

Teollisen 3D-tulostuksen raaka-aineen laadunhallinta

Case: Materflow Oy

LAHDEN
AMMATTIKORKEAKOULU
Tekniikan ala
Materiaalitekniikka
Muovitekniikka
Opinnäytetyö
Kevät 2017
Mariia Pelttari

Lahden ammattikorkeakoulu
Materiaalitekniikka

PELTTARI, MARIIA:

Teollisen 3D-tulostuksen raaka-
aineen laadunhallinta
Case: Materflow Oy

Muovitekniikan opinnäytetyö, 56 sivua, 17 liitesivua

Kevät 2017

TIIVISTELMÄ

Opinnäytetyö tehtiin Materflow Oy:n toimeksiantona. Työssä keskitytään muovimateriaaleihin ja muovituotteiden 3D-tulostamiseen, joka on materiaalia lisäävää valmistusta. Materflow Oy on yksi Lahden menestyvimmistä startup-yrityksistä ja erittäin ajankohtainen tekijä alan teknologiakehityksen kannalta.

Työn tarkoituksena oli selvittää teollisen 3D-tulostuksen SLS-tekniikassa käytettävien raaka-aineiden laadun heikkenemisen syitä, ilmenemismuotoja ja ehkäisemiskeinoja. Valmistusprosessissa yli jäävä raaka-aine altistuu korkealle lämpötilalle, mikä muuttaa sen termisiä ja viskositeettiominaisuuksia. Tutkin valikoivan lasersintrausprosessin vaikutuksia raaka-aineeseen ja sen kelpoisuutta uudelleenkäyttöön. Yrityksessä käytettävän raaka-aineen laatua kartoitettiin sulaviskositeettimittauksen avulla ja laadulle tulkittiin tietyt raja-arvot.

Työssä tutkitaan pääasiassa SLS-tekniikassa käytettävien materiaalien vanhenemista. Erityisesti tutkittiin EOS GmbH:n valmistamaa PA2200 -polyamidijauhetta. Raaka-aineen kierrättämiseen ja uudelleenkäyttömahdollisuuksiin perehdyttiin sekä etsittiin ratkaisuja näissä prosesseissa ilmeneviin ongelmiin.

Opinnäytetyön teoriaosassa käsitellään raaka-aineen ominaisuuksia, lasersintrausprosessia ja sen parametreja. Raaka-aineen laatu, siihen vaikuttavat tekijät ja sen tehokkaat käyttömenetelmät ovat tärkeimmät aiheet teoriaosuudessa.

Toiminallinen osa sisältää Materflow Oy:n käyttämän raaka-aineen ja siitä valmistettujen kappaleiden kokeelliset tulokset. Työn aikana suoritettiin raaka-ainejauheelle sulaviskositeettimittauksia ja mikroskopiaa. Vetokokeilla testattiin valmiita kappaleita, joihin osaan oli tehty jälkikäsittelyjä.

Asiasanat: 3D-tulostus, materiaalia lisäävä valmistus, laadunhallinta, polyamidijauhe, pikavalmistus, lasersintraus

Lahti University of Applied Sciences
Degree Programme in Process and Materials Engineering

PELTTARI, MARIIA: Industrial 3D printing materials and
their quality
Case: Materflow Oy

Bachelor's Thesis in Plastics Engineering, 56 pages, 17 pages
of appendices

Spring 2017

ABSTRACT

This thesis was an assignment given by Materflow Oy. The aim of the thesis was to study the effects of different qualities of 3D printing materials, especially plastic materials used in laser sintered products. Selective laser sintering is a great technology to produce accurate products using dedicated machinery. Two best known manufacturers of laser sintering machines and materials are EOS GmbH and 3D Systems Co. Materflow Oy is using EOS machinery and an EOS material called PA2200.

Materflow Oy uses fine loose polyamide powder in the laser sintering process to make additive manufactured parts. The Laser sintering process deteriorates the material which is used in the machine's chamber. The powder is affected by heat and time and those are found to be the most significant reasons for deterioration. The challenge in fabricating laser sintered plastic parts is their quality requirements and how to meet them.

To study the quality of materials, Material Flow Indexer was employed in this case. The aim was to find quality limits for material that is recycled and reused. Some methods are presented about how recycling could be performed even more effectively.

In the theoretical part of the thesis there is a general overview of the PA2200 raw material for laser sintering. It includes theory of PA12 material properties and the laser sintering process and its parameters. The quality of raw material and which factors cause problems with it are the most important topics in this part.

In the practical part, a material flow rate test was performed for different qualities of polyamide powder. The powder was also microscopically examined. Lasersintered parts were tested by tensile strength tests and different causes of post-treatments were analyzed.

Key words: 3D printing, additive manufacturing, quality of materials, rapid prototyping

Alkusanat

Tämä opinnäytetyö on tehty lahtelaisen yrityksen Materflow Oy:n toimeksiannosta osana Lahden ammattikorkeakoulun muovitekniikan insinööritutkintoa. Testausympäristön on tarjonnut minulle Materflow Oy ja Lahden ammattikorkeakoulu. Työtäni ohjasi Materflow'n tuotannosta ja tekniikasta vastaava Sami Mattila.

Eriyisesti haluan kiittää ohjaajaani Sami Mattilaa ja kaikkia Materflow Oy:n muita johtohenkilöitä ja työntekijää, joilta sain erittäin hyödyllistä tietoa opinnäytetyötäni varten. Nämä henkilöt ja tiedot mahdollistivat opinnäytetyön onnistuneen läpiviennin.

Lahdessa 23.3.2017

Mariia Peltari

KÄSITTEET

3D	Kolmiulotteinen (3-Dimensional)
AM	Materiaalia lisäävä valmistus (Additive Manufacturing), 3D-tulostus
CAD	Tietokoneavusteinen tuotesuunnittelu (Computer Aided Design)
DSC	Pyyhkäisykalorimetrimittaus, jossa mitataan materiaalin energian sitoutumista ja vapautumista
FDM	Materiaalin pursotukseen perustuva tekniikka (Fused Deposition Modeling)
LS	Lasersintraus (Laser sintering)
MFR	Materiaalin sulaindeksivirtaus, mittaus (Material Flow Rate)
MVR	Materiaalin sulaindeksiluku, mittaus (Material Volume Rate)
PA12	Polyamidi 12
RP	AM-tekniikasta aiemmin käytetty termi, pikavalmitus (Rapid Prototyping), 3D-tulostus
SLA	Stereolitografia (Stereolithography)
SLS	Valikoiva lasersintraus (Selective Laser Sintering)
STL	Tiedostoformaatti, lisäävän valmistuksen standardin mukainen rajapinta

SISÄLLYS

1	JOHDANTO	1
2	MATERIAALIA LISÄÄVÄ VALMISTUS	3
2.1	Valikoiva lasersintraus SLS	4
2.2	Raaka-aineet	6
2.2.1	Polyamidi PA2200	9
2.2.2	Lujitettu polyamidi PA3200 GF	9
2.2.3	Alumide™	10
2.3	Tuotantoyksikkö	10
2.3.1	Lämmitys ja annostelu	11
2.3.2	Hiilidioksidilaservalo ja rakennusalusta	12
2.4	Valmistus	12
2.4.1	Prosessin jälkeen	14
2.5	Sintrausprosessin parametrit	14
2.5.1	Laservalon teho	15
2.5.2	Laserin skannausnopeus	15
2.5.3	Skannauksen välitys	15
2.5.4	Jauhepedin lämpötila	16
2.5.5	Skannaus-strategia	16
2.5.6	Kohdistetun energian tiheyden vaikutus	16
3	POLYAMIDIJAUHEEN VANHENEMINEN	17
3.1	Aijemmat tutkimukset vanhenemiseen liittyen	17
3.2	Lämpömuutokset prosessin aikana	18
3.3	Jauheen ominaisuuksien muutokset	19
3.3.1	Kellastuminen	19
3.3.2	Appelsiininkuori -ilmiö	19
3.3.3	Molekyylitason muutokset	22
3.4	Materiaalin tehokas käyttö	24
3.4.1	Valmistus	24
3.4.2	Kierrätys	25
3.4.3	Testaus	26
4	KÄYTÄNNÖN TUTKIMUKSET	29

4.1	Mikroskopia	29
4.2	Differentiaalinen pyyhkäisykalorimetria	32
5	VETOKOKEET	38
5.1	Vetokappaleen valmistaminen	39
5.2	Vetokappaleiden jälkikäsitteilyt	40
5.3	Vetokokeiden sovellus	40
6	VETOKOKEIDEN TULOKSET	43
7	SULAVISKOSITEETIN MITTAAMINEN	45
7.1	Testin suoritus	45
7.2	Mittaukset	47
7.3	Laitekohtainen testin suoritus	47
8	SULAVISKOSITEETTIMITTAUKSEN TULOKSET	48
8.1	Tulosten arviointi	49
9	YHTEENVETO	51
	LÄHTEET	53
	LIITTEET	58

1 JOHDANTO

Pikavalmistustekniikoita on kehitetty jo usean vuosikymmenen ajan ja niistä on kehittynyt ajan myötä suuri tuotannon ala. Tekniikoiden kehittyessä myös raaka-aineita on kehitetty ja testattu. Yksi pikavalmistustekniikoista on lasersintraus, joka on potentiaalisen kustannustehokas vaihtoehto perinteisille työstömenetelmille. Lasersintrausprosessi muuttaa jauhemaisen kestopuovin, kuten polyamidin, käyttökelpoiseksi kappaleeksi sulattamalla jauhetta laservalolla. Kappaleen ympärille jää käyttämätöntä jauhetta, jonka ominaisuudet kuitenkin kärsivät hieman prosessin lämpötiloista. Hukkamateriaalin välttämiseksi käytettyä materiaalia voi kierrättää, mutta se tulee päivittää sekoittamalla se uuden jauhon kanssa.

Opinnäytetyö toteutetaan toiminnallisena työnä toimeksiantajayritykselle. Työn toiminnallisen osuuden tavoitteena on kehittää Materflow Oy:lle laadunhallintajärjestelmä, johon kuuluu raaka-aineen laadun arviointi ja ylläpitäminen. Järjestelmää käytetään hyväksi etenkin raaka-aineen kierrättämisprosessissa. Raaka-aineen laatu vaikuttaa suoraan siitä valmistettavan tuotteen mekaaniseen ja esteettiseen laatuun. Järjestelmän avulla valmistusprosessin onnistuminen on varmaa ja laadun arviointi vie vähemmän aikaa. Lähtökohtana on selkeyttää raaka-aineen laadun arviointia laatuasteikolla ja luokittelulla.

Järjestelmä koostuu sulaviskositeettimittauksesta ja tuloksen arvioinnista. Sulaviskositeettimittaus suoritetaan materiaalille, joka sulaa nestemäiseksi tietyssä lämpötilassa. Sulaviskositeetti tarkoittaa materiaalin liikkumisesta aiheutuvaa resistanssin määrää, eli kuinka helposti materiaali juoksee sulassa tilassa. Esimerkiksi vedellä on paljon pienempi sulaviskositeetti kuin öljyllä. Laatusuoritusjärjestelmässä sulaviskositeettimittaus suoritetaan polyamidijauholla.

Teoriaosuus koostuu kahdesta eri kappaleesta, joista ensimmäinen sisältää kaiken oleellisen tiedon lasersintraustekniikasta. Toisessa osiossa käsitellään käytettävän raaka-aineen laadun heikkenemistä, siihen liittyviä

ongelmia ja etsitään ratkaisuja näille ongelmille. Tässä osuudessa käydään myös läpi kirjallisuuden tarjontaa aiheeseen liittyen.

Toiminnallinen osuus koostuu kolmesta luvusta. Kaikki kolme lukua sisältää käytännön tutkimuksia, niiden teoriaa ja analysointia tehtyjen testien tuloksista. Tutkimukset koostuvat sulaviskositeettimittauksista, vetokokeista, mikroskopiasta ja differentiaalisesta pyyhkäisykalorimetriasta. Jokaisen tutkimuksen tarkoitus, eteneminen ja tulokset ovat käyty läpi tässä osiossa.

Kestävä kehitys ja taloudellisuus ovat tärkeitä tekijöitä yrityksen tuotannossa. Raaka-aineen tehokas käyttö ja sen kierrätys ovat osa näitä tärkeitä tekijöitä. Työn tuloksena syntynyttä järjestelmää noudattamalla yritys hyötyy monella tapaa toiminnastaan.

2 MATERIAALIA LISÄÄVÄ VALMISTUS

Materiaalia lisäävä valmistus on englanniksi additive manufacturing, josta sen lyhenne AM juontaa juurensa. Tämän valmistusmenetelmän idea poikkeaa teollisuudessa pitkään suosittuna olleista materiaalia poistavista valmistustekniikoista, kuten jyrsinnästä tai sorvaamisesta. Näissä työstömenetelmissä halutun muotoinen kappale saadaan esiin poistamalla aihioista ainetta, kunnes kappaleen ympärillä ei ole jäljellä ylimääräistä ainetta. Materiaalia lisäävä tuotantoyksikkö rakentaa mallin tuottamatta hukkamateriaalia. Kappale rakentuu sijoilleen ennalta määrätyn mallin mukaan piste pisteeltä raaka-ainemateriaalin tarttuessa alustaan tai jo kiinteään aineeseen. Ajan myötä tästä tekniikasta on kehittynyt sana 3D-tulostus. (EOS 2017.)

Materiaalia lisäävän valmistuksen huomattavia etuja ovat mahdollisuudet valmistaa erittäin monimutkaisia rakenteita ja hyvin tarkkoja yksityiskohtia tuotteisiin. Nämä rakenteet eivät vaadi tuotantoyksiköltä sen enempää erikoisvarustelua, mitä yksinkertaisempiin rakenteisiin. Lisäksi materiaalia lisäävällä valmistuksella tuotteen valmistusvaiheita on huomattavasti vähemmän kuin perinteisesti työstetyllä tuotteella. Tällä tuotantotekniikalla myös vältetään suurilta muutoskustannuksilta ja tuotteen mallin muuttaminen on nopeaa ja helppoa. Tuotannon nopeus on etuna pikamallinnuksen ja pikavalmistuksen suosion lisääntyessä. (Mansikka-Aho 2014, 3 - 5; Gibson, Rosen, Stucker 2015, 9.)

Perinteisillä työstömenetelmillä valmistetut muovikappaleet saattavat olla jokseenkin tasalaatuisempia, kuin materiaalia lisäävällä valmistuksella tuotetut kappaleet. AM-tekniikalla valmistetusta tuotteesta saattaa jäädä hieman huokoinen, kun taas kokonaan muovisulasta muottiin valmistettu tuote on hyvin kiinteä kappale. Lisäksi perinteisillä valmistusmenetelmillä yksinkertaiset rakenteet usein valmistuvat nopeammin kuin materiaalia lisäävällä valmistustekniikalla. AM-tekniikka on siis erittäin oivallinen vaihtoehto monimutkaisia tuotteita varten. (Gibson ym. 2015, 11, 143.)

Materiaalia lisäävän valmistuksen kaikki tekniikat perustuvat kerroksittaiseen rakenteeseen, mutta ne rakentuvat eri tekniikoissa laajasti eri raaka-aineista. Raaka-aineet jaetaan kolmeen pääkategoriaan: filamentit, nesteet ja jauheet. Niiden perusteella voidaan myös kategorisoida hieman tekniikoitakin. Stereolitografiassa (SLA) käytetään fotopolymeeriä, hartsinkaltaista nestettä, kun taas filamenttia käytetään materiaalia pursotukseen perustuvassa lisäävän valmistuksen teknologiassa (FDM). Jauheisiin perustuvat valmistustekniikat ovat valikoiva lasersintraus (SLS) ja sideaineen ruiskutus. Sideaineen ruiskutus menetelmässä jauheeseen ruiskutetaan nestemäistä sideainetta, joka jää osaksi kappaletta. Kappaleen mekaaninen kestävyys on huono, varsinkin lasersintrattuihin tuotteisiin verrattuna. (Duddleston 2015, 36 - 37.)

2.1 Valikoiva lasersintraus SLS

Tämä opinnäytetyö perustuu valikoivassa lasersintraustekniikassa käytettäviin raaka-aineisiin, tutkien pääasiassa vain EOS GmbH:n valmistamaa polyamidijauhoa, PA2200:aa ja EOSINT P395 -tuotantolaitetta. Muissa tutkimuksissa on kuitenkin todettu, että SLS-tekniikassa käytettävät materiaalit ja tutkimukset ovat sovellettavissa keskenään (Yusoff 2007, 7; Gibson ym. 2015, 123; Duddleston 2015, 37).

Oikeastaan valikoiva lasersintraus (SLS) on tarkennettu termi yleisemmin käytetystä lasersintraus (LS) -termistä. Havaitsin lähdekirjallisuudessa toteamuksen, jossa Duddleston (2015, 21) mainitsee SLS -termin olevan 3D Systems Co.:n rekisteröity tavaramerkki. Yleisimmin lähteissäni käytetään termiä lasersintraus (LS). Lasersintraus kuuluu jauhepetimenetelmiin, jotka perustuvat jauheen yhteen sitomiseen tai yhteen sulauttamiseen. Polymeerijauheiden käyttö lasersintrausprosesissa muistuttaa jauhepetimenetelmän Solid State Sintering -mekanismia. Solid State Sintering -mekanismissa raaka-ainepartikkelit eivät sula täysin, vaan partikkelien välille jää huokoinen rakenne. Kappaleen sisältä partikkelit sulavat lujasti yhteen, mutta pinnan huokoisen laadun aiheuttaa tämä mekanismi. (Gibson ym. 2015, 120; Duddleston 2015, 21.)

Lasersintrausprosessit kehitettiin aluksi vain muovisten prototyyppien valmistukseen (Gibson ym. 2015, 107). Valikoiva lasersintraus on kuitenkin yksi tuotantotekniikoista, joka kuuluu 3D-tulostustekniikoihin ja materiaalia lisääviin valmistusmenetelmiin. Se on yksi tehokkaimmista ja monipuolisimmista materiaalia lisäävistä valmistustekniikoista, joita on olemassa. (Yusoff W.A.Y. 2007, 4.)

Lasersintrausprosessin merkittävimmät haittapuolet ovat taloudellisia. Raaka-aineiden ja laitteiden korkeat hinnat sekä prosessin pitkät valmistusajat vaikuttavat tuotannon taloudellisuuteen. (Duddleston 2015, 28.)

SLS-tekniikassa kappale valmistuu kerros kerrokselta hyvin hienosta jauheesta jauhepetimenetelmällä. Kappaleet rakentuvat tuotantoyksikön vaipan sisällä, joka on täytetty typpikaasulla. Typellä ehkäistään raaka-aineen hapettuminen ja hajoaminen. Voimakas hiilidioksidilla muodostettu laservalo sulattaa jauheen, jolloin siitä syntyy kiinteä rakenne. Rakenne kasvaa kerros kerrokselta kappaleeksi, eikä se tarvitse erityisiä tukirakenteita valmistuessaan. Tämä tekniikka mahdollistaa hyvin monimutkaisten muotojen valmistuksen. Tekniikka ei tarvitse myöskään muottia, johon rakentua vaan kuuluu solid free form -valmistuksen alaan. (Yusoff 2007, 4; Duddleston 2015, 33; Gibson ym. 2015, 108.)

Pisteet, joihin laserin on osuttava, määritellään aina ennen valmistusprosessia tuotantoyksikön ajotietokoneella digitaalisen kolmiulotteisen mallin mukaan. Pisteet tallentuvat tiedostoon, ja tiedostot siirretään STL-tiedostomuodossa tietokoneelle, jossa malli purkautuu kerroksiksi. Ohjelma muuttaa tiedot laitteen hyväksikäytettäväksi. Ohjelma muuttaa tiedot siten, että kappale rakentuu pisteiltään oikeaan kohtaan ja ohjeistaa laseria (Yusoff W.A.Y. 2007, 8). Tämä onkin hyvin kustannustehokas ja nopea tekniikka valmistaa mallista konkreettinen tuote. Lisäksi valmistetun tuotteen mallia voi parannella ja muokata helposti, mikä on erinomainen ratkaisu tuotekehityksen ja tuotteistamisen nopeaan prosessiin. (Gibson ym. 2015, 107-109.)

Jauhe lämmitetään tuotantoyksikön säiliöissä käytettävän materiaalin sulamispisteen alapuolelle, jotta materiaali sulaa heti kun laser osuu sen pintaan. Sen sijaan laserin polttopisteiden ulkopuolelle jäävä materiaali ei sula, joten lopputuloksena on kiinteä kappale ja jauhetta sen ympärillä. Prosessi alkaa, kun lämmitetty jauhe syötetään ohuena kerroksena tuotealustalle. Laser sintraa kerroksesta ennalta määrätyt pisteet, ja alusta laskeutuu yhden kerroksen alemmas. Seuraava kerros jauhetta lisätään edellisen päälle, ja laser sulattaa uudesta kerroksesta määrätyt pisteet niin, että edellisen ja nykyisen kerroksen välille syntyy sidos.

