



Kunnskap for en bedre verden

Karakterisering av materialer med DMA for additiv form produksjon

*-Effekt av varmesykluser på PA 2200, PA 3200 GF og High
Temp resin.*

Marius Hagen og Kristoffer Almaas

Gradering: Åpen

Bachelor i ingeniørfag - maskin
Innlevert: mai 2019
Veileder: Harald Bertin Jøsendal

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet
Institutt for vareproduksjon og byggteknikk

Oppgavens tittel:	Dato: 20.05.2019		
Karakterisere materialer med DMA for additiv formproduksjon	Antall sider: 53		
	Masteroppgave:	Bacheloroppgave	X
Navn: Marius Hagen og Kristoffer Almaas			
Veileder: Harald Bertin Jøsendal			
Eventuelle eksterne faglige kontakter/ veiledere: Trond Amdal Senersen, Henning Hagum, Pål Erik Endrerud og Sotirios Gramatikos			

Innledning: Polyuretan er et fleksibelt og sterkt materiale som blir mye brukt i maritimt miljø. For å produsere polyuretan brukes det aluminiumsformer, disse er dyre og tidkrevende å lage, dette begrenser mulighetene for å lage prototyper. For å kunne lage prototyper mer effektivt kan plastformer bli produsert med additiv metode. Dette kutter ned tid og kostnader for å produsere former ment for prototyping. Ulempen er at formens levetid reduseres på grunn av degradering av platen som følge av varme.

Hensikt: Karakterisere effekten av varmesykluser, som oppstår under støping av polyuretan på PA-12 (PA 2200), PA-12 med 30% glass partikler (PA 3200 GF) og High Temp resin.

Gjennomføring: Produsere prøver med additiv metode, for å utsette prøvene for simulert varme syklus som oppstår under formstøping. Deretter karakterisere forandringen i materiale med en Dynamic Mechanical Analyser (DMA).

Resultat: PA-12 har liten degradering i egenskaper som følge av varme. PA-12 med 30% glasspartikler har bedre stivhet sammenlignet med ren PA-12, men har en betydelig større degradering i egenskaper.

High Temp indikerer gode termiske egenskaper, men kan ikke bli nøyaktig analysert med DMA.

Konklusjon: PA 3200 GF tar stor skade av gjentatte varmesykluser som følge av at forbindelsen mellom glass partiklene og PA-12 brytes.

High Temp krever Differential Scanning Calorimetry (DSC) for å få mer nøyaktig resultat.

Stikkord:

Additiv formproduksjon
Dynamic Mechanical Analysis
PA 2200
PA 3200 GF
High Temp resin

Deltagere i Gruppen:

Student 1: Marius Hagen

Student 2: Kristoffer Almaas

Her beskrives bidraget av hver enkelt student i prosent:

Deloppgaver:	Student 1	Student 2
Planlegging	50%	50%
Praktisk utførelse	50%	50%
DMA testing	100%	0%
Skriving og Analyse:		
Innledning	70%	30%
Teori	50%	50%
Underkapitler i Teori	2.1, 2.2 og 2.10	2.3, 2.4, 2.5, 2.6, 2.7 og 2.8
Bakgrunn for fremgangsmetode	0%	100%
Fremgangsmetode	75%	25%
Underkapitler i Fremgangsmetoder	5.2, 5.3 og 5.4	5.1
Analyse	100%	0%
Resultat	100%	0%
Konklusjon og videre arbeid	100%	0%
Generelt Oppsett	100%	0%
Abstrakt, Forord, Sammendrag	100%	0%

Signatur Studenter:

Marius Hagen

Marius Hagen

K. Almaas

Kristoffer Almaas

Abstract

In this thesis the group wanted to investigate the effect of repeated heat cycles on materials used in the additive mold production. The purpose was to identify which material that is least affected by the heat cycle that occurs during the casting of polyurethane and polyisocyanurate. The group simulated the cast by putting the material in contact with curing polyisocyanurate. After the simulated cast, a DMA was used to analyze the samples. The group concluded that the PA 3200 GF loses a significant portion of its properties after a low amount of heat cycles and that the High Temp resin samples are unsuited to be evaluated by DMA.

Forord

Oppgaven startet med at Strukturplast AS var interessert i å produsere former med en additivtilnærming. Formålet med formene var å produsere prototyper i polyuretan (PUR) og polyisocyanurate (PIR). Gruppen fikk en oppgave som gikk ut på å undersøke muligheten for å produsere former med additiv tilvirkning. Gruppen valgte å fokusere på å finne et egnet materiale for additiv formproduksjon.

Vi takker Harald Bertin Jøsendal som har vært veilederne våres og i tillegg vil vi takke Pål Erik Endrerud for hjelpen med EOS, og Sotirios Gramatikos for veiledning i analysen av resultatene.

Vi vil også takke Strukturplast AS for et godt samarbeid. En spesiell takk til Trond Amdal Senersen og Henning Hagum som alltid har vært tillgjengelig via telefon. Hjelpen deres har vært betydningsfull for oppgaven.

Innholdsfortegnelse

Abstract	iii
Forord	iv
Innholdsfortegnelse	viii
Figurliste	ix
Tabelliste	x
Begreper i rapporten	xi
1 Innledning	1
2 Teori	2
2.1 Plast	2
2.1.1 Termoplast	2
2.1.2 Herdeplast	3
2.1.3 Elastomer	3
2.1.4 Krystallinitet	3
2.1.5 Viskoelastisitet	4
2.1.6 Glassovergangs temperaturen	5
2.2 Nedbryting av polymerer	6
2.2.1 Varme	6
2.2.2 Oksidasjon	7
2.3 SLS - selective laser sintering	7
2.4 SLA - Stereolithography	8
2.5 Materialer	8
2.6 Polyuretan	8
	v

2.7	Polyisocyanate	9
2.7.1	PA2200	9
2.7.2	PA 3200 GF	10
2.7.3	Alumide	10
2.8	phrotopolymer resin	10
2.8.1	Formlabs Grey Resin	11
2.8.2	Formlabs High temp Resin	11
2.9	DMA	11
2.9.1	Prinsipp/teori	11
2.9.2	Modulus	11
2.9.3	Definere T_g med DMA	13
2.9.4	Linear Viscoelastic Region	14
3	Bakgrunn for fremgangsmetode	15
3.1	Casestudy	15
3.2	Planlagte forsøk	16
3.2.1	Test 1	16
3.2.2	Test 2	16
3.3	SLS printing	17
4	Demonstasjon av former produsert med additiv metode	18
5	Fremgangsmetode	20
5.1	Additiv produksjon av prøvene	20
5.1.1	SLS print	20
5.1.2	SLA print	22
5.2	Labforsøk: Simulering av PIR støp	23
5.2.1	Labforsøk 1	23

5.2.2	Labforsøk 2	26
5.2.3	Labforsøk 3 - High Temp	28
5.3	DMA testing	28
5.3.1	Belastnings konfigurasjon	28
5.3.2	Kalibrering	30
5.3.3	Generelle innstillinger	30
5.3.4	Temperature ramp	30
5.3.5	Tøyning/amplitude	31
5.3.6	Temperatur	31
5.3.7	Frekvens	32
5.3.8	High temp	32
5.4	Thermal Mechanical Analysis (TMA)	32
6	Resultater	33
6.1	PA2200 og PA 3200 GF	33
6.2	Glass overgangstemperatur	33
6.3	Sammenligning av PA2200 og PA 3200 GF før varme sykluser	34
6.4	Resultater fra DMA test etter varme sykluser	36
6.4.1	PA 2200	36
6.4.2	PA 3200 GF	36
6.4.3	Sammenligning av Kompleks modul	36
6.5	High Temp	37
7	Diskusjon	40
7.1	Metode	40
7.2	Nedbrytningsmekanismer effekt på PA-12	41
7.3	PA 3200 GF: Effekten av glass partikler	43
7.3.1	Svakheten med PA 3200 GF	43

7.3.2 Oppsummering: PA 3200 GF	44
7.4 High Temp	44
8 Konklusjon	45
9 Videre arbeid	46
Litteraturliste	47
Vedlegg	49
A DMA resultater	50

Figurliste

1	Fremstilling av molekyl med Crankshaft model	6
2	Visualisering av Lagrings- and tapsmodulus	12
3	Linear Viscoelastic Region	14
4	Demonstrasjons former	19
5	Alumide former	22
6	Improvisert form på varmebord.	24
7	Prøver forsøk 1	25
8	Trepunkts bøyning konfigurasjon	29
9	Sammenligning av modulene til PA 2200 og PA 3200 GF	35
10	Kompleks modul av PA 3200 GF og PA 2200	37
11	DMA resultater til PA 3200 GF	38
12	DMA resultater til PA 2200	39
13	DMA resultater til High Temp resin	40
14	Eksempel på misfarging på en prøve i PA 2200	42

Tabelliste

1	Oversikt over begreper i rapporten.	xi
2	Glassovergangstemperatur definert med $\text{Tan } \delta$ for PA 2200	33
3	Glassovergangstemperatur definert med $\text{Tan } \delta$ for PA 3200 GF	34
4	Glass overgangstemperatur definert med $\text{Tan } \delta$ for High temp	40

Begreper i rapporten

Tabell 1: Oversikt over begreper i rapporten.

Begrep	Forklaring
Fysisk grensesnitt	Fysisk kontaktflate mellom to komponenter
Monomerer	Små molekyler som kan, etter en polymeriseringsproses, kobles sammen til en lang molekylkjede
Demping	Beskriver hvor mye krefter et materiale tar opp ved molekylforskyvning og friksjon i forhold til å ta det opp elastisk.
Fritt radikal	Inneholder et eller flere frie elektroner, som er veldig reaktive.
Heat Deflection Temperatur	En temperatur der et materiale gir etter under en gitt last
Tg	glassovergangs temperatur
PUR	Forkortelse for Polyuretan
PIR	Forkortelse for Polyisocyanurate
Print	En produksjonsrunde med en Additiv metode
Kvantitativ metode	En forskningsmetode som bruker tall og målbare enheter for å analysere et tema.

1 Innledning

Polyuretane er et fleksibelt og sterkt materiale som blir mye brukt i maritimt miljø. For å produsere polyuretan brukes det aluminiumsformer, disse er dyre og tidkrevende å lage, dette begrenser mulighetene for å lage prototyper. For å kunne lage prototyper mer effektivt kan plastformer bli produsert med additiv metode. Dette kutter ned tid og kostnader for å produsere former ment for prototyping. Ulempen er at formens levetid reduseres på grunn av degradering av plasten som følge av varme.

Additiv tilvirkning eller 3d-printing er en produksjonsmetode som kan defineres som ganske ny i forhold til de tradisjonelle metodene. Dette er maskiner som legger opp og herder materialer til ønsket geometri med rett materiale.

For additiv tilvirkning bruker man en rekke forskjellige materialer. Det er mest vanlig med termoplast, gjerne PLA som har veldig gunstige egenskaper for printing. Dette er for standard filament printing/FDM. De fleste termoplaster kan brukes, men de som er brukt mest tåler gjerne ikke spesielt høye temperaturer og har dårlige mekaniske egenskaper.

Gruppen valgte å undersøke PA 2200, PA 3200 GF og High Temp. PA 2200 og PA 3200 GF er begge designet for SLS metode. PA 2200 består av 100% PA-12 (Nylon/PA-12), mens PA 3200 GF som er basert på PA 2200 og består av 30% glasspartikler. På grunn av glasspartiklene skal PA 3200 GF være egnet for å takle varme (e-Manufacturing 2009). High Temp resin er skreddersydd med tanke på termisk stabilitet og produseres ved SLA-metode.

Gruppen har løst oppgaven med å produsere prøver med additiv metode, for å utsette prøvene for simulert varme syklus som oppstår under formstøping. Deretter karakterisere forandringen i materiale med en Dynamic Mechanical Analyser (DMA).

Det er to faktorer som degraderer form-materiale; varme og overfalte slitasje. Gruppen har valgt å kun fokusere på effekten av varme og gjentatte Varmesykluser. Under

formstøping av PUR utvikles varme som følge av en eksoterm reaksjon. For å karakterisere materialet, har gruppen lært å bruke en Dynamic Mechanical Analyser (DMA). En DMA belaster materialet under varierende temperaturer. Dette gir oss muligheter til å undersøke glassovergangen, effekten av glass partikler, viskoelasitet og effekten av varme degradering, på materialelegenskaper og struktur.

2 Teori

Her beskrives nødvendig kunnskap og begreper for å kunne forstå resten av oppgaven

2.1 Plast

Plast består av en eller flere polymerer. En polymer består av en eller flere forskjellige type monomerer som kobles sammen med en prosess kalt polymerisasjon. Etter polymerisasjonen så kobles monomerene i en lang molekylkjede med kovalente bindinger. Lengden av disse molekylkjedene karakteriseres gjennom polymerisasjonsgraden (D_p):

$$D_p = \frac{\text{Gjennomsnittlig molekylvekt av en polymer}}{\text{Molekylvekt av en monomer}} \quad (2.1)$$

Høy polymerisasjonsgrad kan forbindes med høyere styrke, fleksibilitet, krystallinitet, smeltepunkt og glassovergangstemperatur (Koltzenburg, Maskos og Nuyken 2017; McCrRUM, BUCKLEY og C.B.BUCKNAL 1988).

2.1.1 Termoplast

Termoplast består av primære og sekundære molekylbindinger, kovalente- og Van der Waals-bindinger. Van der Waals-bindingene dannes mellom individuelle molekylkjeder og binder dem. Når platen varmes opp, så brytes disse bindingene. Ved å kjøle ned platen, vil de sekundære bindingene opprettes igjen. Dette gjør at termoplast kan smeltes om

flere ganger, men dette vil føre til en svekkelse av den kjemiske strukturen (McCrRUM, BUCKLEY og C.B.BUCKNAL 1988)(Koltzenburg, Maskos og Nuyken 2017).

2.1.2 Herdeplast

Til forskjell fra termoplaster, så kan ikke herdeplast smeltes om . Grunnen til dette er at strukturen kun består av en type primærbinding. Når molekylbindingen brytes, brytes hele den kjemiske strukturen ned. Molekylstrukturen i herdeplast består av kryssbindinger mellom molekylkjedene, disse kryssbindingene lager et nettverk av polymerkjeder. For å danne disse kryssbindingene, må polymerene gjennom en herdefase. Under denne herdefasen blir polymerene bundet sammen med kryssbindinger. Herdingen startes ved enten tilføring av varme, uv-stråler eller katalysatorer (McCrRUM, BUCKLEY og C.B.BUCKNAL 1988)(Koltzenburg, Maskos og Nuyken 2017).

2.1.3 Elastomer

I boka til Koltzenburg, Maskos og Nuyken (2017, s.478) defineres elastomerer som polymerer med en glassovergangs temperatur under romtemperatur (18 til 25 °C). Elastomer har en struktur med få eller ingen bindinger mellom molekylkjedene, mangel på kryssbindinger gir en elastisk struktur. Både herdeplaster og termoplaster kan være elastomerer, men herdeplast er det vanligste.

