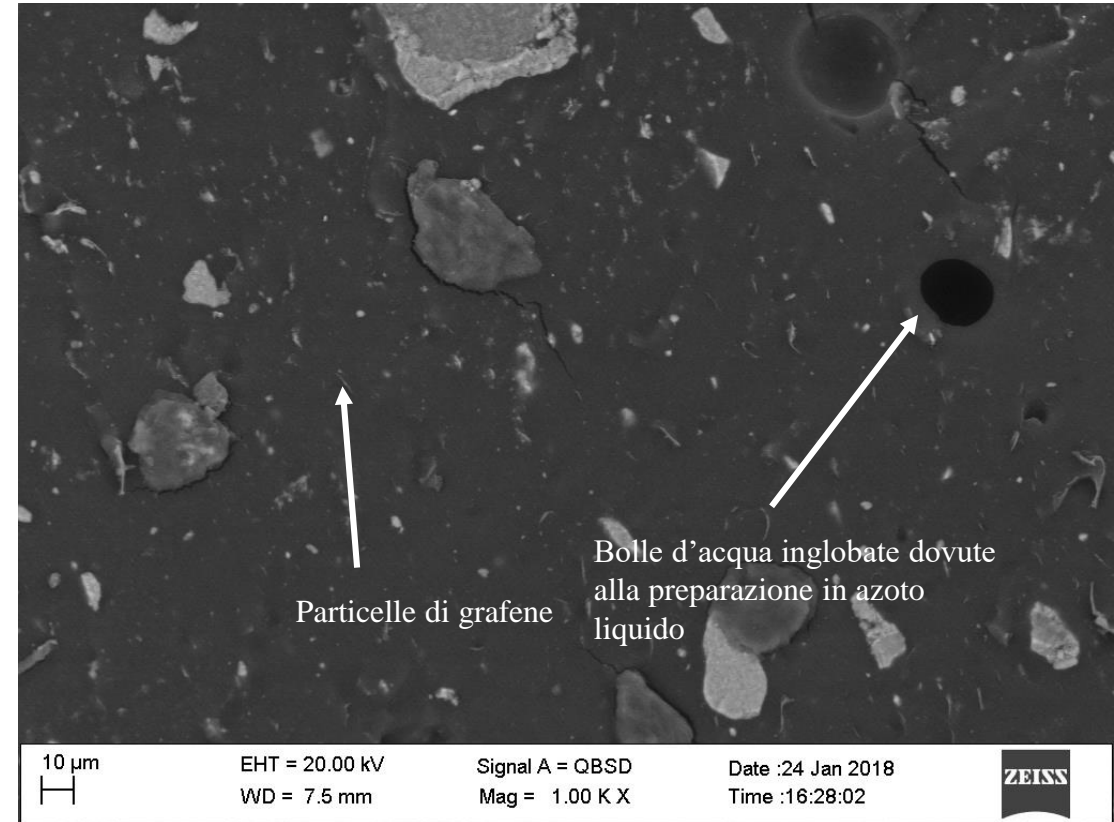
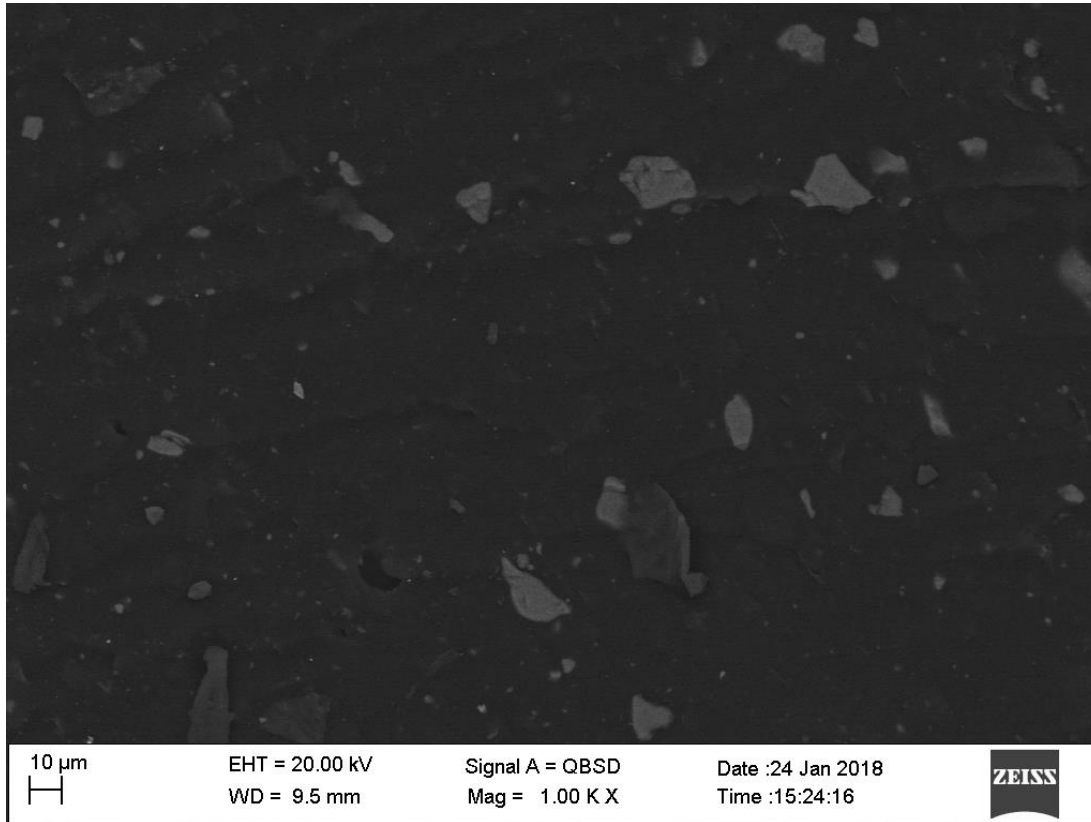
Adesivo modificato con 10% di Magnetite e lo 0.5% di grafene



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.



