



M Ű E G Y E T E M 1 7 8 2

BUDAPESTI MŰSZAKI ÉS GAZDASÁGTUDOMÁNYI EGYETEM

GÉPÉSZMÉRNÖKI KAR

POLIMERTECHNIKA TANSZÉK

LUKÁCS NORBERT LÁSZLÓ

TDK DOLGOZAT

NÖVELT SZÁLHOSSZÚ, 3D NYOMTATOTT KOMPOZITOK
TERVEZÉSE ÉS VIZSGÁLATA

Témavezető:

Tóth Csenge

Doktorandusz

Konzulens:

Kovács Norbert Krisztián

Adjunktus

BUDAPEST, 2023

KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

Ezúton szeretnék köszönetet mondani Tóth Csengének és Dr. Kovács Norbert Krisztiánnak a szakmai segítségnyújtásukért és Bartók Györgynek a labormunkában nyújtott segítségéért. A TDK dolgozat a Kulturális és Innovációs Minisztérium ÚNKP-23-2-III-BME-293 kódszámú Új Nemzeti Kiválóság Programjának a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Alapból finanszírozott szakmai támogatásával készült.

A TDK dolgozat a Kulturális és Innovációs Minisztérium ÚNKP-23-3-II-BME-140 kódszámú Új Nemzeti Kiválóság Programjának a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Alapból finanszírozott szakmai támogatásával készült.

A TDK dolgozat a Kulturális és Innovációs Minisztérium ÚNKP-23-5-BME-466 kódszámú Új Nemzeti Kiválóság Programjának a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Alapból finanszírozott szakmai támogatásával készült.

A TDK dolgozat Bolyai János Kutatási Ösztöndíj támogatásával készült.

A TDK dolgozat az OTKA FK134336 számú projekt keretein belül, a Nemzeti Kutatási Fejlesztési és Innovációs Alapból biztosított támogatással valósult meg.

Tartalomjegyzék

Köszönetnyilvánítás	ii
Jelölések jegyzéke.....	v
1. Bevezetés	2
2. Szakirodalmi áttekintés	4
2.1. Kompozitgyártás MEX technológiákkal	4
2.2. Maradó szállhossz növelése	9
3. Felhasznált anyagok, alkalmazott berendezések	11
3.1. Felhasznált alapanyagok	11
3.2. Alkalmazott berendezések és vizsgálati módszerek	11
3.2.1. <i>Yamato DKN-600</i>	11
3.2.2. <i>Ikercsigás extruder</i>	11
3.2.3. <i>Granulálás</i>	11
3.2.4. <i>Szállhossz eloszlás meghatározása</i>	12
3.2.5. <i>3D nyomtatás</i>	13
3.2.6. <i>Filament gyártás</i>	14
3.2.7. <i>Charpy-féle ütve hajlító vizsgálat</i>	14
3.2.8. <i>Szakítóvizsgálat</i>	15
3.3. Húzószilárdság becslése	15
4. Kísérleti/fejlesztési rész	17
4.1. Előkísérletek	17
4.1.1. <i>Kereskedelmi forgalomban is elérhető alapanyagok</i>	17
4.1.2. <i>Ipari felhasználásra szánt alapanyagok</i>	18
4.1.3. <i>A kompaundálás csigafordulatszámának hatása a maradó szállhosszakra</i>	19
4.2. Filamentgyártás filament extruderrel	21
4.3. A maradó szállhosszak átlagai.....	22
4.3.1. <i>A szálltartalom hatása a maradó szállhosszra</i>	22
4.4. Próbatestek 3D nyomtatása.....	23
4.5. Mechanikai vizsgálatok eredményei	24
4.5.1. <i>Szakítóvizsgálat</i>	24
4.5.2. <i>Charpy-féle ütvehajlító vizsgálat</i>	27
4.6. Mikroszkópos vizsgálatok.....	28
4.7. Továbbfejlesztési javaslatok	29
5. ÖSSZEFOGLALÁS.....	31

6. Felhasznált források	32
-------------------------------	----

JELÖLÉSEK JEGYZÉKE

Latin betűk

Jelölés	Megnevezés, megjegyzés, érték	Mértékegység
T	hőmérséklet (temperature)	°C
T _g	üvegesedési átmenet hőmérséklet (glass transition temperature)	°C

Görög betűk

Jelölés	Megnevezés, megjegyzés, érték	Mértékegység
χ	szálorientációs tényező	-
σ	mechanikai szilrdság	MPa

Rövidítések

Rövidítés	Megnevezés
PLA	polietejsav
ABS	akrilnitril-butadién-sztirol
PET-G	polietilén-terefalát-glikol
CF	szénszál
GF	üvegszál
FDM	Szálfejtetésen alapuló additív gyártás
CAD	Számítógép által segített tervezés, szoftver
gCode	A 3D nyomtatók által használt, a modell paramétereit tartalmazó kód
MEX	Extrúzió alapú additív gyártástechnológiák

1. BEVEZETÉS

TDK dolgozatomban az egyik legnépszerűbb additív gyártástechnológiával, az extrúzió alapú additív gyártástechnológiával foglalkozom. Bár a témában már rengeteg cikk, szakdolgozat és diplomamunka készült, a technológia fejlődésének üteme újabb lehetőségeket tartogat a fejlesztésre. A Wohlers-report 2023-as kiadása bizonyítja, hogy az additív technológiák növekedése 2022-től 2023-ig több, mint 18%-os volt és a növekedés üteme várhatóan tovább gyorsul [1].

Az additív gyártástechnológiák felhasználása az 1980-as években kezdődött és míg a kezdetekben a technológiát főleg prototípusmodellek készítésére használták, addig napjainkban már kész termékek, funkcionális alkatrészek gyártására is használatosak. Az általam tárgyalt MEX technológia népszerűségének oka, hogy ma már rendkívül olcsó, egyszerű, azonban a legtöbb fröccsöntéshez használt alapanyag feldolgozható vele [2,3]. A technológia eredetileg a Stratasys-hoz köthető, akik 1991-ben dobták piacra az első FDM nyomtatójukat, a technológia rohamos terjedése és fejlődése azonban csak 2004-ben indult meg, amikor egy angol mérnök-matematikus, Adrian Bowyer megalkotta az első önmagát is reprodukálni képes FDM nyomtatót és megszületett a nyílt forráskódú (*open-source*) RepRap projekt [4,5].

Az MEX technológiák lényege, hogy a CAD vagy felületmodellező szoftver által létrehozott modellt egy szeletelőszoftverrel x-y síkbeli rétegekre bontva, rétegről-rétegre építjük fel a modellt úgy, hogy minden befejezett réteg után egy rétegvastagságot tovább lépünk z irányban. A rétegek között nagy mértékű – akár 20-50%-os - anizotrópia is kialakulhat [2,3]. A technológiához felhasznált alapanyag többnyire szál formájában érhető el, melynek átmérője a legtöbb esetben 1,75 mm, bár még némely gyártó 2,85 mm-es filamentet is gyárt, mely átmérő főleg a korai FDM nyomtatókra volt jellemző [6].

Mivel a technológia felhasználása megváltozott, így a felé támasztott igények is átalakultak. Az AM technológiák egyre intenzívebb térnyerése miatt folyamatos igény mutatkozik arra, hogy újabb és újabb anyagok, illetve technológiák jelenjenek meg, hogy már ne csak prototípusokat, hanem készterméket is lehessen létrehozni. A polimer alapú 3D nyomtatás terén a kompozitok 3D nyomtatásának a megjelenése hozta meg az áttörést. Az FDM technológiával feldolgozott kompozitok előnye, hogy a technológia miatt az erősítőszálak a lefektetett szálakkal párhuzamosan orientálódnak, így ebben az irányban nagyobb erősítéssel számolhatunk [7]. A kompozitok egy fontos paramétere a kritikus szálhossz, amely megjelöli azt a legkisebb erősítőszál hosszt, amely szükséges az ideális erősítés kialakításához. Az FDM technológia hátránya ebben az esetben az, hogy az alapanyag előállítása, valamint a nyomtatás során fellépő nyíróerők hatására az erősítőszálak aprózódnak, az átlagos szálhossz 100-400 μm körül alakul, amely sok anyagpár esetén kisebb, mint a már említett kritikus szálhossz [8].

A TDK dolgozatom célja a kereskedelmi forgalomban és az iparban is előforduló kompozit filamentek maradó szálhosszainak vizsgálata, az eredményekkel pedig az általam előállított filamentek összehasonlítása.

2. SZAKIRODALMI ÁTTEKINTÉS

A szakirodalom áttekintése előtt a könnyebb megértés érdekében ebben a bekezdésben röviden ismertetem az extrúzió alapú technológiát. A gyártás során egy CAD modellből indulunk ki, melyet egy szeletelőszoftver segítségével síkrétegekre bontunk. Ezt követően előállítjuk a nyomtatáshoz szükséges parancsokat tartalmazó G-kódot, melynek birtokában megkezdhetjük a nyomtatást. Az FDM technológiához egy polimerszálat, úgynevezett filamentet használunk fel alapanyagként, melyet jellemzően tekerceslt formában tárolunk. A filamentet egy előtoló berendezés segítségével juttatjuk el a nyomtatófejhez, ahol az alapanyag megömlik, majd a fúvókán keresztül kijut a munkatérbe. A berendezés a terméket rétegenként építi fel, vagyis egy rögzített függőleges magassáérték mellett elkészíti a termék adott magassághoz tartozó x-y irányú síkmetszetét. Ezt követően a fej elmozdul függőleges irányban a rétegmagasságnak megfelelő értékkel, majd elkészíti az ezt a réteget jellemző síkmetszetet. Ez a folyamat egészen a termék elkészültéig ismétlődik [2, 3].

2.1. Kompozitgyártás MEX technológiákkal

Kompozitok alatt olyan többfázisú rendszereket értünk, melyekben jól elkülönül a szívós mátrix és az általában ridegebb, de sokkal nagyobb szilárdsággal rendelkező erősítőanyag. A mátrixanyagokat két fő csoportra bonthatjuk: hőre keményedő és hőre lágyuló polimerekre. Az erősítőanyagok lehetnek nanorészecskék, folytonos és vágott szál, valamint szövet formában elérhető anyagok is. Dolgozatomban a kompozitok alatt az olyan többfázisú rendszereket értem, melyek mátrixanyagból – ami esetemben hőre lágyuló polimer – és szálal erősítőanyagból állnak. TDK dolgozatom elkészítéséhez megvizsgáltam, hogy milyen additív gyártástechnológiák érhetőek el a piacon és melyek azok, amelyeknél kompozit alapanyagok is elérhetőek. Azt találtam, hogy a legtöbb kompozit alapanyag az FDM technológiához érhető el, bár SLS technológiához elérhető üvegszállal töltött poliamid. Említésre méltó még, hogy a Stratasys PolyJet rendszerei képesek az alapanyagok keverésére, azonban itt nem kifejezetten az erősítés, hanem a pontosan meghatározott szín vagy rugalmasság a keverés célja.

