

Burçin Kaygusuz

Orta Doğu Teknik Üniversitesi
Mikro ve Nanoteknoloji Bölümü
Ankara

Sezer Özerinç

Orta Doğu Teknik Üniversitesi
Makina Mühendisliği Bölümü
Ankara

3 Boyutlu Yazıcı ile Üretilen PLA Bazlı Yapıların Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi

3 boyutlu yazıcılar aracılığıyla üretilen bileşenler ve ürünler, otomotiv, biyomedikal, tekstil ve gıda sektörlerinde giderek artan oranda kullanılmaktadır. Bu yöntemle üretilen malzemelerin mekanik özelliklerinin anlaşılması, bu malzemelerin uygulamalarda verimli olarak kullanılması açısından önem taşımaktadır. Bu çalışmada, yaygın olarak kullanılan 3 boyutlu yazıcı malzemelerinden biri olan polilaktik asit (PLA) ile üretilen yapılarda, nozul sıcaklığı ve dolgu yoğunluğu gibi parametrelerin mekanik özelliklere etkisi incelenmiştir. Nozul sıcaklığı arttıkça üst çekme dayanımı artmış, dolgu yoğunluğu azaldıkça dayanım ve elastikiyet modülü kademeli olarak azalmıştır. Elde edilen bulgular, üç boyutlu yazıcı ürünü yapıların mekanik özellik, üretim süresi ve maliyet açısından optimize edilmesinde kullanılabilir bilgiler sunmaktadır.

Anahtar Kelimeler: eklemeli üretim, mekanik özellikler, polilaktik asit, eriyik yığıma modelleme

1. GİRİŞ

Geleneksel imalat yöntemleri, yaygınlaşan otomasyon sistemleri sayesinde aynı bileşenin bin ve üzeri sayılarda üretildiği uygulamalarda düşük maliyet ve tekrarlanabilir üretim sunar. Öte yandan, prototipleme uygulamalarında ve biyomedikal sektörüne yönelik üretimlerde çok sayıda farklı tasarımın düşük sayıda üretilmesine ihtiyaç duyulur. Bu tür durumlarda geleneksel imalat yöntemleri ekonomik olmamaktadır.

Eklemeli imalat (Eİ) bu kapsamda geleneksel üretim tekniklerinin dezavantajlarının giderilmesi için büyük potansiyel vaat eder [1]. Son yıllarda, birçok Eİ yöntemi arasından, Eriyik Yığıma Modelleme (EYM) yöntemi öne çıkmıştır. Özellikle polimer baskı teknolojisi sunan cihazların yaygınlaşması ve görece hızlı ve hassas üretim sunması bu noktada önemli rol oynamıştır [2]. EYM ile otomotiv, biyomedikal, biyoteknoloji, tekstil, gıda ve diğer birçok sektörde üretilen bileşen sayısı giderek artmaktadır [3].

EYM teknolojisi, filament geometrisindeki ham malzemenin ısıtılarak küçük çaplı bir nozul aracılığıyla bir numune tablasına sistematik şekilde aktarılmasına dayanır. Nozul, her katmanda katı modele göre dolu olması gereken koordinatlara

malzemeyi besler ve malzeme beslemenin hemen ardından soğuyarak katılır. Katmandaki tüm baskı işlemi tamamlanınca numune tablası bir katman yüksekliği kadar aşağıya hareket eder ve yeni katman ile üretim devam eder.

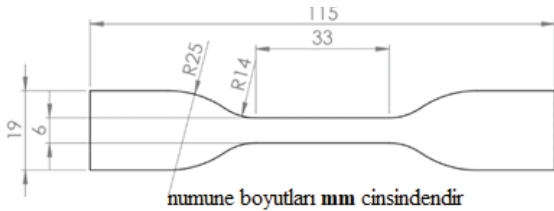
EYM ile üretilen bileşenler, aynı ham malzeme için, stereolitografi, seçici birikim katmanlama ve seçici lazer sinterleme gibi diğer birçok katmanlı üretim yöntemine göre, özellikle baskı yönündeki mekanik davranış açısından daha üstün özellikler sunar [1]. Bu yöntem ve türevleri ile termoplastik, fotopolimer, metal, hatta seramik malzemeler de basılabilmektedir [4]. Bu farklı malzeme grupları arasında günümüzde en yaygın olarak kullanılan gruplardan biri, bu çalışmaya da konu olan termoplastiklerdir [5].