2.1.4 Krystallinitet

Når termoplast kjøles ned, vil molekylkjedene danne to typer strukturer, amorf- og krystallin struktur. Ved en krystallin struktur orienterer molekylkjedene seg i et repeterende mønster. Ved en amorf struktur er molekylkjedene tilfeldig orientert. Dette gjør det mulig å dele termoplaster etter to typer, amorf og semi-krystallin struktur (McCrRUM, BUCKLEY og C.B.BUCKNAL 1988; Koltzenburg, Maskos og Nuyken 2017).

I en semi-krystallin termoplast dannes det lameller som består av krystallin struktur. Disse lamellene bindes sammen av en amorf struktur. Semi-krystallin termoplast kan da måles etter krystalliseringsgrad. Denne graden måler den totale andelen krystallinstruktur i prosent. Krystalliseringsgraden avhenger av polymiseringsgrad og hvordan de blir kjølt ned. Høyere krystalliseringsgrad forbindes med forbedring i egenskaper som glasstemperaturovergang, styrke og hardhet (McCrRUM, BUCKLEY og C.B.BUCKNAL 1988; Koltzenburg, Maskos og Nuyken 2017).

Når plaster smeltes/mykner, brytes de sekundære bindingene. Det krystaline områdene har et repeterende mønster, dette gjør at de fleste sekundær bindingene har samme styrke. Dermed brytes bindingene samtidig og platen får et "skarpt" smeltepunkt. Amorfe struktur har et varierende mønster og dermed en varierende styrke på de sekundære bindingene, og vil dermed smeltes over et større temperaturområde (Koltzenburg, Maskos og Nuyken 2017; McCrRUM, BUCKLEY og C.B.BUCKNAL 1988).

2.1.5 Viskoelastisitet

Viskoelastisitet er en egenskap hos materialer som har en elastisk- og viskøs komponent. At et materiale er elastisk, vil tilsa at det går tilbake til sin originale form når belastningen er fjernet. Et rent viskøst materiale vil ikke gå tilbake til sin originale form, men vil i stedet bli permanent deformert. Ved en viskøs respons så gjør materialet belastninger om til varme, fra friksjon innad i materiale, og molekylære forskyvninger (Richard P. Chartoff og Dillman 2009; Menard 1999).

Et viskoelastisk materiale kan ha en viss treghet. Denne tregheten kan oppleves som om materiale bruker litt tid til å komme seg tilbake til sin originale form. Dette skjer kun ved små belastninger og ved ideelle temperaturer. Et viskoelastisk materiale er også i stand til å "flyte" som følge av at det blir belastet over lengre tid eller at temperaturen er høy nok. Denne "flyten" vil føre til en permanent deformasjon (McCrRUM, BUCKLEY og C.B.BUCKNAL 1988; Richard P. Chartoff og Dillman 2009).

2.1.6 Glassovergangs temperaturen

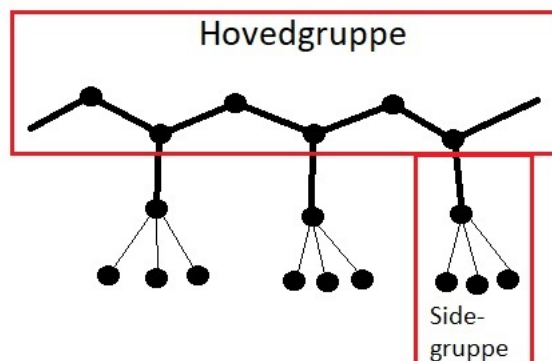
Glassovergangs temperaturen (T_g) defineres ved et fase skifte i et materiale som oppstår på grunn av forandring i temperatur. Når T_g inntreffer så går materialet fra å være hard (glassaktig) til mykt (gummiaktig). T_g oppstår av en avslapning i den amorfe delen av plasten, ved et 100% krystallinsk plast så vil ikke T_g oppstå (Menard 1999), denne avslapningen skyldes at deler av den amorfe delen begynner å smelte.

I boken til Menard (1999, s.102-106) brukes "crankshaft model" for å beskrive hva som skjer under T_g . Molekylet blir framstilt med en hovedgruppe som er ryggraden og noen små sidegrupper, se figur 1. Dette er en forenklet modell, men den fungerer til å forklare mekanismen bak T_g . Det brukes også et begrep som heter "free volume", det refererer til hvor mye rom som molekylene har til intern bevegelse. Ved en lav temperatur er molekylkjedene pakket tett sammen og hindrer hverandre i å bevege seg. Når temperaturen øker, så utvider materialet seg. Dette fører til større "free volume" mellom molekylene og gir dermed et større rom for bevegelse. Når noen sidegrupper eller deler av hovedgruppen kan bevege seg, oppstår en Beta overgang T_β . T_β er som regel vanskelig å se, men kan forbindes med en tidlig avslapping i materialet. T_g hender når det er nok free volumetil at disse små bevegelsene fra sidegruppene, resulterer i store bevegelser i strukturen. Når temperaturen treffer smeltepunktet, har materialet utvidet seg så mye, at molekylkjedene glipper tak i hverandre og materialet begynner å flyte.

Det er vanskelig å definere en bestemt temperatur der T_g inntreffer. T_g inntreffer over et temperaturområde. Siden T_g skjer over et temperaturområde, så vil T_g bli definert ved forskjellige temperaturer, ettersom hvilke instrumenter og metoder som blir brukt (McCrUM, BUCKLEY og C.B.BUCKNALL 1988; Menard 1999).

T_g påvirkes av faktorer som molekylvekt, partikkel forsterkning og krystallinitet. T_g øker ved økt molekylvekt, men det er kun opp til en molekylvekt på $20000 \frac{\text{Gram}}{\text{Mol}}$ (McCrUM, BUCKLEY og C.B.BUCKNALL 1988; Menard 1999).

Crankshaft model:



Figur 1: Fremstilling av molekyl med Crankshaft model

2.2 Nedbryting av polymerer

Polymerer kan bli brutt ned, ved en kombinasjon av en rekke miljøfaktorer som: UV, varme, oksygen, vann og ulike kjemikalier. Disse faktorene fører til massetap, reduksjon i gjennomsnittlig molekylær og forandring i kjemisk sammensetning. Disse mekanismene resulterer i større skjørhet, fargeforandring og sprekker i polymerene (Atrut Witkoswski og T. R. Hull 2016).

2.2.1 Varme

Varme kan bryte et molekylbånd og dermed skaper et fritt radikal. Dette frie radikale kan da reagere med molekyler i omgivelsene. Avhengig av miljøet som materialet befinner seg i, vil varme akselerere nedbrytningsmekanismer som oksidasjon (reagerer med oksygen) eller hydrolyse (reagerer med vann) (Atrut Witkoswski og T. R. Hull 2016; Koltzenburg, Maskos og Nuyken 2017).

2.2.2 Oksidasjon

Oksidasjon oppstår når plasten er i kontakt med oksygen. Oksidasjon blir beskrevet i boka Koltzenburg, Maskos og Nuyken (2017), som at oksygen (O_2) reagerer med et fritt radikal til et polymermolekyl for å lage et peroxy radical (ROO^*). Peroxy radical lager da hydroperoxide ved å binde seg med et hydrogenatom fra en annen molekylkjede for å lage hydrogenperoksid ($ROOH$) og dermed lager to nye frie radikaler. På grunn av denne doblingen av frie radikaler, øker oksidasjonen. Denne prosessen er avhengig av polymerer med hydrogen i den kjemiske strukturen. Resultatet av denne prosessen er en reduksjon i gjennomsnittlig molekylvekt.

2.3 SLS - selective laser sintering

SLS er en form for additiv tilvirkning. I denne metoden er det ett kammer som blir fylt opp av ønsket materiale i pulverform. Kammeret blir varmet opp til tilnærmet glasstemperatur til materiale, dette er for at laseren vil få en enklere jobb med å smelte materialet. Materialet blir fylt på lag etter lag, printeren legger på et lag, en laser går dermed over materialet, smelter de partiene som samsvarer med 3d-modellen. Deretter blir det fylt på ett nytt lag med pulver, sånn fortsette det til modellen er komplett. Denne laseren sintrer plasten, som vil si at den varmer opp til like under smeltetemperaturen, men materialet blir ikke flytende. Pulveret kommer ikke over smeltetemperaturen. Det gjør at temperaturvindu for materialet er ganske lite, for vår maskin vil dette si ett vindu på ca 5 °C celsius. Materialet skal ikke bli flytende, men det ytterste laget av pulveret skal smelte, dette gjør at materialet kan smelte sammen ved dette ytterste laget i pulveret uten at alt krever å smelte sammen. (Türk mfl. 2018)

2.4 SLA - Stereolithography

Stereolithography er en additiv tilvirkning som benytter resin. I denne typen maskin blir det brukt en resin som reagerer på lys, dette vil si at det er en gjennomsiktig tank, med en plate som blir dyppet ned i badet. På undersiden av tanken blir gåtten en laser over og herder resinen. Platen blir så heist opp, for å herde i noen strakser, dette varierer mtp. resin, før den så blir sunket tilbake kammeret for en ny eksponering. Dette er en høyt nøyaktig produksjonsmetode, ved hjelp av at resinen ligger flytende i tanken, gjør at det er mulig å printe biter med gode detaljer. Denne metoden er det derimot begrensninger i geometri, med at materialet ligger flytende, må man passe på at komponenten man printer ikke har tegn til å holde på resin i groper. Dette vil la resinen herde i gropen, som er veldig lite uønsket. Det er også ett behov for støttestruktur for denne produksjonsmetoden. Som skaper etterbehandling for printede deler. Kammeret som printerer ligger i er gjennomsiktig, et blir sent en UV laser igjennom denne, ved gjentatt eksponering vil platen bli slitt, og vil trenge å byttes ut etterhvert. (Türk mfl. 2018)

2.5 Materialer

2.6 Polyuretan

Polyureten eller PUR består av isopropanol, bunadiol, katalysator og metylen. Forskjellen på en PIR og en PUR er blandingsforholdene. Polyuretan er en elastomer, men den har bedre mekaniske egenskaper enn konvensjonell gummi. Skal stå imot rifter og belastninger uten store skader. PUR har mildheten til å få mange forskjellige egenskaper etter hvordan blandingsforholdet er. Pur når en temperatur på 60 °C celsius under herdingen. (John og Charles 2014).

2.7 Polyisocyanate

Polyisocyanate eller PIR er en sidegren av polyuretan/PUR. Dette kategoriseres som en herdeplast, mer spesifikt en elastomer. Denne lages på samme måte med samme bestandeler som polyuretan. Det er feks ett mye større overskudd av ISO i PIR, som gir styrken i materialet. Denne blandingen må være ganske presis, små endringer i forholdet av materiale vil ende med veldig forskjellige materialer. Dette gjør at materialet har store muligheter innen en rekke applikasjoner, det er bare å endre litt på oppskriften. PIR kan nå en temperatur på 160 °C under herdingen etter info fra strukturplast.

2.7.1 PA2200

Materialet som blir kjørt i EOS printeren er PA2200 også kalt PA12, PA-12 eller Nylon. Dette er en termoplast, som er mest vanlig for 3d-printing. Dette er et materiale som har mange fine egenskaper for prototyper. Dette inkluderer god styrke, motstandsdyktig mot kjemikalier, gode muligheter for etterbehandling. PA12 har også en god nøyaktighet og muligheter for detaljer. Materialet brukt i dette prosjektet er levert av EOS, er PA 2200 Balance 1.0 (Solitions 2010) . Denne versjonen av PA12 ligger i et equilibrium av de forskjellige kvalitetene PA12 kan ha. Dette materialet blir printet på en laghøyde på 0.12 mm laghøyde. Materialet er en fin balanse av pris, kvalitet, fart og nøyaktighet. Som gjør det til en godt materiale for testing og en god standard å forholde seg til og sammenligne med.

PA12 blir varmet opp i kammeret, som gjør at det er varmebehandlet en gang og noe av pulveret har blitt noe større. De fine kornene har blitt grovere. Dette er imidlertid ikke en dårlig ting. Små korn og store korn gjør det enklere å binde seg sammen og gi en bedre struktur i delene med større sjanse for god styrke. Derfor blandes PA12 inn i 50% nytt og 50% gammelt materiale i følge EOS og laboratorieerfaringer.

2.7.2 PA 3200 GF

PA 3200 GF eller PA12GB er PA12 fylt med 30 % glass pulver, produsenten reklamerer med høyere stivhet og bedre forlengelse før brudd. PA 3200 GF skal ha en mer slitesterk overflate også skal den tåle større laster ved høye temperaturer uten å deformeres, dette er sett i forhold til standarden, PA12. Dette er to egenskaper som gruppen mener er kritiske for gode former. Materialet som støpes når høye temperaturer og sliter veldig på formen, litt økning av egenskaper ved hjelp av en kompositt av glass og PA12 kan være ett bedre alternativ enn standarden. Materialet har også en finere/glattere overflate. Dette er også en ønsket egenskap for en form (e-Manufacturing 2009).

PA12GB ønsker man også å bruke resirkulert pulver til printingen. Dette er da en blanding på 7/3, 7 deler nytt og 3 deler gammelt

2.7.3 Alumide

Alumide eller PA12-MED(Al) er PA12 blandet ut med 30 prosent aluminium. Dette skal ha bedre mekaniske egenskaper og gode muligheter for etterbehandling. Dette materialet skal ha god termisk konduktivitet. (e-Manufacturing 2008)

Dette materialet skal ikke blandes ut med resirkulert.

2.8 phrotopolymer resin

phrotopolymer resin, photoreactive Resin eller lys-aktivert resin. Dette er en herdeplast som bruker UV lys for å herdeplast brukt til blant annet SLA. Denne resinen har 3 hoveddeler, oligomerer, monomerer og photoinitatorer. Det er photoinitiatoren som splittes av UV lys, denne reaksjonen starter reaksjonen som binder monomerer med oligomerer. Denne reaksjonen skjer under all lys, men i større og mindre grad. Dermed burde deler og resin være beskyttet mot lys for å stoppe herdeprosessen. (Türk mfl. 2018)

2.8.1 Formlabs Grey Resin

Standard grå resin fra formlab, denne er laget som deres mest generelle resin. Den skal kunne oppnå god presisjon, fin overflate og grei styrke (Formlabs 2018a).

2.8.2 Formlabs High temp Resin

Formlab sin high temp resin skal kunne motstå større temperaturer uten deformasjoner. Denne skal kunne komme opp til 238 grader uten å miste egenskapene sine (Formlabs 2018b).