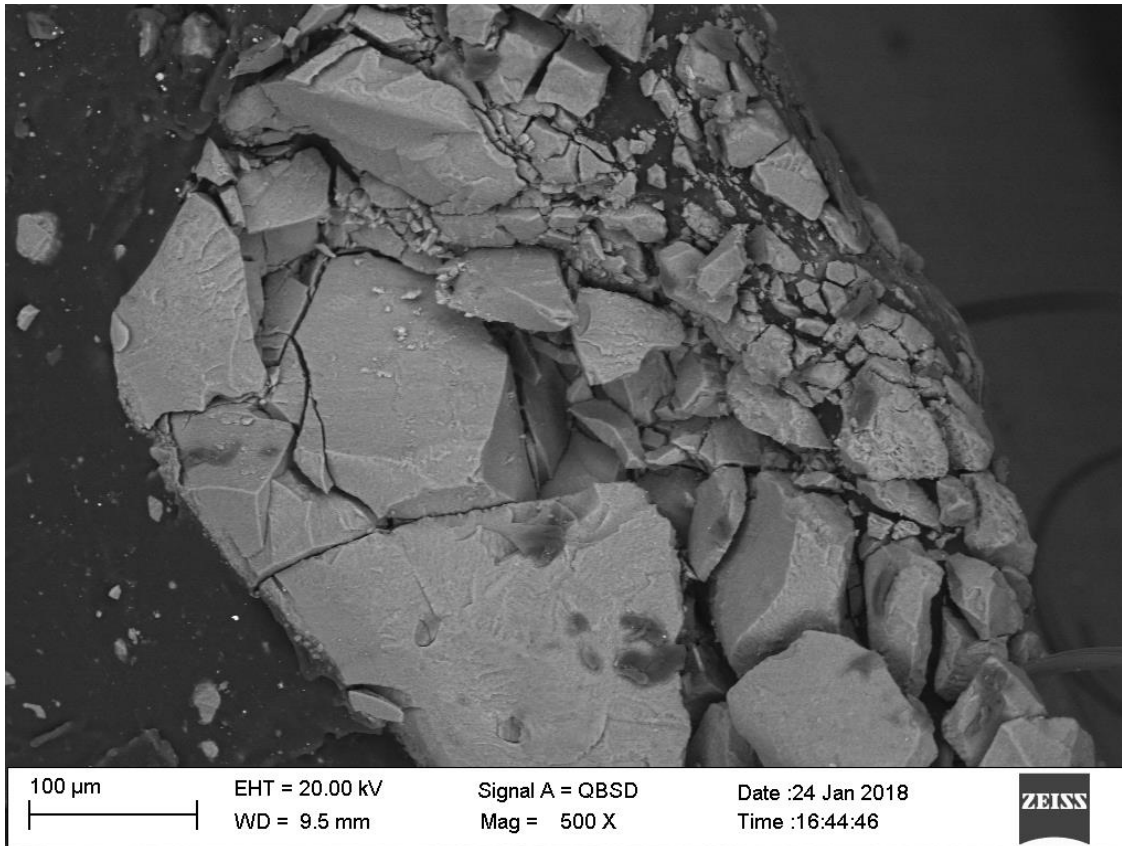


Immagine di adesivo modificato con il 10% di nanomagnetite e lo 0.5% di grafene non estruso.  
Per capire se si tratta di magnetite o grafite si è deciso di effettuare un'analisi al SEM delle particelle

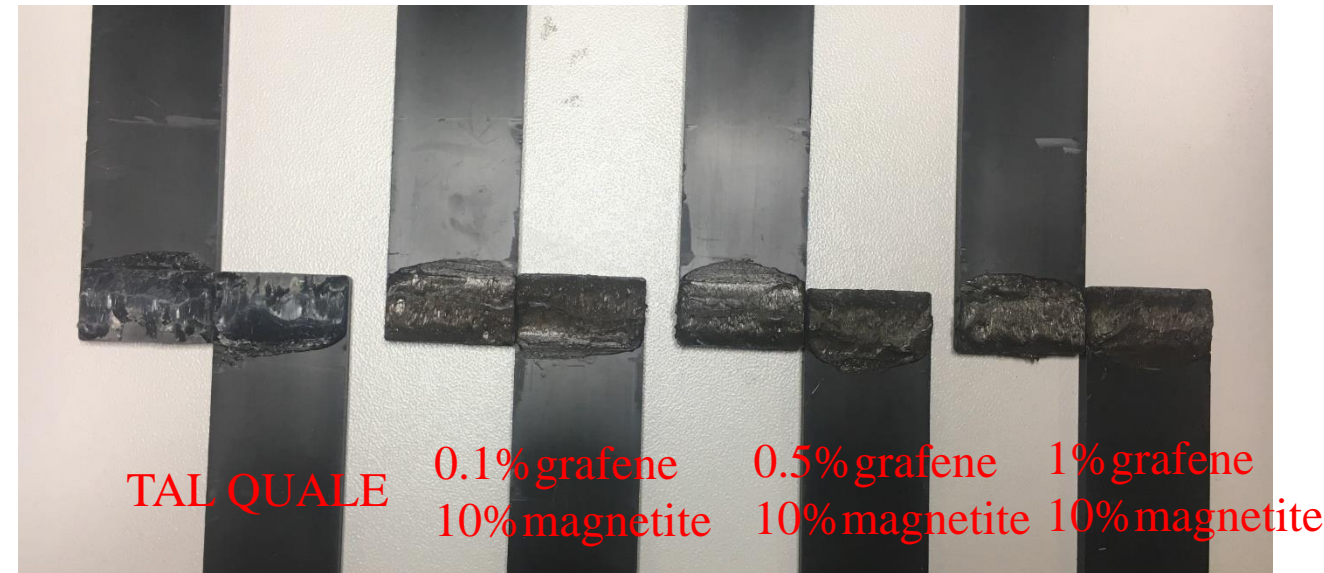
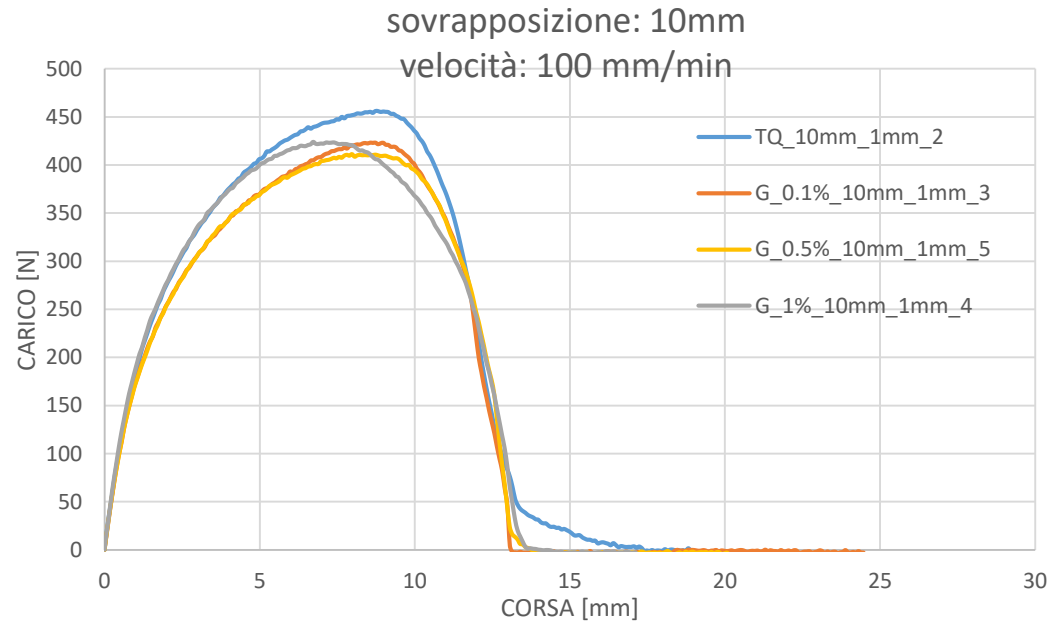
## CARATTERIZZAZIONE MECCANICA

