

AKÜ FEMÜBİD 23 (2023) 045705 (1019-1028)

AKU J. Sci. Eng. 23 (2023) 045705 (1019-1028)

DOI: 10.35414/akufemubid.1228239

Araştırma Makalesi / Research Article

Filament Eritme Yöntemiyle Üretilen PA12 ile Ticari PA12'nin Morfolojik, Termal ve Mekanik Özelliklerinin Karşılaştırılması

Serbay BEKTAŞ¹, Münir TAŞDEMİR²¹ Marmara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Polimer Bilimi ve Teknolojisi, İstanbul, Türkiye² Marmara Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, İstanbul, TürkiyeSorumlu yazar e-posta: serbaybektas@hotmail.com
munir@marmara.edu.tr

ORCID ID: 0000-0002-6777-3265

ORCID ID : 0000-0001-8635-7251

Geliş Tarihi: 02.01.2023

Kabul Tarihi: 03.08.2023

Öz

Polimer malzemeler, dünya ekonomisinin çeşitli alanlarında yaygın olarak kullanılmakta ve özellikleri hızla gelişmektedir. Eklemeli imalat (Eİ) gibi yeni teknolojilerin ortaya çıkışı, polimer malzemeler ve kompozitler için daha yüksek performans ve işlevsellik gibi ihtiyaçlar doğurmuştur. Polimer toz malzemeler, Eİ teknolojilerinde en çok kullanılan sarf malzemelerindendir ve ağırlıklı olarak seçici lazer sinterleme (SLS) teknolojisinde kullanılır. SLS, birbirini izleyen toz hammadde katmanlarını 3 boyutlu (3B) bilgisayar destekli tasarım modeline göre seçici olarak sinterleyerek 3B katı bileşenleri üreten bir toz yatağında füzyon işlemidir. Bu çalışmada; Poliamid 12 (PA12), fiber eritme yöntemi kullanılarak toz halinde üretilmiş ve masaüstü SLS sistemlerde kullanılmak üzere optimize edilmiştir. Yapılan çalışmada PA12, eriyik eğirme cihazında farklı çaplarda fiber iplikler haline getirilmiştir. Elde edilen fiber iplikler kesilerek ısıtıcı balon karıştırıcı içinde Polietilen Oksit (PEO) ile termal işleme tabi tutulmuş ve küresel forma yakın tozlar elde edilmiştir. Kurutma ve eleme işlemlerinden geçirilen bu tozlarla, açık parametreye sahip bir SLS (Seçici lazer sinterleme) 3B yazıcıda baskı alınmıştır. Toz numunelerine diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC), taramalı elektron mikroskopisi (SEM) ve elek analizi yapılmıştır. Baskı numunelerine ise; çekme, sertlik, darbe, yoğunluk, ergime akış indeksi (EAI), vicat yumuşama sıcaklığı testleri yapılmıştır ve numunelerin mikroyapı incelemesi için SEM analizi kullanılmıştır. Numunelerin testlerin sonuçları incelenerek ticari ve üretilen PA12'nin özellikleri karşılaştırılmıştır.

Anahtar kelimeler

SLS; Eklemeli imalat;
PA12; Fiber eritme

Comparison of Morphological, Thermal and Mechanical Properties of PA12 Produced by Filament Melting Method and Commercial PA12

Abstract

Polymer materials are widely used in various fields of the world economy and their properties are developing rapidly. The emergence of new technologies such as additive manufacturing (AM) has created needs such as higher performance and functionality for polymer materials and composites. Polymer powder materials are one of the most used consumables in EI technologies and are mainly used in selective laser sintering (SLS) technology. SLS is a powder bed fusion process that produces 3D solid components by selectively sintering successive layers of powder raw materials according to a 3D (3D) computer aided design model. In this study, Polyamide 12 (PA12) pellets were pulverized by fiber melting method and optimized for use in desktop SLS systems. In the study, PA12 was turned into fiber yarns of different diameters in the melt spinning device. The fiber yarns obtained were cut and subjected to thermal treatment with Polyethylene Oxide (PEO) in a heated balloon mixer and powders close to spherical form were obtained. These powders, which have undergone drying and sieving processes, were printed on an SLS (Selective laser sintering) 3D printer with open parameter. Differential scanning calorimetry (DSC), scanning electron microscopy (SEM) and sieve analysis were performed on powder samples. For printing samples; tensile, hardness, impact, density, melt flow index (EAI), vicat softening temperature tests were performed and SEM analysis was used for microstructural examination of the samples. The results of the tests of the samples were examined and the properties of commercial and produced PA12 were compared.

Keywords

SLS; Additive
manufacturing; PA12;
fiber melting

1. Giriş

Son 30 yılda artan kaliteli ve düşük maliyetli ürünlere olan talep, endüstride önemli değişiklikleri beraberinde getirmiştir. Bu durum üretici firmaların daha kaliteli, daha hızlı ve daha düşük maliyetli ürün üretime ihtiyacını doğurmuştur. Ürünlerin pazara çıkış süresini kısaltan hızlı prototipleme günümüzde kademeli olarak eklemeli imalata kaydırılırken, birkaç yıl öncesine kadar sadece düşük adetli özel parçaların üretiminde uygulanmaktaydı. Havacılık, uzay, denizcilik, kalıp imalatı ve takı imalatı gibi hemen hemen tüm uygulamalarda fonksiyonel parçaları hızlı üretmeye yarayan hızlı prototipleme sistemlerinde kullanılan malzeme biçimleri sıvı bazlı, katı bazlı ve toz bazlı olabilir (Caulfield vd. 2007, Chaudhari ve Patil 2016, Schmidta vd. 2015, Wang vd. 2020, Yuan vd. 2019).