Az FDM technológiával feldolgozható kompozitok használatára már számtalan példát láthattunk mind a szakirodalomban, mind a hobbi és ipari 3D nyomtatás piacán. Ahhoz, hogy a kompozitok felhasználását pontosan megérthessük, részletesen megvizsgáltam a piacon kapható alapanyagokat és azok gyártóit. A legnépszerűbb hobbi (és a hobbi és ipari nyomtatás között elhelyezkedő, úgy nevezett semi-industrial) gépekkel és alapanyagokkal foglalkozó oldalakon

Szakirodalmi kutatásom során több példát is találtam arra, hogy új vagy meglévő technológiával a hőre lágyuló mátrixból és erősítőanyagból filamentet készítettek, majd ezt 3D nyomtatáshoz felhasználták. A legnépszerűbb erősítőanyag formák közé tartoznak a vágott szálak, a nanorészecskék illetve a folyamatos szálak is. A kompozit filamentek szál tartalma változó, a legtöbb esetben 10-30% közé esik. Korábbi

tanulmányokból kiderült, hogy ennek oka főleg az, hogy nagyobb száltartalom esetén már problémák jelentkezhetnek a feldolgozás során [9, 10].

A kompozitok fázisainak együttműködése során a legfontosabb paraméterek közé tartozik a kritikus szálhossz, illetve a felületi adhézió. A kritikus szálhossz meghatározza, hogy az erősítőszálaknak mi az a legkisebb hossza, ami esetén az erősítés maximális. Az FDM technológiához alkalmas filamentek gyártása során az extrúziós feldolgozás miatt az erősítőszálak aprózódnak. Tóth és társa [8] korábbi kutatásából kiderül, hogy az eredetileg 10 mm hosszú bazaltszálak a feldolgozás során 100-400 μ m-esre töredezték, miközben a felhasznált PLA és bazalt alapanyagra vonatkoztatott kritikus szálhossz a számításaik szerint 1,4 \pm 0,5 mm volt.

Siwon Yu és társai [11] szintén bazaltszál és PLA felhasználásával készítettek filamentet, aminek a tulajdonságait hagyományos szakítóvizsgálattal és analitikus módon is megállapították. A vizsgált száltartalmak 5-10-15-20%-ok voltak, a legnagyobb erősítést a 20% bazaltszállal töltött minta esetén tapasztalták, ebben az esetben közel 30%-os javulást értek el (49,66 MPa) a töltetlen PLA mintákkal szemben (38,21 MPa). Kutatásaikban azt a korábban már ismert tényt is megerősítették, hogy az FDM technológia használata során figyelembe kell venni az üregképződést és az. A kutatásuk során megközelítőleg 2-10%-al voltak gyengébbek a nyomtatott próbatestek a préselt társaiknál.

Zhenzhen és társai [12] ABS és szénszál felhasználásával készítettek filamentet, amelyet egy Stratasys nyomtató segítségével teszteltek le. A komponensek tulajdonságainak ismeretében megállapították, hogy kritikus szálhossz ebben az esetben körülbelül 640 μ m volt. Az ABS alapanyag előnye, hogy a maradó szálhossz vizsgálatához nem volt szükségük égetőkemencére, a mátrixanyag ugyanis acetonnal maradéktalanul oldódik. Méréseik alapján az átlagos maradó szálhosszuk 70 μ m körül alakult, amely jóval alacsonyabb a kritikus szálhossz értékénél, így lényegi erősítést nem sikerült elérniük.

Natalie és társai [13] a NASA tervezett Mars expedíciója kapcsán vizsgálták az ABS mátrixú kompozitok 3D nyomtatásának lehetőségeit. Az expedíció sikerességének elengedhetetlen feltétele, hogy a földről minél kevesebb alapanyagot kelljen eljuttatni a Mars felszínére, emiatt az ABS alapanyag mellé a bazalt erősítést választották, mint a Marson is megtalálható anyagot. A bazalt eddig nem tárgyalt előnye, hogy a röntgensugárzások ellen is védelmet nyújthat. A tanulmányban több mintát is megvizsgáltak 0-10-25-40-60% száltartalommal. Az elkészült filamenteket a 60%-os száltartalmú minta kivételével fel lehetett tekercselni, azonban a 60%-os minta nem bizonyult felhasználhatónak 3D nyomtatásra. A 40%-os minta esetén a nyomtatás még lefutott, de mechanikai tulajdonságai gyengültek a 25%-os mintához képest, tehát hasonló eredményre jutottak, mint a korábban már említett [9, 10] szerzők. Natalie és társai tanulmányuk elkészítéséhez 12 mm-es vágott bazaltszálat használtak, azonban a feldolgozást követő szálhossz ebben az esetben is ennek töredéke, 271 μ m volt. A legnagyobb erősítést a natúr ABS-hez képest (36,55 MPa) a 25% száltartalmú anyaggal érték el (50,58 MPa), az erősítés mértéke megközelítőleg 40%. Ebben az esetben a

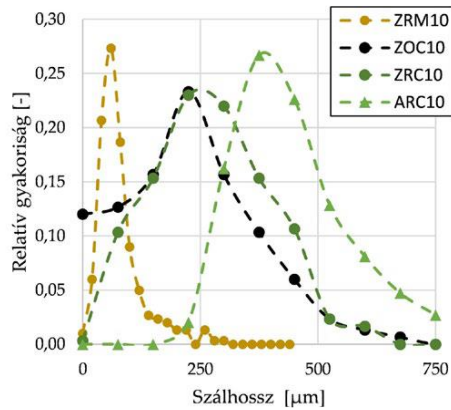
minták szakadási nyúlása nagy mértékben, 9,92%-ról 1,64%-ra csökkent, amíg az ütőmunka 277,06 J/m-ről 53,41 J/m-re változott.

Szintén ABS mátrixszal dolgozott Sántha P. és társa [14] akik különböző szénszálak, köztük reciklált szénszálak felhasználása mellett döntöttek. A kompozitok iránti kereslet megnövekedésének hatása, hogy mind a gyártás, illetve az életútjuk végére ért alkatrészek miatt is több hulladék keletkezik, amelyek újra hasznosítása eddig nem volt megoldott. Kísérleteik során új vágott szénszálakat (PX35 Chopped pellet – type 45, Zoltek Zrt., ZOC10), újrahasznosított őrlött (Caribso CT+ SM45D-06-50, ELG Carbon Fibre,; Recycled Milled Carbon Fibre, Zoltek Zrt., Magyarország, ZRM10), illetve újrahasznosított vágott szénszálakat (Recycled Chopped Carbon Fibre – type 45, Zoltek Zrt., ZRC10 és ARC10) keverték a mátrixanyagba. A feldolgozás előtt a reciklált szálakat külön nem felületkezelték. Mátrixanyagként ABS a Terluran GP-35 (INEOS Styrolution Group GmbH, Németország) nagy folyóképességű, általános célú fröccsöntő anyagot használtak (1. táblázat). A gyártás során két lépésben készítettek filamentet: első lépésben az aprított szénszálakból és ABS pelletből kompaundot és granulátumot készítettek, majd a granulátumot felhasználva filamentet készítettek. Az elkészült filament nehezen tekerceselhető volt, így a megszokottnál nagyobb magátmérőjű tekerceseket használtak fel a tárolásra .

	Keverékek				Referencia
Mennyiségek	ZRM10	ZOC10	ZRC10	ARC10	ABS
Szál típus	Őrlött, újrah.	Vágott, ered.	Vágott, újrah.	Vágott, újrah.	-
Száltartalom [m/m%]	9,07	8,92	9,7	9,71	-
Szálhossz [μm]	81 \pm 35	262 \pm 144	310 \pm 120	500 \pm 161	-
Sűrűség [kg/m^3]	993 \pm 14	962 \pm 53	1031 \pm 5	958 \pm 6	1012 \pm 1

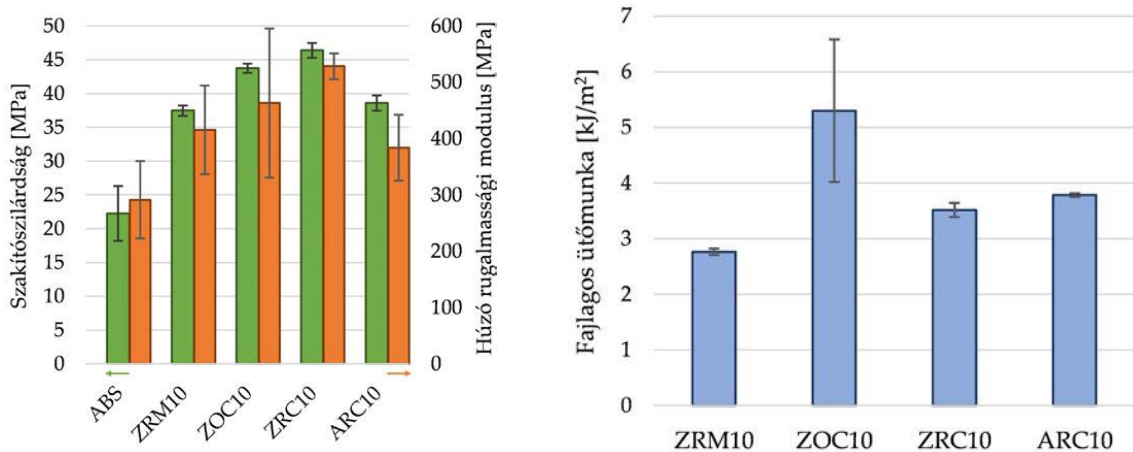
1. táblázat Sántha P. és társai által készített filamentek [14]

A projekt eredményeül azt kapták, hogy a száltartalommal minden esetben növelték a szakítószilárdságot a töltetlen ABS-hez képest, azonban az újrahasznosított szálak erősítése kisebb mértékű volt, mint az eredeti szálaké. Ennek oka részben a nem megfelelő szál-mátrix adhézió, az őrlött szálak esetén pedig a nem megfelelően hosszú szálak is lehettek, amely száleloszlásokat a 1. ábra mutatja be. Az újrahasznosított őrlött szálak (ZRM10 minta) átlagos szálhossza jóval alacsonyabb volt, mint a többi mintáé, a legtöbb szál a 100 μm -es hossz sem érte el.



1. ábra A száeloszlás a különböző száltípusok esetén [14]

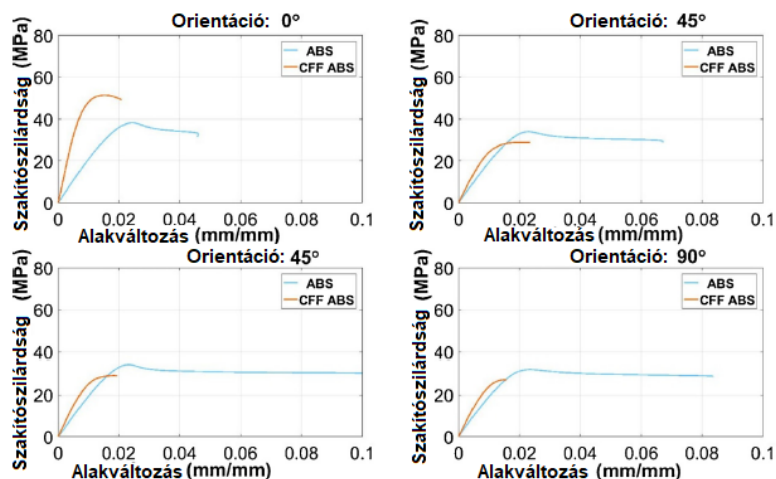
A szakítószilárdság mellett mind az ütőmunka, mind a hajlítószilárdság növekedett a szénszállal töltött minták esetében. A fajlagos ütőmunka növekedése számottevően nagyobb volt azoknál a mintáknál, amelyekben eredeti, tehát nem újrahasznosított szénszálak voltak, melynek oka valószínűleg az, hogy az eredeti szálakon megtalálható volt a szál-mátrix adhéziót javító felületkezelés, míg az újrahasznosított szálakról ez hiányzott, valamint az újrahasznosított szálak kinyerése során csökkenhet a szálak mechanikai tulajdonságai [14].