**Tipologia di prova:** prova SLJ

**Valutazione:** carico massimo

**Variabili:**

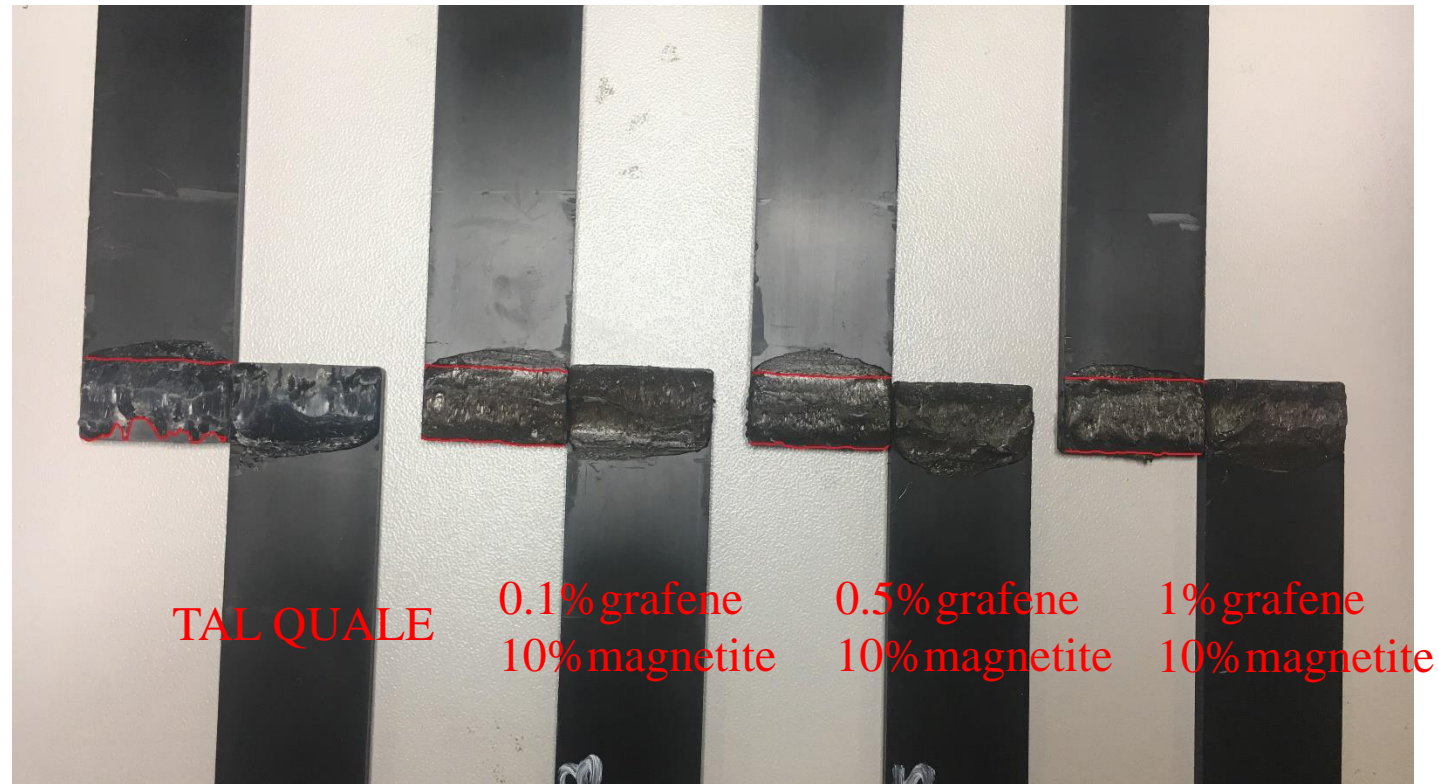
- ❖ Tipologia di adesivo:
  - Tal quale
  - Modificato con 10% di Magnetite e 0.1% di Grafene
  - Modificato con 10% di Magnetite e 0.5% di Grafene
  - Modificato con 10% di Magnetite e 1% di Grafene
- ❖ Overlap:
  - 10mm
  - 15mm
- ❖ Sovrapposizione:
  - 0.5mm
  - 1mm
  - 1.5mm
- ❖ Velocità di prova: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