Hızlı prototipleme sistemlerinden biri olan SLS, katmanlı ve toz bazlı bir lazer üretim yöntemi kullanarak bilgisayarlı 3B tasarımları fiziksel nesnelere dönüştürmek için kullanılır (Gomes vd. 2022, Schmid vd. 2015, Feng vd. 2019). Enjeksiyon kalıplama gibi geleneksel yöntemlere kıyasla SLS işlemleri tasarımdan üretime kısa çevrim süresi, yüksek geometrik özgürlük, özelleştirilmiş bileşenler ve az sayıda parçanın ucuz üretimi gibi birçok avantaja sahiptir (Salazar vd. 2014). SLS gibi toz yataklı eklemeli imalat sistemleri, erime ve kristalizasyon sıcaklıkları arasında yüksek sıcaklık farkı olan polimerler gerektirmektedir. Ayrıca SLS yöntemi ile üretilen parçaların rengi, kullanılan malzemenin rengi olduğundan ve işlem sırasında yalnızca homojen toz (veya toz kompozitler) kullanılabileceğinden çok renkli prototipler yapılamaz. Prototip parçaları çeşitli termoplastik, metal kompozit ve seramik kompozit tozları kullanılarak üretilebilir (Salazar vd. 2014, Williams ve Deckard 1998, Floersheim vd. 2009, Ming ve Gibson 1999). Poliamidler ve poliamid bazlı termoplastik kompozitler, SLS başta üzere toz yataklı eklemeli imalat sistemlerine özgü malzeme pazarının %95'ini oluşturmaktadır (Goodridge vd. 2012). PA12 diğer termoplastiklere ve hatta diğer poliamidlere kıyasla çok yüksek tokluğa, yüksek kimyasal dirence, yüksek yorulma direncine ve iyi tribolojik özelliklere sahiptir. SLS üretim sistemi için oldukça uygun bir

hammadde olan PA12 toz kalitesini iyileştirme ve işleme koşullarını optimize etme çabalarıyla birlikte özellikle havacılık ve otomotiv endüstrisinde nihai ürün haline gelmiştir (Goodridge vd. 2012, Salmoria vd. 2011, Salmoria vd. 2012, Bai ve Li 2011, Obsta vd. 2018). PA12'nin sahip olduğu geniş sinterleme penceresi, yavaşça soğumasını sağlar. Bu da parçaların bozulmasına neden olabilecek artık gerilimlerin birikmesini önlemek için yeniden kristalleşmesinin gecikmesine ve en aza indirilmesine neden olur. Poliamid bazlı tozların hazırlanması için emülsiyon polimerizasyonu, mekanik ezme ve solvent çöktürmeden oluşan üç farklı yöntem bulunmaktadır. Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde bu toz hazırlama yöntemlerinin yüksek sıcaklık, yüksek basınç koşulları, üretim sonrası dar ve pürüzlü parçacık geometrisi ve yüksek maliyet gibi dezavantajlara sahip olduğu görülmüştür (Kleijnen vd. 2019, Faselow vd. 2016, Yuan vd. 2019, Wang vd. 2015). Toz malzemelere dayalı bu Eİ tekniğinin verimli uygulanmasını kısıtlayan en önemli sorunlardan biri, iyi akışkanlığa ve geniş sinterleme penceresine sahip toz malzemelerin hazırlanmasında düşük maliyetli ve uygulaması kolay ideal bir yöntemin olmamasıdır. Boyutları kontrol edilebilen küresele yakın polimer tozları hazırlamak için yüksek verimliliğe sahip bir yöntemin kullanılması ve bunun masaüstü SLS 3B yazıcılara uygun hale getirilmesi gerekliliği ile bu tez çalışmasına başlanmıştır.

Yapılmış olan bir çalışmada; SLS yöntemi ile üretilen PA12'nin kısa ve düzensiz cam elyaf (ağırlıkça %25) takviyesi sonucunda yorulma çatlak büyümesi davranışını geliştirmek hedeflenmiştir (Salazar vd. 2014). Oda sıcaklığında (23°C) ve düşük sıcaklıklarda (-50 °C) yapılan testlerin sonuçlarında lif ilavesinin, yorulma çatlakları ilerlemesi sırasında çatlak oluşumunu bastırdığını gözlemlenmiş, düşük sıcaklıkta görülen yüksek yorulma direncinin, lifler ve matris arasındaki farklı termal genleşmeden kaynaklandığı tespit edilmiştir (Salazar vd. 2014).

Bir başka çalışmada; eriyik eğiirme yöntemi ile hazırlanan PA12 lifleri PEO matrisinde ısıtılarak elde edilen küresel yapıya sahip tozlar, SLS için uygun morfolojiye sahip hale getirilmiş, toz yapısının belirlenmesinde termal işlem sıcaklığının termal işlem süresine kıyasla daha etkili olduğu ortaya

koyulmuştur (Zhou vd. 2020). Buna göre lifleri yaklaşık 1 dk süreyle 220°C sıcaklığa eritmek ve ardından daha düşük bir sıcaklıkta tutmak, yüzey dalgalanmalarının hızlı bir şekilde başlamasına sebep olur ve liflerin dönüşüm sürecini büyük ölçüde hızlandırabilir (Zhou vd. 2020).