2.9 DMA

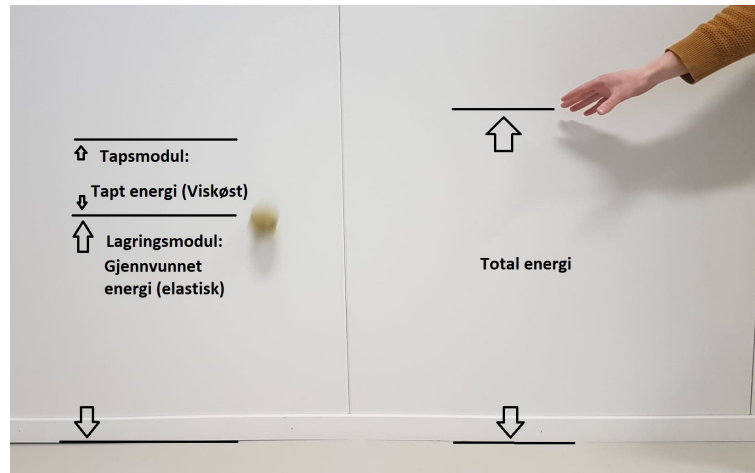
Dynamic Mechanical Analyser (DMA) er en felles betegnelse for en instrument som bruker deformasjon til å undersøke egenskapene til et materiale.

2.9.1 Prinsipp/teori

Grunnprinsippet bak en DMA er å utsette en prøve for en syklisk varierende deformasjon og analysere hvordan materialet responderer. Testingen foregår i temperaturkontrollerte omgivelser, dette gjøre det mulig å undersøke de viskoelastiske- og fysiske egenskapene til prøvene (Menard 1999; McCRUM, BUCKLEY og C.B.BUCKNAL 1988).

2.9.2 Modulus

Når en prøve blir på lastet og avlastet, så kalles det en syklus. En syklus vil følge formen til en sinuskurve. Denne sinuskurven måles opp mot en kurve som representerer materialets respons. Forskjellen mellom disse grafene blir målt med δ , δ blir brukt til å definere modulene. De tre vanligste modulene er lagringsmodulen (E'), tapsmodulen (E'') og \tan



Figur 2: Visualisering av Lagrings- and tapsmodulus

δ :

$$E' = \left(\frac{\sigma^o}{\epsilon^o} \right) \cos \delta \quad (2.2)$$

$$E'' = \left(\frac{\sigma^o}{\epsilon^o} \right) \sin \delta \quad (2.3)$$

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'} \quad (2.4)$$

σ^o og ϵ^o er maks spenning og maks strekk under en belastningssyklus og δ er faseskifte. Modulusene blir plottet på en graf for å gi et bedre bilde av materialets respons. E' og E'' kan bli plottet med hensyn til temperatur eller frekvens, enheten for E' og E'' er Pascal (Pa). $\tan \delta$ har ikke benevnning. Lagringsmodulen bestemmes av hvor mye prøven er i fase med materialet, mens tapsmodulen bedømmes av hvor mye det er ut av fase. E' representerer den elastiske responsen til materialet, mens E'' beskriver den viskøse responsen.

For å visualisere modulusene, lønner det seg å se for seg en tennisball som spretter bortover. Ballen begynner med en mengde potensiell energi, men vil ikke klare å beholde den energien som den startet med. Slutt posisjonen til tennisballen vil være på en lavere høyde enn startposisjonen. Høyden til slutt punktet representerer den elastiske responsen. Mens forskjellen mellom start- og slutt punkt vil representere den viskøse responsen.

Når en prøve blir belastet under en syklus, vil den “dytte tilbake” med en kraft, elastisk respons, denne kraften kan måles og bestemmer E' . Men E'' blir ikke målt, den blir regnet ut. Måten E'' regnes ut på, er å ta den påsatte belastningen minus E' . På grunn av dette forholdet mellom E' og E'' blir de, i følgende rekkefølge, kalt den reelle- og imaginære delen (Menard 1999; Richard P. Chartoff og Dillman 2009).

$\tan \delta$ er bestemmes av rasion mellom E'' og E' , dette refereres til som materialets demping, Demping beskriver hvor stor den viskøse responsen er i materialet, i forhold til den elastiske responsen (Menard 1999; Richard P. Chartoff og Dillman 2009).

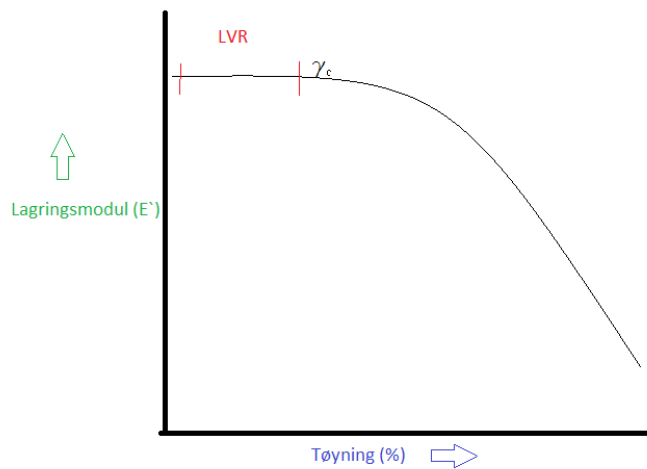
Det finnes også en Kompleks modul (E^*), som beskriver hvor mye materialet står i mot deformasjon under syklisk belastning. Den kan forklarer forandringer i stivhet med hensyn på tid eller temperatur. Den regnes ut ved bruk av E' og E'' (Menard 1999).

$$E^* = E'' + iE' = E'' + (-1)E' \quad (2.5)$$

I boken DMA brukes benevningene E' og E'' for prøver som blir utsatt for spenning fra strekk (normal spenning). Hvis prøven blir utsatt for skjærspenning, så benyttes benevningen G i stedet for E .

2.9.3 Definere T_g med DMA

Ved T_g faller lagringsmodulen, samtidig som en høy bølge oppstår i tapsmodulen. På grunn av økning i tapsmodulen og økning i lagringsmodulen, oppstår det en høy bølge i $\tan \delta$ (Menard 1999). Det er tre punkter som kan brukes til å definere T_g , høyeste punktet i både $\tan \delta$ og tapsmodulen og begynnelsen av fallet til lagringsmodulen. Vanligvis ved definisjon av T_g , så brukes lagringsmodulen eller $\tan \delta$. En T_g som bestemmes av lagringsmodulen, vil opptre på en tidligere temperatur enn ved bruk av $\tan \delta$. Fordelen ved bruk av $\tan \delta$ er at den er basert på både den elastiske og den viskøse responsen (Richard P. Chartoff og Dillman 2009).



Figur 3: Hvordan LVR blir definert med Strain Sweep

2.9.4 Linear Viscoelastic Region

“Linear Viscoelastic Region” (LVR) beskriver hvor mye et materiale kan bli deformert, uten at selve deformeringen fører til permanente forandring i materialets struktur (Richard P. Chartoff og Dillman 2009; Menard 1999).

(Richard P. Chartoff og Dillman 2009) foreslår tre metoder for å finne LVR. “Strain sweep“, “force ramp“ og “creep“.

I “strain sweep“ så vil materiale bli utsatt for en økende deformasjon. Ved å måle E' med hensyn på tøyning, så kan man definere LVR. Når E' begynner å synke, så er kritisk tøyning (γ_c) nådd. γ_c definerer slutten på LVR, figur 3 (Richard P. Chartoff og Dillman 2009).

I en creep test så blir en prøve satt under en konstant spenning og deformering over tid blir målt. I tester med større spenninger, vil deformasjonen bli større. For å finne LVR, tas det flere creep tester med forskjellige spenninger. Ved å sammenligne flere creep tester ved forskjellige spenninger med hensyn til tid og fortøyning per Newton, så vil alle testene som er innenfor LVR overlappe. Etter denne testen så kan LVR bestemmes med

hensyn på spenning (Richard P. Chartoff og Dillman 2009).

En “force ramp“ minner mye om vanlig strekktest. Prøven blir utsatt for en fast økende kraft per minutt. Etter testen blir spenning plottet mot tøyning. Spenningen vil være helt lineær, mens grafen til tøyningen vil starte lineært, men avta etter som spenningen øker. γ_0 inntreffer der tøyningen ikke lenger er lineær (Richard P. Chartoff og Dillman 2009).

3 Bakgrunn for fremgangsmetode

3.1 Casestudy

Prosjektet startet som en casestudie der vi skulle produsere en undervannsag for en eksternt bedrift. Bedriften trakk seg fra prosjektet, Vi valgte å fortsette prosjektet i lag med Strukturplast. I dette prosjektet planla Vi å modifisere den eksisterende 3D-modellen til støping. Vi planla å lage formene for støping ved hjelp av additiv tilvirkning. For så å støpe produktet og montere med nødvendig elektronikk. Rapid prototyping og rapid tooling ble da hovedfokuset for oppgaven. Selve saken i prosjektet ble skrinlagt to måneder inn i arbeidsprosessen. Det viste seg at saken ikke var interessant utenom som en bacheloroppgave for vår samarbeidspartner. Dette gjorde at vi kun fokuserer på støpedelen av prosjektet, additiv tilvirkning. Målet for prosjektet ble å identifisere et egnet AM-materiale for formstøping av NORELAST produkter. Dette endte med et labforsøk der vi utsatte DMA-prøver for et simulert støp, var en god fremgangsmetode.

Under et støp med herdeplast, blir flytende plast helt ned i formen, uten hjelp av høyt trykk. Dette fører til at det ikke er noen store mekaniske belastninger på formen. De største belastningene på formen, kommer fra varme degradering og overflate slitasje. Det finnes mye litteratur om overflatebehandlinger som kan bli brukt, så vi undersøkte ikke

mulighetene for overflatebehandlinger. vi undersøkte degraderingen av AM-materialet, som er et resultat av varmesyklusen som formen går igjennom.

3.2 Planlagte forsøk

Dette er tester som ble utprøvd i forbindelse med oppgaven, men som av ulike grunner ikke ble benyttet til den endelige datainnsamlingen.

3.2.1 Test 1

Den første testen vi planla var en enkel test, vi ville blant annet se materialet nøyaktighet under printing. Vi printet dermed en form i Formlab, i hightemp, siden vi hadde tro på at det var ett bedre alternativ. Her ble en av materialets svakheter oppdaget- den hadde slått seg under printingen, se figur 11b. Dette burde vært kontret med mer støttestruktur. Nøyaktigheten av formen er ganske viktig for den skal være tett siden dette er en form med to sider. Formen var ment til settes sammen til å støpe en kube. Vi hadde tenkt å bruke PIR, som har tilnærmet samme viskositet som vann. Vi endte med å sette sammen formen med klemmer på hver side. Når formen var så godt klemt sammen som det lot seg gjøre, ble det tømt vann i den. Den holdt ikke vann, og for å fortsette testen med denne måtte vi ha printet nye former. Vi bestemte oss at det var andre tester som ville gi oss mer relevant data.

3.2.2 Test 2

Den andre testen vi planla var også en veldig praktisk rettet test. Denne testen er en videreføring av den forrige, men med noen endringer. Denne testen var basert på en tidligere form som ble produsert for strukturplast. Denne ble produsert ut ifra Strukturplast sine tegninger, uten hensyn til at den skulle printes. Denne formen ble en suksess, selv om den ble printet i en dårligere blanding av PA12. Strukturplast tok den med til fabrikken sin for

en prøvestøp. Formen genererte noen uakseptable støp før den ble forkastet. Resultatet av formen kan ses i figur 11c. Vi trakk inspirasjon fra denne testen for den videre fremgangsmetoden. Det ble planlagt å støpe PIR i printede støpeformer. Støpen skulle bli en simpel rektangulær form med skrift, se figur 11a. Denne formen skulle være hul, planen var å fylle formen med enten resin/betong/gips eller metalspon. Metalsponet var ment til å hjelpe formen å bli varmet opp til temperaturen som formen trenger for å få PIR til å herde.

Planen var å støpe PIR i denne formen, disse støpene skulle måles og sammenlignes. Støpene skulle måles opp med skyvlær, også bli undersøkt i ved hjelp av ett mikroskop for å se endringer av overflate-ruheten. Vår teori var at materialet ville miste materiale eller at det ble sittende igjen materiale i formen. PIR og PUR har en veldig god heft til seg selv, som gjør det veldig ugunstig å støpe på.

Vi så ruheter i overflaten og store porer, når de så på hjørnene av PA12, det samme gjaldt også for PA12GB til en viss grad. Problemet kommer når disse prøvene skal sammenlignes, for dette blir å visuelt se på hver enkelt prøve og se etter forskjeller, og estimere slitasje utifra dette blir mer spekulasjoner enn konkrete bevis. Dette mener vi passet dårlig for å få pålitelig data. Mikroskopene universitet har til rådighet er også beregnet for metall, som gjør at vi ikke får veldig pålitelig data. Disse registrere gjenskinn av metall, en egenskap plast generelt har lite av.

Vi ville bruke en målemaskin for å måle overflate-ruheten, ettersom vi mistenkte at formen ville slippe materiale. Dette var fra rapport fra strukturplast etter en form vi lagde i PA12 for dem.

3.3 SLS printing

For å kunne produsere deler i Alumide og PA3200GF planla vi å bruke en SLS desktop 3D-printer. Det ville være enklere å bytte materiale og mindre opprydning, også ville Vi ha full kontroll over maskinen. Dette viste seg å bli ett problem. Denne har stått lagret i

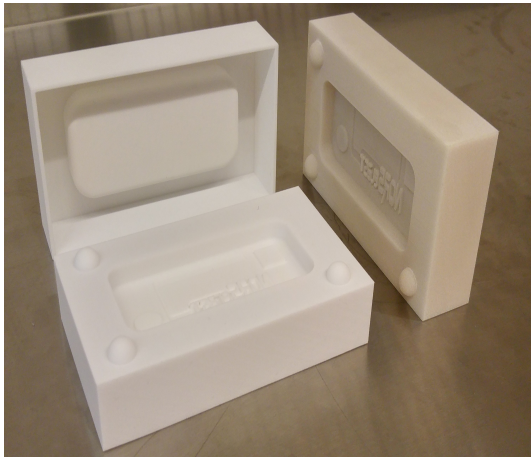
flere år uten å ha vært i bruk. Etter flere forsøk viser det seg at printeren hadde en feil som gjør at den printer feil i y-aksen, denne feilen er ikke konsistent. Det ble en forlengelse av delene, som ikke holdt seg lik fra gang til gang. Vi kalibrerte og demonterte den en rekke ganger uten hell. Dette gjorde at vi gikk bort fra desktop printeren, til å heller printe med eos industri SLS 3D-printer.

Prosjektet hadde også planlagt å ha med Alumide, men etter flere forsøk i EOS ble Alumide nedprioritert. PA12 har ett lite temperaturvindu for sintring. For lav temperatur gjør at materialet ikke smelter sammen, og for høy temperatur vil gi deformasjon. Problemet kan løses med en kalibrering av materialet for maskinen. Dette gjøres ved å printe kors, og under printingen må temperaturen justeres. Denne tilpasningen krever trening og god forståelse av printer da det er snakk om å justere intil 2 celcius for en suksessfull print. Dette hadde ikke vi mulighet til da det hadde krevd ekstern hjelp fra lab-anstatter, noe som ikke var mulig i perioden. Samtidig ble det problemer med rommet til printeren, som igjen gjorde all printing tilnærmet umulige. Dette stjal 3 uker fra arbeidet.