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

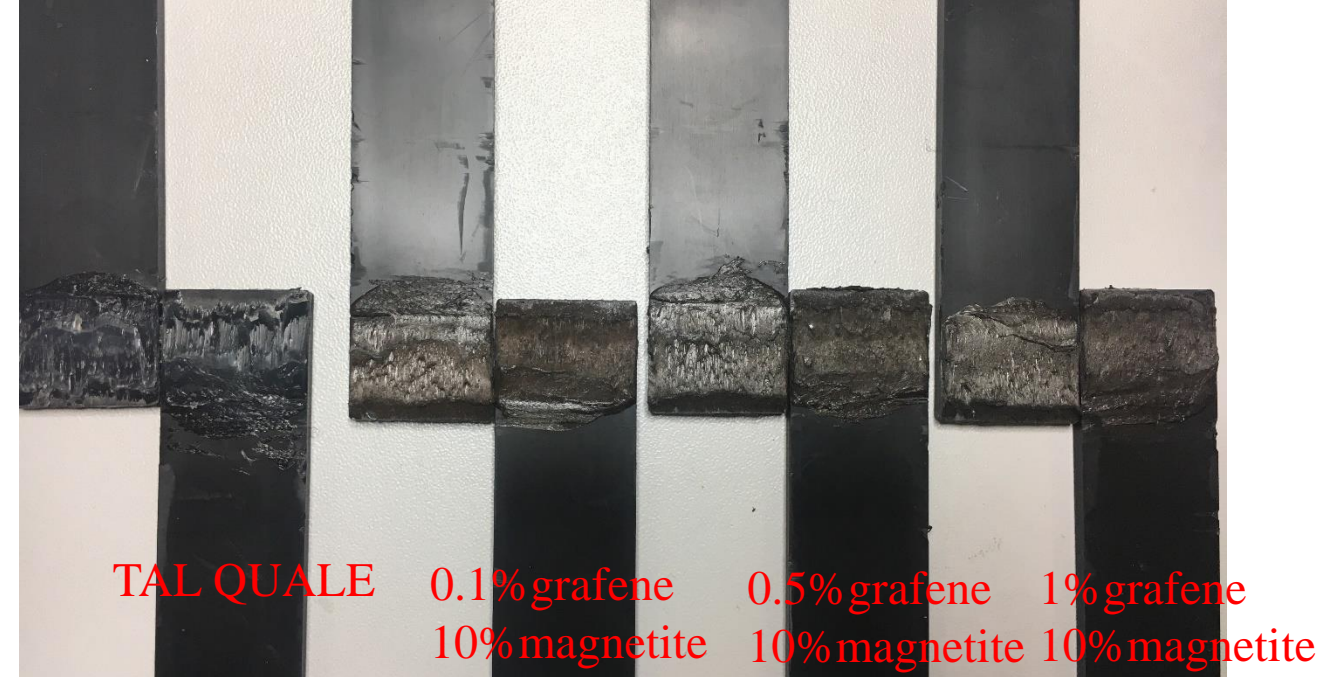
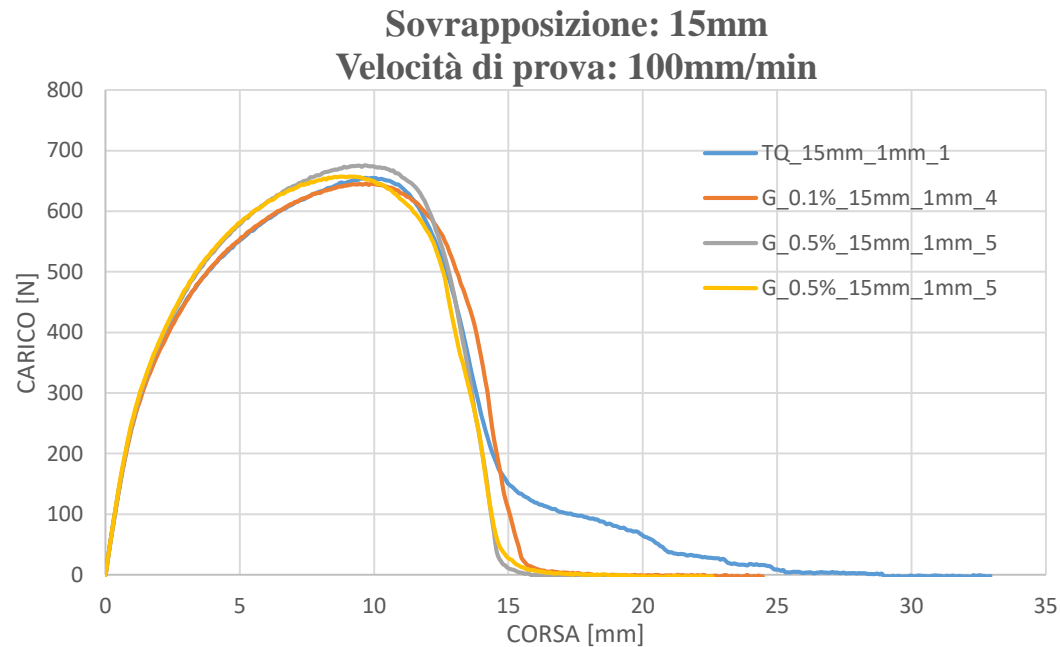
Il valore massimo riportato in tabella è dato dalla media dei massimi cinque prove effettuate per ciascuna tipologia di adesivo, con la relativa deviazione standard

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.

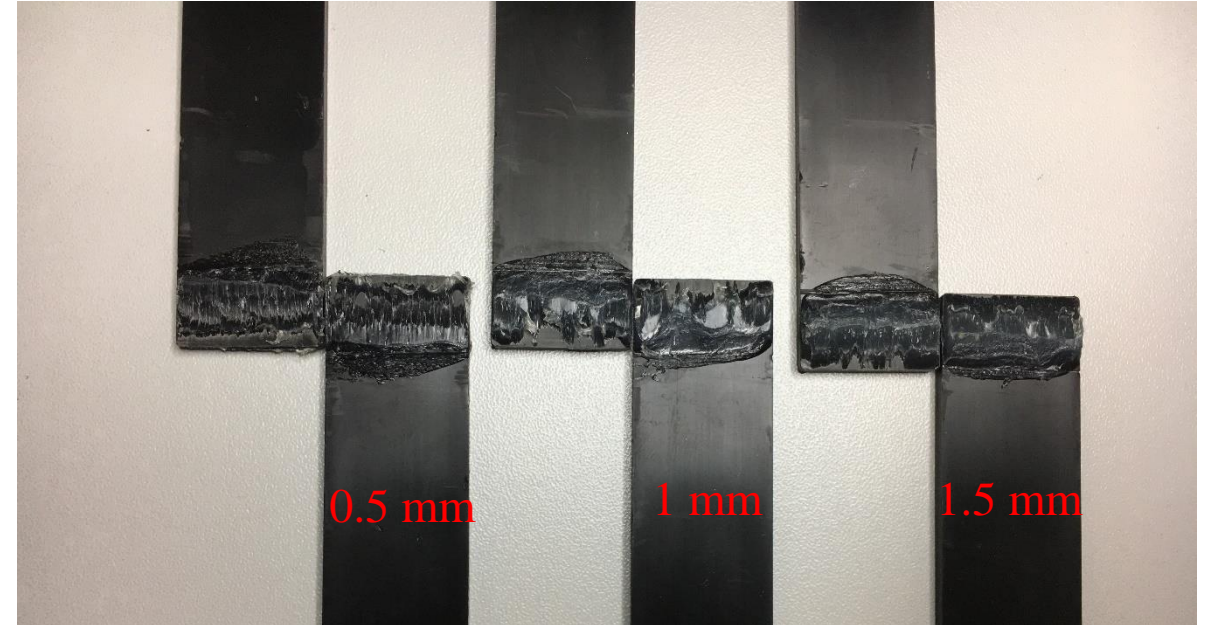
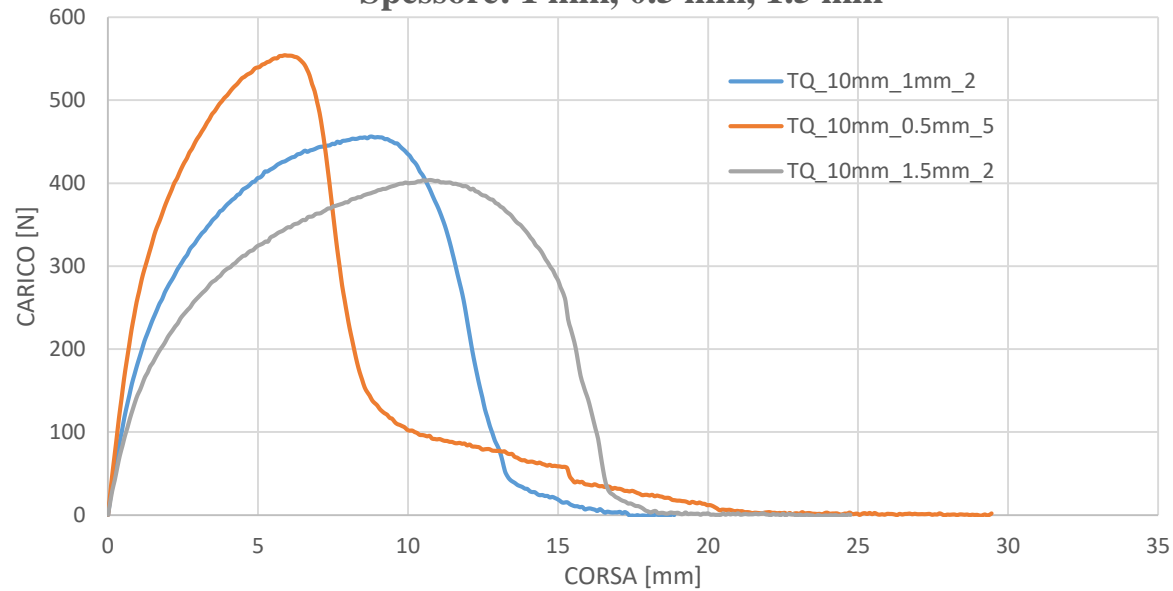