Bu çalışmada; PA12 tozunun hazırlanması için yeni ve verimli bir yonteme duyulan ihtiyacı gidermek amacıyla fiber eritme yontemi kullanılmıştır ve masaüstü SLS sistemlerinde kullanılmak üzere optimize edilmiştir. Yapılan çalışmada PA12, eriyik eğirme cihazında farklı çaplarda fiber iplikler haline getirilmiştir ve kesilerek ısıtıcılı balon karıştırıcı içinde PEO ile termal işleme tabi tutulmuştur. Uygulanan termal işlem sonucunda kesilen ipliklerden küresel forma yakın şekilde tozlar elde edilmiştir. Diyot lazerin yaydığı (700 nm-6000 nm) dalgalar, beyaz ve renksiz plastikler tarafından iyi emilemez. Bu nedenle dalga absorpsiyonunu artırmak için tozlar infrared absorpsiyon özelliği sunan boyar madde ile boyanmıştır. Bu işlem için kurutma ve eleme işlemlerinden geçirilen tozlar 2-[2-[2-chloro-3-[2-(1,3-dihydro-1,1,3-trimethyl-2H-benz[e]indol-2-ylidene)ethylidene]-1-cylohexen-1-yl]-ethenyl]-1,1,3-trimethyl-1H-benz[e]indolium 4-methylbenzenesulfonate (ADS830AT) isimindeki boyar madde ile karıştırılmıştır. Kullanıma hazır hale gelen tozlar açık parametreye sahip bir SLS 3B yazıcıda baskıya alınmıştır. Toz numunelerine DSC, SEM ve elek analizi yapılmıştır. Baskı numunelerine ise; çekme, sertlik, darbe, yoğunluk, EAİ, Vicat yumuşama sıcaklığı testleri yapılmıştır ve numunelerin mikroyapı incelemesi için SEM analizi kullanılmıştır. Numunelerin testlerin sonuçları incelenerek ticari ve üretilen PA12'nin özellikleri karşılaştırılmıştır.

2. Materyal ve Metot

2.1 Kullanılan Malzemeler

Yapılan çalışmada kullanılan Ticari PA12 tozu Sinterit (Polonya) firmasından temin edilmiştir. Bu tozun granüllerine ulaşamadığımız için muadili PA12 granülleri Arkema firması (Rilsamid AMNO P40TLD NATURAL) ve EMS-GRIVORY firması (Grilamid L25W20Y) tarafından temin edilmiştir. Ticari PA12 tozunun yoğunluğu 0,92 g/cm³, erime sıcaklığı 185°C'dir. Ayrıca Dupont firmasından temin edilen Polietilen Oksit (katı, Mw: 50000 g/mol) (POLYOX™ WSR N10) polimerlere çözücü bir ortam oluşturmak amacıyla kullanılmıştır. Diyot lazerin yaydığı (700 nm - 6000 nm) dalgaların polimer tarafından absorbe edilmesini sağlayan ADS830AT ticari isimli boyar madde American Dye Source firmasından temin edilmiştir.

2.2 Eriyik eğirme cihazında farklı çaplarda PA12 liflerinin üretilmesi

Poliamid, yapısında nem tutma özelliğine sahip olduğundan dolayı, granüller lif üretiminden önce 24 saat boyunca 100°C sıcaklıkta kurutulmuştur. Polimer lif üretiminde kullanılan eriyik eğirme cihazı için en uygun EAİ değeri 25-30 cm³/10dk olarak verilmiştir. Bu sebeple ideal viskozite değerine ulaşmak için farklı firmalardan temin edilen PA12 granülleri 1:1 oranında ilk olarak Patterson marka bir karıştırıcıda 15 dakika boyunca karıştırılmıştır. Elde edilen karışımda EAİ değeri 27 cm³/10dk olarak ölçülmüştür. Eriyik eğirme cihazında ölçüm pompasının hacim akış hızı ve sarım hızında değişiklik yapılarak farklı çaplarda lif üretimi gerçekleştirilmiştir. Eriyik eğirme cihazına ait üretim bilgileri Çizelge 2.1'de verilmiştir. Kullanılan cihazın vida çapı 20 mm ve uzunluk/çap oranı 30'dur. Ayrıca iplik üretimi 240°C sıcaklıkta gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 2.1 Eriyik eğirme işleminde pompa ve sarım hızına bağlı lif çapı değişimi

Metalik pompa hızı ve sarım hızı (rpm)	14/430	18/300	22/250	24/150	28/110	30/100
Lif çapı (mikron)	22	42	51	60	72	95