2. ábra A minták szakítószilárdsági és ütőmunka értéke [14]

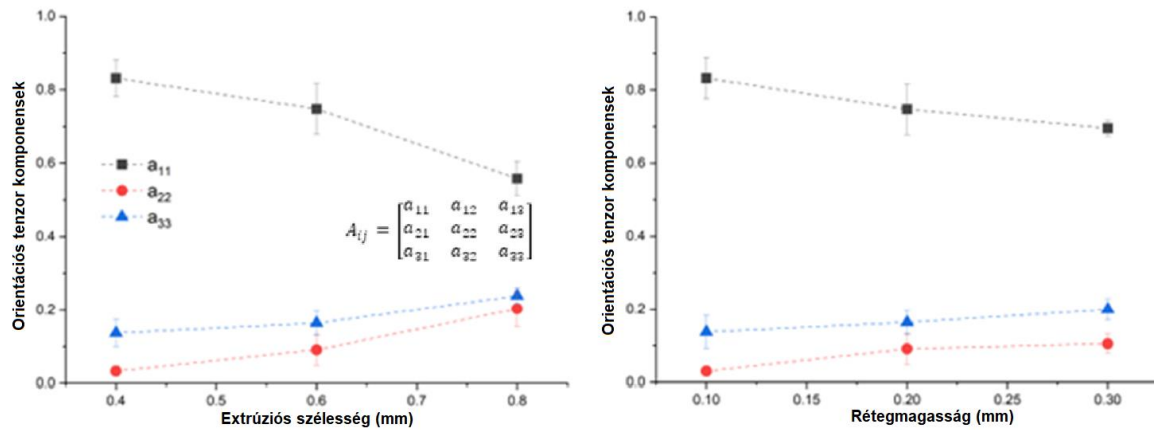
Az FDM technológia esetén ismert, hogy a rétegről-rétegre történő felépítés következtében a rétegek, valamint a lefektetett szálak között gyengébb kapcsolat alakul ki, mint a szálakon belül [15,16]. Delin és társa [17] az FDM technológiával feldolgozott kompozitok anizotrópikus viselkedését vizsgálták PLA, PETG, ABS alapanyagokkal és ezek kompozitjaival. Feltételezésük szerint a polimerbe töltött erősítőanyagok orientálódnak a lefektetett polimerszálak irányában, azonban ezeken kívül nem lépnek kapcsolatba a szomszédos szálakkal és rétegekkel. Ennek okán - mivel kevesebb polimer teremt kapcsolatot a szomszédos szálakkal - kompozitok esetében gyengébb rétegek közötti adhézióval kell számolni, azaz a technológia anizotróp viselkedése tovább erősödik. Delin és társa ezt 0°, 45° és 90°-os kitöltési irányokkal gyártott próbatestekkel vizsgálta, melyek esetében a terhelés iránya az építési irány volt. Ebből kiderült, hogy amíg a terhelési irányokban lefektetett

szálakkal rendelkező mintáknál minden esetben a szénszál erősítésű volt az erősebb (a terheléssel 0°-os szöget bezáró, azaz terhelési irányba fektetett szálakkal rendelkező minták), addig a terhelési iránytól eltérő kitöltési szögű mintáknál (mind +45° és -45° esetén, mind 90° esetén) már a töltetlenek voltak az erősebbek, azaz a szénszál-erősítés gyengíti a polimer szálak és – feltehetően – a rétegek közötti kapcsolatot is.



3. ábra Normál és szénszálás minták szakítóvizsgálati eredményei [17]

Jiongyi és társai [18] az FDM technológiával feldolgozott erősítőszálakat tartalmazó alapanyagok szálorientációját optikai mikroszkóppal vizsgálták. A gyakorlatban az erősítőszálakat gyakran a szálfektetés irányában orientálnak értelmezzük, azonban a valóságban az orientáltságuk csak részleges. Ennek igazolására különböző szálfektetés csomópontokban (mint például falak találkozása, vagy a rácsos szerkezetű kitöltés rácspontjai), valamint különböző extrudálási szélességek és rétegvastagságok mellett vizsgálták a szálak orientációját. Az orientáció meghatározására egy állandót alkalmaztak, mely 0 és 1 között változhat: 1-es érték esetében az erősítőszálak mindegyike a szálfektetés irányába orientált, 0 esetében az erősítőszálak a szálfektetés irányára merőlegesek. A tesztekhez mind PLA, mind ABS mátrixú filamenteket felhasználtak 15-15%-os száltartalom mellett. Eredményeik alapján minden minta orientált volt a nyomtatási irányban, azonban adott fúvóka átmérő mellett az extrudálási szélesség és a rétegvastagság növelésével is nagy mértékben csökkent az orientáció.



4. ábra Az extrúziós szélesség és rétegmagasság hatása az erősítőszál orientációra [18]

A lefektetett szálak esetében a szál belső magjában kisebb az orientáció, mint a szál külső, a többi lefektetett szállal érintkező területén. Vizsgálatra kerültek a 30-60-90-120°-os irányváltások is, melyek esetében bizonyításra került, hogy az erősítőszál orientáció a szög növekedésével nagy mértékben, 0,753-ról 0,646-ra csökken a 30°-os és 120°-os minták esetében [18].

Ahogy a korábban bemutatott kutatásokban megfigyelhető volt, a polimerben az erősítőszálak hossza nem egyforma, az minden esetben valamilyen eloszlást követ: az általános Gauss-féle eloszlásgörbe a rövidebb szálak felé tolódik el, ezek többségben vannak a hosszabb erősítőszálakhoz képest. Dayong és társai [19] kutatásukban a polimerfeldolgozás során tördelődő erősítőszálak eloszlását próbálta meg jellemezni már ismert eloszlásfüggvényekkel. Kísérletükhöz PA66 mátrixanyagot és 4,5 mm kezdeti hosszal rendelkező üvegszálat használtak fel, melyeket egy ikercsigás extruderrel kompaundáltak. A 4x10 mm keresztmetszerű próbatesteket fröccsöntéssel állították elő. A feldolgozás során a szálak többnyire a csiga, valamint az ömledék által keltett nyírások és a szál-szál interakciók miatt tördelődtek. A kapott próbatestekben megtalálható szálak eloszlása láthatóan nem normál eloszlást követett, Dayong és társai emiatt a Weibull, a módosított Weibull és a módosított Erlang eloszlás vizsgálatával foglalkozott. Eredményeik alapján lineáris ábrázolások esetén vizsgált függvények nagy pontossággal ($R^2 > 0,9$) közelítik a valós eloszlásokat, így ezek alkalmasak a száleloszlás jellemzésére.

2.2. Maradó szálhossz növelése

A kompozit anyagok egyik legkritikusabb jellemzője a szálhossz, amelynek növelésével jelentős mechanikai tulajdonság növekmény érhető el. Adott szálra és mátrix anyagra létezik egy kritikus szálhossz, amely felett a szál jól beágyazható, ezáltal a terhelést a szálak veszik fel, elkerülve a száلكihúzódást, így a lehető legjobb mechanikai tulajdonságok érhetőek el. A kritikus szálhossz alatt nem erősítő-, hanem töltőanyagról beszélhetünk [20]. A kritikus szálhossz meghatározására a Kelly-Tyson összefüggést alkalmazhatjuk:

$$L_c = \frac{\sigma_f d_f}{2\tau} \quad (1)$$

Ahol:

- L_c : a kritikus szálhossz [mm],
- σ_f : a szál szakítószilárdsága [MPa],
- d_f : a szál átmérője [μm],
- τ : nyíróerő a szál-mátrix határfelületen [MPa].

Emiatt a 3D nyomtató filament esetén is elkerülhetetlen a szálhossz növelése, a lehető legjobb mechanikai tulajdonságok eléréséhez.

Az iparban a 3D nyomtató filamentek gyártására az extrúzió a legelterjedtebb technológia. Ennek az eljárásnak a sajátosságai korlátot szabnak az elérhető legnagyobb száltartalomnak, valamint a maradó szálhossznak egyaránt. Az egyik legkritikusabb tényező a csiga fordulatszáma és a szálak benntartózkodási ideje. Domenek és társai [21] datolyapálma rostszálakkal erősített PP-t vizsgáltak. A PP mátrixhoz 20% szálát adták és 100 rpm csigafordulat mellett, $2 \frac{\text{kg}}{\text{h}}$ áramlási sebességgel extrudálták. Ezt követően 300 rpm fordulattal, változatlan áramlási sebesség mellett, majd 100 rpm-mel, de kétszeres áramlási sebességgel is gyártottak. A nagyobb fordulatszám a szálhosszt 37%-kal a szálátmérőt közel 30%-al csökkentette. Az áramlási sebesség növelése, ezáltal a szálak extruderben tartózkodási idejének csökkentése azonban a szálak kisebb mértékű, 9,8%-os maradóhossz növekedését eredményezte. Ugyanakkor ezen paraméterek csökkentésének gátat szab, hogy a szálak megfelelő diszperzióját biztosítani kell, ellenkező esetben mechanikai tulajdonságait tekintve inhomogén anyagot kapunk, amelynek az átmérője is változhat. Emellett a csiga konfiguráció, a zónák mennyisége és hőmérséklete és az etetés is befolyásolja a gyártott filament tulajdonságait.

A korábban taglalt extrúziós módszer összetettsége és a szálhossz felső korlátja miatt felmerült ennek a módszernek a kiváltása és a szálak és a mátrix direkt adagolása a 3D nyomtatás folyamata közben. Akkor beszélhetünk in situ impregnációról, amikor a polimermátrixot a fejben megömlesztjük, majd a szálra vezetjük és a fúvókában a nyomtatás pillanata előtt történik meg a szálak mátrixszal való átítatása. Li és társai [22] ezt a módszert alkalmazták, ezáltal tetszőleges geometriájú, folytonos erősítésű termék készíthető, amelynek mechanikai tulajdonságai is jelentősen javulnak a rövidszállal erősítettekhez képest. PLA mátrix és szénszál erősítés esetén rövidszállal mint a szakítószilárdsága 68 MPa volt, míg a folytonos szálakkal sikerült 80 MPa-os szakítószilárdságot elérni. A szálak előzetes felületkezelésével pedig képesek voltak 91 MPa-ra növelni ezt az értéket.

3. FELHASZNÁLT ANYAGOK, ALKALMAZOTT BERENDEZÉSEK

Ebben a fejezetben összefoglalom a kutatáshoz használt alapanyagokat és berendezéseket.