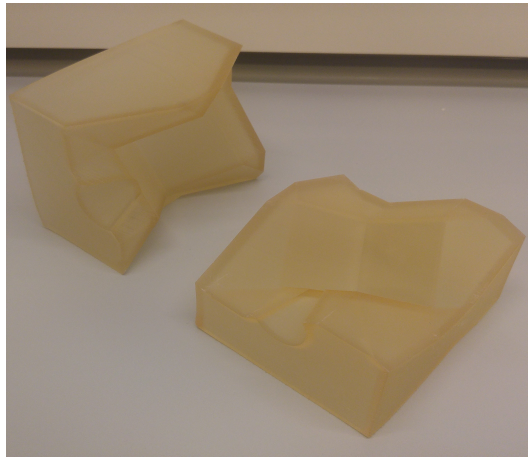
4 Demonstrasjon av former produsert med additiv metode

Meningen med dette kapitlet er kun for å demonstrere hvordan en form produsert med additiv metoder fungerer. Vi har selv tegnet alle formene i et CAD-program, vi har lagd både åpne- og lukkede former.

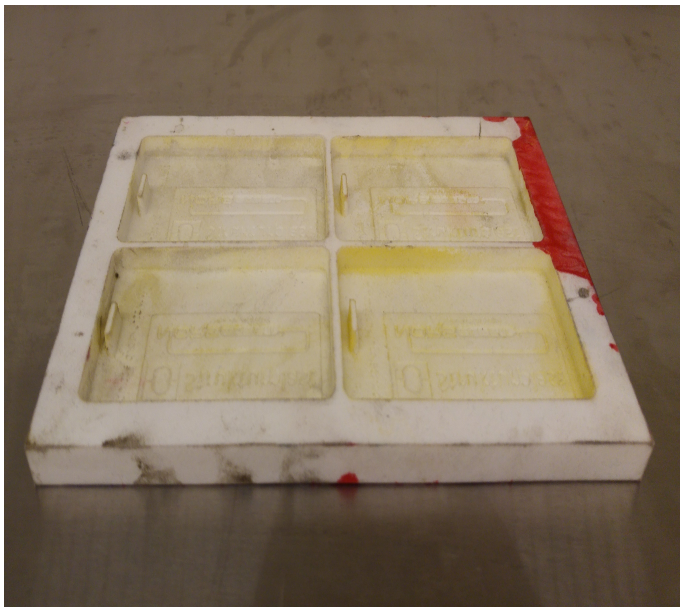
Vi har produsert to typer demonstrasjonsformer; Kompakt struktur og skallstruktur. Solid er som vanlige aluminiums former. Skallstruktur kan være både lukket eller åpen (Volpato og Childs 2003). Åpne former må etterfylles med et fyllstoff for å gi ekstra styrke. Fyllstoffet kan være Epoxy, sement eller gips.



(a) Skallstrukturi PA2200 og PA 3200 GF



(b) To delt form i High Temp



(c) Kompakt struktur PA 2200

Figur 4: Form a og b har en skallstruktur og form c har en kompakt struktur

5 Fremgangsmetode

Gruppen har valgt å utføre en kvantitativ metode. Ved bruke av en DMA, får vi tallfestet materialdata som kan generaliseres.

Den endelige fremgangsmetoden kan deles inn i tre steg:

1. Lage prøvene med SLS og SLA metode
2. Labforsøk med simulering av PIR støp
3. DMA testing av prøvene

Prøvene ble produsert med SLS og SLA metodene, alle prøvene ble lagd samtidig for å hindre forskjeller mellom prøvene.

Under labforsøket ble prøver av AM-materiale utsatt for varme degradering som følge av varmesyklusen som herdeplasten utvikler under herdingen.

Etter labforsøket så ble en DMA brukt til å karakterisere materialets egenskaper som følge av temperaturforandringer. Under DMA testingen var innstillingene og test metoden tilpasset for å identifisere T_g og forandring i materialet ved økende temperatur. Ved å sammenligne T_g og de viskoelastiske egenskapene til materialet, er det mulig å få et godt bilde av skaden som er påført av nedbrytningsmekanismer.

5.1 Additiv produksjon av prøvene

5.1.1 SLS print

Prosessen startet med en CAD modell, modellert i solidworks. Geometrien for denne modellen ble modellert etter anbefaling fra ta-instruments, produsenten av DMA maskinen. Modellene ble deretter behandlet i materialise magics, dette for å klargjøre modellene for printing. Alle prøvestavene ble printet i samme parti, med samme orientering, horisontal,

så mest mulig av staven ble eksponert og sintret samtidig. Dette ble gjort for å få stavene mest mulig like. Deretter ble EOS printeren klargjort og filene ble overført til maskinen. Vi fulgte standardinnstillingene anbefalt fra EOS og labens erfaringer tillært gjennom flere år med testing og produksjon. Vi lot printen avkjøle i 10 timer, til kammeret hadde sunket til romtemperatur, dette for å sikre oss at stavene ikke slår seg. Stavene ble deretter blåst med luft for å fjerne plastpulveret, dette er for å grovt fjerne noe av pulveret som sitter løst på printen. Printene ble deretter blåst en gang til med glasspartikler, for å fjerne plastpartikler som nesten satt fast til printen. Printen må være fri av all løs plast og løse partikler vil ellers sette seg fast til eventuelle støp. Printerens blir grundig rengjort etter print med PA12GB og PA12-MED(Al), for å unngå uønsket materiale i PA12. Recoater måtte også byttes for å kjøre Alumide. Dette fordi skåne recoater for unødvendig slitasje

Denne prosessen ble gjort for alle tre materialene for SLS, PA12, PA12GB og Alumide. Alumide ble derimot avbrutt midt i printen, grunnet manglende parametre, se figur 8. Eneste forskjellen under denne prosessen var blandeforholdet av nytt og gammelt materiale.



Figur 5: Resultatet av en mislykket print i Alumide

5.1.2 SLA print

Prosesen startet med en CAD-modell. Den ble så behandlet i preform, sliceren for form-labs SLA printer. Printene ble satt til samme orientering. Printen ble deretter lagt i ett isopropanol bad i 30 minutter for standard grey, og 10 minutter for high temp etter anbefalinger fra Formlab. Delene ble deretter satt i en herdeterminale, begge ble herdet på 60

°C i 60 minutter, som skal være den optimale herdetiden. Herdeterminalen, stråler delen med UV lys for å forsikre at delen er helt herdet

5.2 Labforsøk: Simulering av PIR støp

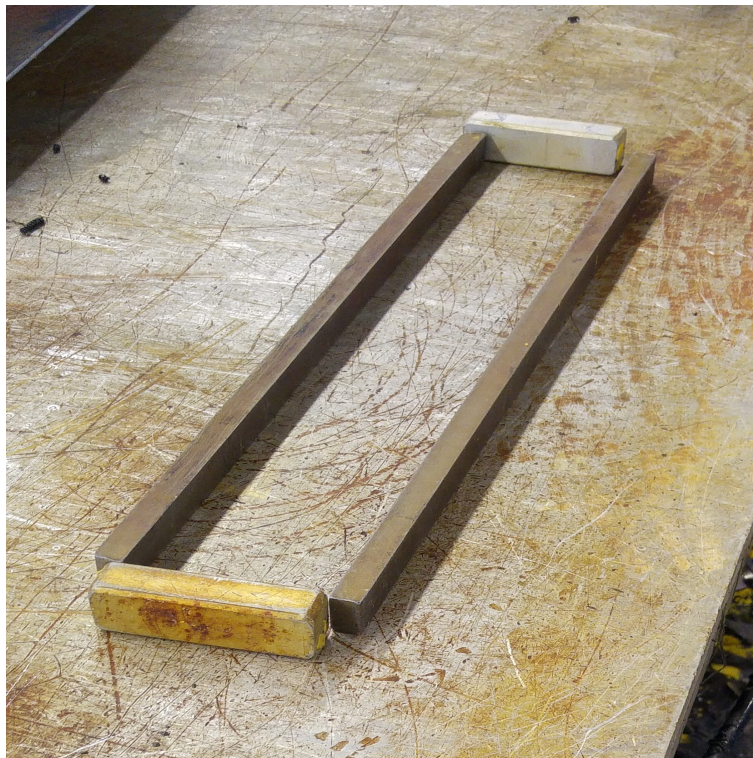
På vårt første forsøk, klarte vi ikke å få pålitelige data på grunn av for store skader på prøvene. Så vi designet en ny test, basert på lærdom fra det første forsøket. Vi utførte testen først i en liten skala med noen testprøver. Da dette ga et lovende resultat, utførte vi forsøk 2 og forsøk 3. Forsøk 3 er helt lik forsøk 2, eneste forskjellen er at vi testet kun et type materiale i forsøk 3.

Under støping av herdeplastene, PIR og PUR, utvikles det varme gjennom en eksoterm reaksjon under herdeprosessen. Hvor varm platen blir avhenger av volumet av platen som herder. Vi valgte å bruke PIR siden den utvikler mer varme per volum enn PUR, da kreves det mindre volum for å oppnå en høyere temperatur i platen. Til forskjell fra PUR, så måtte PIR bli varmet opp til 120 °C for en optimal herdeprosess.

5.2.1 Labforsøk 1

Under denne testen ble det brukt herdeplast av typen PIR. Den krever 120 °C for å få en god herdeprosess, den høyeste temperaturen som oppstod under herdeprosessen var målt til 147 °C.

En improvisert form ble konstruert av stålstaver (6) på et varmebord som holdt en temperatur på 120 °C. Prøvestavene ble lagd i bunnen, også ble formen og prøvestavene dekket med et slippmiddel. Samtidig ble herdeplasten blandet, og tilslutt helt over prøvene. Prøvene ble liggende i 7 minutter, slik at herdeplasten ble ferdigherdet, før prøvestavene ble plukket ut. Prosessen ble gjentatt fem ganger.

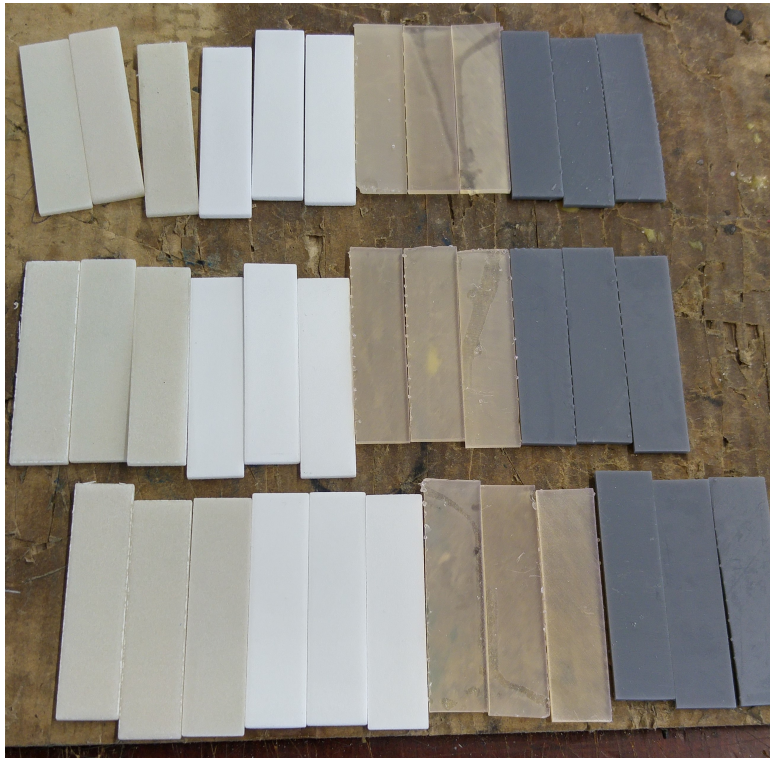


Figur 6: Improvisert form på varmebord.

Det ble brukt 36 prøver av fire forskjellige materialer, PA 2200, PA 3200 GF, High temp og Grey. Hvert materiale ble delt opp i tre grupper som ble utsatt for forskjellig antall sykluser. Syklusene ble i intervaller på en, tre og fem støp. Det ble brukt tre prøve-staver per intervall, totalt ni per materiale.

Hovedproblemet ved denne testen, var at herdeplasten hadde en lav viskositet. På grunn av dette, kunne herdeplasten flyte under prøvene og prøvene ble innkapslet. Dette gjorde det vanskelig å få prøvene ut igjen. Det var nødvendig å bruke en kniv for skille prøvene fra herdeplasten. Dette førte til kuttskader på de fleste prøvene. Det var kun tre prøver i PA 2200 og to i PA 3200 GF som var i god nok stand til DMA-testing.

Under DMA testingen viste ingen av prøvene i PA 2200 noen tegn til forandring sam-



Figur 7: Prøver brukt i forsøk 1. Type materialer, starter fra høyre: Pa 3200 GF, PA 2200, High Temp og Grey

menlignet med prøver som ikke hadde blitt utsatt for varme. Disse prøvene hadde kun blitt utsatt for en syklus.

Prøvene i PA 3200 GF hadde vært igjennom fem sykluser og hadde kun små riper i overflaten. Etter sammenligning med prøver som ikke hadde vært utsatt for varme, så viste prøvene som hadde vært utsatt for 5 varmesykluser, reduksjon i T_g og forandring i $\tan \delta$.

5.2.2 Labforsøk 2

Under dette lab forsøket, ble det også brukt PIR. Herdeplasten som ble brukt i denne testen består av Butandiol, Polyol, isocyanat og en type katalysator. Under denne testen ble den improviserte formen konstruert slik at herdeplast kunne helles i formen først, og deretter ble prøvene lagt over så de kom i kontakt med herdeplasten. Formen bestod av en tynn aluminiumsplate og 3 millimeter tykke aluminiumsstaver. Stavene ble lagt oppå en den tynne platen for å lage en rektangulær form med en dybde på 3 millimeter, bredde på 40 millimeter og en lengde på 160 millimeter. Prøvene som var 60 millimeter lange, kunne hvile på kantene av formen. Formen ble lagt på en varmeplate av type Fisherbrand Isotempt.

Selve testprosessen som gruppen gjennomførte for å utsette prøvene for et støp, bestod av seks punkter. En gjennomføring av testprosessen telles som en simulering av en støpesyklus:

1. Dekke prøvene og formen med en slippmiddel
2. Blande herdeplasten
3. Helle herdeplasten i formen og legge prøvene i kontakt med herdeplasten
4. La prøvene ligge i syv minutter før prøvene blir fjernet fra formen.

5. Prøvene og formen blir renset for PIR

6. Gjenta prosessen

1. For å hindre at herdeplasten satt seg fast i prøvene og formen, så ble det brukt et slippmiddel av typen Acmosil 36-4672. Så blir prøvestavene lagt ved siden av formen på varmeplaten for oppvarming.