2.3 PA12 liflerinin termal işlemleri ve toz üretimi

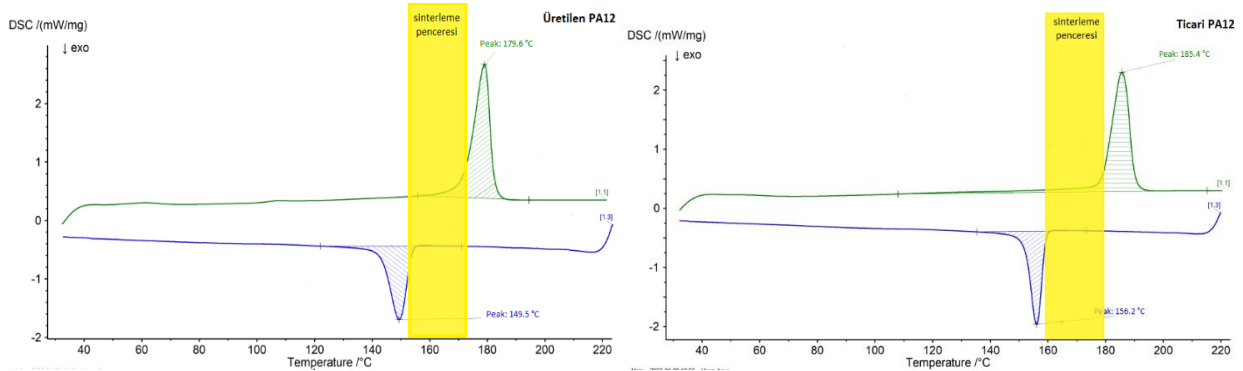
Lif üretiminin ardından farklı çaplardaki PA12 lifleri bir makas yardımıyla 1-5 mm uzunluklarında kesilmiştir. Nemi uzaklaştırmak için kesilen lifler 6 saat boyunca 100°C sıcaklıkta, PEO ise 2 saat boyunca 40°C sıcaklıkta etüvde kurutulmuştur. Kesilen parçaları toz haline getirmek amacıyla PEO ve PA12 lifi ağırlıkça 100:1 oranında 1000 ml'lik bir balon jöle içerisinde manyetik karıştırıcıda ısıtılmıştır. Karışım, ilk olarak PEO'yu eritmek için 160°C'ye ısıtılarak 20 dakika boyunca bu sıcaklıkta karıştırılmıştır. Daha sonra karışım 30 dakika boyunca 220°C sıcaklığa kadar kademeli olarak ısıtılmıştır. Termal işlem sırasında, erimiş liflerin Plateau-Rayleigh instabilitesi yoluyla PA12 küresel tozları elde edilmiştir. Oda sıcaklığına kadar soğutma yapılmasının ardından saf su ile ortam seyreltilerek PA12 tozları çöktürmüştür. Elde edilen PA12 tozları, 80°C sıcaklıkta 24 saat boyunca etüvde kurutulmuştur. SLS 3B yazıcıda kullanılabilmesi için PA12 tozları bir elek yardımıyla boyutları 100 mikrondan küçük olacak şekilde eilenmiştir. Kullanılan SLS 3B yazıcıdaki 808 nm'lik diyot lazerin yaydığı kızılötesi dalgaların PA12 tozları tarafından en verimli şekilde emilebilmesi için 10 gr ADS830AT, 350 ml metil alkol içinde çözünerek 2 kg toz ile karıştırılmıştır. Daha sonra metil alkolü uçurmak amacıyla 100°C sıcaklıktaki etüvde 2 saat boyunca ısıtılmıştır.

2.4 3B baskı ile test numunelerinin üretimi ve test yöntemleri

Ticari PA12 ve deneyler sonucunda üretilen PA12'e ait test numunelerinin üretimi için Sinterit Lisa SLS 3B yazıcı kullanılmıştır. Sinterleme penceresi, polimerin erime başlangıcı sıcaklığı ile kristalleşme başlangıcı sıcaklığı arasındaki bölgedir. Aslında bu alan katı ve sıvı olmak üzere iki fazın bir arada bulunduğu bir alandır ve SLS işleminin en güvenli yapıldığı sıcaklık aralığıdır. Geniş sinterleme penceresi, sinterlenmiş parçaların doğruluğunu artırabilir ve çarpılma deformasyonunu azaltabilir. Bu sebeple baskı parametreleri ayarlanabilir olan bu yazıcıda en uygun sıcaklığı bulmak için DSC analizi yapılmıştır. DSC sonuçları Çizelge 2.2'de ve analiz grafiği ise Şekil 2.1'de verilmiştir. Grafiklerde yeşil ile gösterilen ısıtma eğrisi, mavi ile gösterilen ise soğutma eğrisidir. Üretilen PA12'nin erime başlangıç sıcaklığı 173,1°C ve kristalleşme başlangıç sıcaklığı 153,4°C olarak ölçülmüştür. Ticari PA12'nin erime başlangıç sıcaklığı 179,7°C ve kristalleşme başlangıç sıcaklığı 159,6°C olarak ölçülmüştür. Buna göre üretilen PA12 için sinterleme penceresi genişliği 19,7°C iken ticari PA12 için 20,1°C bulunmuştur.

Çizelge 2.2 PA12 tozlarına ait DSC analiz sonuçları

Örnek	T _m (°C)	T _m başl. (°C)	T _c (°C)	T _c başl. (°C)	Sinterleme penceresi (°C)
Ticari PA12	185,4	179,7	156,2	159,6	20,1
Üretilen PA12	179,6	173,1	149,5	153,4	19,7



Şekil 2.1 PA12 tozlarına ait DSC grafiği

SLS 3B yazıcı ile üretilen ve ticari PA12 numuneleri için çekme testleri; Zwick Z010 markalı cihaz kullanılarak ASTM D638 Tip 1 standardına uygun olarak yapılmıştır. Beş numunenin ortalaması alınarak yapılan testlerde çekme hızı 50 mm/dk olarak ayarlanmıştır ve test sonuçlarına göre polimerlerin max. çekme mukavemeti ve elastiklik modülü değerleri elde edilmiştir. Yapılan çalışmalarda kullanılan darbe testi numuneleri 80x10x4 mm boyutlarında bir model tasarlanarak üretilmiştir. Çentiksiz olarak yapılan Izod darbe testinde 5,4 kJ'lük sarkaç kullanılmıştır ve test ASTM D256 standardına göre Zwick marka test cihazında yapılmıştır. ASTM D-1706-67 standardına göre yapılan sertlik testinde batma derinliğine bağlı olarak polimerin Shore sertlik değeri belirlenmiştir. Polimerlerin akışı hakkında yorum yapmamızı sağlayan EAİ testi ISO 1133 standardına göre Zwick marka test cihazında 2.16 kg yük altında 235°C sıcaklıkta yapılmıştır ve test sonuçları üç adet numunenin ortalaması alınarak hesaplanmıştır.