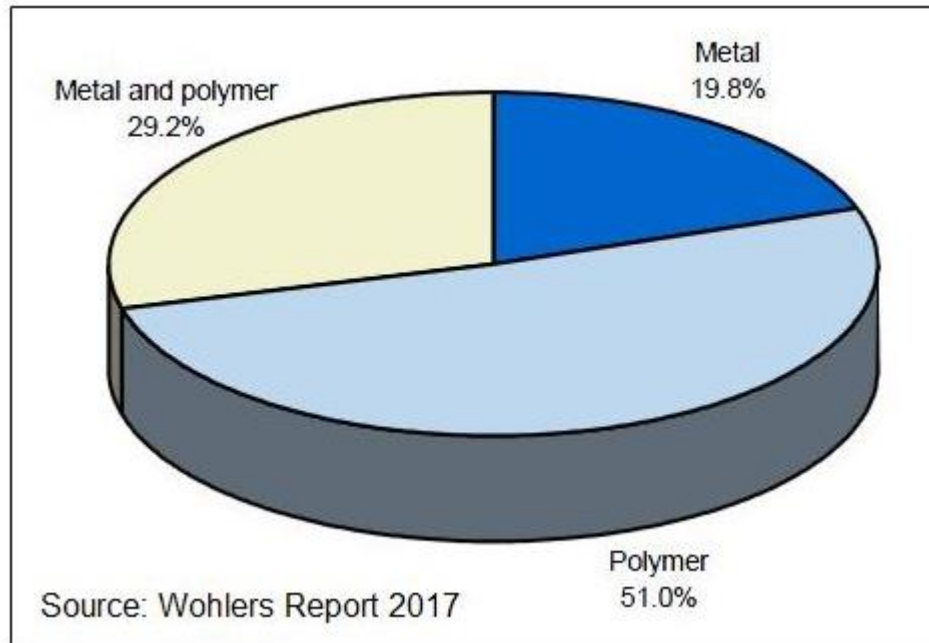
2.2 Raaka-aineet

Käytännössä mitä vain myrkytöntä, sulavaa, jauhemaista ja takaisin jähmettyvää materiaalia voidaan sintrata laserilla. Jauhon erilaiset partikkelikoot mahdollistavat rakenteiden eripaksuiset kerrokset. Kappaleelle saadaan hieno pinnanlaatu hienojakoisella jauheella, ja partikkelien pieni koko edesauttaa jauheen leviämistä rakennus- ja alustalle. Hienojakoisen jauheen ansiosta on mahdollista valmistaa ohutseinäisiä rakenteita, jotka eivät ole alttiita kutistumalle ja vääntymälle. (Yusoff 2007, 19; Gibson ym. 2015, 109.)

Lasersintraustekniikka on alun perin kehitetty polymeerimateriaalille. Polymeerijauhoja kuitenkin on verraten hyvin vähän markkinoilla. Polymeeriraaka-aineita granulimuodossa on lukuisia, mutta vain noin 30 valmistajaa valmistaa lasersintrausjauhetta markkinoille (Duddleston 2015, 28.). Polymeeri kuitenkin sopii erittäin hyvin lasersintrausprosessiin niiden matalan sulamislämpötilan ansiosta (Gibson ym. 2015, 111).

Materflow Oy:n omistamalla EOSINT P395 -tuotantoyksiköllä prosessoidaan vain polymeeripohjaisia ja komposiittimateriaaleja, lähinnä vain EOS GmbH:n valmistamia raaka-aineita. Laitteella voi prosessoida metallitäytettyjä jauheita, ja niitä käytetään ainetta lisäävässä valmistuksessa markkinoilla laajasti, kuten polymeerijauhojakin. Kuviossa 1 näemme Wohlers ym. tekemässä tutkimuksessa tehdyt havainnot käytettäviin materiaaliin liittyen. Materflow Oy käyttää EOS GmbH:n

valmistamia polyamidi PA2200 -jauhoa, lasikuitulujitettua polyamidi PA3200 jauhoa sekä alumiinilla lujitettua polyamidia, Alumide -jauhoa. Raaka-aineiden mekaaniset ominaisuudet taulukkoina löytyy liitteistä 1 - 3.

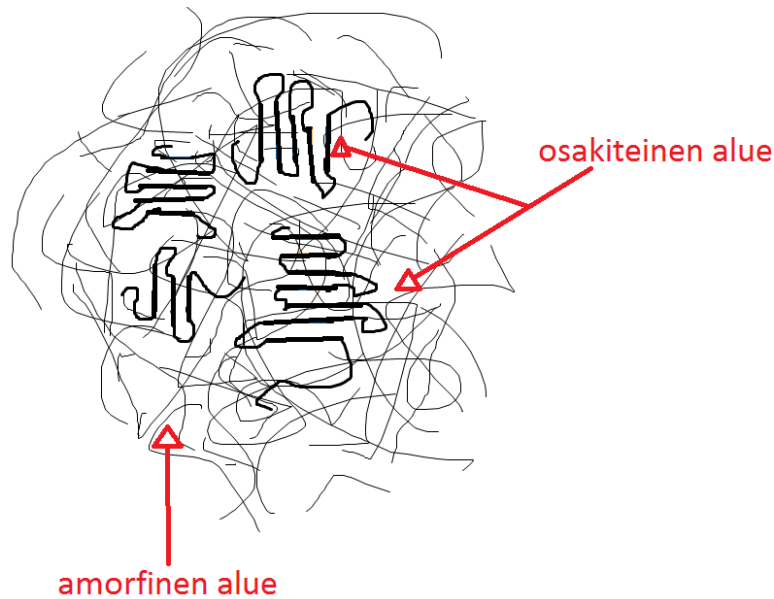


Kuvio 1. Yli puolet tutkituista palveluntarjoajista käyttävät polymeerimateriaalia AM-järjestelmissään (Wohlers, T., Kowen, J., Diegel, O., Campbell, I. 2017.)

Lasersintraustekniikassa polymeeriä työstetään lämmöllä, jolloin polymeerimateriaalista valmistettavan tuotteen termiset muutokset on otettava huomioon. Lämpöön liittyvät muutokset tapahtuvat, kun lämpötila muuttuu ja valmistettava kappale esimerkiksi kutistuu ja vääntyy. Osakiteisen polymeerin, kuten polyamidin, ja siitä valmistetun kappaleen kutistuma jäähtyessään on noin 3 - 4 prosenttia. (Yusoff 2007, 17.)

Lasersintrausprosessin onnistumiseen vaikuttavat lisäksi muun muassa polymeerijauheen veden absorptiotaso, muoto, tiheys ja sähköstaattiset jännitykset (Duddleston 2015, 30.). Jauheessa ei saa olla sähköjännityksiä silloin, kun sitä aletaan prosessoida. Sähköjännitystä vähennetään maadoituksella ja kosteudella, vaikka kosteus ei tee hyvää polyamidijauhon ominaisuuksille.

Polyamidin kemiallinen rakenne määrittää sen mekaaniset ja termiset ominaisuudet. Rakenne koostuu hiiliketjusta, jossa on kaksitoista hiiliatomia, amidiryhmä ja lujat sidokset niiden välillä. Polyamidi12 koostuu pitkistä molekyyliketjuista, jotka syntetisoituvat polymerisointiprosessissa. Molekyyliketjujen ollessa pitkiä polymeerin molekyylipaino on suuri. (Yusoff 2007, 41.)



Kuvio 2. Osakiteisen polymeerin molekyylirakenne (Järvelä 2012.)

Kuviosta 2 nähdään osakiteisen polymeerin rakenne, jossa näkyy sekä kiteisiä rakenteita että amorfisia rakenteita. Amorfinen alue määrittää polymeerin sitkeyden, mutta sen sulaessa materiaali on hyvin juoksevaa. Polyamidin jäähtyessä kiteytyminen, eli ydintyminen, alkaa välittömästi sulamispisteen alapuolella. Jokainen sulamiskerta jää polymeerin termiseen muistiin, mikä tarkoittaa sitä, että sulaminen jättää siihen jäljen. (Järvelä 2012, Yusoff 2007, 63.)

2.2.1 Polyamidi PA2200

Polymeerijauhot ovat olleet ensimmäisiä raaka-aineita, joita on käytetty lasersintrausprosessissa. Polymeerejä voidaan työstää alhaisemmissa lämpötiloissa, ja niitä on jokseenkin helpompi käsitellä sulana kuin esimerkiksi metalleja. Polyamidijauho on yleisimmin käytetty polymeerimateriaaleista. Polyamidijauholla saadaan aikaan kestäviä prototyyppisiä ja toimivia lopputuotteita. Ne kestävät fyysistä rasitusta, lämpöä ja kemiallisia aineita. (Yusoff 2007, 19.)

Polyamidi 2200 on polyamidi 12 -pohjainen valkoinen jauhe, joka on lopputuotteena hyvin samankaltainen kuin ruiskuvalettu PA12 -kappale. Materiaali on erittäin monikäyttöinen, ja sen ominaisuudet asettuvat tasapainoisesti miltei sovellukseen kuin sovellukseen. Biologisen yhteensopivuuden ja hyvän kulutuksenkeston ansiosta materiaali soveltuu ihmisen käyttöön tuleviin sovelluksiin. PA2200 -raaka-aine sopii esimerkiksi korvaamaan ruiskuvalettuja tuotteita, proteeseihin ja kokonaisuuksiin, joissa on liikkuvia osakomponentteja. (EOS GmbH 2017.)

2.2.2 Lujitettu polyamidi PA3200 GF

Tämä jauhe on lasikuitulujitettu nylonkomposiitti, joka on kiteinen ja hyvin jäykkä materiaali. Lasikuitulujite parantaa polyamidijauheen mekaanisia ominaisuuksia ja keventää polymeerin massajakauman 0,50:een. Lasikuitu tasoittaa kappaleen termisten muutoksien vaikutuksia ja vähentää polyamidin vesiabsorptiotasoa noin 0,3 % kun normaalisti se on 0,41 %. (Yusoff 2007, 20.)

Valkeahko lasikuitulujitettu polyamidi 12 pohjainen -jauhe on jäykkä materiaali. Siitä valmistettu tuote on ominaisuuksiltaan erittäin jäykkä sen venymäärään nähden. Se on siis huomattavasti jäykempi kuin PA2200. Sille ominaista on hyvä pinnanlaatu, lämmönkesto, kulutuksenkesto, mittapysyvyys ja käsiteltävyys. Materiaali sopii raaka-aineeksi jäykkyyttä vaativiin lopputuotteisiin, joiden on kestettävä lämpöä ja kulutusta, esimerkiksi jääkkiin koteloihin, auton koneiston osiksi sekä muihin

jäykkyyttä, lämmönkestoa ja hankauskulumisenkestoa vaativiin sovelluksiin. (EOS GmbH 2017.)

2.2.3 Alumide™

Aumiinilujitteisella polyamidijauholla voi valmistaa hyvin mittatarkkoja kappaleita, ja ne kestävät erittäin hyvin lämpöä. Materiaalilla voi valmistaa tuotteita, joilla on erittäin hyvä ja sileä pinnanlaatu. (Yusoff 2007, 21.) Sitä on käytetty esimerkiksi lämpömuovausmuotteihin, imusarjoihin ja aerodynaamisiin sovelluksiin. (Materialise 2017.)

Metallinhohtoinen harmaa, alumiinilla täytetty polyamidijauho on luonteeltaan jäykkää, tiheää ja helposti jälkikäsiteltävissä. Tuotteen geometriset mitat pysyvät hyvin ja kappale johtaa lämpöä. Sen pinta on helposti käsiteltävissä esimerkiksi hiomalla, kiillottamalla tai päällystämällä. Alumiinin tuomat etuudet eivät häviä, vaikka sitä käsiteltäisiin. Materiaali sopii teollisuuteen ja erityisesti jäykkyyttä vaativiin sovelluksiin. Sopii esimerkiksi jäljittelemään metallipintaisia tuotteita, koneistusta vaativiin tuotteisiin ja prototyyppeiksi. (EOS GmbH 2017.)

2.3 Tuotantoyksikkö

Materflow Oy:llä on käytössään EOSINT P395- (EOS GmbH), Ultra 3SP HD- (Envisiontec) ja Form 2 (Formlabs) -tulostuslaitteet.

EOSINT P395 -tulostuslaite on muovimateriaalin lasersintraukseen tarkoitettu tuotantoyksikkö, jolla voidaan valmistaa suoraan sarjatuotannolla valmiita tuotteita, varaosia sekä toimivia prototyyppejä. (EOS GmbH 2017.)

TAULUKKO 1. Taulukossa esitellään EOSINT 395 -laitteen tekniset tiedot (EOS GmbH 2017.)

	EOSINT P395
--	-------------

Rakennusala, mm	350 X 350 X 620
Täyttöaste, m ³	0,7
Suositteltu materiaali	Polymeerit, polyamidi
Kerrospaksuus, mm	0,06-0,18
Valmistusnopeus	jopa 31 mm/h
Lasertyyppi	CO ₂ , 70W

Tuotteen korkeus maksimissaan 600 mm, leveys ja syvyys 320 mm. Laitteen julkaisuaikana uusia ominaisuuksia olivat jauholevitinyksikön uusi ominaisuus, jolla voi muokata integroidusti jauhokerroksen kerrospaksuuksia ja ohjata niitä. Parametreja voi muokata käytettävän materiaalin, kerrospaksuuden ja käyttötarkoituksen mukaan. Tällä tekniikalla saavutetaan mahdollisimman kustannustehokkaiden, laadukkaiden tai yksityiskohtaisten tuotteiden valmistus. Laitteeseen pystyy myös yhdistämään integroidun tuotannon prosessin hallintajärjestelmän, joka automaattisesti siirtää jauhoa, sekoittaa sen ja purkaa valmiit tuotteet. Tämä helpottaa tuotantoketjua eikä aiheuta esimerkiksi pölyhaittoja tuotantotiloihin. (EOS GmbH., 2017.)

2.3.1 Lämmitys ja annostelu

Laite lämmittää jauheen juuri raaka-aineen sulamispisteen alapuolelle. Koko tuotantoalue lämmitetään siksi, ettei valmistettava tuote väänny jäähtyessään eikä laserille altistuva materiaali altistu suurille lämpötilaeroille. Tämän jälkeen jauheen annostelija levittää erittäin ohuen, noin sadan mikrometrin paksuisen kerroksen tuotantoalueelle, johon kappaleet rakentuvat. (Yusoff., 2007., 9.)

2.3.2 Hiilidioksidilaservalo ja rakennusalusta

Laser osuu peileihin, jotka ohjaavat sen osumaan tietyille osille jauhetta. Laser osuu niille kohdille jauhetta, jotka ohjelma on ennalta määrännyt. Laserin osuma sulattaa jauhepartikkelit yhteen muodostaen kappaleen rakenteen. Rakennusalusta siirtyy alaspäin hieman ja samalla syöttöpää nousee. Kappale rakentuu vapaan jauhon ympärille, joka tukee kappaleen rakennetta. (Yusoff., 2007., 9.)

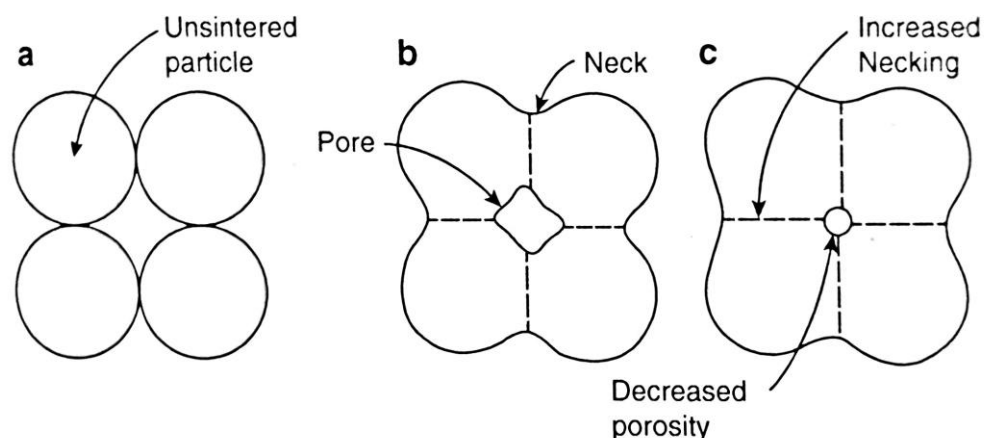
2.4 Valmistus

Yleisesti valmistus koostuu kolmesta eri tasosta, joihin kuuluvat lämmitys, rakennus (sinteröinti) ja jäähdytys.

Jauhepeti esilämmitetään ja jätetään noin 170 celsiusasteen lämpötilaan, joka on juuri polyamidijauheen sulamislämpötilan alapuolella.

Esilämmitystaso kestää useamman tunnin. (Yusoff., 2007., 11; Duddleston 2015, 41.)

Lasersintraus voi alkaa, kun laite on saavuttanut valmistukselle asetetun lämpötilan. Tuotantoyksikön kontrolloima laservalo piirtää jokaisen kappaleen kerroksen ja pisteen tarkasti jauhepetiin kaksiulotteisesti. Laservalolla on tietty teho, jonka energian jauhekerros imee ja jauhepartikkelit yhden kerroksen verran rakenteiksi. Jauhepeti on lämmitetty, jolloin tehon ei tarvitse olla suuri sulattaakseen jauhoa. Sulamaton jauhe rakenteiden ympärillä tukee kappaleita jauhepedillä rakennusvaiheessa (Lehtinen 2014, Liite 4.). Tämän jälkeen jauhepeti ja rakennusalusta laskeutuu hieman, jolloin uusi kerros jauhoa mahtuu edellisen kerroksen päälle. Jauhon annostelija levittää jauhon uudeksi kerrokseksi ja uusi lasersintraus alkaa. Tämä prosessi toistaa itseään, kunnes rakenne on täysin valmis. (Yusoff 2007, 11; Duddleston 2015, 41.)



Kuvio 3. Kuvio kuvaa sinteröintiprosessin kulkua partikkelikoossa. (Gibson ym. 2015, 113.)

Kuvion 3 etenemisen selitteet: a) Pakkaantuneet jauhepartikkelit vierekkäin valmiina sinteröintiin. b) Partikkelit muodostavat liitoksen lämpötilan noustessa. c) Sinteröinnin edetessä molekyylien sidokset vapautuvat ja partikkelit sulautuvat yhteen. Partikkelien välille jäävä reikä kuvaa materiaalin huokoisuutta. (Gibson ym. 2015, 113.)

Huokoisuus johtuu siitä, etteivät partikkelit täysin sula toisiinsa. Kappaleesta tulee mattapintainen ja vähän karhea, kun taas täysin sulaessa siitä tulisi kiiltäväpintainen ja sileä. Huokoisuutta voi vähentää pitkällä sintrauksella tai korkealla sintrauslämpötilalla. (Gibson ym. 2015, 113.)

Prosessin aikana jauhepedillä lämpötila pysyy jatkuvasti jauheen sulamispisteen alapuolella, ettei valmistettavaa rakennetta ympäröivä jauhe sula ja kiinnity rakenteeseen kiinni. Tuotantosylinterin lämpövastukset on integroitu rakennusalustan ympärille ja pitävät lämpötilan tasaisena koko tuotannon ajan. Lämmön jakaantuessa tasaisesti myös jäähdytys tapahtuu tasaisesti, eikä tuotteet väänny kutistuessaan. Irrallaan oleva polyamidijauhe, jota ei ole sulatettu, kärsii lämmön ollessa korkealla koko tuotannon ajan. Rakennettävien kappaleiden määrä ja koko vaikuttavat niiden valmistusaikaan ja aikaan, jonka polyamidijauho altistuu korkealle lämpötilalle. (Yusoff 2007, 11 - 12; Duddleston 2015, 22 - 25.)

Valmistuksen jälkeen jauhepeti on erittäin kuuma, noin 140-180 celsiusastetta. Jauhepedin täytyy antaa jäähtyä PA2200 materiaalin lasittumislämpötilan alapuolelle, jotta kappaleiden muodot ja mitat eivät vääristy enää lämpömuutoksen takia. Lämpötilan ollessa 45-60 celsiusastetta kappaleet voidaan poistaa irtojauhon seasta. Jäähtyminen vie kauan aikaa, sillä jauhe eristää paljon lämpöä sisäänsä. Jäähtymisaika määräytyy jauhepedin koon mukaan jopa 48 tuntiin asti. Odottaminen on tärkeää kappaleen vääntymisen kannalta. Irtonainen jauhe kärsii myös jäähdytysvaiheessa, varsinkin jauhepedin keskiosassa, koska se pysyy kuumempänä pidempään. (Yusoff 2007, 12; Duddleston 2015, 42.)

2.4.1 Prosessin jälkeen

Jauheen ominaisuudet ja käytettävyys muuttuvat sen altistuessa sulamispisteen lähellä olevalle lämpötilalle. Jauheen voi käyttää uudestaan, mutta sitä on parannettava sekoittamalla siihen uutta ja laadukkaampaa jauhoa. Uutta jauhoa on sekoitettava runsaasti, jotta saavutetaan hyväksyttävä laatu. (Yusoff 2007, 12.)

Materflow Oy käyttää kustomoitua sekoitusmenetelmää, jossa jauhoja sekoitetaan 30 minuutin ajan. Jauhojen sekoitussuhteet arvioidaan tilanteen mukaan noin 50% uutta jauhoja - 50% käytettyä suhteella. Manuaalisen annostelun hyvänä puolena on se, että jokaiselle valmistuskerralle voidaan sekoittaa erän vaatimusten mukaan optimoitu raaka-ainejauhe.