2. Herdeplasten ble blandet i en plastkopp som stod på en vekt. Vi startet med å helle i polyol, butandiol og katalysator i plast koppen, ble de blandet godt sammen med bruk av en plastkniv. Tilsutt ble isocyanat blandet inn, denne ble blandet inn tilslutt, siden den aktiverer herdeprosessen.

3. Etter at herdeplasten er ferdigblandet, begynner en sakte herdeprosess, så herdeplasten måtte fort bli helt i formen. Når herdeplasten blir helt i formen og varmet opp til 120 °C, akselererer herdeprosessen. Tilslutt ble prøvene lagt over herdeplasten, så de kom i kontakt med herdeplasten.

4. Prøvene ble liggende i kontakt med form og herdeplasten i syv minutter. Under herdeprosessen, varmes herdeplasten opp til godt over 120 °C. Den høyeste temperaturen, ble målt opptil 140 °C.

5. Ettersom prøvene ble fjernet, ble herdeplast som hadde satt seg fast på prøvene og formen fjernet med en skrape. Herdeplasten ble fjernet mens prøvene og formen fortsatt var varme, siden herdeplast er mykere ved høye temperaturer.

6. Totalt så ble prosessen gjentatt 12 ganger og vi testet 12 prøver hver gang. Vi testet til sammen 24 prøver, som ble delt inn i tre grupper. Hver gruppe gikk igjennom prosessen fire ganger. Den første gruppen som ble testet, besto av seks prøver i PA 2200 og seks

prøver i PA 3200 GF. Neste gruppe besto av 12 prøver i PA 2200, som vi hadde med for redundans. Den siste gruppen hadde med seks prøver fra hver gruppe, tre i PA 2200 og tre i PA 3200 GF fra den første gruppen. Fra den andre gruppe ble det brukt seks prøver i PA 2200.

5.2.3 Labforsøk 3 - High Temp

På grunn av problemer med High Temp under første labforsøk, ble High Temp testet for seg selv i tilfelle testprosessen trengte justeringer for å klare å teste materiale. Måten High Temp ble testet på, var nesten identisk med med labforsøk 2.

Den eneste forskjellen var at seks prøver med High Temp, gjennomførte testprosessen fire ganger, av disse ble tre prøver tatt igjennom testprosessen fire ganger til.

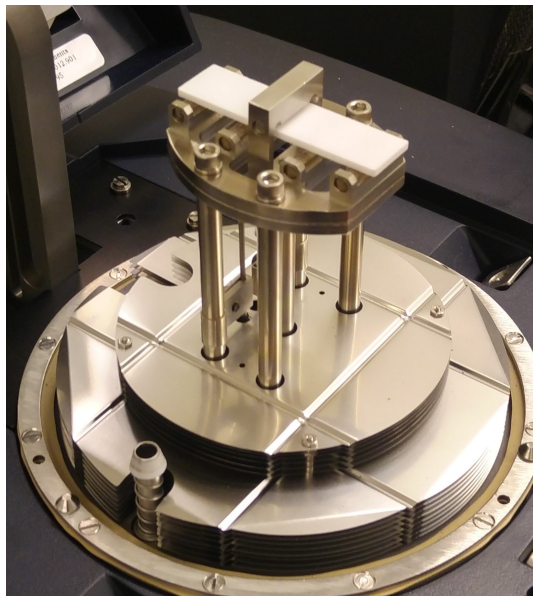
5.3 DMA testing

Under testing brukte gruppen en DMA 850 fra TA-instruments. Denne var kun utstyr med et standard testkammer og har ikke ekstra utstyr for å kunne oppnå temperaturer under 0 °C.

Det ble testet til sammen 27 prøver, ni prøver av PA 2200, ni prøver av PA 3200 GF og ni prøver med High Temp. Det var tre prøver fra tre forskjellige antall sykluser, null-, fire- og åtte sykluser.

5.3.1 Belastnings konfigurasjon

Gruppen har valgt å ta i bruk en trepunkts bøyning konfigurasjon. Hovedgrunnen til det er at denne konfigurasjonen tillater deformerte prøvestaver. Med en tre punkt bøyning konfi-



Figur 8: En DMA i en tre punkt bøyning konfigurasjon med en prøve i PA 2200

gurasjon, kan prøven kun bøyes ned. Dette fører til at oversiden opplever kun kompresjon og undersiden opplever kun strekk. Vi kunne ha valgt en single/dual cantilever konfigurasjon, der prøven er klemt fast og prøven kan bøyes opp og ned. Dermed så veksler overflatene i å oppleve bøy- og strekk-spenningen. Ulempen med single- og dual cantilever er at prøvene blir klemt fast i på to (single) eller tre punkter(dual), dermed blir prøvene utsatt for en ekstra skjærspenning som følge av klammene. Den skjærspenningen vil, i følge rapporten (Henriques mfl. 2018, s.396-397), påvirke resultatene.

Under trepunkts bøyning brukte gruppen rektangulære prøver med en lengde på 60 millimeter, bredde på 15 millimeter og en tykkelse på 2 millimeter. Dimensjonene er fastsatt av produsenten for testing med tre punkt bøyning og ble hentet fra nettsiden til TA Instrument.

5.3.2 Kalibrering

Før testing kunne begynne, kalibrerte vi testinstrumentet for å sørge for presise data. Det ble benyttet TA instruments sin standard rutine for kalibrering av kraft og posisjon.

Det ble kjørt et par tester av prøvestaver som vi på forhånd visste hvordan ville oppføre seg på, grunn av tidligere testing. Hvis det hadde kommet noen uventede verdier, så hadde vi visst at det hadde skjedd en feil under kalibreringen.

5.3.3 Generelle innstillinger

Prøven ble belastet med en kraft på 1 Newton for å holde fast prøven under testen, som er anbefalt av produsenten for tre punkt bøyning.

Under testen så må kraften tilpasses, siden prøven forandrer stivhet etter som temperaturen forandres. Dette kalles forcetrack og er anbefalt av produsenten til å være mellom 125% og 150% for tre punkt bøyning. Under denne testen så var den på 125%

5.3.4 Temperature ramp

Det ble brukte et test modus som heter "temperature ramp". Denne modusen holder frekvensen og amplituden konstant, mens temperaturen økter med en fast hastighet (Richard P. Chartoff og Dillman 2009, s.456-457). Ved denne modusen så var det mulig å identifisere T_g og modulene. Dette er en modus som er mye brukt, så dette gjorde det mulig å sammenligne resultatet med andre rapporter.

5.3.5 Tøyning/amplitude

Under testen blir prøven deformert med en fast tøyning (Controll input) og spenningene som oppstår blir brukt for å evaluere prøven (output).

For å velge en fast tøyning, gjennomførte gruppen en “Strain sweep“ på utestede prøver. Prøvene ble testet fra 0.01% til 1%, med en økning på 0.01% i hvert steg. Ved å analysere lagringsmodulen fra en “strain sweep“, så identifiserte vi at grensen for LVR er over 1%.

Gruppen prøvde en lav tøyning på 0,01 %, men fikk en betydelige mengde støy i resultatene. Det ble testet ut to forskjellige tøyninger med “temperatur ramp“, en på 0.05% og en på 0,1%, for å finne den tøyningen som gir minst variasjonsbredde i T_g verdien og støy i resultatene. Etter en rekke testing, fant vi ut at 0,1% gir minst variasjonsbredde i T_g .

5.3.6 Temperatur

Temperaturen varierte mellom 30 °C og 170 °C, med en økning på 3 °C per minutt. Før testen begynte, lå prøven i 5 minutter ved 30 °C for at prøven skulle bli varmet opp til start temperaturen (30 °C). Testen startet på 30 °C, fordi testkammeret til testmaskinen som gruppen brukte, stabiliserer seg på 30 °C etter en serie med gjentatte tester. 170 °C var satt, fordi det er rett før smeltetemperaturen til nylon. Grunnen for den lave økningen i temperatur, 3 °C per minutt er for at prøven skal få tid til å tilpasse seg temperatur økningen. Prøven er stor og består av plast, den trengte tid til å tilpasse seg. Forskjell mellom temperaturen målt og den faktiske temperaturen i prøven, er den vanligste feilen i testing med DMA (Menard 1999; Richard P. Chartoff og Dillman 2009).

Det ble ikke tatt høyde for fuktighet, på grunn av manglende utstyr til å kontrollere og påvirke fuktigheten.

5.3.7 Frekvens

Resultatene skal kun sammenlignes med hverandre, dermed blir en referanse frekvens brukt. I følge lærebøkene og andre forskningsrapporter, så blir 1 Hz brukt som referanse frekvens (Richard P. Chartoff og Dillman 2009, s.458). Effekten av å øke frekvensen, vil flytte T_g til en høyere temperatur, lavere vil gi motsatt effekt (Menard 1999; Richard P. Chartoff og Dillman 2009).

5.3.8 High temp

Testingen hadde samme frekvens, modus og konfigurasjon som termoplastene, men tøyningen og temperaturspekteret var annerledes. High Temp er et stivere materiale og med en tøyning på 0.1% så havnet materialet på utsiden av LVR. Tøyningen er da satt til 0,01% for å holde materialet innenfor LVR.

Temperaturen var satt høyere, siden herdeplast ikke har et fastsatt smeltepunkt. I følge produsenten så har high temp et "Heat Deflection Temperature" på 238 °C (Formlabs 2018b), siden T_g oppstår før "Heat Deflection Temperature" så ble maks temperaturen satt på 238 °C.

5.4 Thermal Mechanical Analysis (TMA)

Gruppen hadde planer om å utføre samme type sammenligning av prøver med ulik antall Varmesykluser, men i stedet for å bruke en DMA brukes en Thermal Mechanical Analysis (TMA). En TMA kan undersøke utvidningskoeffisienten, i følge boken til (Wang, Zheng og Zheng 2011, s.523), påvirkes utvidningskoeffisienten av termisk degradering og parti-

kelforsterkning. Resultater fra en TMA reflektere også forandringer i T_g , dette kunne ha bygd på resultater fra DMA.

Gruppen valgte å ikke utføre TMA tester på grunn av tekniske problemer med selve TMA og produksjonsfeil ved prøvestavene til TMA.

6 Resultater

Alt av resultater er basert på rå dataen fra DMA testing. Denne rå dataen har blir behandlet i excel, der gruppen brukte integrasjon for å regnet ut areal under grafene og enkle formler som gjennomsnitt og standardavvik. Alle resultatene fra DMA testingen er grafisk fremstilt i vedlegg A.

6.1 PA2200 og PA 3200 GF

6.2 Glass overgangstemperatur

Ved å ta gjennomsnittet av tre prøver, tabell 2 og 3, får vi at PA 2200 har en T_g på 50,8 °C og PA3200 GF har en T_g på 53,25 °C. Etter fire varme sykluser hadde PA 3200 GF sunket med 3,248 °C, mens PA 2200 har kun sunket med 0,155°C. Etter åtte sykluser har PA 3200 GF økt med 0,103 °C, mens PA 2200 fortsetter å synke med 0,337 °C.

Tabell 2: Glassovergangstemperatur definert med $\tan \delta$ for PA 2200

Antall Sykluser	0	4	8
Prøve 1	51,005 °C	50,575 °C	50,422 °C
Prøve 2	50,762 °C	50,547 °C	50,867 °C
Prøve 3	50,422 °C	50,596 °C	49,964 °C
Gjennomsnitt	50,818 °C	50,663 °C	50,326 °C
standardavvik	0,121 °C	0,176 °C	0,32 °C

Tabell 3: Glassovergangstemperatur definert med $\tan \delta$ for PA 3200 GF

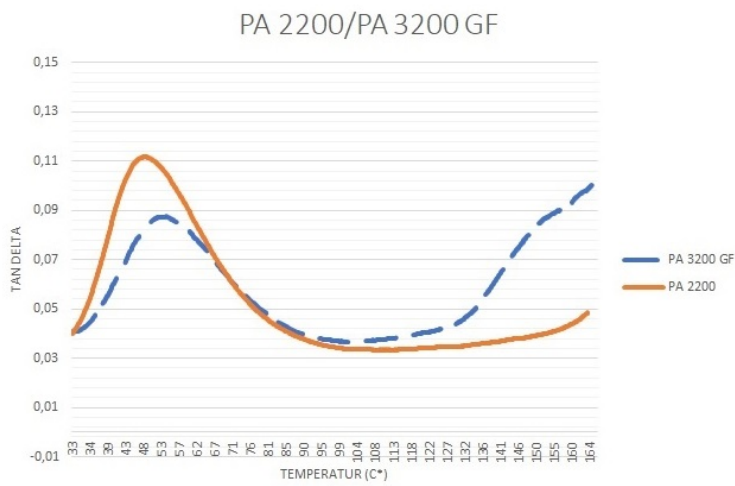
Antall Sykluser	0	4	8
Prøve 1	53,783 °C	50,267 °C	50,253 °C
Prøve 2	52,568 °C	50,158 °C	49,862 °C
Prøve 3	53,391 °C	49,568 °C	50,101 °C
Gjennomsnitt	53,246 °C	49,998 °C	50,101 °C
standardavvik	0,62 °C	0,375 °C	0,048 °C

6.3 Sammenligning av PA2200 og PA 3200 GF før varme sykluser

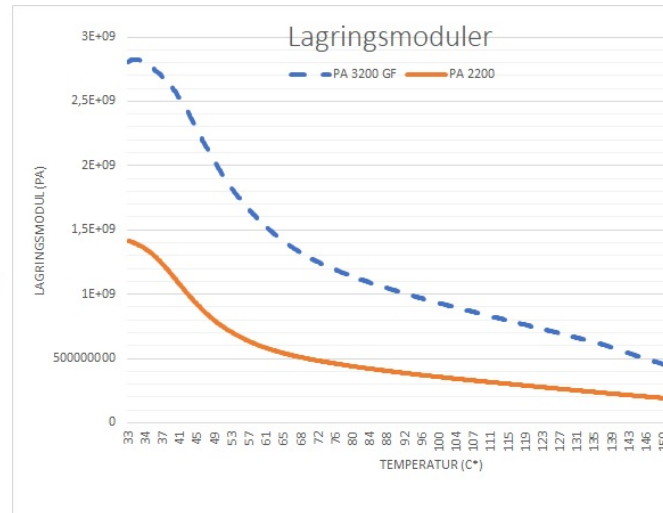
I figur 7(a) og (b) sammenlignes lagringsmodulen og tapsmodulen til PA 2200 og PA 3200 GF. Lagringsmodulen beskriver hvor mye krefter prøven tar opp elastisk ved en økende temperaturer, tapsmodulen fungerer på samme måte bare at den beskriver den viskøse responsen. Det er viktig å merke seg at grafen i figur 6(b) har en logaritmisk akse.

Lagringmodulen og tapsmodulen til PA 3200 Gf er høyere ved alle temperaturer enn modulene til PA 2200. PA 3200 Gf har en gjennomsnittlig høyere elastiske respons, på 229,6% og en 242,5% høyere viskøs respons.