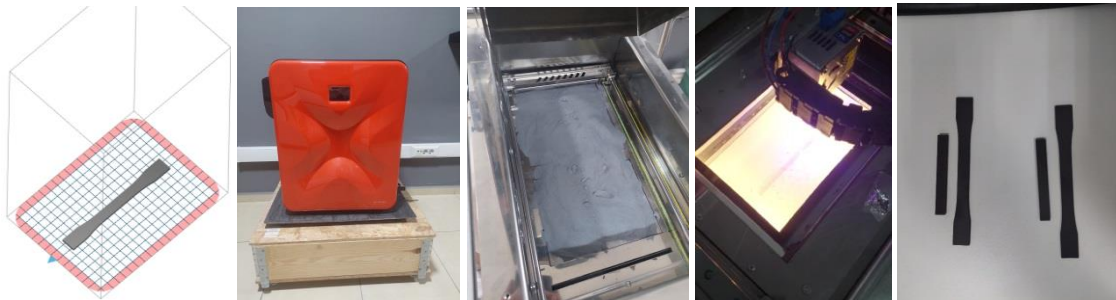
Üretilen PA12 numunelerinin termal özelliklerini belirlemek için HDT ve Vicat testleri sırayla ISO 75 ve ISO 306 standartlarına göre Devotrans marka test cihazında yapılmıştır. Tane boyutu dağılımını saptamak için yapılan elek analizi testinde Retsch AS 200 marka test cihazı kullanılarak numuneler, farklı mesh numaralarından oluşan elek düzeneğinde 15 dk boyunca sabit hızda titreşime maruz bırakılmıştır. Numunelerin yoğunluk tayini ISO 2781 standardına uygun olarak yapılmıştır. Elek analizi için 100°C sıcaklıkta 2 saat boyunca etüvde kurutulan PA12 tozlarından ilk olarak 100 gr tartılmıştır. Ardından tozlar 90-38 mikron aralığında farklı mesh büyüklüklerine sahip olan elek analizi cihazında 15 dk boyunca 60 rpm hızında titreşime maruz bırakılmıştır. Yapılan çalışmada kullanılan PA12 tozlarının üretimi ve 3B baskısına ait üretim şeması Şekil 2.2'de verilmiştir.