2.5 Sintrausprosessin parametrit

Lasersintrauksella valmistettujen kappaleiden laatu määräytyy suurelta osin sen mukaan, miten valmistusprosessin parametrit on säädetty. Prosessin parametriarvot näkyvät konkreettisesti kappaleen geometrisissä ja fyysisissä ominaisuuksissa. Yleisesti ongelmia tavataan kappaleen vääntymisenä, kutistumisena ja mittojen heittelynä. Laittevalmistajat, kuten EOS GmbH, tarjoavat ohjeistuksia valmistusprosessin parametreja ja eri materiaaleja varten. (Yusoff 2007, 15.)

Parametrit voidaan jakaa neljään eri kategoriaan: laseriin liittyvät parametrit, skannaukseen liittyvät parametrit, jauheeseen liittyvät parametrit ja lämpötilaan liittyvät parametrit. Näiden kategorioiden alle luokitellut parametrit vaikuttavat kappaleen laatuun huomattavasti.

Parametrit vaikuttavat myös toisiinsa: muuttaessa yhtä parametria toinen parametri vaikuttaa prosessiin negatiivisesti, jolloin myös sitä on muutettava (Gibson ym. 2015, 123). Tulevissa luvuissa käyn läpi prosessin kannalta tärkeimpiä parametreja.

2.5.1 Laservalon teho

Laservalon tehon (Laser power, LP) säätely vaikuttaa energiamäärään, jota käytetään laservalon toimintaan. Laservalon teho on suhteellisen pieni, sillä jauhepeti on tuotantovaiheessa jo niin kuuma, ettei jauhepartikkelit tarvitse paljoa tehoa lisää sulaakseen. Materiaali sulaa määrättyjen pisteiden ulkopuolelta, jos laserin teho on liian suuri. Liian matala teho ei saa aikaan sitoutumista jauhekerrosten välillä, jolloin tuotteesta tulee hauras. (Yusoff 2007, 16.)

2.5.2 Laserin skannausnopeus

Laserin skannausnopeus (Laser scan speed, LSp) tarkoittaa laservalon liikkumisnopeutta. Tämä vaikuttaa prosessiin yhdessä laservalon tehon kanssa. Molemmat näistä parametreista vaikuttavat toisiinsa ja kahden parametrin yhdistelmän ollessa oikea jauhe sulaa paremmin rakenteeksi, kappaleen pinnanlaatu on hyvä, se on rakenteeltaan tiheämpi ja se on vähemmän huokoinen. (Yusoff 2007, 16.)

2.5.3 Skannauksen välitys

Välitys (Scan spacing, SCSP) tarkoittaa kahden vierekkäisen skannausvektorin päällekkäisyyden määrää. Laservalo kulkee jauhekerroksen pinnalla edestakaisin, jolloin sen menoreitti ja paluureitti ovat hieman limittäin. Tätä päällekkäisyyden määrää voidaan muuttaa

pienemmäksi tai suuremmaksi. Kappaleesta tulee hauras, silloin kun päällekkäisyys on vähäistä. (Yusoff 2007, 17.)

2.5.4 Jauhepedin lämpötila

Jauhepedin lämpötila (Part bed temperature, T_b) määrittää valmistuksen aikaisen lämpötilan tuotantoyksikön sisällä. Lämpö tulee jauhepedin ympäriltä ja asetetaan normaalisti noin 10-15 celsiusastetta polyamidijauheen sulamispisteen alapuolella. (Yusoff 2007, 17.)

2.5.5 Skannaus-strategia

Laitteen käyttäjä voi valita, millä skannaus-strategialla (Scanning strategy, SSt) laser täyttää valmistettavan rakenteen geometriset linjat.

Vaihtoehtoina on muun muassa sulattaa vain tiedoston antamien rajojen sisäpuolella olevat kuviot tai sitten sulattaa myös kuvion rajatkin. (Yusoff 2007, 17.)

2.5.6 Kohdistetun energian tiheyden vaikutus

Kohdistetun energian tiheys (Energy density, ED) ja sen tasainen syöttö vaikuttavat valmistumisen onnistumiseen ja kappaleiden jälkikäsittelyihin. Energiaa syötetään tietty määrä tiettyä alaa kohden ja jos se on liian suuri, kappaleen ympäristössä oleva irtonainen jauhe alkaa myös sulaa ja aiheuttaa hyvin kovan jauhepedin. Kappaleet ovat karheita ja niiden pinnalla saattaa olla värimuutoksia. Optimaalinen määrä energiaa edesauttaa jauhoa sulamaan, mutta se ei johdu irtojauhoon kuvion rajojen ulkopuolelle. (Yusoff 2007, 18.)

3 POLYAMIDIJAUHEEN VANHENEMINEN

Tarkoitus on tutkia, kuinka jauhon ominaisuudet vaikuttavat valmistettavaan kappaleeseen ja tavoitteena on perustaa järjestelmä, jolla kontrolloidaan jauhon laatua. Jauhetta voidaan kierrättää tuotannossa, mutta käytetty jauhe täytyy sekoittaa uuden, laadukkaamman jauhon kanssa huolellisesti sekaisin. Käytetyt jauhot ovat erilaatuisia toisiinsa nähden, ja sekoitussuhteet on optimoitava sen mukaan (Yusoff 2007, 32.). Arviointi vie aikaa eikä ole aina luotettava laadukkaan valmistusjäljen kannalta.

Valmiin jauhepedin sisältö koostuu useimmiten vain noin 5 - 25 prosentista valmistettuja kappaleita ja noin 80 prosentista irtonaisesta jauhosta. Irtonainen jauho on ollut korkeissa lämpötiloissa valmistettavien kappaleiden kanssa, jolloin sen ominaisuudet todistetusti muuttuvat hieman. Jauhe on kuitenkin käyttökelpoista, sillä se ei ole sinteröity rakenteeksi ja se on vielä hienojakoista. (Yusoff 2007, 25; Duddleston 2015, 5.)

Vanheneminen voi tapahtua ulkoisesti, sisäisesti, kemiallisesti tai fysikaalisesti. Näihin vanhenemisen tekijöihin lukeutuvat muun muassa lämpötila, happipitoisuus, UV-valo ja kosteus, jotka ovat ulkoisia tekijöitä. Edellisten lisäksi on sisäisiä tekijöitä, jotka ovat molekyylien paino, molekyyliketjujen rakenne, kiteinen rakenne, kiteisyysaste. (Duddleston 2015, 46.)

3.1 Aijemmat tutkimukset vanhenemiseen liittyen

Kirjallisuutta polyamidijauheen vanhenemisestä ja kierrättämisestä löytyi paljon, mutta ei välttämättä tärkeimmän tarpeen mukaan. Choren ym. (2001) tutkimuksessa todistettiin, että kierrätetystä jauheesta valmistetut kappaleet ovat laadultaan huonompia. Kuitenkaan tutkimuksesta ei selvinnyt tarkalleen, minkä laadun huononemisen aiheutti. Tutkimuksen tavoitteena oli vain parantaa lopputuotteen laatua, tutkimatta ongelmien aiheuttajia. Samoin Gornet ym. (2002.) julkaisussa ei tutkittu ongelmien

lähtökohtaa. Tässä tutkimuksessa kuitenkin mitattiin jauheen ominaisuuksia, kuten sulaviskositeettia (MFR) ja kalorimetriaa (DSC).

Parhaiten opinnäytetyöni aihetta vastasi julkaisu, jonka Yusoff (2007) on tehnyt Cardiff yliopistolle Iso-Britanniassa. Tutkimuksessa on käyty läpi kattavasti kaikki mahdolliset laatuun vaikuttavat tekijät ja jauhetta on tutkittu laajimmin lähdeaineistostani.

3.2 Lämpömuutokset prosessin aikana

Lasersintrausprosessin aikana jauhe altistuu kolmelle eniten kuluttavalle vaiheelle, jotka huomattavasti vanhentavat materiaalia. Ne ovat lämmitysvaihe, rakennusvaihe ja jäähdytysvaihe. (Yusoff 2007, 25.)

Lämmitysvaiheessa lämpötila nostetaan 140 celsiusasteeseen ja se pysyy koko valmistuksen ajan tässä lämpötilassa. Lämmönjakelun ollessa tasainen myös kappaleitten terminen käyttäytyminen on tasaista. Kappaleiden ympärillä oleva jauhe kuitenkin kärsii yhtäjaksoisesta korkeasta lämpötilasta. Usean laitteen jauhepedin lämpötila ohjataan aina pysymään 130-150 celsiusasteessa, jotta jäähtymislämpötila ei laskisi liian nopeasti. (Yusoff 2007, 26.)

Rakennusvaiheessa alustan lämpötila on noin 10-15 celsiusastetta jauheen sulamispisteen alapuolella ja pysyy siinä koko rakennusvaiheen ajan. Tässä vaiheessa jauho levitetään rakennusalustalle kerroksittain erittäin kuumana ja jauhepeti muodostuu pikkuhiljaa kerros kerrokselta. (Yusoff 2007, 27.)

Jäähdytysvaiheessa valmis jauhepeti alkaa jäähtyä, mutta jauhe altistuu edelleen korkealle lämpötilalle. On tutkittu, että jauhepedin keskiosa (noin 50 mm seinämistä) valmistusvaiheen loputtua on 160 - 180 celsiusastetta. Jauhepedin seinämillä lämpötila on 140 - 160 celsiusastetta. Jäähdytysvaihe kestää erittäin pitkään, sillä jauhe eristää hyvin lämmön jauhepedin sisälle. Kappaleet voidaan poistaa vasta kun lämpötila on laskenut jauheen lasittumislämpötilan alueelle, joka on 45 - 60

celsiusastetta. Jäähtymisaika määräytyy jauhepedin suuruuden mukaan, mutta asettuu noin 25 ja 50 tunnin välille. (Yusoff 2007, 27.)

Laservalon aiheuttama lämpösäteily johtuu myös skannattavan vektorin ulkopuolelle. Kappaleen lähellä oleva jauho siis altistuu useaan kertaan laservalon säteilyn ja lämmön takia. Jauhepedin keskustan lämpötila nousee jopa 160 - 175 celsiusasteeseen ja pysyy tässä jopa 100 tunnin ajan. Keskusta käsittää 6 % koko jauhepedin alasta. Jauho kappaleiden lähellä uskotaan vanhenevan nopeammin kuin jauhon muualla jauhepedin osissa. (Yusoff 2007, 28.)

3.3 Jauheen ominaisuuksien muutokset

Jauheessa tapahtuu ajan myötä selkeitä muutoksia sen käytön ja kierrättämisen aikana. Samalla jauheen ominaisuudet muuttuvat. Näitä muutoksia voidaan selittää prosessin tapahtumien avulla. Muutokset voivat olla visuaalisesti havaittavia muutoksia tai mekaanisilla testeillä havaittavia muutoksia. Seuraavissa luvuissa käydään monipuolisesti läpi jauheen eri muutoksia.

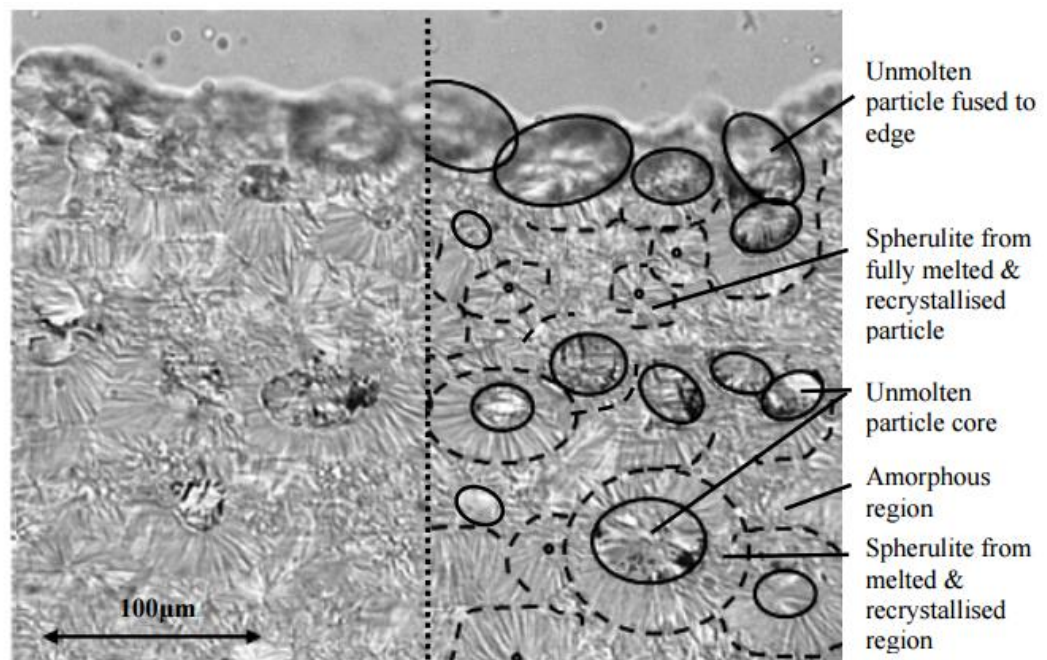
3.3.1 Kellastuminen

Lasersintrausprosessin aikana laitteen sisällä vallitsee hapeton tila. Tila on täytetty typpikaasulla, joka estää jauhon hapettumisen ja hajoamisen. Hapen päästessä tähän tilaan kappaleista ja jauheesta tulee kellertävää. Tällä ei kuitenkaan ole oikeastaan muita haittapuolia kuin esteettinen haitta. Jauhe saattaa kuitenkin kärsiä enemmän tästä ilmiöstä. (Duddleston 2015, 20.)

3.3.2 Appelsiininkuori -ilmiö

Appelsiininkuoren kaltainen pinnanlaatu kertoo valmistuksessa käytetyn raaka-aineen laadusta. Selkeästi karkea ja virheellinen pinnanlaatu on merkki polyamidijauheen vanhenemisestä. Pintavirheitä ja karkeutta tavataan kuitenkin ainoastaan laitteen z-akselin suuntaisissa pinnoissa,

mutta vaihtelee kulmassa siihen nähden asetettujen pintojen välillä. Polyamidijauhe vanhenee sitä kierrättäessä ja aiheuttaa jauheen sulaviskositeetissa muutoksia. Sen sulaviskositeetti kasvaa, jolloin se ei enää liiku niin sulavasti kuin ennen. Kierrätetty materiaali aiheuttaa pinnalle virheitä ja karkeutta siksi, että jauheen partikkelien välinen sulaviskositeetti on erilainen. Materiaali sulaa epätasaisesti ja aiheuttaa epätasaista rakennetta. (Yusoff 2007, 37.)



Kuva 1. Kuva havainnoi sinteröidyn kappaleen mikrorakennetta (Zarringhalam, H., Hopkinson, N., Kamperman, N.F., de Vlieger, J.J. 2006, 176.)

Kuvassa 1 näkyy laadukkaasta jauhosta valmistetun kappaleen pinnan mikrorakenne. Kuvassa näkyy päälimmäisenä partikkeleita, jotka eivät ole täysin sulaneet ja jääneet partikkelin muotoiseksi rakenteeksi. Alemmalla tasolla näkyy sferuliittejä jotka ovat täysin sulaneet ja muodostaneet lujan sidoksen väleihin. Keskimmaisissä huomiomerkeissä näkyy muutamia partikkeleita joiden ydin ei ole sulanut prosessin aikana. Rakenteen seassa näkyy myös amorfisia alueita (Amorphous region). Pinnan mikrorakennetta tutkiessa huomaa selkeän eron hyvälaatuisen ja huonolaatuisen välillä. Huonolaatuisella pinnalla on epätasaisempi mikrorakenne ja virheitä löytyy enemmän. (Zarringhalam ym. 2006, 176.)

Lasersintrauksen prosessia ja tehokkaampaa jauhekierrätystä on tutkittu yliopistoissa kuten Englannissa ja Yhdysvalloissa. Yusoff tutkii ”appelsiinkuori” -ilmiötä, joka viittaa polyamidijauheesta valmistettujen kappaleiden pinnanlaatuun ja Duddleston tutkii, kuinka Polyamidijauhe vanhenee prosessin aikana sekä miten jauhetta voi kierrättää.

Kierrätetystä materiaalista sintraamalla valmistetun kappaleen mekaanisia ominaisuuksia ja pinnanlaatua on tutkittu Yhdysvalloissa Milwaukeen teknisessä opistossa. Tutkimuksessa testattiin materiaalia, joka koostui 33% kierrätetystä materiaalista ja 67% uudesta materiaalista. Jauhetta käytettiin toistuvasti jopa 300 tunnin ajan. Tulokset osoittivat kierrätetyn materiaalin laadun olevan epätasalaatuista ja täten päädyttiin suositukseen, että kaikki kierrätettävä raaka-aine luokiteltaisiin käyttötuntien mukaan omiin säilytysastioihin. (Choren, Gervasi, Herman, Kamara, Mitchell, 2001.)

Polyamidi 12 materiaalin termisiä, mekaanisia ja kemiallisia ominaisuuksia ja niiden vaikutuksia kappaleen pinnanlaatuun on tutkittu aiemmin Louisvillen yliopiston toimesta. (Gornet, Davis, Starr, Mulloy 2002.)

TAULUKKO 2. Opinnäytetyön aiheeseen liittyvät aiemmat tutkimukset, jotka ovat suoritettu lasersintraatuille kappaleille. (Yusoff 2007, 34.)

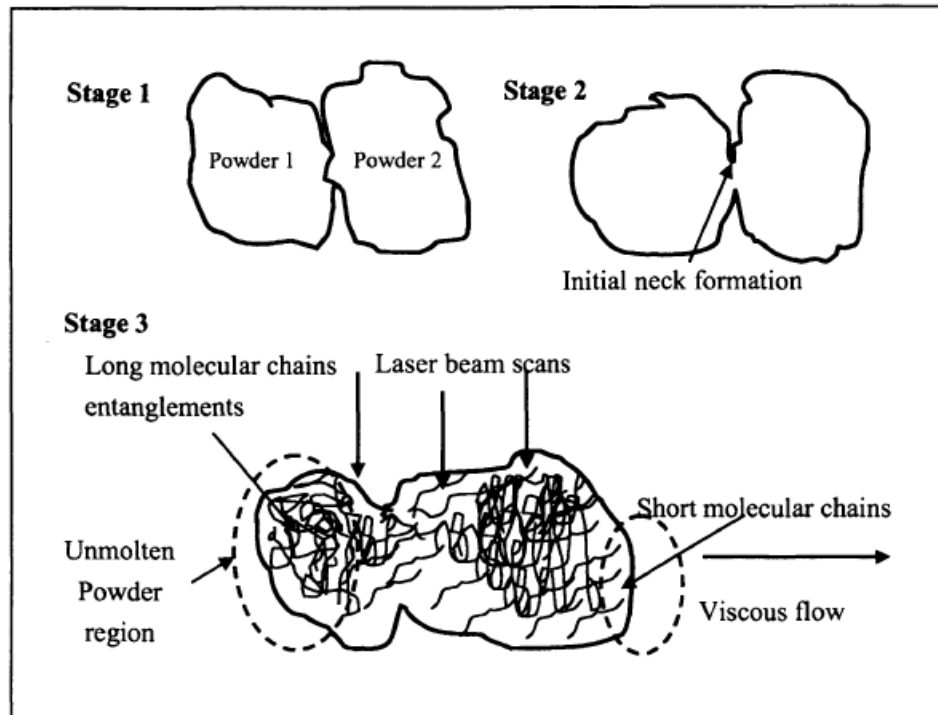
Tutkijat	Materiaali	Vetolujuus	Kimmokerroin (Young's)	Venymä	MFR	Kiteisyys
Gornet ym.	DuraForm™ (3D systems)	X	X	X	X	
Choren ym.	DuraForm™ (3D Systems)		X			

Zarringhalam ym.	PA2200	X	X			X
---------------------	--------	---	---	--	--	---

Tutkimusten perusteella materiaalin molekyylipaino ja sulamislämpötila kertovat paljon materiaalin laadusta ja sulaviskositeetista. Mekaanisten ominaisuuksien kerrottiin pysyvän suunnilleen samana, vaikka kappaleen pinnanlaatu oli heikko. (Yusoff 2007, 36.)

3.3.3 Molekyyli-tason muutokset

Polyamidin molekyyliketjut ovat jo ennestään pitkät, mutta korkea lämpötila saa aikaan vapaitten radikaalien aktivoitumisen ja ketjut linkittyvät toisiin epätasapainoisiin molekyyliin. Molekyyliketjusta tulee pidempi ja painavampi, jolloin se saattaa sotkeutua muihin molekyyliketjuihin. Molekyylin muuttuessa koko materiaalin ominaisuudet muuttuvat. Materiaaliin ei enää päde samat työstölämmöt ja prosessointiarvot kuin aiemmin. Molekyyliketjut kasvavat korkeassa lämpötilassa, joka aiheuttaa sulaviskositeetin kasvua ja molekyyli-rakenteen sferuliitin koon kasvua. (Yusoff 2007, 56 - 67; Duddleston 2015, 42.)



Kuvio 4. Appelsiinikuori -ilmiön syntyprosessi havainnollistettuna. (Yusoff 2007, 56.)