3.1. Felhasznált alapanyagok

A TDK dolgozatomhoz felhasznált alapanyag az egyik legnagyobb biopolimer gyártó termékcsaládjából került kiválasztásra. A NatureWorks Ingeo 4060D-t, ami 12,0% D-laktid tartalommal rendelkezik egy amorf alapanyag. Extrudált termékek készítésére alkalmas, megjelenése opálos, jó hőszigetelő képességgel rendelkezik [23].

A felhasznált szénszálak a Zoltek PX35 Type 48 vágott szálak voltak. A vágott szálak átlagos hossza 8 mm volt, az átmérője 7,2 μm . Felhasználásra került továbbá 6 mm hosszúságú vágott üvegszál is.

3.2. Alkalmazott berendezések és vizsgálati módszerek

3.2.1. *Yamato DKN-600*

A biopolimerek hajlamosak a nedvességfelvételre a hidrofил tulajdonságuknak köszönhetően, ezért hőhatással járó eljárás előtt fontos a szárításuk, különben a felvett nedvesség degradációhoz és pontatlan mérési eredményekhez vezethet. A polimerek nedvességtartalma például csökkenti a szilárdságot, merevséget, a T_g hőmérsékletet és növeli a szakadási nyúlást. Az alapanyag szárítását a Yamato DKN-600 szárítószekevényben végeztem. A gép hőmérsékletpontossága ± 2 °C. A 4060D alapú alapanyagokat 45 °C-on 8 órán keresztül szükséges szárítani.

3.2.2. *Ikercsigás extruder*

A polimer granulátumot, valamint a vágott és folytonos szálakat a LabTech Engineering Co., Ltd-től származó LTE 26-44 típusú ikercsigás extruder segítségével dolgoztam fel. A csiga L/D aránya 44.

3.2.3. *Granulálás*

Az extrudált PLA zsinór termékeket egy LabTech Engineering gyártótól származó LZ-120/VS típusú granulálóval granuláltam. A beállított granulátum vágási hossza 3,5-4 mm volt. A granuláló behúzási sebessége 40-60 m/perc volt.

A granulálás során a gép nem tudta tökéletesen – hossz mentén kis szórással – darabolni az anyagáramot, nagy ívvel rendelkező szakaszok esetén a gép nagyobb

darabokat is előállított a beállítottnál. Ezeket a darabokat a filamentgyártó egyenletes kihozatala érdekében eltávolítottam a granulátumok közül.

3.2.4. Szálhossz eloszlás meghatározása

A szálhossz eloszlás meghatározásához a filamentből ki kellett égetni a mátrixanyagot. Ehhez a Polimertechnika Tanszék Denkal 6B izzítókemencéjét használtam fel, mely maximum 1100 °C-os hőmérséklet elérésére képes. A mintákat 500 °C-on, 4 órán át égettem.



5. ábra Denkal 6B

A maradó szálhosszok eloszlásának meghatározására Keyence VHX-5000 (KEYENCE CORPORATION, Japán) mikroszkópot alkalmaztam VH-Z20UT VH optikával (20x-200x nagyítás). Szálakat üveglapon szárazan eloszlattam, majd felvételeket készítettem 40-szeres nagyítás mellett. A képeket a Keyence mikroszkóp szoftverével értékeltem ki, mintánként 200 db elemi szál hosszát mértem meg.



6. ábra Keyence VHX-5000

Rövidszál erősítésű polimereknél megfigyelhető, hogy az erősítőszálak szám és tömeg szerinti átlaga nem azonos, melynek oka, hogy az ilyen rendszereknél általában a rövidebb erősítőszálak többségben vannak, a feldolgozás során a száltöredezés hatására a hosszabb szálak nagy része darabolódik. A szám és tömeg szerinti átlagos szálhosszakat az alábbi összefüggéssel határoztam meg:

Szám szerinti átlag:

$$L_n = \frac{\sum n_i L_i}{\sum n_i} \quad (2)$$

Tömeg szerinti súlyozott átlag:

$$L_w = \frac{\sum n_i L_i^2}{\sum n_i L_i} \quad (3)$$

Ahol:

- L_i : az i szál hossza,
- n_i : a szálak száma

3.2.5. 3D nyomtatás

A próbatestek 3D nyomtatását a saját Original Prusa MINI+ (7. ábra) nyomtatómmal végeztem. A nyomtatót 0,8 mm-es, edzett acél fúvókával szereltem fel a szén és üvegszálak anyagok abrazív tulajdonságai miatt. A nagyobb fúvókát szintén indokolta, hogy a nagyobb erősítőszál száltartalommal rendelkező anyagok könnyen eldugítják a kis átmérőjű fejeket. A nyomtató maximális nyomtatási mérete 180x180x180 mm, maximális nyomtatófej és asztalhőmérséklete pedig 280°C, illetve 100°C. A próbatestgyártások esetén a következő beállításokat alkalmaztam:

- Rétegvastagság: 0,2 mm,
- Falak száma: 2 a szakító próbatestek esetében, 999 a Charpy próbatestek esetében (a 999 érték segítségével csak falakat használ a szeletelő, nem tesz 45°-os kitöltés mintát),
- Kitöltés: 100%,
- Nyomtatási sebesség: 20 mm/s,
- Fejhőmérséklet: 220 °C,
- Asztalhőmérséklet: 65 °C,
- Tárgyhűtés: 0%,
- Flow rate: 1,05.



7. ábra Original Prusa MINI+

3.2.6. Filament gyártás

A filamentek gyártását a Polimertechnika Tanszék 3Devo Precision 450 filament extruderével végeztem el. A berendezés maximális üzemi hőmérséklete 450°C, maximális alapanyagkihozatala körülbelül 0,7-1 kg/óra, a gyakorlatban alkalmazott kihozatala körülbelül 0,2-0,3 kg/óra. A berendezés alkalmas mind az 1,75 mm-es, mind a 2,85 mm-es filamentek gyártására. Az elérhető átmérőpontosság körülbelül 1,75±0,1 mm.

3.2.7. Charpy-féle ütve hajlító vizsgálat

A Charpy-féle ütve hajlító vizsgálatot a Polimertechnika Tanszék Ceast Resil Impactor Junior ütőművön végeztem el. A kalapács ütési energiája 2J volt. Az ütvehajlító szilárdságot a 4. összefüggéssel határoztam meg.

$$\alpha_v = \frac{A_n}{b * h} * 10^3 \quad (4)$$

Ahol:

- α_v : ütvehajlító szilárdság [kJ/m²]
- A_n : mintadarab eltöréséhez szükséges munka [J]
- b: próbatest szélessége [mm]
- h: próbatest vastagsága [mm]

3.2.8. Szakítóvizsgálat

A vizsgálatot a Polimertechnika Tanszék Zwick Z005 berendezésén végeztem. A mérőcella maximális terhelhetősége 5 kN volt. A két befogó fej kialakítása ék formájú, ami elősegíti a próbatest fixálását és gátolja a kicsúszását.

A mérés az ISO 527-2/5B [24] szabvány alapján történt. A mérés sebessége 5 mm/perc volt, a próbatestek befogási hossza 45 mm. A mérés során rögzített értékekből és eredményekből a húzófeszültséget (5. egyenlet) határoztam meg.

$$\sigma_M = \frac{F}{A} \quad (5)$$

ahol:

- σ_M [MPa] húzófeszültség,
- F [N] aktuális húzó erő a mérés során,
- A [mm²] a próbatest keresztmetszete

Valamint a szakadási nyúlás:

$$\varepsilon_M = \frac{L_M - L_0}{L_0} \cdot 100 \quad (6)$$

ahol:

- ε [%] szakadási nyúlás,
- L_0 [mm] próbatest eredeti hossza,
- L_M [mm] próbatest aktuális hossza a mérés során

$$E_h = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \quad (7)$$

ahol:

- E_h [MPa] húrmodulus,
- σ_2 [MPa] $\varepsilon=0,25\%$ nyúlás értékhez tartozó feszültség,
- σ_1 [MPa] $\varepsilon=0,05\%$ nyúlás értékhez tartozó feszültség,
- $\varepsilon_2=0,25\%$ nyúlás érték,
- $\varepsilon_1=0,05\%$ nyúlás érték.

3.3. Húzószilárdság becslése

A TDK dolgozatomban matematikai modellek segítségével is megbecsültem a kompozit alapanyagok szakítószilárdságát. Ha az átlagos szálhossz a kritikus szálhossz alatt van, akkor az erősítés korrekciójára a χ_1 szálhosszkorrekciós tényezőt vezethetem be. A nem állandó szálhosszakkal jellemezhető rendszerekben a χ_1 értékét a következő egyenlettel határozhatjuk meg [25]:

$$\chi_1 = \int_{L_{min}}^{L_{crit}} \left[\frac{l^2}{2L_{crit}L_{mean}} \right] f(l)dl + \int_{L_{crit}}^{L_{max}} \left[\frac{l}{L_{mean}} \right] \left[1 - \frac{L_{crit}}{2l} \right] f(l)dl \quad (8)$$

ahol:

- L_{mean} : az átlagos szálhossz [μm],
- L_{max} : a legnagyobb szálhossz [μm]
- L_{min} : a legkisebb szálhossz [μm]
- $f(l)$ a szálhossz eloszlás függvény

A matematikai modellezés másik korrekciós tényezője az orientációs korrekciós tényező (χ_2), amely orientált kompozitok esetén 1 értékre adódik. TDK dolgozatomban a kompozit filamenteket orientálnak értelmeztem [8].

A korrekciós tényezőkkal kiegészített matematikai leírás (módosított keverékszabály) a következő [25]:

$$\sigma = \chi_1\chi_2\sigma_f\nu_f + \sigma_m\nu_m \quad (9)$$

ahol:

- σ : a kompozit alapanyag szakítószilárdsága [MPa],
- σ_f : az alkalmazott erősítőanyag szakítószilárdsága [MPa],
- σ_m : az alkalmazott mátrix szakítószilárdsága [MPa],
- ν_f : az erősítőanyag térfogataránya [-],
- ν_m : a mátrix térfogataránya [-].

4. KÍSÉRLETI/FEJLESZTÉSI RÉSZ

Ebben a fejezetben bemutatom a TDK dolgozatom elkészítéséhez végzett munkámat.

4.1. Előkísérletek

4.1.1. Kereskedelmi forgalomban is elérhető alapanyagok

TDK dolgozatom elkészítéséhez néhány, a kereskedelmi forgalomban is kapható szénszálás alapanyag tesztelése mellett döntöttem. Fontos volt, hogy legalább egy szénszálás alapanyag biztosan a rendelkezésemre álljon töltetlen, azaz szénszál nélküli változatban is. A kereskedelmi forgalomban is elérhető anyagok közül a választásom emiatt a colorFabb nGen szériára esett, mely alapanyag elérhető natúr (fekete) illetve 10 m% szénszál tartalmú változatban is. Az nGen alapanyagok a gyártói adatlap szerint Eastman Amphora AM3300 mátrixanyag felhasználásával készülnek, mely a gyártói adatlap szerint egy kopoliészter, azonban ezen kívül pontos információk nem érhetők el hozzá. A termikus tulajdonságai, mint a lágyulási hőmérséklete (ASTM D 648 szabvány szerint, 66 psi terhelés esetén 71°C) és nyomtatási paraméterei alapján (230-240°C fej és 70-80°C asztalhőmérséklet, enyhe vetemedés és hidrophil tulajdonságok) valószínűleg valamilyen PETG alapú polimer lehet. A colorfabb nGen alapanyaghoz nagyon hasonlít a gyártó XT-CF20 alapanyaga, amely az adatlap szerint 20 m% szénszál tartalmú és az Eastman Amphora AM1800 mátrixanyag felhasználásával készül. Az AM3300 és AM1800 technikai adatlapjának összehasonlítása alapján a két alapanyag mechanikai tulajdonságai között nincs eltérés [26,27]. A colorFabb alapanyagok a hobbinyomtatás területén az egyik legjobb minőségű anyagnak mondhatók, a normál nGen filament bruttó ára megközelítőleg 50 euró/kg, míg a szénszálás változat bruttó ára körülbelül 67 euró/kg.