Lif üretim aşamaları



Toz üretim aşamaları



3B yazıcı baskı aşamaları

Şekil 2.2 Üretim aşamaları

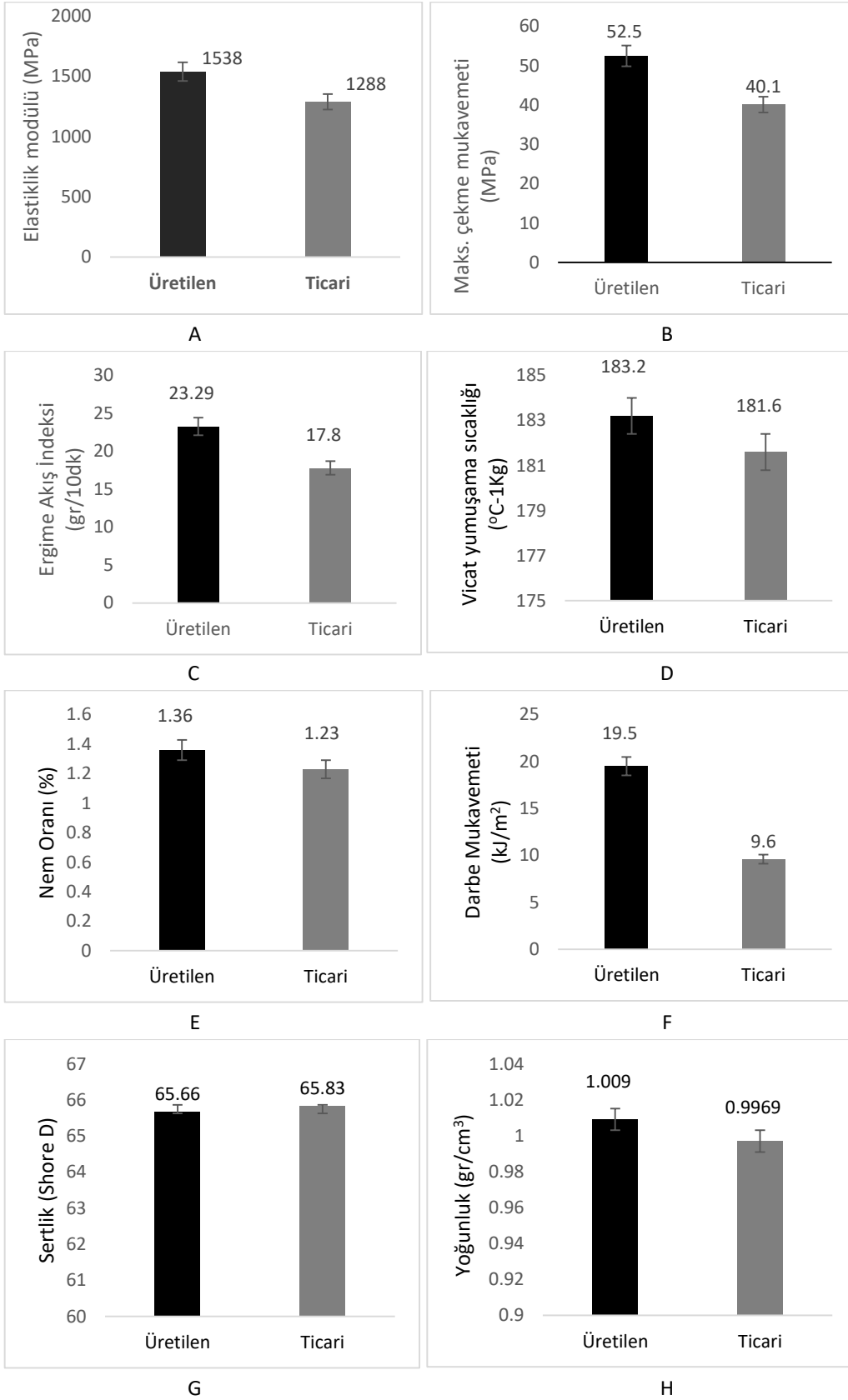
3. Bulgular

Yapılan test sonuçlarına göre ticari ve üretilen PA12'ye ait bazı özellikler Şekil 3.1'de verilmiştir. Şekil 3.1A'daki çekme testi sonuçlarından elde edilen elastiklik modülü değerleri incelendiğinde üretilen PA12'nin ticari PA12'ye kıyasla daha yüksek elastiklik modülü değerine sahip olduğu görülmüştür. Verilen değerlere göre üretilen PA12'nin elastiklik modülünün ticari PA12'den yaklaşık %19 oranında daha yüksek olduğu saptanmıştır. Maksimum çekme mukavemeti malzemelerin maksimum dayanabileceği mukavemet değerini ifade etmektedir. Şekil 3.1B'de verilen maksimum çekme mukavemeti değerleri incelendiğinde üretilen PA12'nin 52,5 MPa, ticari PA12'nin 40,1 MPa mukavemete sahip olduğu görülmüştür. Verilen değerlere göre üretilen PA12'nin maksimum çekme mukavemetinin ticari PA12'ye kıyasla yaklaşık %30 oranında daha yüksek olduğu saptanmıştır. Malzemelerin akışkanlığı hakkında yorum yapmamıza imkan sağlayan EAİ testi sonuçları Şekil 3.1C'de verilmiştir. Yapılan test sonuçları incelendiğinde üretilen PA12'nin daha akışkan özelliğe sahip olduğu görülmüştür. Üretilen PA'ye kıyasla daha viskoz yapıya sahip olan ticari PA12'nin EAİ değeri 17,8 g/10dk olarak hesaplanmıştır. Malzemenin yumuşamaya başladığı sıcaklığı ifade eden termal özellikleri belirlemede kullanılan vicat yumuşama sıcaklığına ait değerler Şekil 3.1D'de verilmiştir. Test sonuçları incelendiğinde üretilen PA12 ve ticari PA12'nin vicat yumuşama sıcaklığı arasında kayda değer bir fark görülmemiştir. Her iki PA12 arasında yaklaşık %0,8 oranında bir fark bulunmaktadır. Poliamid numunelerine bünyesinde tutabileceği nem miktarını belirlemek için nem tayini testi yapılmıştır. Yapılan test sonuçlarına ilişkin görselleri içeren Şekil 3.1E'deki grafik incelendiğinde üretilen PA12'nin %1,36 oranında, ticari PA12'nin %1,23 oranında nem çekme kapasitesine sahip olduğu görülmüştür. Nemin polimerlerin mekanik özelliklerinde olumsuz etkiye sahip olduğu düşünüldüğünde, üretilen

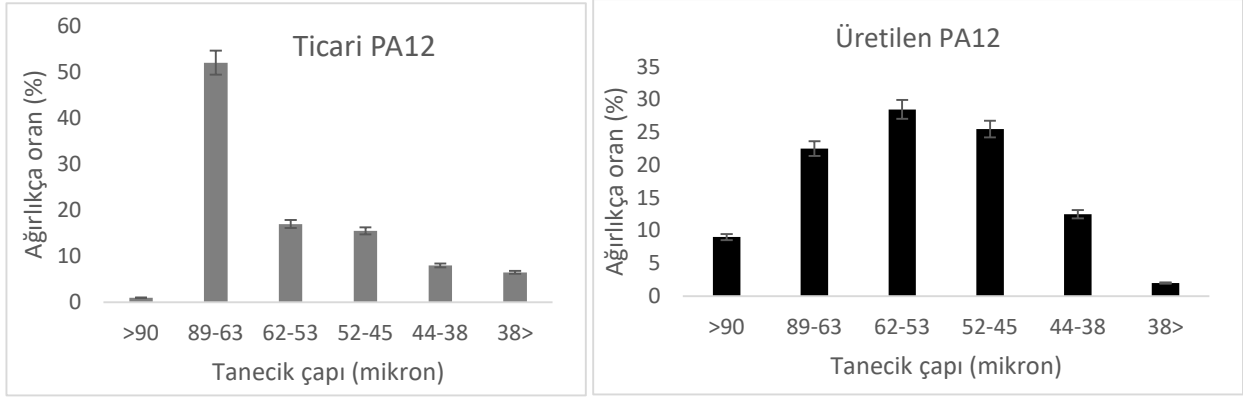
PA12'nin ticari PA12'ye kıyasla nem tutma açısından dezavantaja sahip olduğu görülmektedir. Numune üzerine uygulanan ani bir kuvvet sonucunda absorbe edebileceği yük miktarını hesaplamak için yapılan darbe testi sonuçları Şekil 3.1F'de verilmiştir. Verilen grafik incelendiğinde üretilen PA12'nin darbe mukavemeti değerinin ticari PA12'ye kıyasla yaklaşık %103 oranında daha yüksek olduğu görülmüştür. Şekil 3.1G'de verilen sertlik testi sonuçları incelendiğinde üretilen PA12 ve ticari PA12'nin sertlik değerleri arasında kayda değer bir değişiklik görülmemiştir. Her iki polimer arasında yaklaşık %0,2 oranında bir fark görülmektedir. Şekil 3.1H'de verilen yoğunluk değerleri incelendiğinde üretilen PA12'nin ticari PA12'ye kıyasla daha yüksek yoğunluğa sahip olduğu ve her iki polimer arasında yaklaşık %7 oranında bir artış görülmektedir. Yapılan çalışmada SLS 3B yazıcı ile numune üretimi için kullanılan PA12 tozlarının partikül boyutlarını belirleyen elek analizine ait sonuçlar Şekil 3.2'de verilmiştir. Ortalama partikül boyutunu belirlemek amacıyla her iki PA12 için 100 gram toz referans olarak alınmıştır. Ticari PA12 tozu; %1 oranında 179-90 µm aralığında, %52 oranında 89-63 µm aralığında, %17 oranında 62-53 µm aralığında, %15,5 oranında 52-45 µm aralığında, %8 oranında 44-38 µm aralığında ve %6,5 oranında 38≥ µm aralığında bulunan partiküllerden oluşmaktadır. Üretilen PA12 ise; %9 oranında 179-90 µm aralığında, %22,5 oranında 89-63 µm aralığında, %12,5 oranında 62-53 µm aralığında, %28,5 oranında 52-45 µm aralığında, %25,5 oranında 44-38 µm aralığında ve %2 oranında 38≥ µm aralığında bulunan partiküllerden oluşmaktadır. Üretilen ve ticari PA12 numunelerine ait SEM görüntüleri Şekil 3.3'te verilmiştir. Termal işlem görmüş PA12 elyafları düşük sıcaklıklarda arayüzey geriliminden kaynaklı olarak şekillerini büyük ölçüde korurlar. Termal işlem sırasında, erimiş PA12 liflerinin ara yüzey enerjisini en aza indirmek için Plateau-Rayleigh kararsızlığı tarafından yönlendirilen küresele yakın pürüzsüz yüzeye sahip mikro kürelere dönüştüğü görülmüştür. Ticari PA12'nin

SEM görüntüsü incelendiğinde çözültiden çöktürme yönteminden

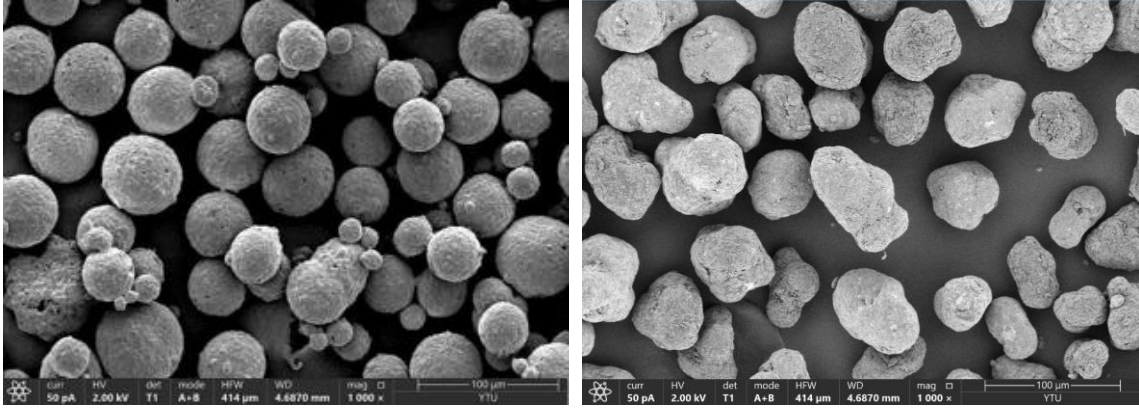
kaynaklanan patates gibi düzensiz partikül formunda olduğu görülmektedir.



Şekil 3.1 SLS yöntemi ile üretilen PA12 numunelerine ait özellikler



Şekil 3.2 PA12 tozlarının elek analizi sonuçları



Şekil 3.3 Üretilen ve Ticari PA12 numunelerine ait SEM görüntüleri

4. Tartışma ve Sonuç

SLS 3B yazıcıda baskı için eriyik eğirme yöntemi ile üretilen ve ticari PA12 tozlarının özelliklerinin karşılaştırıldığı bu çalışmada; çekme, sertlik, darbe, vicat yumuşama sıcaklığı, EAI, DSC, nem oranı tayini, yoğunluk testleri, partikül büyüklüklerini belirlemek için elek analizi, mikroyapı özelliklerini belirlemek için SEM analizi yapılmıştır. Yapılan çalışmalara ilişkin sonuçlar aşağıda verilmiştir. SLS 3B baskı yönteminde toz yüzeyinin pürüzlülüğü, boyut dağılımı ve tozun geometrisi malzemenin mekanik özellikleri üzerinde büyük etkiye sahiptir. SLS işlemi sırasında daha eriyik forma geçen tozlar heterojen bir dağılıma sahip ise küçük partiküller büyük partiküllerin arasına yerleşeceği için daha sıkı istiflenirler ve buna bağlı olarak malzemenin mekanik özellikleri artış gösterir. Elek analizi sonuçları ve SEM görüntüleri yapılan bu yorumu doğrulamaktadır, başka bir deyişle üretilen PA12 tozları ticari PA12 tozlarına kıyasla daha heterojen bir boyut dağılımına sahiptir. Bu çalışmada ortalama toz çapları 89, 62, 52, 44 µm olan üretilen PA12'ye