Kuvion 4 tapahtumat alkavat, kun kahta eri laatuista jauhoa sekoitetaan keskenään. Ne sekoitetaan huolellisesti niin, että eri laatuiset jauhepartikkelit ovat tasaisesti vierekkäin. Lasersintrausprosessin käynnistyttyä lämmitysvaiheessa osa partikkeleista muodostavat kahden partikkelin välille liitoksen, jota kuvataan kuvassa kohtana "Stage 2". Molekyyliden sidokset vapautuvat, kun lasersintrausprosessi etenee valmistusvaiheeseen. (Yusoff 2007, 56-58.)

Laserin valo sulattaa partikkeleita, mutta huonompilaatuinen partikkeli ei sula kokonaan eikä vapauta molekyyliden sidoksiaan sen sulaviskositeetin resistanssin ollessa niin suuri. Sulanut materiaali muodostaa sidoksia muiden partikkelien välillä ja muodostaa rakenteen. Sulautumaton partikkeli muodostaa virheitä esimerkiksi kappaleen pinnalle. Laadukkaampi partikkeli sulaa helpommin ja liikkuu esteettä, joka johtuu sen korkeasta MFR -arvosta ja lyhyistä molekyyliketjuista. Huonolaatuinen partikkeli ei sula helposti ja molekyyliketjut eivät liiku, mikä tarkoittaa sen molekyyliketjujen olevan takertuneita ja painavia. (Duddleston 2015, 33., Yusoff 2007, 58.)

3.4 Materiaalin tehokas käyttö

Materiaalin vanhenemista ei voida ehkäistä kokonaan ja samaa raaka-aine erää ei voi kierrättää loputtomiin. Moni käytännön asia vaikuttaa polyamidijauheen ja siitä valmistettujen tuotteiden laatuun.

Polyamidijauhon käyttöikä voidaan pidentää käyttämällä sitä optimaalisesti ja arvioiden jokaisessa prosessin eri vaiheessa. Jossain vaiheessa kuitenkin jauheen laatu heikkenee niin suuresti, ettei sitä voi käyttää edes sekoitettuna laadukkaaseen jauheeseen. Näin huono laatuinen jauhe pilaa myös laadukkaan jauhon, jolloin hukkamateriaalia syntyy turhaan.

3.4.1 Valmistus

Valmistuksessa laatuun vaikuttavat tärkeimmät parametrit ovat seuraavat:

- skannausvälitys
- laserteho
- skannaus-strategia
- skannausnopeus
- jauhepedin lämpötila.

Jauhepedin lämpötilan ja laserskannauksen välityksen optimointi parantavat eniten kappaleen laatua, vaikka normaalisti tämän laatusesta jauheesta saattaisi tulla pintavirheitä. Näillä kahdella parametrilla on kuitenkin vaikutus muihin parametreihin, jolloin ainoastaan niitä muuttamalla ei voida saavuttaa parhainta tulosta. Kaikki parametrit olisi siis optimoitava raaka-ainelaadun mukaan jokaisen tuotantoajan yhteydessä, mikä veisi liian paljon aikaa tuotannosta. (Yusoff 2007, 102 - 105.)

Laitteen rakennusaluustalla jauhe altistuu korkealle lämpötilalle ja todistetusti korkein lämpötila, joka vaikuttaa pitkään on kappaleiden lähiympäristössä ja jauhepedin keskiosassa. Luultavasti keskellä olevan jauheen laatu heikkenee nopeammin kuin sen reunoilla oleva jauhe. Purku

vaiheessa tällaisen ilmiön huomaa myös käsin, kun jauhe on kiinnittynyt lujasti kappaleen pintaan ja ympärillä jauho on kovempaa.

Jauhetta voidaan lajitella sen mukaan, mistä se on peräisin. Pedin keskiosasta jauhe lajiteltaisiin erikseen sen reunoilta irtoavan jauheen kanssa. Lisäksi pitkään kestäneet prosessit ja niiden jauhot lajiteltaisiin erikseen lyhyiden prosessien jauhojen kanssa. (Yusoff 2007, 129.)

TAULUKKO 3. Yusoff (2007,109.) havainnoi laatututkimuksen kautta optimaaliset prosessointiparametrit lasersintrattavalle polyamidijauheelle.

Powder (MFR)	LP (W)	LSp (mm/sec)	$SCSP$ (mm)	T_b (°C)	SS_t
18-19 15-16	12	5080	0.15	170	Outline

Parametrien säädön tutkimisessa ilmeni lopuksi, että parametrit olivat laitteen oletusasetuksien mukaiset. Laservalon skannattavia rajoja muuttamalla saavutettiin kuitenkin parannuksia pinnanlaadussa. (Yusoff 2007, 114.)

3.4.2 Kierrätys

Kierrätettävää raaka-ainetta on sekoitettava optimaalisilla sekoitussuhteilla, jotta kappaleiden laatu ei kärsi kierrättämisestä. Raaka-aineille on määriteltä laitevalmistajan puolesta suosituksia, joiden perusteella jauhetta tulisi kierrättää:

TAULUKKO 4. EOS GmbH:n (EOS GmbH 2017.) suosittamat sekoitussuhteet kierrätysraaka-aineelle.

EOS GmbH	Uuden jauhon määrä, %
PA2200	30% - 50%

PA3200 GF	50% - 70%
-----------	-----------

3.4.3 Testaus

Raaka-aineen kierrättämisessä on ongelmana jauheen epätasalaatuisuus. Valmistukseen saattaa päätyä vähänkin niin heikkolaatuista jauhoa, että se vaikuttaa isolta osalta kappaleisiin. Käytetty ja sekoitettu jauhe on syytä testata, ennen kuin se päätyy laitteeseen. (Yusoff 2007, 120.)

Materflow Oy:n tuotannossa ei ollut kunnollista laadunvalvontalaitetta tai -järjestelmää, jolloin jauheen laadusta ei voinut olla täysin varma. Jauhon seassa yksittäiset partikkelit voivat olla todella vanhoja, mitkä vaikuttavat tuotannon onnistumiseen. Laatu voi valvoa hyvin pelkästään silmämääräisesti ja tuntuman mukaan. Jauheen laadun heikkenemisen tuntee hyvin purkuprosessin aikana.

Raaka-aineen kierrättämiselle on laadun varmistamiseksi tehtävä ohjeistus, jota noudatetaan tuotannossa. Lasersintrausprosessin läpi käyneet raaka-aineet vanhenevat eri lailla toisiinsa nähden. Prosessin pituuden mukaan jauheissa saattaa olla suuriakin laatueroja. Jokainen jauhe-erä tulisi testata MFR-testillä ja kategorisoida tuloksen mukaan.

Käyttöön menevän jauhun MFR-arvo on oltava jonkinlainen tavoitearvo. Lisäksi muille jauheille on laadittu luokitusarvot sulaviskositeettimittauksen perusteella. Seuraava taulukko kuvaa määrittämiäni MFR -arvoja:

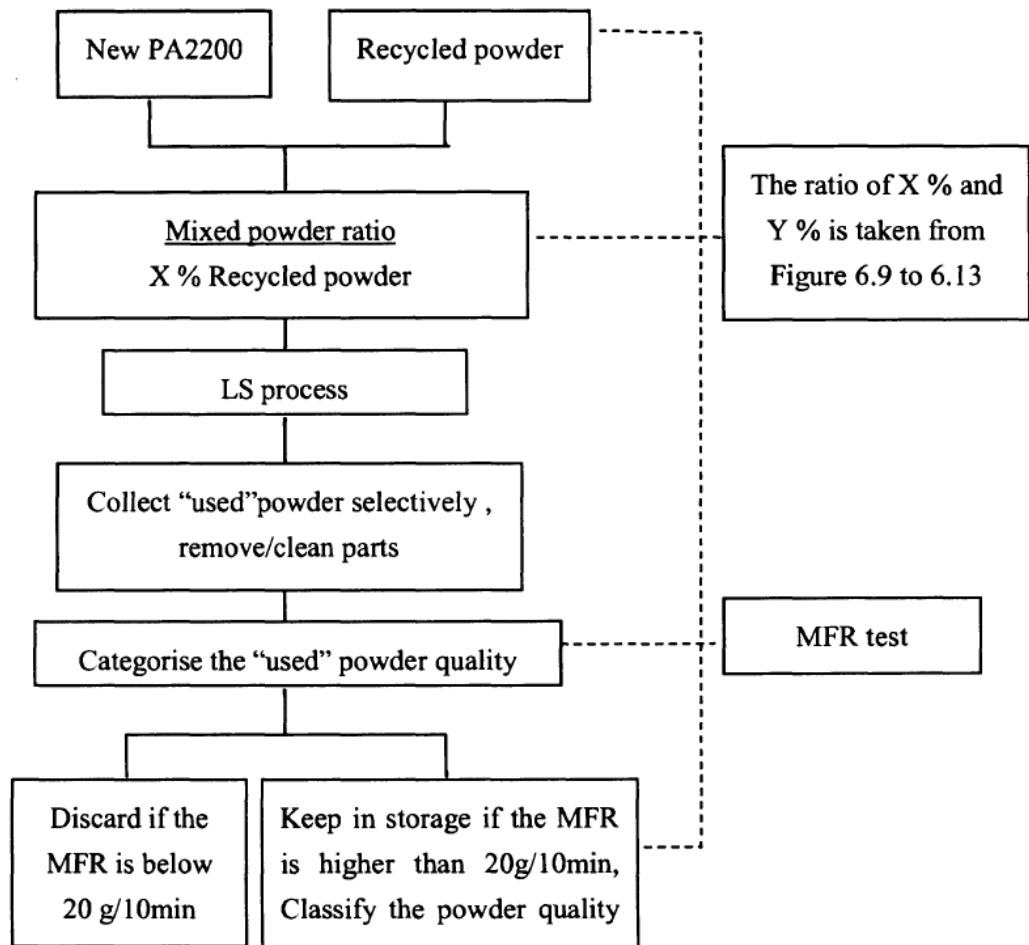
TAULUKKO 5. Raja-arvot eri laatuille jauheille.

Jauheen laatu	MFR -arvo, g/10 min
Uusi jauhe, käyttämätön	>50
Priima, sekoitettu kierrätysjauhe	>20
Projektijauhe	<20

Sekoitetulle kierrätysjauholla on hyvin vaikea määrittää tiettyä MFR-arvorajaa, sillä sen käyttökelpoisuus vaihtelee suuresti. Jauheen sekoittamiseen ja näytteenottamiseen liittyy monia eri tekijöitä, jotka vaikuttavat lopulta valmistuksen onnistumiseen.

Koskaan ei voi olla täysin varma kierrätetyn jauhon laadusta, sillä kahden eri laatuisen jauhon täydellinen yhdistäminen ja sekoittaminen eivät ole täysin varmaa. Lisäksi valmistettavan kappaleen muodot ja pituussuuntaiset mitat eivät välttämättä onnistu niiden monimutkaisuuden takia laadukkaimmallakaan jauheella. Joskus voi käydä niin, että monimutkaisen rakenteen valmistus ei onnistu laadukkaalla jauholla, mutta onnistuu kierrätetyllä raaka-aineella. (Yusoff 2007, 139 - 142.)

Yusoff (2015) toteaa, että jauheen MFR -arvo on sopivin mitata aina prosessin jälkeen, kun kappaleet irrotetaan jauheesta. Näin käytetty jauhe voidaan lajitella sen laadun mukaan. Suunnittelin, että näin Materflow Oy:llä voidaan myös toimia. Seuraavassa kuviossa (kuvio 5) esittelen järjestelmän, jossa materiaalia voidaan kierrättää ja prosessoida kestävästi.



Kuvio 5. Yusoff (2007, 121.) esittelee järjestelmän, jota noudattaen jauheen laadunvalvonta on tehokasta.

4 KÄYTÄNNÖN TUTKIMUKSET

Tutkimuksia tehdessä hyödynsin standardeja ja Lahden ammattikorkeakoulun laatimia laboratorio-ohjeistuksia opinnäytetyön käytännön mittauksia ja testejä varten.

4.1 Mikroskopia

Tutkin raaka-ainetta optista mikroskopiaa käyttäen. Käytössäni oli kaksi eri mikroskooppia, joilla sain mahdollisimman hyvät vertailukuvannot. Mikroskoopilla voidaan tutkia materiaalin yksityiskohtia, sen geometrisia ominaisuuksia (pituus, kulmat, pinta-ala), koostumusta tai rajapintoja (Järvelä, P., Heikkinen, R., 2005.). Tutkimuksessa vertaillaan osakiteisen polyamidijauheen eri laatuja ja seoksia. Tarkoitus on havainnoida selkeitä eroja jauheen iän mukaan sen koostumuksessa. Tutkimuksessa vertaillaan jauheiden partikkelikokoa, muotoa ja huokoisuutta. Kaikilla näillä ominaisuuksilla oletetaan olevan vaikutusta kappaleiden pinnanlaatuun.

Optimaalinen tilanne olisi, kun mikroskooppikuvasta erottaisi helposti rakenne-erot eri ikäisten ja seostettujen jauhojen välillä. Tutkimukset suoritettiin ainoastaan jauhemuodossa oleville raaka-aineille, jotka ovat PA2200 -jauhetta.

Käytössäni oli KeepLoop -merkkinen mobiililaitteeseen kiinnitettävä mikroskooppilinssi. Linssillä saavutetaan kameran tarkkuudesta ja tarkkailunäytön suuruudesta riippuen 20x-75x suurennettu kuva.

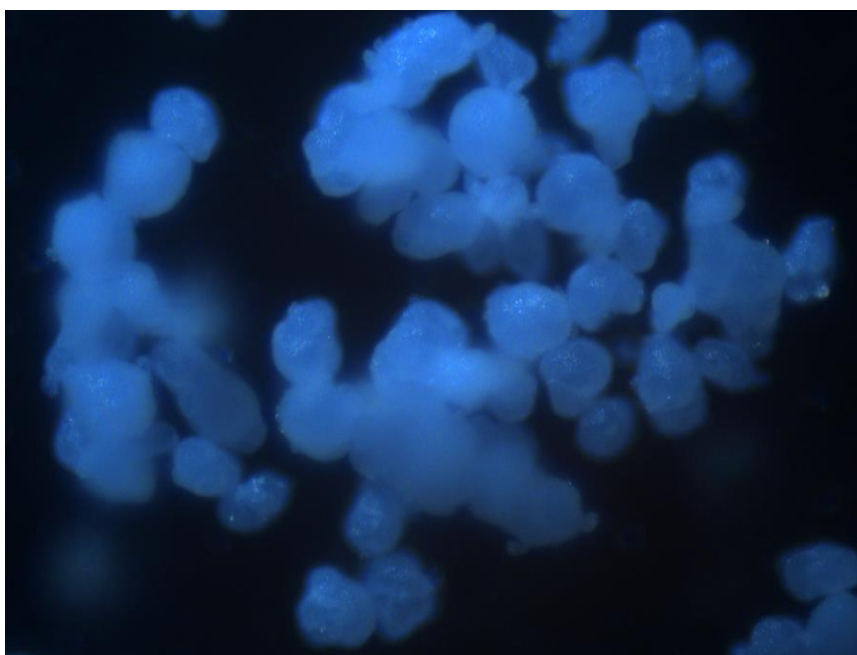
TAULUKKO 6. KeepLoop -linssin optiset ominaisuudet. (KeepLoop Oy., 2017.)

Optiset ominaisuudet	
Kuva-alan leveys	2,0 - 4,0 mm
Kuva-alan korkeus	1,5 - 3,0 mm

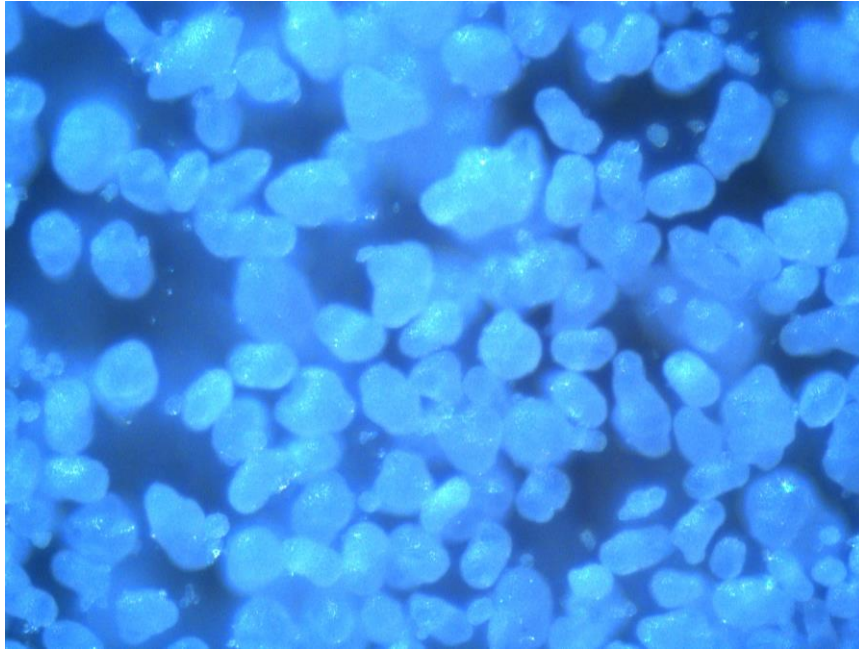
Terävyysalue	0,05 - 0,1 mm
Resoluutio	6-10 μm
Kiinteän polttovälin linssi	

Mobiilimikroskooppilinssin lisäksi käytin Lahden ammattikorkeakoulun Tekniikan alan puulaboratorion Zeiss -merkkistä optista mikroskooppia, jossa on lisälaitteena AxioCamMR5 kamera. Kameran ja AxioVision -ohjelman avulla pystyin tallentamaan mikroskoopin okulaareista näkyvän kuvan tiedostoksi. Laitteen objektiivit ovat Zeiss GmbH valmistamia A-Plan mallisia objektiiveja, joiden tarkastelualue on 23 mm. Käytetyt objektiivit ovat tarkkuudeltaan 20x/0,5 ja 40x/0,65.

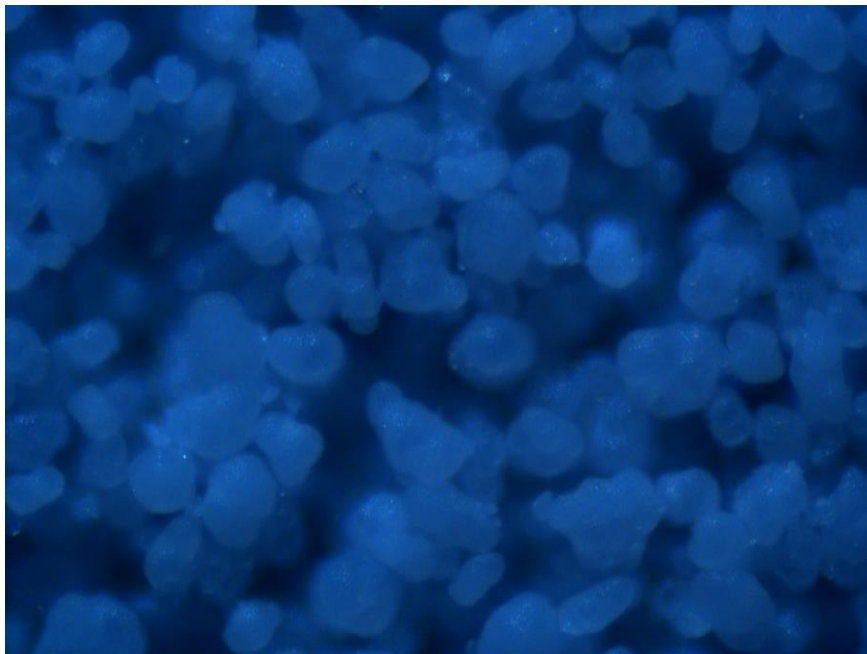
Tässä kappaleessa esittelen mikroskopian tulokset. Vertailin eri laatuisten polyamidijauheiden partikkelien optista rakennetta, kokoa ja huokoisuutta. Tulokset eroavat toisistaan vain hieman, mutta joitakin eroja on havaittavissa. Kaikki kuvat löytyvät liitteestä 7. Tulokset ovat kuitenkin hyvin vertailtavissa ja jauheiden välinen ero on huomattava.



Kuva 2 Käyttämätön PA2200 -jauho, tarkkuus 40x/0,65



Kuva 3 Sekoitettu jauhe, 50% käyttämätöntä ja 50% käytettyä, tarkkuus 40x/0,65



Kuva 4 Käytetty jauhe, tarkkuus 40x/0,65

Kuvien 2 – 4 perusteella jauheen rakenne muuttuu sen käyttökertojen kasvaessa. Kuva 2 havainnoi uuden jauhon partikkelirakennetta, jossa partikkelit ovat pienen ja irtonaisen näköisiä. Kuvassa 3 näkyy hyvin vähän eroa uuden jauhon partikkelikokoon ja rakenteeseen verrattuna. Kuvasta 4

ilmenee, että useaan kertaan käytetyn ja sekoittamattoman käytetyn jauheen partikkelit ovat suurempia ja toisissaan hieman kiinni.