A 2. táblázat bemutatja, hogy a gyártói adatlapok szerint milyen paraméterekkel rendelkeznek az egyes anyagok.

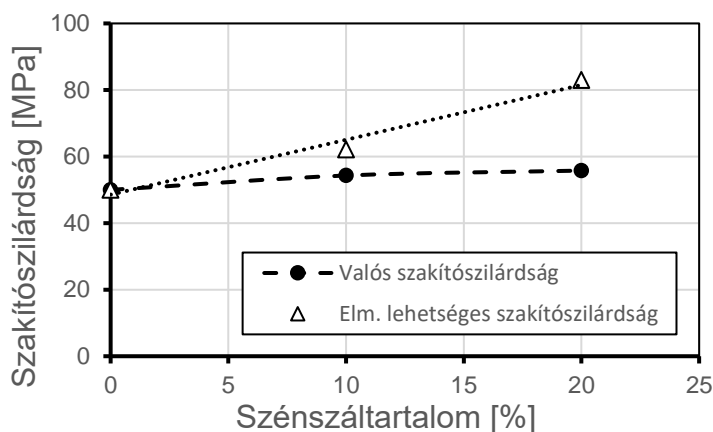
	Colorfabb nGen	Colorfabb nGen-CF10	Colorfabb XT-CF20
Alapanyag	Eastman Amphora AM3300	Eastman Amphora AM3300	Eastman Amphora AM1800
Szakítószilárdság [Mpa]	50	54,3	55,78
Rugalmassági modulus [MPa]	1800	2945,78	5143
Száltartalom [%]	-	10	20

2. táblázat A colorFabb anyagok főbb mechanikai tulajdonságai [25,26]

A technikai adatlapok alapján az alapanyagok szénszáltartalma ellenére a szakítószilárdságuk csak minimális mértékben nőtt, jelentős mértékű növekedés csak a rugalmassági modulus esetén volt megfigyelhető. Minden alapanyagból mintát vettem, a mintákból a már bemutatott kemence segítségével kiégettem a mátrixanyagot. A visszamaradt szálhosszokat megmérve azt tapasztaltam, hogy az nGen CF-10 alapanyagban visszamaradt szénszálak szálhossz szerinti átlagos hossza

megközelítőleg 83 μm , az XT-CF20 anyag esetében pedig 102 μm . Mindkét érték jelentősen elmarad a korábbi tanulmányokban [8] becsült, nagyjából 1 mm-es kritikus szálhossztól, ami magyarázhatja a csekély mértékű szakítószilárdság növekedést még 20 m% szénszál alkalmazásával is.

A visszamaradt szálhosszok és száeloszlás, valamint az alapanyag és a szálak elméleti szakítószilárdsága alapján a képletet (3.2.8. fejezet, 8. összefüggés) felhasználva ki lehet számolni az elméleti és maximális erősítés mértékét, valamint ezek alapján annak a tényezőjét, hogy a szál-mátrix kapcsolatot milyen hatékonysággal alkalmazza az alapanyag.



8. ábra Az nGen mátrixú alapanyagok lehetséges szakítószilárdságai

Az adatlapi adatok és a számítások alapján látható, hogy mind a 10 m% és 20 m% szénszálat tartalmazó minta jelentősen elmarad az elméletileg elérhető szakítószilárdságtól. A 10 m%-os minta esetében az elért erősítés az elméletileg lehetséges 35,4%-a, míg a 20 m% szénszálat tartalmazó minta esetén ez az érték csupán 17,5%. Ha Jiongyi és társai kutatása alapján [18] figyelembe vesszük az erősítőszálak lehetséges orientációját 0,8-as orientációs tényezővel számolva, akkor ez a két érték 49,3% illetve 23,72%-ra módosul.

4.1.2. Ipari felhasználásra szánt alapanyagok

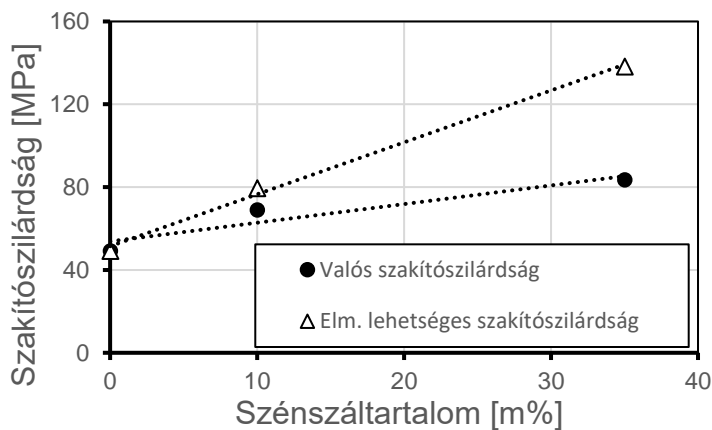
A otthoni felhasználásra szánt alapanyagok mellett lehetőségem volt megvizsgálni néhány ipari felhasználásra szánt filamentet is. A Stratasys által gyártott Nylon, Nylon-CF10 és Nylon 12CF anyagok Poliamid 12 alapú natúr és 10 m%, valamint 35 m% vágott szénszállal töltött alapanyagok. A filamentek technikai adatlapjai [28-30] alapján a főbb mechanikai jellemzők rendelkezésemre álltak (3. táblázat), a kapott alapanyagminták kiegészése után pedig meg tudtam mérni a filamentben található szénszálak hosszát.

	Stratasys Nylon 12	Stratasys Nylon-CF10	Stratasys Nylon-CF12
Szakítószilárdság [Mpa]	49,3	69,1	83,5
Rugalmassági modulus [MPa]	1510	4150	9460
Száltartalom [%]	0	10	35

3. táblázat A vizsgált Stratasys alapanyagok főbb paraméterei [28-30]

A mikroszkópos szálhosszvizsgálat alapján a 10 m% szénszálat tartalmazó CF10 alapanyagban a maradó szálak hosszának szám, valamint hossz szerinti átlaga 207, illetve 242 μm , míg a 35 m% szénszálat tartalmazó 12CF anyag eseténben 121 és 164 μm . A számadatokból igazolódott, hogy a száltartalom növekedése a növekvő szál-szál kölcsönhatások miatt a maradó szálhosszra kedvezőtlen hatással van. .

A visszamaradt szálhosszok és száeloszlás, valamint az alapanyag és a szálak elméleti szakítószilárdsága alapján a 7. összefüggést (3.2.8. fejezet) felhasználva ebben az esetben is ki lehet számolni az elméleti és maximális erősítés mértékét.



9. ábra A Stratasys Nylon alapanyagok valós és lehetséges szakítószilárdságai

A 10 m% szénszálat tartalmazó minta esetén unidirekcionális (nyomtatási iránynak megfelelő) orientációt feltételezve ($\chi=1$) a lehetséges erősítés 65,4%-át éri el az alapanyag. Ha a szakirodalom alapján [18] figyelembe vesszük a szálak orientációját is, akkor 0,8-as orientáció esetén ez az érték már 84,7%. A 35 m% szénszálat tartalmazó alapanyag már jobban eltér az ideálistól, ebben az esetben 38,4 és 50,3%-os értékekről beszélhetünk (9. ábra).

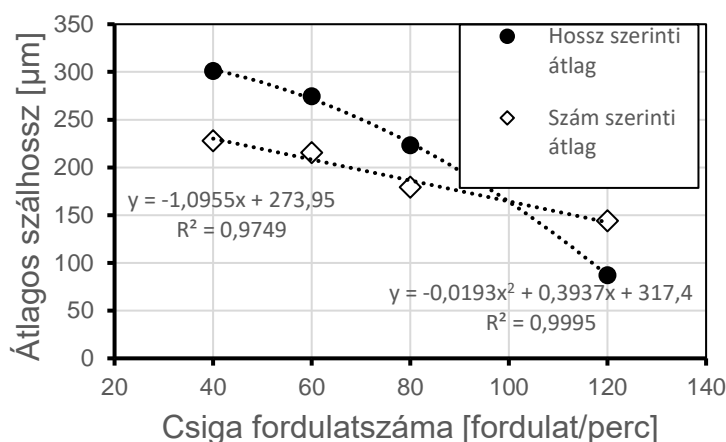
Látható, hogy a rövidszálas anyagok esetében az elméletileg lehetséges mechanikai tulajdonságok a gyakorlatban nem elérhetők, mert a szálrövidülés nagy mértékű, ezért az alapanyaggyártás technológiájával ezt a hatást tompítani kell. A munkám folytatásában szeretném megvizsgálni más technológiai paraméterek, mint a kompaundálás hőmérséklete és az egyes csigakonfigurációk hatását.

4.1.3. A kompaundálás csiga fordulatszámának hatása a maradó szálhosszakra

A TDK dolgozatom elkészítéséhez PLA mátrixba 8 mm-es szénszálakat adagoltam, majd iker csigas extruderrel kompaundáltam őket. Az így kapott zsinórterméket

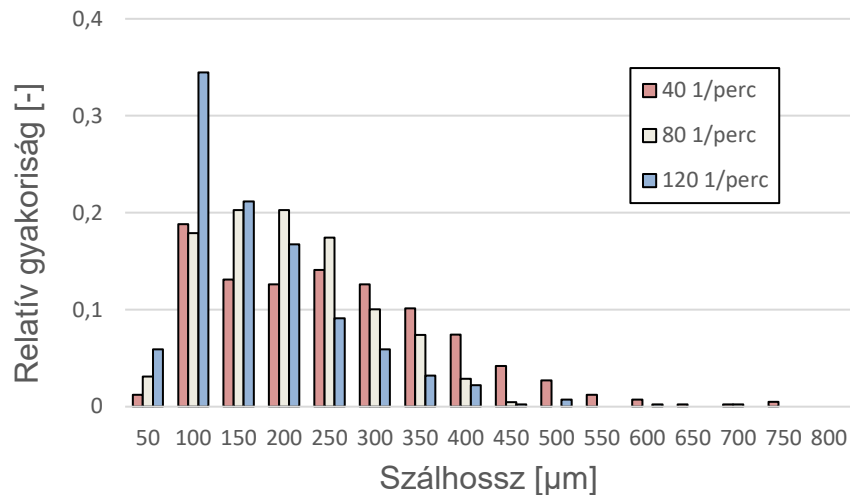
granulálóval a 3Devo filamentextruder számára is feldolgozhatóvá tettem. Ismert, hogy az ikercsigás extruder nagy kompressziós aránya és keverőelemei a technológiai paraméterek – mint a csiga fordulatszám vagy hőmérséklet – függvényében tördelik az erősítőszálakat. Előkísérletemben csak a csiga fordulatszámot vizsgáltam, mert ez az egyik legmeghatározóbb paraméter a száltördelődést tekintve [31].