EYM'de en yaygın kullanılan termoplastiklerden biri polilaktik asit (PLA). PLA, biyoyoumlu ve biyoçözünür özelliklerle olması ve düşük maliyeti ile öne çıkmaktadır [6] ve gıda paketlenme sektöründe (%60'a varan kullanım oranı [7]), kişisel bakım ürünlerinde, mutfak eşyalarında ve biyomedikal sektöründe en çok tercih edilen termoplastiklerden birisidir [8].

Üç boyutlu yazıcı ürünü yapıların mekanik özellikleri, katman kalınlığı, tabla sıcaklığı, nozul sıcaklığı, nozul çapı, dolgu yoğunluğu, basma yönü gibi parametrelere bağlı olarak değişir [9]. Dolayısıyla, basılan ürünlerden üstün mekanik performans elde edebilmek için baskı parametrelerinin optimize edilmesi gerekir. Bu çalışmada, EYM yöntemiyle PLA basımında, nozul sıcaklığı ve dolgu yoğunluğu parametrelerinin malzemenin içyapısına ve mekanik özelliklere etkisi incelenmiştir. Yapılan sistematik çalışma sonucunda en yüksek üst çekme dayanımı ve süneklik değerlerini sunan baskı parametreleri belirlenmiştir.

2. DENEYSEL DETAYLAR

Baskı işlemleri Ultimaker® 2+ yazıcı ile, 0.4 mm çaplı bir nozul kullanılarak yapılmıştır. Ham madde, 1.75 mm çapında, Oo-kuma Elite tarafından üretilen PLA filamenttir. Tüm numuneler ASTM D638-4 standardına uygun olarak “dogbone” çekme numunesi geometrisinde üretilmiştir [10]. Numunenin dış boyutları 115×19×3.2 mm olarak belirlenmiştir. 190–215°C aralığındaki dört farklı nozul sıcaklığı denenmiştir. Daha yüksek sıcaklıklarda PLA bozunmaya başladığından, 215°C üstü sıcaklıklarda baskı denenmemiştir. Her sıcaklık için 5 özdeş numune basılmıştır. Filament yazım yönü, yazım yönünün neden olduğu yöne bağlı özelliklerin en aza indirilmesi amacıyla çekme numunesi eksenine ile 45° açı yapacak şekilde ayarlanmıştır. PLA oda sıcaklığındaki bir tablanın üzerine de basılabilmekle beraber, tabla ısıtıldıkça malzemenin yüzeye yapışması artmakta, bu da geometrinin daha düzgün oluşturulmasını sağlamaktadır. Dolayısıyla baskılar esnasında tabla, tavsiye edilen bir sıcaklık olan 60°C’de tutulmuştur. Diğer baskı parametreleri Tablo 1’de gösterilmektedir.



Şekil 1. ASTM D638-4 standardı numune boyutları.

Farklı nozul sıcaklıklarının çalışılmasının yanısıra farklı dolgu yoğunluğu da sistematik olarak değiştirilmiştir. Farklı dolgu yoğunluğu çalışması için nozul sıcaklığı 190°C’ye sabitlenmiş, ve %10 – %100 hacimsel yoğunluk aralığı incelenmiştir.

Ultimaker Cura yazılımı, seçilen dolgu yoğunluğuna göre, önceden belirlenmiş bir algoritma ışığında, baskı hatları arasındaki boşlukları belirlemiştir. Hacimsel yoğunluk düştükçe baskı hatları arasındaki boşluk sistematik olarak büyümüştür.

Tablo 1. PLA malzemenin baskı parametreleri.

Nozul çapı (mm)	0.4
Filament çapı (mm)	1.75
Filament rengi	ten rengi (natürel)
Katman yüksekliği (mm)	0.2
Baskı hızı (mm/s)	50
Tabla Sıcaklığı (°C)	60
Nozul Sıcaklığı (°C)	190, 200, 210, 215
Dolgu Yoğunluğu (%)	10-100

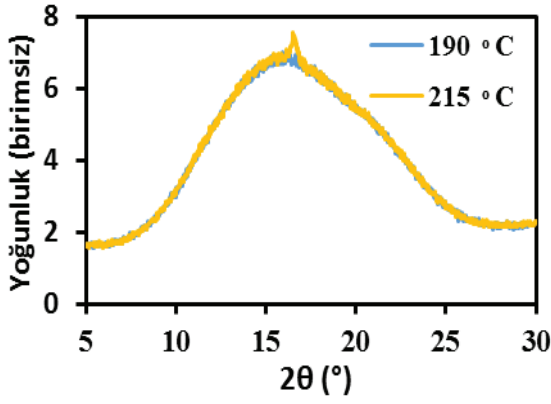
Nozul sıcaklığı, dolgu yoğunluğu ve mekanik özellikler arasındaki ilişkinin incelenmesi için ASTM D638-4 standardına uygun çekme testi numuneleri Zwick/Roell 250 markalı test cihazında 5 mm/dakika yer değiştirme hızında oda sıcaklığında test edilmiştir.

Farklı sıcaklıklarda basılan numunelerin kristal yapısı ve fazlarının incelenmesi için Rigaku Ultima IV X-ışını kırınımı cihazı kullanılmıştır ve ölçümler aynı numuneler üzerinde mekanik test sonrası yapılmıştır. Tarama hızı 2°/dakika, tarama aralığı 0–40° olarak belirlenmiştir. Kırılma yüzeylerinin morfolojisini ayrıntılı olarak incelemek için QUANTA 400F Field Emission taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır. Mikroskop, 20 kV gerilim ile ve 3.5–5 nokta boyutu aralığında çalıştırılmıştır. Numuneler iletken olmadıkları için inceleme öncesi 10 nm kalınlığında altın-paladyum ile kaplanmıştır.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

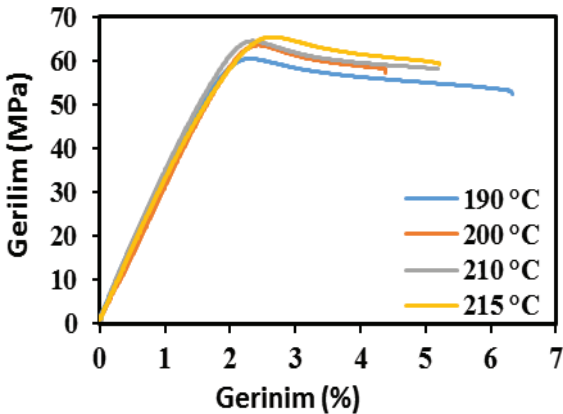
Şekil 2, 190° ve 215°C’lik nozul sıcaklığında basılmış numunelerin XRD sonuçlarını göstermektedir. 200°C ve 210°C’deki ölçümler 190°C ile benzer sonuçlar vermiştir bu yüzden şekilde gösterilmemektedir.

Şekilde, her iki sıcaklık için de görülen geniş ve düşük yoğunluğa sahip tepecikler numunelerin amorf yapıda olduğunu göstermektedir. 215°C numunesinde yaklaşık 16°’de konumlanmış ufak ilave tepecik, bu numunede kısmi bir kristallenmeye işaret etmektedir. Fakat bu tepeciğin yoğunluğuna bakılarak kristallenmenin oldukça sınırlı olduğu söylenebilir.



Şekil 2. Farklı nozul sıcaklıklarında basılmış PLA'nın XRD spektrumu.

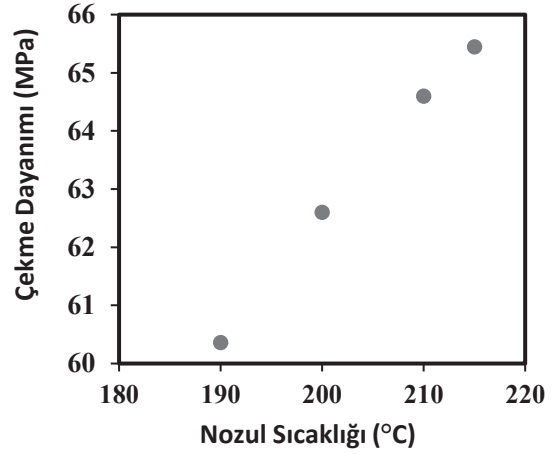
Farklı nozul sıcaklıklarında basılmış olan malzemelerin çekme testi sonucu elde edilen gerilim-gerinim eğrileri Şekil 3'te gösterilmektedir. Her nozul sıcaklığı için 5 numune üzerinde ölçüm yapılmıştır, fakat şekli anlaşılır kılmak için ortalama davranış gösteren birer sonuç gösterilmektedir. Numunelerin elastik şekil değiştirme kısmında, grafikte önemli bir fark yoktur. Dolayısıyla elastikiyet modülü nozul sıcaklığına bağlı olarak gözlemlenebilir ölçüde değişmemektedir. Numunelerin üst çekme dayanımı ise nozul sıcaklığı ile değişmektedir. Bu değişimi daha net ortaya koymak için Şekil 4, 5'er numunenin ortalaması alınmış üst çekme dayanımı verilerini nozul sıcaklığına bağlı olarak göstermektedir. İncelenen sıcaklık aralığında üst çekme dayanımı artan nozul sıcaklığının ile %10'a varan oranda artmaktadır.



Şekil 3. Farklı nozul sıcaklıklarına göre gerilim-gerinim eğrileri.

Mekanik davranış açısından bir başka önemli nokta da numunelerin sünekliliğidir. Şekil 3, 190°C numunesinin kopma noktasındaki toplam uzama miktarının diğer numunelerden fazla olduğunu

göstermektedir. Öte yandan 210 ve 215°C'deki numuneler arasında gözlemlenebilir bir fark yoktur. Dolayısıyla, genel olarak düşük nozul sıcaklığının yüksek süneklilik, yüksek nozul sıcaklığının da yüksek mukavemet sağladığı söylenebilir.



Şekil 4. Farklı nozul sıcaklıklarına göre üst çekme dayanımı değerleri.

Nozul sıcaklığının artırılması ile, beslenen yeni katman bir önceki adımlarda basılan katmanlarla temas ettiğinde daha yüksek bir arayüzey sıcaklığına neden olmakta, bu da katmanların birbirlerine olan yapışmalarını ve kaynaşmalarını artırmaktadır. Bu nedenle artan nozul sıcaklığı, kullanılan malzemenin bozunma sıcaklığını aşmamak kaydıyla yapıdaki boşlukları ve kusurları azaltarak mekanik özellikleri iyileştirmektedir. Süneklilikteki düşüşün ise farklı nozul sıcaklıklarının yol açtığı içyapı değişimlerinden kaynaklandığı düşünülmekle beraber, nedeni tam olarak anlayamamıştır. İlerideki çalışmalarda yapılacak diferansiyel taramalı kalorimetre ölçümleri malzemedeki kristallik oranını daha hassas bir şekilde ortaya koyarak bu soruyu daha iyi cevaplayacaktır. Test edilen numunelerin çekme dayanımı 60-70 MPa seviyesindedir. Elde edilen bulgular literatürdeki çalışmalarla uyumludur. Örneğin Wittbrodt vd., 190 ve 215°C'de bastıkları PLA'da sırasıyla 54 ve 57 MPa'lık bir üst çekme dayanımı tespit etmişlerdir [11]. Tymrak vd. ise kapsamlı çalışmalarında PLA için farklı koşullarda 55-62 MPa aralığında üst çekme dayanımı bulmuşlardır [9]. Bu noktada farklı üreticilerin termoplastik özellikleri geliştirmek için farklı katkı maddeleri kullandıkları ve bunun da mekanik özellikleri belli oranlarda değiştirdiği göz önüne alınmalıdır. Ayrıca, parçanın basma yönü de mekanik özellikler üzerinde etkilidir. Nozulun çekme yönüne paralel yöndeki hareketi ile basılan parçalar, çekme yönüne dik olarak basılan parçalara göre daha yüksek çekme dayanımlarına sahiptirler. 45°'lik baskı açısında ise ortalama bir mukavemet gözlemlenmektedir.

Şekil 5, dolgu yoğunluğunun mekanik davranışa etkisini gerilim-gerinim eğrileri aracılığıyla göstermektedir. Dolgu yoğunluğu arttıkça, elastikiyet modülü ve üst çekme dayanımı artmaktadır. Her numune için tekrarlanan deneyler ışığında ortalama mekanik özellikler, Şekil 6'da özetlenmektedir. %100 yoğunluğa sahip olan numune %20'lik numunenin yaklaşık iki katı üst çekme dayanımına sahiptir. Dolayısıyla birim kütle başına dayanım düşünlüğünde düşük dolgulu numuneler ilk bakışta daha verimli görünmektedirler.

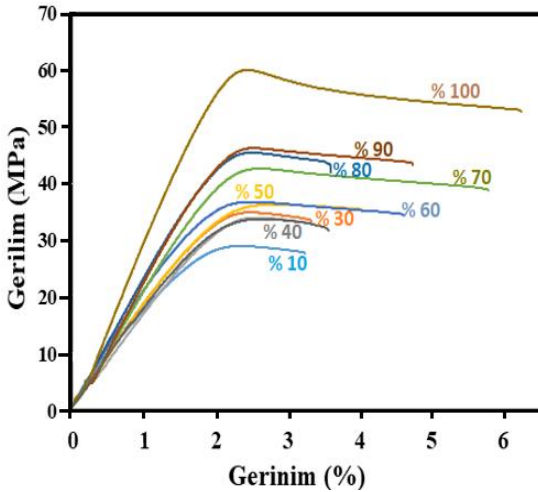
Gözenekli malzemelerin mekanik özellikleri, gözenek morfolojisine bağlı olarak aşağıdaki denklem ile modellenir [12].

$$\frac{\sigma}{\sigma_s} = C \left(\frac{\rho}{\rho_s} \right)^n \quad (1)$$

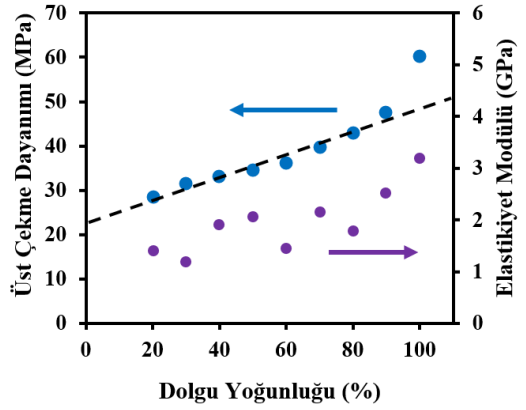
Bu denklemde, σ , %100 doluluğa sahip malzemenin akma dayanımı, ρ ise bu malzemenin kütle yoğunluğudur. σ_s ve ρ_s ise gözenekli malzemenin özellikleridir. C ve n deneysel sabitlerdir. Bu model ışığında, Şekil 6'daki veriler aşağıdaki denklem ile modellenmiştir:

$$\frac{\sigma - 22.7 \text{ MPa}}{60.5 \text{ MPa}} = 0.45 \frac{\rho}{\rho_s} \quad (2)$$

Burada orijinal denklemden farklı olarak, yoğunluk %0'a yaklaştıkça, akma dayanımı 0'a yaklaşmamaktadır. Bunun temel nedeni, EYM'de yaygın olarak kullanılan baskı algoritmasıdır. EYM tekniğinde, her katmanda, geometrinin dış hatları %100 doluluk oranına sahip olacak şekilde basılmakta, bu sayede üretilen parçanın yüzey kalitesinin ve boyutsal hassasiyetlerin korunması amaçlanmaktadır. Bu nedenle çekme testi esnasında, malzemenin bu dış yüzeyi, malzemeye ilave bir mukavemet sağlamaktadır.



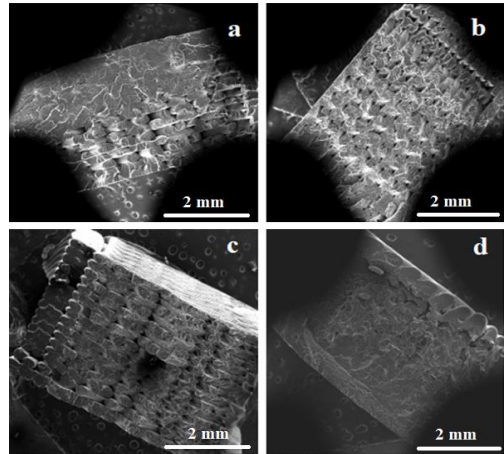
Şekil 5. Farklı dolgu yoğunluklarına göre gerilim-gerinim eğrileri.



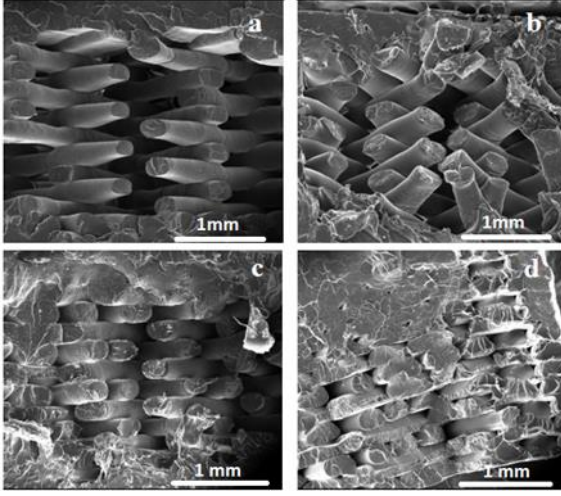
Şekil 6. Farklı dolgu yoğunluklarındaki numunelerin ortalama elastikiyet modülü ve üst çekme dayanımı değerleri. Kesik çizgi modelin öngörüsünü göstermektedir.

Kırılma morfolojisini daha iyi anlamak için, taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır. Şekil 7 ve 8 farklı nozul sıcaklıklarında ve farklı dolgu yoğunluklarında basılmış ve çekme testi uygulanmış numunelerin kopma bölgelerinin elektron mikroskobu görüntülerini göstermektedir. Şekil 7'de nozul sıcaklığı arttıkça yapıda boşlukların azaldığı ve gerilim yığılmasına yol açabilecek kusurların ortadan kalktığı görülmektedir. Buna bağlı olarak numunelerin mekanik dayanımı artmıştır.

Şekil 8'de ise düşük yoğunluklu baskılarda, çekme yönünde yükü taşıyan fiber sayısının önemli ölçüde düştüğü görülmektedir. Bu nedenle mühendislik gerilimi bazında hesaplanan çekme dayanımı, yoğunluk azaldıkça düşmüştür.



Şekil 7. Farklı nozul sıcaklıklarında, %100 dolgu yoğunluğunda basılmış numunelerin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri (a. 190°C, b. 200°C, c. 210°C, d. 215°C).



Şekil 8. Farklı dolgu yoğunluklarında, 190°C'de basılmış numunelerin kopma yüzeylerinin taramalı elektron mikroskopu görüntüleri (a. %40, b. %60, c. %80, d. %100).

Elde edilen sonuçlar, EYM uygulamalarında baskı süresi, ağırlık ve mekanik özelliklerin optimizasyonu hakkında fikir vermektedir. Örneğin sadece %20'lik dolgu yoğunluğuna sahip numuneler, %100 yoğunluktaki numunelerin %50'sine varan bir dayanım sunmaktadırlar. Dolayısıyla yüksek üretim hızı ve düşük ağırlık gerektiren uygulamalarda düşük dolgu yoğunluğu avantaj sunmaktadır. Öte yandan, yüksek darbe dayanımı ve sünekliliğin önem taşıdığı durumlarda, genel olarak yüksek dolgu yoğunluğunun tercih edilmesi önerilebilir (bkz. Şekil 5).

SONUÇLAR

Bu çalışmada EYM yönteminde yaygın olarak kullanılan polilaktik asit (PLA) ile gerçekleştirilen baskılarda nozul sıcaklığının ve dolgu yoğunluğunun içyapıya ve mekanik özelliklere etkisi incelenmiştir.

Nozul sıcaklığının değişimi malzemenin amorf yapısında önemli bir değişikliğe yol açmamış, sadece 215°C'deki baskılarda kısmi bir kristallenme gözlemlenmiştir. Öte yandan nozul sıcaklığı ve dolgu yoğunluğu mekanik özellikleri önemli ölçüde etkilemiştir. Nozul sıcaklığı arttıkça yapıdaki boşluklar azalmış ve buna bağlı olarak çekme dayanımı artmıştır. Öte yandan elastikiyet modülü nozul sıcaklığı ile önemli bir değişiklik göstermemiştir. Dolgu yoğunluğunun düşürülmesi ise, hem akma dayanımını, hem de elastikiyet modülünü önemli ölçüde azaltmıştır.

Önümüzdeki dönemdeki çalışmalarda, dolgu oranının mekanik davranışa etkisi, farklı dolgu yapıları için sonlu elemanlar analizi çalışmalarıyla

incelenecek ve elde edilecek bilgiler ışığında daha üstün mekanik özellikler sunan dolgu yapıları geliştirilecektir. Bunun yanı sıra homojen olmayan baskı morfolojilerinin mekanik özelliklere etkisi daha ayrıntılı olarak incelenecektir.

TEŞEKKÜR

Numune hazırlanmasındaki katkılarından ötürü ODTÜ Makina Mühendisliği lisans öğrencisi Onat Aşık'a, malzeme analizlerindeki katkılarından ötürü ODTÜ Merkez Laboratuvarı'na, ODTÜ Makina Mühendisliği Bölümü Katı Mekaniği Laboratuvarı Mühendisi Servet Şehirli'ye ve Nanomekanik Laboratuvarı yüksek lisans öğrencisi Sencer Aydın'a teşekkür ederiz.

INVESTIGATION OF THE MECHANICAL PROPERTIES OF 3D PRINTED PLA-BASED STRUCTURES

Products manufactured by 3D printing are increasingly used in automotive, biomedical, textile and food industries. Understanding the mechanical properties of the components produced by 3D printing is of great importance in terms of the efficient use of this technology in applications. In this study, effects of parameters such as nozzle temperature and filling density on the mechanical properties of 3D-printed polylactic acid (PLA) structures have been investigated. As the nozzle temperature increases, the ultimate tensile strength increases, and as the infill density decreases, the modulus of elasticity and strength gradually decrease. The findings provide useful information for optimizing 3D printing processes in terms of mechanical properties, manufacturing time, and cost.

Keywords: additive manufacturing, fused deposition modeling, mechanical properties, polylactic acid (PLA)

KAYNAKÇA

1. I. Gibson, D. Rosen, B. Stucker, Additive Manufacturing Technologies: 3D Printing, Rapid Prototyping, and Direct Digital Manufacturing, 2nd ed., Springer-Verlag, New York, 2015.
2. J.W. Stansbury, M.J. Idacavage, 3D printing with polymers: Challenges among expanding options and opportunities, *Dental Materials*, 2016, **32**: 54–64
3. S.H. Huang, P. Liu, A. Mokeddar, L. Hou, Additive manufacturing and its societal impact: a literature review, *Int J Adv Manuf Technol.*, 2013, **67**: 1191–1203.

4. W. E. Frazier, Metal additive manufacturing: A re- view, *J of Materials Eng. and Performance*, 2014, **23(6)**: 1917-1928.
5. M. Skorski, J. Esenther, Z. Ahmed, A.E. Miller, M.R. Hartings, The chemical, mechanical, and physical properties of 3D printed materials composed of TiO₂-ABS nanocomposites, *Sci Technol Adv Mater*. 2016, **17**: 89–97.
6. T. Tabi, I.E. Sajo, F. Szabo, A.S. Luyt, J.G. Kovacs, Crystalline structure of annealed polylactic acid and its relation to processing, *Express Polymer Letters*. 2010,**4**: 659–668.
7. M. Murariu, P. Dubois, PLA composites: From production to properties, *Advanced Drug Delivery Reviews*, 2016, **107**: 17–46.
8. Lactic Acid Market & Polylactic Acid (PLA) Market Industry Report Lactic 2025, Retrieved from <https://www.grandviewresearch.com> (accessed November 12, 2018).
9. B.M. Tymrak, M. Kreiger, J.M. Pearce, Mechanical properties of components fabricated with open-source 3-D printers under realistic environmental conditions, *Materials & Design*. 2014, **58**: 242–246.
10. ASTM Standard D638-4, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics.
11. B. Wittbrodt, J.M. Pearce, The effects of PLA color on material properties of 3-D printed components, *Additive Manufacturing*. 2015, **8**: 110–116.
12. L.J. Gibson and M.F. Ashby, Cellular Solids: Struc-ture and Properties, 2nd ed., Cambridge University Press, Cambridge, 1997.