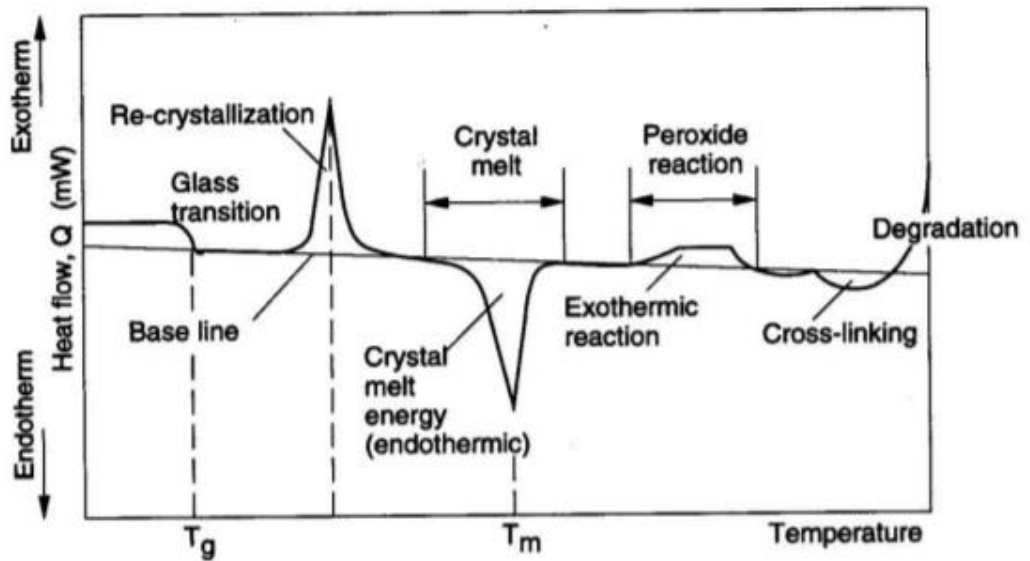
Yusoff (2015) tutkii jauheen rakenteen lisäksi kappaleen pinnan rakennetta mikroskoopilla. Tutkimuksessa vertailtiin laadukkaan kappaleen pintaa ja huonolaatuisen kappaleen pintaa. Tutkimuksessa todistettiin kappaleiden pintojen eroavan selkeästi toisistaan. Huonolaatuisen kappaleen pinnalla on nähtävissä huokoisuutta ja joissakin kohdissa partikkelien sulautumista ei ollut tapahtunut ollenkaan. Lisäksi pinnalla jauhepartikkelit olivat kasautuneet yhteen kohtaan epätasaisesti. Kierrätetty jauhe ei selkeästi sulaudu yhteen niin kuin uusi, laadukkaampi, jauhe. (Yusoff 2007, 48.)

4.2 Differentiaalinen pyyhkäisykalorimetria

Differentiaalisessa pyyhkäisykalorimetriassa mitataan instrumentilla energiaa, kaloreita, suoraan näytteestä. DSC antaa esimerkiksi tarkat tiedot materiaalin lämpökapasiteetista. Tulokseksi saadaan käyriä, joista voidaan laskea materiaalin entalpia siihen tarkoitetulla laskukaavalla (KAAVA 1).

$$\Delta H = K \times A$$

KAAVA 1. H= eli energia, K= kalorimetrinen sisältö, A= käyrän alapuolinen pinta-ala.

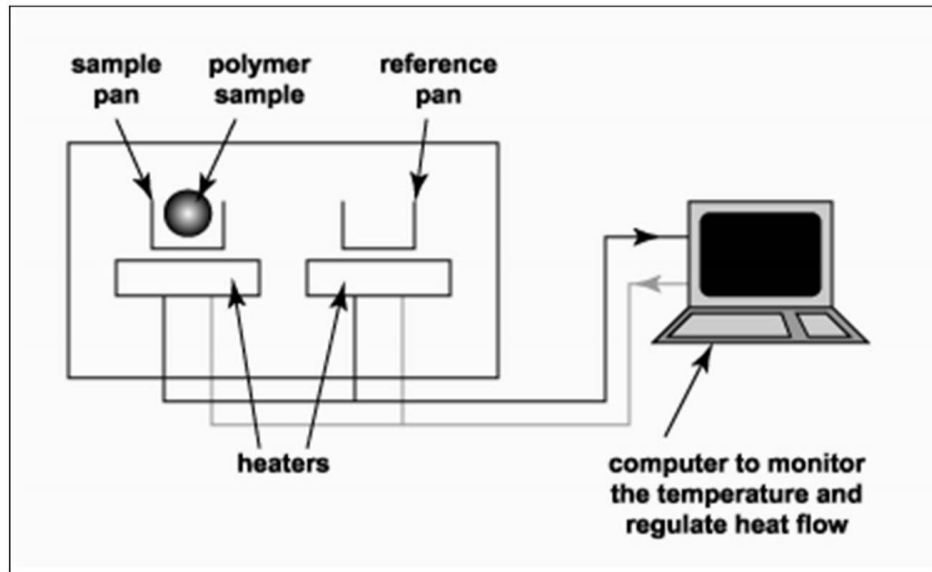


Kuvio 6. Osakiteisen muovin pyyhkäisykalorimetrikuvaaja, jossa näkyy erilaisia reaktiotyyppejä. (Järvelä, Heikkinen 2005.)

Kuviossa 6 on esimerkki pyyhkäisykalorimetrian tuloksesta.

Näytekappaleen puhtaus on tärkeää, sillä se vaikuttaa muodostuvaan käyrään. Näytepala on hyvin pieni, ainoastaan yhden muovigranulaatin kokoinen tai halkaisijaltaan viiden millimetrin kokoinen pinta-ala. Näyte asetetaan näytealustalle ja jatkossa mittausalustalle laitteeseen.

Mittausalustalla on toinen näytealusta tyhjänä, josta laite vertaa mitattavaa näytettä normitilanteeseen. Mittausalustan päälle tulee suoja, joka mahdollistaa nopean jäähdytyksen ja tasaisen kuumentamisen. Mittalaite käyttää jäähdytykseen kaasua, joka mahdollistaa hyvin alhaiset lämpöarvot. Tutkittava materiaali sulaa kerran testin aikana ja kovettuu taas lämmön laskettaessa. (Järvelä, Heikkinen 2005.)



Kuvio 7. DSC -mittauksen toimintaperiaate. (Godge 2016.)

Kuvio 7 havainnollistaa DSC -mittauksen kulkua. Laite vertailee näytekappaleen käyttäytymistä tyhjän näytealustan tuloksiin. Testien alkaessa Lahden ammattikorkeakoulun tekniikan alan muovitekniikan laboratorion pyyhkäisykalorimetri -mittalaite oli epäkunnossa. Huoltotoimenpiteistä huolimatta mittalaitetta ei ole saatu toimintakuntoon. Pyyhkäisykalorimetrian suorittaminen tutkittaville materiaaleille on mahdoton.

Differentiaalisen pyyhkäisykalorimetrian tuloksia voidaan hyödyntää seuraavan taulukon mukaisesti muovianalytiikassa. (Järvelä, Heikkinen 2005.)

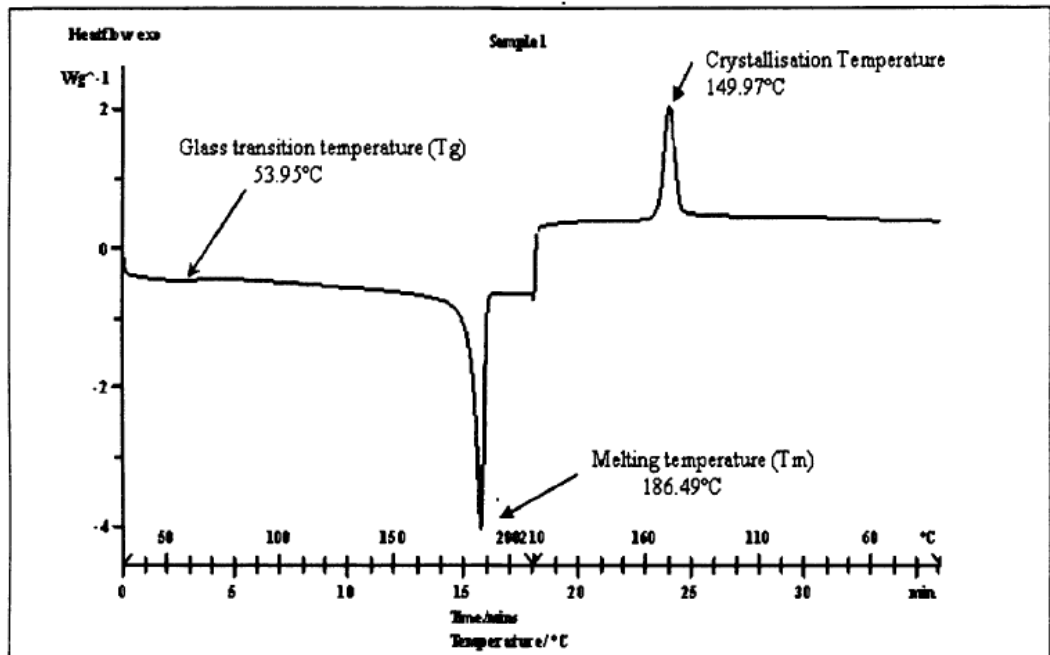
TAULUKKO 7. Sovellukset, joihin differentiaalisen pyyhkäisykalorimetrian tuloksia voidaan käyttää ja analysoida. (Järvelä, Heikkinen 2005.)

Parametri	Sovellus
Sulamislämpötila	Polymeerien tunnistus
Sulamislämpö	Laadun valvonta

Kiteytymislämpötila	Materiaalien vertailu
Kiteisyysaste	Näytteen sisällön analysointi
Lasittumislämpötila	Lisäaineanalysointi
Ominaislämpö	Vianetsintä
Induktioaika ja -lämpötila	Polymorfismi
Reaktiolämmöt	Kemiallisten reaktioiden seuranta

Differentiaalisen pyyhkäisykalorimetrian tuloksien kannalta tärkeimmät sovellukset olisivat olleet materiaalien sulamislämmön, kiteytymislämpötilan, kiteisyysasteen, lasittumislämpötilan ja ominaislämmön analysointi. (Järvelä, Heikkinen 2005.)

Näillä tuloksilla pystyisi vertailemaan materiaalien laatua, sisältöä sekä niiden vikoja. Tärkeää olisi selvittää, onko testattavissa kierrätetyissä polyamidijauhoissa muuta materiaalia mukana ja kuinka paljon. Lisäksi tutkimus kertoisi paljon vanhenevan jauhон sulamisominaisuuksista. Tällä menetelmällä olisi ollut helppo määrittää käytössä olevalle jauholle vanhenemisen raja-arvot. Testi olisi kertonut paljon materiaalin koostumuksesta ja laadusta.



Kuvio 8. Kuvio esittää DSC -testin käyrää, mikä on otettu käyttämättömästä polyamidijauhosta. (Yusoff 2007, 72.)

Kuvio 8 kuvaa PA12 -jauheesta otetun näytteen lämpöominaisuuksia. Käyrä on täysin samanlainen, mitä Lahden ammattikorkeakoulun DSC laite olisi piirtänyt. Käyrä on helposti luettavissa ja analysoitavissa. Ylläolevassa kaavassa on aikajana, joka kuvaa testin etenemistä. Laite lämmittää näytteen huoneenlämmöstä 260 celsiusasteeseen ja jäähtyy takaisin huoneenlämpöön. Kuviossa 8 on uuden, laadukkaan jauheen DSC -käyrä. Seuraavassa taulukossa on vertailtu eri laatuisten raaka-aineiden termisiä ominaisuuksia DSC -mittalaitteella mitattuna. (Yusoff 2007, 72.)

TAULUKKO 8. Polyamidijauholaatujen testitulosten vertailutaulukko. (Yusoff 2007, 73.)

PA12 jauhe	MFR g/10min	Lasittumis- lämpötila (T_g), °C	Sulamis- lämpötila (T_m), °C	Kiteytymis- lämpötila (T_c), °C
Uusi jauhe	51,50	53,95	186,49	149,97

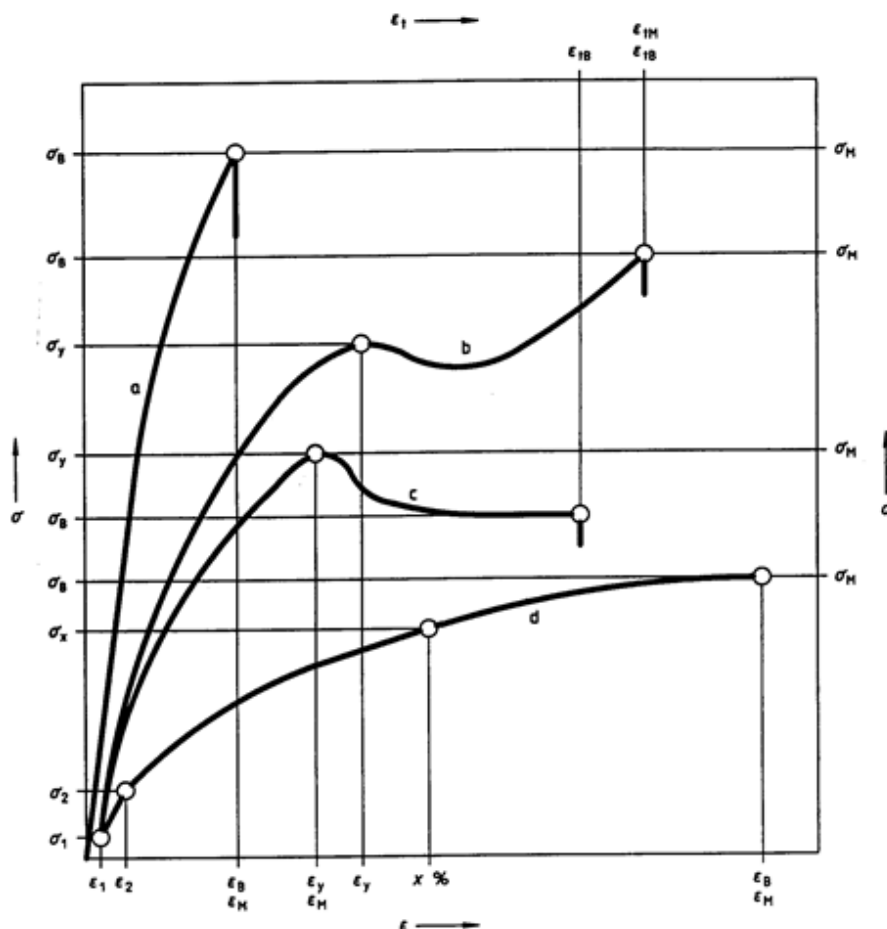
Sekoitettu jauhe (35%-65%)	33,13	56,93	187,22	150,11
1 x käytetty jauhe	28,90	57,78	188,53	148,82
2 x käytetty jauhe	17,41	56,93	189,27	148,27
3 x käytetty jauhe	13,50	58,11	191,48	147,26

Taulukosta 8 voi havaita, että polyamidijauheen termiset ominaisuudet ovat riippuvaisia sen käyttökerroista. Raaka-aineen sulamislämpötila ja lasittumislämpötila kasvavat käyttökertojen kasvaessa, mutta kiteytymislämpötila ja MFR -arvo laskevat. Tämä ilmiö viittaa suoraan siihen, että polyamidin sulaviskositeetti kasvaa sen sulaessa moneen kertaan ja sulaminen jättää jälkensä polymeeriin. MFR -arvo muuttuu usean yksikön verran, kun taas lämpötilojen yksikköerot ovat vähäisiä. Se osoittaa sulaviskositeettimittauksen olevan oivallinen väline havainnollistaa raaka-aineen laadun tasoa. (Yusoff 2007, 73 - 76.)

Kierrätyksen seurauksena polyamidijauheen molekyyliketjut kasvavat, sen sulaviskositeetti kasvaa ja kiteisyysaste pienenee. Näiden seurauksena polyamidijauheen molekyylien paino kasvaa, mutta sulaminen ja jäähtyminen hidastuvat. Sulaminen hidastuu, sillä materiaali ei ole enää niin juoksevaa ja jäähtymisessä kestää entistä pidempään, sillä kiteytyminen tapahtuu hitaammin sulamislämpötilan alapuolella. (Yusoff 2007, 77 - 79, Gibson ym. 2015, 114.)

5 VETOKOKEET

Vetokokeilla määritellään vetokappaleelle vetokimmomoduuli, vetolujuus ja murtovenymä. Näillä tiedoilla vetokappaleen materiaalista saadaan selville lujuus, sitkeys ja jäykkyys. Kokeesta saadaan käyriä, joiden parametreja voidaan muuttaa tilanteen mukaan. Yleensä käytetään voima-venymä akselista käyrää, josta voidaan myös laskea jännitys tiettyjen arvojen kohdissa. Vetomyötölujuus saadaan selville sillä hetkellä, kun vetokokeessa kappaleelle aiheutuu pysyvä muodonmuutos. Murtumisen hetkellä venymän arvo määrittelee kappaleen vetomurtolujuuden, mutta vetomyötölujuus ja sen hetkinen jännitys on tärkeämpi kappaleen ominaisuuksien analysoinnin kannalta. Vetokimmomoduuli kertoo kappaleesta materiaalin jäykkyyden ja on muodostuvan käyrän suoran kulmakerroin. Vetokäyrän muoto muodostuu yksilölliseksi käyräksi materiaalin mukaan (kuvio 9). (Järvelä, Heikkinen, 2005.)



Kuvio 9. Muovimateriaalien yleisimmät vetokäyrämuodot. (Järvelä, Heikkinen 2005.)

Käyrien muodosta (kuvio 9.) voidaan jo havainnoida päällimmäisin puolin materiaalin ominaisuuksia. Käyrä a kuvaa hauraita muovimateriaaleja, b ja c -käyrät sitkeitä materiaaleja, joilla on myötökohta ja d käyrä sitkeitä materiaaleja, joilla ei ole myötökohtaa. (Järvelä, Heikkinen 2005.)

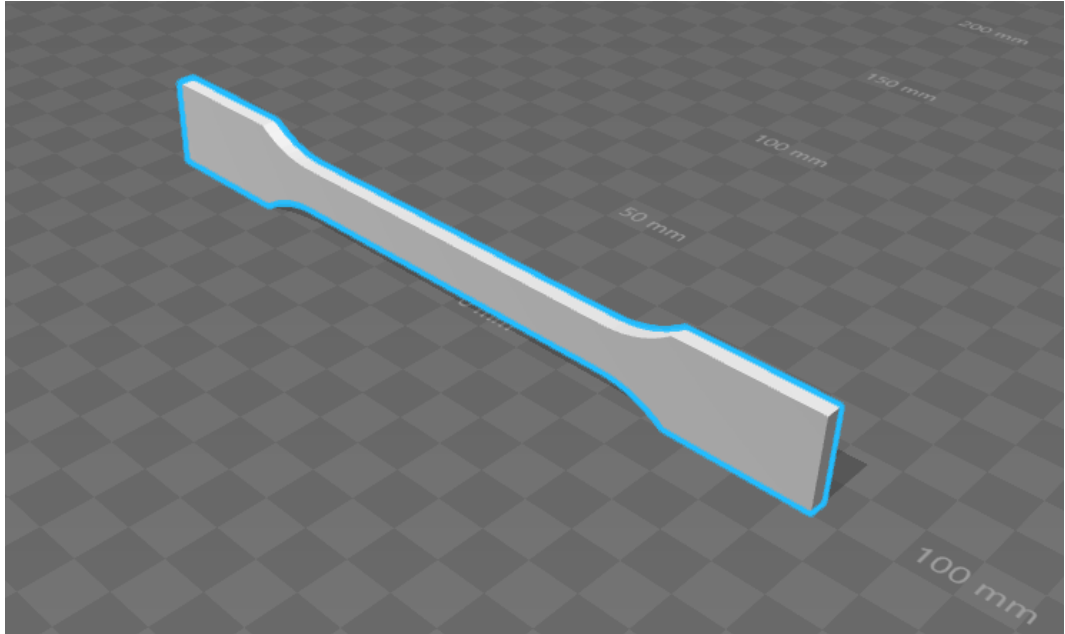
5.1 Vetokappaleen valmistaminen

Valittuja tutkimusmenetelmiä käyttäen suunnittelin vetokappaleen ISO 527 standardin mukaan Autodesk Fusion 360 3D CAD ohjelmistolla. Esikatselu kappaleesta löytyy liitteistä. Valmistelin kappaleen sen tulostusta varten STL-tiedostoksi ja siirsin sen tulostimen omaan ajosuunnitteluohjelmaan. Valmistin kappaleen EOS -merkkisellä LS-tulostimella polyamidista. Vetokappaleen mitat ISO 527 standardin mukaan ovat:

TAULUKKO 9. Standardin mukaiset mitat muoviselle vetokappaleelle. (SFS 2017.)

Tartuntakohtien välinen pituus:	115,00 mm
Leveys:	10,00 mm
Paksuus:	4,00 mm
Leikkauspinta-ala:	40,00 mm ²

Tuotetta valmistettiin kolmessa eri orientaatio suunnassa tulostuspetiin nähden. Näin otettiin huomioon orientaatiosta aiheutuvat mahdolliset erot tutkimuksissa. Kappaleita valmistettiin vaakasuoraan eli horisontaalisesti, pystysuuntaisesti eli vertikaalisesti sekä horisontaalisesti niin, että kappale ei makaa pinnalla (kuva 5).



Kuva 5. Pystyyn asetettu horisontaalinen vetokappale.

5.2 Vetokappaleiden jälkikäsittelyt

Materflow Oy tarjoaa tuotteilleen erilaisia jälkikäsittelyjä, jotka parantavat tuotteiden käyttömukavuutta ja soveltuvuutta. Tuotteita ei ole ennen testattu jälkikäsittelyjen jälkeen virallisin testein. Olemme kuitenkin arvelleet jälkikäsittelyillä olevan jonkinlaisia mekaanisia vaikutuksia tuotteisiin. Jälkikäsittelyiden on tarkoitus vaikuttaa lähinnä tuotteen esteettiseen ulkonäköön ja pinnan rakenteeseen. Jälkikäsittelyjä tuotteita on kuitenkin syytä testata niiden mekaanisten ominaisuuksien muutosten varalta.

5.3 Vetokokeiden sovellus

Testit suoritettiin Lahden ammattikorkeakoulun Shimadzu -nimisellä laitteella. Laitteelle asetetaan standardin mukaiset ajoparametrit, kuten vetonopeus, geometriset mitat ja graafin rakenne ennen testien aloittamista. Osa testeistä suoritettiin Lahden ammattikorkeakoulun Lloyd Instrumentsin vetokoneella. Testeissä materiaalille määritetty vetonopeus oli 50 mm/min. Vetolaitteen voima-anturiksi sopi 2,5 kN:n voima-anturi.



Kuva 6. Vetokokeen suoritus 2,5 kN voima-anturilla.

Kuvassa 6 näkyy yksi polyamidijauheesta valmistettu vetokappale, joka vedetään Lloyd Instrumentsin vetolaitteella. Vetokokeen jälkeen tuloksia voi analysoida tietokoneella, johon data siirtyy. Laitteessa on tarttujat, jotka kiristetään ja ne tarttuvat testikappaleesta kiinni testin alkaessa. Tulosten laskeminen käsin on myös helppoa ja sitä varten on standardin määrittelemät kaavat.

Vetolujuus, σ [MPa], voidaan laskea kaavalla (KAAVA 2):

$$\sigma = F / A$$

KAAVA 2. Kaavassa F on mitattu voima [N], A on mitattavan koesauvan poikkipinta-ala [mm²].

Vetokimmomoduuli, E [MPa], voidaan laskea kaavalla (KAAVA 3):

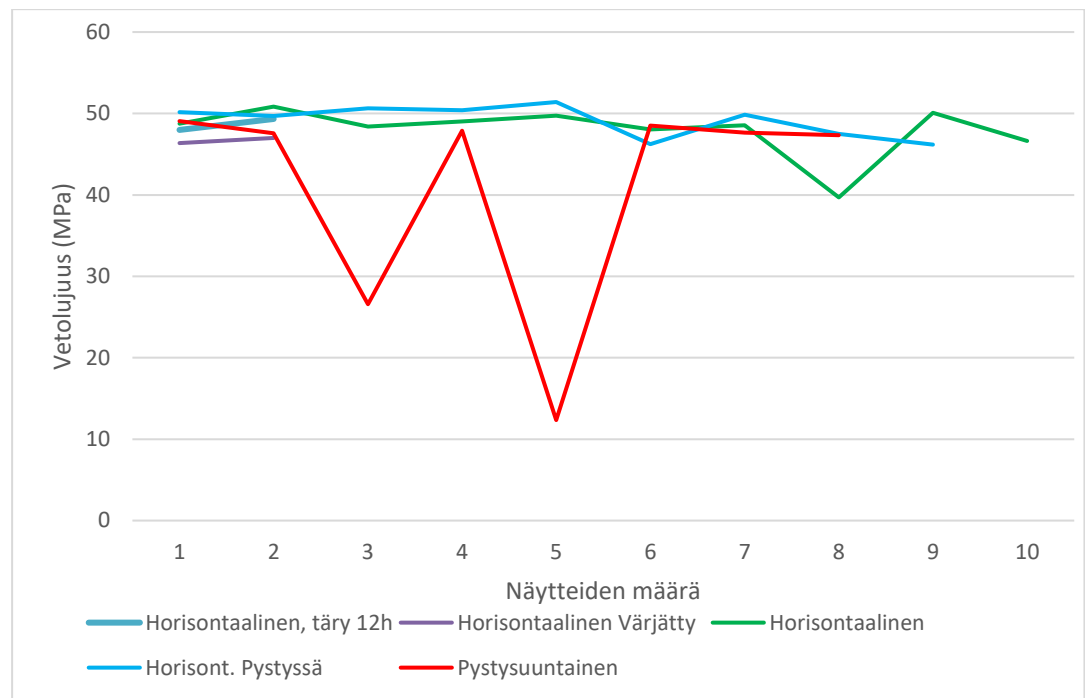
$$E = (\sigma_2 - \sigma_1) / (\varepsilon_2 - \varepsilon_1)$$

KAAVA 3. Laskukaava voidaan laskea ISO 527:n mukaan, missä σ on jännitys mitattuna venymän arvolla $\varepsilon_1 = 0,0005$ ja σ_2 on jännitys mitattuna venymän arvolla $\varepsilon_2 = 0,0025$.

Vetokokeen tärkeimmät tulosarvot ovat niiden vetolujuudet. Käytännössä muovikappaleen venymän ja vastaavien pienten voimien määrittely on niin epätarkkaa, että käsittelen tuloksissa vain vetolujuutta. Vetolujuudet kertovat kappaleen mekaanisista osuuksista jo paljon. Tuotantoerää on helppo vertailla vetolujuusarvojen avulla ja etsiä vaihtelun avulla ongelmien syntyperiä.

6 VETOKOKEIDEN TULOKSET

Kokosin kaikki vetokokeiden tulokset taulukkoon ja vertailin tulosten eroja. Tuloksissa ei oikeastaan ollut yllättäviä arvoja. Osasin arvioida jo etukäteen, miten kokeissa saattaa käydä. Taulukkoon kootut tulokset näkyvät seuraavassa kuviossa (kuvio 10):



Kuvio 10. Vetokokeiden tulosten yhteenveto.

Jälkikäsitteilyt eivät juurikaan vaikuttaneet vetokappaleen mekaanisiin ominaisuuksiin. Rakennusorientaatio aiheutti huomattavia eroja niiden välillä. Kuvioista 10 voi päätellä, että pystysuunnassa valmistetut kappaleet ovat epätasalaatuisempia kuin muut kappaleet. Horisontaalisessa suunnassa valmistetuissa kappaleissa oli hieman hajontaa, jotka voivat johtua valmistuksessa tapahtuneista virheistä. Horisontaalisesti pystyyn valmistetut kappaleet osoittivat tasaisimman laadun vetokokeiden välillä. Vetokokeiden yksityiskohtainen tulostaulukko löytyy liitteenä.

Valmistustekniikka vaikuttaa suuresti kappaleen ominaisuuksiin, koska se perustuu kerroksittain rakentamiseen. Kappaleen kerrosten väliset sidokset ovat heikompia kuin yhden kerroksen sintrauspisteiden väliset. Tästä johtuu pystysuuntaisen kappaleen epätasalaatuisuus. Kappaleen

yllättävän katkeamisen voi aiheuttaa vain kahden kerrosten välinen heikko sidos. Sidos pettää jo alhaisissa vetovoimissa. Tämä ilmiö oli odotettavissa, sillä yksi kerroksittain rakentamisen huonoja puolia ovat niiden välisten sidosten heikkous.

Materflow Oy:n valmistamat kappaleet vastasivat EOS GmbH:n määrittelemiä vetolujuusarvoja (EOS GmbH 2017.). Näistä määritelmistä ei kuitenkaan käy ilmi, missä suunnassa kappaleet oli valmistettu.

7 SULAVISKOSITEETIN MITTAAMINEN

Sulaviskositeettitestissä tutkitaan muovimateriaalin sulaviskositeettia eli sitä, kuinka muovi käyttäytyy sulassa tilassa. Sulaindeksiluvulla tarkoitetaan arvoa, joka määrittää materiaalin juoksevuutta suuttimen läpi. Testi antaa kuvan muovimateriaalin moolimassan suuruusluokasta ja siitä valmistetun tuotteen lujuudesta. Testi on yksinkertainen, halpa, helppo ja nopea suorittaa ja soveltuu hyvin muoviraaka-aineiden rutiininomaiseen laadunvalvontaan. Tulos perustuu materiaalin juoksevuuden suoraan toteamiseen. Sulaindeksiluku on kuitenkin karkea mitta materiaalin viskositeetistä. (Järvelä, Heikkinen 2005.)

Polymeerin virtaus riippuu sen kemiallisesta rakenteesta. Polymeeriketjut, jotka ovat yksinkertaisia ja lyhyitä, liikkuvat helposti ja esteettömästi ilman resistanssia sulana. Pitkät ja monimutkaiset molekyyliketjut takertuvat toisiinsa ja niiden paino aiheuttaa suuremman virtausesteen ja viskositeetin sulassa tilassa, jolloin se ei kulje yhtä sulavasti kuin kevyet molekyyliketjut. Sulaviskositeettimittaus simuloi hyvin lasersintrausprosessia ja sen olosuhteita, joten polyamidijauhe sopii erittäin hyvin testattavaksi materiaaliksi. (Yusoff 2007, 67 - 69.)

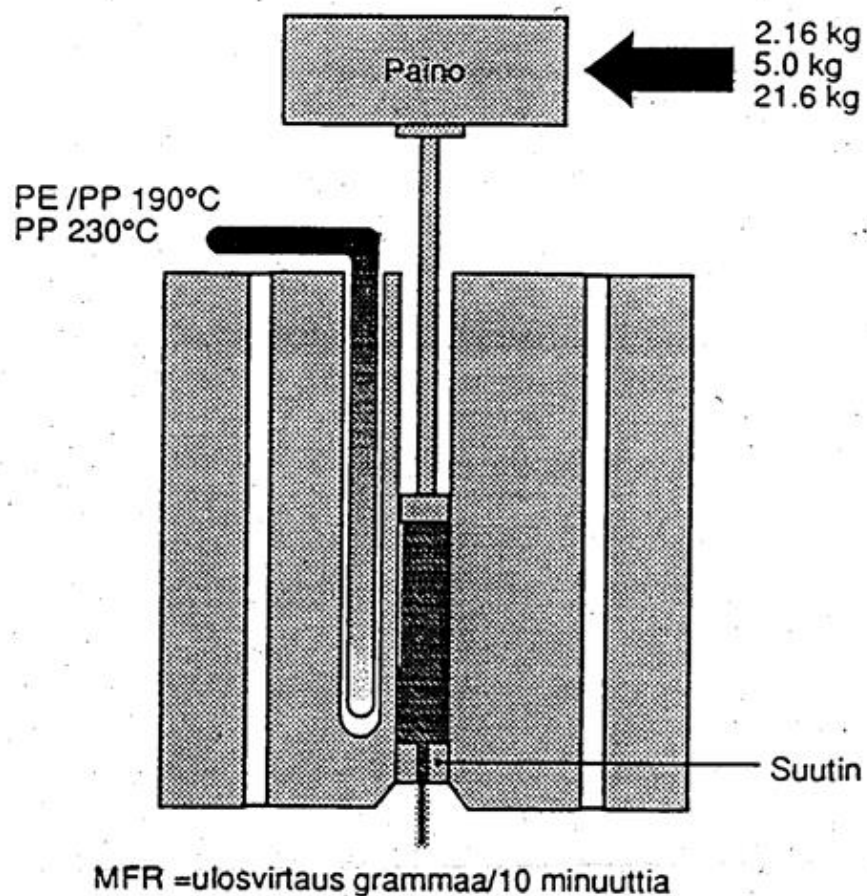
Lasersintraus -tekniikkaa käyttäessä on hyvin tärkeää analysoida materiaalin käyttäytymistä sulassa tilassa. Materiaalista arvioidaan, kuinka hyvin se sopii jatkokäyttöön käytössä olevassa sulatyöstömenetelmässä. Mittauksella on oivallista arvioida käytettävän raaka-aineen puhtautta ja laatua. Tämä menetelmä on myös käytössä tulostimien valmistajalla, EOS:lla. Polyamidijauheen koostumus kertoo paljon sen laadusta. Laatu määritellään sen mukaan, kuinka nopeasti materiaali tulee suuttimen läpi. (EOS 2008.)

7.1 Testin suoritus

Testissä mitataan näytteen massaa, joka kulkee tietyssä ajassa mittalaitteen suuttimen läpi. Tulokseksi saadaan määrä grammoina, joka kulkee mittalaitteen (kuvio 11.) läpi kymmenessä minuutissa, yksikkönä

g/10min. Tällä testillä voidaan määrittellä materiaalin työstölämpötiloja sekä materiaalin lujuutta. Mittaus tehdään joko standardin ISO 1133 tai SFS 3150 mukaisesti, jossa näytemassaan kohdistetaan ennalta määrätty kuormitusarvo ja lämpötila. (Järvelä, Heikkinen 2005.)

Polyamidijauho on kuivattava ennen testiä, sillä sen sulaominaisuudet muuttuvat herkästi sen ollessa kosteaa. Hyvä vaihtoehto on mitata jauhe aina suoraan valmistusprosessin jälkeen, jolloin jauhe on kuivunut laitteessa tarpeeksi pitkän ajan.



Kuvio 11. Havainnollinen kuva sulaindeksimittalaitteesta. (Järvelä, Heikkinen 2005.)

Näytteet punnitaan mittalaitetta varten neljän gramman suuruisiksi tarkan laboratoriovaa'an avulla, joka on ainoastaan laadun testausalueen käytössä. Näyte laitetaan mittalaitteen kuumen sylinterin sisään, jossa näyte alkaa pehmetä. Näyte tiivistetään esilämmitetyllä sylinterillä ja mittaus aloitetaan sen saavutettua merkkiviiva. Mittaus käynnistyy

automaattisesti leikkaamalla suuttimesta tullut esimassa irti, jolloin samalla hetkellä käynnistyy myös mittalaitteen sekuntikello. Leikkaus tapahtuu ennalta määrätyn ajan välein, kunnes suuttimessa oleva sylinteri on taas saavuttanut seuraavan merkkiviivan. Loppu massa valuu laitteesta näytealustalle itsestään. Tällä testillä saadaan grammoina määrä, joka valuu suuttimesta tietyn ajan kuluessa.

7.2 Mittaukset

Mittaukset suoritettiin standardien ISO 1133-2 mukaisesti. Käytössäni oli opinnäytetyötä varten Materflow Oy:lle tilattu sulaindeksimittalaite ja testattavaksi monia eri materiaalilaatuja. Materiaalien laadun koostumus, kovuus ja hienojakoisuus erosivat toisistaan, joten pystyin analysoimaan ylös kirjattuja tuloksia onnistuneesti.

7.3 Laitekohtainen testin suoritus

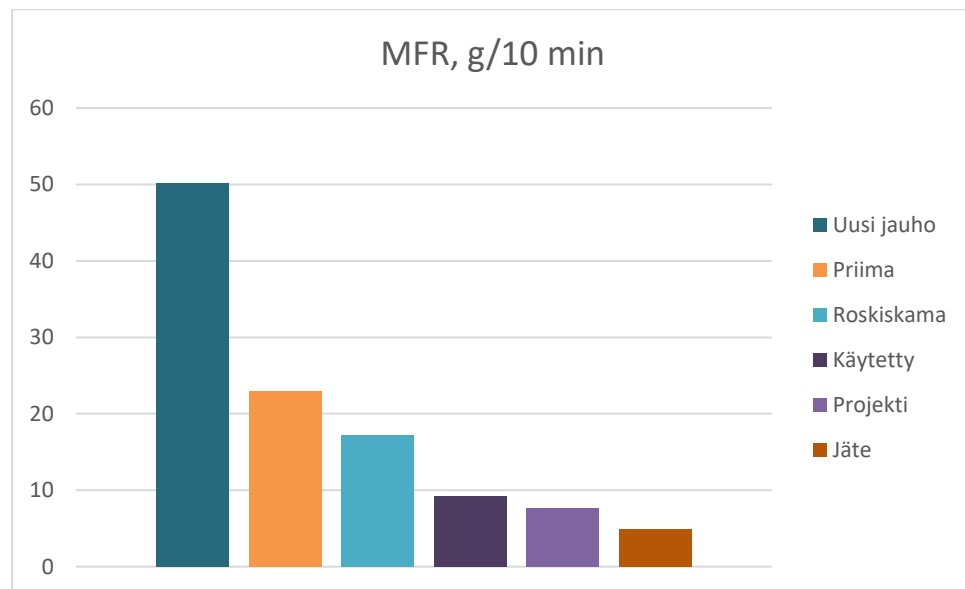
Valmistin Materflow Oy:lle yksityiskohtaisen ohjeistuksen sulaviskositeettimittauslaitteen käyttöä varten, jotta jokainen yrityksessä työskentelevä voi oppia laadun mittaamisen käytännön osuuden.

Ohjeistus löytyy liitteestä 9.

8 SULAVISKOSITEETTIMITTAUKSEN TULOKSET

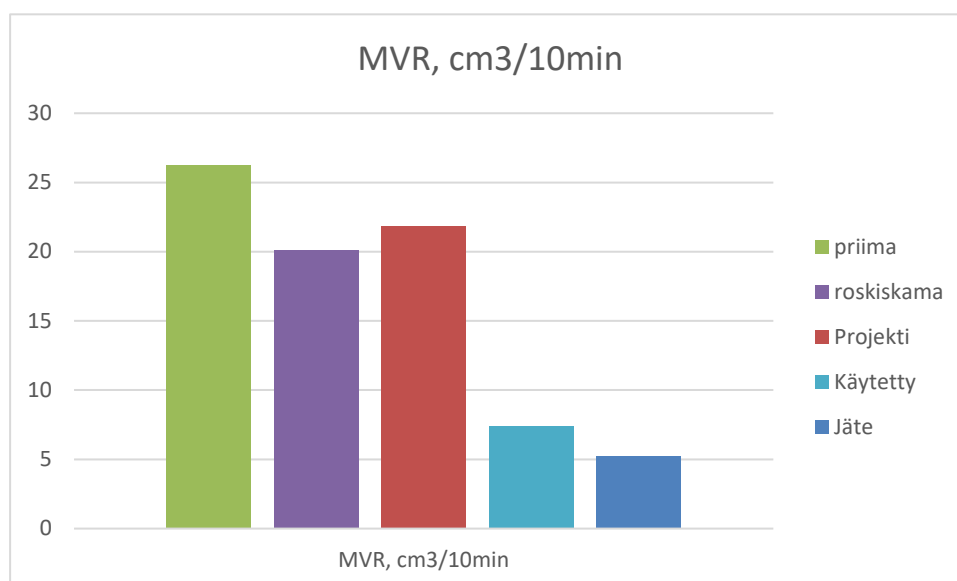
Kokosin kaikki mittaamani tulokset yhteen taulukkoon ja vertailin niiden eroja. Liitteistä löytyy yksityiskohtaiset tiedot raaka-aineista.

Sulaviskositeettimittausten tulokset esitetään seuraavissa kahdessa kuviossa (kuvio 12 ja 13):



Kuvio 12. Kaikkien työn aikana testattujen materiaalien MFR-tulokset.

Materiaalit saattoivat olla kokonaan identifioimattomia, jolloin arvioin ja määritin ainoastaan MFR -mittauksen perusteella, minkä laatuista raaka-aine on. Tuloksia vertaillessa laitevalmistajan suosituksiin ja muiden suorittamiin testeihin ilmeni, että mittaukset ovat onnistuneet. (EOS GmbH 2017; Yusoff 2007, 77.)



Kuvio 13. Osan työn aikana testattujen raaka-aineiden MVR-tulokset.

8.1 Tulosten arviointi

Tein Materflow Oy:lle suuntaa antavan raja-arvotaulukon ja arviointiohjeistuksen materiaalin laadun analysointia varten, jotta jokaisella yrityksessä työskentelevällä on valmiudet suorittavat laadun arviointi loppuun asti. Raja-arvotaulukko ja ohjeistus löytyvät liitteistä.

Sulaviskositeettimittauksissa ilmeni paljon vaihtelua. Vaihtelujen aiheuttajia saattaa olla useita. Yksi niistä on raaka-aineen kosteus. Polyamidi on erittäin herkkä kosteudelle, jolloin ne on suojattava tarkasti kosteudelta mittausta varten. Polyamidijauhe imee itseensä herkästi kosteutta, vaikka se on säilötty ilmatiiviisti. Toinen vaihtelujen aiheuttaja saattoi olla sulaviskositeettimittauslaitteen puhtaanapito-ongelmat. Huolellisesta siivoamisesta huolimatta näytteen mukana saattoi tulla palaneita partikkeleita. Tämä myös aiheutti huippulaadukkaiden raaka-aineiden harhaanjohtavat tulokset.

Sulaviskositeettimittauksen virheelliset tulokset saattoivat myös johtua jauheen epätasaisesta laadusta. Vaikka jauheen kuuluisi olla hyvälaatuista, näytteeseen saattaa juuri osua huonoin osa mitattavasta jauhosta. Tämän takia testi on suositeltavaa suorittaa vähintään kaksi

kertaa. Vaikka sulaviskositeettimittaus tulos on laadun kannalta huono, voi kappaleista tulla yllättäen hyviä. Useamman testin suoritus vähentää virheellisiä arviointeja, mutta vie vähän enemmän aikaa. DSC -mittauksen suorittaminen sulaviskositeettimittauksen lisäksi varmistaisi vielä saadut tulokset.

9 YHTEENVETO

Tarkoituksena oli käsitellä lasersintarusprosessissa käytettävää polyamidiraaka-ainetta, sen laatua ja sen ominaisuuksia. Tämän tutkimuksen perusta on kirjoitettu ja laadittu useiden yliopistojen ja muiden tutkimusten töitten pohjalta. Vertailin lasersintausprosessissa käytettävän PA12-jauheen hajoamiseen ja kierrätykseen liittyvien aiempien töiden tuloksia omiin tuloksiini. Teoria polyamidijauheesta ja sen vanhenemisesta antaa lukijalle katselmuksen polyamidijauheen ominaisuuksista, käytöstä ja kierrättämisestä. Teoriaosuudessa käsiteltiin polyamidijauhon laadun heikkenemistä lasersintrausprosessissa ja etsittiin vaihtoehtoisia toimintatapoja, jotta jauhe ei vanhenisi niin nopeasti.

Opinnäytetyön toimeksiantajana oli nuori 3D-tulostusyritys Materflow Oy. Yritys oli huomannut laadunhallintajärjestelmän tarpeen tuotannon määrän ja liiketoiminnan kasvaessa. Valmistuksen onnistuminen oli epävarmaa järjestelmän puuttuessa. Raaka-aineen laadunhallinta ja tehokas materiaalin käyttö ovat taloudellisesti kannattavaa ja selkeyttää tuotannon kulkua.

Opinnäytetyön tavoitteena oli luoda selkeä raja-arvotaulukko materiaalin laadun määrittämiseen ja sulaviskositeettimittauksen suorittamiseen. Työn tavoite, muoto ja toteutus olivat selkeitä koko prosessin ajan.

Tuotteiden valmistaminen lasersintraamalla vie paljon aikaa ja kallista raaka-ainetta, minkä takia prosessin onnistuminen on erittäin tärkeää. Yrityksen talouden kannalta on tärkeää, ettei raaka-ainetta ja aikaa mene hukkaan. Prosessista jää yli irtonaista jauhoa, mitä on mahdollista kierrättää. Prosessi onnistuu laadultaan optimaalisella raaka-aineella, mutta prosessista ylijääneen kierrätysmateriaalin ominaisuudet eivät kelpaa itsessään seuraavan prosessin läpiajamiseen. Kierrätettävän materiaalin laadullisia ominaisuuksia on syytä tutkia ennen, kuin se menee uudestaan tuotannon kiertoon. Kierrätysmateriaali sekoitetaan käyttämättömään jauheeseen, jotta sen ominaisuudet paranevat laadultaan käyttökelpoiseksi. Opinnäytetyön toiminnallisen osuuden

tutkimusten avulla onnistuttiin luomaan laaja kuva tuotannon laadusta sen hetkisessä tilanteessa.

Laadun testaaminen aloitettiin heti opinnäytetyöprosessin alettua ja jatkuu opinnäytetyön jälkeen yrityksen omin voimin. Olisi hyödyllistä, jos yritys jatkaisi laadunhallinnan tutkimista ja kehittämistä työn loputtua, sillä 3D-tulostuksen tuotannonala kasvaa ja sitä kehitetään jatkuvasti. Laadun mittaamisen kannalta olisi esimerkiksi tärkeää differentiaaliset pyyhkäisykalorimetrimittaukset. Yritys on tällä hetkellä kärkisijoilla Suomen 3D-tulostusyrietysten keskuudessa ja tehokkaan kehittymisen myötä yritys myös pysyy siellä. Toivon opinnäytetyöni tuovan hyödyllistä tietoa julki suomessa 3D-tulostuksen tuotannon alalle.

Pikavalmistustekniikat kehittyvät vauhdilla nykyaikana ja kasvattaa suosiotaan. Tästä syystä on välttämätöntä, että uusia tutkimuksia julkaistaan raaka-aineisiin ja tekniikkoihin liittyen. Lasersintrausprosessin raaka-aine ylijäämät ja sen kierrättäminen vaativat vielä tulevaisuudessa käsittelyä ja tutkimuksia.

LÄHTEET

Dharma Trading Company 2017. Acid Dyes [viitattu 29.3.2017].

Saatavissa: <http://www.dharmatrading.com/dyes/dharma-acid-dyes.html>.

Duddleston, L. 2015. Polyamide (Nylon) 12 Powder Degradation during The Selective Laser Sintering Process. Madison: University of Wisconsin – Madison.

EOS 2008. MVR – Melt Volume Rate. Powder Measurement. Great Britain: EOS PAT.

EOS 2017. EOS Plastic Materials for Additive manufacturing [viitattu 6.2.2017]. Saatavissa: www.eos.info/material-p.

FIRPA 2017. Suomen pikavalmistusyhdistys ry [viitattu 18.1.2017]. Saatavissa: <http://www.firpa.fi/index.html>.

Gibson, I., Rosen, D. & Stucker, B. 2015. Additive Manufacturing Technologies: 3D Printing, Rapid prototyping, and Direct Digital Manufacturing. Berliini: Springer.

J. Choren, V. Gervasi, T. Herman, S. Kamara & J. Mitchell. 2001. SLS Powder Life Study. Rapid Prototyping Center, Broadway, Milwaukee: Milwaukee School of Engineering 1025 N.

Järvelä, P., Heikkinen, R. 2005. Laboratorio-ohje. DSC Differentiaalinen pyyhkäisykalorimetria. Tekniikan ala. Lahti: Lahden ammattikorkeakoulu.

KeepLoop Oy 2017. Mobiililaitteesi mikroskoopiksi [viitattu 5.4.2017]. Saatavissa: www.keeploop.com.

Lehtinen, K. 2014. Fabrication additive ou Impression 3D. Aperçus sur une variation terminographique. Turku: Turun yliopisto.

Mansikka-aho, P. 2014. Materiaalia lisäävä valmistus. Helsinki: Metropolia Ammattikorkeakoulu.

Materialise Company 2017 [viitattu 10.4.2017]. Saatavissa:
<http://www.materialise.com/>.

Salmoria, G.V., Leite J.L., Vieira L.F., Pires A.T.N. & Roesler C.M.R. 2011. Mechanical properties of PA6/PA12 blend specimens prepared by selective laser sintering [viitattu 1.2.2017]. Saatavissa:
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142941811002108>.

SFS-EN ISO/ASTM 52900, 2017. Additive manufacturing. General principles. Terminology. Helsinki: Suomen standardisoimisliitto [viitattu 20.3.2017]. Saatavissa:
<https://online.sfs.fi/fi/index/tuotteet/SFS/CENISO/ID2/5/472666.html.stx>.

SFS-EN ISO-527-1, 2012. Plastics. Determination of tensile properties. Part1: General principles. Helsinki: Suomen standardisoimisliitto [viitattu 14.11.2016]. Saatavissa: <https://online-sfs-fi.aineistot.lamk.fi/fi/index/tuotteet/SFS/CENISO/ID2/5/193359.html.stx>.

SFS-EN ISO-527-2, 2012. Plastics. Determination of tensile properties. Part2: Test conditions for moulding and extrusion plastics. Helsinki: Suomen standardisoimisliitto [viitattu 14.11.2016]. Saatavissa:
<https://online-sfs-fi.aineistot.lamk.fi/fi/index/tuotteet/SFS/CENISO/ID2/5/193360.html.stx>.

SFS-EN ISO-1133-1, 2011. Plastics. Determination of the melt mass-flow rate (MFR) and melt volume-flow rate (MVR) of thermoplastics. Part 1: Standard methods. Helsinki: Suomen standardisoimisliitto [viitattu 31.1.2017]. Saatavissa: <https://online-sfs-fi.aineistot.lamk.fi/fi/index/tuotteet/SFS/CENISO/ID2/1/193408.html.stx>.

SFS-EN ISO-1133-2, 2011. Plastics. Determination of the melt mass-flow rate (MFR) and melt volume-flow rate (MVR) of thermoplastics. Part 2: Method for materials sensitive to time-temperature history and/or moisture. Helsinki: Suomen standardisoimisliitto [viitattu 1.2.2017]. Saatavissa:
<https://online-sfs-fi.aineistot.lamk.fi/fi/index/tuotteet/SFS/CENISO/ID2/1/193409.html.stx>.

T.J. Gornet, K.R. Davis, Dr. T.L. Starr, K.M. Mulloy. 2002. Characterization of Selective Laser Sintering Materials to Determine Process Stability. Rapid Prototyping Center, J.B. Louisville: Speed Engineering School, University of Louisville.

Vibromak Oy 2017. Täryhionta [viitattu 4.4.2017]. Saatavissa: <http://www.finnris.fi/vibromak>.

Wohlers, T., Kowen, J., Diegel, O. & Campbell, I. 2017. Additive Manufacturing and 3D Printing; State of the Industry: Annual Worldwide Progress Report. Colorado, USA: Wohlers Associates Inc.

Wohlers, T. & Caffrey, T. 2015. 3D Printing and Additive Manufacturing; State of the Industry: Annual Worldwide Progress Report. Colorado, USA: Wohlers Associates Inc.

Yusoff, W.A.Y. 2007. An investigation of the "orange peel" Phenomenon. Ann Arbor: ProQuest LLC.

Zarringhalam, H., Hopkinson, N., Kamperman, N.F. & de Vlieger, J.J. 2006. Effects of processing on microstructure and properties of SLS Nylon 12. Teoksessa E. J. Lavernia (toim.) Materials Science and Engineering: A. Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing. Alankomaat, Amsterdam: Elsevier. 435-436. 172-180.

KUVAT

Kuva 1. Zarringhalam, H., Hopkinson, N., Kamperman, N.F., de Vlieger, J.J. 2006. Effects of processing on microstructure and properties of SLS Nylon 12. Teoksessa E. J. Lavernia (toim.) Materials Science and Engineering: A. Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing. Alankomaat, Amsterdam: Elsevier. 435-436. 172-180.

KUVIOT

Kuvio 1. Wohlers, T., Kowen, J., Diegel, O. & Campbell, I. 2017. Additive Manufacturing and 3D Printing; State of the Industry: Annual Worldwide Progress Report. Colorado, USA: Wohlers Associates Inc.

Kuvio 2. Järvelä, P., Heikkinen, R. 2005. Laboratorio-ohje. DSC Differentiaalinen pyyhkäisykalorimetria. Tekniikan ala. Lahti: Lahden ammattikorkeakoulu.

Kuvio 3. Gibson, I., Sutcker, R. & Rosen, D. 2015. Additive Manufacturing Technologies. Berlin: Springer.

Kuvio 4. Yusoff, W.A.Y. 2007. An investigation of the “orange peel” Phenomenon. Ann Arbor: ProQuest LLC.

Kuvio 5. Yusoff, W.A.Y. 2007. An investigation of the “orange peel” Phenomenon. Ann Arbor: ProQuest LLC.

Kuvio 6. Järvelä, P., Heikkinen, R. 2005. Laboratorio-ohje. Sulaindeksin mittaus. Tekniikan ala. Lahti: Lahden ammattikorkeakoulu

Kuvio 7. Godge, G. R. 2016 [viitattu 20.2.2017]. Saatavissa: https://www.researchgate.net/post/How_to_interpret_the_TGA_and_DSC_analysis2

Kuvio 8. Järvelä, P., Heikkinen, R. 2005. Laboratorio-ohje. Vetokoe. Tekniikan ala. Lahti: Lahden ammattikorkeakoulu.

Kuvio 9. Yusoff, W.A.Y. 2007. An investigation of the “orange peel” Phenomenon. Ann Arbor: ProQuest LLC.

Kuvio 11. Järvelä, P., Heikkinen, R. 2005. Laboratorio-ohje. Sulaindeksimittaus. Tekniikan ala. Lahti: Lahden ammattikorkeakoulu.

LIITTEET

Liite 1. Polyamidi 2200:n mekaaniset ominaisuudet

Murtovenymä	18 %	ISO 527-1/-2
Iskulujuus; Charpy (+23°C)	53 kJ/m ²	ISO 179/1eU
Iskulujuus; lovettu, Charpy (+23°C)	4.elo kJ/m ²	ISO 179/1eA
Jäykkyys, Taivutusmoduuli (23°C)	1500 MPa	ISO 178
Iskulujuus; lovettu, Izod (+23°C)	4.huhti kJ/m ²	ISO 180/1A
Kovuus, Shore D (15s)	75 -	ISO 868

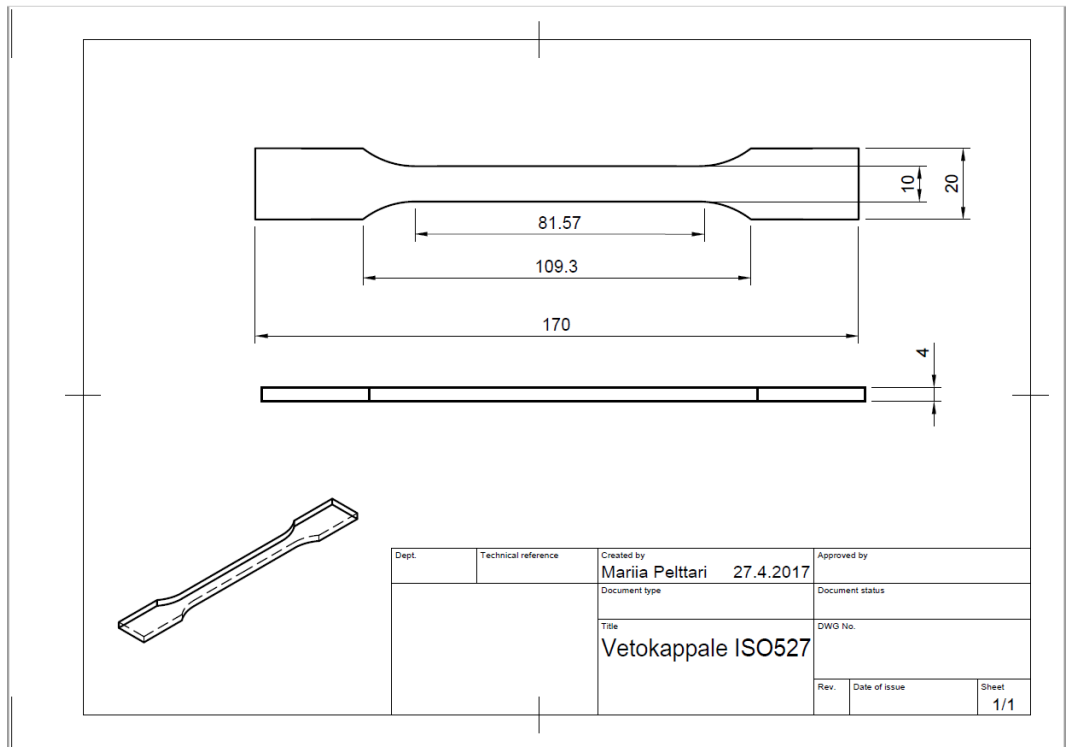
Liite 2. Lasikuitulujitetun polyamidin (PA3200 GF) mekaaniset ominaisuudet

Mekaaniset ominaisuudet	Arvo	Yksikkö	Testimenetelmä
Jäykkyys, vetomoduuli	3200	MPa	ISO 527-1/-2
Vetolujuus	51	MPa	ISO 527-1/-2
Murtovenymä	9	%	ISO 527-1/-2
Iskulujuus; Charpy (+23°C)	35	kJ/m ²	ISO 179/1eU
Iskulujuus; lovettu, Charpy (+23°C)	5.huhti	kJ/m ²	ISO 179/1eA
Jäykkyys, Taivutusmoduuli (23°C)	2900	MPa	ISO 178
Taivutuslujuus	73	MPa	ISO 178
Iskulujuus; lovettu, Izod (23°C)	4.helmi	kJ/m ²	ISO 180/1A
Iskulujuus; Izod (23°C)	21	kJ/m ²	ISO 180/1U

Liite 3. Alumiinilla lujitettu Alumide

Mekaaniset ominaisuudet	Arvo	Yksikkö	Testimenetelmä
Jäykkyys, vetomoduuli	3800	MPa	ISO 527-1/-2
Vetolujuus	48	MPa	ISO 527-1/-2
Murtovenymä	4	%	ISO 527-1/-2
Iskulujuus; Charpy (+23°C)	29	kJ/m ²	ISO 179/1eU
Iskulujuus; lovettu, Charpy (+23°C)		kJ/m ²	ISO 179/1eA
Jäykkyys, taivutusmoduuli (23°C)	3600	MPa	ISO 178
Taivutuslujuus	72	MPa	ISO 178
Kovuus; Shore D (15s)	76	-	ISO 868

Liite 4. Vetokappaleen malli.



Liite 5. MFR -testien tulokset.

SULAVISKOSITEETTIMITTAUS, MFR

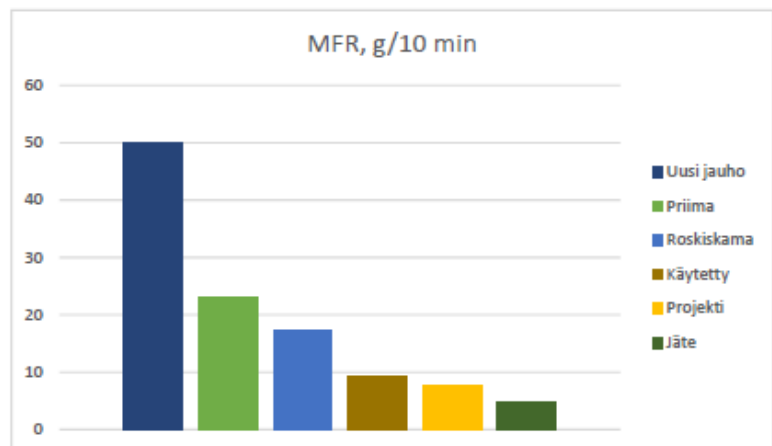
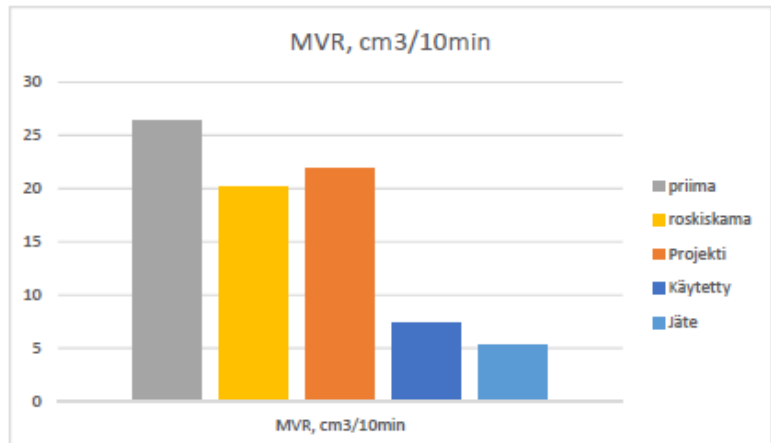
Standardipaino: 2,16 kg

Laskukaava ulosvirtausarvon (MFR) laskemiseksi:

$(600 \cdot m_3) / t$

Materiaalilaatu	Lämpötila (T), °C	Katkaisuaika (t), s	Painot (m ₁), kg	Näytteen paino (m ₂), g
? #1	235	15	2,16	1,838
? #2	235	15	2,16	1,87
? #3	235	15	2,16	1,83
? #4	235	15	2,16	1,84
? #5	235	15	2,16	1,883
? #6	235	15	2,16	1,892
50:50 Priima	190	15	2,402	1,9839
50:50 Priima	200	15	2,402	1,816
50:50 Priima	220	15	2,402	1,811
Ehkä ok?	235	15	2,16	1,859
Kuivattu priima	235	15	2,16	1,853
Kuivattu priima	235	15	2,16	1,855
Kuivattu priima	235	15	2,16	1,848
Kuivattu priima	235	15	2,16	1,857
Kuivattu priima	235	15	2,16	1,686
Kuivattu priima	235	15	2,16	1,487
Kuivattu priima	235	15	2,16	1,533
Kuivattu priima	235	15	2,16	1,857
Kuivattu priima	235	15	2,16	2,404
Kuivattu priima	235	15	2,16	1,842
Kuivattu priima	235	15	2,16	1,832
Kuivattu priima	235	30	2,16	1,842
Kuivattu priima	235	15	2,16	1,852
Kuivattu priima	235	15	2,16	1,858
Kuivattu priima	235	15	2,402	1,875
Kuivattu priima	235	15	2,16	1,859
Kuivattu priima	235	15	2,16	1,825
Kuivattu priima	235	15	2,16	1,83
Kuivattu priima	235	15	2,16	1,88
Kuivattu priima	235	15	2,16	1,874
Käytetty kova	235	15	2,16	1,824
Käytetty kova	235	15	2,16	1,845
Lasikuulia seassa	235	15	2,16	1,853
Priima	190	30	2,16	3,126
Priima	190	30	2,16	1,916
Projekti	220	15	2,402	2,507
Projekti	235	15	2,16	1,842
Projekti	235	15	2,16	1,731
Roskiskama	190	15	2,402	1,9386
Roskiskama	235	15	2,16	1,847

Roskiskama	235	15	2,16	1,54
Roskiskama	235	15	2,16	1,868
Roskiskama	235	15	2,16	1,741
Roskiskama	235	15	2,16	1,872
Roskiskama	235	30	2,16	1,862



Katkaisukerrat	Keskiarvopaino (m ₃), g/15-30s	MFR, g/10min	Tiheys (ρ) g/cm ³
10	0,1838	7,352	1,016
8	0,23375	9,35	6,575
15	0,122	4,88	14,294
15	0,122666667	4,906666667	13,615
9	0,209222222	8,368888889	7,788
12	0,157666667	6,306666667	10,234
25	0,0793	3,172	
14	0,1297	5,188	
4	0,4527	18,108	
16	0,1161875	4,6475	13,757
3	0,6177	24,70666667	
3	0,6183	24,73333333	
3	0,616	24,64	2,499
3	0,619	24,76	2,395
2	0,843	33,72	1,743
2	0,7435	29,74	2,248
2	0,7665	30,66	1,738
3	0,619	24,76	2,486
3	0,801	32,05333333	2,486
3	0,614	24,56	2,616
4	0,458	18,32	2,995
2	0,921	18,42	
3	0,617333333	24,69333333	2,48
4	0,4645	18,58	2,935
7	0,267857143	10,71428571	6,278
4	0,46475	18,59	2,937
3	0,608333333	24,33333333	2,618
5	0,366	14,64	3,84
6	0,313333333	12,53333333	4,721
6	0,312333333	12,49333333	4,971
8	0,228	9,12	6,932
8	0,230625	9,225	17,29
1	1,853	74,12	10,424
10	0,1563	3,126	
12	0,1596	3,192	
11	0,2279	9,116	
10	0,1842	7,368	8,633
10	0,1731	6,924	12,17
27	0,0718	2,872	
4	0,46175	18,47	3,287

3	0,513333333	20,53333333	2,608	7,873210634
3	0,622666667	24,90666667	2,525	9,864026403
3	0,580333333	23,21333333	2,632	8,819655522
11	0,170181818	6,807272727	9,4	0,72417795
4	0,4655	9,31	3,537	2,632174159

MVR, cm³/10 min

	MVR keskiarvot		MFR keskiarvot	
				72,36220472
				11,37642586
				5,121029803
				5,405802424
Käytetty	7,396732098	priima	22,99666667	9,671289163
priima	26,27978155	roskiskama	17,20676768	7,394957983
roskiskama	20,106959	projekti	7,611592593	
Projekti	21,86791404	Jäte	4,893333333	
Jäte	5,263416113	Uusi jauho	50,123	
		Käytetty	9,1725	5,405248237
				27,61
				31,02
				29,57983193
				31,01461378
				38,6919105
				26,45907473
				35,28193326
				29,87932422
				38,68061142
				28,16513761
				24,46744574
				#JAKO/0!
				29,87096774
				25,32197615
				11,94647977
				25,31835206
				27,88388083
				19,0625
				15,92882864
				15,07946087
				10,52510098
				4,268363216
			22,47642227	7,110514198
			23,6196319	
			29,59207921	
			26,45896657	
			7,965957447	8,534692459
			10,52869664	5,689400164

Liite 6. Vetokokeiden tulokset.