Az általam vizsgált 40-80-120 fordulat/perc csiga fordulatszámok a felhasznált ikercsigás extruder ideális működési tartományába estek. Az egyes fordulatszámokon gyártott mintákat egy Denkal 6B kemence segítségével kiégettem, majd a Keyence optikai mikroszkóp segítségével 400-400 szálhosszmérést végeztem mintánkként. Az eredmények alapján (10. ábra) elmondható, hogy a fordulatszám hatására a megnövekedett a száltördelődés.



10. ábra A csiga fordulatszám hatása a maradó szálhosszakra

A szálhossz szerinti átlagos maradó szálhossz 40 és 120 fordulat/perc között 344%-kal, 301,2 µm-ről 87,4 µm-re csökkent. 120 fordulat/perc-nél a hossz szerinti átlag a szám szerinti átlag alá csökkent, ami azt jelzi, hogy a szálak túlnyomó többsége igencsak rövid, az erősítésben már nem tud aktívan résztvenni. Ezt bizonyítja a 11. ábra is, ahol látható az egyes minták száeloszlása. A növekvő csiga fordulatszámmal a szálhosszok hosszúságai a kisebb értékek felé tolódnak el, így a várható erősítés is csökken.

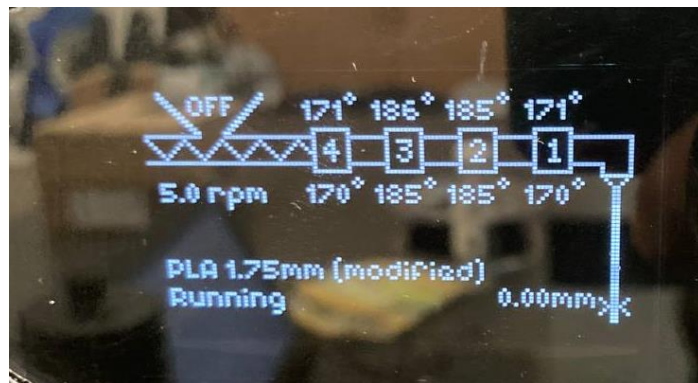


11. ábra A kompaundálás csigafordulatszámának hatása a maradó erősítőszál hossza

A 11. ábra eredményein látszik, hogy a szálhosszeloszlás nem a Gauss eloszlást követi, a szakirodalom [19] alapján a rövidszálerősítésű kompozitok százeloszlása más módon is jellemezhető lehet. Az eredményeket, valamint a gyártási időt és szükséges kihozatalt figyelembevéve a 60 fordulat/perc-es csigafordulatszám használata mellett döntöttem, az ezen a fordulaton mért átlagos szálhosszakot a 10. ábra már tartalmazza.

4.2. Filamentgyártás filament extruderrel

A filamentek elkészítéséhez a 3Devo Precision 450 filamentextrudert alkalmaztam. Az extruder hőmérsékletbeállításait a 12. ábra mutatja be. Az előkísérletek során szerzett tapasztalatok alapján az extrudercsiga fordulatszámát 3,3-5 fordulat/perc-re választottam meg.



12. ábra A 3Devo filament extruder hőmérsékletprofilja

A kisebb száltartalmú alapanyagok folyási tulajdonságai nem tértek el jelentősen a töltetlen polimerektől, azonban a nagyobb száltartalommal az egyenletes folyás szakadozó, egyenletlen folyássá változott, melynek hatására a mátrix és a töltőanyag szemmel láthatóan elvált egymástól. Ilyen esetekben a készülő filamentben elvékonyodó részek alakultak ki, gyakran szálszakadás történt (13. ábra).



13. ábra A filamentgyártás során a mátrixanyagban szegény részeken szakadás alakulhat ki

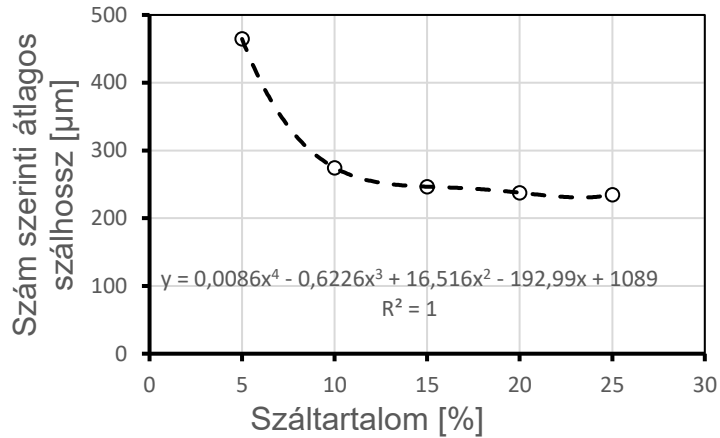
A próbagyártások során tapasztalati úton arra a következtetésre jutottam, hogy a növelt zónahőmérsékletek és csökkentett kihozatal (3,3 fordulat/perc csigasebességgel) segít megelőzni ezt a problémát. A zónahőmérsékleteket – különösen a töltetlen PLA-hoz képest – némileg megemeltem, a mátrixanyag viszkozitása csökkent és könnyebben körül tudta venni a szálakat, így a szálhúzáskor a szál és a mátrix nem vált el egymástól. A filamentgyártást a 3Devo berendezés DevoVision nevű szoftverével monitorozni tudtam. A fúvóka után található szenzor egy irányban méri a filament átmérőingadozását, továbbá a szoftverben monitorozható az extruder által felvett áram (amely közvetlenül utal az extruderben fellépő nyomásokra) és az egyes zónák hőmérséklete is.

4.3. A maradó szálhosszak átlagai

Ebben a fejezetben bemutatom a kompaundálás után az optikai mikroszkóppal végzett szálhosszmérések eredményeit.

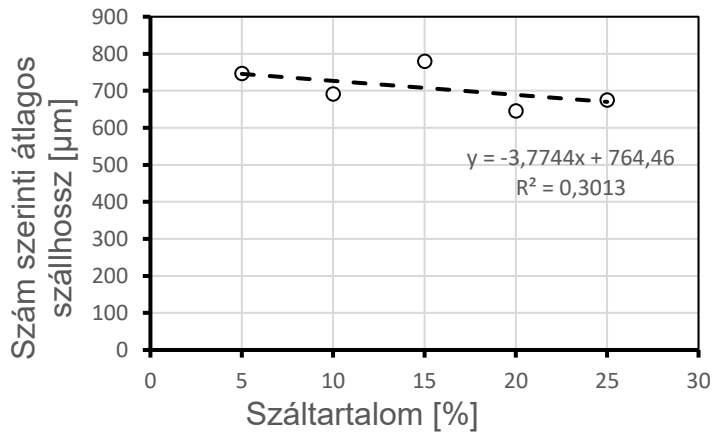
4.3.1. A száltartalom hatása a maradó szálhosszra

Méréseim alapján a növekvő szénszáltartalom esetén csökken a maradó szálhossz, melynek magyarázata lehet, hogy kompaundálás során a nagyobb száltartalmak esetén a szálak egymással érintkeznek így fokozva a tördelődést (14. ábra).



14. ábra Maradó szálhosszok szénszálerősítés esetén

Üvegszál esetén a jelenség nem annyira szignifikáns, mint szénszálak esetében, de a tendencia itt is megfigyelhető (15. ábra). A nagy mértékű eltérés abból következhet, hogy az üvegszálak jóval rugalmasabbak, mint a szénszálak, így a száltördelés is kisebb mértékben érinti ezeket.



15. ábra Maradó szálhosszok üvegszálerősítés esetén

4.4. Próbatetek 3D nyomtatása

Az elkészült alapanyagok teszteléséhez egy Original Prusa MINI+ nyomtatót alkalmaztam (3.2.5). A próbatetekből egyszerre 5-5 darabot gyártottam, minden próbatetből összesen 10 darabot. A próbatetek befoglaló mérete 75x12,5x2 mm, míg a vizsgát keresztmetszet 2x4 mm (16. ábra).



16. ábra A gyártott próbatest

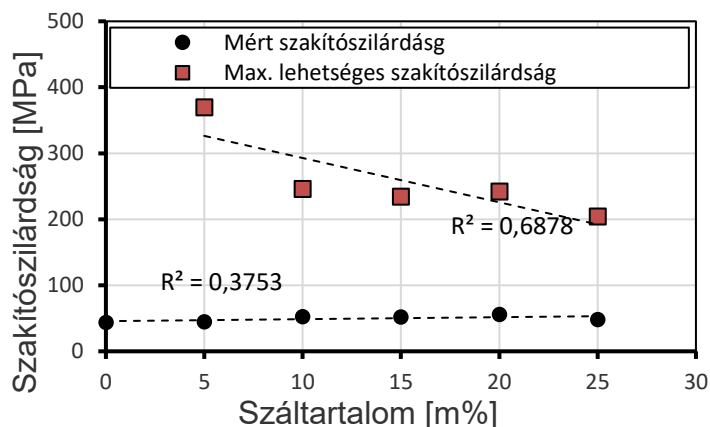
A 20-25% szénszáltartalmú filamentek annyira ridegnek bizonyultak, hogy nyomtatás közben több esetben is eltörtek a nyomtató PTFE csövében, egyes esetekben még a tekercsen. A többi alapanyag és próbatest gyártása közben nem merült fel probléma.

4.5. Mechanikai vizsgálatok eredményei

Ebben a fejezetben a mechanikai vizsgálatok eredményeit mutatom be.

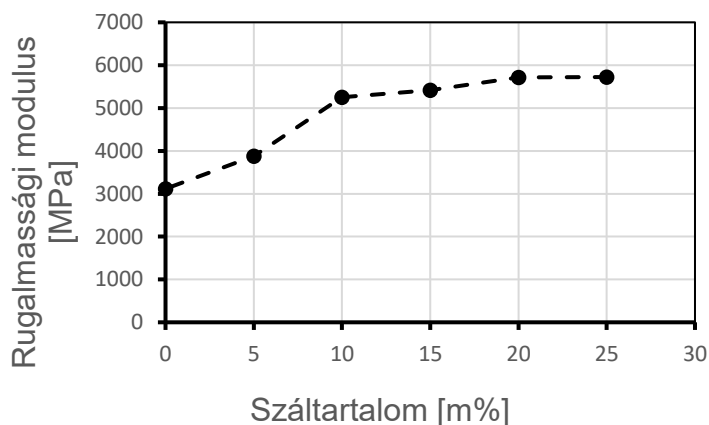
4.5.1. Szakítóvizsgálat

A szénszállal erősített PLA próbatestek szakítóvizsgálat eredményei alapján a szénszáltartalomnak van egy ideális maximum értéke, mely körülbelül 15-20 m% lehet: Az ilyen száltartalmú alapanyagok még könnyen tekerceselhetők voltak, a mérések alapján a legjobb mechanikai tulajdonságokkal ezek az alapanyag rendelkeztek. Nagyobb száltartalmak esetén a szénszálak olyan mértékű aprózódást szenvedtek, hogy nagy mértékben csökkent az erősítési képességük. A nem PLA mátrixhoz felületkezelt szálak, valamint a 3D nyomtatás során kialakuló hibahelyek miatt a lehetséges maximális erősítést nem sikerült megközelíteni, a legnagyobb mért szakítószilárdság 55,6 MPa volt a 20 m% szénszálat tartalmazó próbatestek esetén, míg a töltetlen referencia anyag szakítószilárdsága 43,92 MPa-ra tehető, ez körülbelül 26,5%-os erősítést jelent. A módosított keverékszabály alapján a szálorientációt is figyelembe véve a maximális elméleti szakítószilárdság 242 MPa lett volna a 20 m% szénszálat tartalmazó minták esetében, ami körülbelül 550% erősítést jelentene (17. ábra).