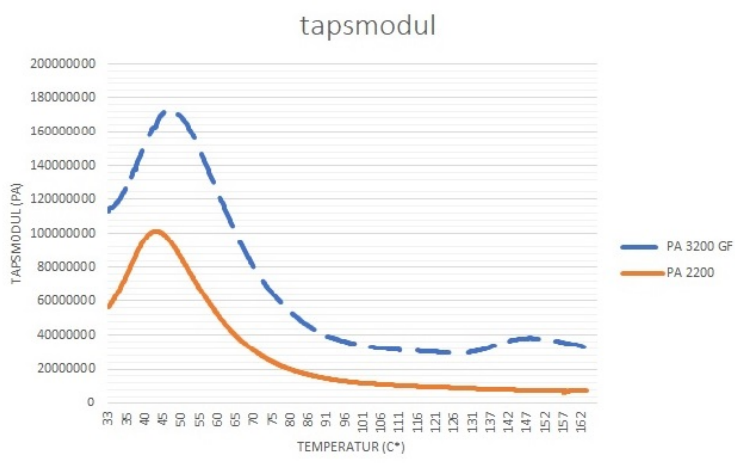
Høyden til $\tan \delta$ modulen i figur 9 beskriver dempingen til materialet for en angitt temperatur. Demping beskriver forholdet mellom den viskøse og elastiske modulen. Hvis dempingen øker, tar materialet opp en større andel av belastningen med en viskøs respons framfor en elastisk. PA 3200 Gf har den laveste dempingen helt fram til 71°C. Den første bølgen i $\tan \delta$ er glassovergangen (figur 9 (a) og (B)). Den siste bølgen i $\tan \delta$ og tapsmodulen til PA 3200 GF. Som starter ved 130 °C og kommer fra en interaksjon mellom glasspartiklene og PA-12. Denne interaksjonen skjer uavhengig av antall varme sykluser (figur 11).



(a) Tan Delta



(b) Lagringsmodul



(c) Tapsmodul

Figur 9: Sammenligning av modulene til PA 2200 og PA 3200 GF før det blir utsatt for varmes.

6.4 Resultater fra DMA test etter varme sykluser

6.4.1 PA 2200

Gruppen har observert tre forandringer i PA 2200 som følge av økt antall sykluser: Synkende T_g (tabell 2), lengre glassovergang og større demping. I figur 12 øker lengden på bølgen i $\tan \delta$, dette betyr at glassovergangen skjer over et større temperaturspekter.

Ettersom syklusene øker, øker også dempingen til PA 2200. Arealet under $\tan \delta$ har økt med 0,8 %. Lagringsmodulen 3,56% Tapsmodulen synker med 4,5 %

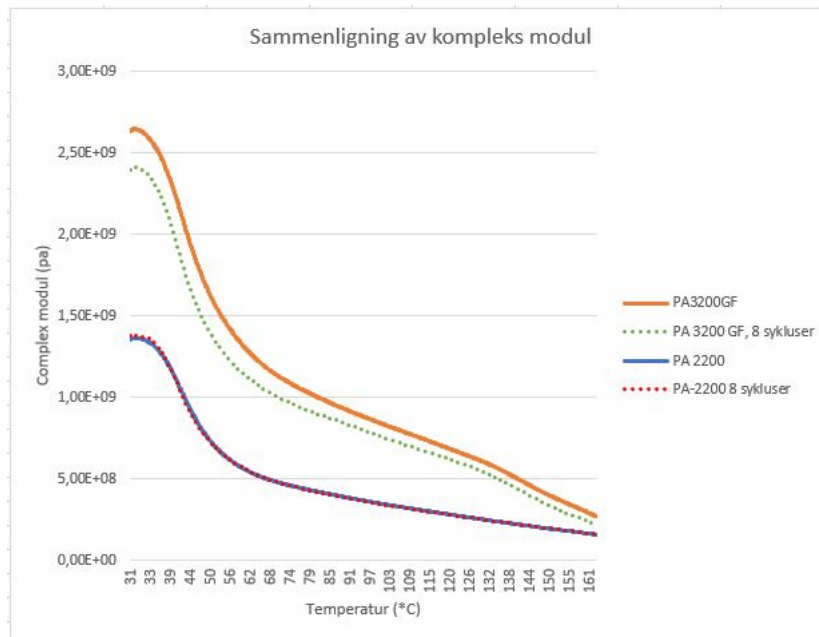
6.4.2 PA 3200 GF

Sammenlignet med PA 2200, så har PA 3200 GF gått igjennom en betydelig større forandring. Arealet under $\tan \delta$ har økt med 5%, figur 11(c). Både den elastiske og viskøse responsen har sunket ettersom antall varme sykluser øker, forholdsvis 12,90% og 9,74%. I figur 11 og tabell 3 er det tydelig at de største forandringene skjer etter kun fire varmesykluser.

6.4.3 Sammenligning av Kompleks modul

Den komplekse modulen (E^*) beskriver hvor mye materialet står i mot bøyning under en syklisk deformasjon, i dette tilfelle er maks deformasjonen 0.1%. Ved å plote den komplekse modulen mot temperatur, kommer det fram hvordan stivheten til materialet forandrer seg etter som temperaturen øker.

Det er tydelig i figur 10 at PA 3200 GF mister mest stivhet som følge av varme sykluser, den mister i gjennomsnitt 13,1 % E^* sammenlignet med PA 2200 som mister kun 0,003% E^* .

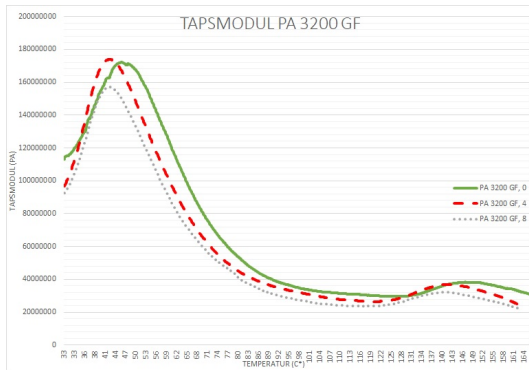


Figur 10: Sammenligning av de komplekse modulene til PA 2200 og PA 3200 GF, etter null og åtte varme sykluser

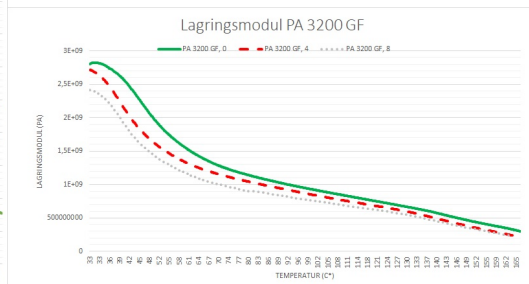
6.5 High Temp

High Temp starter med en høy gjennomsnittlig T_g på $187,84\text{ }^\circ\text{C}$, som først går ned til $179,27\text{ }^\circ\text{C}$ etter fire sykluser, også går den opp til $184,174\text{ }^\circ\text{C}$ etter åtte sykluser.

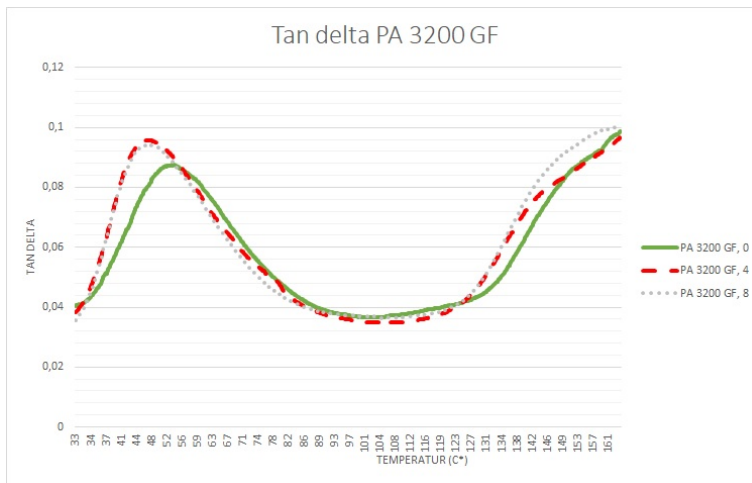
På figur 5 så er det mulig å se at High Temp har to høye bølger i grafen til $\text{Tan } \delta$. Den første bølgen kalles T_β , denne bølgen indikerer avslapninger i materialet før T_g . Den andre bølgen regnes som T_g , sammenlignet med resultatene til PA-12 (figur 2 og 3) er T_g bølgen mer avrundet og større. Dette gjør det vanskeligere å få en nøyaktig definisjon av T_g .



(a) Tapsmodul

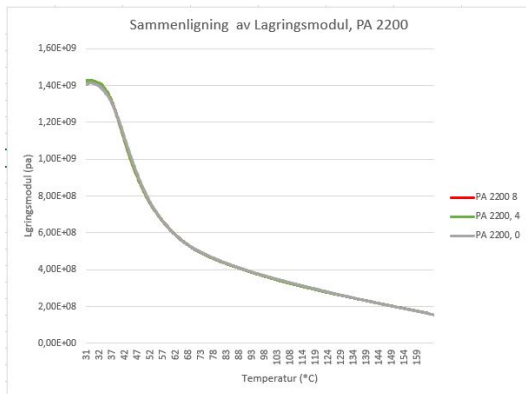


(b) Lagringsmodul

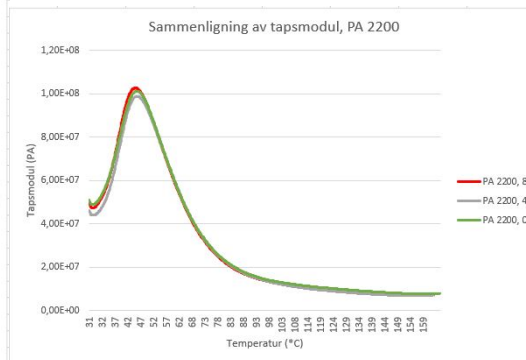


(c) Tan Delta

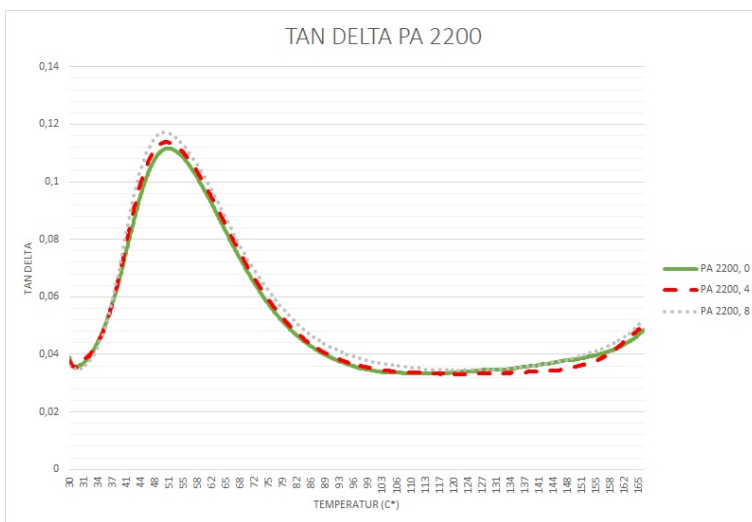
Figur 11: PA 3200 GF: sammenligning av DMA resultater ved ulike varme sykluser



(a) Lagringsmodul

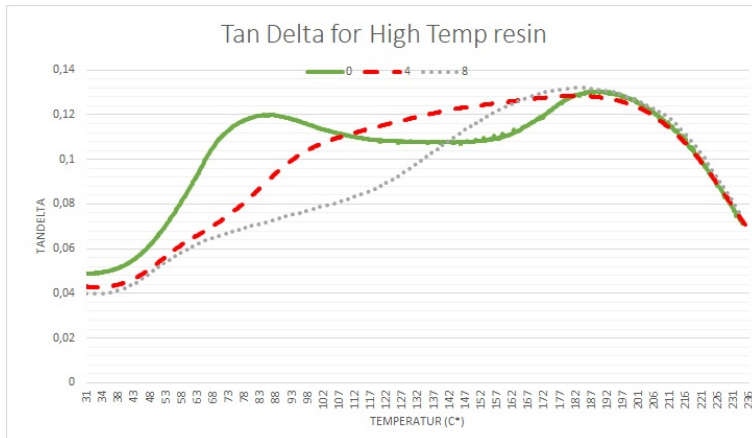


(b) Tapsmodul



(c) Tan Delta

Figur 12: PA 2200: Sammenligning av DMA resultater ved ulike varme sykluser



Figur 13: $\tan \delta$ til High Temp, etter null sykluser, fire sykluser og åtte sykluser

Tabell 4: Glass overgangstemperatur definert med $\tan \delta$ for High temp

Sykluser	0	4	8
Prøve 1	186,214 °C	181,984 °C	184,528 °C
Prøve 2	186,207 °C	180,170 °C	183,005 °C
Prøve 3	187,839 °C	175,469 °C	184,988 °C
Gjennomsnitt	186,75 °C	179,27 °C	184,174 °C
standardavvik	0,93 °C	3,36 °C	1,308 °C

7 Diskusjon

7.1 Metode

Metoden gruppen valgte for å simulere varmesyklusen, ga et realistisk bilde av hvordan herdeplasten utvikler varme under produksjon. Den eneste faktoren som manglet var spenningene som oppstår i materialet under støping. Selv om spenningene hadde vært minimale, så har spenninger i materialet en påvirkning på nedbrytningsmekanismene (Richard P. Chartoff og Dillman 2009).

Gruppen kunne har fått et bedre bilde av materialet, ved å printe flere prøver og testet de på flere ulike sykluser. Det var først planer om å teste med tre forskjellige Varmesykluser. Derfor ble det printet ni prøver per materiale, tre prøver per syklus. Vi fant ut at vi ville få et mer nøyaktig resultat hvis vi bare sammenlignet prøvene fra samme print. Det ble derfor reservert tre prøver til å bli testet uten å gå igjennom en varmesyklus. Gruppen burde ha printet flere prøver, men det ble ikke gjennomført fordi EOS printerer blitt reservert til andre oppdrag.

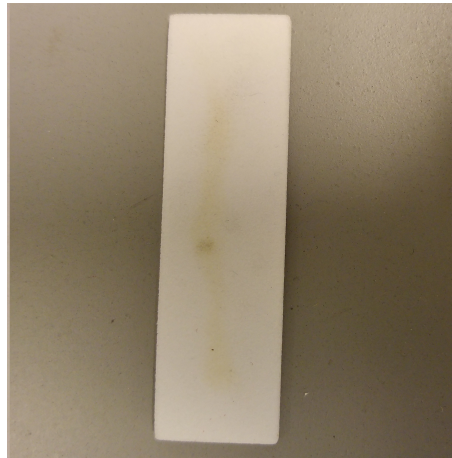
Bakgrunnen for valget av antall Varmesykluser, var at former i dette materialet kunne produsere noen få støp. Fra tidligere testing så hadde vi også en indikasjon på hvordan materialet ble påvirket etter fem sykluser. Dermed konkluderte vi, med den informasjonen vi hadde tilgjengelig. At testing på intervaller på fire og åtte sykluser hadde størst sannsynlighet for å gi et godt bilde av materialet.