Vetokokeiden tulokset SLS-kappaleista
 kahvojen välinen pituus: 115,00 mm
 Leveys: 10,00 mm
 Paksuus: 4,00 mm
 Vetonopeus: 50,00 mm/min
 Leikkauspintala: 40,00 mm²

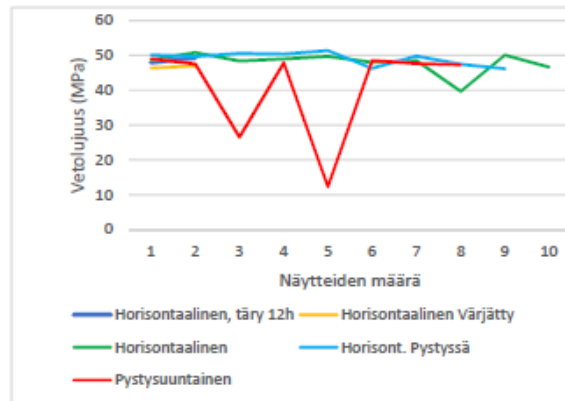
Orientaatio	Jälkikäsitely	Jälkikäsitely #2	Vetolujuus (MPa)	Kuorma (max), N
Horisontaalinen	Täry 4h		48,83	1953,2
Horisontaalinen	Täry 4h		47,838	1913,5
Horisontaalinen	Täry 12h		47,98	1919,2
Horisontaalinen	Täry 12h		49,328	1973,2
Horisontaalinen		Värjätty	46,364	1854,6
Horisontaalinen		Värjätty	46,996	1879,9
Horisontaalinen	Kuulattu	Värjätty	47,784	1911,4
Horisontaalinen	Kuulattu	Värjätty	49,13	1965,2
Horisontaalinen			48,744	1949,7
Horisontaalinen			50,842	2033,7
Horisontaalinen			48,4	1936
Horisontaalinen			49,03	1961,2
Horisontaalinen			49,738	1989,5
Horisontaalinen			48,022	1920,9
Horisontaalinen			48,56	1942,4
Horisontaalinen			39,692	1587,7
Horisontaalinen			50,07825	2003,13
Horisontaalinen			46,64075	1865,63
Horisont. Pystyssä			50,15625	2006,25
Horisont. Pystyssä			49,6875	1987,5
Horisont. Pystyssä			50,625	2025
Horisont. Pystyssä			50,39075	2015,63
Horisont. Pystyssä			51,40625	2056,25
Horisont. Pystyssä			46,25	1850
Horisont. Pystyssä			49,84375	1993,75
Horisont. Pystyssä			47,474	1898,9
Horisont. Pystyssä			46,176	1847
Pystysuuntainen			49,0625	1962,5
Pystysuuntainen			47,57825	1903,13
Pystysuuntainen			26,5625	1062,5
Pystysuuntainen			47,89075	1915,63
Pystysuuntainen			12,34375	493,75
Pystysuuntainen			48,51575	1940,63
Pystysuuntainen			47,65625	1906,25
Pystysuuntainen			47,34375	1893,75

Kimmokerroin, Young's 1/2 vetolujuus, σ (MPa)

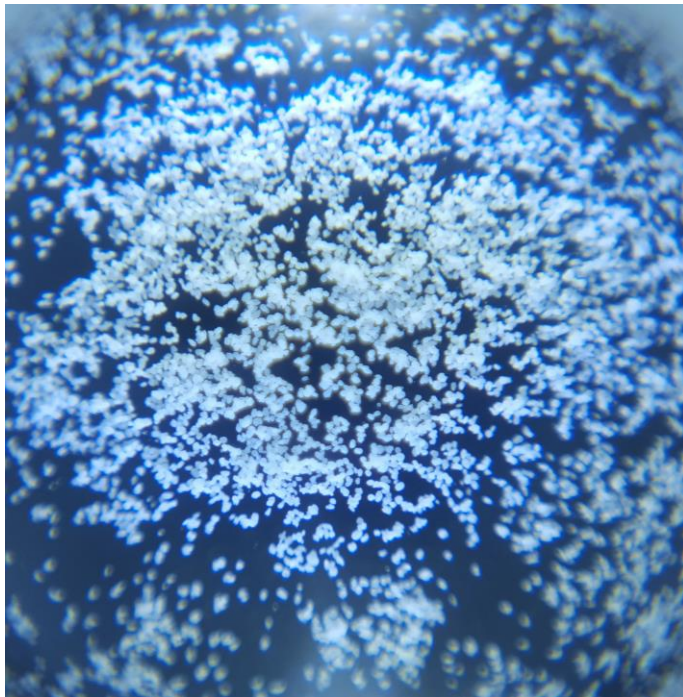
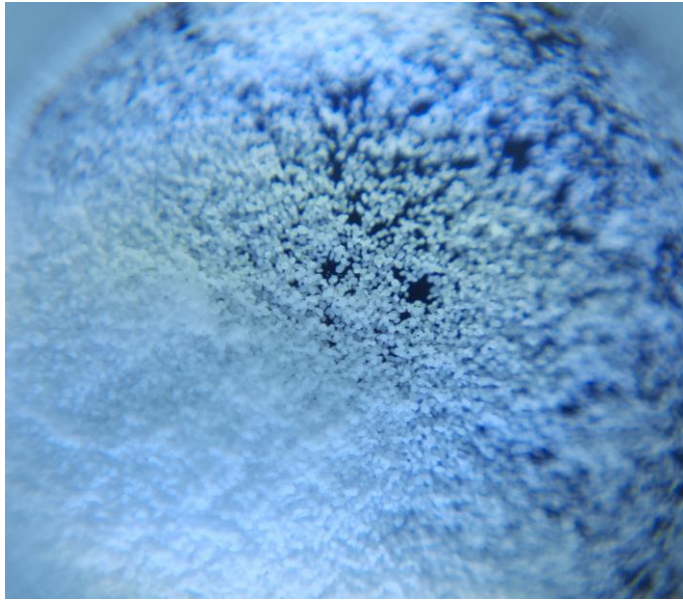
Jäykkyys, vetomoduuli (N/m)

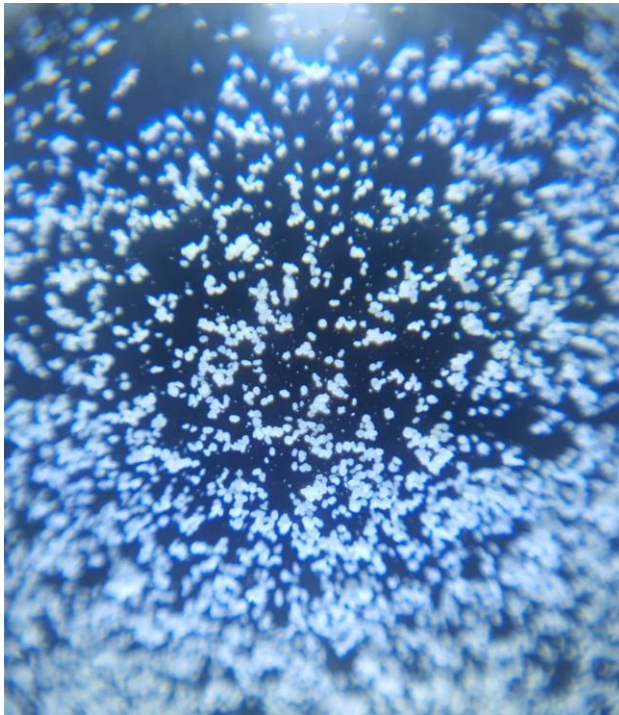
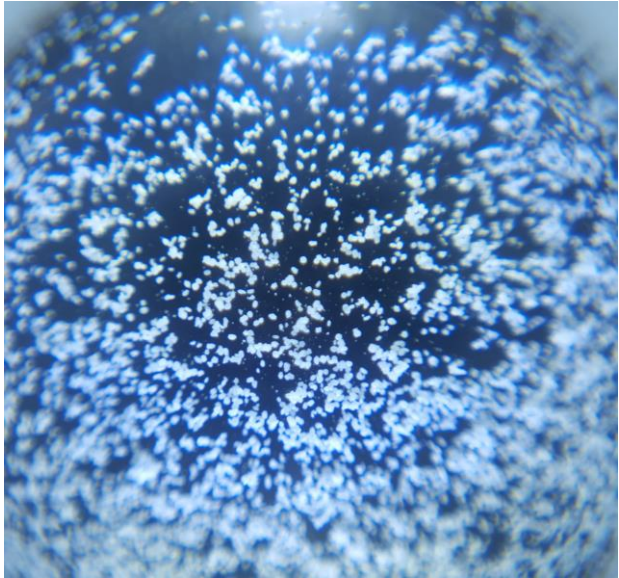
696,51	24,414	484530
523,3	23,919	364030
694,2	23,99	482920
709,69	24,664	493700
619,24	23,182	430780
619,47	23,498	430930
633,82	23,892	440920
500,58	24,565	348230
651,87	24,372	453480
708,95	25,421	493180
671,82	24,2	467360
685,36	24,515	476770
681,69	24,869	474220
678,35	24,011	471890
706,97	24,28	491800
606,16	19,846	421680

670,31	23,737	466310
670,95	23,088	466750



Liite 7. Mikroskopian loput kuvat.





Liite 8. MFR -testin raja-arvo taulukko.

Näytteitä tulee mitata 3-6 kertaa, jotta tulos on mahdollisimman varma

Jauheen laatu	MFR -arvo, g/10 min
Uusi jauhe, käyttämätön	>50
Priima, sekoitettu kierrätysjauhe	>20
Projektijauhe	<20

Liite 9. MFR -testin ylöskirjaustaulukko.

SULAVISKOSITEETTIMITTAUS, MFR

Standardipaino: 2,16 kg

Laskukaava ulosvirtausarvon (MFR) laskemiseksi:

$(600 * m_3) / t$

Materiaalilaatu Lämpötila (T), °C Katkaisuaika (t), s Painot (m_1), kg keen paino (atkaisukerräpaino (m

Liite 9. Sulaviskositeettimittauksen ohjeet Materflow Oy:lle

Tervetuloa mittaamaan materiaalin sulaviskositeettia! Ennen käyttöä varmista, että sinulla lähettyvillä kuumuudelta suojaavat käsineet ja hengityssuojain.

Laite kytketään päälle vasemmalla takana olevasta kytkimestä. Laitteen näyttöön tulee teksti "Welcome to use"

Näyttöön avautuu T-control näkymä, jossa

TEMP: 020,00 C

Cut Time: 000,00 s

Displace: 000,00 mm

1. Määrittele mittauksen parametrit tai tarkista edelliset parametrit painamalla **Menu**
2. Valkoinen pohja tekstissä tarkoittaa valittua riviä. MFR/MVR -testiä tehdessä valitaan ylös/alas nuolinäppäimillä T-control parameter.
3. Muokataksesi T-control parametrejä, paina **Menu**
4. Valikossa näkyy parametrit, joita voit muokata. Valitse Enact TEMP painamalla **Menu**
5. Säädä lämpötila: Yleensä 235 C, mutta voit muokata lukuja kaikilla nuolinäppäimillä.
Sivunuolinäppäimellä pääsee siirtymään seuraavaan numeroon.
Kun olet valmis paina **Confirm/Exit**
6. Valitse nuolinäppäimillä Enact Time ja muokkaa painamalla **Menu**
7. Säädä aika: Yleensä 015,00 s, mutta voit muokata lukuja kaikilla nuolinäppäimillä. Kun olet valmis paina **Confirm/Exit**
8. Valitse nuolinäppäimillä Enact Load ja muokkaa painamalla **Menu**

9. Säädä punnukset: Yleensä 2,402 kg tai 2,16 kg (standardi). Näytössä lukee aina ensimmäiseksi 0,325kg, mutta
 - painelemalla **Menu** saat selattua standardin mukaisia painovaihtoehtoja. Jos valitset jonkun näistä, sinun pitää kehittää valitsemasi mukainen paino.
 - sivunuolinäppäimellä näet tämänhetkisen asetuksen ja samalla voit muokata painomäärää kaikilla nuolinäppäimillä vapaavalintaisesti. Esim. 2,402 kg joka on painoalustan, 875 g painon ja 1290 g painon yhteispaino. Kun olet valmis paina **Confirm/Exit**

10. Nyt olet valmis testaamaan. Paina edetäksesi testausnäkykseen kaksi kertaa **Confirm/Exit**
11. Paina sivunuolinäppäintä, - pitäisi kuulua merkkiäni ja testausnäkyvän oikeassa yläkulmassa oleva pause-kuvio muuttuu play-kuvioksi. Playkuvio = on, Pausekuvio = off.

12. Odota kunnes laite on saavuttanut pyydetyt lämpötilan. Laitteen vetolaatikosta löytyy sauva, jossa on pieni levennys päässä. Laatikosta löytyy myös pieni nuppi/tulppa, jossa on läpireikä. Yhdistä nämä kaksi niin, että sauvan levennys osoittaa alaspäin ja nuppi on ujutettu kapeampi puoli alaspäin sauvaan. Laita yhdistelmä lämpenemään laitteen ylätasolla olevaan reikään painamalla niin, että nupista näkyy vain yläpinta ja sauvasta 3cm. Anna yhdistelmän ensimmäisellä testauksella lämmitä 15 min.

13. Kun laite kysyy: aloitetaanko testaus/kysymys on ollut jo kauan ruudulla, voit aloittaa testausprosessin. Ota vetolaatikosta metallinen suppilo, mittalusikka ja pinsetit esiin. Vedä sauva reiästä ulos (KUUMA, PRKL!) ja laske se metalliseen näytekulhoon. Laita suppilo reikään, josta otit sauvan ja lisää sinne noin kaksi teelusikallista jauhoa. Suorita näytteenlaitto mahdollisimman nopeasti, ettei jauho kerkeä jo tässä ajassa imemään kosteutta. Älä välitä, vaikka jauhoa saattaa karista hieman suoraan sylinterin läpi, lisää tarvittaessa suppiloon vähän jauhoa.

14. Älä täytä suppiloa yli sen kaulan alkamiskohdan alhaalta päin, muuten jauho leviää tasanteelle suppiloa poistaessa. Tasanteelle kuuluisi osua sauvayhdistelmän nupin levennyksen alapinta, ihanteellinen tilanne on, ettei nupin ja testisyylinterin väliin jää yhtään jauhoa. Jos jauhoa on suppilon kaulaan asti, tiivistä paketti vetolaatikosta löytyvällä sauvalla, jonka päässä on juovia. Kopauta

suppiloa ja nosta se pois omalle paikalleen. Laita sauvayhdistelmä paikalleen niin, että nupista näkyy vain yläpinta ja sauva osuu sylinterin alkukohtaan.

15. Liu'uta hyvin varovasti sauvan takana 90 asteen kulmassa oleva metallikappale vaakatasoon.
16. Nyt näytössä lukee edelleen:” Arrived at the constant TEMP Start test?”. Alarivissä kirjaimet Y ja N sekä sekuntimäärä. Tässä vaiheessa sylinterissä oleva jauho pitää esilämmittää 4 minuutin ajan. Kun painat **Confirm/Exit**, laite kysyy saman kysymyksen uudestaan automaattisesti 4 minuutin kuluttua. Seuraavan kerran kun kysymys tulee näyttöön, olet esilämmittänyt jauhoa sopivan ajan. Nyt voit vastata kysymykseen Y, eli painaa **menu** ja lisätä parametrien mukaiset painot sauvan päälle.
17. Sauva alkaa painua saman tien alaspäin, tarkista hetken päästä kumartumalla, että muovisula valuu esteettömästi sylinterin alareistä. Jos sula tarttuu suuttimen ympärille, ota sulan päästä kiinni pinseteillä ja vedä sitä maltillisesti alaspäin. Materiaalin valuessa hyvin odota, kunnes laite leikkaa automaattisesti ensimmäisen pätkän näytteestä. Siirrä ensimmäinen pätkä sivuun, lopulta roskeen.
18. Ensimmäisen leikkauksen jälkeen laite leikkaa automaattisesti 15 sekunnin välein näytteitä, kunnes sauva on painunut yhteensä 30,0 mm. Viimeinen näyte saattaa olla vain pieni pätkä, mutta sekin lasketaan näytteiden loppupainoon mukaan. Poista näytekappaleet katkaisujärjestyksessä ja punnitse ne tai kasaa kaikki näytteet vaa'alle sopivaksi rykelmäksi. Näytteet on helpompi punnita yksitellen, sillä vaa'an punnitusalue on kovin pieni. Anna viimeisen leikkauksen jälkeen valuneen materiaalin valua rauhassa, mutta älä sotke sitä omiin näytekappaleisiin.
19. Laske näytteiden painot yhteen – usein noin 1,800 grammaa, ja kirjoita paino alas testivihkoon. Syötä näytteiden yhteispaino painamalla sivunuolinäppäintä ja **menu**. Kun olet valmis paina **Confirm/Exit**

20. Tulokset saat näkyviin painamalla kaksi kertaa **menu**. Tuloksia voit selata ylös ja alas nuolinäppäimillä. Kirjaa alas testivihkoon näytöltä ainakin MFR, MVR ja Density tulokset.
21. Päästäksesti lopettamaan paina **Confirm/Exit** ja paina pitkään uudelleen **Confirm/Exit** ja pääset lopettamaan tai aloittamaan uuden testin.
22. Voit aloittaa siivoamisen. Varaa lähettyville laserliina, pinsetit, vetolaatikosta tekstiilillä vuorattu sauva ja poranterä kahvalla. Vedä sauva pois suojahanskat käsissä. Sujauta nuppi pois sauvasta ja pyyhi sauva laserliinalla. Pyyhi myös nupissa olevat sulat kohdat ja rapsuttele kovemmat kikkareet pinseteillä. Nuohoa sylinteri muutaman kerran tekstiilillä vuoratulla sauvalla ja avaa sylinterin alapää ruuvilla. Puhdista myös ruuvien pää. Kerää kaikki siivousvälineet takaisin vetolaatikkoon.
23. Nyt voit sammuttaa laitteen takana olevasta kytkimestä.
24. Uutta testiä aloittaessa pyyhi ainakin sauvayhdistelmä. Paina sivunuolinäppäintä, vasta kun lämpötila on laskenut alle pyydetyn (235C) arvon. Näin kone aloittaa uuden testiprosessin