L'adesivo modificato con il 10% di magnetite e lo 0.5% di grafene è quello che presenta il carico massimo maggiore. Aumentando l'*overlap* il carico massimo aumenta.

|                 | 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      |

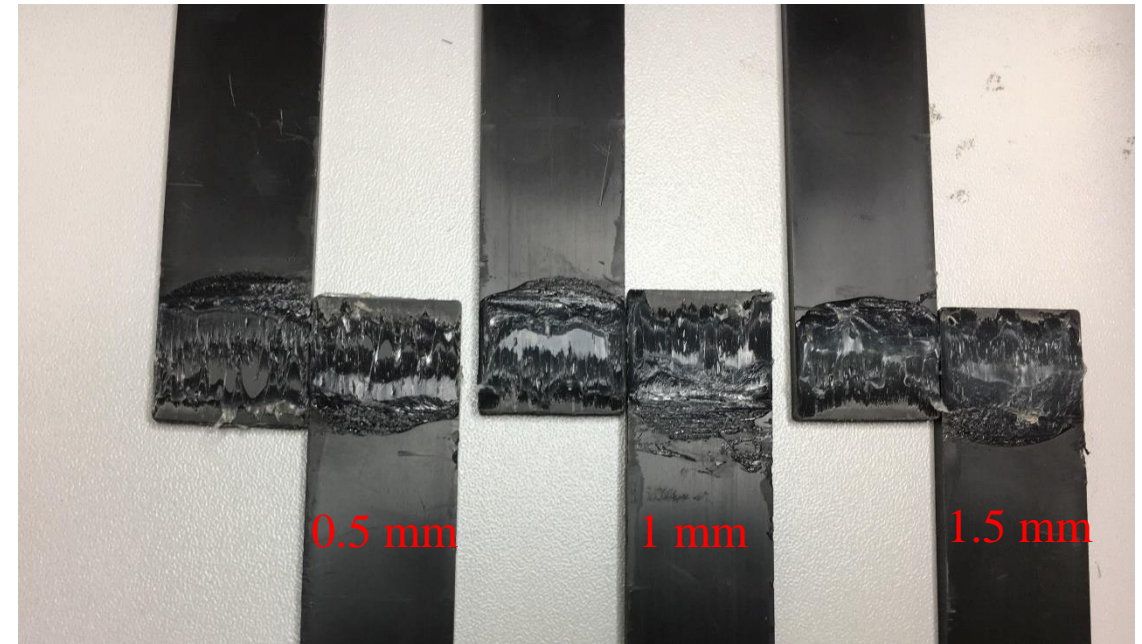
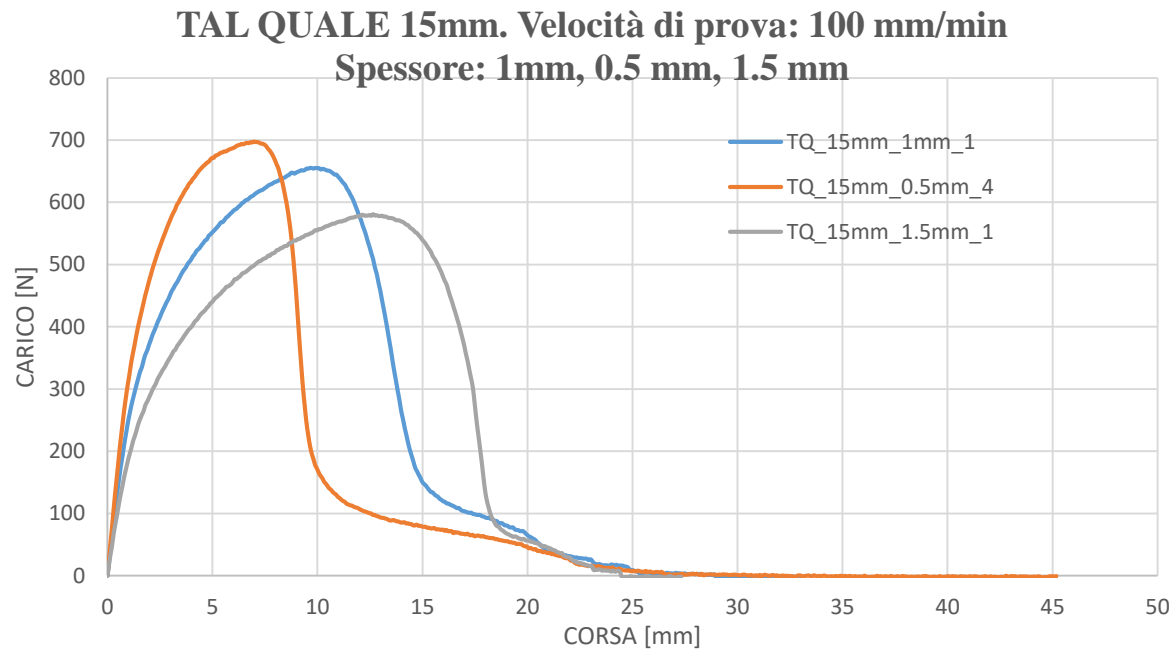
**TAL QUALE 10mm. Velocità di prova: 100 mm/min**  
**Spessore: 1 mm, 0.5 mm, 1.5 mm**