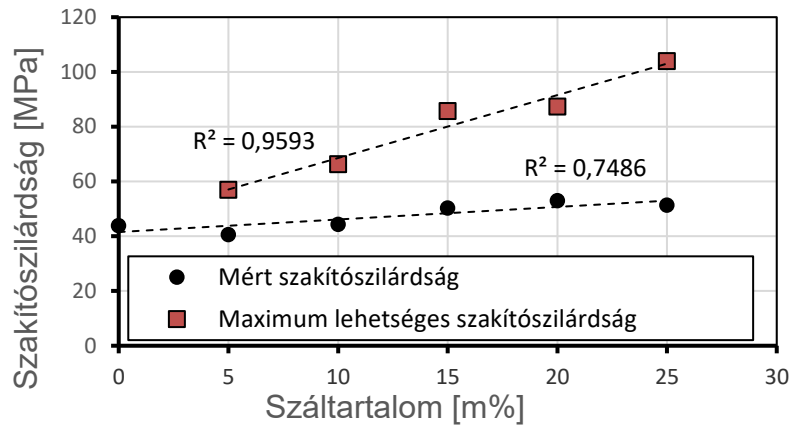
17. ábra Szakítószilárdság szénszálás anyagok esetén

A szakítóvizsgálattal meghatároztam az egyes mintákhúzó rugalmassági modulusát is. A szénszál erősítésű alapanyagok minden esetben felülmúlták a tiszta mátrixanyag modulusát, a növekvő szál tartalommal folyamatosan nőtt a modulus, a legnagyobb értéket a 25 m% szénszállal töltött minta érte el, melynek húrmodulusa 5,7 GPa volt. A 20 m% és 25 m% minták között szignifikáns eltérés nem volt, a modulusuk csak néhány MPa-ban tért el egymástól, tehát elmondható, hogy 20 m% szénszál tartalom felett nem érünk el szignifikáns javulást a mechanikai tulajdonságokban, a szakítószilárdság esetében még romlást is tapasztalhatunk (18. ábra).



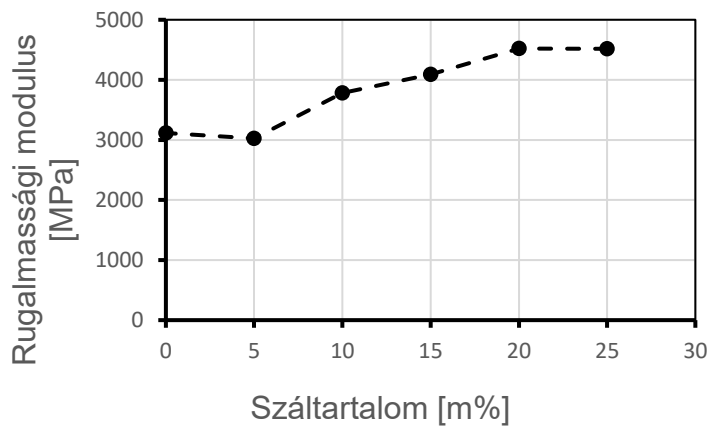
18. ábra A szénszállal töltött minták húrmodulusai

Üvegszálak adagolásával az erősítés mértéke elmaradt a szénszálás mintáknál tapasztalt értékektől, a legnagyobb szakítószilárdsággal a 20 m% üvegszál tartalmú minta rendelkezett (52,95 MPa), az elért erősítés mértéke az elméleti lehetséges erősítés 29,5%-a. Az 5% üvegszál tartalmú minta nem érte el a töltetlen mátrixanyag szakítószilárdságát, a mért átlagérték 40,56 MPa volt, míg a töltetlen 3D nyomtatott referenciaminták 43,92 MPa szakítószilárdsággal rendelkeztek.



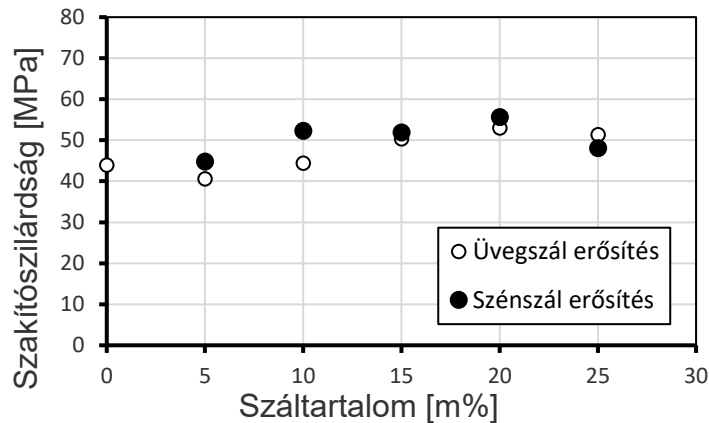
19. ábra Üvegszál erősítésű alapanyagok

Az üvegszál erősítésű minták esetén a szénszál mintákhoz hasonlóan 20 m% erősítőanyagig folyamatosan növekvő modulusértékeket figyelhetünk meg, a 20 m% és 25 m% minták között nincs szignifikáns eltérés. A legnagyobb húrmodulussal a 20 m% üvegszállal töltött minta rendelkezett 4,5 GPa értékkel. Az 5 m% üvegszállal töltött minta 3 GPa húrmodulusa nem érte el a töltetlen mátrixanyag húrmodulusát (20. ábra).



20. ábra Az üvegszállal töltött minták húrmodulusai

Az üveg és szénszállal töltött mintákat összehasonlítva láthatjuk, hogy bár az üvegszál minták jóval hosszabb maradó szálhosszal rendelkeztek azok erősítése nem érte el a szénszálakét (21. ábra). Ennek fő oka az lehet, hogy míg a szénszálak esetén a kritikus szálhossz a számításaim alapján körülbelül 1 mm, addig az üvegszálak esetén ez az érték körülbelül 4 mm.

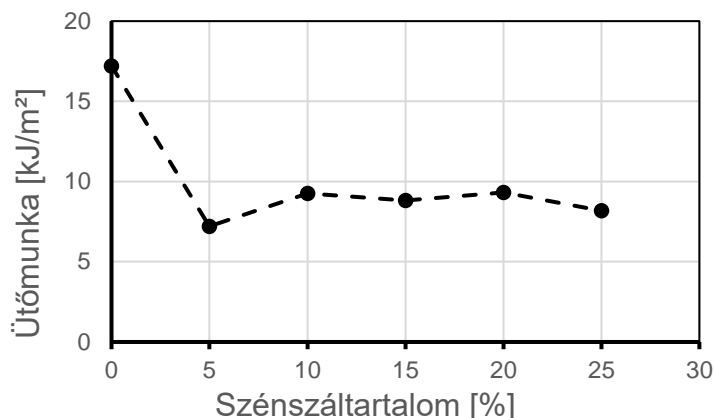


21. ábra Az üveg és szénszál erősítésű minták szakítószilárdságai

4.5.2. Charpy-féle ütvehajlító vizsgálat

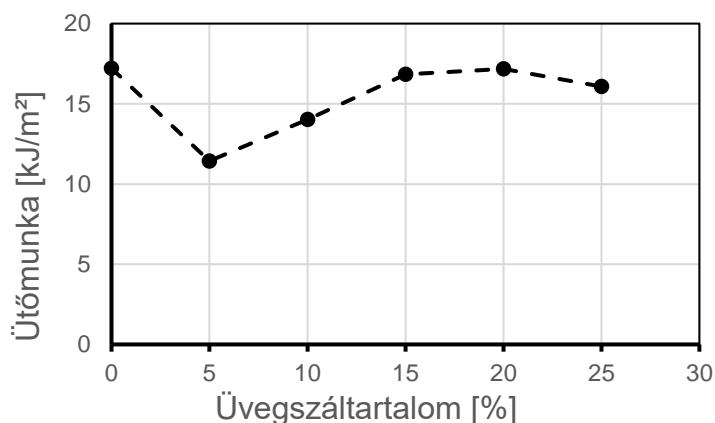
A próbatestek ütvehajlító vizsgálatát műszerezetlenül végeztem, így a próbatesteknek csak a fajlagos ütőmunkája volt számítható. A tesztek elvégzéséhez 2 J-os kalapácsot használtam, a minták bemetszetlenek voltak, mivel a tesztek nem indokolták a bemetszett próbatestek feszültségkoncentrációját, az alapanyagok könnyen törtek.

Mind a szén, mind az üvegszálat tartalmazó minták esetében elmondható, hogy az erősítőszál adagolásával csökkentettük a kiinduló mátrixanyag ütőmunkáját. A PLA 4060D alapanyag mért ütőmunkája 17,2 kJ/m² volt, mely egybevága a korábban tapasztalt értékekkel. Szénszálak adagolásával az ütőmunka drasztikusan csökkent, látszólag a szénszál mennyiségétől függetlenül (22. ábra), melynek oka a szénszálak ridegsége lehetett. Az 5-25% szénszállal töltött minták ütőmunkája 7,2-9,3 kJ/m² körül alakult minden minta esetében, a legnagyobb szórással az 5% szénszálat tartalmazó minta rendelkezett (1,25 kJ/m²). A szénszállal töltött minták mindegyike nagyon ridegnek bizonyult, ez a tulajdonság az alapanyag nyomtatás közbeni letekerrelődésekor is megfigyelhető volt: különösen a nagy szénszáltartalmú alapanyagok maguktól ridegen, gyakran több darabra törtek a nyomtatás során (még a nyomtatófej előtt). Tapasztalataim szerint az alkalmazhatóságot is figyelembe véve a legnagyobb megengedhető szénszálmennyiség 10-15%, ebben az esetben az alapanyag extrudálása, tekerrelése, nyomtatása is felhasználóbarát, nem igényel nagy körültekintést.



22. ábra A szénszállal töltött alapanyagok ütőmunkája

Az üvegszállal töltött alapanyagok esetén szintén megfigyelhető volt az ütőmunka csökkenése amikor az erősítőszál tartalom alacsony volt (5%), azonban nagyobb, 15-20% üvegszál adagolásával optimum látható: az alapanyag ütésállósága itt nagyobb, mint a kiinduló mátrixanyagé, de a mért átlagos ütőmunka sem marad el a mátrixanyag ütőmunkájától szignifikáns mértékben (23. ábra).



23. ábra Az üvegszállal töltött alapanyagok ütőmunkája

4.6. Mikroszkópos vizsgálatok

Szakítóvizsgálat után az egyes próbatesteket mikroszkóp alatt is megvizsgáltam. A 24. ábra egy 10% szénszáltartalmú próbatest töretfelületét mutatja be a Keyence optikai mikroszkóp felvételén. Látható, hogy a felületből kiálló szálak nagyfokú orientáltságot mutatnak, amely igazolja a 7. képletben alkalmazott orientációs tényező ($\chi_2 = 1$) közelítésének helyességét. A felületből kiálló szálak arra is utalnak, hogy a kompozit próbatest tönkremenetele száلكihúzóással történt, azaz a szál-mátrix kapcsolat nem volt megfelelő. Erre utal a fejezetben megállapított közelítés is, miszerint az elméletben maximális erősítés csak kis részét tudtam elérni a kompozit alapanyagaimmal. A jelenséget magyarázhatja továbbá a kritikus szálhossz alatti átlagos szálhossz is.



24. ábra 10 m% szénszálat tartalmazó minta mikroszkópos képe

4.7. Továbbfejlesztési javaslatok

A TDK dolgozatomban bemutatott eredmények alapján az FDM nyomtatással készülő próbatetek nehezen reprezentálják az alapanyagok mechanikai tulajdonságát: a nyomtatás során a falak és a kitöltés találkozásánál hibahelyek alakulhatnak ki, amelyek negatívan befolyásolják a mechanikai vizsgálatokat. A legnehezebben megoldható problémát az jelentette, hogy előállított próbatetek több esetben is a befogásnál törtek el, ahol a nyomtatás során a fej elkezdte lefektetni a szálát. Ennek egy megoldása lehet, ha a megszokottól eltérően nem a gyártás szerinti xy síkban gyártjuk a próbatesteket, hanem xz síkban, oldalra döntjük azokat, így a fűvóka megszakítás nélkül jár be egy-egy réteget.

Az alapanyagok mechanikai tulajdonságai minden esetben nagy mértékben elmaradtak az elméletileg lehetséges maximális értékektől. A mikroszkópos felvételek igazolták, hogy a próbatetek tönkremenetele az elkészült mikroszkópos felvételek alapján száلكihúzóddással történt, azaz a szál-mátrix határfelületen nem megfelelő kapcsolat jött létre. A szénszáltartalom növelésével nem értem el egyenesen arányos mértékben nagyobb szakítószilárdságot, sőt, 20-25% erősítőszál adagolásával már gyengülő mechanikai tulajdonságok jellemezték az alapanyagokat. A 20-25% szénszáltartalmú alapanyagok már tekerceselt állapotban is nagyfokú ridegséget mutattak, azok felhasználása nem volt kényelmes, kereskedelmi forgalomban ilyen minőségű alapanyagot nem lehetne hozni. A felsorolt tapasztalatok alapján a továbbfejlesztési javaslatom a száltartalom növelése helyett a szál-mátrix adhézió javítása, melyhez nagy mennyiségű szakirodalom áll rendelkezésre. Tapasztalataim

alapján a legnagyobb – még megfelelő kényelemmel használható – száltartalmú alapanyag 10-15% hosszú, a kritikus szálhosszt közelítő szénszálat tartalmazhat.

A kritikus szálhossz megtartása a feldolgozás során még kíméletes, alacsony fordulatszámú kompaundálás esetén sem volt lehetséges. A jövőben az ikercsigás extruder csigáinak olyan keverőelem elosztást érdemes választani, amely kisebb mértékben roncsolja az erősítőszálakat, de még megfelelő keverési arányt biztosít a homogén száleloszlás eléréséhez. A kompaundálás során az alacsonyabb csigafordulatszám és a növelt ömledékhőmérséklet segíthet csökkenteni az erősítőszálakat érő nyíróterheléseket.

5. ÖSSZEFOGLALÁS

Az AM technológiák egyre intenzívebb térnyerése miatt folyamatos igény mutatkozik arra, hogy újabb és újabb anyagok, illetve technológiák jelenjenek meg, hogy már ne csak prototípusokat, hanem készterméket is létre lehessen hozni. A polimer alapú 3D nyomtatás terén a kompozitok 3D nyomtatásának a megjelenése hozta meg az áttörést. Az FDM technológiával feldolgozott kompozitok előnye, hogy a technológia miatt az erősítőszálak a lefektetett szálakkal párhuzamosan orientálódnak, így ebben az irányban nagyobb erősítéssel számolhatunk. TDK dolgozatomban bemutattam az FDM technológiával is feldolgozható kompozit alapanyagok alkalmazását korlátozó tényezőket, mint a száltöredezés és a maximális száltartalom.

Megvizsgáltam több, a kereskedelmi forgalomban, valamint az iparban elérhető alapanyag száltartalmát, az erősítőszálak maradó hosszát. Az eredmények alapján matematikai modellel megbecsültem a lehetséges erősítést, amit az adott alapanyagban az erősítőszál el tudna érni. Az elérhető alapanyagok vizsgálat után 5-25 m% szén és üvegszál tartalommal saját filamenteket gyártottam, melyeken szintén elvégeztem a maradó szálhossz vizsgálatokat és az eredmények alapján megbecsültem a lehetséges erősítés mértékét is. A TDK dolgozat eredményeként meghatároztam a maximális száltartalmát, amivel még jól használható filament készíthető, valamint javaslatot tettem a 3D nyomtatott próbatetek módosított gyártási orientációjára így növelve a mechanikai vizsgálatok mérési pontosságát és meghatároztam a próbatetek tönkremeneteli formáját is.

6. FELHASZNÁLT FORRÁSOK

1. <https://www.3dnatives.com/en/wohlers-report-2023-double-digit-growth-additive-manufacturing-030420235/> (2023.05.20.)
2. L. Jyothish Kumar, Pulak M. Pandey, David Ian Wimpenny: 3D Printing and additive manufacturing technologies. Springer Ltd. (2019)
3. Ian Gibson, David Rosen, Brent Stucker: Additive Manufacturing Technologies 3D Printing, Rapid Prototyping, and Direct Digital Manufacturing. Springer Ltd. (2015)
4. <https://reprap.org/wiki/About> (2021.08.23.)
5. T. Wohlers, T. Gornet: History of additive manufacturing int. Wohlers Report (2016)
6. N.K. Kovács, A. Suplicz, J. G. Kovács: Gyors prototípusgyártás, mint újszerű fröccsöntő szerszámozási technológia int. Műanyag- és gumiipari évkönyv (2011)
7. Halil L. Tekinalp et al.: Highly oriented carbon fiber-polymercomposites via additive manufacturing int. Composites Science and Technology 105 (2014) 144-150
8. Cs. Tóth, N. K. Kovács: Comparison of the accuracy of analytical models for basalt fiber-reinforced poly(lactic acid) composites prepared by injection molding and fused filament fabrication int. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology (2022) 121:3999-4010, <https://doi.org/10.1007/s00170-022-09572-8>
9. Hull et al.: Effects of process variables on extrusion of carbon fiber reinforced ABS filament for additive manufacturing, Proceedings of the ASME 2015 International Manufacturing Science and Engineering Conference (2015).
10. Tekinalp, H. L. et al.: Highly oriented carbon fiber-polymer composites via additive manufacturing, Composites Science and Technology, 105, 144-150 (2014).
11. Siwon Yu et al.: Analytical study on the 3D-printed structure and mechanical properties of basalt fiber-reinforced PLA composites using X-ray microscopy int. Composites Science and Technology 175 (2019) 18-27
12. Zhenzen Quan et al.: Microstructural design and additive manufacturing and characterization of 3D orthogonal short carbon fiber/acrylonitrile-butadiene-styrene preform and composite int. Composites Science and Technology 126 (2016) 139-148
13. Natalie Coughlin et al.: Development and Mechanical Properties of Basalt Fiber-Reinforced Acrylonitrile Butadiene Styrene for In-Space Manufacturing Applications int. Journal of Composites Science 2019,3,89, doi:10.3390/jcs3030089

14. Sántha Péter, Tamás-Bényei Péter: Újrahasznosított szénszálát tartalmazó nyomtatófilament fejlesztése additív gyártástechnológiához, Polimerek magazin VIII. évfolyam 12. szám, 360-366 (2022)
15. V. Schöppner, K.P. KYP, Mechanical properties of fused deposition modeling parts manufactured with Ultem*9085, int: Proceedings of ANTEC 2011, Boston MA, May 2011, 2017.
16. Sung-Hoon et al.: Anisotropic material properties of fused deposition modeling ABS, Rapid Prototyping Journal 8 (4) (2002) 248-257.
17. Delin Jiang, Douglas E. Smith: Anisotropic mechanical properties of oriented carbon fiber filled polymer composites produced with fused filament fabrication, int. Additive Manufacturing 18 (2017) 84-94
18. Jiongyi Yan, Emrah Demirci, Andrew Gleadall: 3D short fibre orientation for universal structures and geometries in material extrusion additive manufacturing. Additive Manufacturing 69 (2023) 103535
19. Dayong Huang, Xianqiong Zhao: Novel modified distribution functions of fiber length on fiber reinforced thermoplastics. Composites Science and Technology 182 (2019) 107749
20. Czvikovszky T., Nagy P., Gaál J.: Polimer Kompozitok. in A polimertechnika alapjai, Műegyetemi Kiadó, Budapest, 413-416. (2007).
21. Sandra Domenek et al.: Extrusion and injection moulding induced degradation of date palm fibre - polypropylene composites. Polymer Degradation and Stability, 190, (2021).
22. N. Li et al.: Rapid prototyping of continuous carbon fiber reinforced polylactic acid composites by 3D printing. J Mater Process Technol, 238, 218-225 (2016).
23. https://www.natureworksllc.com/~media/Files/NatureWorks/Technical-Documents/Technical-Data-Sheets/TechnicalDataSheet_4060D_films_pdf (2023.10.21.)
24. <https://cdn.standards.iteh.ai/samples/4593/603deac0fb904e6490c6cfea266ff568/ISO-527-2-1993.pdf> (2023.10.21.)
25. Shao-yun Fu, Bernd Lauke, Y.-W. Mai: Science and engineering of short fibre reinforced polymer composites. Woodhead Publishing (2009)
26. <http://www.lookpolymers.com/pdf/Eastman-Amphora-AM1800-3D-Polymer.pdf> (2023.10.21.)
27. <https://c-3d.niceshops.com/upload/file/AmphoraAM3300-TDS.pdf> (2023.10.21.)
28. <https://www.stratasys.com/en/materials/materials-catalog/fdm-materials/nylon-12/> (2023.10.26.)
29. <https://www.stratasys.com/en/materials/materials-catalog/fdm-materials/nylon-cf10/> (2023.10.26.)

30. <https://www.stratasys.com/en/materials/materials-catalog/fdm-materials/nylon-12cf/> (2023.10.26.)
31. Funda Inceoglu, Julien Ville, Nessim Ghamri, Jean Laurent Pradel, Audrey Durin, Rudy Valette, Bruno Vergnes: Correlation Between Processing Conditions and Fiber Breakage During Compounding of Glass Fiber-Reinforced Polyamide. *Polymer Composites* (2011)