For å karakterisere materialene, så tok gruppen i bruk en DMA som gir oss et bilde av T_g og de viskoelastiske egenskapene. Ved å sammenligne utviklingen til faseskiftet med antall Varmesykluser som materialet har opplevd, får gruppen muligheten til å beskrive skadeomfanget av nedbrytningsmekanismene.

Gruppen hadde ønske om å undersøke forandringene på utvidelsekoeffisienten med en Thermalmechanical Analyzer(TMA), men det oppsto problemer med TMA, så dette kunne ikke bli gjennomført.

7.2 Nedbrytningsmekanismer effekt på PA-12

Ved å analysere PA 2200, får gruppen et bilde av degenereringen av kun PA-12; Under varme syklusene blir PA-12 utsatt for en rekke nedbrytningsmekanismer. Termisk degradering (Gates 2003, s.23-24), mekanisk degradering (Gates 2003, s.28-29) og termisk oksidasjon, der termisk oksidasjon er den mest betydelige. Termisk og mekanisk degra-



Figur 14: Eksempel på misfarging på en prøve i PA 2200

dering har en neglisjerbar effekt, siden prøven er utsatt for korte varmesykluser og den ble ikke utsatt for noen betydelige belastninger-

Degradering med oksidasjon oppstår når et materialet kommer i kontakt med luft. Ved romtemperaturer tar det lang tid før skaden er betydelig, men ved å øke temperaturen så akselerer oksidasjonen (termisk oksidasjon). Effekten av termisk oksidasjon kan i følge rapporten til (Gates 2003, s.22-23), observeres med vekt tap, reduksjon av T_g , misfarging og forandringer i de viskoelastiske egenskapene. Reduksjon i T_g og forandringer i viskoelastiske egenskaper har gruppen målt nøyaktig med en DMA. Massetap kan ikke brukes til å måle effekten av oksidasjon, siden masse tapet er minimalt og det finnes alt for mange ukjente variabler som påvirker vekten til prøvene. Det har også vært observert sporadisk misfarging hos PA 2200 prøver (figur 14). Det er også andre effekter av oksidasjon, som reduksjon i lengdeutvidelse, stivhet, styrke og dimensjon endring. Disse egenskapene er betydelig i en applikasjon i virkeligheten, men er ikke anbefalt å bruke til å måle skadeomfanget av termisk oksidasjon (Gates 2003).

7.3 PA 3200 GF: Effekten av glass partikler

Glasspartikler blir tilsatt for å forebygge deformasjon under høye temperaturer (Menard 1999, s.118), i figur 10 er det synlig hvordan glass partiklene øker resistansen mot deformasjon. Selv etter at PA 3200 Gf har blitt utsatt for åtte Varmesykluser, har den en bedre stivhet.

Formen på lagringsmodulen kan brukes til å få en antydning på krystalliniteten til en polymer ved å sammenligne fallet og plataet til lagringsmodulene (Richard P. Chartoff og Dillman 2009, s.421). I figur 9, er det tydelig at PA 3200 GF har en mye større andel amorf struktur enn PA 2200, på grunn av at PA 3200 GF har et større fall og et brattere platå. Formen til lagringsmodulen er, ifølge rapport (Bai mfl. 2014), ikke påvirket direkte av glasspartiklene. Gruppen kan konkludere med at glasspartikler stimulerer dannelsen av en mer amorf struktur i PA-12 under SLS prosessen. Gruppen kan påstå at tilsetning av glasspartikler påvirker krystalliniteten, men vi har ikke tilgang til en metode for å nøyaktig definere hvor store forskjellene er.

Etter 130°C øker dempingen til PA 3200 GF. Dette er fenomenet observeres i alle prøver med glasspartikler, uansett termisk historie. Dette fenomenet har også blitt observert i (Bai mfl. 2014), der de argumenterer for at dette skyldes en økt friksjon mellom partiklene og PA-12.

7.3.1 Svakheten med PA 3200 GF

De dramatiske forandringene i PA 3200 GF, sammenlignet med PA 2200, opptrer etter kun fire Varmesykluser. Gruppen har observeres en reduksjon i T_g på 3,2 °C, reduksjon i stivhet på 12,9% og en økning i demping på 5%. Forandringen i T_g og demping, kunne ha kommet fra termisk oksidasjon av PA-12, men ved å sammenligne med resultatene fra PA 2200, som består av 100% PA-12. Så kan gruppen anta at det er en minimal påvirkning av termisk oksidasjon av PA-12 på resultatene. I rapport (Gates 2003, s.30), så er en reduksjon i stivhet en sikker indikasjon på en svikt i det fysiske grensesnitt mellom partiklene

og PA-12. Svikten kan komme av både en mekaniske og en kjemiske svikt i det fysiske grensesnitt mellom partiklene og PA-12 (Matthews 1999, s.61-63).

Den mekaniske svikten kan komme av ulike utvidningskoeffisienter mellom PA-12 og glasspartiklene (D. Hull 1996, s.241-244), dette fører til at utvidelsen river i stykker molekylene som holder fast glass partiklene. Den kjemiske svikten kan komme av at belegget på glasspartiklene, brytes ned av høye temperaturer. Hvis belegget brytes ned, forsvinner koblingen mellom PA-12 og partiklene. Gruppen har ikke klart å få informasjon av produsenten om belegget på glasspartiklene.

Som nevnt tidligere, er det observert en økning i friksjon mellom PA-12 og partiklene etter 130 °C. Dette tyder på at svikten starter ved 130 °C, men det kreves mer informasjon for å fastslå dette.

Ved å sammenligne hvor mye $\tan\delta$ og stivheten til PA 2200 og PA 3200 GF synker etter fire og åtte Varmesykluser, er det tydelig at denne svikten i det fysiske grensesnitt mellom partiklene og PA-12, gir en betydelig større forandring i hvordan PA 3200 GF tar opp krefter sammenlignet med PA 2200.

7.3.2 Oppsummering: PA 3200 GF

- Er stivere enn PA 2200 under et temperaturspekter mellom 30 og 170 °C, selv etter åtte Varmesykluser
- Glasspartiklene påvirker SLS prosessen
- Betydelig forandring i egenskapene til PA 3200 GF etter fire sykluser. Grunnet svikt mellom det fysiske grensesnittet til glasspartiklene og PA-12.

7.4 High Temp

High Temp er en herdeplast, dette gir High Temp en helt annen kjemisk struktur enn PA-12. Alle Tverrbindingene mellom molekylkjedene gir den bedre termiske egenskaper,

men den får også høyere young's modul og en lavere strekkfasthet, (Formlabs 2018b). De mekaniske egenskapene ga oss utfordringer under testingen av High Temp, siden prøvene brakk veldig lett. Det var også andre praktiske ulemper forbundet med produksjon av High Temp, som høy pris og begrenset byggevolum på SLA-printere.

High Temp er, ifølge produsenten (Formlabs 2018b), lagd for å være termisk stabil. Det betyr at herdeplasten er skreddersydd for å forandre seg minst mulig under temperatur variasjoner. En DMA måler overganger i materialet med å variere temperaturen, små forandringer i resultatene gjør det vanskeligere å definere en nøyaktig T_g . Gruppen definerer T_g ved å ta toppenpunktet på den høyeste bølgen til $\tan \delta$, men denne bølgen har en avrundet topp, (figur 13). Dette gir en stor variasjonsbrede i resultatene (tabell 4). Gruppen kan konkludere med at DMA er uegnet for å definere T_g for High Temp resin. For å kunne definere T_g med en høy sikkerhet, kan en Differential Scanning Calorimetry (DSC) bli brukt (Richard P. Chartoff og Dillman 2009).

8 Konklusjon

PA 3200 GF viste en høyere stivhet mellom temperaturene 30 til 170 °C enn PA 2200. Men etter åtte gjentatte varmesykluser, mister PA 3200 GF en betydelig del av stivheten sin. T_g gikk drastisk ned og hadde en betydelig forandring i de viskoelastiske egenskapene. PA 2200 derimot har en god resistans mot nedbrytning av varme. Dette kommer tydelig frem med en neglisjerbar forandring i T_g , stivhet og de viskoelastiske egenskapene. Denne forskjellen kommer av at PA 3200 GF, som har 30% glasspartikler. Får en svikt i det fysiske grensesnittet mellom glasspartiklene og PA-12 etter gjentatte varme sykluser.

High Temp viser tegn til en høy T_g og en høy termisk stabilitet, men det kan ikke defineres nøyaktig med bruk av en DMA. Andre analysemetoder er nødvendig.

9 Videre arbeid

- Andre metoder kan bygge på DMA resultatene. En TMA og en røntgenkrystallografi kan bli brukt for å gi et sikrere og mer helhetlig bilde av materialet.
- DSC kan bli brukt istedet for DMA for å definere faseoverganger i High Temp med en større nøyaktighet.
- Teste med PUR istedet for PIR. PUR vil produsere lavere temperaturer under herdeplassen og dermed kan effekten av lavere temperaturer bli undersøkt.

Litteraturliste

- Atrut Witkoswski, ANN A.Stec og T. Richard Hull (2016). *Thermal Decomposition of polymeric materials*", i Morgan J. Hurley (ed.) *SFPE Handbook of Fire Protection Engineering*. New York, NY: Springer New York.
- Bai, Jiaming mfl. (2014). *Influence of carbon nanotubes on the rheology and dynamic mechanical properties of polyamide-12 for laser sintering*. Tekn. rapp. University of Nottingham. URL: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142941814000701>.
- e-Manufacturing (2008). *Material data sheet-Alumide*, (Hentet: 15.mai 2019). URL: <https://www.sculpteo.com/static/0.30.0-49/documents/materials/alumide/mds-alumide.pdf>.
- (2009). *Material data sheet-PA 3200 GF*, (Hentet: 15.mai 2019). URL: <https://one3d.cz/wp-content/uploads/2017/01/PA3200GF.pdf>.
- Formlabs (2018a). *Material data sheet-Grey Pro*, (Hentet: 15.mai 2019). URL: https://formlabs-media.formlabs.com/datasheets/Grey_Pro_Technical.pdf.
- (2018b). *Material data sheet-High Temp*. (Hentet: 15.mai 2019). URL: https://formlabs-media.formlabs.com/datasheets/High_Temp_Technical.pdf.
- Gates, Thomas S. (2003). *On the Use of Accelerated Test Methods for Characterization of Advanced Composite Materials - NASA/TP-2003-212407*. Tekn. rapp. NASA, (12.mai 2019). URL: <http://hdl.handle.net/2060/20030058949>.
- Henriques, I.R mfl. (2018). «Comparisons of complex modulus provided by different DMA». I: *Polymer Testing*. ISSN: 0142-9418. URL: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S014294181830967X>.
- Hull, Derek (1996). *An introduction to composite materials*. Cambridge solid state science series. Cambridge: Cambridge University Press.
- John, Dick S. og Rader P. Charles (2014). «Polyurethane». I: *Raw Materials Supply Chain for Rubber Products - Overview of the Global Use of Raw Materials, Poly-*

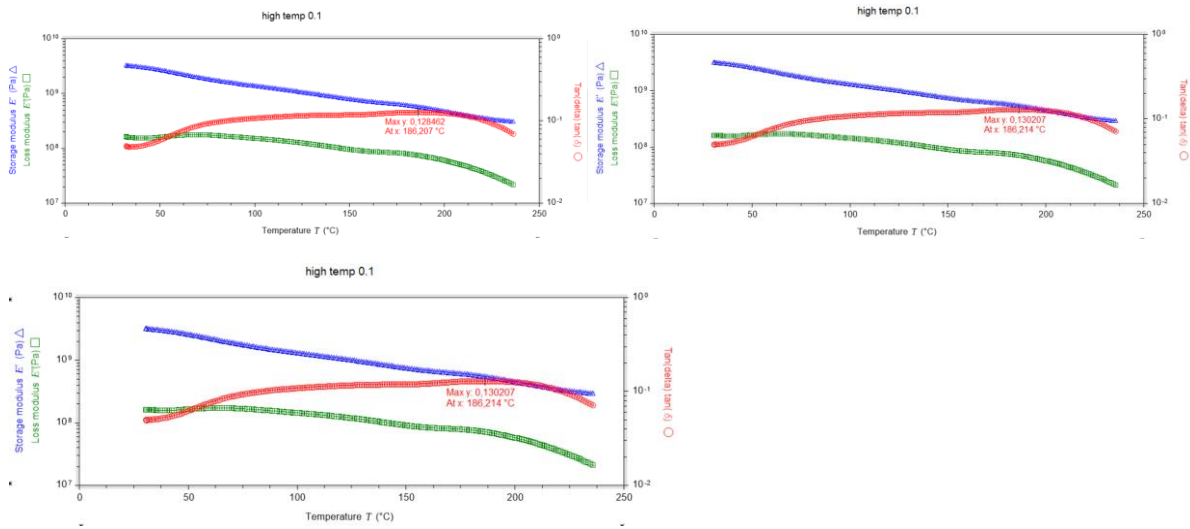
- mers, Compounding Ingredients, and Chemical Intermediates*. Hanser Publishers. ISBN: 9781569905371. URL: <https://app.knovel.com/hotlink/pdf/rcid:kpRMSCRPO0R/id:kt00U8UR51/raw-materials-supply/polyurethane?kpromoter=Summon>.
- Koltzenburg, Sebastian, Michael Maskos og Oskar Nuyken (2017). *Polymer Chemistry*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg.
- Matthews, F.L (1999). *Composite materials : engineering and science*. Boca Raton, Fla: CRC Press.
- McCrRUM, N.G., C.P BUCKLEY og C.B.BUCKNAL (1988). *Principles of polymer engineering*. Oxford, United Kingdom: OXFORD SCIENCE PUBLICATIONS.
- Menard, Kevin P (1999). *Dynamic mechanical analysis : a practical introduction*. Boca Raton, Fla: CRC Press.
- Richard P. Chartoff, Joseph D. Menczel og Steven H. Dillman (2009). *Dynamic Mechanical Analysis*", i Josepg D. Menczel (ed.) og R. Bruce Prime (ed.) *Thermal Analysis of Polymers*. John Wiley & Sons, Ltd, s. 387–496.
- Solitions, e-Manufacturing (2010). *Material data sheet-PA 2200*, (Hentet: 15.mai 2019). URL: <http://www.3dformtech.fi/lataukset/PA2200.pdf>.
- Türk, Daniel mfl. (2018). «Mechanical characterization of 3D-printed polymers». I: *Additive Manufacturing*, (Hentet: 12.mai 2019). ISSN: 2214-8604. URL: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214860417302749>.
- Volpato, Neri og Thomas H.C. Childs (2003). «Shelling strategies to save time in a rapid tooling process». I: *Rapid Prototyping Journal*, (Hentet: 12.mai 2019). DOI: [10.1108/13552540310467086](https://doi.org/10.1108/13552540310467086). URL: <https://doi.org/10.1108/13552540310467086>.
- Wang, R, S Zheng og Y. Zheng (2011). *Other properties of polymer composites*. *Polymer Matrix Composites and Technology*, Wang, R.(ed.) i *Polymer Matrix Composites and Technology*. Oxford ; Woodhead Pub.