ait yoğunluk değeri 1,0042 g/cm³ olarak bulunmuştur. Çekme testi sonuçları incelendiğinde, fiber eritme yöntemi sonucunda üretilen PA12 numunelerine çekme mukavemetinde %30, elastiklik modülünde %19 oranında bir artış sağlamıştır. EAI 23,29 g/10dk olan üretilen PA12 numuneleri ticari PA12'ye kıyasla daha akışkan bir yapıya sahiptir. EAI sonuçları, fiber eritme yöntemi ile hazırlanan tozların yuvarlama, ekleme gibi ekstra bir son işleme ihtiyaç duyulmadan daha akışkan ve küresel bir yapıya sahip olduğunu doğrulamaktadır. Toz üretimi esnasında termal işlemler, liflerin morfolojik dönüşümünü etkilediği için kademeli ısıtma yapılmıştır. Yapılan tüm testler SLS PA12 tozlarının hazırlanmasında fiber eritme yönteminin ve liflere uygulanan kademeli ısıtmanın uygun ve verimli bir yöntem olduğunu doğrulanmıştır. Sonuçlar üretilen tozların, başarılı bir SLS işlemi için uygun olan üstün bir morfolojiye, akışkanlığa ve termal özelliklere sahip olduğunu gösterilmiştir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma Marmara Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi (BAPKO) tarafından desteklenmiştir. Proje no: FYL-2022-10566.

5. Kaynaklar

- Bai, P. and Li, Y., 2011. Preparation and properties of nylon composite powder by selective laser sintering. *Advanced Materials Research*, **152-153**, 326-329.
- Caulfield, B., McHugh, P.E. and Lohfeld, S., 2007. Dependence of mechanical properties of polyamide components on build parameters in the SLS process. *Journal of Materials Processing Technology*, **182**, 477-488.
- Choudhari, C.M. and Patil, V.D., 2016. Product development and its comparative analysis by SLA, SLS and FDM rapid prototyping processes. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. **149**, 1-8.
- Fanselow, S., Emamjomeh, S.E., Wirth, K.E., Schmidt, J. and Peukert, W., 2016. Production of spherical wax and polyolefin microparticles by melt emulsification for additive manufacturing. *Chemical Engineering Science*, **141**, 282-292.
- Feng, L., Wang, Y. and Wie, Q., 2019. PA12 Powder recycled from SLS for FDM. *Polymers*. **11**, 727-742.
- Floersheim, R.B., Hou, G. and Firestone, K., 2009, CFPC material characteristics and SLS prototyping process, *Rapid Prototyping Journal*, **15(5)**, 339-345.
- Gomes, P.C., Piñeiro, O.G., Alves, A.C. and Carneiro, O.S., 2022. On the reuse of sls polyamide 12 powder. *Materials*. **15(16)**.
- Goodridge, R.D., Tuck, C.J. and Hague, R.J.M., 2012 Laser sintering of polyamides and other polymers. *Progress in Materials Science*. **57(2)**, 229-267.
- Kleijnen, R.G., Schmid, M. and Wegener, K., 2019. Production and processing of a spherical polybutylene terephthalate powder for laser sintering. *Applied Science*, **9**, 1308-1325.
- Ming, L.W. and Gibson I., 1999. Possibility of colouring SLS prototypes using the ink-jet method. *Rapid Prototyping Journal*. **5(4)**, 152-153.
- Obsta, P., Launhardt, M., Drummer, D., Osswald, P.V. and Osswald, T.A., 2018. Failure criterion for PA12 SLS additive manufactured parts. *Additive Manufacturing*, **21**, 619-627.
- Salazar, A., Rico, A., Rodríguez, J., Segurado Escudero, J., Seltzer, R. and Cutillas, M.E.F., 2014. Fatigue crack growth of SLS polyamide 12: Effect of reinforcement and temperature. *Composites: Part B*, **59**, 285-292.
- Salmoria, G.V., Paggi, R.A., Lago, A. and Beal, V.E., 2011. Microstructural and mechanical characterization of PA12/MWCNTs nanocomposite manufactured by selective laser sintering. *Polymer Testing*, **30(6)**, 611-615.
- Salmoria, G.V., Leite, J.L., Vieira, L.F., Pires, A.T.N. and Roesler, C.R.M., 2012. Mechanical properties of PA6/PA12 blend specimens prepared by selective laser sintering. *Polymer Testing*, **31**, 411-416.
- Schmid, M., Amado, A. and Wegener, K., 2015. Polymer powders for selective laser sintering (SLS). *AIP Conference Proceedings*, **1664**, 160009-160014.
- Schmid, J., Sachsa, M., Blümela, C., Winzera, B., Tonia, F., Wirtha, K.E. and Peukert, W., 2015. A novel process chain for the production of spherical SLS polymer powders with good flowability. *Procedia Engineering*, **102**, 550-556.
- Wang, G., Wang, P., Zhen, Z., Zhang, W. and Ji, J., 2015. Preparation of PA12 microspheres with adjustable morphology and size for use in SLS processing. *Materials&Design*, **87**, 656-662
- Wang, Y., Xu, Z., Wu, D. and Bai, J., 2020. Current status and prospects of polymer powder 3D printing technologies. *Materials*, **13**, 2406-2425.
- Williams, J.D. and Deckard, C.R., 1998, Advances in modeling the effects of selected parameters on the SLS process. *Rapid Prototyping Journal*, **4(2)**, 90-100.
- Yuan, S., Shen, F., Chua, C.K. and Zhou, K., 2019. Polymeric composites for powder-based additive manufacturing: Materials and applications. *Progress in Polymer Science*, **91**, 141-168

Zhou, Y., Xi, S., Huang, Y., Kong, M., Yang, Q. and Li, G.,
2020. Preparation of near-spherical PA12 particles for
selective laser sintering via Plateau-Rayleigh
instability of molten fibers. *Materials&Design*, **190**.