|               | 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      |

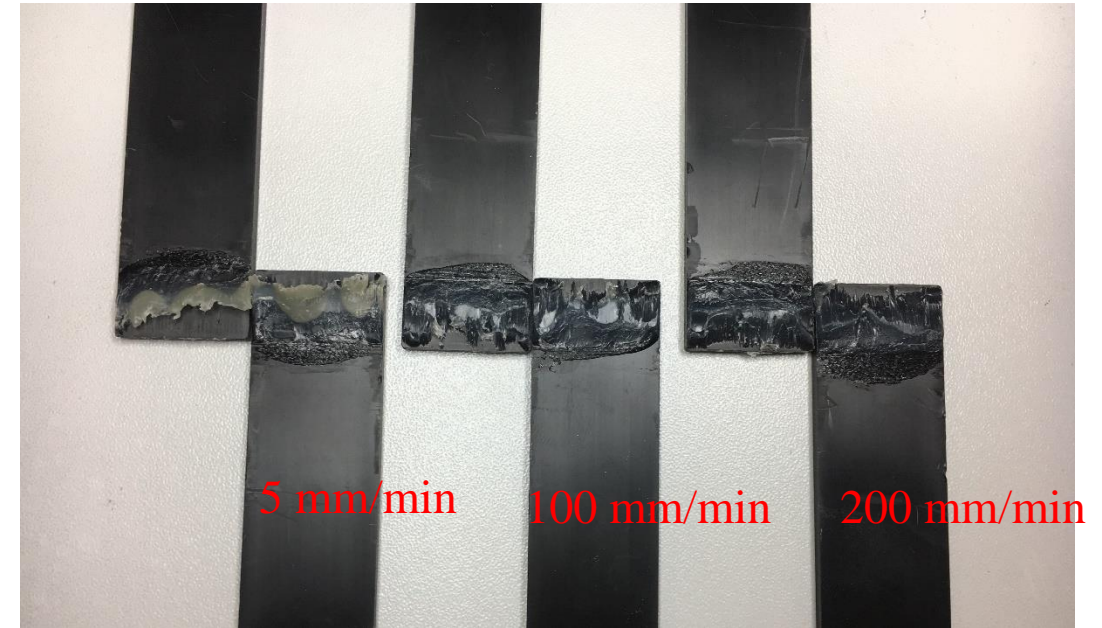
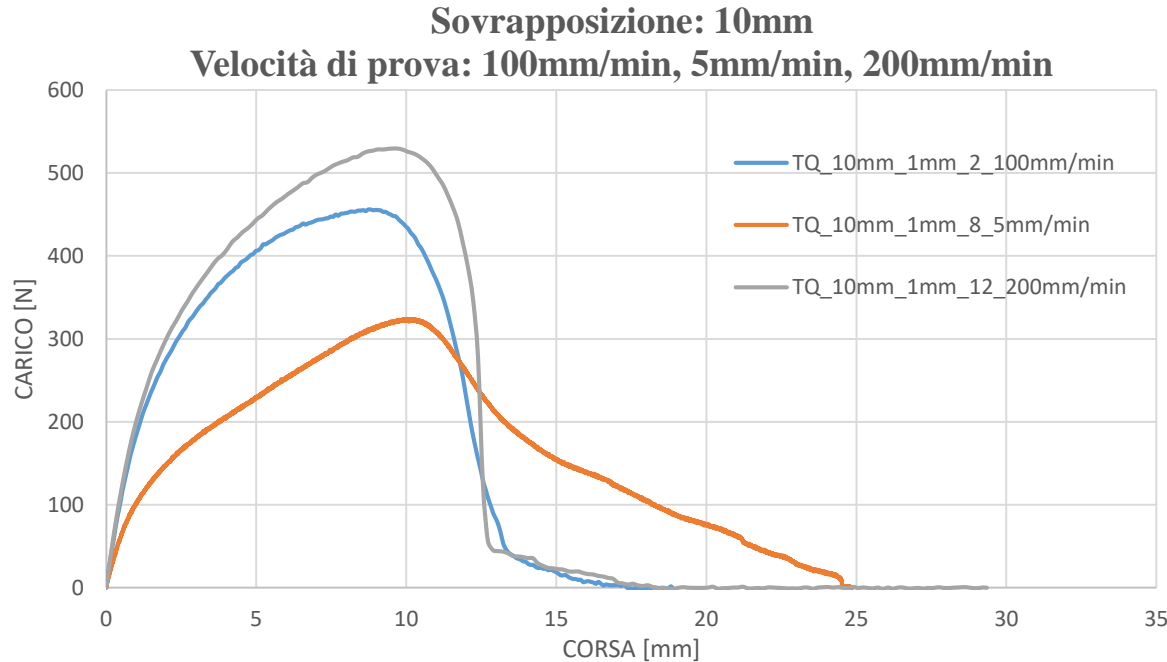
All'aumentare dello spessore dell'adesivo il carico massimo diminuisce





|               | 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



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:

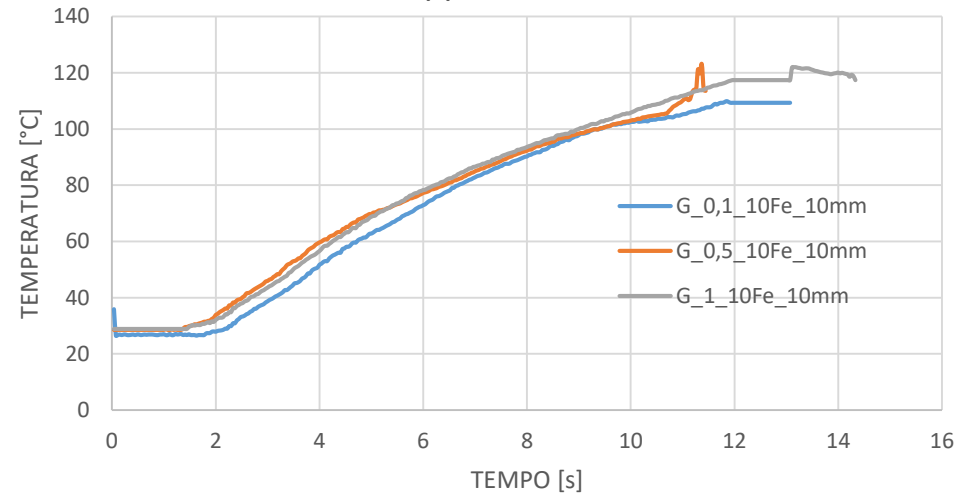
- Tensione: 400 [V]
- Frequenza media: 316 [kHz]
- Potenza media: 6 [kW]

| 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        |

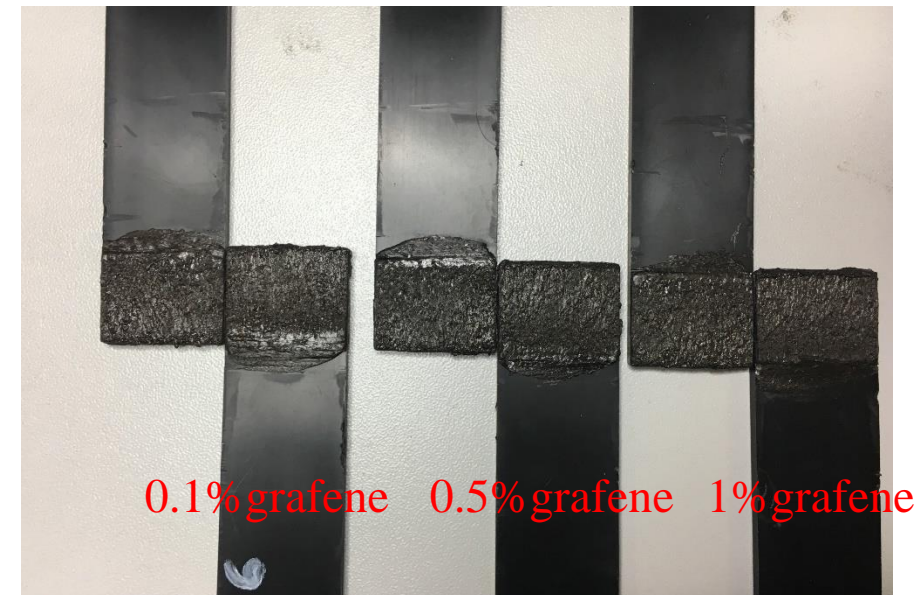
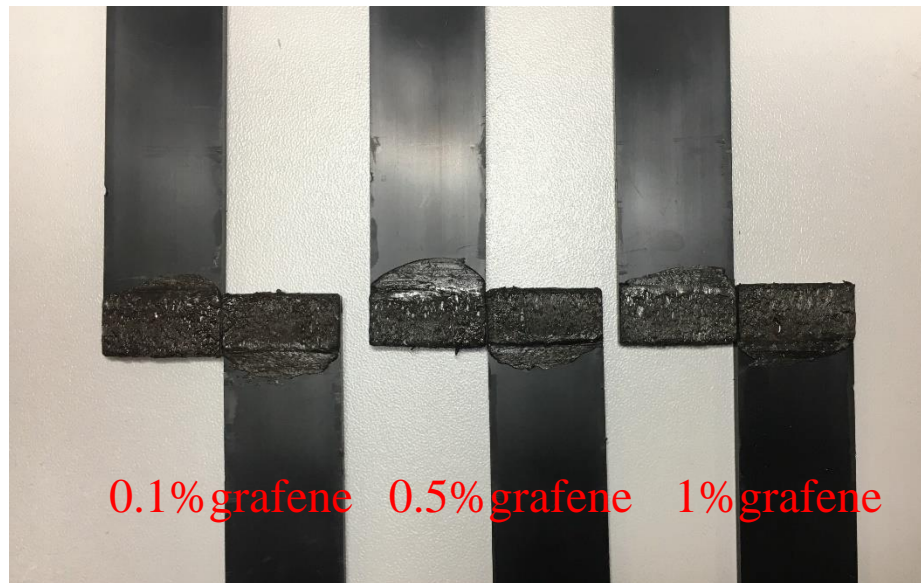
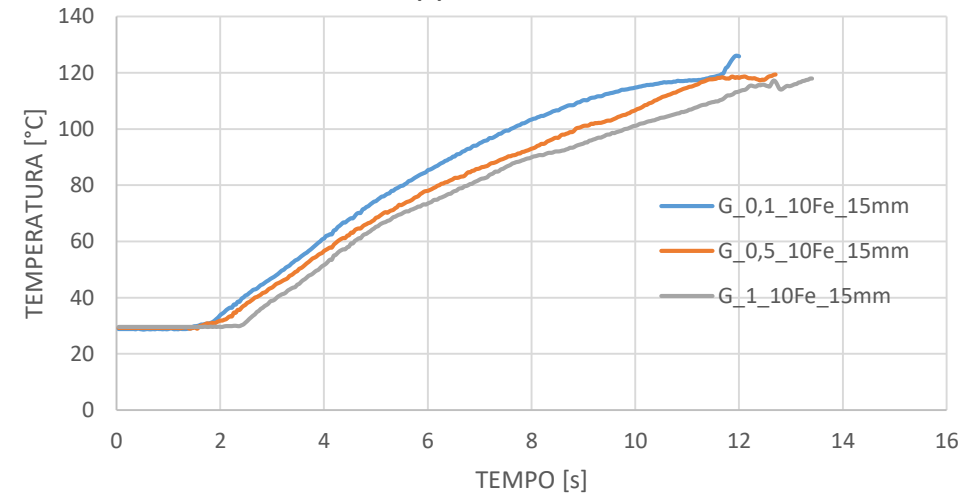
Si nota che i tempi medi risultano essere molto vicini tra di loro (tempo medio 10,63 secondi con una dev.st di 0,213 secondi) indipendentemente dalla tipologia di adesivo e dalla lunghezza dell'*overlap*. Questo risultato dimostra che le diverse percentuali di grafene non sono tali da aumentare la conducibilità 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  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  e 0.1% di grafene
- Adesivo tal quale modificato co 10% di  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  e 0.5% di grafene
- Adesivo tal quale modificato co 10% di  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  e 1% di grafene

Prove preliminari effettuate per tre pesi differenti:

- 0.04 gr
- 0.1 gr
- 0.2 gr

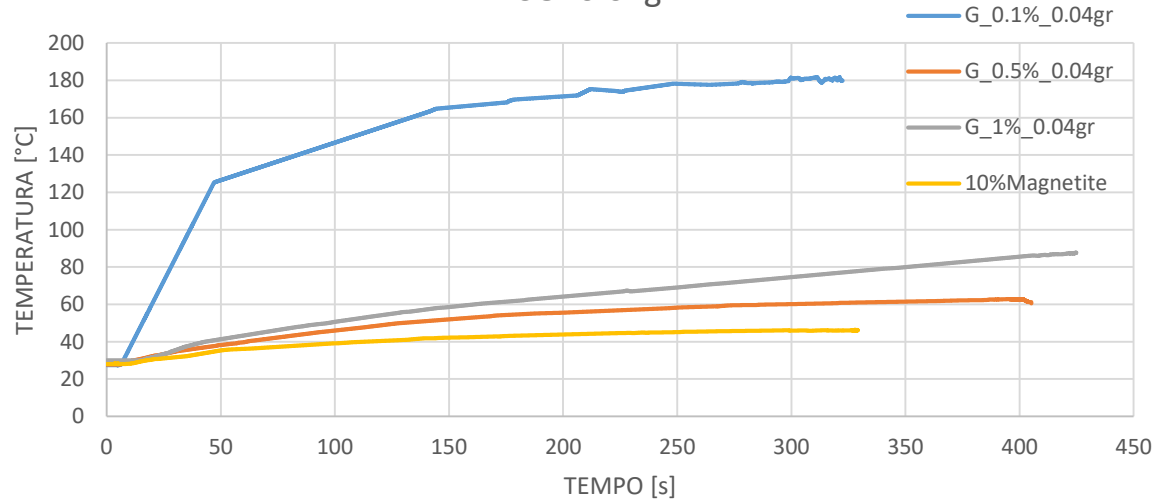
Ogni prova è stata effettuata 3 volte mantenendo invariata la forma del campione e la posizione all'interno del microonde

Parametri fissi:

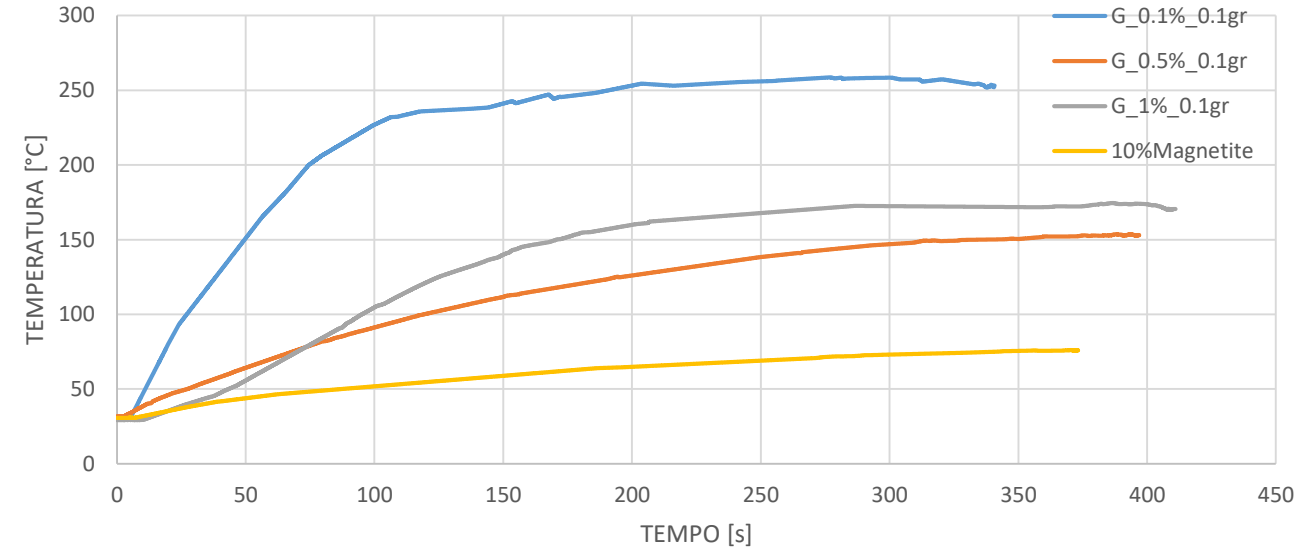
- Potenza: 300 [W]



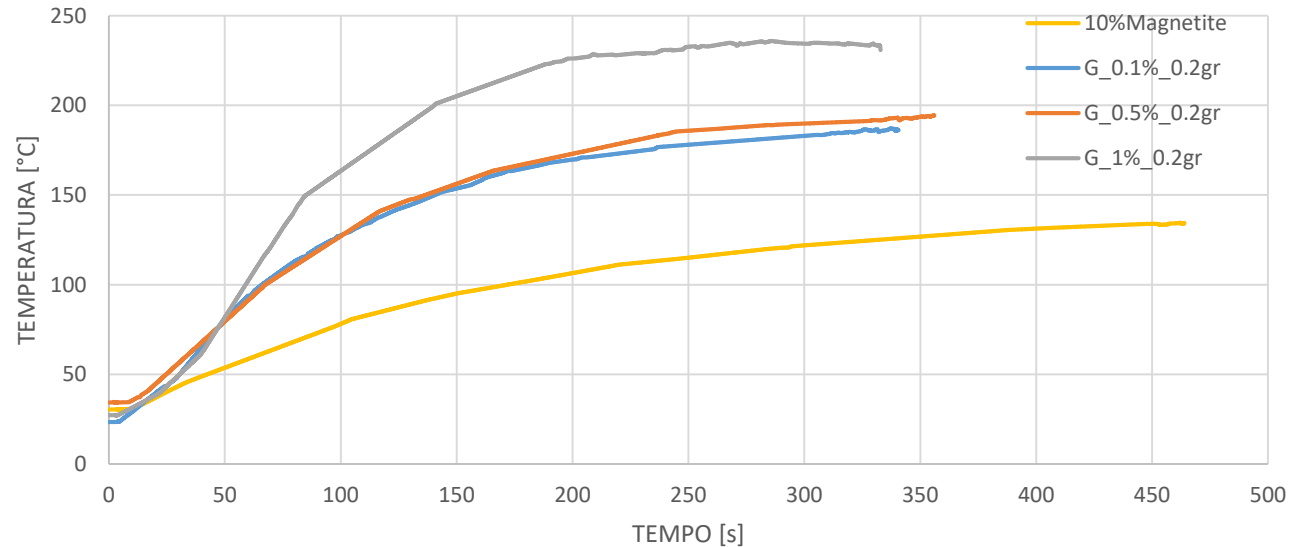
PESO: 0.04gr



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)

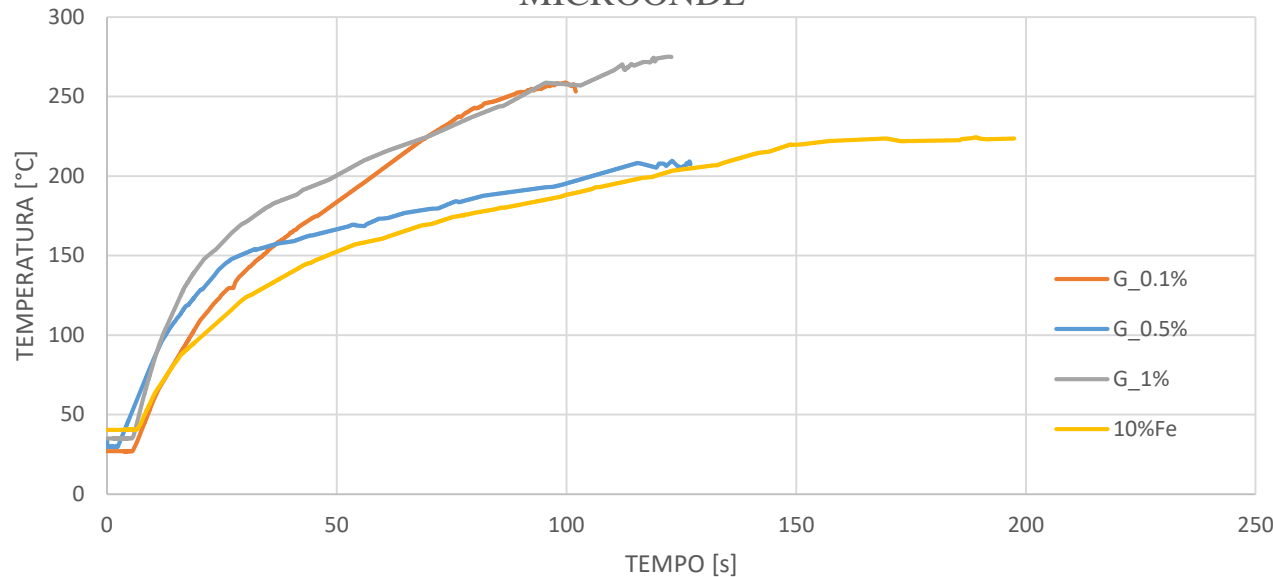
Si è deciso, dunque, di effettuare una prova per ciascuna tipologia di adesivo a parità di:

- 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  $T=150\text{ }^{\circ}\text{C}$  (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