Vedlegg

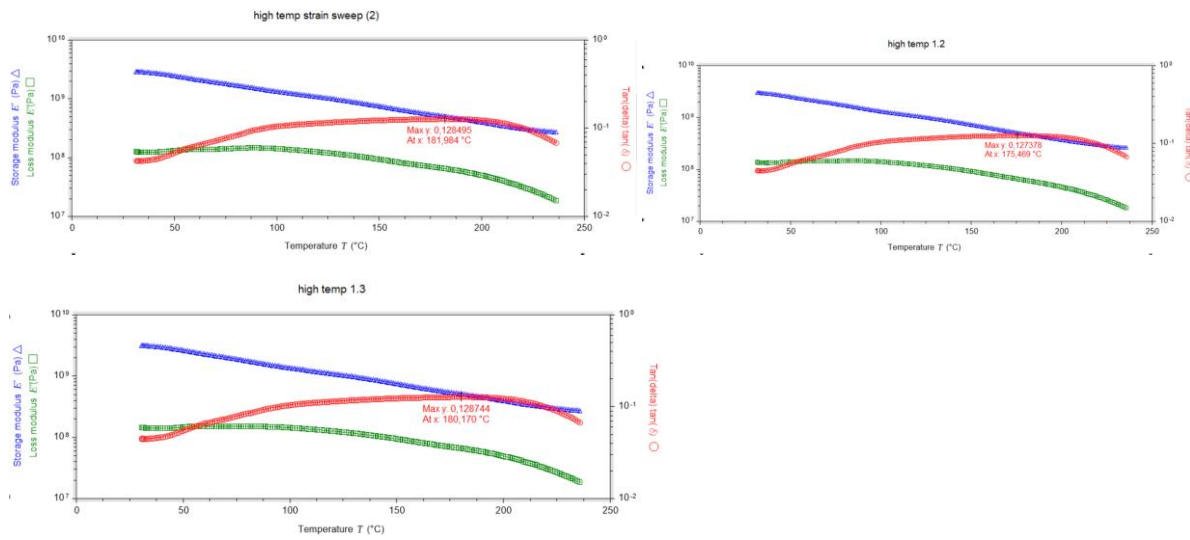
A	DMA resultater	50
---	--------------------------	----

A DMA resultater

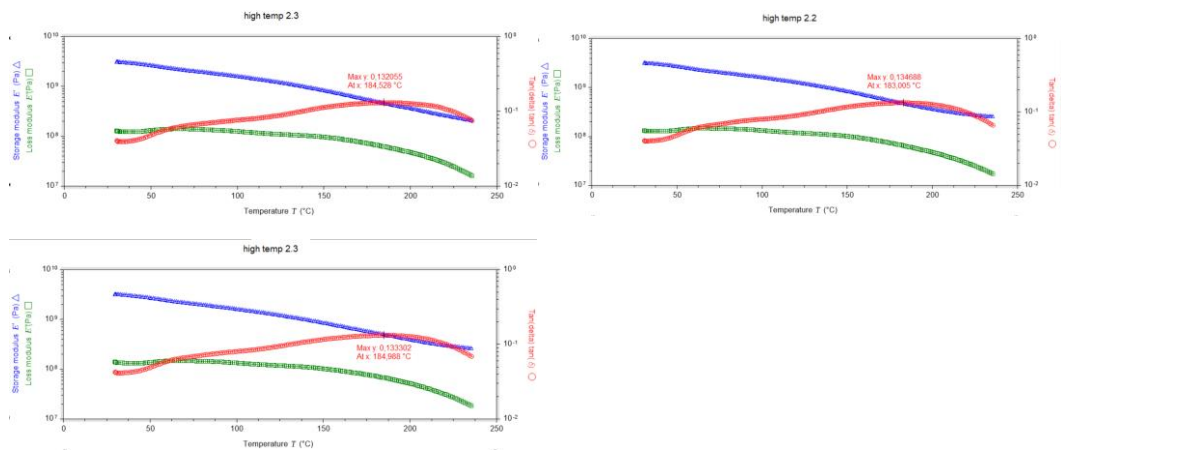
High Temp resin, 0 varme sykluser:



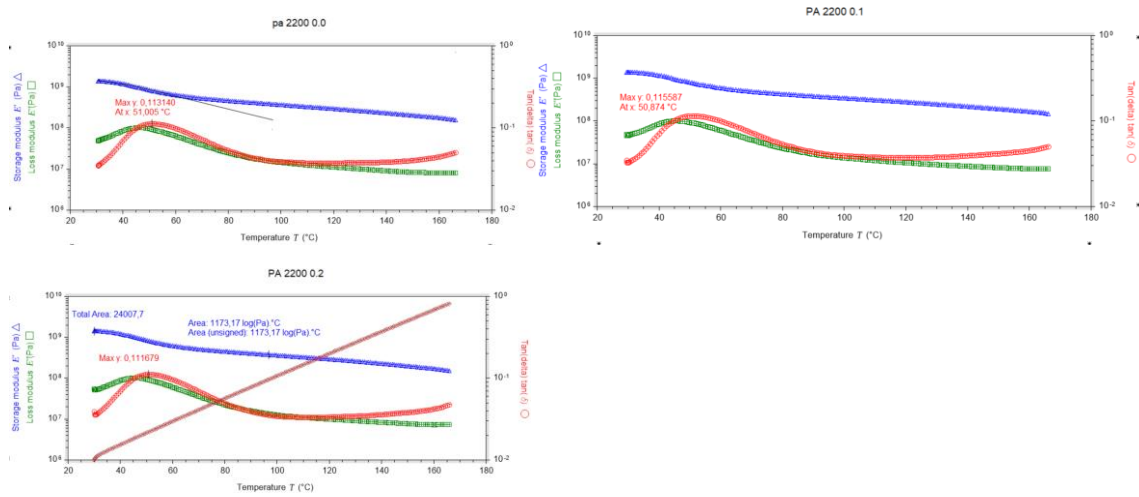
High Temp resin, 4 varme sykluser:



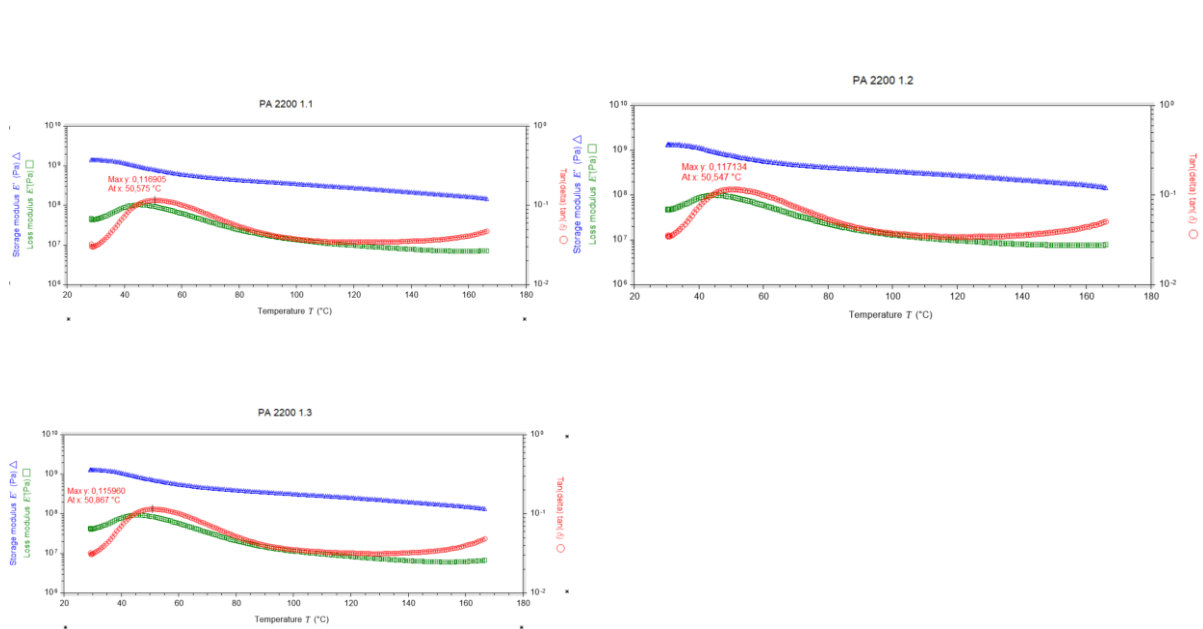
High Temp resin, 8 varme sykluser:



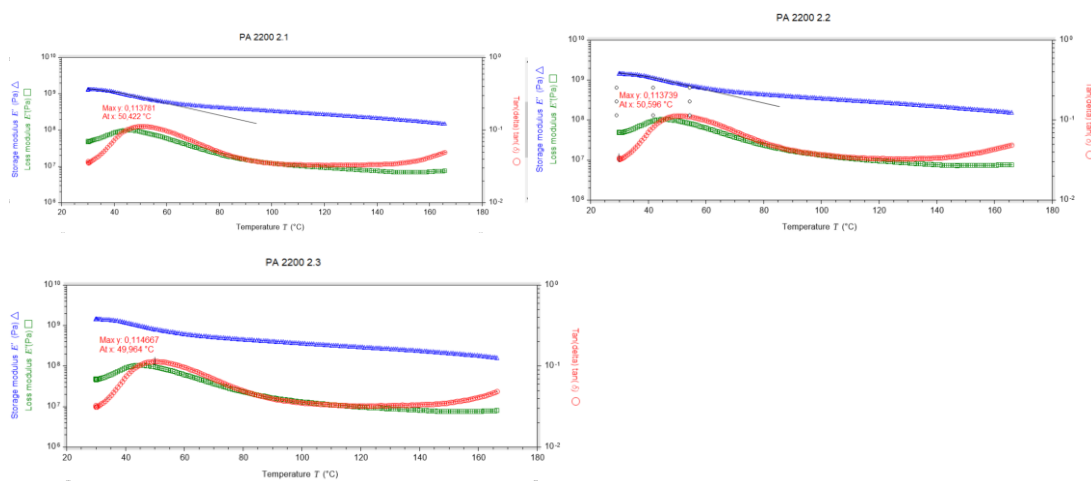
PA 2200, 0 varme sykluser:



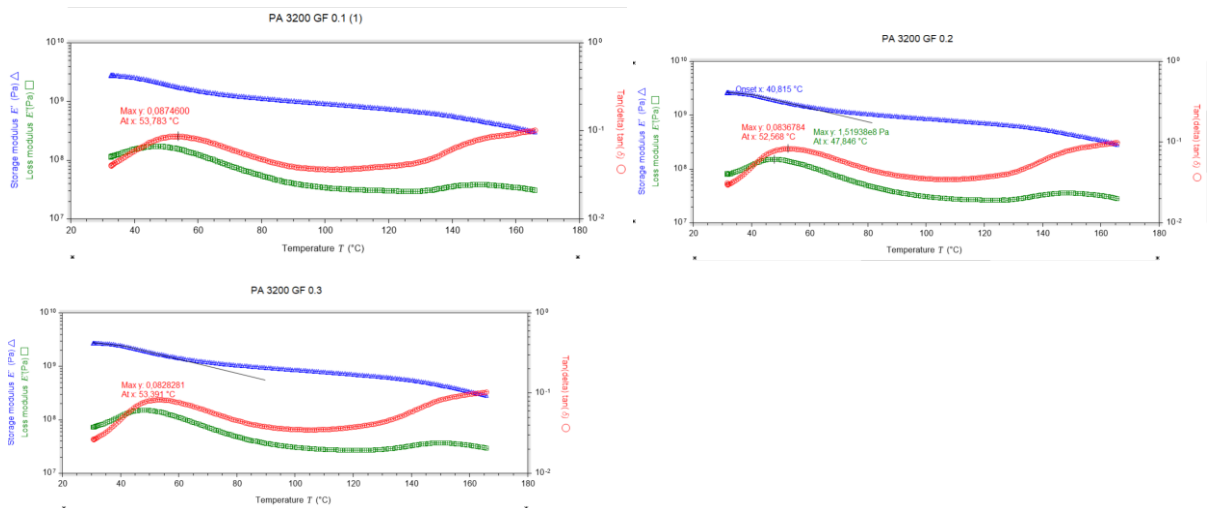
PA 2200, 4 varme sykluser:



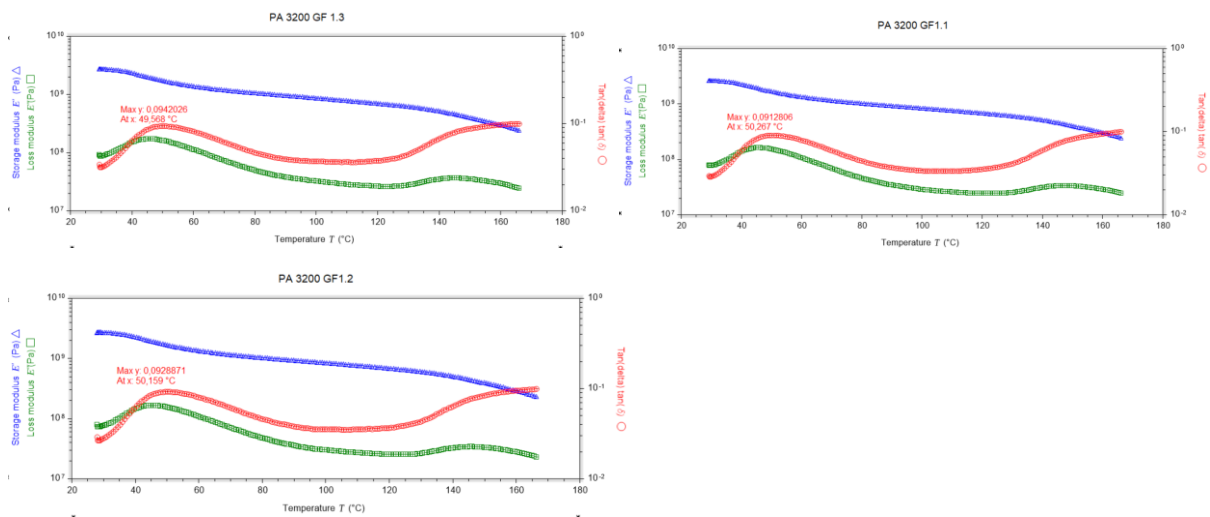
PA 2200, 8 varme sykluser:



Pa 3200 GF, 0 varme sykluser:



Pa 3200 GF, 4 varme sykluser:



Pa 3200 GF, 8 varme sykluser:

