



UNIVERZITET U NOVOM SADU
FAKULTET TEHNIČKIH NAUKA U
NOVOM SADU



mr Dejan Movrin

**OPTIMIZACIJA PARAMETARA POSTPROCESIRANJA U
TEHNOLOGIJI VEZIVNE 3D ŠTAMPE
DOKTORSKA DISERTACIJA**

Mentor:
Prof. dr Ognjan Lužanin

Novi Sad,
2017.



УНИВЕРЗИТЕТ У НОВОМ САДУ • ФАКУЛТЕТ ТЕХНИЧКИХ НАУКА
21000 НОВИ САД, Трг Доситеја Обрадовића 6

КЉУЧНА ДОКУМЕНТАЦИЈСКА ИНФОРМАЦИЈА

Редни број, РБР :	
Идентификациони број, ИБР :	
Тип документације, ТД :	Монографска публикација
Тип записа, ТЗ :	Текстуални штампани материјал
Врста рада, ВР :	Докторска дисертација
Аутор, АУ :	Мр Дејан Моврин, дипл. инж.
Ментор, МН :	Др Огњан Лужанин, ванредни професор
Наслов рада, НР :	Оптимизација параметара постпроцесирања у технологији везивне 3Д штампе
Језик публикације, ЈП :	Српски
Језик извода, ЈИ :	Српски/Енглески
Земља публиковања, ЗП :	Република Србија
Уже географско подручје, УГП :	АП Војводина
Година, ГО :	2017.
Издавач, ИЗ :	Ауторски репринт
Место и адреса, МА :	Нови Сад, Трг Доситеја Обрадовића 6
Физички опис рада, ФО : (поглавља/страна/ цитата/табела/слика/графика/прилога)	14/108/103/25/79/0/0
Научна област, НО :	Машинско инжењерство
Научна дисциплина, НД :	Технологије за адитивну производњу
Предметна одредница/Кључне речи, ПО : УДК	Везивна 3Д штампа, инфилтрација, затезна чврстоћа, регресиони модел, Definitive Screening Design, потпритисак
Чува се, ЧУ :	Библиотека Факултета техничких наука, Нови Сад
Важна напомена, ВН :	
Извод, ИЗ :	Истраживања представљена у дисертацији имала су за циљ формирање регресионог модела процеса вакуумске инфилтрације у поступку везивне 3Д штампе, ради успостављања аналитичке зависности између кључних технолошких параметара инфилтрације и механичке чврстоће инфилтрираних епрувета. Дизајн експеримента и оптимизацију параметара су извршени коришћењем новог поступка дизајна експеримента, <i>Definitive Screening Design</i> . У поређењу са литературно доступним резултатима затезне чврстоће, добијеним применом комерцијалних прахова, везивних средстава и епоксидних инфилтраната, оптимизованим параметрима вакуум инфилтрације затезна чврстоћа епрувета је побољшана за 23%.
Датум прихватања теме, ДП :	23.12.2015.
Датум одбране, ДО :	
Чланови комисије, КО : Председник:	Др Драгиша Вилотић, редовни професор
Члан:	Др Весна Мандић, редовни професор
Члан:	Др Бранко Шкорић, редовни професор
Члан:	Др Драган Рајновић, доцент
Члан, ментор:	Др Огњан Лужанин, ванредни професор



UNIVERSITY OF NOVI SAD • FACULTY OF TECHNICAL SCIENCES
21000 NOVI SAD, Trg Dositeja Obradovića 6

KEY WORDS DOCUMENTATION

Accession number, ANO :	
Identification number, INO :	
Document type, DT :	Monographic publication
Type of record, TR :	Textual material, printed
Contents code, CC :	Doctoral Thesis
Author, AU :	Dejan Movrin, magister of sciences
Mentor, MN :	Dr Ognjan Lužanin, associate professor
Title, TI :	Optimization of post-processing parameters binder 3D printing technology
Language of text, LT :	Serbian
Language of abstract, LA :	Serbian/English
Country of publication, CP :	Republic of Serbia
Locality of publication, LP :	AP Vojvodina
Publication year, PY :	2017.
Publisher, PB :	Authors reprint
Publication place, PP :	Novi Sad, Serbia
Physical description, PD : (chapters/pages/ref./tables/pictures/graphs/appendixes)	14/108/103/25/79/0/0
Scientific field, SF :	Mechanical Engineering
Scientific discipline, SD :	Additive technology
Subject/Key words, S/KW :	Three - dimensional printing, infiltration, regression model, Definitive Screening Design, vacuum
UC	
Holding data, HD :	Library of the Faculty of Technical Sciences
Note, N :	
Abstract, AB :	The research presented in this thesis was aimed at forming a regression model of the vacuum-assisted infiltration process in binder printing technology (3DP). The goal was to establish analytical relationship between key infiltration technological parameters and tensile strength of infiltrated parts. The design of experiment and optimization of the infiltration process was performed using a novel Definitive Screening Design method. Compared to the literature results which pertain to tensile strength obtained using commercial powders, binders, and epoxy infiltrates, the optimized model of vacuum-assisted infiltration yielded an increase of 23% in tensile strength.
Accepted by the Scientific Board on, ASB :	23.12.2015.
Defended on, DE :	
Defended Board, DB :	
President:	Dr Draganiša Vilotić, full professor
Member:	Dr Vesna Mandić, full professor
Member:	Dr Branko Škorić, full professor
Member:	Dr Dragan Rajnović, assistant professor
Member, Mentor:	Dr Ognjan Lužanin, associate professor
	Mentor's sign

Mojoj porodici

SADRŽAJ

I	POPIS SLIKA.....	I
II	POPIS TABELA	V
III	REZIME.....	VI
1.	UVOD	1
2.	ADITIVNE TEHNOLOGIJE	3
2.1.	PODELA ADITIVNIH TEHNOLOGIJA.....	3
2.2.	PRINCIP, OBLAST PRIMENE I RAZVOJ AM	4
3.	PREGLED DOSADAŠNJIH ISTRAŽIVANJA U PODRUČJU VEZIVNE 3D ŠTAMPE	10
4.	POTREBE ZA ISTRAŽIVANJEM, PREDMET I CILJ ISTRAŽIVANJA	20
4.1.	POTREBE ZA ISTRAŽIVANJEM	20
4.2.	PREDMET I CILJ ISTRAŽIVANJA	21
5.	VEZIVNA 3D ŠTAMPA	22
5.1.	OSNOVE PROCESA.....	22
5.2.	PREDNOSTI I NEDOSTACI POSTUPKA	26
5.3.	MATERIJALI	26
5.4.	PRIMENA VEZIVNE 3D ŠTAMPE.....	27
6.	POSTPROCESIRANJE U TEHNOLOGIJI VEZIVNE 3D ŠTAMPE (INFILTRACIJA).....	29
6.1.	PROCES INFILTRACIJE I NAČINI INFILTRACIJE	29
6.2.	VRSTE INFILTRANATA	31
6.2.1.	<i>Cijanoakrilati</i>	32
6.2.2.	<i>Epoksidne smole</i>	33
7.	ANALIZA DSD FAKTORNOG PLANA EKSPERIMENTA (DEFINITIVE SCREENING DESIGN)....	35
7.1.	NASTANAK KONCEPTA FAKTORNOG PLANA EKSPERIMENTA	35
7.2.	OPŠTI MODEL I KARAKTERISTIKE FAKTORNOG PLANA EKSPERIMENTA.....	35
7.3.	DSD FAKTORNI PLAN EKSPERIMENTA	36
7.4.	STRUKTURA DSD DIZAJNA EKSPERIMENTA	37
7.5.	KONFERENCIJSKA MATRICA	38
8.	IZBOR KLJUČNIH PARAMETARA POSTPROCESIRANJA	40
8.1.	VREME SUŠENJA EPRUVETA NAKON IZRADE	41
8.2.	VRSTA KORIŠĆENOG INFILTRANTA.....	41

8.3.	TEMPERATURNE NA KOJIMA SE ODVIJAJU RAZLIČITE FAZE PROCESA	42
8.4.	VREME PRIPREME INFILTRANTA I VREME TRAJANJA INFILTRACIJE	43
8.5.	NAČIN NANOŠENJA INFILTRANTA.....	43
8.6.	POTPRITISAK NA KOJEM SE ODVIJAJU PRIPREMA INFILTRANTA I INFILTRACIJA	44
9.	DEFINISANJE PLANA EKSPERIMENTA.....	45
9.1.	PRIPREMNI EKSPERIMENTI	45
9.1.1.	<i>Vreme sušenja epruveta.....</i>	45
9.1.2.	<i>Temperatura predgrevanja epoksidnog infiltranta</i>	46
9.1.3.	<i>Vreme infiltracije</i>	46
9.1.4.	<i>Definisanje procentualnog udela komponenti u epoksidnom infiltrantu</i>	47
9.2.	KONVENCIONALNA INFILTRACIJA	50
9.3.	DSD FAKTORNI PLAN EKSPERIMENTA (DEFINITIVE SCREENING DESIGN)	50
9.4.	VERIFIKACIJA OPTIMUMA DOBIJENOG NA OSNOVU PRIMENE OPTIMIZOVANOG MODELA VAKUUMSKE INFILTRACIJE.....	51
10.	EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA.....	53
10.1.	IZRADA EPRUVETA.....	53
10.2.	DEFINISANJE VREMENSKOG INTERVALA ZA SUŠENJE EPRUVETA	55
10.3.	VREME INFILTRACIJE	57
10.4.	DEFINISANJE OPTIMALNOG PROCENTUALNOG UDELA KOMONENTI EPOKSIDNOG INFILTRANTA.....	59
10.5.	VERIFIKACIJA MODELA (KONVENCIONALNA INFILTRACIJA).....	63
10.6.	DIFERENCIJALNA SKENIRAJUĆA KALORIMETRIJA (DSC).....	64
10.7.	INFILTRACIJA U VAKUUMU	65
10.8.	VERIFIKACIJA OPTIMUMA	73
10.9.	ŽIVINA POROZIMETRIJA	75
11.	DISKUSIJA REZULTATA.....	77
11.1.	DEFINISANJE ODNOSA KOMONENTI EPOKSIDNOG INFILTRANTA	77
11.1.1.	<i>Analiza varijanse (ANOVA).....</i>	78
11.1.2.	<i>Dijagram odziva</i>	80
11.1.3.	<i>Ispitivanje mikrostrukture</i>	82
11.2.	INFILTRACIJA U VAKUUMU (DSD)	85
11.2.1.	<i>Izbor regresionog modela.....</i>	85
11.2.2.	<i>Analiza varijanse (ANOVA).....</i>	87
11.2.3.	<i>Uticajnost parametra</i>	88
11.3.	EKSPERIMENTALNA VERIFIKACIJA OPTIMUMA.....	90
11.3.1.	<i>Ispitivanje mikrostrukture</i>	91
11.3.2.	<i>Živina porozimetrija.....</i>	93
12.	ZAKLJUČCI	96
13.	NAUČNI DOPRINOS ISTRAŽIVANJA I MOGUĆNOST PRIMENE U PRAKSI	99
14.	LITERTURA	101

I POPIS SLIKA

2.1 Osnovni princip tehnologija za AM	5
2.2 Smanjenje vremena i troškova proizvodnje delova korišćenjem tehnologija za AM ...	6
2.3 Nivoi korišćenja AM.....	7
2.4 AM u kombinaciji sa konvencionalnom obradom.....	7
2.5 Uticajni faktori na mehaničke karakteristike modela dobijenih tehnologijama za AM.....	8
2.6 Isplativost aditivne u odnosu na konvencionalnu proizvodnju.....	8
2.7 Primena delova dobijenih tehnologijama za AM	9
2.8 Razvoj tehnologija za AM	9
3.1 Orijentacija epruveta u radnom prostoru štampača	10
3.2 Lokacija ispitivanih epruveta u radnom prostoru štampača.....	11
3.3 Oblici rešetkastih epruveta	11
3.4 Prikaz različitog stepena zasićenja jezgra i bordure dela.....	12
3.5 3D model i izrađena rešetkasta struktura.....	12
3.6 Rešetkaste (scaffold) strukture sa različitim veličinama pora a) cilindričnog i b) prizmatičnog oblika.....	17
3.7 Određivanje parametara skaliranja delova (bleed compensation)	17
3.8 Povećanje tačnosti izrađenih delova korišćenjem korekcija CAD modela.....	18
5.1 Osnovni delovi uređaja za vezivnu 3D štampu	22
5.2 Proces vezivne 3D štampe.....	23
5.3 Priprema modela a) generisanje oslonaca, b) štampanje više modela istovremeno ...	24
5.4 Vezivna 3D štampa u boji a) prikaz jednog sloja i b) izrađen deo	25
5.5 Princip rada ink-jet glave a) kontinualni metod i b) DOD	25
5.6 Primeri primene vezivne 3D štampe u oblasti a) arhitekture, b) dizajna proizvoda široke potrošnje i c) medicine	27
5.7 Primena vezivne 3D štampe u industriji; a) industrijski uređaj i b) primer izrađenog metalnog dela	28

6.1 Šema infiltracije.....	30
6.2 Mikroskopska slika a) neinfiltiranog i b) infiltiranog dela	30
6.3 Hemijska struktura a) etil2 cijanoakrilata i b) cijanoakrilat monomer	33
6.4 Hemijska struktura Diglicidil etar bisfenola A (DEGBA)	34
7.1 Uopšteni model procesa/sistema	36
9.1 Šema faktornog eksperimenta sa proporcijama, a) za dve i b) za tri komponente.....	47
9.2 Prostor ograničenog faktornog eksperimenta sa proporcijama	48
10.1 Epruveta za ispitivanje zatezne čvrstoće po ASTM D 638 - 02a.....	53
10.2 Uređaj za vezivnu 3D štampu Z310 plus i tehničke karakteristike.....	54
10.3 Izrada epruveta tehnologijom vezivne 3D štampe a) prikaz jednog sloja, b) neočišćene epruvete u radnom prostoru štampača	55
10.4 Analitička vaga Technica Železniki	55
10.5 Dijagram smanjenja mase epruveta tokom vremena.....	56
10.6 Test kocke nakon procesa vezivne 3D štampe.....	57
10.7 Presečene test kocke, nakon infiltracije	57
10.8 Određivanje dubine infiltracije a) merenje kljunastim pomičnim merilom i b) merna mesta na uzorku	58
10.9 Epruvete korišćene u eksperimentu za definisanje optimalnog procentualnog udela komponenti epoksidnog infiltranta.....	59
10.10 Šematski prikaz opreme za praćenje temperaturnih parametara.....	60
10.11 Oprema za praćenje temperaturnih parametara u realnom okruženju.....	60
10.12 Digitalna vaga za merenje mase komponenti epoksidnog infiltranta, Redwag 2100/C/2	61
10.13 Infiltracija epruveta uranjanjem u epoksidni infiltrant.....	61
10.14 Uređaj za ispitivanje epruveta zatezanjem a) Shimadzu EZ-LX HS i b) epruveta postavljena u čeljusti.....	62
10.15 Epruvete nakon zatezne čvrstoće	63
10.16 Epruvete nakon infiltracije korišenjem infiltranta sa procentualnim udelom komponenti koji je preporučен od strane proizvođača	63
10.17 Digitalni skenirajuću kalorimetar a) Q20 (TA Instruments, USA) i b) unutrašnjost uređaja sa postavljenim kivetama	64
10.18 DSC kriva zagrevanja za epoksidni infiltrant S5000	65
10.19 Ključne faze eksperimenta	65

10.20 Predgrevanje epruveta: (1) peć-sušara, (2) epruvete, (3) kutije za transport epruveta i (4) kamena vuna	66
10.21 Kutije za transport epruveta	67
10.22 Oprema korišćena u eksperimentu sa vakuum infiltracijom: (1) Ultrazvučno kupatilo Bandelin Sonorex Digital, Nemačka, (2) digitalna vaga Radwag 2100/C/2, Poljska, (3) vakuum komora CitoVac, Struers, Danska	67
10.23 Podešavanje vakuum komore	68
10.24 Epruveta u procesu izlaganja potpritisku, sa vidljivim gasnim mehurovima	69
10.25 Epruvete nakon testa zatezne čvrstoće	71
10.26 Principijelna šema dijagrama zatezne čvrstoće	72
10.27 Dijagrami napon-deformacija za 14 testiranih epruveta	72
10.28 Epruvete nakon testa zatezne čvrstoće	73
10.29 Dijagrami napon-deformacija za 3 testirane epruvete	74
10.30 Živin porozimetar Micrometrics AutoPore IV	76
11.1 Dijagram standardizovanih reziduala	79
11.2 Dijagram odstupanja standardizovanih reziduala u odnosu na nultu liniju	79
11.3 Dijagram zavisnosti standardizovanih reziduala od redosleda opservacija	80
11.4 Dijagram uticaja komponenti	81
11.5 Dijagram optimizacije smeše	81
11.6 Uzorci za SEM a) neinfilirani (green) i b) infilirani uzorak	83
11.7 Morfologija preloma neinfilirane epruvete pri različitim uvećanjima	83
11.8 Morfologija loma epruvete koja je infilirana korišćenjem preporučenog odnosa komponenti (centralna tačka) pri različitim uvećanjima	84
11.9 Morfologija loma epruvete koja je infilirana korišćenjem odnosa komponenti koji odgovara aksijalnim tačkama u dizajnu eksperimenta a) aksijalna tačka 11 i b) aksijalna tačka	85
11.10 Morfologija loma epruvete koja je infilirana korišćenjem odnosa komponenti koji odgovara čvornim tačkama u dizajnu eksperimenta a) čvorna tačka 6 i b) čvorna tačka 7	85
11.11 Dijagrami promene vrednosti kriterijuma za selekciju regresionog modela, sa porastom broja članova: a) promena BIC, b) promena RMSE	86
11.12 Dijagram normalne raspodele	88
11.13 Dijagram optimizacije	88

11.14 Dijagram odzivne površine parametara a) MIX_P i INF_P i b) INF_T i MIX_P.....	89
11.15 Standardizovani reziduali za parametar a) MIX_P i b) INF_P.....	90
11.16 Dijagrami normalne raspodele eksperimentalnih vrednosti zateznih čvrstoća dobijenih konvencionalnom (crna puna linija) i optimizovanom vakuumskom infiltracijom (crvena isprekidana linija).....	91
11.17 Morfologija loma pri a) konvencionalnoj infiltraciji i uvećanju, b) optimizovanoj vakuumskoj infiltraciji c) detalj vlaknaste strukture prisutne u oba slučaja postprocesiranja	92
11.18 Raspodela vrednosti poluprečnika pora	93
11.19 SEM snimci epruveta na mestu preloma a) zeleni deo, b) konvencionalna infiltracija, c) optimizovana vakuumska infiltracija.....	95

II POPIS TABELA

2.1 Sistematizacija AT postupaka na osnovu ISO/ASTM standarda.....	4
5.1 Komercijalni materijali za vezivnu 3D štampu	27
6.1 Komercijalni infiltranti 3D Systems	32
7.1 Opšta struktura DSD.....	38
9.1 Vreme infiltracije test kocki	47
9.2 Granice komponenti korišćene u eksperimentu.....	49
9.3 Tabela eksperimenta za dizajn eksperimenta sa proporcijama (Mixture DoE)	49
9.4 Prikaz DSD plana eksperimenta koji će biti korišćen za formiranje optimizovanog modela vakuumske infiltracije.....	51
10.1 Sastav praha ZP 131	54
10.2 Podaci o smanjivanju mase epruveta tokom vremena.....	56
10.3 Prikaz dubine prodiranja infiltranta u zavisnosti od vremena infiltracije.....	58
10.4 Vrednosti izmerenih dubina infiltracije na obeleženim presecima	58
10.5 Rezultati testa zatezne čvrstoće.....	62
10.6 Rezultati testa zatezne čvrstoće.....	64
10.7 Prikaz tabele eksperimenta sa izmerenim vrednostima zatezne čvrstoće	70
10.8 Vrednosti modula elastičnosti, procentualnog izduženja i energije loma epruvete ..	73
10.9 Vrednosti optimalnih parametara postprocesiranja.....	74
10.10 Rezultati testa zatezanja epruveta.....	74
10.11. Rezultati merenja poroznosti uzoraka živinim porozimetrom	76
11.1 Parametri regresije korišćeni za izbor regresionog modela.....	77
11.2 Analiza varijanse (ANOVA) za pseudokomponente	78
11.3 Procenjeni koeficijenti regresije (za pseudokomponente)	78
11.4 Koeficijenti regresije sortirani na osnovu uticajnosti.....	87
11.5 ANOVA tabela.....	87
11.6 Sumarni prikaz modela.....	87

III REZIME

Tehnologije za aditivnu proizvodnju predstavljaju brz postupak izrade prototipa, modela ili proizvoda metodom sloj po sloj. Inicijalno su tehnologije za aditivnu proizvodnju korišćene samo za izradu prototipova, dok su sa razvojem tehnologije i materijala dostigle stepen razvoja koji omogućava izradu završnih, funkcionalnih proizvoda ili alata. Kako bi proizvodi izrađeni na ovaj način posedovali potpunu funkcionalnost potrebno da je da ispune zahteve sa stanovišta mehaničkih karakteristika koje se mogu postići korišćenjem odgovarajućeg osnovnog materijala, optimizacijom tehnoloških parametara procesa ili optimizacijom postprocesiranja.

Jedna od rasprostranjenijih tehnologija za aditivnu proizvodnju jeste vezivna 3D štampa koja predstavlja brz i jednostavan postupak koji se može koristiti kako za brzu izradu prototipova, tako i za izradu funkcionalnih delova koji nisu opterećeni velikim silama tokom eksploatacije.

Cilj ovog istraživanja bio je formiranje regresionog modela procesa infiltracije koji se koristi u postupku vezivne 3D štampe, pri čemu je model trebao da omogući uspostavljanje analitičke zavisnosti između ključnih tehnoloških parametara infiltracije i mehaničke čvrstoće radnih predmeta.

Sa stanovišta utvrđivanja tehnološki prihvatljivih graničnih vrednosti za odabrane tehnološke parametre infiltracije, u radu je tehnološki obrazložen izbor usvojenih opsega za sve ulazne parametre, pri čemu su opsezi ulaznih vrednosti bili odabrani dovoljno široko da omoguće efikasno modeliranje procesa, bez vidljivog uticaja šuma.

Centralno eksperimentalno istraživanje u radu bilo je zasnovano na statističkom inženjerskom eksperimentu. S tim u vezi, važno je zapaziti da je korišćen novi postupak, *Definitive Screening Design (DSD)*. Regresioni model procesa infiltracije omogućio značajno poboljšanje zatezne čvrstoće epruveta. Prema rezultatima dobijenim kroz istraživanja, prosečna vrednost zatezne čvrstoća koja se dobija konvencionalnom infiltracijom epruveta, iznosi 20.975 MPa. Primenom identičnog osnovnog materijala i epoksidnog infiltranta, metoda predložena i optimizovana u ovom radu, omogućava prosečnu zateznu čvrstoću od 30.58 MPa, što čini povećanje za oko 45%.

Sa aspekta praktične primenljivosti, važno je istaći da optimizovani postupak infiltracije, koristi standardnu opremu koja se nalazi u većini laboratorija i radionica, a osnovni materijal za izradu modela i materijali za infiltraciju predstavljaju komercijalno dostupne, standardne materijale.

Ključne reči: vezivna 3D štampa, infiltracija, regresioni model, Definitive Screening Design, potpritisak.

1. UVOD

Aditivne tehnologije (*Additive Technologies*) predstavljaju postupke spajanja materijala sa ciljem formiranja radnog predmeta na osnovu digitalnog 3D modela, najčešće sloj po sloj. S početka korišćene samo za brzu izradu prototipova (*Rapid Prototyping*), sa razvojem tehnologije i materijala, tehnologije za aditivnu proizvodnju su evoluirale do stepena koji omogućava izradu završnih, funkcionalnih proizvoda (*Additive Manufacturing*) [1] ili finalnih alata [2, 3] (*Rapid Tooling*).

Inicijalno su tehnologije za AM razvijene kako bi se ubrzao razvoj proizvoda, a troškovi razvoja sveli na minimum. Zahtevi koji se postavljaju pred savremene postupke razvoja proizvoda mogu se kratko sažeti na sledeći način: kvalitetan proizvod potrebno je u što kraćem vremenu, uz minimalne troškove dovesti do nivoa serijske proizvodnje. Vek trajanja jednog proizvoda drastično je skraćen što iziskuje skraćenje vremena potrebnog za njegov razvoj. U takvim uslovima pojava tehnologija za AM predstavlja sasvim novu i veoma efikasnu mogućnost da se vreme razvoja proizvoda drastično skрати [4]. Takođe, sagledavanje grešaka na proizvodu, pre izrade seta alata i pribora, a samim tim i izbegavanje bespotrebnih troškova jedna je od mogućnosti koju ove tehnologije pružaju.

Zbog specifičnih zahteva tržišta, odnosno sve veće potrebe za izradom pojedinačnih, prilagođenih proizvoda, danas se ove tehnologije sve više primenjuju kako u izradi alata za proizvodnju (alati za brizganje plastike, alati za deformisanje, kalupi za livenje, itd.) tako i za izradu završnih proizvoda, najčešće u pojedinačnoj i maloserijskoj proizvodnji. Glavne prednosti AM u odnosu na konvencionalne načine proizvodnje čine univerzalnost, tj. za izradu modela različitih geometrijskih oblika nije neophodna posebna priprema uređaja i opreme, mogućnost je izradite gotovih sklopova, minimalan gubitak materijala, mogućnost kombinovanja više materijala i dr. Takođe, u zavisnosti od uređaja i vrste procesa, moguće je izrađivati više različitih delova istovremeno. Glavni nedostaci tehnologija za AM su dugotrajno vreme izrade, ograničen izbor materijala i cena izrađenih delova.

S tim u vezi, najčešće je neophodno zadovoljiti zahteve za određenim mehaničkim karakteristikama delova koji su proizvedeni primenom aditivnim tehnologijama. U zavisnosti od

vrste korišćene tehnologije, povišene mehaničke osobine se mogu dobiti korišćenjem odgovarajućeg osnovnog materijala, optimizacijom tehnoloških parametara procesa ili optimizacijom postprocesiranja (infiltracija, termičko procesiranje, itd).

S obzirom na svoju fleksibilnost i kvalitet izrađenih delova, tehnologije za AM su našle široku primenu u svim granama industrije, obrazovanju, medicini, arhitekturi itd. Mogu se koristiti od izrade najkompleksnijih i veoma odgovornih delova npr. u avioindustriji pa do izrade pokaznih modela koji se koriste u obrazovanju.

2. ADITIVNE TEHNOLOGIJE

2.1. Podela aditivnih tehnologija

Tehnologije za aditivnu proizvodnju su komercijalno prvi put primenjene 1987. godine od strane proizvođača *3D Systems*. Kompanija je proizvela i komercijalizovala prvi stereolitografski uređaj u kome tečni polimer nanesen u tankom sloju očvršćava pomoću UV lasera. Nakon toga počeo je i razvoj ostalih postupaka; vezivna 3D štampa 1989. (*MIT*), deponovanje istopljenog filameta 1991. (*Stratasys*), laminacija folija 1991. (*Helisys*), selektivno lasersko sinterovanje 1992. (*DTM*), a nakon toga dolazi do razvoja i ostalih tehnologija i materijala.

Osim pomenutih tehnologija do danas je razvijen veliki broj postupaka koji se po određenim karakteristikama mogu svrstati u zajedničke grupe. Radi uvođenja sistematizacije, standardi ISO i ASTM su klasifikovali ove mnogobrojne procese u sedam osnovnih grupa [5]:

- i.* Fotopolimerizacija u kadi (*Vat photopolymerization*),
- ii.* Fuzija praškastog supstrata (*Bed powder fusion*),
- iii.* Laminacija folija (*Sheet lamination*),
- iv.* Vezivna 3D štampa (*Binder jetting*),
- v.* Ekstrudiranje materijala (*Material extrusion*),
- vi.* Direktna 3D štampa (*Material jetting*) i
- vii.* Nanošenje materijala primenom usmerene energije (*Direct energy deposition*).

Detaljniji prikaz svake grupe postupaka sa načinom generisanja konture (sloja) i komercijalnim nazivima tehnologija prikazan je u tabeli 2.1.

Fundamentalna razlika, na osnovu koje je i izvršena podela između navedenih AM sistema jeste u načinu generisanja konture, odnosno sloja. Ova razlika je direktna posledica vrste osnovnog materijala koji se koristi u procesu. Pre uvođenja standardizacije u AM podela sistema je vršena na osnovu vrste osnovnog materijala, pa su shodno tome sistemi prema [4] deljeni na sisteme kod kojih je osnovni materijal:

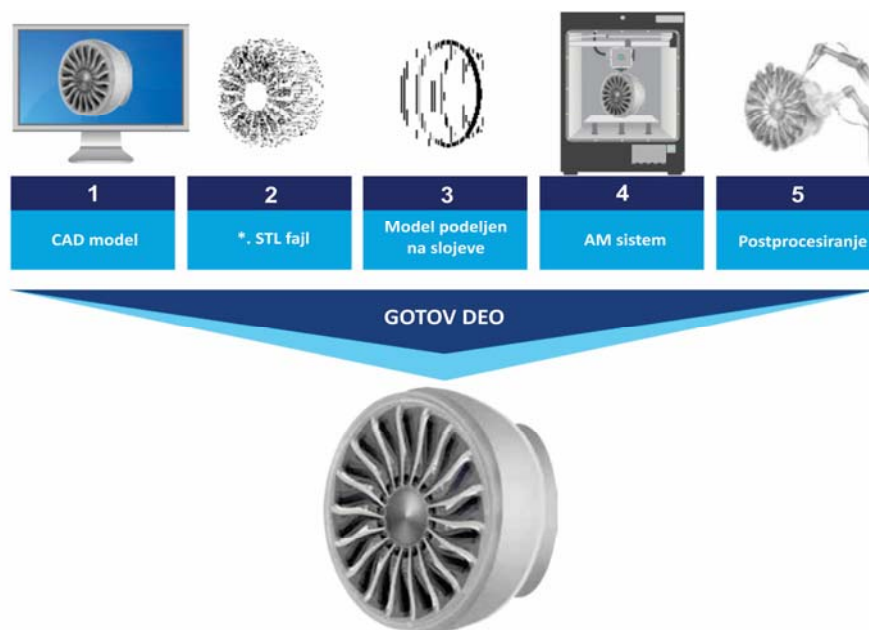
- i. fluid u tečnom stanju (tečni fotopolimer),
- ii. u praškastom stanju,
- iii. čvrstom stanju (folije).

Tabela 2.1 Sistematizacija AT postupaka na osnovu ISO/ASTM standarda [5]

Grupa	Način generisanja konture	Komercijalni naziv tehnologije	Skr.
Fotopolimerizacija u kadi	Laser, projektor, printerska glava	Stereolitografija	(SLA)
Fuzija praškastog supstrata	Laser, mlaz elektrona	Selektivno lasersko sinterovanje Selektivno lasersko topljenje Topljenje mlazom elektrona Direktno lasersko sinterovanje metala	(SLS) (SLM) (EBM) (DMLS)
Laminacija folija	Laser, nož	Proizvodnja laminiranih obj. Laminacija plastičnih folija	(LOM) (PSL)
Vezivna 3D štampa	Printerska glava	Vezivna 3D štampa	(3DP)
Ekstrudiranje materijala	Glava ekstrudera	Deponovanje istopljenog filamenta	(FDM)
Direktna 3D štampa	Printerska glava i UV lampa	PolyJet, PolyJet Matrix	(PJ)
Nanošenje materijala primenom usmerene energije	Mlaz elektrona	3D lasersko oblaganje Direktno taloženje metala	(DED)

2.2. Princip, oblast primene i razvoj AM

Bez obzira kojoj grupi pripadaju, sve tehnologije za AM se mogu principijelno objasniti na isti način. Inicijalno se 3D računarski model (CAD model) izvozi u datoteku koja je čitljiva uređaju za AM, najčešće STL datoteka, ali u zavisnosti od potrebe uređaja i proizvođača postoji još čitav niz datoteka koje se mogu koristiti kao npr. *.WRL, *.WRML, *.3DS, *.OBJ itd. Nakon uvoza datoteke u upravljački softver vrši se njegova podela na slojeve po zadatim parametrima (generisanje putanja očvršćavanja) i podešavanje uređaja. Model se zatim izrađuje na uređaju, a nakon završenog procesa vrši se postprocesiranje odnosno finalna obrada dela (infiltracija, uklanjanje potpora, bušenje, farbanje itd., (slika 2.1)). Kod nekih sistema za AM poslednja faza postprocesiranja nije potrebna.

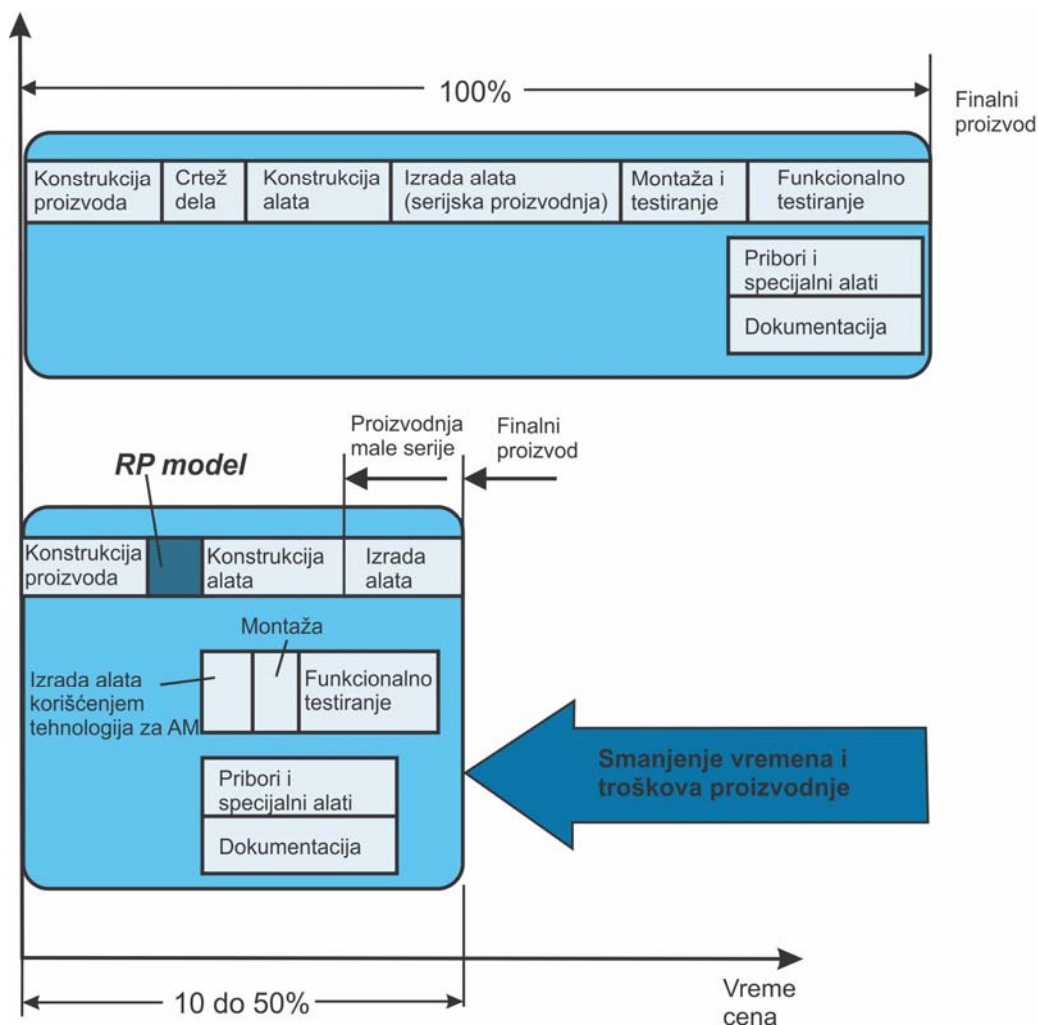


Slika 2.1 Osnovni princip tehnologija za AM [6]

Bez obzira što su s početka tehnologije za AM korišćene samo za izradu prototipova, značajno su skraćivale vreme plasmana proizvoda na tržište, a samim tim smanjivale troškove razvoja proizvoda (slika 2.2). Kod konvencionalnog načina razvoja proizvoda nakon izrade konstrukcionog rešenja proizvoda i njegovog 3D računarskog modela vrši se konstrukcija alata, zatim izrada prve serije proizvoda, montaža i tek nakon toga funkcionalno testiranje. Ukoliko se uoče određene greške u konstrukciji vrše se korekcije, što direktno utiče na cenu, jer iziskuje i izradu novih, odnosno, u najboljem slučaju doradu postojećih alata. Tek nakon dobijanja prve serije koja ispunjava zahteve u pogledu kvaliteta započinje se serijska proizvodnja i plasman proizvoda na tržište. Pri primeni AM u procesu razvoja proizvoda, odmah nakon izrade računarskog 3D modela vrši se izrada prototipa ili serije prototipova na nekom od sistema za AM. U slučaju da postoje greške u konstrukciji, korekcije, odnosno promene u konstrukciji proizvoda se vrše pre izrade alata za serijsku odnosno masovnu proizvodnju. Nakon dobijanja prototipa koji ispunjava sve zahteve postavljene dokumentacijom vrši se izrada alata za proizvodnju. Takođe, vreme dobijanja prvog prototipa ili serije prototipova korišćenjem tehnologije za AM značajno je kraće od dobijanja prve serije proizvoda konvencionalnim načinom, jer nije potrebno vršiti nikakvu posebnu pripremu uređaja dok je za proizvodnju alata potrebno određeno vreme koje može biti značajno. Ovakvim pristupom razvoja proizvoda može se postići ušteda u vremenu i ukupnim troškovima razvoja proizvoda od 10 do 50% [7].

Sa razvojem novih tehnologija za AM, izrada gotovih, funkcionalnih delova i sklopova spremnih za ugradnju u složene sisteme postala je imperativ. Kako bi se obezbedile mehaničke karakteristike delova izrađenih tehnologijama za AM koje su identične ili vrlo bliske delovima izrađenim konvencionalnim metodama, poslednjih godina istraživanja u okviru univerziteta i proizvođača uređaja za AM bazirana su na razvoju novih i poboljšanju postojećih materijala. Najčešće korišćeni materijali u AM sistemima su materijali na bazi polimera (plastični materijali), ali se poslednjih godina sve veći akcenat stavlja na metalne materijale, keramike i kompozite. Kao

polimerni materijali najčešće se koriste fotoosetljive polimerne smole, zatim ABS, PLA, PMMA, PP, PVC, kao i polimeri ojačani staklom, keramikom itd. Od metalnih materijala koriste se kako čisti metalni prahovi tako i legure, a najčešće nerđajući čelici, legure aluminijuma, hroma, kobalta, nikla, itd. Osim pomenutih materijala mogu se upotrebljavati i razne vrste keramičkih prahova na bazi cinka ili aluminijuma, zatim prahovi na bazi gipsa, celuloze, razne vrste peščanih prahova, biokompatibilni prahovi itd.

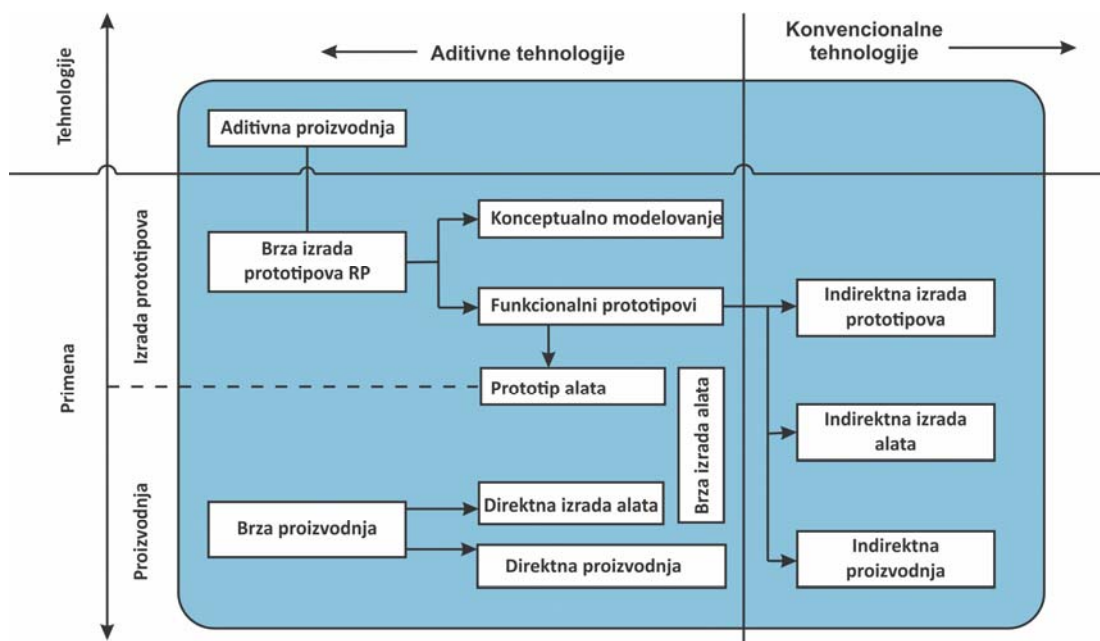


Slika 2.2 Smanjenje vremena i troškova proizvodnje delova korišćenjem tehnologija za AM [7]

S obzirom na spomenuti, vrlo brzi razvoj materijala, tehnologije za AM se sve više koriste pri izradi pojedinačnih delova ili malih serija proizvoda. Na slici 2.3 šematski je prikazan način proizvodnje gotovih delova korišćenjem AM u sprezi sa konvencionalnom proizvodnjom ili samostalno kroz dva nivoa korišćenja:

- I Izradu prototipova koji se koriste u kombinaciji sa konvencionalnom proizvodnjom, gde se proizvode funkcionalni prototipovi na osnovu kojih se konvencionalnim tehnologijama proizvode alati;
- II Izradu gotovih proizvoda gde se tehnologije za AM koriste samostalno za njihovu izradu. U ovom slučaju moguća su dva stepena primene. U prvom se primenom tehnologija za AM proizvode alati koji se koriste za izradu finalnog proizvoda u velikim serijama ili u

drugom slučaju gde se tehnologije za AM koriste za proizvodnju finalnih proizvoda. Drugi slučaj se koristi samo pri pojedinačnoj proizvodnji ili izradi malih serija, što će u nastavku biti detaljnije objašnjeno.



Slika 2.3 Nivoi korišćenja AM [8]

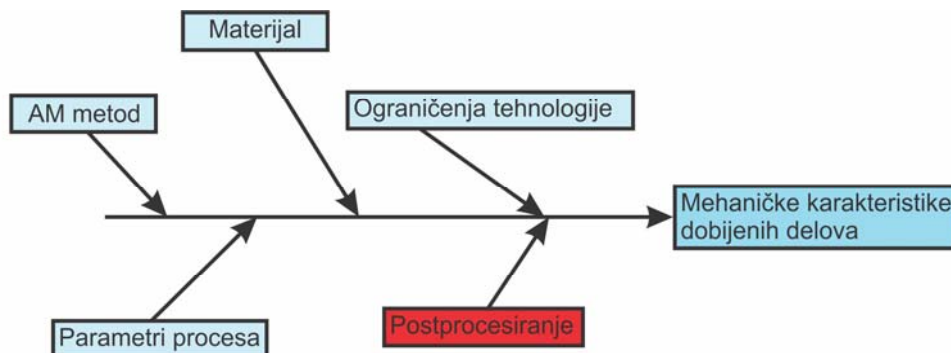
S obzirom na stepen kompleksnosti koje su mašine za konvencionalnu obradu dostigle, logičan sledeći korak jeste kombinacija tehnologija za AM i konvencionalnih tehnologija u jednoj mašini. Kao jedan od primera na slici 2.4 prikazana je mašina proizvođača *DMG MORI*, koja predstavlja kombinaciju tehnologije nanošenja materijala primenom usmerene energije (laserom) i konvencionalne mašinske obrade glodanjem. Prednost ovog načina proizvodnje ogleda se u tome što se deo nakon završenog AM procesa ne premešta na drugu mašinu nego se obrada nastavlja na istoj, što za prednost ima uštedu vremena i povećanje tačnosti.



Slika 2.4 AM u kombinaciji sa konvencionalnom obradom [9]

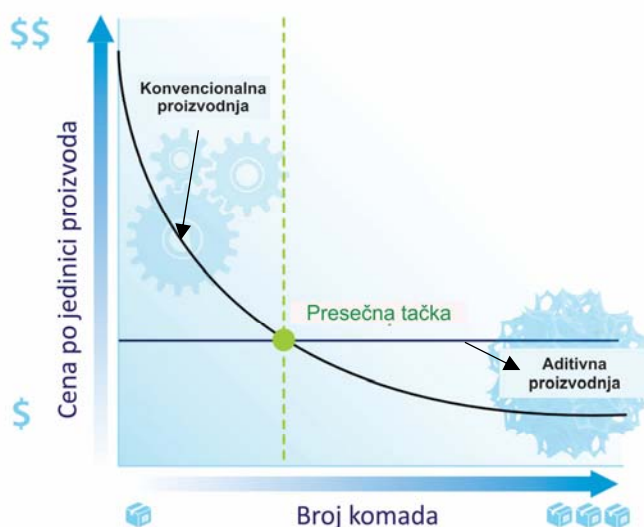
Delovi dobijeni tehnologijama za AM mogu imati različite mehaničke karakteristike u zavisnosti od namene. Kako bi se dobile odgovarajuće karakteristike potrebno je poznavati

uticajne parametre, odnosno faktore. Svaki od faktora, kao i svaka promena unutar bilo faktora, utiče na mehaničke karakteristike gotovog dela što se može najslikovitije prikazati dijagramom uzrok – posledica (slika 2.5). Odgovarajućim izborom AM sistema, parametara procesa, materijala i parametara postprocesiranja, a pri tome vodeći računa o ograničenjima tehnologije za AM, mogu se projektovati željene mehaničke karakteristike delova.



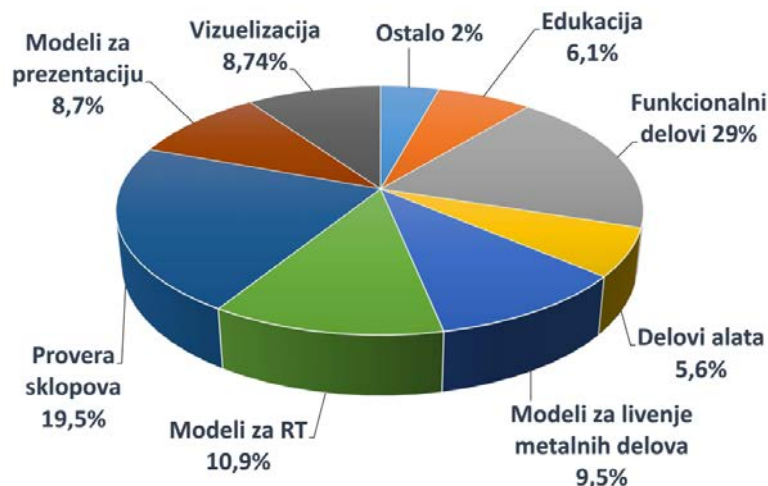
Slika 2.5 Uticajni faktori na mehaničke karakteristike delova dobijenih tehnologijama za AM [10]

Bez obzira što ne zahteva posebnu pripremu uređaja i izradu posebnih alata, zbog cene potrošnog materijala, brzine izrade i utroška energije, tehnologije za AM su ograničene u pogledu veličine serije proizvedenih delova pri kojoj je rentabilno koristiti ovaj vid proizvodnje. Na slici 2.6 je prikazan odnos cene po jedinici proizvoda u zavisnosti od broja komada kod konvencionalne proizvodnje i proizvodnje korišćenjem tehnologija za AM. Primenom tehnologija za AM cena po jedinici proizvoda ostaje konstantna bez obzira na veličinu serije, odnosno ukupnu zapreminu delova, dok kod konvencionalne proizvodnje postoji značajan pad cene sa količinom proizvedenih jedinica proizvoda, naročito u slučaju velikoserijske i masovne proizvodnje. U cilju izbacivanja što jeftinijeg proizvoda na tržište bitno je poznavati presečnu tačku ove dve krive koja predstavlja broj komada nakon kojeg više nije rentabilno koristiti tehnologije za AM, već se prelazi na konvencionalnu proizvodnju.



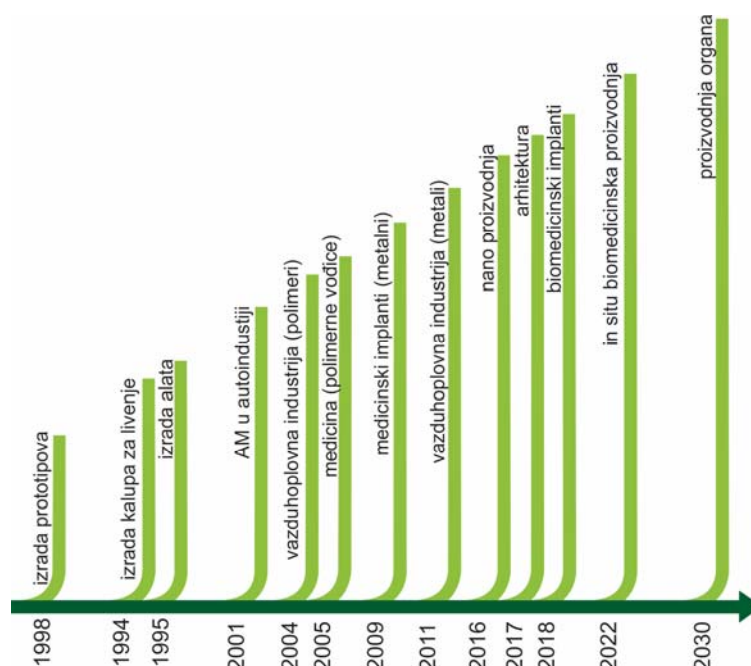
Slika 2.6 Isplativost aditivne u odnosu na konvencionalnu proizvodnju [11]

S obzirom na brzi razvoj uređaja za AM, oblast primene značajno se proširivala od nastanka do danas. Prema godišnjem izveštaju Wholers raport [12] tehnologije za AM se najviše koriste u oblasti robe široke potrošnje (elektronike), zatim u industriji motornih vozila, medicini/stomatologiji, mašingradnji, avio industriji, arhitekturi itd. Primena proizvedenih delova, prema istom izvoru, prikazana je na slici 2.7.



Slika 2.7 Primena delova dobijenih tehnologijama za AM [12]

Tokom svog razvoja, tehnologije za AM su u vrlo kratkom period prešle put od izrade prototipova (1998. god.) do izrade gotovih delova spremnih za ugradnju u složene sklopove (2004. godine), što je prikazano na slici 2.8. Međutim, razvoj tehnologija za AM se nije zaustavio, već je sa razvojem materijala (metalni, biokompatibilni itd.) i gabarita uređaja proširena oblast primene na medicinu i nanotehnologije, a procena je da će ove tehnologijame do 2030. godine omogućiti proizvodnju organa čime bi bila zamenjena klasična donorska transplantacija.

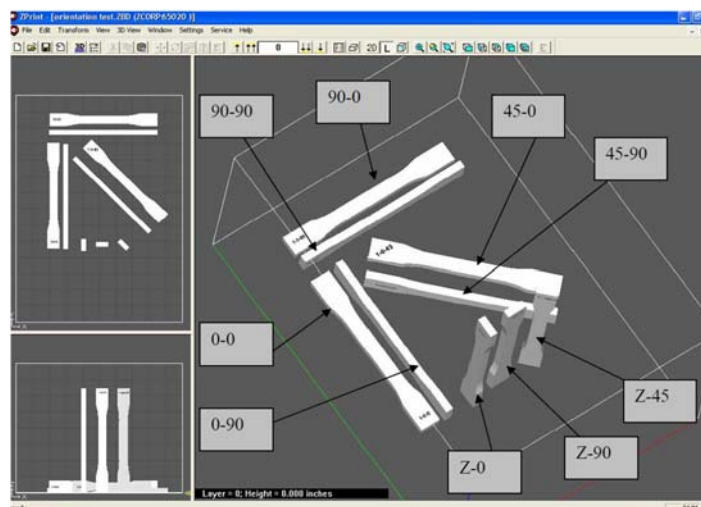


Slika 2.8 Razvoj tehnologija za AM [13]

3. PREGLED DOSADAŠNJIH ISTRAŽIVANJA U PODRUČJU VEZIVNE 3D ŠTAMPE

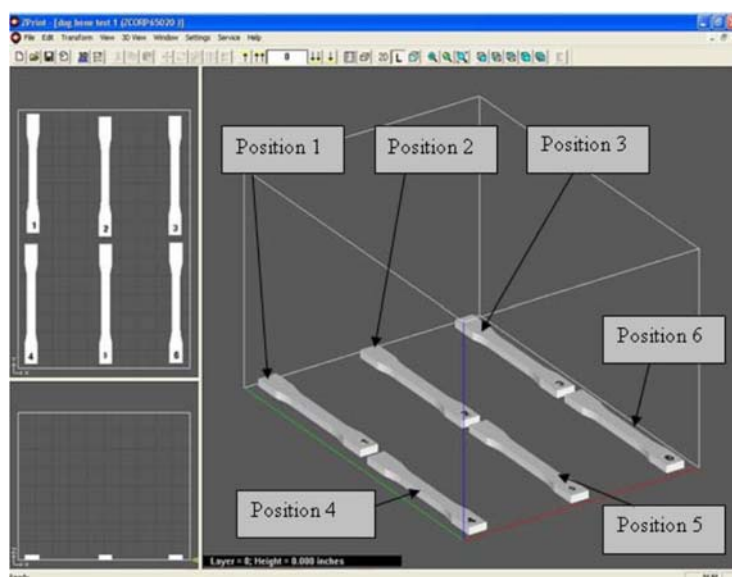
Od pojave prvih komercijalnih sistema za aditivnu proizvodnju, početkom osamdesetih godina prošlog veka, neprestano je aktuelan problem mehaničkih osobina izrađenih delova, njihove tačnosti kao i kvaliteta finalne površine. Promenom parametara u samoj pripremi delova za štampu, zatim definisanjem optimalnih parametara uređaja za aditivnu proizvodnju i na kraju izborom najboljih parametara postprocesiranja, moguće je uticati na osobine izrađenog, finalnog dela. Takođe, osim izbora optimalnih vrednosti navedenih parametra, povećanje kvaliteta delova moguće je obezbediti i pravilnim izborom potrošnih materijala (osnovnog materijala, vezivnog sredstva i infiltranta) kao i unapređenjem postojećih i uvođenjem novih materijala u proces. Aktuelnost ovih istraživanja je primetna po broju publikacija ne samo u tehnologiji vezivne 3D štampe već i u ostalim tehnologijama za aditivnu proizvodnju.

Kroz istraživanja prikazana u [14, 15, 16, 17] obrazložen je uticaj koji orijentacija epruveta u radnom prostoru uređaja ima na njihove mehaničke karakteristike. *Frascati* je izvršio najdetaljnije ispitivanje ovog uticaja orijentišući epruvete na devet različitih načina u odnosu na ose koordinatnog sistema radnog prostora mašine (slika 3.1).



Slika 3.1 Orijentacija epruveta u radnom prostoru štampača [14]

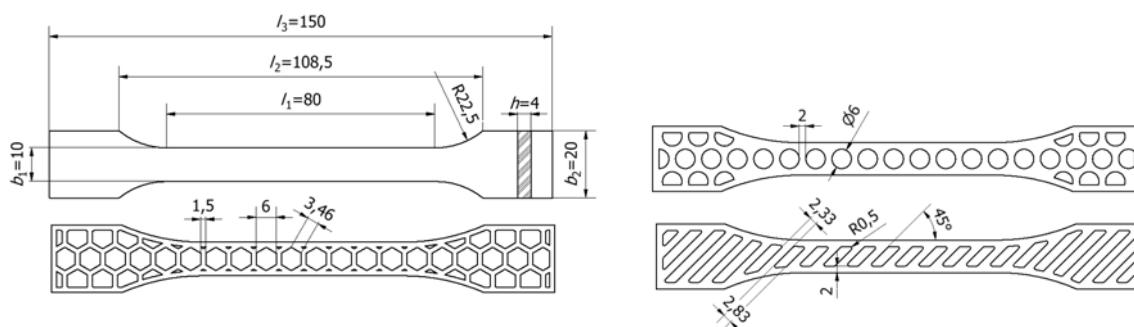
Osim različitih položaja epruveta u istraživanjima su kao parametri korišćeni tri tipa infiltranta, cijanoakrilat, epoksidne smole i visokotemperaturne epoksidne smole od više različitih proizvođača, kao i različita lokacija isto orijentisanih epruveta u radnom prostoru štampača (slika 3.2).



Slika 3.2 Lokacija ispitivanih epruveta u radnom prostoru štampača [14]

Problematikom uticaja lokacije u radnom prostoru štampača isto orijentisanih delova bavili su se i *Albert i Tseng* [18]. Autori su pokazali da je sa stanovišta mehaničkih karakteristika, zatezne i savojne čvrstoće, uticaj orijentacije epruveta značajniji u odnosu na njihovu lokaciju u prostoru uređaja. Međutim, ako se posmatra uticaj lokacije modela u radnom prostoru štampača na njegovu tačnost uočava se da se tačnost menja sa lokacijom. *Alber i Tseng* su kroz istraživanja opovrgli preporuke proizvođača o pozicioniranju modela u radnom prostoru i dali novi predlog.

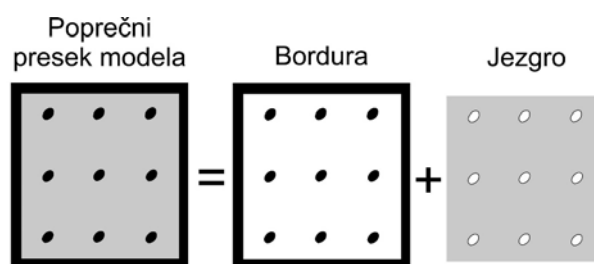
Osim standardnog oblika i dimenzija epruveta (ASTM ili ISO), koji je većina istraživača u svojim istraživanjima koristila, *Galet, Raos i Somolanji* [17] su koristili epruvete izrađene po standardu ISO 527:2012, ali sa izrađenim nestandardnim otvorima različitih oblika (slika 3.3). Osim variranja oblika otvora autori su kao još jedan faktor u istraživanjima koristili i orijentaciju epruveta u odnosu na koordinatni sistem uređaja i ispitali uticaj na zateznu čvrstoću.



Slika 3.3 Oblici rešetkastih epruveta [17]

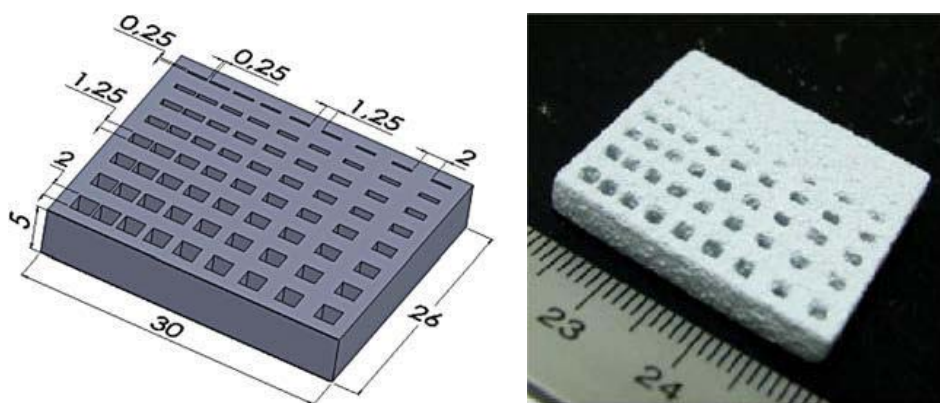
U toku procesa vezivne 3D štampe moguće je kontrolisati nekoliko parametara koji mogu uticati na mehaničke karakteristike delova, od kojih su najbitniji stepen zasićenja vezivnim sredstvom i debljina sloja. Debljina sloja materijala zavisi od praha koji se koristi, obično je definisana od strane proizvođača i nije ju moguće menjati. Naime, pri podešavanju parametara u softveru vrši se izbor praha koji sa sobom nosi i predefinisane debljine slojeva, na primer, u slučaju štampača ZPrinter 310 plus i praha ZP 131, moguće je izabrati debljine 0.0875 i 0.1mm [19]. Sa izborom drugog praha mogu biti predefinisane i druge debljine slojeva koje je moguće odabrati.

Odštampani nefiltrirani (zeleni) delovi moraju posedovati dobre mehaničke karakteristike kako bi se smanjila mogućnost oštećenja prilikom vađenja iz praha i njihovog čišćenja, a samim tim olakšao posao operateru. Na mehaničke osobine nefiltriranog dela utiče stepen zasićenja osnove vezivnim sredstvom koji predstavlja vrednost odnosa udela praha i vezivnog sredstva u delu. U većini slučajeva po poprečnom preseku dela procenat zasićenja je isti, međutim, u pojedinim situacijama mogu se definisati različiti procenti zasićenja jezgra i bordure dela (slika 3.4) [20]. Ovakav pristup se najčešće koristi kada se izrađuju delovi velike zapremine ili kada postoji prisustvo tankih konzolnih prepusta, a može zavisiti i od vrste praha.



Slika 3.4 Prikaz različitog stepena zasićenja jezgra i bordure dela [20]

Castilho [20] i ostali su bazirali istraživanja uticaja stepena zasićenja na pritisnu čvrstoću uzorka menjajući procenat zasićenja jezgra i spoljašnjeg dela cilindrične epruvete. Osim mehaničkih karakteristika autori su proširili i istraživanje uticaja ovog faktora na graničnu vrednost veličine izrađenih otvora (pora) u rešetkastim strukturama (slika 3.5).



Slika 3.5 3D model i izrađena rešetkasta struktura [20]

Kada su u pitanju tanke rešetkaste strukture, poželjno je primeniti veći stepen zasićenja vezivnim sredstvom radi očuvanja celovitosti modela, što su kroz svoja istraživanja na primeru složene tanke 3D rešetkaste strukture pokazali *Lu* i *Reynolds* [21]. Ako se u vezivnoj 3D štampi kao osnovni materijal koristi keramički prah, nakon štampe modeli se sinteruju kako bi keramika poprimila finalne osobine. Primenom vezivne 3D štampe i keramičkih prahova pri izradi krunice za zubnu navlaku bavili su se *Zhang* i ostali [22] koji su pokazali da se promenom stepena zasićenja osim na mehaničke osobine modela može uticati i na poroznost sinterovanih delova, naročito na veličinu pora. Osim uticaja na mehaničke karakteristike modela, stepen zasićenja može imati veliki uticaj na promenu boja pri vezivnoj 3D štampi u boji, što se kroz eksperimentalna istraživanja pokazali *Godbole* [23] i *Stanić* [24].

Problematiku uticaja i međusobne iteracije dva parametra, debljine sloja i stepena zasićenja, istraživali su *Vaezi* i *Chua* [25] koji su ispitivali zateznu i savojnu čvrstoću nefiltriranih (zelenih) uzoraka kao i mikroskopska merenja tačnosti dimenzija i kvaliteta površine rešetkastih uzoraka, u zavisnosti od ova dva parametra. Autori su utvrdili da je maksimalna devijacija tačnosti dimenzija rešetkaste strukture debljine 0.7 mm, za različite kombinacije vrednosti parametara, oko +0.5 mm, a najmanja je pri najvećoj debljini sloja (0.1 mm) i najmanjem stepenu zasićenja (90%). Međutim, sa smanjenjem stepena zasićenja dolazi do pada mehaničkih karakteristika delova, savojne i zatezne čvrstoće, pa stoga u praksi prilikom odabira parametara procesa treba biti vrlo obazriv. Uzevši u obzir iste parametre *Suwanprateeb* [43] je osim mehaničkih karakteristika pratio i promene na komponentama smeše praha na bazi gipsa, u zavisnosti od parametara procesa i vremena sušenja.

Vezivno sredstvo koje se koristi u procesima vezivne 3D štampe mora zadovoljiti određene karakteristike od kojih je najbitnija dubina prodiranja kroz praškasti substrat, kako bi se omogućilo spajanje prethodno odštampanog sloja sa tekućim. Takođe, vezivno sredstvo nakon sušenja treba da obezbedi mehaničke osobine zelenih delova koje omogućavaju njihovo bezbedno uklanjanje iz praha. Ako se vezivna sredstva posmatraju na molekulskom nivou, potrebno je zadovoljiti čitav niz parametara (molarna masa, površinski napon itd.) kako bi se dobio zahtevani kvalitet izrađenih delova, što je detaljno objašnjeno u istraživanjima koja su sproveli *Moon* i ostali [27].

Iskorak u istraživanjima napravili su *Farzadi* i ostali [28], varirajući i upravljačke parametre uređaja kako bi odložili nanošenje narednog sloja pri izradi kompleksnih rešetkastih struktura visoke tačnosti. S obzirom da se rešetkaste strukture pri ugradnji u koštane defekte najčešće koriste u zelenom stanju, odlaganjem nanošenja sledećeg sloja za 50, 100, 300 i 500 ms je omogućena bolja sinteza praha sa vezivom. Autori su rešetkaste strukture ispitivali na pritisak pri čemu su odredili Jungov pritisni modul i pritisnu čvrstoću i ustanovili da odlaganje nanošenje sledećeg sloja ima veliki uticaj na poboljšanje mehaničkih karakteristika. Bitno je napomenuti da je u eksperimentalnim istraživanjima korišćen komercijalno dostupan prah ZP150 na bazi kalcijum sulfata.

Sa razvojem komercijalnih infiltranata veliki broj autora je usmerio svoja istraživanja na ispitivanje mehaničkih osobina, kvaliteta i tačnosti delova izrađenih vezivnom 3D štampom nakon procesa infiltracije, a u zavisnosti od vrste infiltranta. Tako je u radovima [29, 30, 31, 32, 33] osim promene parametara procesa, korišćeno i više vrsta infiltranata (epoksidni, poliuretanski infiltrant, cijanoakrilati, voskovi). *Galeta* i ostali [29] su istraživanja usredsredili na uticaj četiri različite vrste infiltranta na hrapavost modela. U istraživanjima su praćene vrednosti R_a i R_z na tri strane epruvete u dva pravca. Takođe, autori su koristili brusni papir pre i nakon infiltracije, uz ponavljanje testa merenja hrapavosti i na taj način su značajno smanjili hrapavost, najviše u slučaju infiltracije vodenim rastvorom i epoksidnim infiltrantom.

Uticajem tipa infiltranta i orijentacije epruvete na zateznu čvrstoću bavili su se *Galeta* i ostali i svoja istraživanja su prezentovali u radu [30]. Autori su ispitivali i razliku u karakteristikama delova infiltriranim infiltrantima proizvedenim od strane proizvođača uređaja i zamenskim infiltrantima, cijanoakrilatima, voskovima i epoksidnim infiltrantima.

Komparaciju dve tehnologije, Polyjet i vezivne 3D štampe, sa stanovišta dimenzione tačnosti, hrapavosti, zatezne i savojne čvrstoće prikazali su u radu [31] *Pilipović* i ostali. Za oba procesa autori su varirali materijale. Za vezivnu 3D štampu koristili su dva različita komercijalno dostupna infiltranta, cijanoakrilat *Loctite 406* i epoksidni infiltrant *Loctite Hysol 9483 A&B* i za Polyjet postupak tri različita materijala *VeroBlack*, *VeroBlue* i *FullCure*. Komparacija je izvršena sa ciljem prikaza kako prednosti i nedostataka prikazanih tehnologija tako i uticaja potrošnih materijala za svaki proces posebno.

Najdetaljniji prikaz mehaničkih karakteristika modela proizvedenih različitim tehnologijama za AM dao je *Kotlinski* [34]. Ako se kroz rad sagledaju osobine modela dobijenih tehnologijom vezivne 3D štampe u odnosu na SLA, SLS, LOM i FDM, može se zaključiti da su navedene tehnologije u prednosti u odnosu na vezivnu 3D štampu. Ovaj pregled stanja daje dodatnu potvrdu o potrebama istraživanja povećanja mehaničkih karakteristika delova izrađenih vezivnom 3D štampom, što je i bio cilj istraživanja u disertaciji.

Ako se analiziraju mehaničke osobine delova u zavisnosti od vrste upotrebljenog infiltranta, može se zaključiti da se najviše mehaničke osobine postižu korišćenjem infiltranata na bazi smola (epoksidnih, poliuretanskih, itd), što je kroz većinu istraživanja i pokazano. Jedino odstupanje se javlja kod korišćenja *Loctite* infiltranata gde je cijanoakrilat pokazao bolje mehaničke osobine u odnosu na epoksidni infiltrant istog proizvođača [31].

Osim vrste korišćenog infiltranta veliki uticaj na osobine delova imaju način i parametri infiltracije kao što su: vreme infiltracije, temperatura (predgrevanja epruveta i infiltranata), pritisak itd.

Temperaturni parametri mogu imati veliki uticaj na osobine modela izrađenih vezivnom 3D štampom, naročito kod smola koje se predgrevaju pre upotrebe u cilju smanjenja koeficijenta

viskoznosti. Uticajem temperature epruveta na dve vrste epoksidne smole (*S5000 epoxy - Kamnik, Slovenia i epoxy - R&G, Germany*) bavili su se *Lužanin* i ostali [35]. Kroz istraživanja autori su pokazali da se sa povećanjem temperature epruveta (predgrevanjem) mogu dobiti bolje mehaničke karakteristike delova u slučaju infiltracije epoksidnim infiltrantima. Povećanje je izraženije kod epoksidnog infiltranta *S5000* koja ima višu preporučenu temperaturu predgrevanja (40-60°C) nego epoksidni infiltrant za rad na hladno *R&G*.

Suwanprateeb [36] je razvio postupak dvostruke infiltracije zubarskim voskom, kojom je postignuto povećanje mehaničkih karakteristika delova u vlažnoj sredini tj. sprečena je apsorpcija vode iz okoline. Autor je razvio dva načina duple infiltracije i oba su pokazala značajno poboljšanje u odnosu na klasičnu infiltraciju, kako sa stanovišta mehaničkih osobina tako i na količinu apsorbovane vode u vlažnoj sredini. Cilj ovakvog pristupa bio je obezbeđivanje performansi delova namenjenih biomedicini, odnosno za upotrebu u ljudskom telu, s tim što se u tu svrhu obavezno korišćenje biokompatibilnih materijala.

Prema istraživanjima nekih autora, dodatno poboljšavanje mehaničkih osobina može biti postignuto primenom potpritiska (vakuuma) ili natpritiska. Primenu potpritiska u postprocesiranju delova izrađenih vezivnom 3D štampom izučavali su *Steele* i ostali [37]. U njihovoj studiji, potpritisak je korišćen u dve faze: u pripremnoj fazi, odnosno pre mešanja komponenti infiltranta i nakon infiltracije epruvete. Inicijalno izlaganje dela potpritisku je izvršeno sa ciljem eliminacije prisustva gasnih mehurova u komponentama infiltranta (smoli i umreživaču), dok je finalni tretman vakuumom primenjen sa ciljem eliminacije prisustva gasnih mehurova u uzorcima, čime je bilo omogućeno upijanje veće količine infiltranta i smanjenje poroznosti. U eksperimentu navedenih autora korišćena su tri različita infiltranta: poliuretanski infiltrant, epoksidni infiltrant i cijanoakrilat. Ispitivane su pritisna čvrstoća, za čije su određivanje korišćeni uzorci oblika kocke dimenzija 35x35x35 mm i zatezna čvrstoća. Kroz istraživanja je dokazano da primena infiltracije korišćenjem potpritiska doprinosi porastu čvrstoće, naročito pritisne čvrstoće.

U istraživanju [38] koje su realizovali *Maleksaeedi* i ostali, vakuum komora je korišćena u procesu infiltracije keramičke osnove sa infiltrantom na bazi aluminijuma, sa variranjem procentualnog udela aluminijuma u njemu. Potpritisak je osim za odstranjivanje vazduha iz modela i infiltranta korišćen i za ubrizgavanje infiltranta u posudu (usled razlike u pritiscima) u kojoj se nalazio uzorak izložen potpritisku. Prilikom vraćanja atmosferskog pritiska u vakuum komoru, razlika u pritiscima je doprinela dodatnom infiltriranju i popunjavanju poroznosti. Korišćenjem infiltracije sa izlaganjem uzoraka potpritisku smanjena je poroznost finalnih delova, uz povećanje njihove gustine i savojne čvrstoće.

Suwanprateeb i *Suwanpreuk* [39] su korišćenjem potpritiska, osnove od polimetil meta-akrilata, akrilne smole kao infiltranta i posebno razvijenog postupka za infiltraciju, dobili transparentne delove primenom postupka vezivne 3D štampe, za čiju izradu se uobičajeno koristi postupak stereolitografije u kadi.

Korišćenje natpritiska za dve različite vrste tehnologije izučavano je u radovima [40] u tehnologiji vezivne 3D štampe i [41 i 42] u tehnologiji selektivnog laserskog sinterovanja. *Zardawi* i ostali [40] su u svojim istraživanjima koristili biokompatibilni prah, vezivo na bazi vode i tri vrste infiltranata. Autori su varirali vrednosti natpritiska od 2 i 3 bara kao i vreme infiltracija na određenom natpritisku, dok je kao izlazni parametar praćena dubina infiltracije na uzorcima oblika kocke dimenzija 20x20x20 mm. Istraživači su konstatovali da je sa povećanjem pritiska i vremena infiltracije, rasla i dubina do koje infiltrant prodire u dubinu uzoraka. *Deckers* i ostali [41] su koristili povišeni pritisak u cilju smanjenja poroznosti i povećanja gustine delova dobijenih selektivnim laserskim sinterovanjem praha na bazi aluminijuma i poliamida. Osim variranja pritiska autori su koristili i tehniku „dvostrukog topljenja“, pri čemu je laserski zrak skenirao staze po dva ili tri puta, kao i infiltriranje „zelenih“ delova (porozni delovi koji se dobijaju neposredno nakon sinterovanja) i „smeđih“ delova (delovi kod kojih je, postprocesiranjem u peći, odstranjen vezivni polimer iz osnove). Istraživanjem je pokazano da se na povećanje završne gustine delova može uticati, kako primenom različitih tipova infiltracije, tako i primenom natpritiska. *Shahzad* i ostali [42] su koristili 3 različita natpritiska od 3, 13 i 32 MPa, radi povećanja gustine delova izrađenih metodom selektivnog laserskog sinterovanja. Uvođenjem pritiska od 13 MPa u proces, omogućeno je postizanje gustine delova koje je iznosilo 64% od teoretske gustine čistog aluminijuma.

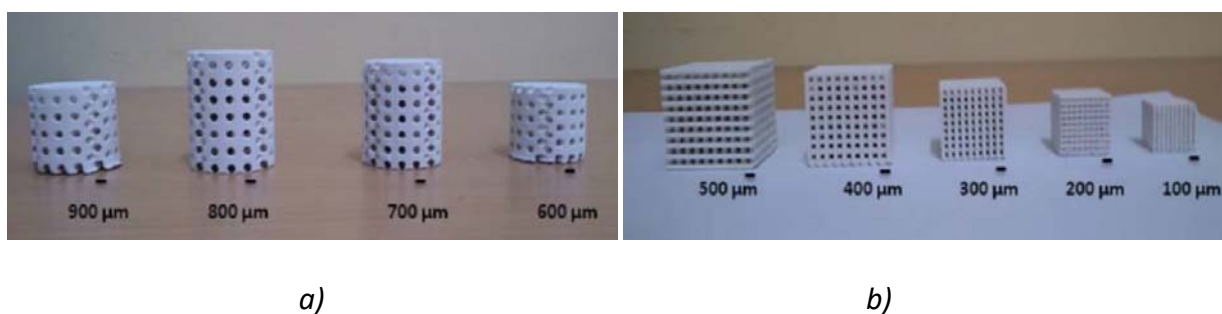
Poslednjih godina veliki broj istraživanja je usmeren ka razvoju novih materijala. Pri tom su zbog svoje sve veće primene keramički materijali u vezivnoj 3D štampi, predmet najvećeg interesovanja. *Zhang* [43] je u istraživanjima koristio Nb – Al – O kompozitni prah koji je sačinjen od Nb₂O₅, α-Al₂O₃ i praha sa Dekstrinom (C₆H₁₀O₅)_n. Kao vezivo je korišćeno jedinjenje na bazi vode, koja rastvarajući dekstrin vezuje čestice praha. Sušenje, odnosno odstranjivanje dekstrina iz mešavine je vršeno na 800 C⁰ u neutralnoj atmosferi azota, a nakon toga je vršeno i sinterovanje na 1400°C u Ar atmosferi. Kako bi se smanjila poroznost i povećale mehaničke osobine, uzorci su pre testiranja infiltrirani aluminijumom na 1150 C⁰ i utvrđena je poroznost svake od kombinacija. *Withell* i ostali [44] su kroz dve različite kombinacije keramičkih nekomercijalnih prahova, dve vrste vezivnih sredstava i varijacijom temperaturnih parametara dobili optimalne parametre procesa kojima se postižu najtačnije dimenzije, mala poroznost i pritisna čvrstoća.

Zahvaljujući korišćenju biokompatibilnih materijala u procesima, kao i dobrim mehaničkim osobinama dobijenih proizvoda, tehnologije za aditivnu proizvodnju su doživele veliki proboj i u oblast medicine. Osim izrade gotovih implanata [45], u medicini se tehnologije za AM koriste za izradu pomoćnih pribora, npr. kalupa za izradu implanata [46], vođica i držača medicinskih pribora pri hirurškim intervencijama [47] itd. Sa razvojem kompjuterizovane tomografije (CT) i mogućnosti prebacivanja snimaka pacijenata u 3D digitalni zapis, vrlo često se tehnologije za AM koriste u preoperativne svrhe, odnosno za sagledavanje stanja pacijenta van operacione sale [48, 49].

S obzirom na ubrzan porast primene tehnologija za AM u medicini, veliki broj istraživanja je baziran na izradu rešetkastih podloga (*scaffold*) koji se koriste u bioinžinjeru pri rekonstruktivnim postupcima [50, 51, 52, 53, 54]. Rešetkaste podloge koji se koriste pri

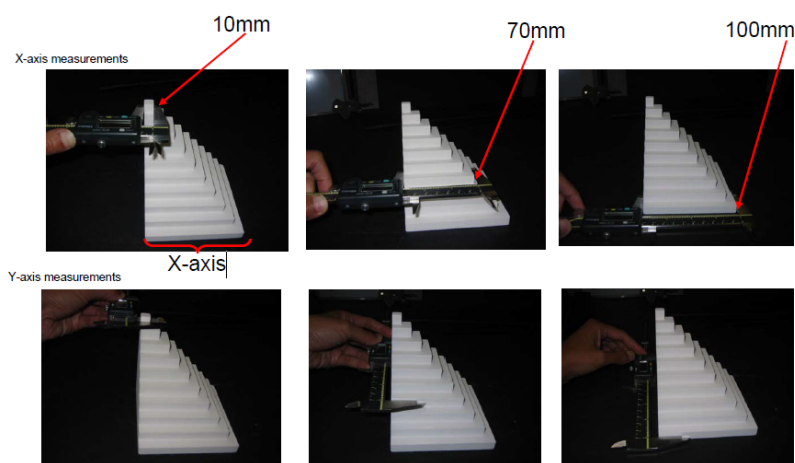
operativnim zahvatima izrađene su sa velikim stepenom poroznosti (slika 3.6) kako bi se omogućila što bolja regeneracija i srastanje koštanog i mekog i koštanog tkiva kroz pore. Dimenzije rešetke i pora unutar nje su u većem broju slučajeva vrlo male i zbog toga je potrebno obezbediti visoku tačnost izrađenih delova kao i visoke mehaničke karakteristike. Povišenjem mehaničkih karakteristika rešetkastih podloga bavili su se *Szucs* i *Brabazon* [55] koji su variranjem stepena zasićenja i temperature sinterovanja povisili mehaničke osobine rešetkastih podloga izrađenih od keramičkog praha korišćenjem tehnologije vezivne 3D štampe.

Uticaje orijentacije i oblika rešetkaste strukture epruvete na njene mehaničke karakteristike izučavali su *Farzadi* i ostali [16] koji su testiranja izveli na zelenim rešetkastim uzorcima izrađenim od komercijalnog praha zp150.



Slika 3.6 Rešetkaste (scaffold) strukture sa različitim veličinama pora a) cilindričnog i b) prizmatičnog oblika [16]

Osim značaja mehaničkih karakteristika delova, veoma bitan parametar za izradu finalnih delova (naročito delova sklopa) jeste dimenziona tačnost modela. S obzirom da se u procesu koristi prah i tečno vezivno sredstvo, usled razlivanja kapljica tečnosti u kontaktu sa prahom dolazi do promene (uvećanja) dimenzija izrađenih modela. Kako bi se promena dimenzija svela na minimum, proizvođači uređaja kroz softver omogućavaju automatsko, anizotropno skaliranje delova u sva tri pravca, tzv. *bleed compensation*. Međutim, ako postoji veliko odstupanje u temperaturi okoline, vlažnosti vazduha, itd. [56] postoji mogućnost da se korišćenjem preporučene kompenzacije dobijaju različiti rezultati kod dva uređaja istog tipa. Zbog toga je potrebno na osnovu merenja određenih dimenzija piramidalnog dela (slika 3.7) izrađenog na zadatom uređaju odrediti nove faktore kompenzacije (skaliranja) [56, 57].



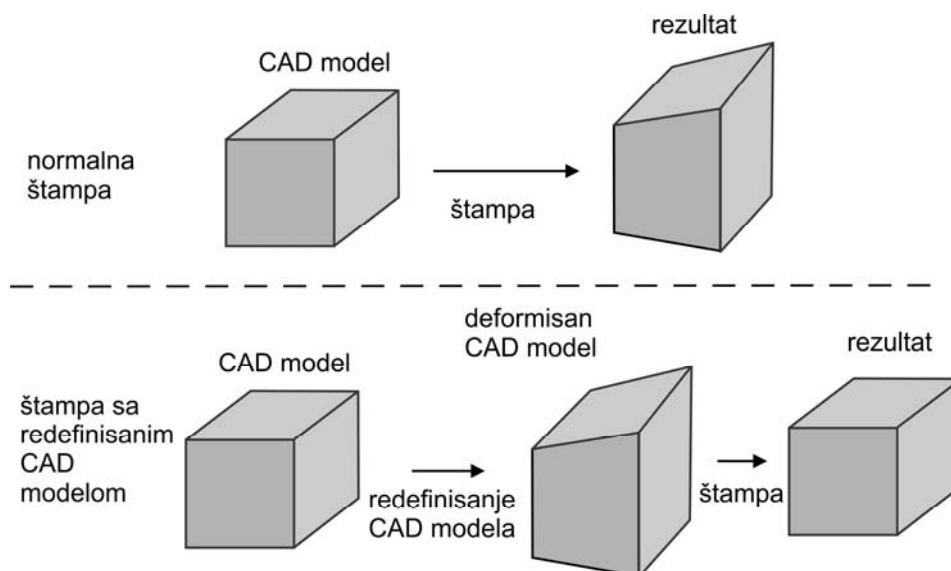
Slika 3.7 Određivanje parametara skaliranja delova (bleed compensation) [57]

Ispitivanjem tačnosti dimenzija uređaja za vezivnu 3D štampu korišćenjem optičkih mernih uređaja i koordinatne merne mašine u slučajevima kompleksnih modela bavili su se *Dimitrov* [58] i *Cooke* [59]. Kroz istraživanja autori su detaljno prikazali geometrijsku tačnost i odstupanja dimenzija delova izrađenih na uređaju za vezivnu 3D štampu za sve tri ose.

Uzevši u obzir sve učestalije korišćenje tehnologija za AM u medicinske svrhe, javila se potreba za komparacijom tačnosti različitih tipova uređaja koji se mogu koristiti u biomedicini. Tom problematikom su se bavili *Hazeveld* i ostali [60] koji su u istraživanju prikazali poređenje tačnosti tri tehnologije: Polyjet, DLP i vezivne 3D štampe, koristeći kao model složeni dentalni otisak za izradu proteze.

U cilju dobijanja što manjeg odstupanja izrađenog od zadanog (CAD) dela moguće je izvršiti korekcije u CAD modelu pre štampanja, kako bi se nakon procesa dobio deo sa što manjim odstupanjima u odnosu na zadate dimenzije. Ovakav pristup koristili su *Galet* i ostali [61] koji su vršili merenje dimenzija epruveta nakon štampe, statističkom obradom rezultata dobili parametre skaliranja i izvršili korekcije (skaliranje) dimenzija modela. Nakon unetih korekcija i izrade dimenziono korigovanih epruveta merenjem su utvrdili značajno manje odstupanje dimenzija u odnosu na prvobitne rezultate.

Korak dalje su otišli *Stopp* i ostali [62] koji su u obzir uzimali i problem neparalelnosti pojedinih površina modela nakon izrade uzoraka oblika kocke stranica 10x10x10 mm. Autori su na osnovu izmerenih deformacija izrađenog dela redefinisali CAD model kao „deformisani“ model (slika 3.8) kako bi nakon izrade dobili deo visoke tačnosti i paralelnosti površina.



Slika 3.8 Povećanje tačnosti izrađenih delova korišćenjem korekcija CAD modela [62]

Osim za izradu gotovih (finalnih) delova (AM), vezivna 3D štampa se može koristiti u svrhu izrade livačkih alata i elemenata (kalupa, jezgara, grozdova) u preciznom i klasičnom livenju u kalupima. Obično se kalupi dobijeni na ovaj način koriste pri livenju obojenih metala tj. kod legura

sa nižom tačkom topljenja, a zbog problema postojanosti odštampanih kalupa na visokim temperaturama. Razvijen je čitav niz specijalnih prahova za izradu kalupa za livenje od strane proizvođača uređaja, ali se u literaturi mogu pronaći i vrlo uspješne primene rasprostranjenijih, konvencionalnih prahova na bazi gipsa koji se koriste pri izradi klasičnih prototipova i delova [63]. Istraživanja koja se mogu pronaći u literaturnim izvorima [59, 64, 65, 66] odnose se na direktnu izradu standardnih kalupa, zatim školjkastih kalupa (radi uštede u materijalu), ispitivanja mehaničkih osobina, hrapavosti i tačnosti dobijenih odlivaka. Kod kompleksnijih delova kao što su npr. rešetkaste složene strukture, izrada kalupa uz korišćenjem tehnologija za AM, konkretno vezivne 3D štampe, omogućava dobijanje struktura koje nije moguće dobiti na konvencionalni način. Prikaz postupka i problema koji se mogu javiti kod livenja složenih, rešetkastih delova detaljno su u svom istraživanju prikazali *Meisel* i ostali [67].

4. POTREBE ZA ISTRAŽIVANJEM, PREDMET I CILJ ISTRAŽIVANJA

4.1. Potrebe za istraživanjem

Na osnovu pregleda raspoložive literature utvrđeno je da su dosadašnja istraživanja u oblasti vezivne 3D štampe najvećim delom bila orijentisana na poboljšanje mehaničkih karakteristika gotovih delova. Istraživanja u vezi sa povišenjem mehaničkih karakteristika delova prevashodno su bila usmerena u dva osnovna pravca:

- Prvi pravac je obuhvatao eksperimente sa orijentacijom i lokacijom delova u radnom prostoru 3D štampača [14, 15, 16, 17];
- Drugi pravac je bio fokusiran na usavršavanje postupka postprocesiranja, tj. izbor materijala za infiltraciju i izbor ključnih parametara infiltracije [29, 30, 31, 32, 33, 35, 36].

Eksperimentalna istraživanja koja pripadaju prvom, od dva navedena pravca, spadaju u inicijalnu fazu istraživanja u oblasti vezivne 3D štampe i, uopšte, tehnologiji za aditivnu proizvodnju, i danas više ne spadaju u prioriteta istraživanja. Vrlo ograničene mogućnosti za izbor debljine sloja u vezivnoj 3D štampi (3DP), kao i činjenica da se orijentacija dominantne dimenzije radnih predmeta u radnom prostoru 3DP štampača u principu uvek poklapa sa brzom osom štampača (X ili Y, zavisno od konstruktivne izvedbe), sužavaju prostor za značajniji napredak u postizanju mehaničke čvrstoće infiltriranih delova variranjem ovih parametara.

Sa druge strane, u domenu postprocesiranja, čiji ključni deo čini infiltracija, postoji prostor za značajno unapređenje procesa i povišenje finalnih mehaničkih karakteristika delova. S tim u vezi, analizom literature je utvrđeno da, sa stanovišta praktične primenljivosti, dosadašnja istraživanja u domenu infiltracije karakterišu sledeća značajna ograničenja:

- Generalna složenost predloženih modifikacija postupaka za infiltraciju [39];
- Potreba za korišćenjem specijalne, nestandardne opreme [38];
- Potreba za korišćenjem specijalno formulisanih, komercijalno nedostupnih materijala, kako za radne predmete, tako i za komponente infiltranta [43];.

Navedena ograničenja sa jedne strane značajno umanjuju mogućnost reprodukcije i daljeg poboljšavanja tako dobijenih rezultata u laboratorijskim uslovima drugih ustanova, dok, sa druge strane, onemogućavaju praktičnu primenu predloženih metoda u radioničkim i pogonskim uslovima bez znatnijih ulaganja u opremu i materijale.

U skladu sa navedenim, istraživanja u ovom radu su motivisana sledećim potrebama:

- Da se razvije metodologija za infiltraciju koji se zasniva na korišćenju standardne radioničke opreme i standardnih, komercijalno dostupnih materijala za izradu i infiltraciju delova, pri čemu će razvijena metodologija omogućiti značajno povišenje mehaničkih karakteristika radnih predmeta;
- Da se, kroz primenu statistički zasnovanog inženjerskog eksperimenta, definiše empirijski model infiltracije koji će omogućiti egzaktn uvid u pojedinačne uticaje svih parametara infiltracije, uvid u njihove međusobne interakcije, te optimizaciju procesa sa stanovišta odabrane mehaničke karakteristike radnih predmeta.

Imajući u vidu ovako formulisane potrebe za istraživanjem, u nastavku su definisani predmet i cilj istraživanja.

4.2. Predmet i cilj istraživanja

Predmet ovog istraživanja jeste uticaj procesa infiltracije na finalne mehaničke osobine radnih predmeta koji su dobijeni primenom vezivne 3D štampe.

Globalni cilj ovog istraživanja jeste formiranje regresionog modela procesa vakuumske infiltracije koji će biti korišćen u postupku vezivne 3D štampe, pri čemu model treba da omogući uspostavljanje analitičke zavisnosti između ključnih tehnoloških parametara vakuumske infiltracije i mehaničke čvrstoće radnih predmeta.

Navedeni globalni cilj biće realizovan kroz sledeće specifične ciljeve:

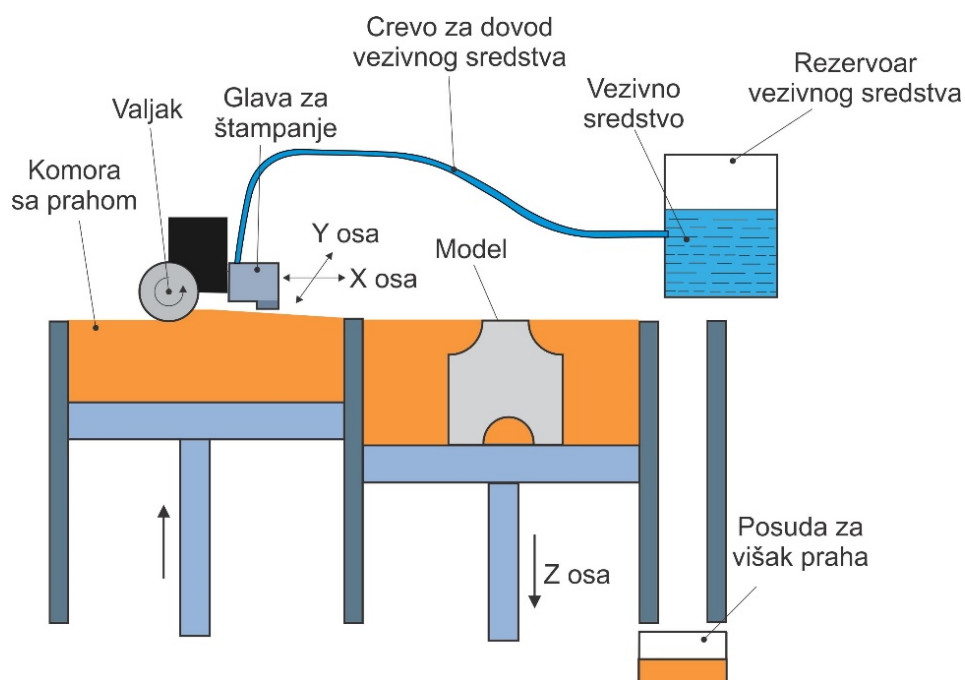
- Identifikaciju ključnih tehnoloških parametara infiltracije;
- Utvrđivanje tehnološki prihvatljivih graničnih vrednosti za odabrane tehnološke parametre infiltracije, u okviru kojih će biti realizovana eksperimentalna istraživanja;
- Realizaciju eksperimentalnih istraživanja na osnovu statistički zasnovanog inženjerskog eksperimenta i formiranje regresionog modela vakuumske infiltracije koji će omogućiti aproksimiranje i optimizaciju vrednosti zatezne čvrstoće radnih predmeta na osnovu ulaznih tehnoloških parametara infiltracije;
- Eksperimentalnu verifikaciju optimalne zatezne čvrstoće koja je aproksimirana na osnovu dobijenog regresionog modela.

5. VEZIVNA 3D ŠTAMPA

5.1. Osnove procesa

Vezivna 3D štampa je postupak koji je razvijen na Massachusetts Institute of Technology (MIT) 1989. i predstavlja jedan od prvih procesa brze izrade prototipova koji je razvijen. Zbog sličnosti sa ink-jet štampom vrlo često se u literaturi može pronaći i naziv ink-jet 3D štampa. Razlika u odnosu na klasičnu ink-jet štampu je ta što se umesto mastila kroz glavu štampača izbacuje vezivno sredstvo (en. binder) koje se deponuje na praškastu osnovu. Na slici 5.1 šematski je prikazan uređaj za vezivnu 3D štampu sa osnovnim elementima.

U početku svog razvoja postupak se koristio samo za tzv. „proof of concept“, međutim, sa daljim razvojem materijala i tehnika, koji traje i danas, delovi dobijeni na ovaj način se koriste do nivoa finalnog proizvoda.



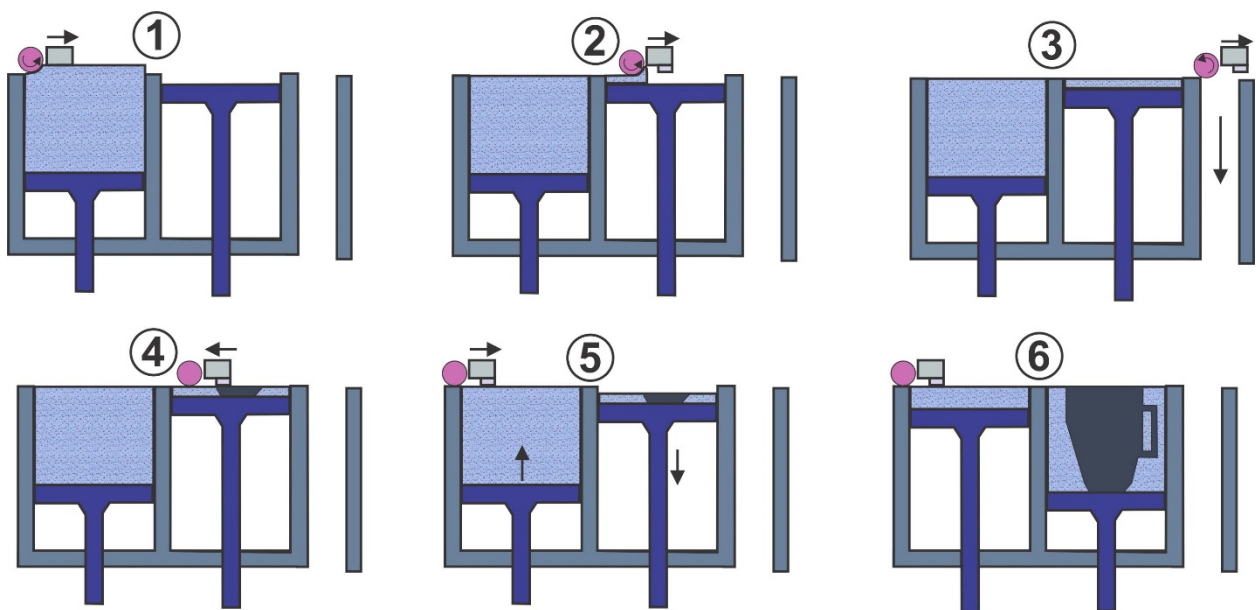
Slika 5.1 Osnovni delovi uređaja za vezivnu 3D štampu

Princip funkcionisanja uređaja prikazan je na slici 5.2. Valjak za nanošenje i raspoređivanje praha zajedno sa glavom za štampanje se kreće od komore sa prahom, koja je podignuta u odnosu na njega po z osi (slika 5.2-1), dok je komora modela spuštena za debljinu sloja (slika 5.2-2). Radi što ravnomernijeg raspoređivanja i što bolje kompakcije praha u komori za izradu modela, komora sa prahom se podiže za 30% više u odnosu na zadatu debljinu sloja. Višak praha se rasipa u manjoj meri s strane komore dok veći deo pada u posudu za višak praha koja se nalazi u krajnjem položaju valjka (slika 5.2-3). Prah iz posude za višak se kasnije ponovo vraća u proces.

Nakon nanošenja sloja valjak sa glavom se vraća ka početnoj poziciji pri čemu glava vrši štampanje tekućeg sloja (slika 5.2-4). Upravljanjem glave se vrši preko upravljačkog programa izrađenog na osnovu 3D računarskog modela (CAD modela). Vezivno sredstvo omogućava spajanje čestica praha kako u tekućem sloju tako i spajanje dva susedna sloja. Kako bi prodiranje vezivnog sredstva do prethodno odštampanog sloja bilo potpuno, odnosno da bi bilo omogućeno spajanje susednih slojeva, bitno je obezbediti tačnost debljine sloja, a to se postiže rotacijom valjka za raspoređivanje praha u suprotnom smeru od pravolinijskog smera kretanja.

Vraćanjem valjka sa glavom u početni položaj, komora sa modelom se spušta za zadatu debljinu sloja, koja zavisi od vrste praha i odabira operatera i obično je 0,1 ili 0,0875 mm. Istovremeno se komora sa prahom podiže (slika 5.2-5) i proces se ponavlja sve dok kompletan deo ne bude izrađen (slika 5.2-6).

Nakon završenog procesa deo se ostavlja u prahu minimalno sat vremena (ako je model suviše tanak ili velikih dimenzija i duže) radi sušenja vezivnog sredstva i postizanja dovoljne čvrstoće radi bezbednog uklanjanja iz radne komore.

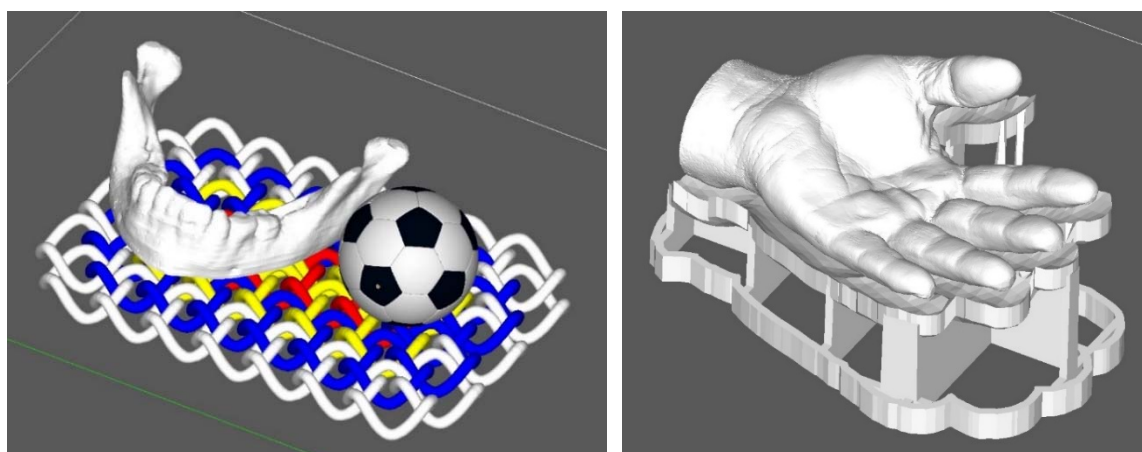


Slika 5.2 Proces vezivne 3D štampe [68]

Model se vadi iz radne komore štopača korišćenjem različitih dodataka za usisivač, kompresora, četke i drugog pomoćnog pribora, a zatim se prebacuje u reciklator, koji predstavlja zatvorenu komoru u kojoj se višak praha uklanja uz pomoć struje vazduha. Uklonjeni prah se usisava i nakon prosejavanja kroz sita određene granulacije ponovo vraća u proces.

S obzirom da je tokom štampe ceo model okružen prahom u slučaju konzolnih elemenata (prepusta) nisu potrebne potpore (oslonci) jer je neočvršli prah dovoljno kompaktan (sabijen) i vrši ulogu oslonaca tokom procesa. Ova osobina omogućava izradu velikog broja delova istovremeno koji se nalaze jedan iznad drugog u radnom prostoru mašine (slika 5.3a). U slučaju prepusta veće zapremine ili mase moguće je koristiti dodatne oslonce koji se automatski generišu u softveru za preprocesiranje (slika 5.3b) i koji sprečavaju eventualno naginjanje modela usled sopstvene težine.

Modeli su neposredno nakon štampe kruti, loših mehaničkih osobina, vrlo porozni i osetljivi na vlagu i nazivaju se zeleni delovi (eng *Green Parts*). Za postizanje željenih mehaničkih karakteristika modela vrši se infiltracija o kojoj će više detalja biti dato u poglavlju 6.

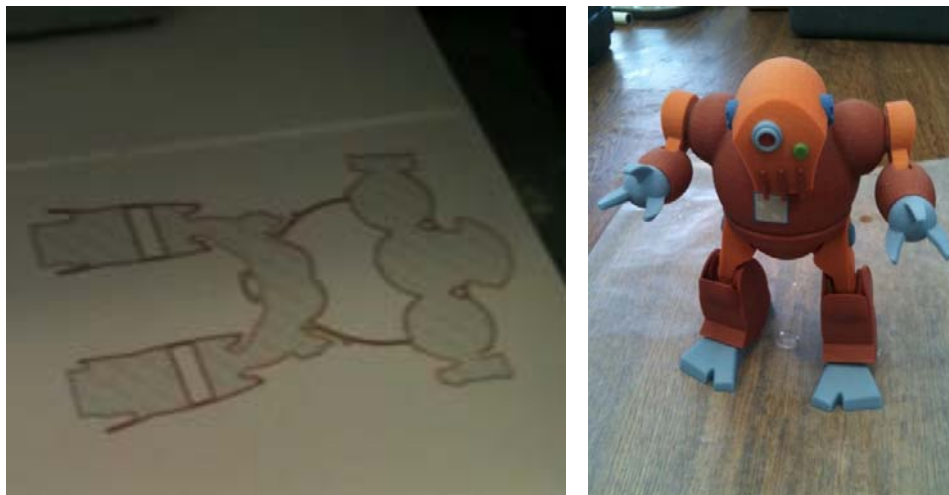


a)

b)

Slika 5.3 Priprema modela a) generisanje oslonaca, b) štampanje više modela istovremeno

Osnovna prednost procesa vezivne 3D štampe u odnosu na ostale tehnologije za AM jeste mogućnost štampanja u boji koristeći principe klasične ink-jet štampe. Kao i kod ink-jet štopača uređaj za vezivnu 3D štampu u boji poseduje više glava (CMYK metod: *cyan, magenta, yellow, black*) čijom kombinacijom može da se dobije preko 1 000 000 boja (slika 5.4a). Boja se radi uštede nanosi samo u spoljašnji sloj (borduru) modela dok se za unutrašnjost modela koristi čisto vezivno sredstvo (slika 5.4b).

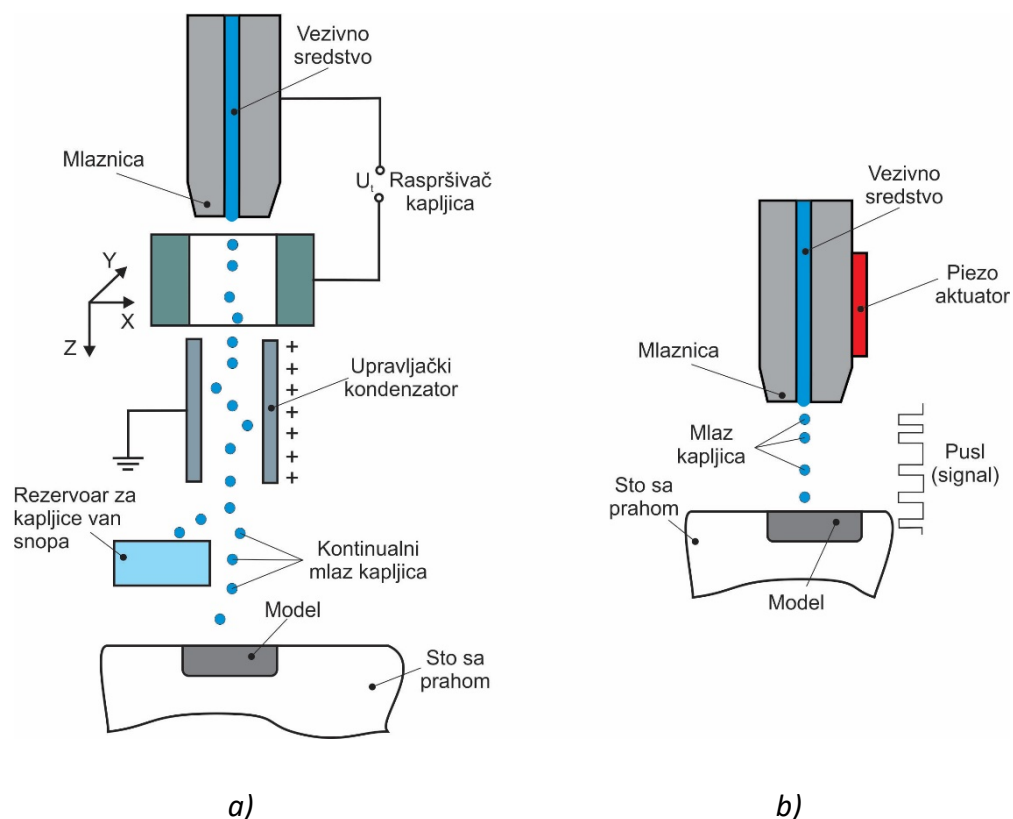


a)

b)

Slika 5.4 Vezivna 3D štampa u boji a) prikaz jednog sloja i b) izrađen deo [69]

Postoje dve vrste ink-jet glava za štampače koje se razlikuju po načinu dobijanja struje mastila, odnosno veziva. Prvi princip je takozvani kontinualni metod (en *Continuous Method*) gde se za stvaranje kapljica mastila koristi pritisak (najčešće stvoren ultrazvukom) koji mastilo dovodi do mlaznica iz kojih izlazi u obliku kapljica (slika 5.5 a). Ovaj princip ima određenih ograničenja zbog problema sa rasipanjem mastila ili veziva (stvaraju se i kapljice van snopa koje se hvataju u poseban rezervoar) i problemom da tečnost koja prolazi kroz glavu mora biti naelektrisana, jer se za usmeravanje mlaza koriste visokonaponske ploče (elektrode).



a)

b)

Slika 5.5 Princip rada ink-jet glave a) kontinualni metod b) DOD [1]

Drugi princip koji se koristi je tzv. kapljica na zahtev (en *Drop-on-Demand Mode DOD*). DOD varijanta glave za ink-jet štampanje funkcioniše na principu individualnih kapi proizvedenih direktno u mlaznici. Pojedinačne kapljice mastila (veziva) stvaraju se pomoću impulsa dobijenih pomoću piezoelektričnih, termalnih, akustičnih ili drugih aktuatora [70]. Na slici 5.5 b prikazan je šematski princip rada ove vrste glave za štampanje. Veličina kapljica stvorena ovim metodom kreće se od 25 do 120 μm , a broj kapljica kreće se od 0-2000 u sekundi. U današnje vreme najviše se primenjuju termalni i piezoelektrični aktuatori za stvaranje impulsa. Termalni aktuatori funkcionišu na principu otpornika koji greje rezervoar sa mastilom koje se širi i izbacuje kapljice kroz mlaznicu. Piezoelektrični aktuatori koriste deformaciju piezo elementa koji se skuplja i širi. Prilikom skupljanja elementa dolazi do smanjenja dimenzija rezervoara i na taj način se kapljice izbacuju kroz mlaznicu. U odnosu na kontinualni način pri DOD principu se mogu stvoriti kapljice manjeg prečnika koje se preciznije deponuju na površinu praha. Kod DOD načina kao pogodniji izdvaja se piezo električni princip, jer kod termalnog načina stvaranja kapljica dolazi do grejanja koje može oštetiti osetljivije materijale [71].

5.2. Prednosti i nedostaci postupka

Prednosti vezivne 3D štampe su:

- brzina rada,
- jednostavnost korišćenja uređaja,
- mali utrošak energije s obzirom da se proces odvija bez zagrevanja radne komore ili sa malim predgrevanjem na 38^oC,
- materijali koji se koriste nisu štetni po zdravlje i okolinu,
- dobra tačnost modela,
- mogućnost štampanja modela u boji,
- recikliranje neupotrebljenog materijala [6, 8, 11],
- mogućnost štampanja velikih modela iz više delova i naknadno spajanje,
- mogućnost naknadne metalizacije izrađenih modela.

Kao nedostaci postupka mogu se navesti:

- ograničena funkcionalnost delova u odnosu na druge tehnologije za AM,
- ograničen izbor materijala,
- povišena hrapavost površine,
- potrebno vreme za čišćenje modela i infiltraciju [1, 7, 68, 72].

5.3. Materijali

Bez obzira što je kao nedostatak naveden problem ograničene vrste dostupnih materijala postoji određeni broj komercijalno dostupnih prahova i odgovarajućih vezivnih sredstava. U

tabeli 5.1 su dati komercijalni nazivi i vrste potrošnih materijala (prahova) najpoznatijeg proizvođača 3D štampača firme 3D Systems (do 2011. Z Corporation) [19].

Osim komercijalnih materijala prikazanih u tabeli 5.1 poslednjih godina razvijen je i veliki broj kako osnovnih materijala tako i vezivnih sredstava kao što su: kremički materijali, kompoziti sa metalnom matricom, biokompatibilni materijali itd. [72, 73]

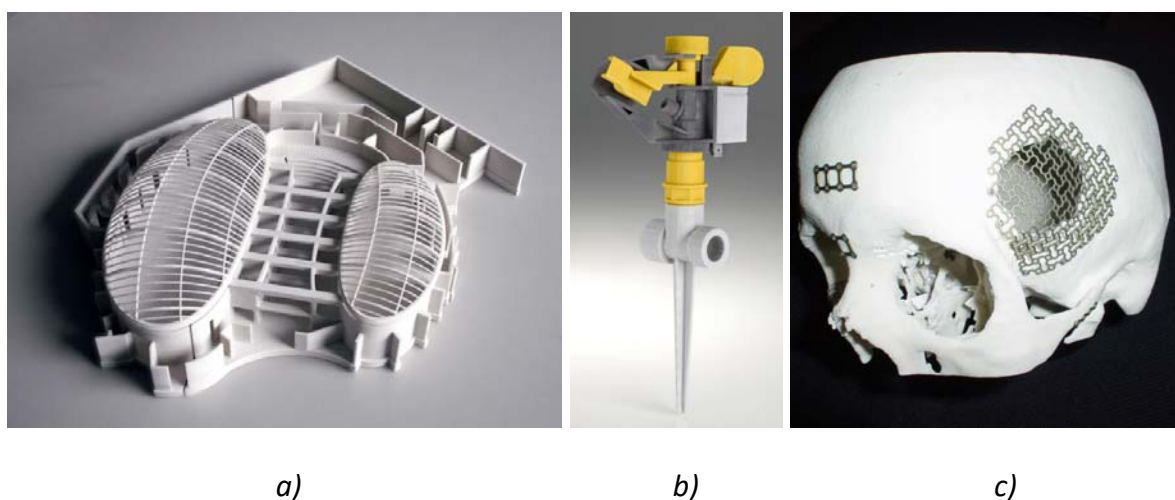
Tabela 5.1 Komercijalni materijali za vezivnu 3D štampu

Vrsta praha	Komercijalna oznaka
Kompozitni prah	zp 130, zp 131, zp140, VisiJet® PXL™
Prah za izradu kalupa za livenje	ZCast
Prah za izradu modela za precizno livenje	zp 14
Elastomerni materijal	zp 15e

5.4. Primena vezivne 3D štampe

Vezivna 3D štampa je s obzirom na jednostavnost uređaja, mogućnost izrade uređaja sa velikom dimenzijom radnog prostora i otvorenost sistema koji omogućava korišćenje raznih kako komercijalnih tako i nedeklarisanih materijala (kreiranih po sopstvenoj formulaciji) vrlo rasprostranjen postupak. Oblasti primene su praktično neograničene i isključivo zavise od vrste korišćenih materijala u procesu.

Vezivna 3D štampa svoju najveću primenu nalazi u oblasti izrade prototipova i delova u oblasti robe široke potrošnje, arhitekture, obrazovanja ali i medicine i industrije. Neki od primera primene vezivne 3D štampe dati su na slici 5.6.



Slika 5.6 Primeri primene vezivne 3D štampe u oblasti a) arhitekture, b) dizajna proizvoda široke potrošnje i c) medicine

Osim za izradu modela (funkcionalnih i konceptualnih) u poslednje vreme je vezivna 3D štampa svoju aplikaciju našla i u industriji. Tako je npr. američka firma ExOne™ razvila više tipova industrijskih uređaja visoke produktivnosti i gabarita (slika 5.7), koji pored mogućnosti izrade peščanih kalupa za livenje imaju i mogućnost izrade gotovih metalnih delova od keramike, nerđajućih čelika i drugih prahova sa metalnom osnovom [74]. Kalupi za livenje su spremni za korišćenje neposredno nakon izrade dok metalni delovi nakon štampe moraju proći fazu postprocesiranja (infiltraciju metalom) kako bi bili spremni za korišćenje.



a)

b)

Slika 5.7 Primena vezivne 3D štampe u industriji; a) industrijski uređaj i b) primer izrađenog metalnog dela [74]

6. POSTPROCESIRANJE U TEHNOLOGIJI VEZIVNE 3D ŠTAMPE (infiltracija)

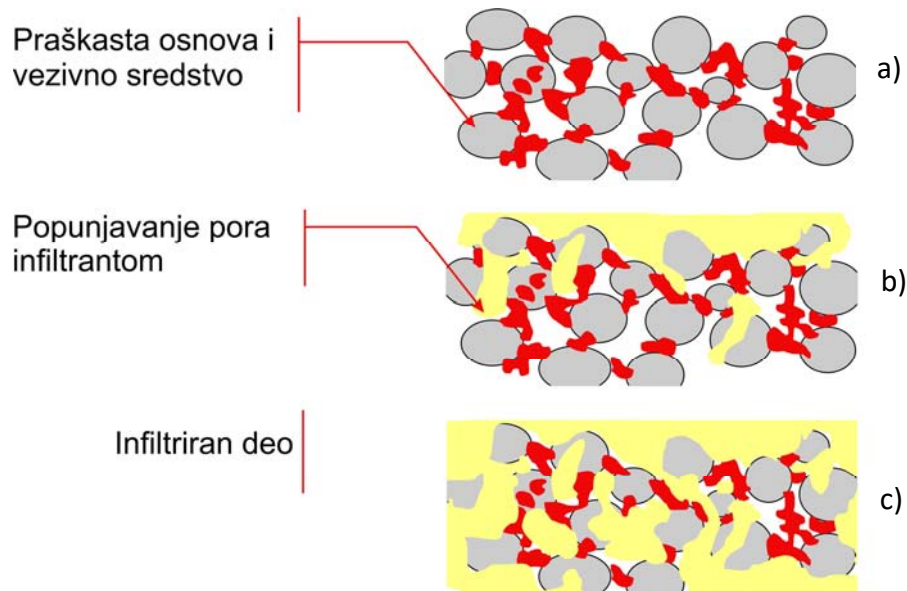
6.1. Proces infiltracije i načini infiltracije

Kao što je objašnjeno u prethodnom poglavlju, deo nakon 3D štampe predstavlja porozni deo vrlo slabih mehaničkih karakteristika i naziva se zeleni deo. Kako bi deo bio upotrebljiv za dalju primenu mora se pristupiti postprocesiranju.

Pod postprocesiranjem smatra se obrada delova nakon procesa vezivne 3D štampe radi postizanja njihovih finalnih mehaničkih karakteristika i postizanja verodostojnosti boja, ako je u pitanju štampa u boji. Ponekad se faza postprocesiranja izostavlja, npr. u slučajevima kada deo neće biti podvrgnut opterećenju.

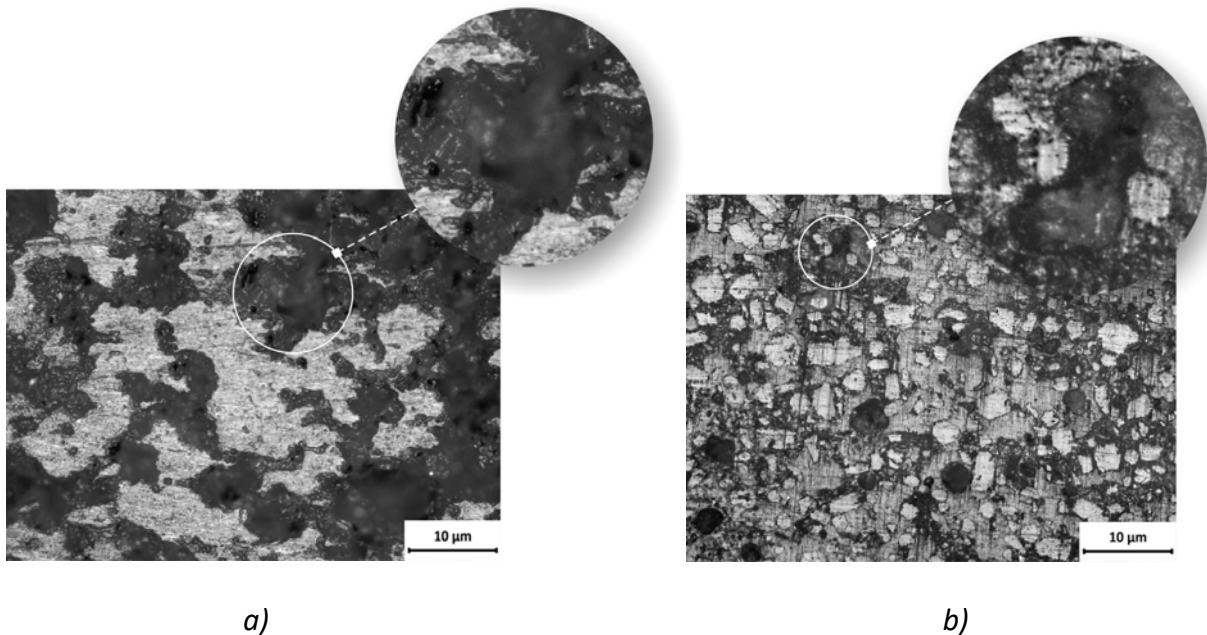
U procesu infiltracije cilj je omogućiti što većoj količini tečnog infiltranta da prodre u dubinu dela kako bi se dobile što bolje karakteristike, a to se najbolje postiže niskim koeficijentom viskoznosti infiltranta. Nizak koeficijent viskoznosti neki infiltranti poseduju na sobnoj temperaturi, dok kod nekih tipova infiltranata, npr. epoksidnih infiltranata i voskova, postizanje niskog koeficijenta viskoznosti se postiže zagrevanjem na određenu temperaturu.

Na slici 6.1 šematski je prikazan postupak infiltracije. Slika 6.1a prikazuje čestice praškaste osnove povezane vezivnim sredstvom gde je primetna velika poroznost. Prodiranje infiltranta u dubinu modela, tj. zamena vazdušnih pora infiltrantom prikazana je na slici 6.1b, dok je finalno prodiranje infiltranta do određene dubine prikazano je na slici 6.1c. Dubina infiltracije zavisi od vrste infiltranta, načina i parametara infiltracije (npr. temperature, vremena trajanja infiltracije, načina nanošenja infiltranta itd.)



Slika 6.1 Šema infiltracije [19]

Razlika između infiltriranog i zelenog dela se može uočiti vizuelno ali je najuočljivija mikroskopskim pregledom. Na slici 6.2 prikazan je mikroskopski snimak zelenog dela i infiltriranog dela pri uvećanju 100X. Kod neinfiltriranog dela 6.2a se može uočiti vrlo velika poroznost koju prikazuju crna polja na slici dok je kod infiltriranog dela 6.2b infiltrant zamenio praznine i prisutan je značajno manji broj pora.



Slika 6.2 Mikroskopska slika a) neinfiltriranog i b) infiltriranog dela

Postoji više različitih tehnika nanošenja infiltranta na zelene delove, a najrasprostranjeniji načini infiltracije su:

- uranjanje,
- premazivanje četkom,
- prelivanje,
- korišćenjem spreja,
- korišćenjem specijalnih uređaja za infiltraciju.

Koji način nanošenja infiltranta će biti korišćen zavisi od vrste infiltranta, gabarita dela i raspoložive opreme.

6.2. Vrste infiltranata

Paralelno sa razvojem tehnologije vezivne 3D štampe i osnovnih (praškastih) materijala koji se koriste, razvijane su i različite formulacije infiltranata. Sve veći zahtevi za visokim mehaničkim karakteristikama izrađenih delova iziskivali su i primenu različitih formulacija infiltranata kako bi se ostvarile željene karakteristike.

Danas najčešće korišćena jedinjenja za infiltraciju su:

- cijanoakrilati,
- epoksidne smole,
- voskovi,
- elastomerni uretani,
- vodeni rastvori sa dodatkom Epsom soli.

Koji od navedenih infiltranata će biti korišćen zavisi od zahtevanih karakteristika, odnosno od vrste dela koji se izrađuje. Ako su u pitanju funkcionalni delovi koji se koriste za testiranja prototipa, njegovih sklopova ili moraju da poseduju određena upotrebna svojstva, za infiltraciju se najčešće koriste epoksidni infiltranti ili infiltranti na bazi elastomernih uretana. Za konceptualne delove koji imaju izložbenu upotrebu, eventualno se koriste za ispitivanje ergonomske svojstva i što verodostojniji prikaz boja modela, koriste se cijanoakrilati, voskovi i vodeni učvršćivači.

Komercijalno dostupni infiltranti proizvođača AM opreme 3D Systems i njihove karakteristike prikazani su u tabeli 6.1.

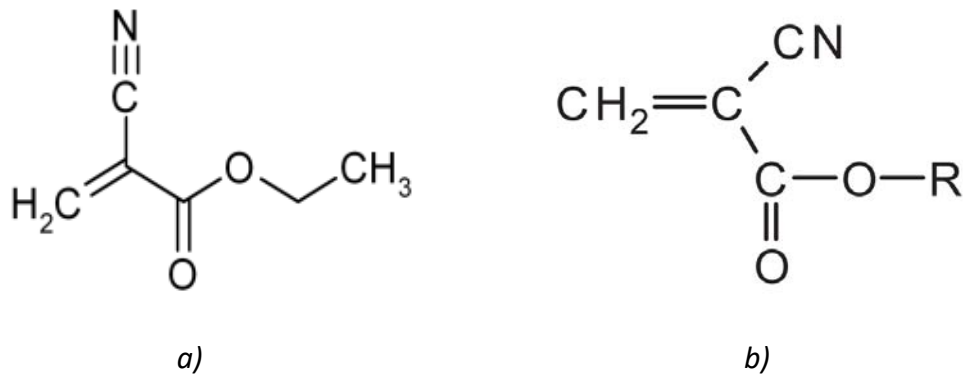
Od svih infiltranata navedenih u tabeli najviše su u upotrebi cijanoakrilati i epoksidne smole.

Tabela 6.1 Komercijalni infiltranti 3D Systems [19]

Komercijalni naziv	Opis	Aplikacija	Dubina infiltracije	Vreme sušenja (21°C)	Vreme sušenja (71°C)
Infiltranti za funkcionalne delove					
Z-Max 90 Epoksdni infiltrant	Visoka čvrstoća, otpornost na vlagu, mogućnost mašinske obrade	Sprej, četka, uranjanje	5-10 mm	24h	2h
Infiltranti za konceptualne delove					
Z-Bond 90 Cijanoakrilat	Srednja čvrstoća, verodostojnost boja	Prelivanje, uranjanje	0,5-3 mm	15min	-
Paraplast X-TRA™ Vosak	Niska čvrstoća, poboljšava kvalitet površine, verodostojnost boja	Uranjanje, ZW4 uređaj za infiltraciju voskom	Do 100%	15-30 min	
Vodeni učvršćivač sa dodatkom Epsom soli	Bez hemikalija Loša čvrstoća	Sprej, uranjanje	Do 100%	Promenljivo	Promenljivo

6.2.1. Cijanoakrilati

Cijanoakrilati su jednokomponentni tečni athezivi niskog koeficijenta viskoznosti što ih čini vrlo pogodnim za infiltraciju. Karakteristika im je da se vrlo brzo suše na sobnoj temperaturi, što delovima obezbeđuje brzo korišćenje. Na sobnoj temperaturi delovi su na dodir suvi već nakon 20 minuta. Otkriveni su 1951. godine na Tennessee Eastman institutu. S obzirom da cijanoakrilatima nije potreban nikakav agens kako bi proces očvršćavanja započeo, moraju se koristiti određeni stabilizatori kako bi se sprečilo njihovo sponatno očvršćavanje tokom procesa infiltracije. Postoji više tipova cijanoakrilata od kojih se zbog jednostavnog procesa proizvodnje i brzog očvršćavanja najviše koristi etil cijanoakrilat čija je hemijska struktura prikazana na slici 6.3a.



Slika 6.3 Hemijska struktura a) etil2 cijanoakrilata [69] i b) cijanoakrilat monomer [75]

Drugi tip cijanoakrilata su monomerni cijanoakrilati od kojih je za infiltraciju najpogodniji metoksietili (slika 6.3b). On ima manju sklonost ka cvetanju (en *blooming*), tj. stvaranju belog taloga usled lokalnog isparavanja monomera i nije previše agresivnog mirisa. Cijanoakrilati imaju i određena ograničenja sa stanovišta termalne stabilnosti, osetljivosti na rastvarače, vrlo su agresivnog mirisa [14] i njihova isparenja koja nastaju u kontaktu sa modelom mogu izazvati oštećenje disajnih puteva i nadražaj sluzokože i očiju pa je prilikom rada sa njima potrebno izuzetno dobro provetravanje i korišćenje zaštitnih maski, rukavica i naočara. Cijanoakrilati imaju prednost u odnosu na epoksidne infiltrante sa stanovišta uštede materijala, jer se sav neiskorišćeni infiltrant može vratiti u originalnu ambalažu i ponovo koristiti skladištenjem na niskoj temperaturi.

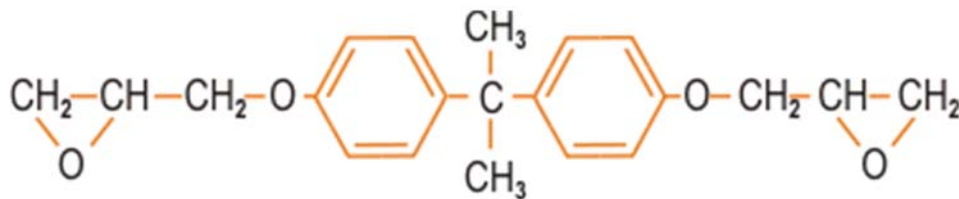
6.2.2. Epoksidne smole

Epoksidne smole predstavljaju termoaktivna jedinjenja visokih mehaničkih karakteristika. Komercijalna upotreba je započela 1946. godine i inicijalno su korišćene kao lepkovi za spajanje elementa sklopova u industriji. One su svakako jedan od najrasprostranjenijih polimera koji se primenjuju u različitim granama industrije, autoindustriji, avioindustriji, konstrukcijama, hemijskoj industriji i u novije vreme aditivnim tehnologijama. Poseduju dobru termičku stabilnost, hemijske i mehaničke osobine kao što su:

- nizak koeficijent skupljanja,
- nema isparenja tokom umrežavanja (očvršćavanja),
- kompatibilne su sa velikim brojem materijala
- visoka čvrstoća i dug eksploatacioni vek,
- odlična adhezija,
- hemijska i koroziona otpornost,
- ne provode elektricitet
- termostabilnost [76].

Takođe, jedna od dobrih osobina epoksidnih smola je mogućnost umrežavanja (sušenja) kako na povišenoj tako i na sobnoj temperaturi sa razlikom samo u vremenu umrežavanja. Sastoje se iz dve komponente, smole i sredstva za umrežavanje. U zavisnosti od masenog odnosa

komponenti moguće je kreirati formulacije različitih osobina u zavisnosti od namene. Karakteriše ih visoki stepen poprečnih veza i veliki otpor deformaciji. Dugi molekularni lanci se međusobno povezuju (umrežavaju) jakim kovalentnim i jonskim vezama pri čemu se stvori jedan džinovski molekul. Ove poprečne veze između lanaca omogućavaju ovim materijalima da se odupru omekšavanju pri zagrevanju. Nakon polimerizacije mreža je završena i oblik se više ne može menjati. S obzirom da je proces ireverzibilan epoksidi spadaju u duroplaste [77]. Epoksidi imaju nizak koeficijent viskoznosti i visoku zateznu čvrstoću nakon umrežavanja, što ih čini pogodnim za infiltraciju delova dobijenih vezivnom 3D štampom. Postoje više različitih tipova formulacija epoksida, ali se u praksi najčešće koristi Diglicidil etar bisfenola A (Diglycidyl ether of bisphenol A - DGEBA), čija je hemijska struktura data na slici 6.4.



Slika 6.4 Hemijska struktura Diglicidil etar bisfenola A (DEGBA) [78]

Za razliku od cijanoakrilata neupotrebljena smeša epoksidne smole se ne može ponovo koristiti jer proces umrežavanja počinje u trenutku mešanja komponenti. Radi smanjenja brzine umrežavanja i povećanja mehaničkih karakteristika epoksida često se u epoksidne smole dodaju razni aditivi [79]. Poslednjih godina sve više istraživanja je bazirano na dodavanju nanočestica u epokside umesto klasičnih (hemijskih) aditiva. Nanočestice mogu imati različitu osnovu npr. silicijum [80], titanijum [81] i aluminijum [82]. Unošenje nanočestica u epoksidne smole se najčešće vrši korišćenjem ultrazvučnih uređaja [83] kako bi se izbeglo grupisanje (nanočestice su vrlo sklone ka stvaranju tzv. grozdova) i omogućilo njihovo pozicioniranje između molekularnih lanaca epoksida.

7. ANALIZA DSD FAKTORNOG PLANA EKSPERIMENTA (Definitive Screening Design)

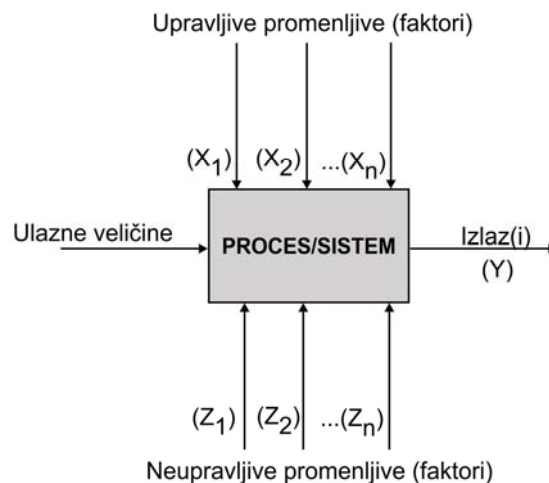
7.1. Nastanak koncepta faktornog plana eksperimenta

Faktorni plan eksperimenta (DOE - Design of Experiment) je razvijen ranih dvadesetih godina dvadesetog veka. Autor ovog postupka bio je Ronald Fišer (*Ronald Fisher*) koji je u to vreme bio zaposlen u Poljoprivrednoj istraživačkoj stanici Rotamsted, u Londonu (Rothamsted Agricultural Field Research Station). Eksperimenti kojima se Fišer u početku bavio, obuhvatali su uticaj različitih vrsta đubriva na prinose različitih zemljišnih parcela. S obzirom da je, pored đubriva, postojao i niz faktora koji su ostvarivali uticaj na prinose i kvalitet roda, Fišer je koristio DOE da razdvoji uticaj đubriva od uticaja ostalih faktora. Od tada je faktorni plan eksperimenta prihvaćen ne samo u poljoprivredi, već i u drugim oblastima istraživanja.

7.2. Opšti model i karakteristike faktornog plana eksperimenta

Uopšteni model procesa kojim se bavi faktorni plan eksperimenta prikazan je na slici 7.1. U principu, na proces deluju različite promenljive, pri čemu se ove mogu podeliti na upravljive promenljive, tj. promenljive koje je moguće kontrolisati, i neupravljive promenljive, nad kojima, u praktičnim uslovima, nije moguće ostvariti direktnu kontrolu.

Upravljive promenljive (X) imaju ključni značaj za analizu ispitivanog procesa. Neupravljive promenljive (Z), takođe utiču na varijabilnost posmatranog procesa, što se ogleda u promeni odziva (Y). Imajući u vidu ovu činjenicu, faktorni plan eksperimenta treba da omogući izbor takvog skupa upravljivih promenljivih, koji omogućava minimizaciju nepovoljnog uticaja skupa neupravljivih promenljivih (Z).



Slika 7.1 Uopšteni model procesa/sistema

Imajući navedeno u vidu, postoje tri ključna principa na kojima počiva faktorni plan eksperimenta:

- Randomizacija
- Replikacija
- Grupisanje u blokove.

Na osnovu randomizacije eksperimenata, eksperimenti se izvode na osnovu slučajno izabranog redosleda. Na ovaj način se umanjuje efekat pristrasnosti, koji može biti posledica delovanja eksternih faktora, nad kojima istraživač nema uticaja, a koji se često nazivaju *šûmom*. Primenom randomizacije omogućava se da šûm, koji se ne može izbeći, bude podjednako prisutan na svim nivoima uticajnih faktora.

Replikacija je ponavljanje eksperimenata koje omogućava procenu greške eksperimenta, kao i precizniju procenu efekata međusobne interakcije faktora. Replikacija, logično, produžava izvođenje eksperimenta i povećava troškove eksperimenta i često predstavlja ograničavajući faktor.

Grupisanje u blokove (*blocking*) ima za cilj neutralizaciju efekata varijacije koji potiču od spoljašnjih uticaja, najčešće faktora koji su posledica izvođenja eksperimenata u različite dane, od strane različitih operatera koji rade sa opremom, uz primenu materijala koji potiču od različitih proizvođača ili su skladišteni pod različitim uslovima, itd. Zadatak primene blokova jeste da povisi efikasnost faktornog plana eksperimenta, tako što će analizom biti obuhvaćeno i delovanje ovakvih uticaja.

7.3. DSD faktorni plan eksperimenta

DSD faktorni plan eksperimenta omogućavaju izvođenje efikasnih skrining studija u slučaju prisustva bilo kakve kombinacije trionivovskih numeričkih faktora i dvonivovskih atributivnih faktora. Ovakav tip faktornog plana eksperimenta pokazuje svoje prednosti u

slučajevima gde se očekuju statistički značajne dvofaktorne interakcije, kao i izražen nelinearan uticaj nekog od neprekidnih, numeričkih obeležja.

DSD faktorni plan eksperimenta spada u male planove eksperimenta, pa tako za šest ili više faktora analiza može biti izvedena sa svega dvostruko većim brojem eksperimenata, a da se pri tom dobije definitivan odgovor na to koji od nekoliko faktora ima najveći uticaj na odziv, tj. zavisnu promenljivu. Za razliku od konvencionalnih planova eksperimenata namenjenih skrining studijama, DSD ne samo da omogućava identifikaciju faktora koji imaju izražen nelinearni uticaj na odziv, već je, sa istim brojem eksperimenata, moguće i kvantifikovati taj uticaj.

U ključne oblasti u kojima DSD ostvaruje prednost u odnosu konvencionalne skrining postupke, spadaju:

- Mogućnost identifikacije nelinearnih efekata, kroz analizu svih neprekidnih, numeričkih faktora, na tri nivoa. Sa druge strane, standardni skrining postupci omogućavaju samo rad sa neprekidnim faktorima na dva nivoa. Konvencionalni skrining postupci mogu da uzmu u obzir i centralne tačke eksperimenta, ali primena ovih tačaka omogućava samo detekciju nelinearnosti, ne i njen opis i kvantifikovanje. Takođe, nije moguće utvrditi ni koji su faktori odgovorni za uočenu nelinearnost.
- DSD eliminiše prisustvo preslikavanja (confounding), za sve uticajne faktore i njihove kvadratne članove. Kada su u pitanju neprekidni, numerički faktori, DSD se odlikuje ortogonalnošću između glavnih efekata, dvofaktornih interakcija i kvadratnih članova. Pri tom, između dvofaktornih interakcija dolazi samo do delimičnog međusobnog preslikavanja. Sa druge strane, konvencionalni faktorni planovi za skrining studije, koji imaju sličan broj eksperimenata kao odgovarajući DSD, odlikuju se potpunim preslikavanjem dvofaktornih interakcija.
- DSD omogućava da se izbegnu skupi i vremenski zahtevni dodatni eksperimenti koji imaju za cilj da razreše dileme koje su posledica preslikavanja u inicijalnoj skrining studiji.

7.4. Struktura DSD dizajna eksperimenta

Opšta struktura DSD plana faktornog eksperimenta data je u Tabeli 7.1. Ako je dato m neprekidnih faktora, tabela će sadržati $2m+1$ različitih eksperimenata. Ukupno m eksperimenata ima svoje odraze u ogledalu (fold-over pairs), uz dodatak jednog eksperimenta u centralnoj tački plana. Kao što se vidi u tabeli 7.1, izuzimajući eksperiment u centralnoj tački plana, svaki od eksperimenata ima po jedan faktor na srednjem nivou, dok su ostali faktori na gornjem ili donjem nivou.

Tabela 7.1 Opšta struktura DSD [90]

Eksperiment u ogledalu	Eksperiment	Nivoi eksperimenta				
		$X_{i,1}$	$X_{i,2}$	$X_{i,3}$...	$X_{i,m}$
1	1	0	± 1	± 1	...	± 1
	2	0	± 1	± 1	...	± 1
2	3	± 1	0	± 1	...	± 1
	4	± 1	0	± 1	...	± 1
3	5	± 1	± 1	0	...	± 1
	6	± 1	± 1	0	...	± 1
.
.
.
m	$2m-1$	± 1	± 1	± 1	...	0
	$2m$	± 1	± 1	± 1	...	0
Centralna tačka	$2m+1$	0	0	0	...	0

Uloga parova u ogledalu (fold-over pairs) jeste da eliminisanje preslikavanja (confounding) između dvofaktornih interakcija i glavnih efekata, dok je uloga eksperimenta u centralnoj tački plana, u poslednjoj vrsti, da omogući fitovanje modela koji sadrži presek sa ordinatom, sve glavne i kvadratne efekte.

7.5. Konferencijska matrica

Za efikasno konstruisanje DSD plana eksperimenta koriste se tzv. konferencijske matrice [85]. Konferencijska matrica je matrica dimenzije $m \times m$, gde je m paran broj. Matrica C ima nule na glavnoj dijagonali, dok vandijagonalni elementi uzimaju vrednosti 1 ili -1, pri čemu matrica C zadovoljava sledeći uslov [85]:

$$C'C = (m - 1)I_{m \times m} \quad (7.1)$$

Pri čemu je:

$$C_{ii} = 0, (i = 1, 2, \dots, m)$$

$$C_{ij} \in \{-1, 1\}, (i \neq j, i, j = 1, 2, \dots, m)$$

Matrica DSD faktornog plana eksperimenta, D, formira se na osnovu:

$$D = \begin{pmatrix} C \\ 0 \end{pmatrix} \quad (7.2)$$

gde je C konferencijska matrica $m \times m$, a 0 je nula matrica $1 \times m$.

Za k parnih i neprekidnih faktora, ukupan broj eksperimenata iznosi $2k+1$, a ukoliko je k neparno, koristi se konferencijska matrica $(k+1) \times (k+1)$, pri čemu se briše poslednja kolona. Za slučaj k neparno, ukupan broj eksperimenata iznosi $2k + 3$. U eksperimentima koji uključuju i atributivne faktore, potrebna su još dva dodatna eksperimenta [90], tj. eksperimenti u centralnoj tački plana, gde su svi neprekidni faktori postavljeni na srednjem nivou. Slično tome, u slučaju k faktora, gde je k parno, ukupan broj eksperimenata iznosi $2k + 2$. Za k neparno, ukupan broj eksperimenata iznosi $2k + 4$.

Oblik matrice D za DSD kao i njegov oblik za 12 faktora [85] prikazan je formulom 7.2, gde je C $m \times m$ konferencijska matrica, a 0 je $1 \times m$ nula matrice.

$$D = \begin{pmatrix} C \\ -C \\ 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} x_1 & x_2 & x_3 & x_4 & x_5 & x_6 & x_7 & x_8 & x_9 & x_{10} & x_{11} & x_{12} \\ 0 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 0 & -1 & -1 & -1 & -1 & 1 & -1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 0 & 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & 1 & -1 & -1 \\ 1 & 1 & -1 & 0 & 1 & 1 & -1 & -1 & -1 & -1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & -1 & -1 & 0 & 1 & -1 & 1 & 1 & 1 & -1 & -1 \\ 1 & 1 & 1 & -1 & -1 & 0 & 1 & 1 & -1 & -1 & 1 & -1 \\ 1 & -1 & -1 & 1 & 1 & -1 & 0 & 1 & 1 & -1 & 1 & -1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & -1 & -1 & -1 & 0 & 1 & -1 & -1 & 1 \\ 1 & -1 & 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & 0 & 1 & 1 & -1 \\ 1 & -1 & -1 & 1 & -1 & 1 & 1 & 1 & -1 & 0 & -1 & 1 \\ 1 & -1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & 1 & -1 & 1 & 0 & 1 \\ 1 & -1 & 1 & -1 & 1 & 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & 0 \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ 0 & -1 & -1 & -1 & -1 & -1 & -1 & -1 & -1 & -1 & -1 & -1 \\ -1 & 0 & 1 & 1 & 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & -1 & -1 \\ -1 & -1 & 0 & -1 & -1 & 1 & -1 & 1 & 1 & -1 & 1 & 1 \\ -1 & -1 & 1 & 0 & -1 & -1 & 1 & 1 & 1 & 1 & -1 & -1 \\ -1 & -1 & 1 & 1 & 0 & -1 & 1 & -1 & -1 & -1 & 1 & 1 \\ -1 & -1 & -1 & 1 & 1 & 0 & -1 & -1 & 1 & 1 & -1 & 1 \\ -1 & 1 & 1 & -1 & -1 & 1 & 0 & -1 & -1 & 1 & -1 & 1 \\ -1 & -1 & -1 & -1 & 1 & 1 & 1 & 0 & -1 & 1 & 1 & -1 \\ -1 & 1 & -1 & -1 & 1 & -1 & 1 & 1 & 0 & -1 & -1 & 1 \\ -1 & 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & -1 & 1 & 0 & 1 & -1 \\ -1 & 1 & -1 & 1 & -1 & 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & 0 & -1 \\ -1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & -1 & 1 & -1 & 1 & 1 & 0 \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (7.2)$$

8. IZBOR KLJUČNIH PARAMETARA POSTPROCESIRANJA

U tehnologiji vezivne 3D štampe postprocesiranje obuhvata sledeće ključne korake:

- hlađenje radnog predmeta u prašku, u radnom prostoru mašine, nakon završetka procesiranja;
- oslobađanje radnog predmeta iz praška;
- čišćenje radnog predmeta od zaostalog praška;
- infiltraciju radnog predmeta primenom različitih tipova infiltranata (poglavlje 6);
- opcionu ručnu ili mašinsku doradu.

Sa stanovišta postizanja željenih završnih osobina radnog predmeta, infiltracija predstavlja najvažniji i najsloženiji korak u okviru postprocesiranja. U principu, infiltracijom se mogu postići:

- završni kvalitet površine radnog predmeta i njegove mehaničke osobine (zatezna, savojna, udarna čvrstoća, itd.);
- specijalne karakteristike, kao što su elastomerna svojstva i snap-fit svojstva;
- u slučaju vezivne 3D štampe u boji, infiltracija omogućava postizanje vernosti reprodukcije boja.

S obzirom da se u fokusu ovog istraživanja nalazi postizanje maksimalne zatezne čvrstoće u postupku infiltracije, na osnovu prethodno razmatrane literature moguće je nabrojati ključne parametre infiltracije koji utiču na postizanje zatezne čvrstoće:

- vrsta korišćenog infiltranta,
- način nanošenja infiltranta,
- temperature na kojima se odvijaju različite faze procesa,
- vreme sušenja epruveta nakon izrade,
- vreme pripreme infiltranta i vreme trajanja infiltracije,
- potpritisak na kojem se odvijaju priprema infiltranta i infiltracija.

8.1. Vreme sušenja epruveta nakon izrade

S obzirom da je vezivno sredstvo koje se koristi u procesu vezivne 3D štampe na vodenoj bazi, infiltraciji mora da prethodi sušenje izrađenih delova. Na ovaj način se obezbeđuje eliminisanje zaostale vlage, kako bi deo sa jedne strane imao dovoljno dobre mehaničke karakteristike da bi se proces infiltracije uspešno obavio bez oštećenja modela, dok se sa druge strane sprečava pojava zarobljenih gasnih mehurova usled isparavanja zaostale vlage. Sušenje delova se može obaviti na sobnoj temperaturi ili zagrevanjem u peći.

Sušenje na sobnoj temperaturi iziskuje duže vreme i vlaga se nikada ne može potpuno eliminisati, zbog vlažnosti okolnog vazduha. Prednost ovog načina sušenja jeste izbegavanje dodatne opreme kao što su peći, sušare itd.

Kod sušenja modela u pećima ili sušarama, sušenje delova je potpuno, tj. prisustvo zaostale vlage je svedena na minimum. Nedostatak ovog načina je izražen kod velikih delova koji iziskuju i velike peći i mogućnosti deformisanja tankih zidova usled neravnomernog sušenja.

Vrlo često se koristi kombinacija navedenih postupaka gde se nakon sušenja na vazduhu delovi dodatno suše neposredno pre infiltracije.

Kroz eksperimentalna istraživanja biće korišćena oba pristupa sušenja kako bi bio ispitan njihov uticaj na mehaničke karakteristike delova. Vreme potrebno za sušenje delova (epruveta) biće eksperimentalno definisano na osnovu praćenja promene mase tokom vremena, korišćenjem analitičke vage.

8.2. Vrsta korišćenog infiltranta

U zavisnosti od zahtevanih karakteristika delova potrebno je definisati vrstu infiltranta koji će biti korišćen. U poglavlju 6 detaljno su izloženi i objašnjeni tipovi infiltranata koji su danas najčešće u upotrebi i u zavisnosti od tipa potrebno je definisati i različite parametre infiltracije. Polazeći od toga da empirijski model infiltracije treba da obezbedi dobijanje maksimalne zatezne čvrstoće infiltriranih delova, a uzimajući u obzir dosadašnja istraživanja u oblasti [29, 30, 31, 32, 33, 34, 14] u ovom eksperimentu će biti korišćen epoksidni infiltrant. Na tržištu se može pronaći čitav niz komercijalnih epoksidnih infiltranata koji se između ostalog mogu koristiti i u procesu vezivne 3D štampe. Zbog dostupnosti, mogućnosti variranja temperaturnih parametara, jednostavnosti za rad i dobrih mehaničkih karakteristika, u istraživanjima će biti korišćen epoksidni infiltrant S 5000 proizvođača *Samson Kamnik* (Slovenija), na bazi bisfenola A. Infiltrant se sastoji od dve komponente, epoksidne smole i umreživača, koji se po proizvođačkoj specifikaciji mešaju u masenom odnosu 100:23 (epoksidna smola:umreživač). Tokom istraživanja kroz pripremne eksperimente, biće izvršena provera optimalnosti će omogućiti da se centralni eksperiment izvede korišćenjem optimalnog sastava smeše.

8.3. Temperature na kojima se odvijaju različite faze procesa

Većina epoksidnih infiltranata omogućava rad na sobnim temperaturama, ako je reč o njihovoj upotrebi u konvencionalne svrhe. S obzirom da se epoksidne smole najčešće koriste u cilju spajanja materijala ili laminiranja slojeva, zahteva se visok koeficijent viskoznosti kako bi se sprečilo razlivanje prilikom upotrebe i omogućilo preciznije nanošenje. Na taj način se olakšava rad i sprečava se rasipanje materijala. Međutim, za infiltraciju delova izrađenih vezivnom 3D štampom potrebno je koristiti smole koje imaju nizak koeficijent viskoznosti, kako bi bilo omogućeno što efikasnije prodiranje infiltranta u zeleni deo.

Za potrebe infiltracije nakon procesa vezivne 3D štampe razvijene su posebni infiltranti na bazi smola koji poseduju odgovarajuću viskoznost na sobnim temperaturama, dok kod nekih formulacija do smanjenja koeficijenta viskoznosti dolazi njihovim zagrevanjem na određenim temperaturama (kao što je slučaj kod izabranog epoksidnog infiltranta S5000). Generalno posmatrano, epoksidni infiltranti su rezistentni na povišene temperature, ali sa povećanjem temperature dolazi do povećanja brzine umrežavanja [76], što smanjuje vreme tokom koje se on može upotrebljavati u procesu nakon mešanja komponenti. Kako bi bilo omogućeno maksimalno vreme rada sa epoksidnim infiltrantom, a koeficijent viskoznosti dostigao vrednost koja omogućava dobru infiltraciju, proizvođači uz infiltrante daju preporuke o predgrevanju radi dobijanja maksimalnih rezultata. *Impens* [10], *Jiang* [82] *Lužanin* i ostali [35] su kroz svoja istraživanja koristili pristup infiltracije sa predgrevanjem epoksidnog infiltranta radi postizanja visokih mehaničkih osobina izrađenih delova.

Za izabrani epoksidni infiltrant S5000 proizvođač preporučuje predgrevanje obe komponente pre mešanja na temperaturu 40-70°C [92]. Međutim, zbog temperature okoline, epruvete i opreme, kao i vremena trajanja procesa infiltracije, temperaturu predgrevanja komponenti epoksidnog infiltranta treba držati na gornjoj granici preporučenog opsega. Radi definisanja maksimalne temperature predgrevanja epoksidnog infiltranta koja će obezbediti najsporije umrežavanje, izabrani epoksidni infiltrant S5000 će biti ispitan metodom diferencijalne skenirajuće kalorimetrije (en. *Differential Scanning Calorimetry - DSC*). Temperatura epoksidnog infiltranta neće biti promenljiva u empirijskom modelu, već će tokom procesa biti korišćena konstantna vrednost temperature koja je definisana DSC metodom.

Predgrevanje radnog predmeta (u ovom slučaju epruveta) na temperaturu infiltranta takođe može doprineti sprečavanju pothlađenja epoksidnog infiltranta i prevremeno povećanje viskoznosti, što dovodi o porasta mehaničkih osobina dobijenih delova, što je detaljno opisano u istraživanju koja su sprovedi *Lužanin* i ostali [35]. Uticaj temperature delova na zateznu čvrstoću biće ispitan za tri različite temperature delova: (i) sobnu temperaturu $\approx 20^{\circ}\text{C}$, (ii) temperaturu predgrevanja epoksidnog infiltranta i (iii) aritmetičku sredinu prethodne dve vrednosti temperatura.

8.4. Vreme pripreme infiltranta i vreme trajanja infiltracije

Kada je reč o dvokomponentnim epoksidnim infiltrantima, za pripremu komponenti (merenje masa) i njihovo mešanje potrebno je određeno vreme. Kod izabranog epoksidnog infiltranta S5000, koji je po proizvođačkoj specifikaciji potrebno predgrevati na temperaturu 40-60°C [92], vreme mešanja je potrebno svesti na minimum kako bi bio izbegnut efekat pothlađenja. S obzirom da se komponente mešaju u zadatom masenom odnosu, za infiltriranje svake epruvete potrebno je pre mešanja precizno izmeriti masu svake komponente koristeći preciznu vagu. Radi lakšeg doziranja svake komponente obično se koriste pipete ili špricevi. Eksperimentalno je utvrđeno da vreme za merenje masa iznosi približno 45 sekundi. Nakon merenja komponenti vrši se njihovo mešanje do trenutka dobijanja homogene smeše. Homogenost smeše se može vizuelno utvrditi. Naime, kada se komponente epoksidnog infiltranta pomešaju, vidljive su granice između umreživača i epoksidne smole, sve do trenutka homogenizacije smeše kada razlike nestaju i epoksidni infiltrant postaje potpuno proziran. Eksperimentalno je utvrđeno da je vreme od 10 sekundi dovoljno za potpunu homogenizaciju smeše. U toku procesa pripreme epoksidnog infiltranta, biće praćena promena temperature kako ne bi došlo do nedozvoljenog pothlađenja infiltranta i porasta viskoznosti.

Za prodiranje infiltranta u dubinu dela potrebno je određeno vreme, bez obzira kojem tipu pripada infiltrant. Osim što omogućava prodiranje infiltranta po dubini, duže vreme infiltracije omogućava istiskivanje gasnih mehurova iz porozne matrice i prodor infiltranta, čime se smanjuje ukupna poroznost delova. Međutim, kod epoksidnih infiltranata koji zahtevaju zagrevanje, duže vreme infiltracije smanjuje temperaturu infiltranta, povećavajući njegovu viskoznost, čime se smanjuje mogućnost prodiranja u osnovu (zeleni deo). Zbog toga je vreme infiltracije jedan od ključnih parametara za kvalitet infiltracije i ono će biti određeno eksperimentalno. Kao polazna osnova za određivanje vremena infiltracije korišćeni su literaturni izvori [33, 73] gde je prikazana dubina infiltracije za različite vrste infiltranata pri različitim vremenima (od 10 do 300 sekundi).

8.5. Način nanošenja infiltranta

U zavisnosti od vrste korišćenog infiltranta, proizvođači preporučuju i način njegovog nanošenja na zeleni deo (tabela 5.1). Postoji više vrsta tehnika nanošenja infiltranta:

- uranjanjem modela u infiltrant,
- nanošenje infiltranta četkom,
- prelivanjem radnog predmeta infiltrantom,
- nanošenjem infiltranta u spreju,
- korišćenjem specijalnih uređaja [19].

Kod većine infiltranata može se koristiti više načina za infiltraciju. Osim vrste infiltranta, način infiltracije zavisi i od geometrije i gabarita radnih predmeta. Nerentabilno je koristiti tehniku uranjanja velikih delova u epoksidne infiltrante, jer se neiskorišćeni deo infiltranta baca

zbog nemogućnosti razdvajanja komponenti, dok je kod cijanoakrilata ovakva tehnika najbolja jer se preostali, neupotrebljeni infiltrant vraća u bocu i iznova koristi.

Pri svojim istraživanjima različiti autori su koristili različite tehnike infiltracije, a u najčešće korišćene metode spadaju uranjanje [3, 10, 14, 73] i nanošenje četkom [24, 93]. Imajući to u vidu, ova dva načina infiltracije biće uvrštena u glavni eksperiment.

8.6. Potpritisak na kojem se odvijaju priprema infiltranta i infiltracija

Potpritisak na kojem se odvijaju priprema infiltranta i infiltracija jeste parametar koji je u većini istraživanja zanemaren, a po relevantnim istraživanjima uticaj ovog parametra na mehaničke osobine modela nije zanemarljiv. Ako se kao referentna vrednost atmosferskog pritiska uzme pritisak na nivou mora 1013,25 mbar (101325 Pa), mogu se definisati natpritisak (vrednost iznad njega) i potpritisak (vrednost pritiska ispod referentnog). Brojni autori su se bavili problematikom korišćenja potpritiska i natpritiska u procesu postprocesiranja, ne samo u tehnologiji vezivne 3D štampe već i u tehnologijama selektivnog laserskog sinterovanja. Osim variranja vrednosti potpritiska [37, 38, 39] i natpritiska [61,62,63], kroz prikazana istraživanja bile su varirane i vrednosti drugih uticajnih parametara posprocesiranja i određen njihov ukupni uticaj na mehaničke karakteristike delova.

Na osnovu prethodnih istraživanja i karakteristika dostupnog infiltranta, pretpostavlja se da upotreba potpritiska (vakuuma) u procesu infiltracije (postprocesiranja) može da obezbedi bolje mehaničke osobine delova. Pri eksperimentalnim istraživanjima potpritisak će biti obezbeđen korišćenjem digitalne vakuum komore CitoVac, Struers (Danska). Ovaj tip komore po specifikaciji može da postigne vrednost potpritiska od ~0.1 bar [94], a koja bi mogla da bude gornji nivo u planu eksperimenta. Međutim, za postizanje pritiska od 0.1 bar potrebno je oko 2 minuta, što predstavlja relativno dugo vreme i može uticati na pothlađenje epoksidnog infiltranta, a time dovesti i do povećanja viskoznosti. Takođe, eksperimentalno je utvrđeno da konstrukcija komore ne omogućava dobro zaptivanje pri ovako niskom pritisku pa često dolazi do popuštanja zaptivke na poklopcu komore. Zbog navedenih tehničkih ograničenja komore, kao gornji nivo potpritiska biće usvojena vrednost od 0.2 bar koja omogućava relativno kratko vreme postizanja zadatog potpritiska i dobro zaptivanje komore. Za vrednosti potpritiska u centralnoj tački usvojena je vrednost od 0.5 bar, dok je za donji novo usvojen pritisak od 0.8 bar.

9. DEFINISANJE PLANA EKSPERIMENTA

Eksperimentalna istraživanja sprovedena u doktorskoj disertaciji mogu se podeliti u četiri dela, koja čine:

- i.* Grupa pripremnih eksperimentalnih istraživanja koja za cilj imaju utvrđivanje vrednosti centralnog nivoa parametra procesa kao i vrednosti njihovih gornjih i donjih nivoa. Takođe, kroz ovaj deo biće definisani i parametri procesa koji u centralnom eksperimentu neće biti varirani, kao što su vreme sušenja epruveta, temperatura predgrevanja komponenti epoksida, vreme infiltracije i maseni odnos komponenti epoksidne smole.
- ii.* Eksperiment za određivanje zatezne čvrstoće epruveta infiltriranih na konvencionalan način.
- iii.* Eksperiment baziran na DSD faktornom planu eksperimenta, koji će omogućiti formiranje optimizovanog modela vakuumske infiltracije i definisanje optimalnih parametara infiltracije, kao i optimirane vrednosti zatezne čvrstoće.
- iv.* Eksperimentalna verifikacija optimizovanog modela vakuumske infiltracije.

9.1. Pripremni eksperimenti

9.1.1. Vreme sušenja epruveta

Nakon završetka procesa štampe epruvetama je potrebno određeno vreme kako bi se dovoljno osušile, odnosno postigle mehaničke osobine koje su dovoljne za bezbedno vađenje iz štampača (bez oštećenja). Po preporuci proizvođača štampača vreme potrebno za sušenje modela je 1h. U softver štampača (Z print) implementiran je brojač koji nakon isteka vremena potrebnog za sušenje obavestava operatera. Međutim, u slučaju štampe modela koji se nalaze jedan iznad drugog ili visokih delova, prema iskustvu stečenom tokom eksperimentalnih istraživanja, to vreme je potrebno produžiti na minimum 2h. S obzirom da su epruvete štampane u jednom nivou i da je njihova debljina mala (3.2 mm) za njihovo bezbedno vađenje dovoljno je preporučeno vreme sušenja.

Vezivno sredstvo koje se koristi u procesu vezivne 3D štampe jeste na bazi vode, pa se epruvete ne mogu potpuno osušiti za vreme od 1h. Sušenje odštampanih epruveta nastavlja se i nakon njihovog vađenja iz štampača, uobičajeno na sobnoj temperaturi na vazduhu. U procesu infiltracije epoksidnim infiltrantom koji je predgrejan na određenu temperaturu, zaostala vlaga u modelu može stvoriti gasne mehurove koji nakon sušenja stvaraju pore i predstavljaju koncentratore napona. Povećan broj pora smanjuje mehaničke karakteristike modela. Da bi se količina zaostale vlage svela na minimum, potrebno je radne predmete (epruvete) ostaviti određeno vreme na sobnoj temperaturi, kako bi procenat zaostala vlage u njima bio sveden na minimum.

U cilju definisanja minimalnog vremena koje je potrebno za potpuno sušenje epruveta, biće praćena promene mase epruveta tokom vremena. S obzirom da će za ispitivanja zatezne čvrstoće biti korišćene epruvete čije su dimenzije i oblik definisani standardom ASTM D 638 – 02a, za utvrđivanje vremena sušenja biće korišćene epruvete istog oblika. Vreme sušenja će biti utvrđeno praćenjem gubitka mase odštampanih epruveta do trenutka kada gubitak mase bude zanemarljiv. Promena mase biće praćena od trenutka vađenja epruveta iz štampača (nakon jednočasovnog sušenja u njemu) korišćenjem precizne analitičke vage tačnosti 0.0001g, na uzorku od 7 epruveta. Merenja će se obavljati po tačno utvrđenim vremenima i to u prvih četiri sata nakon vađenja iz štampača meriće se na svakih pola sata, druga četiri sata na sat vremena, zatim na 12 sati, 24 sata i 48 sati.

9.1.2. Temperatura predgrevanja epoksidnog infiltranta

Epoksidni infiltrant koji će biti korišćen tokom istraživanja (S 5000, Samson Kamnik, Slovenija), po specifikaciji proizvođača treba da bude predgrejan na temperaturu od 40-60°C kako bi se dobili najbolji rezultati. Međutim, zbog pripreme smeše, njenog tretmana na potpritisku i trajanja same infiltracije, postoji mogućnost njenog pothlađenja i povećanja koeficijenta viskoznosti, što može uticati na odvijanje procesa infiltracije, a time i na mehaničke karakteristike modela. Sa druge strane, ako je ulazna temperatura previsoka, može doći do prebrze reakcije i umrežavanja epoksida, što skraćuje vreme korišćenja pripremljenog epoksida u procesu, ili čak dovodi do njegove oksidacije i razgradnje. Za utvrđivanje maksimalne temperature predgrevanja pri kojoj ne dolazi do povećanja brzine umrežavanja epoksidnog infiltranta, biće korišćena diferencijalna skenirajuća kalorimetrija (DSC). Nakon računarske obrade podataka, generiše se dijagram brzine umrežavanja u zavisnosti od temperature, na osnovu kojeg će biti usvojena temperatura predgrevanja infiltranta, koja će biti korišćena u ovom eksperimentalnom istraživanju.

9.1.3. Vreme infiltracije

Kao vreme infiltracije biće usvojen najkraći vremenski interval koji omogućava da infiltrant ostvari maksimalno prodiranje po dubini uzorka uronjenog u epoksidni infiltrant. Uzorci za ovaj eksperiment biće oblika kocke, stranice 15 mm. Na osnovu literaturnih podataka, vreme infiltracije pri korišćenju poliuretanskih i epoksidnih infiltranata kreće se od 60 sekundi, naviše.

Na osnovu tih podataka biće izrađeno 5 uzoraka - test kocki, koje će biti infiltrirane prema planu prikazanom u tabeli 9.1. Planom eksperimenta nisu predviđene replikacije.

Tabela 9.1 Vreme infiltracije test kocki

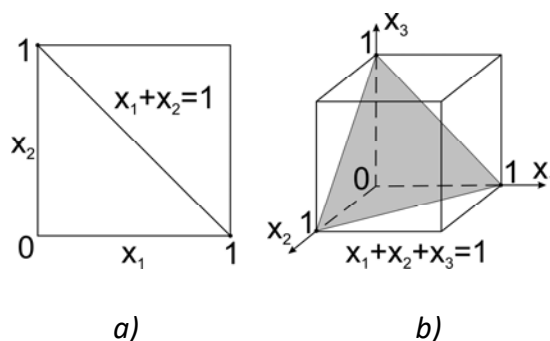
Broj test kocke	#1	#2	#3	#4	#5
Vreme inf. [s]	60	120	180	240	300

Nakon završene infiltracije i sušenja, test kocke će biti presečene i digitalnim kljunastim pomičnim merilom biće izmerena dubina infiltracije za svaku test kocku. S obzirom da infiltrant može da proдре u model samo do određene dubine, nakon određenog vremena dubina infiltracije se neće povećavati, tj. biće ostvareno maksimalno prodiranje infiltranta u zeleni deo. Najkraći vremenski interval u kojem je moguće ostvariti maksimalnu dubinu prodiranja, biće usvojen kao vreme infiltracije u eksperimentalnim istraživanjima.

9.1.4. Definisanje procentualnog udela komponenti u epoksidnom infiltrantu

Za definisanje procentualnog odnosa komponenti epoksidne smole, biće korišćen faktorni eksperiment sa proporcijama (*Mixed DoE*). Ova vrsta eksperimenta polazi od pretpostavke da odziv zavisi isključivo do relativnih proporcija smeše, a ne i od njene količine [95].

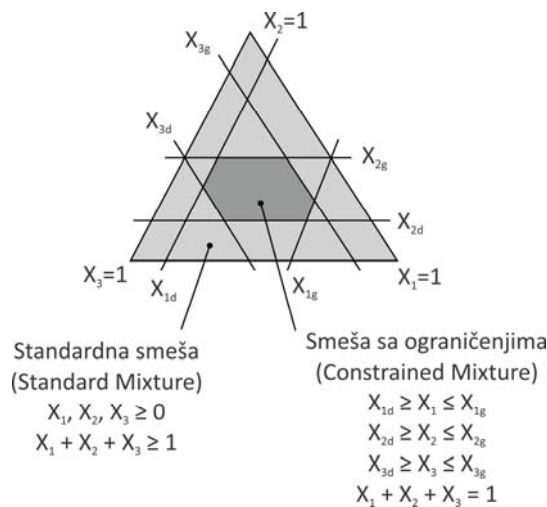
Ključnu razliku između klasičnog faktornog eksperimenta i faktornog eksperimenta sa proporcijama čini oblik prostora eksperimenta (design space). Prostor klasičnog faktornog eksperimenta jeste skup svih mogućih kombinacija nezavisnih promenljivih. Sa druge strane, prostor faktornog eksperimenta sa proporcijama čini skup svih mogućih kombinacija relativnih proporcija svake komponente ponaosob. Pretraživanje prostora faktornog eksperimenta sa proporcijama podrazumeva ispitivanje i vrednovanje svih mogućih eksperimenata u okviru datog prostora, kao i optimizaciju sa aspekta zadatih ograničenja, koja se mogu odnositi na parametre izučavanog procesa ili na količine pojedinih komponenti smeše. Razlika između faktornog eksperimenta sa proporcijama, za slučaj dve i tri promenljive, tj. komponente, prikazana je na slici 9.1.



Slika 9.1 Šema faktornog eksperimenta sa proporcijama, a) za dve i b) za tri komponente [96]

U slučaju standardnog eksperimenta koriste se Simplex-lattice i Simplex-centroid tipovi eksperimenata. Ukoliko komponente smeše podležu i dodatnim ograničenjima, kao što su na primer minimalna ili maksimalna količina svake od komponenti, tada se radi o ograničenom

faktornom eksperimentu sa proporcijama (*Constrained Mixture Design*). Prostor ovog tipa eksperimenta prikazan je slici 9.2, kao mnogougao u okviru trougla. Za ovaj tip eksperimenta pogodan je *Extreme-vertices design*.



Slika 9.2 Prostor ograničenog faktornog eksperimenta sa proporcijama [97]

Faktorni eksperiment sa proporcijama je odabran tako da omogući ispitivanje prisustva nelinearnosti u efektu koji sastavne komponente infiltranta imaju na ispitivani odziv, tj. zateznu čvrstoću epruveta. S tim u vezi, za eksperiment u ovom radu odabran je faktorni eksperiment tipa *extreme vertices*, koji omogućava modeliranje sa ograničenjima, uz primenu *čvornih*, *centralnih* i *aksijalnih* tačaka.

Karakteristika faktornih eksperimenata sa proporcijama koji koriste ograničenja (*constrained designs*) - tj. kod kojih su zadate donje i gornje granice komponenata u smeši, jeste da imaju regresione koeficijente između kojih postoji izražena korelacija. U slučaju eksperimenta koji je rađen u disertaciji, donje i gornje granice postoje, jer obe komponente moraju biti prisutne, tj. smeša ne može sadržati nula posto smole ili umreživača.

U cilju smanjenja prisustva korelacije između regresionih koeficijenata, potrebno je komponente smeše transformisati u tzv. *pseudokomponente*. Primena pseudokomponenti omogućava takvo skaliranje prostora da minimalna dozvoljena količina (donja granica) svake od komponenti bude nula. Na ovaj način se eksperiment sa ograničenjem uz primenu pseudokomponenti, svodi na eksperiment bez ograničenja sa proporcijama.

Važno je napomenuti da za razliku od klasičnog faktornog eksperimenta, komponente nisu nezavisne, odnosno njihov zbir mora uvek biti 100%. Na osnovu proizvođačke preporuke smeša epoksida treba da sadrži 100 delova smole i 23 dela umreživača, što u proporcijama iznosi 0.8130 i 0.1870. Ovaj odnos predstavlja centralnu tačku eksperimenta. Na osnovu prethodno napisanog, definisan je prostor eksperimenta i prikazan u tabeli 9.2.

Tabela 9.2 Granice komponenti korišćene u eksperimentu

	Donja granica	Gornja granica
Smola	97	103
Umreživač	20	26

Eksperiment sadrži ukupno pet tačaka - dve čvorne tačke sa po dve replike, jednu centralnu tačku sa tri replike i po jednu aksijalnu tačku sa obe strane centralne tačke, sa po dve replike, što zahteva ukupno 13 uzoraka. Tačke su prikazane u tabeli 9.3. Tabela 9.3 takođe daje prikaz i realnih masenih udela komponenti, kao i proporcionalne udele i pseudokomponente. Ukupna masa potrebnog infiltranta određena je na osnovu dimenzija posude za infiltraciju, vodeći računa o minimalnom utrošku smole pri kome će epruvete biti uronjene u smolu celom zapreminom i iznosila je 54.1 g.

Tabela 9.3 Tabela eksperimenta za dizajn eksperimenta sa proporcijama (Mixture DoE)

Tačke	Tip	Udeli komponenti					
		Maseni udeli [g]		Proporcionalni udeli		Pseudokomponente	
		Smola	Umreživač	Smola	Umreživač	Smola	Umreživač
1.	Čvor	45.3	8.8	103	20	1.0	0.0
2.	Čvor	42.7	11.4	97	26	0.0	1.0
3.	Centralna	44.0	10.1	100	23	0.5	0.5
4.	Aksijalna	44.6	9.5	101.5	21.5	0.75	0.25
5.	Aksijalna	43.3	10.8	98.5	24.5	0.25	0.75
6.	Čvor	45.3	8.8	103	20	1.0	0.0
7.	Čvor	42.7	11.4	97	26	0.0	1.0
8.	Centralna	44.0	10.1	100	23	0.5	0.5
9.	Aksijalna	43.3	10.8	98.5	24.5	0.25	0.75
10.	Aksijalna	44.6	9.5	101.5	21.5	0.75	0.25
11.	Aksijalna	44.6	9.5	101.5	21.5	0.75	0.25
12.	Aksijalna	43.3	10.8	98.5	24.5	0.25	0.75
13.	Centralna	44.0	10.1	100	23	0.5	0.5

Na osnovu tabele 9.3 napravljene su formulacije infiltranta koje su potom korišćene za infiltraciju trinaest standardnih epruveta za ispitivanje zatezne čvrstoće, prema ASTM D 638 - 02a.

9.2. Konvencionalna infiltracija

Za utvrđivanje zatezne čvrstoće korišćenjem konvencionalne infiltracije, korišćene su preporučene vrednosti temperaturnih parametara i odnosa komponenti epoksida od strane proizvođača epoksidne smole [92]. Po proizvođačkoj deklariranoj vrednosti preporučena temperatura predgrevanja smole je između 40 i 70°C, pa je radi smanjenja uticaja pothlađenja usled temperature okoline i epruvete, usvojena gornja temperaturna granica od 70°C. Maseni odnos epoksida i umreživača korišćen u eksperimentu je 100:23, takođe po preporuci proizvođača. Usvojeni metod infiltracije je uranjanje u epoksid, a količina epoksida je usvojena na osnovu dimenzije posude za infiltraciju, kao u eksperimentu za definisanje odnosa komponenti.

Eksperimentalni rezultati dobijeni primenom konvencionalne infiltracije biće korišćeni za poređenja sa rezultatima koji su dobijeni u eksperimentu za definisanje procentualnih udela komponenti epoksidnog infiltranta, kao i za poređenje sa rezultatima koji budu dobijeni primenom optimizovanog modela vakuumske infiltracije.

9.3. DSD faktorni plan eksperimenta (Definitive Screening Design)

Nakon usvajanja faktora koji će biti uvršteni u plan faktornog eksperimenta, a koje čini pet numeričkih i jedan atributivni faktor, kreira se plan eksperimenta. Svi numerički faktori su definisani u tri nivoa, centralnim (0), maksimumom (+1) i minimumom (-1) dok atributivni faktor, koji predstavlja metod infiltracije, ima dva nivoa, uranjanje epruvete u infiltrant i nanošenje infiltranta četkom.

Plan DSD faktornog eksperimenta prikazan je u tabeli 9.4. Plan je kreiran je kao simetrična matrica [84, 90] uz pomoć softvera za statističku obradu JMP SAS.

Tabela 9.4 Prikaz DSD plana eksperimenta koji će biti korišćen za formiranje optimizovanog modela vakuumske infiltracije

Run ord.	Oznaka epruvete No.	Pritisak mešanja MIX_P	Vreme mešanja MIX_T	Predgrevanje PRE_H	Finalni pritisak INF_P	Finalno vreme INF_T	Metod infiltracije INF_M
11	14	0	+1	+1	-1	+1	Četka
3	1	0	-1	-1	+1	-1	Uranjanje
12	16	-1	0	-1	-1	+1	Uranjanje
13	17	+1	0	+1	+1	-1	Četka
1	2	-1	-1	0	+1	+1	Četka
4	9	+1	+1	0	-1	-1	Uranjanje
7	7	-1	+1	-1	0	-1	Četka
14	18	+1	-1	+1	0	+1	Uranjanje
10	15	-1	+1	+1	+1	0	Uranjanje
9	11	+1	-1	-1	-1	0	Četka
8	13	-1	-1	+1	-1	-1	Četka
5	5	+1	+1	-1	+1	+1	Uranjanje
6	12	0	0	0	0	0	Uranjanje
2	8	0	0	0	0	0	Četka

9.4. Verifikacija optimuma dobijenog na osnovu primene optimizovanog modela vakuumske infiltracije

Nakon statističke obrade rezultata iz prethodnog eksperimenta i usvajanja optimalnih parametara procesa infiltracije koji treba da omoguće dobijanje maksimalne zatezne čvrstoće, biće izvršena i eksperimentalna verifikacija. Za verifikaciju će biti izrađene tri epruvete koje će biti vakuumski infiltrirane primenom parametara koji su optimizovani na osnovu prethodno usvojenog regresionog modela, nakon čega će biti izmerena njihova zatezna čvrstoća.

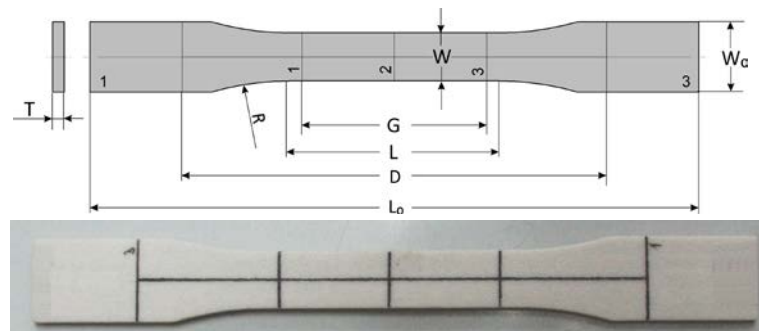
Osim zatezne čvrstoće biće posmatrana i morfologija loma. Za ispitivanje morfologije loma biće korišćen elektronski mikroskop (SEM).

U cilju kvantitativnog poređenja poroznosti između peruveta koje su infiltrirane primenom konvencionalne metode i primenom optimizovanog modela vakuumske infiltracije, biće realizovano i ispitivanje poroznosti živinom porozimetrijom.

10. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA

10.1. Izrada epruveta

Za ispitivanje zatezne čvrstoće delova dobijenih vezivnom 3D štampom korišćen je ASTM standard, tj. njegov deo D 638 - 02a koji se odnosi na ispitivanje zatezne čvrstoće polimernih materijala. S obzirom da je razvoj tehnologija za AM doživeo procvat poslednjih godina, još uvek kroz standarde ne postoje definisane norme za ispitivanje materijala iz ove oblasti. Međutim, većina materijala koji se koriste u aditivnim tehnologijama predstavlja polimere i kompozite pa je stoga veliki broj istraživanja iz ove oblasti baziran na pomenutom standardu. Izgled standardne epruvete za ispitivanje zatezne čvrstoće prema ASTM D 638 - 02a prikazan je na slici 10.1. Pored grafičkog dimenzija i oblika epruvete na slici je prikazana i fotografija epruveta dobijena tehnologijom vezivne 3D štampe sa označenim karakterističnim zonama.



Oznaka	Dimenzije [mm]
L_0 – Ukupna dužina epruvete ¹	min 165
D – Rastojanje između mesta prihvatanja	115 ± 5
L – Dužina paralelnog dela	57 ± 0.5
G – Početna merna dužina	50 ± 0.25
W – Širina mernog dela	$13^{+0}_{-0.1}$
W_0 – Ukupna širina epruvete ¹	min $19 + 6.4$
T – Debljina	3.2 ± 0.4
R – Radijus	76 ± 1

¹ Za neke materijale se dužina povećava kako bi se izbeglo pucanje u čeljustima kidalice

Slika 10.1 Epruveta za ispitivanje zatezne čvrstoće po ASTM D 638 - 02a

Epruvete su izrađene od komercijalno dostupnog kompozitnog materijala na bazi gipsa proizvođača 3D Systems (Z Corporation), proizvođačke oznake ZP 131. Tačna formulacija materijala nije dostupna zbog zaštite proizvoda ali se približni maseni udeli komponenti mogu pronaći u bezbednosnim listama (*Safety Data Sheet*) i prikazani su u tabeli 10.1 [98].

Tabela 10.1 Sastav praha ZP 131 [99]

Sastojak	Aproksimativni maseni udeo [%]
1. Gips sa sadržajem kristalnog silicijum dioksida <1%	50-95%
2. Vinil polimer	2-20%
3. Ugljeni hidrati	1-20%
4. Sulfatne soli	1-20%

Kao vezivno sredstvo korišćena je formulacija na bazi vode oznake zb60 istog proizvođača.

Uređaj za vezivnu 3D štampu američkog proizvođača 3D Systems, oznake Z310 plus kojim su izrađene epruvete pripada klasi profesionalnih uređaja za tehnologije aditivne proizvodnje. Tehničke karakteristike uređaja i uređaj prikazani su na slici 10.2.



Radna komora	203 x 254 x 203 [mm]
Debljina sloja praha	0.089 – 0.203 [mm]
Rezolucija	300 x 450 [dpi]
Radna brzina	2 – 4 sloja u minuti ≈25 mm/h po Z osi
Formati fajlova	STL, VRML, 3DS, PLY
Težina mašine	115 [kg]
Broj glava za štampanje	1
Gabariti štampača	860 x 740 x 1090 [mm]
Način montiranja	Postavlja se na pod
Zahtevano napajanje	U=230 [V] I=2.4 [A]

Slika 10.2 Uređaj za vezivnu 3D štampu Z310 plus i tehničke karakteristike

Korišćenjem kombinacije navedenog praha (ZP131) i veziva (zb60) moguće je izraditi modele sa debljinom sloja 0.1 mm i 0.0875 mm. Manja debljina sloja produžava vreme štampe, a po dostupnim literaturnim izvorima može se zaključiti da ima vrlo malo uticaja na mehaničke karakteristike izrađenog modela. Zbog uštede u vremenu štampe debljina sloja kojom su izrađene

epruvete iznosila je 0.1 mm. Na slici 10.3a prikazan je jedan sloj prilikom štampe epruveta, dok su na slici 10.3b prikazane epruvete koje se nalaze u radnom prostoru štampača neposredno pre čišćenja. Stepen zasićenja, koji je detaljno objašnjen u poglavlju 2, po celoj zapremini epruveta je bio identičan i iznosio je 0.107481 (100%).



a)

b)

Slika 10.3 Izrada epruveta tehnologijom vezivne 3D štampe a) prikaz jednog sloja, b) neočišćene epruvete u radnom prostoru štampača

10.2. Definisanje vremenskog intervala za sušenje epruveta

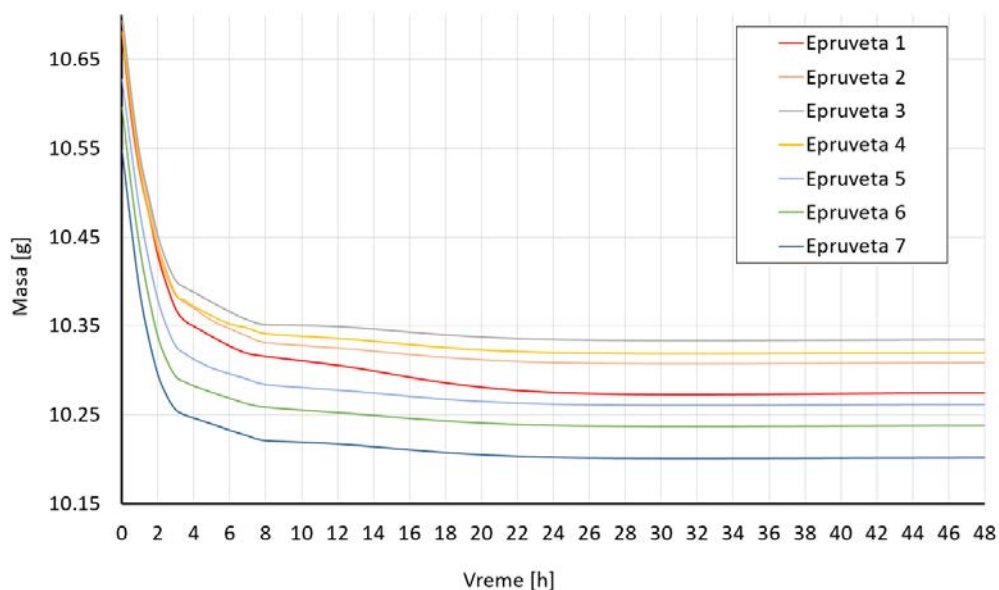
U cilju utvrđivanja vremena koje je potrebno za za sušenje epruveta, na uzorku od 7 epruveta izrađenih po standardu ASTM D 638 - 02a, praćena je promena mase tokom vremenskog intervala od 48h. Za praćenje promene mase korišćena je tehnička vaga Tehnica Železniki tačnosti 0.0001 g (slika 10.4). Temperatura okoline tokom eksperimenta iznosila je $22 \pm 1^{\circ}\text{C}$, a rezultati merenja su prikazani u tabeli 10.2 i dijagramski na slici 10.5.



Slika 10.4 Analitička vaga Technica Železniki

Tabela 10.2 Podaci o smanjivanju mase epruveta tokom vremena

Vreme sušenja [h]	Masa epruvete [g]						
	#1	#2	#3	#4	#5	#6	#7
0	10.6782	10.6935	10.7016	10.6816	10.6278	10.5962	10.5479
0.5	10.5878	10.6029	10.6133	10.5952	10.549	10.5091	10.4628
1	10.5215	10.5343	10.5412	10.5251	10.4769	10.4361	10.3867
1.5	10.4758	10.4872	10.4948	10.4770	10.4225	10.3815	10.3348
2	10.4286	10.4411	10.4510	10.4348	10.3784	10.3377	10.2951
2.5	10.3952	10.4100	10.4211	10.4050	10.3479	10.3109	10.2710
3	10.3683	10.3852	10.4004	10.3839	10.3265	10.2931	10.2555
3.5	10.3555	10.3761	10.3932	10.3788	10.3185	10.2872	10.2500
4	10.3493	10.3697	10.3877	10.3718	10.3120	10.2827	10.2465
5	10.3379	10.3558	10.3765	10.3612	10.3022	10.2754	10.2398
6	10.3270	10.3464	10.3657	10.3519	10.2955	10.2689	10.2328
7	10.3188	10.3381	10.3566	10.3472	10.2895	10.2625	10.2265
8	10.3155	10.3310	10.3512	10.3411	10.2836	10.2588	10.2211
12	10.3055	10.3250	10.3490	10.3358	10.2773	10.2527	10.2173
24	10.2748	10.3085	10.3345	10.3198	10.2615	10.2383	10.2023
48	10.2742	10.3082	10.3343	10.3195	10.2611	10.2381	10.2019



Slika 10.5 Dijagram smanjenja mase epruveta tokom vremena

Uvidom u dijagram promene mase (slika 10.5) može se zaključiti da nakon 24 h dolazi do stabilizacije mase epruveta i u toku nastavka sušenja na sobnoj temperaturi ($22\pm 1^{\circ}\text{C}$), beleže se promene ispod 0.01%. Na osnovu ovako dobijenih rezultata, usvojen je vremenski interval sušenja epruveta od 24h.

10.3. Vreme infiltracije

Pri utvrđivanju potrebnog vremena infiltracije korišćeno je pet uzoraka oblika kocke, stranice 15mm. Test kocke su izrađene korišćenjem istih parametara vezivne 3D štampe koji su primenjeni prilikom izrade epruveta (poglavlje 10.1). Odštampane, neinfiltrirane test kocke prikazane su na slici 10.6.



Slika 10.6 Test kocke nakon procesa vezivne 3D štampe

Nakon sušenja od 24h, test kocke su infiltrirane epoksidnom smolom S5000, tako što su celom zapreminom uronjene u posudu sa epoksidnim infiltrantom. Prema planu eksperimenta, vreme zadržavanja test kocki u infiltrantu iznosilo je od 60 do 300 sekundi, sa priraštajem od 60 sekundi (tabela 9.1). Svaka kocka je pojedinačno infiltrirana.


Nakon infiltracije i sušenja, test kocke su isečene brusnim kamenom, kako bi bila određena tačna dubina infiltracije za svaki vremenski parametar. Nakon sečenja bilo je potrebno odvojiti infiltriranu od neinfiltrirane zone i izvršiti precizno merenje (slika 10.7 uzorak levo). S obzirom da je, za razliku od infiltriranog dela zapremine kocke, neinfiltrirana zapremina rastvorljiva u vodi, jednostavnim uranjanjem isečene kocke u vodu i rastvaranjem zelenog dela, bilo je moguće fizički odvojiti dve zapremine. Presečene kocke, pre i nakon razdvajanja infiltriranog i neinfiltriranog dela zapremine, prikazane su na slici 10.7.



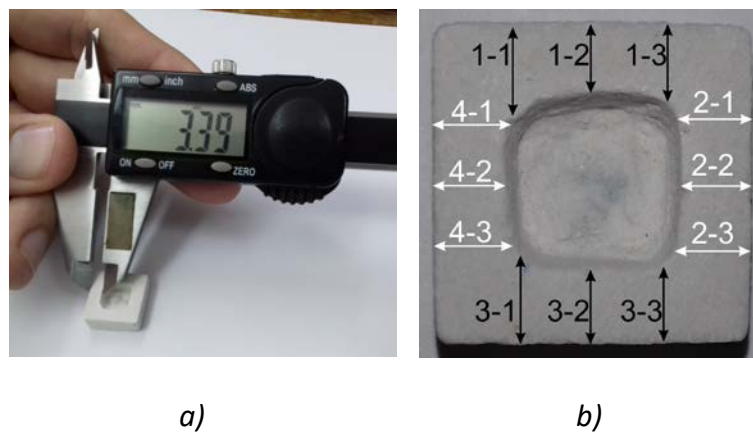
Slika 10.7 Presečene test kocke, nakon infiltracije

U zavisnosti od vremena infiltracije dubina prodiranja infiltranta je bila različita, što je prikazano u tabeli 10.3.

Tabela 10.3 Prikaz dubine prodiranja infiltranta u zavisnosti od vremena infiltracije

R.Br.	1	2	3	4	5
					
Vreme [s]	60	120	180	240	300

Za merenje dubine infiltracije korišćeno je digitalno kljunasto pomično merilo tačnosti 0.01mm (slika 10.8a). Merenja su izvršena na 12 mesta duž ivica uzoraka (slika 10.8b) i kao relevantna vrednost uzeta je aritmetička sredina vrednosti dubine svih dvanaest mernih mesta.



Slika 10.8 Određivanje dubine infiltracije

a) merenje kljunastim pomičnim merilom i b) merna mesta na uzorku

Rezultati merenja dubine prodiranja infiltranta na dvanaest mernih mesta i izračunate aritmetičke sredine, prikazani su u tabeli 10.4.

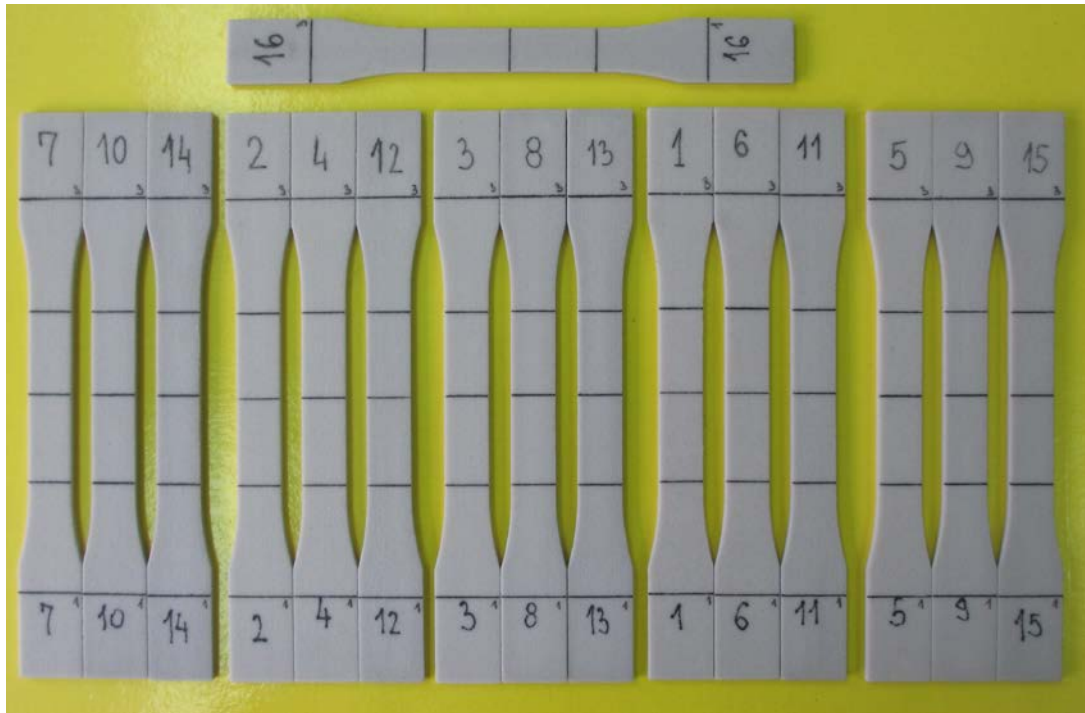
Tabela 10.4 Vrednosti izmerenih dubina infiltracije na obeleženim presecima (slika 10.8b)

R.Br.	1-1	1-2	1-3	2-1	2-2	2-3	3-1	3-2	3-3	4-1	4-2	4-3	Avg.
1	4.11	3.39	3.76	3.74	3.47	3.82	3.83	3.85	4.00	4.08	3.60	3.78	3.79
2	4.62	4.37	4.33	4.16	3.91	3.86	4.52	4.00	4.50	4.39	3.88	4.44	4.25
3	4.78	4.88	5.00	4.97	4.88	5.00	4.72	4.50	5.00	5.42	5.08	5.52	4.98
4	5.50	5.00	5.39	5.22	4.65	5.38	5.35	4.53	4.84	4.95	4.95	4.26	5.00
5	4.73	5.02	5.10	5.00	5.29	5.29	5.04	4.99	4.89	4.8	5.04	5.10	5.02

Rezultati merenja pokazuju da nakon vremena od 180 sekundi dubina infiltracije dalje raste samo neznatno (oko 0.04 mm), pa je, u daljem eksperimentu, ovo vreme usvojeno kao maksimalna vremenska dužina infiltracije.

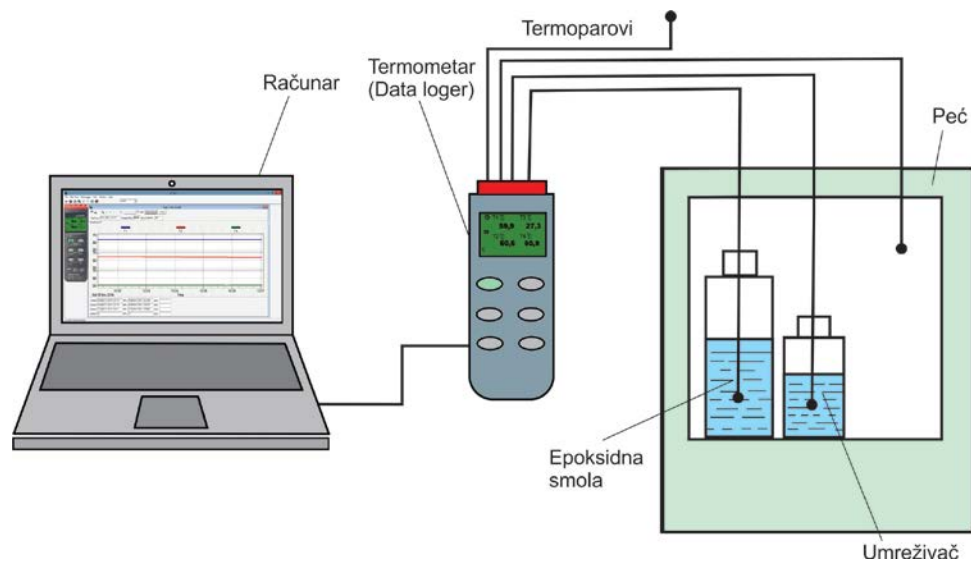
10.4. Definisanje optimalnog procentualnog udela komponenti epoksidnog infiltranta

Definisanje optimalnog procentualnog udela komponenti epoksidnog infiltranta koji će biti korišćen u glavnom eksperimentu, realizovano je na osnovu plana eksperimenta prikazanog u tabeli 9.3. Eksperiment je realizovan sa 13 epruveta, a izrađene su tri epruvete više koje se služile kao rezervne u slučaju oštećenja prilikom izvođenja eksperimenta (slika 10.9).



Slika 10.9 Epruvete korišćene u eksperimentu za definisanje optimalnog procentualnog udela komponenti epoksidnog infiltranta

Epoksidni infiltrant je na osnovu deklaracije proizvođača predgrejan na maksimalnu preporučenu temperaturu od 70°C korišćenjem laboratorijske peći (Georg Fischer +GF+, Švajcarska). Kako bi bila eliminisana eventualna zaostala vlaga i njen uticaj na rezultate eksperimenta, epruvete su zajedno sa epoksidnim infiltrantom bile predgrejane na zadatu temperaturu. Temperaturni parametri procesa praćeni su korišćenjem termoparova priključenih na četvorokanalni termometar (data logger HH309A), rezolucije 0.1°C, koji je bio povezan sa računarnom. Povezivanjem termometra sa računarnom omogućilo je prikupljanje podataka o promeni temperature tokom vremena i njihov izvoz u Excel datoteku. Korišćena su sva četiri dostupna kanala radi praćenja temperature okoline, unutrašnjosti peći, epoksidne smole i umreživača. Termoparovi koji su merili temperaturu komponenti epoksidnog infiltranta bili su uranjeni u njih kako bi bila očitana temperatura u unutrašnjoj zapremini tečnih komponenti. Šematski prikaz merne opreme prikazan je na slici 10.10, dok je na slici 10.11 prikazana ista oprema instalirana u realnom okruženju.



Slika 10.10 Šematski prikaz opreme za praćenje temperaturnih parametara



Slika 10.11 Oprema za praćenje temperaturnih parametara u realnom okruženju

Nakon dostizanja temperature obavljeno je merenje masenih udela komponenti epoksidnog infiltranta i njihovo mešanje. S obzirom da je infiltracija vršena metodom uranjanja epruveta, potrebna količina epoksida je određena na osnovu zapremine izrađene posude za infiltraciju, a vodeći računa o minimalnom utrošku infiltranta. Ukupna masa epoksidnog infiltranta koja je korišćena u eksperimentu iznosila je 54 g (epoksidna smola plus umreživač). Za precizno merenje mase komponenti korišćena je digitalna tehnička vaga *Radwag 2100/C/2, Poljska*, tačnosti 0.01 g (slika 10.12), dok je doziranje komponenti vršeno špricom. Radi smanjenja pothlađenja epoksida usled odvođenja toplote u okolinu, staklena posuda za njegovu pripremu kao i metalni mešač bili su predgrevani zajedno sa komponentama epoksidnog infiltranta i epruvetama.



Slika 10.12 Digitalna vaga za merenje mase komponenti epoksidnog infiltranta, Redwag 2100/C/2

Epruvete su infiltrirane uranjanjem u grupama po tri, radi uštede infiltranta i smanjenja pothlađenja (slika 10.13). Vreme infiltracije, definisano prethodnim eksperimentom, iznosilo je 180s. Nakon završene infiltracije epruvete su vađene iz epoksidnog infiltranta, višak je uklanjan ubrusom, a epruvete su ostavljene 24h na sobnoj temperaturi radi sušenja i postizanja finalnih mehaničkih karakteristika.



Slika 10.13 Infiltracija epruveta uranjanjem u epoksidni infiltrant

Ispitivanje zatezne čvrstoće epruveta vršeno je na kidalici Shimadzu EZ-LX HS (Japan), prikazanoj na slici 10.14a. Parametri ispitivanja su propisani standardom ASTM D 638; brzina zatezanja 50 mm/min, rastojanje čeljusti 115 mm i temperatura okoline od 25°C. Epruveta postavljena u čeljusti kidalice prikazana je na slici 10.14b.



a)

b)

Slika 10.14 Uređaj za ispitivanje zatezne čvrstoće a) Shimadzu EZ-LX HS i b) epruveta postavljena u čeljusti

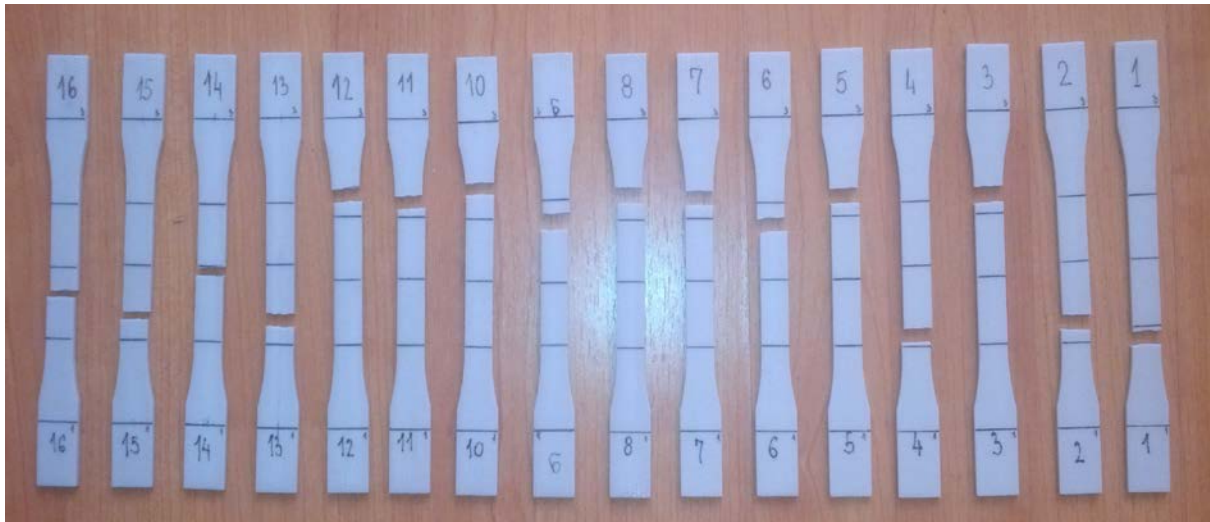
Vrednosti zatezne čvrstoće su određene na osnovu formule (10.1) i prikazane su u tabeli 10.5 dok su na slici 10.15 prikazane epruvete nakon razaranja.

$$R_m = \frac{F_m}{S_0} \quad (10.1)$$

Gde je :
 R_m – zatezna čvrstoća
 F_m – maksimalna sila
 S_0 – početna površina poprečnog preseka epruvete.

Tabela 10.5 Rezultati testa zatezne čvrstoće

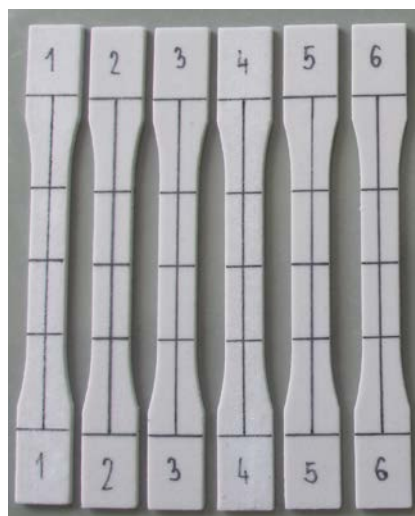
Tačka	F_m [N]	S_0 [mm ²]	R_m [MPa]
1	888.380	44.780	19.839
2	973.585	45.185	21.547
3	889.030	42.894	20.726
4	829.372	42.699	19.424
5	914.928	43.190	21.622
6	843.459	42.928	19.648
7	899.349	43.420	20.713
8	936.020	44.186	21.183
9	936.245	44.750	20.921
10	854.245	42.957	19.677
11	863.107	44.194	19.530
12	891.942	43.190	20.652
13	940.185	45.451	20.819



Slika 10.15 Epruvete nakon testa zatezne čvrstoće

10.5. Verifikacija modela (konvencionalna infiltracija)

U cilju poređenja rezultata merenja zatezne čvrstoće koji su dobijeni na osnovu optimizacije procentualnog udela komponenti epoksidnog infiltranta, izvršen je i eksperiment merenja zatezne čvrstoće na epruvetama koje su infiltrirane korišćenjem standardnih preporuka proizvođača. Za određivanje zatezne čvrstoće izrađeno je šest epruveta (slika 10.16) sa parametrima procesa vezivne 3D štampe definisanim u poglavlju 10.1. Infiltracija je izvršena sa sledećim parametrima: (i) temperatura komponenti epoksidnog infiltranta 70°C; (ii) odnos komponenti 100:23 (epoksidna smola : umreživač) i (iii) način nanošenja smole je uranjanje epruvete u epoksidni infiltrant. Takođe, korišćeno je i predgrevanje epruveta u peći sa ciljem da se smanji procenat zaostale vlage u njima, što bi moglo uticati na pouzdanost dobijenih podataka. Za kontrolu temperature peći i komponenti epoksidnog infiltranta korišćena je oprema prikazana na slici 10.10. Sila kidanja, površina poprečnog preseka epruveta i vrednosti zatezne čvrstoće nakon ispitivanja zatezanjem, prikazane su u tabeli 10.6.



Slika 10.16 Epruvete nakon infiltracije korišćenjem infiltranta sa procentualnim udelom komponenti koji je preporučan od strane proizvođača

Tabela 10.6 Rezultati testa zatezne čvrstoće

Br.	F_m [N]	S_0 [mm ²]	R_m [MPa]
epruvete			
1	952.212	45.688	20.841
2	898.952	43.181	20.8181
3	872.532	42.075	20.737
4	1003.600	46.316	21.668
5	902.759	43.784	20.618
6	958.855	45.032	21.166
Srednja vrednost	931.485	44.346	20.975

10.6. Diferencijalna skenirajuća kalorimetrija (DSC)

Kako bi se definisala maksimalna temperatura epoksidnog infiltranta pri kojoj ne dolazi do povećanja brzine umrežavanja kao ni do razlaganja infiltranta, korišćen je postupak diferencijalne skenirajuće kalorimetrije (*Differential Scanning Calorimetry*).

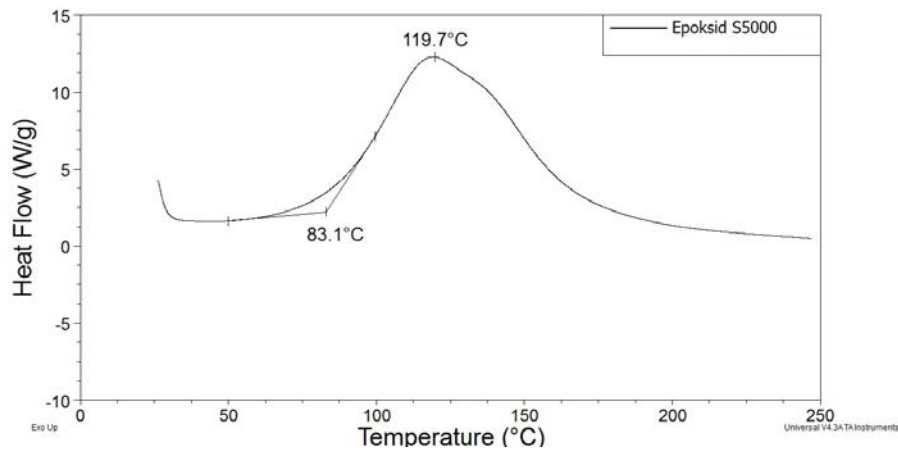
Za određivanje brzine umrežavanja za epoksidni infiltrant S5000, u zavisnosti od temperature, korišćen je digitalni skenirajući kalorimetar Q20 proizvođača *TA Instruments, USA* (slika 10.17a). Komponente epoksidnog infiltranta su pre analize pomešane u masenom odnosu 100:23, koji preporučuje proizvođač, a ciklus merenja je izveden u neutralnoj, argonskoj, atmosferi radi izbegavanja oksidacije.



a)

b)

Slika 10.17 Digitalni skenirajuću kalorimetar a) Q20 (TA Instruments, USA) i b) unutrašnjost uređaja sa postavljenim kivetama

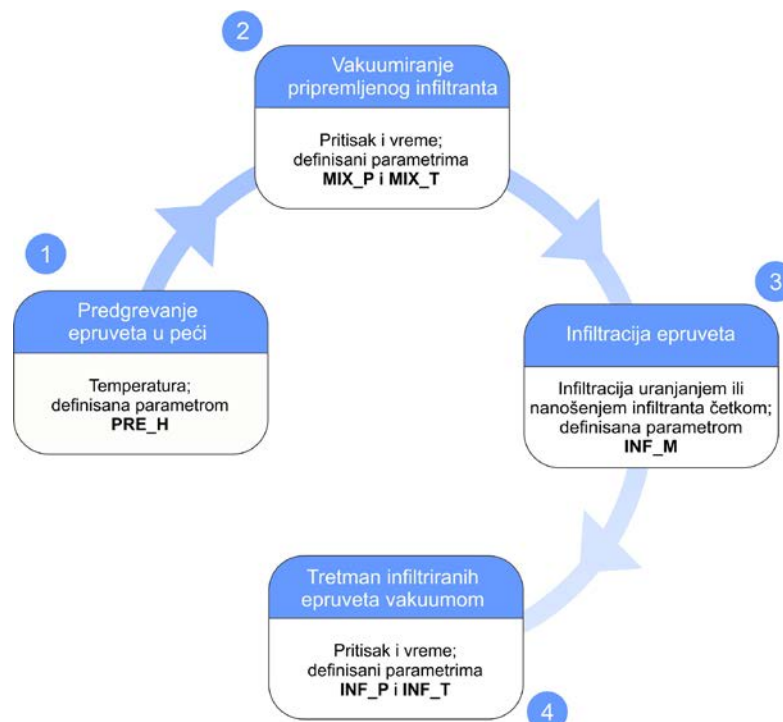


Slika 10.18 DSC kriva zagrevanja za epoksidni infiltrant S5000

Analizom dijagrama prikazanog na slici 10.18 uočava se da umrežavanje počinje na 83.1°C i traje sve do 119.7°C. Na osnovu prethodnih podataka može se zaključiti da maksimalna temperatura pri kojoj se epoksidni infiltrant S5000 može koristiti bez opasnosti preranog umrežavanja iznosi 80°C i ta temperatura će biti korišćena prilikom izvođenja finalnog eksperimenta kao ulazni parametar.

10.7. Infiltracija u vakuumu

Na osnovu definisanog plana eksperimenta (poglavlje 9.2) za centralni eksperiment je pripremljeno 14 epruveta korišćenjem istih parametrima kao i kod prethodnih eksperimentalnih istraživanja. Parametri eksperimenta su definisani planom eksperimenta i prikazani su u tabeli 9.4 dok je procedura izvođenja eksperimenta (faze eksperimenta) prikazana šematski na slici 10.19, a svaka faza je u nastavku detaljno opisana.



Slika 10.19 Ključne faze eksperimenta

Priprema komponenti infiltranta

Obe komponente epoksidnog infiltranta su u odvojenim posudama predgrejane na temperaturu od 80°C korišćenjem ultrazvučnog kupatila *Bandelin Sonorex Digital, Nemačka* (slika 10.23-1). Temperatura komponenti infiltranta i vode u kupatilu kontrolisana je korišćenjem termopara i digitalnog termometra HH309A. Prilikom infiltracije korišćeni su maseni udeli komponenti epoksidnog infiltranta prema deklaraciji proizvođača (100:23; epoksidna smola/umreživač). Mase komponenti su kao i u prethodnim eksperimentima merene digitalnom vagom *Radwag*. U cilju smanjenja uticaja temperature okoline od 21°C na pothlađenje epoksida, prilikom mešanja komponenti korišćena je plastična posuda kao izolator, dok je mešač bio predgrejan na temperaturu komponenti epoksidnog infiltranta.

Predgrevanje epruveta u peći

Za predgrevanje epruveta korišćena je laboratorijska peć-sušara *Streimatics ST-11, Instrumentaria Zagreb* (slika 10.20-1). Epruvete su položene sa donje strane na izolaciju od kamene vune (slika 10.20-4) kako bi bio izbegnut direktan kontakt sa metalnim dnom peći i time bilo sprečeno pregrevanje epruveta. Temperatura u unutrašnjosti peći praćena je pomoću termoparova, dok je temperatura epruveta merena korišćenjem beskontaktnog IR termometra HT6889.



Slika 10.20 *Predgrevanje epruveta: (1) peć-sušara, (2) epruvete, (3) kutije za transport epruveta i (4) kamena vuna*

Zajedno sa epruvetama, u peći je vršeno i predgrevanje dve posebno izrađene debelozide kutije koje su izrađene u postupku vezivne 3D štampe i infiltrirane epoksidnim infiltrantom (slika 10.21). S obzirom da je peć bila stacionirana van prostorije gde se nalazila vakuum komora i ostala eksperimentalna oprema, a temperatura okoline je iznosila 21°C, prilikom prenosa epruveta iz peći do mesta gde je vršena infiltracija nije bilo moguće održati temperaturu definisanu planom eksperimenta. Kutije su za cilj imale održavanje temperature epruveta prilikom transporta jer

debeli zidovi predgrejani na temperaturu epruvete nisu dozvoljavali gubitak temperature. Izrađene su dve kutije i korišćene su naizmenično kako bi se izbeglo čekanje ponovnog grejanja kutije i skratilo vreme eksperimenta.



Slika 10.21 Kutije za transport epruveta

Vakuumski tretman infiltranta

Nakon merenja mase komponenti i njihovog mešanja, smeša epoksidnog infiltranta je tretirana u vakuum komori *CitoVac, Struers, Danska* (slika 10.22-3), prema vrednostima pritiska i vremenima vakuumskeg tretmana prikazanim u tabeli 10.4. Vakuumski tretman smeše epoksidnog infiltranta pre infiltracije imao je za cilj izbacivanje gasnih mehurova koji se stvaraju prilikom grejanja, merenja i mešanja komponenti, a vizuelno su uočljivi u smeši u velikoj količini. Oprema korišćena u eksperimentima, prikazana je na slici 10.22.



Slika 10.22 Oprema korišćena u eksperimentu sa vakuumskom infiltracijom: (1) Ultrazvučno kupatilo Bandelin Sonorex Digital, Nemačka, (2) digitalna vaga Radwag 2100/C/2, Poljska, (3) vakuum komora CitoVac, Struers, Danska

Podešavanje vrednosti pritiska u vakuum komori i vreme vakuumskeg tretmana je vršeno preko digitalne jedinice, na kojoj je moguće predefinisati tri različite procedure (metode) u zavisnosti od vrednosti pritiska/vreme, i prilikom izvođenja eksperimenta pozvati se na odgovarajuću (slika 10.23).



Slika 10.23 Podešavanje vakuum komore

Pored kontrole temperature komponenti epoksidnog infiltranta, u vakuum komoru je instaliran termopar kojim je praćena promena temperature prilikom vakuumskeg tretmana smeše. U tu svrhu korišćen je najtanji dostupan termopar, debljine 0.4 mm, koji je u komoru doveden kroz zaptivnu gumu, na mestu njenog spoja. Termopar postavljen na ovaj način nije ugrozio zadate vrednosti pritiska tokom procesa. Prilikom tretmana smeše epoksidnog infiltranta u vakuumu bio je prisutan pad temperature od oko 4°C, što nije imalo značajan uticaj na dalji tok eksperimenta.

Infiltracija epruveta

Prema planu eksperimenta (tabela 9.4) infiltracija epruveta je vršena na dva načina; uranjanjem u epoksidni infiltrant i premazivanjem četkom. Prilikom uranjanja, epruveta je celom zapreminom bila potopljena u infiltrant, vodeći pri tome računa da, radi ekonomičnosti, postupak bude sproveden korišćenjem minimalno potrebne količine infiltranta. Epruvete su infiltrirane sa prethodno usvojenim vremenom od 180 sekundi (poglavlje 9.3). U slučaju nanošenja infiltranta četkom, radi ponovljivosti procesa, svaka epruveta je premazana infiltrantom 20 puta, po 10 puta sa svake strane. Nakon svakog petog premazivanja epruvete su okretane za 90 stepeni oko uzdužne i poprečne ose naizmenično.

Vakuumski tretman epruveta nakon infiltracije

Nakon infiltracije, svaka epruveta je, prema planu eksperimenta, smeštena u vakuum komoru radi izlaganja potpritisku. Prema planu eksperimenta (tabela 9.4) proces je vršen sa tri različite vrednosti potpritiska (0.2, 0.5 i 0.8 bar) i tri različita vremena zadržavanja epruveta u komori (90, 120 i 150 sekundi). Vreme zadržavanja je bilo mereno od trenutka dostizanja zadate vrednosti potpritiska, što je regulisano na digitalnoj upravljačkoj jedinici komore koja je prvim

zvučnim signalom obavještavala o trenutku dostizanja potpritiska, a drugim signalom, o isteku zadatog vremena.

U toku vakuumnog tretmana epruveta, na površini su bili vidljivi gasni mehurovi čiji se broj povećavao sa smanjenjem pritiska (slika 10.24).



Slika 10.24 Epruveta u procesu izlaganja potpritisku, sa vidljivim gasnim mehurovima

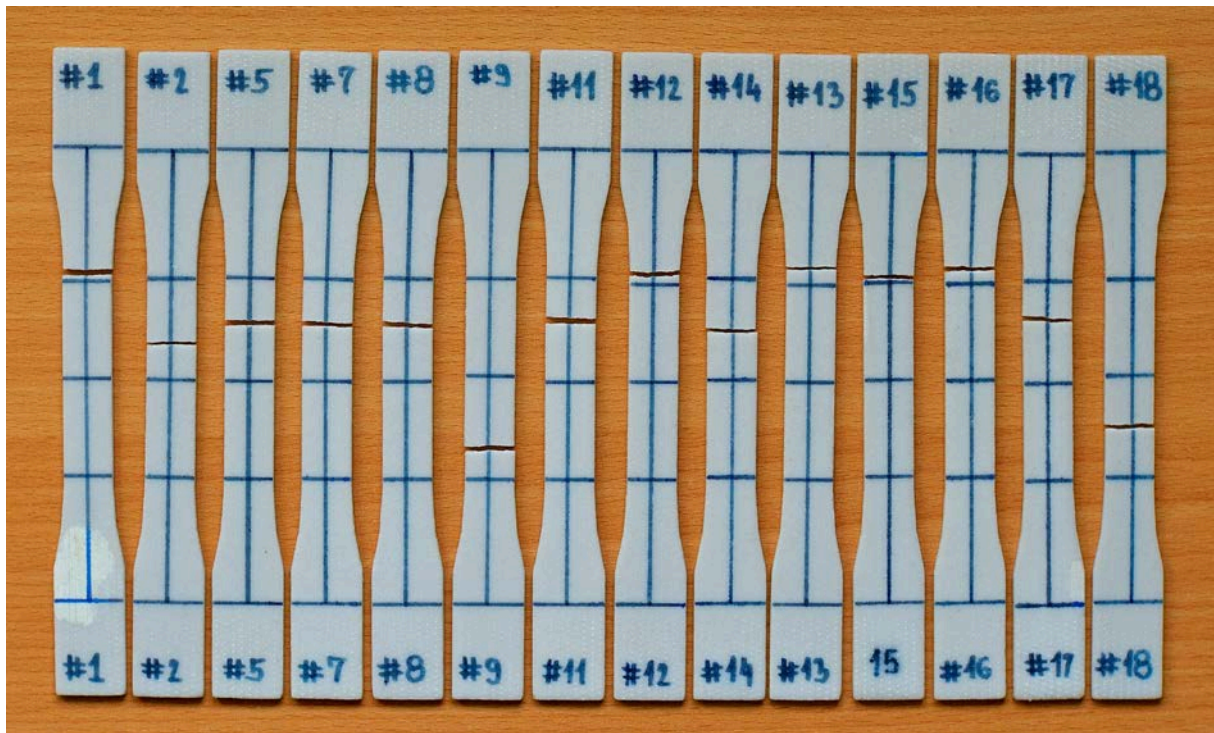
Ispitivanje zatezne čvrstoće epruveta

Nakon sušenja od 48 časova na sobnoj temperaturi, izvršeno je određivanje vrednosti zatezne čvrstoće epruveta.

Kao i u prethodnim eksperemintalnim tačkama korišćena je kidalica Shimadzu EZ-LX HS (Japan), prikazana na slici 10.14a. Ispitivanja su vršena u skladu sa standardom ASTM D 638-02a, sa brzinom zatezanja 50 mm/min, rastojanjem čeljusti 115 mm i temperaturom okoline od 25°C. Dimenzije poprečnog preseka merene su digitalnim kljunastim pomičnim merilom. Vrednosti parametara za svaku epruvetu i rezultati zatezanja (maksimalna sila F_m), početna površina poprečnog preseka (S_0) i zatezna čvrstoća (R_m) prikazani su u tabeli 10.7 dok su na slici 10.25 prikazane epruvete nakon testiranja zatezne čvrstoće. Uočljive su reperne linije koje su povučene radi označavanja merne dužine i raspona čeljusti kidalice.

Tabela 10.7 Prikaz tabele eksperimenta sa izmerenim vrednostima zatezne čvrstoće

Run ord.	No.	MIX_P [bar]	MIX_T [s]	PRE_H [°C]	INF_P [bar]	INF_T [s]	INF_M	Maksimalna sila F_m [N]	Površina poprečnog preseka S_0 [mm ²]	Zatezna čvrstoća R_m [MPa]
11	14	0.5	150	80	0.8	150	Četka	1202.70	42.445	28.336
3	1	0.5	90	20	0.2	90	Uranjanje	1166.19	42.012	27.759
12	16	0.8	120	20	0.8	150	Uranjanje	1047.14	42.260	24.778
13	17	0.2	120	80	0.2	90	Četka	1231.80	41.958	29.358
1	2	0.8	90	50	0.2	150	Četka	1262.30	42.412	29.763
4	9	0.2	150	50	0.8	90	Uranjanje	1191.39	42.293	28.170
7	7	0.8	150	20	0.5	90	Četka	1152.06	42.337	27.212
14	18	0.2	90	80	0.5	150	Uranjanje	1284.19	41.817	30.710
10	15	0.8	150	80	0.2	120	Uranjanje	1297.90	42.542	30.509
9	11	0.2	90	20	0.8	120	Četka	1101.28	42.120	26.146
8	13	0.8	90	80	0.8	90	Četka	1205.44	41.752	28.871
5	5	0.2	150	20	0.2	150	Uranjanje	1204.73	42.433	28.391
6	12	0.5	120	50	0.5	120	Uranjanje	1233.61	42.315	29.153
2	8	0.5	120	50	0.5	120	Četka	1271.84	42.694	29.790



Slika 10.25 Epruvete nakon testa zatezne čvrstoće

Dijagrami napon-deformacija (σ - ϵ) zabeleženi za svaku epruvetu tokom zatezanja u upravljačkom softveru kidalice (Trapezium), prikazani su na slici 10.27.

Dodatnom obradom rezultata bilo je moguće odrediti modul elastičnosti epruveta, procentualno izduženje (deformaciju) i energiju potrebnu za lom epruvete.

Prema ASTM D882-02a modul elastičnosti (E) se dobija kao tangens ugla (α) koji tangenta povučena kroz linearni deo krive u dijagramu zatezanja, gradi sa x osom (slika 10.26). Procentualno izduženje, odnosno deformacija, određuje se prema formuli (10.2):

$$\epsilon = \frac{\Delta L}{G} = \frac{G_i - G}{G} \cdot 100\% \quad (10.2)$$

Gde je:

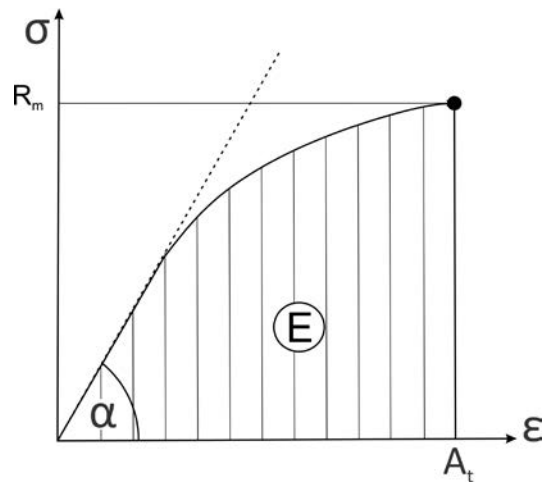
G_i – merna dužina epruvete u bilo kom trenutku,
 G – Početna merna dužina.

U trenutku loma je $G_i = G_u$ pa se formula 10.2 može napisati kao:

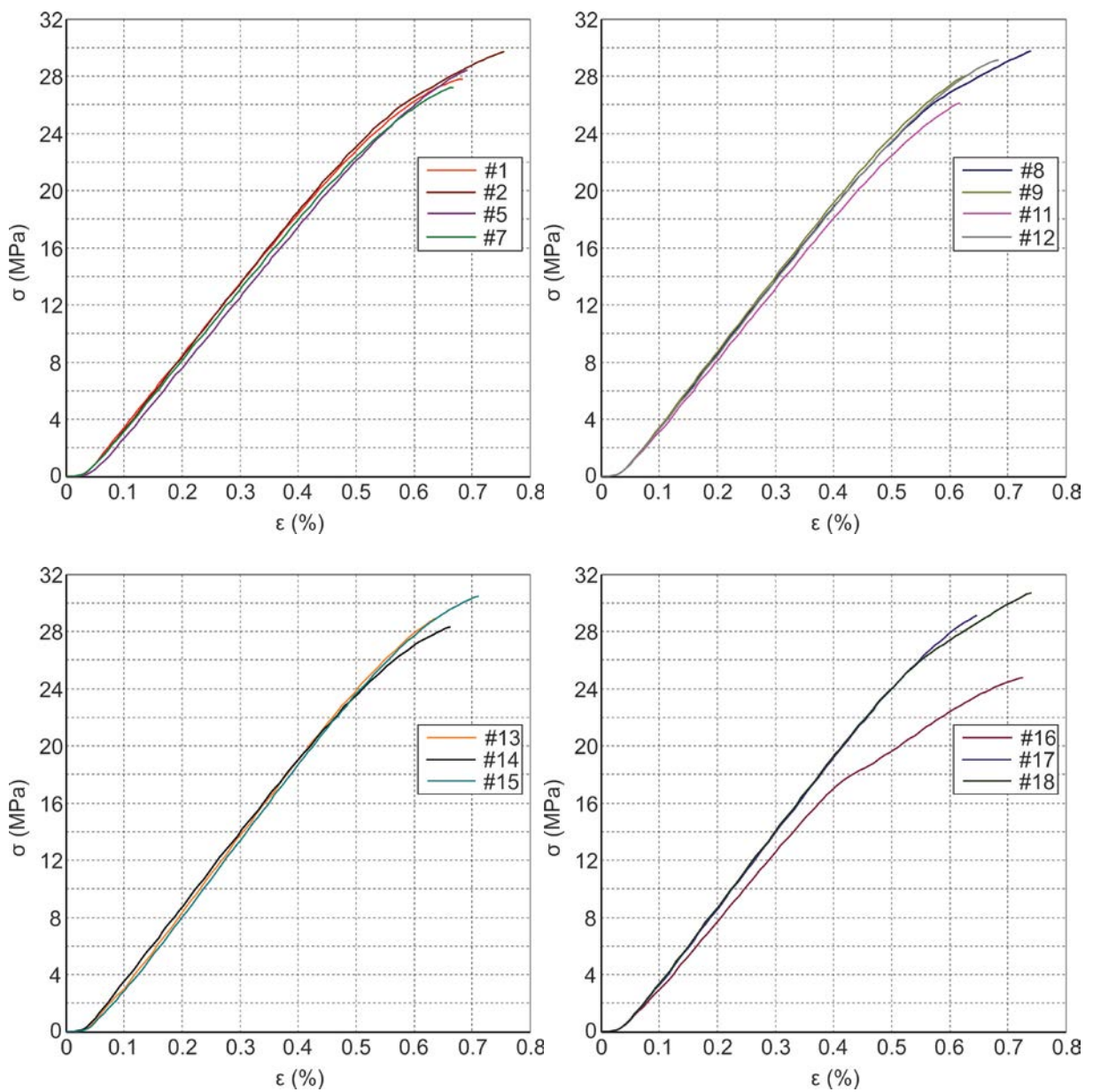
$$\epsilon = A_t = \frac{G_u - G}{G} \cdot 100\% \quad (10.3)$$

Gde je:

$\epsilon = A_t$ – ukupno izduženje u trenutku loma
 G_u – dužina epruvete u trenutku loma



Slika 10.26 Principijelna šema dijagrama zatezne čvrstoće



Slika 10.27 Dijagrami napon-deformacija za 14 testiranih epruveta

Površina ograničena krivom zatezanja i x osom od početka procesa do trenutka loma predstavlja energiju potrebnu za lom epruvete zatezanjem (E) izraženu u džulima (J). Ova energija je takođe određena za svaku epruvetu (slika 10.27). Vrednosti modula elastičnosti, procentualnih izduženja epruveta kao i energije potrebne za lom epruvete zatezanjem, prikazani su u tabeli 10.8.

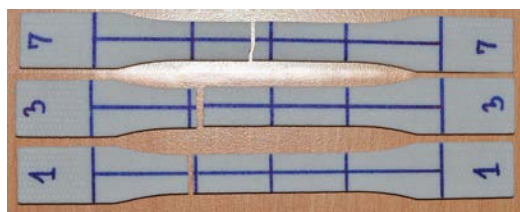
Tabela 10.8 Vrednosti modula elastičnosti, procentualnog izduženja i energije loma epruvete

Br. epruvete	Modul elastičnosti [GP]	Izduženje [%]	Energija loma [J]
1	5.042	0.677	0.484
2	5.134	0.755	0.603
5	4.944	0.691	0.487
7	4.972	0.668	0.465
8	5.158	0.748	0.601
9	5.237	0.640	0.452
11	4.968	0.624	0.403
12	5.129	0.690	0.515
13	5.253	0.646	0.450
14	5.177	0.669	0.489
15	5.201	0.718	0.557
16	4.764	0.733	0.494
17	5.252	0.654	0.472
18	5.275	0.747	0.601

10.8. Verifikacija optimuma

Metodom analize odzivne površi dobijena je teorijska tačka optimuma, sa odgovarajućim vrednostima ulaznih parametara, koja odgovara maksimalnoj zateznoj čvrstoći.

U cilju eksperimentalne verifikacije analitički definisanog optimuma, izvršena su tri dopunska merenja zatezne čvrstoće, pri čemu su epruvete bile infiltrirane korišćenjem optimalnih parametara (tabela 10.9). Dimenzije epruveta i parametri vezivne 3D štampe su opisani u poglavlju 10.1 dok je usvojeno vreme sušenja epruveta 24h (poglavlje 10.2). Nakon infiltracije i sušenja, epruvete su testirane na zateznu čvrstoću, a rezultati merenja su prikazani u tabeli 10.10. Na slici 10.28 su prikazane epruvete nakon kidanja dok su na dijagramu (slika 10.29) prikazane krive napona dobijene tokom ispitivanja.



Slika 10.28 Epruvete nakon testa zatezne čvrstoće

Tabela 10.9 Vrednosti optimalnih parametara postprocesiranja

Parametar	Vrednost
Pritisak mešanja MIX_P	0.8 bar
Vreme mešanja MIX_T	90 s
Predgrevanje PRE_H	64°C
Finalni pritisak INF_P	0.2 bar
Finalno vreme INF_T	90 s
Metod infiltracije INF_M	četka

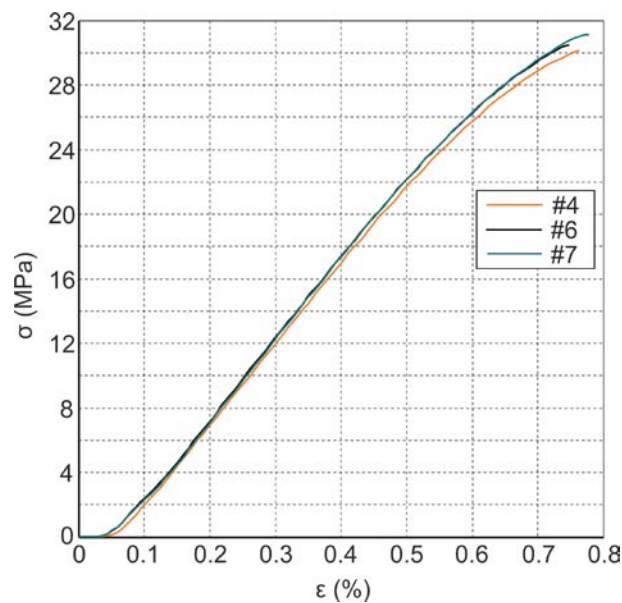

Slika 10.29 Dijagrami napon-deformacija za 3 testirane epruvete

Tabela 10.10 Rezultati testa zatezanja epruveta

Br. epruvete	Maksimalna sila [N]	Površina poprečnog preseka [mm ²]	Zatezna čvrstoća [MPa]	Modul elastičnosti [GP]	Izduženje [%]	Energija loma [J]
1	1240.96	41.186	30.13	5.063	0.762	0.558
3	1259.31	41.316	30.48	5.082	0.748	0.552
7	1266.06	40.670	31.13	5.098	0.771	0.577
Prosečna vrednost	1255.44	41.057	30.58	5.081	0.760	0.562

10.9. Živina porozimetrija

Određivanje poroznosti epruveta u zelenom stanju, konvencionalno infiltriranih i infiltriranih na osnovu optimizovanog modela vakuumske infiltracije, izvršeno je metodom živine porozimetrije. Testiranje se zasniva na principu utiskivanja žive u pore u materijalu pod dejstvom pritiska. Živa se koristi u ovom postupku, jer pripada grupi tečnosti koje ne kvase materijale, tj. ima ugao kvašenja $\theta > 90^\circ$, koji ne zavisi od vrste materijala i za proračun u porozimetriji uzima se $\theta = 140^\circ$ [99]. Još 1921. godine Vašburn (Washburn) je odredio relaciju između prečnika pora (d) i primenjenog pritiska (p) kojim se utiskuje živa u pore [100]:

$$d = \frac{-4\gamma \cos \theta}{p} \quad (10.4)$$

gde je γ – površinski napon žive.

Veličine koje se mogu odrediti metodom živine porozimetrije su: ukupna zapremina pora (V_p), raspodela zapremine pora po njihovim prečnicima i procentualna poroznost.

Ukupna zapremina pora (V_p) predstavlja ukupnu zapreminu žive utisnutu u pore pri najvećem primenjenom pritisku. Sa druge strane ukupna procentualna poroznost (P) je definisana odnosom između zapremine pora (V_p) i zapremine uzorka uključujući i pore (V_s) [100]:

$$P = \frac{V_p}{V_s} \quad (10.5)$$

gde je: P – ukupna poroznost (%),

V_p – ukupna, kumulativna zapremina pora

V_s – zapremina uzorka sa porama

Eksperimentalno dobijeni podaci o zapremini ili površini pora, odnose se samo na pristupačne, odnosno otvorene pore, pa tačnost ispitivanja zavisi od oblika pora.

Za određivanje poroznosti epruveta (zelene, konvencionalno infiltrirane i infiltrirane primenom optimizovanog modela vakuumske infiltracije) korišćen je uređaj za živinu porozimetriju Micrometrics AutoPore IV (slika 10.30).



Slika 10.30 Živin porozimetar Micrometrics AutoPore IV

U tabeli 10.11 su prikazani rezultati merenja zapremine pora (mm^3/g), kao i njihove ukupne poroznosti (%) za ispitane uzorke.

Tabela 10.11. Rezultati merenja poroznosti uzoraka živinim porozimetrom

Uzorak	Kumulativna zapremina pora [mm^3/g]	Ukupna poroznost [%]
Zeleni deo	388,4	47,41
Konvencionalna infiltracija	72,1	11,78
Optimizovana vakuumska infiltracija	19,0	3,19

11. DISKUSIJA REZULTATA

11.1. Definisane odnose komponenti epoksidnog infiltranta

Na osnovu eksperimentalno dobijenih vrednosti zatezne čvrstoće epruveta, prikazanih u tabeli 10.5 izvršena je statistička analiza rezultata korišćenjem softverskog paketa Minitab v17.

Za optimizaciju odnosa komponenti epoksidnog infiltranta radi postizanja maksimalne zatezne čvrstoće vrlo je bitan odabir adekvatnog regresionog modela. Razmatrana su četiri modela, linearni, kvadratni, kubni i kvartični. Modeli su prikazani u tabeli 11.1.

Tabela 11.1 Parametri regresije korišćeni za izbor regresionog modela

MODEL	S	R ²	R ² _{adj}	R ² _{PRED}
LINEARNI	0.4865	0.636	0.603	0.499
KVADRATNI	0.4987	0.652	0.583	0.393
KUBNI	0.4471	0.749	0.665	0.457
KVARTIČNI	0.3608	0.854	0.782	0.583

Gde su parametri navedeni u tabeli 11.1:

S – Standardna devijacija.

R² – Koeficijent determinacije.

R²_{adj} – Prilagođeni koeficijent determinacije.

R²_{pred} – Prediktivni koeficijent determinacije.

Navedeni modeli poštuju princip hijerarhičnosti, jer su uz svaki član koji figuriše u modelu, prisutni i svi niži članovi koji se u njemu sadrže. Nehijerarhiski modeli su takođe bili uključeni u analizu, ali s obzirom da kroz njih nije moguće dobiti predikciju izlaznog parametra u realnim jedinicama, nisu uzeti u dalje razmatranje.

Iz tabele 11.1 moguće je uočiti da kvartični model ima najbolje karakteristike jer je greška (S) najniža, dok su vrednosti prilagođenog koeficijenta determinacije R^2_{adj} i prediktivnog koeficijenta determinacije R^2_{pred} najviše.

11.1.1. Analiza varijanse (ANOVA)

ANOVA analiza izvršena je korišćenjem softvera za statističku obradu podataka, Minitab v.17. ANOVA tabela (tabela 11.2) pokazuje da je najjednostavniji, linearni model statički značajan ($p=0.005$). Modeli višeg reda, kvadratni i kubni, nemaju statističku značajnost. Kvartični model je usvojen na osnovu statističke značajnosti ($p=0.042$) i greške reziduala koja je znatno manja u odnosu na linearni model.

Tabela 11.2 Analiza varijanse (ANOVA) za pseudokomponente

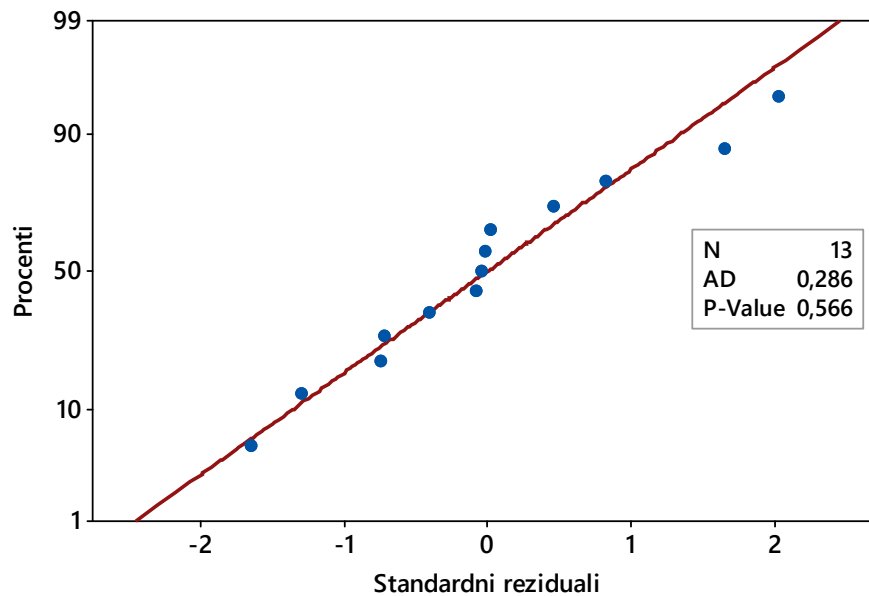
Izvor	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Model	4	6.11457	6.11457	1.52864	11.74	0.002
Linearni	1	4.55273	1.92238	1.92238	14.77	0.005
Kvadratni	1	0.11619	0.43993	0.43993	3.38	0.103
Epoksid*Umreživač	1	0.11619	0.43993	0.43993	3.38	0.103
Kubni	1	0.68789	0.68789	0.68789	5.28	0.051
Epoksid*Umreživač*(-)	1	0.68789	0.68789	0.68789	5.28	0.051
Kvartični	1	0.75777	0.75777	0.75777	5.82	0.042
Epoksid*Umreživač*(-)²	1	0.75777	0.75777	0.75777	5.82	0.042
Greška reziduala	8	1.04134	1.04134	0.13017		
Ukupno	12	7.15592				

U tabeli 11.3 prikazani su koeficijenti regresije. S obzirom da tokom variranja parametara smeše zbir masenih udela komponenti u smeši mora ostati konstantan, između članova *Epoksid* i *Umreživač* postoji korelacija, zbog čega su *T* i *P* u tabeli 11.3 označeni zvezdicama.

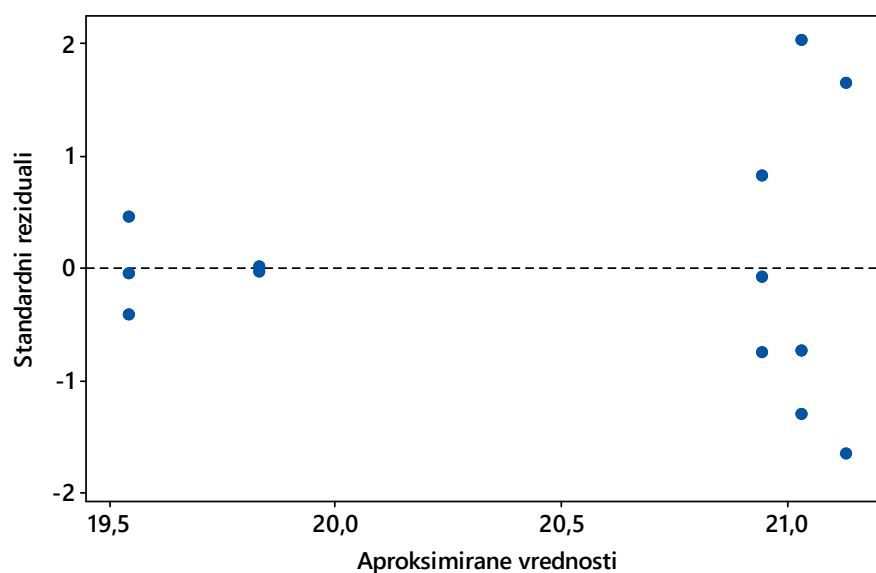
Tabela 11.3 Procenjeni koeficijenti regresije (za pseudokomponente)

Term	Coef	SE Coef	T	P	VIF
Epoksid	19.74	0.2551	*	*	2.313
Umreživač	21.13	0.2551	*	*	2.313
Epoksid*Umreživač	2.03	1.1022	1.84	0.103	3.719
Epoksid*Umreživač*(-)	-4.24	1.8423	-2.3	0.051	1.375
Epoksid*Umreživač*(-)²	-11.29	4.6805	-2.41	0.042	2.219

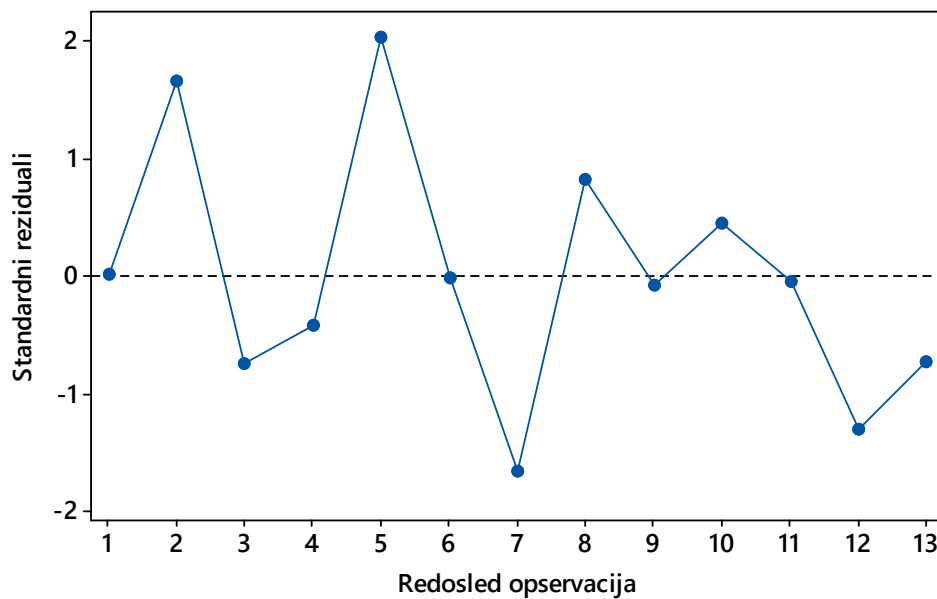
Adekvatnost usvojenog kvadričnog modela proverena je korišćenjem dijagrama raspodele standardizovanih reziduala. Sa dijagrama prikazanog na slici 11.1 može se zaključiti da reziduali slede normalnu raspodelu što potvrđuje i nesignifikantnost *Anderson–Darling* testa ($AD=0.286$, $p=0,566$). Takođe, dijagram odstupanja standardizovanih reziduala, prikazan na slici 11.2 ne pokazuje trend, što znači da regresioni model dobro opisuje problem. Randomizacijom eksperimenta izbegnuta je zavisnost između redosleda opservacija i standardizovanih reziduala, što je prikazano na dijagramu na slici 11.3. S obzirom na prethodno navedeno, svi preduslovi za realizaciju ANOVA su zadovoljeni.



Slika 11.1 Dijagram standardizovanih reziduala



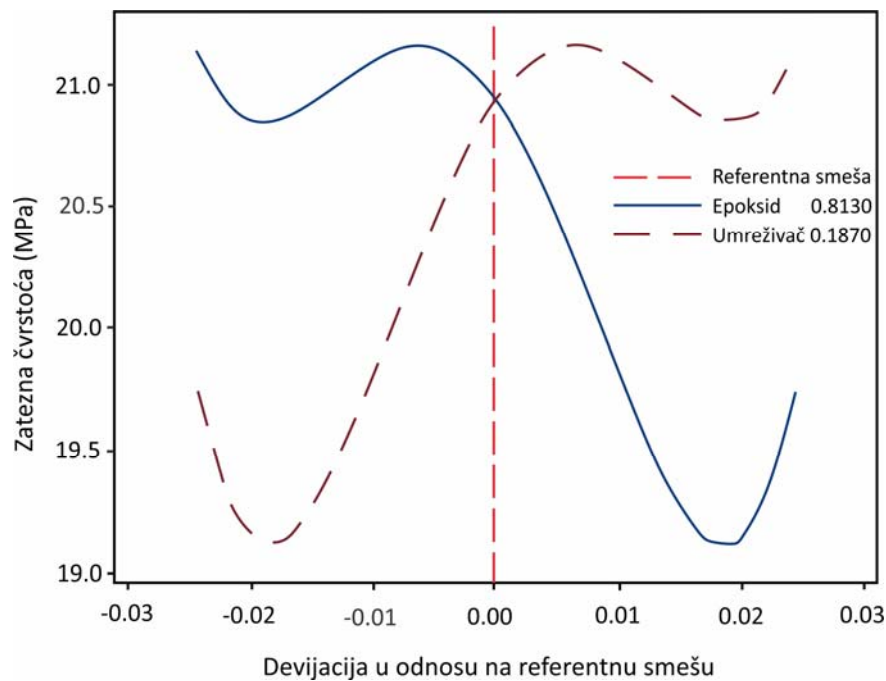
Slika 11.2 Dijagram odstupanja standardizovanih reziduala u odnosu na nultu liniju



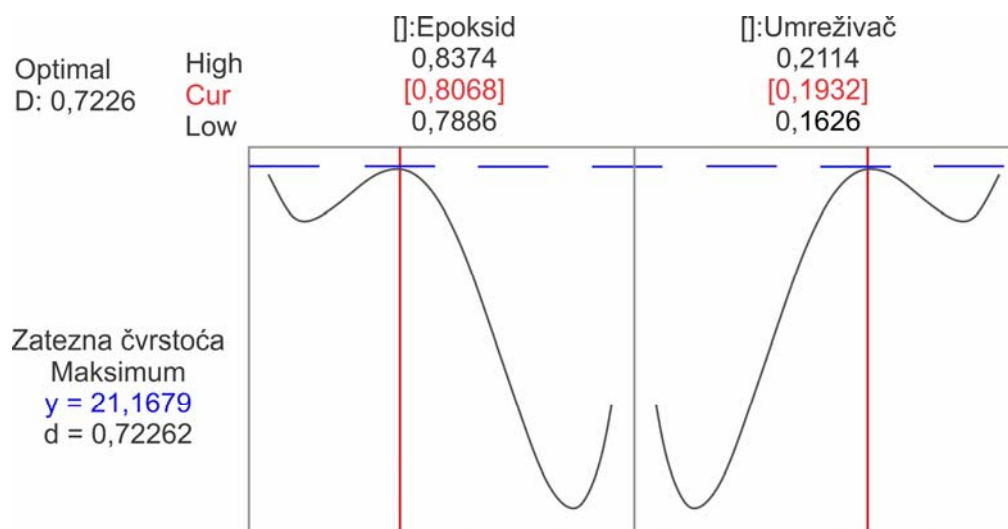
Slika 11.3 Dijagram zavisnosti standardizovanih reziduala od redosleda opservacija

11.1.2. Dijagram odziva

Uticaj komponenti smeše na vrednost zatezne čvrstoće prikazan je dijagramom na slici 11.4. Dijagram pokazuje promenu zatezne čvrstoće u odnosu na referentnu vrednost smeše (isprekidana vertikalna crvena linija), koja je za korišćeni epoksid prema deklarisanom odnosu proizvođača 100:23 (maseni odnosi), odnosno 0.8130:0.1870 (proporcionalni odnosi). Vrednost zatezne čvrstoće prema deklarisanom odnosu komponenti u smeši epoksidnog infiltranta predstavlja tačku u preseku krivih prikazanih na dijagramu (slika 11.4) i iznosi 20.975 MPa. Kao što se sa dijagrama uočava, vrednost zatezne čvrstoće se može neznatno povećati korišćenjem smeše sa većim udelom umreživača, tj. odnos 0.8068/0.1932 omogućava postizanje zatezne čvrstoće od 21.168 MPa. Masene vrednosti komponenti za postizanje maksimalne zatezne čvrstoće, kao i uticaj komponenata, prikazane su na dijagramu optimizacije (slika 11.5). Dijagram optimizacije takođe daje mogućnost uvida u promenu zatezne čvrstoće u zavisnosti od varijacije masenog udela komponenti, uz ograničenje da zbir komponenti ne može preći 100%.



Slika 11.4 Dijagram uticaja komponenti



Slika 11.5 Dijagram optimizacije smeše

U cilju eksperimentalne verifikacije optimuma koji je predvideo regresioni model, izvršeno je merenje zatezne čvrstoće epruveta koje su infiltrirane prema masenim udelima infiltranta koje predviđa usvojeni kvartični model. Korišćeno je šest epruveta infiltriranih epoksidom sa odnosom komponenti u smeši u centralnoj tački (odnos prema proizvođačkoj deklaraciji). Vrednosti sile, površine poprečnog preseka epruvete i zatezne čvrstoće prikazane su u tabeli 10.6.

Vrednost zatezne čvrstoće dobijene na osnovu predikcije koju omogućava usvojeni kvartični model u centralnoj tački iznosi 20.944 MPa. Eksperimentalnom verifikacijom sa šest

epruveta (tabela 10.6), dobijena je prosečna zatezna čvrstoća od 20.975 MPa. Na osnovu izračunatog 95% intervala poverenja, CI [20.570, 21.379], zaključuje se da vrednost koju daje usvojeni kvartični model pada u interval poverenja, što pokazuje da model dobro opisuje problem.

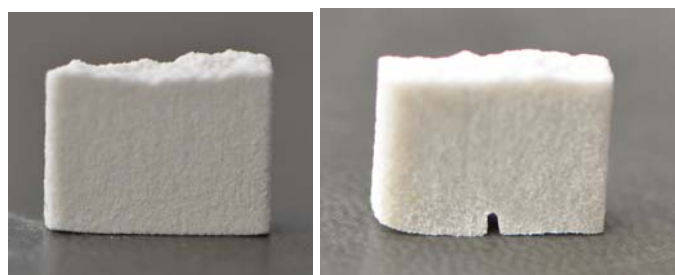
Optimizovanim odnosom komponenti u smeši moguće je dobiti maksimalnu zateznu čvrstoću od 21.1679 MPa (slika 11.6). Sa druge strane ako se posmatra zatezna čvrstoća sa deklarisanim (standardnim) odnosom komponenti dobija se prosečna vrednost zatezne čvrstoće od 20.975 MPa (tabela 10.6). Tako dobijeno povećanje čvrstoće nije statistički značajno u odnosu na čvrstoću postignutu standardnim odnosom komponenti epoksidnog infiltranta budući da se nalazi u okviru 95% intervala poverenja dobijenog za standardnu infiltraciju, CI [20.570, 21.379]. Sa inženjerskog stanovišta, procentualni udeo komponenti optimizovan prema usvojenom kvartičnom modelu, takođe bi značio i veći utrošak umreživača prilikom infiltracije, odnosno, nakon svakog utrošenog pakovanja epoksida S5000, koje sadrži 1kg smole i 230g umreživača, ostajala bi određena količina neutrošene smole. Imajući u vidu prethodnu diskusiju, u glavnom eksperimentu je korišćen standardni maseni odnos komponenti za infiltraciju, koji preporučuje proizvođač.

11.1.3. Ispitivanje mikrostrukture

Kako bi se utvrdio mehanizam loma pri zatezanju, površina na mestu preloma analizirana je korišćenjem skenirajuće elektronske mikroskopije (*Scanning Electron Microscopy*). Korišćen je elektronski mikroskop JEOL–JSM-6460LV (Japan), sa radnim naponom od 20 kV, a analiza je izvršena na Univerzitetkom centru za elektronsku mikroskopiju - Novi Sad (Prirodno-matematički fakultet, Novi Sad). Slika površine loma je dobijena akvizicijom sekundarnih elektrona - SE (*Secondary Electrons*) ili povratno rasejanih elektrona - BSE (*Back-Scattered Electrons*).

Uzorci korišćeni u mikrostrukturnoj analizi SEM tehnikom predstavljaju isečene komade epruveta korišćenih u eksperimentalnim istraživanjima opisanim u poglavlju 10.4. Pored infiltriranih epruveta, takođe je posmatrana i morfologija loma neinfiltrirane, zelene epruvete.

Iz epruveta su isečeni komadi dužine 5 mm kod kojih se sa jedne strane strane nalazi površina loma (slika 11.6). Navedena veličina komada je poželjna iz dva razloga. Prvi razlog je potreba za neparavanjem modela zlatom. Naime, prilikom analize površine skenirajućom elektronskom mikroskopijom posmatrani uzorci moraju imati određenu električnu provodljivost kako bi analiza bila moguća zbog principa na kome elektronska mikroskopija funkcioniše. U slučaju materijala koji nemaju navedenu osobinu, kao što su epruvete korišćene u istraživanjima, vrši se neparavanje površine uzorka zlatom kako bi se obezbedila provodljivost. Proces se odvija u posebnoj komori koja ima ograničen radni prostor, a vreme trajanja samog procesa zavisi od veličine uzoraka. Kako bi se vreme svelo na minimum, a obezbedila mogućnost neparavanja svih uzoraka u istoj sesiji, uzorci su sečeni na navedenu veličinu. Drugi limitirajući faktor u vezi sa veličinom uzoraka jeste veličina radne komore mikroskopa.

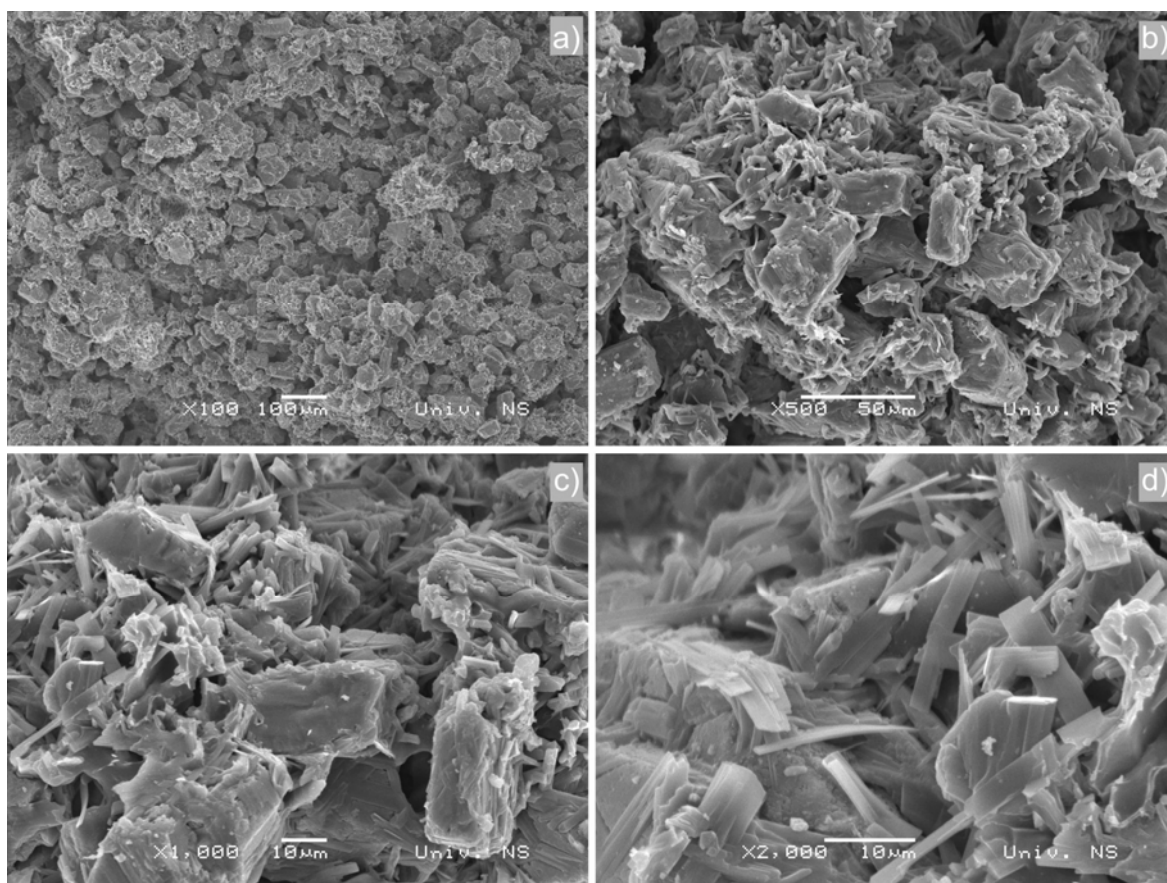


a)

b)

Slika 11.6 Uzorci za SEM a) nefiltrirani (green) i b) infiltrirani uzorak

Na slici 11.7 je prikazana prelomna površina nefiltrirane epruvete pri različitim uvećanjima. Kao što je i očekivano osnova je vrlo porozna, a što je najuočljivije pri uvećanju od 100x (slika 11.7a). Pri većem uvećanju može se uočiti aglomerat koji je rezultat sinteze polimera u toku vezivne 3D štampe (slika 11.7b). Pri daljem uvećanju (x1000 i x2000) primetne su poroznosti okružene vlaknastim strukturama koje nisu povezane vezivnim sredstvom. Ova morfologija je bolje vidljiva pri korišćenju većeg kontrasta (*Backscattered Electron Imaging*) i prikazana je na slici 11.7 c i d.



Slika 11.7 Morfologija preloma nefiltrirane epruvete pri različitim uvećanjima

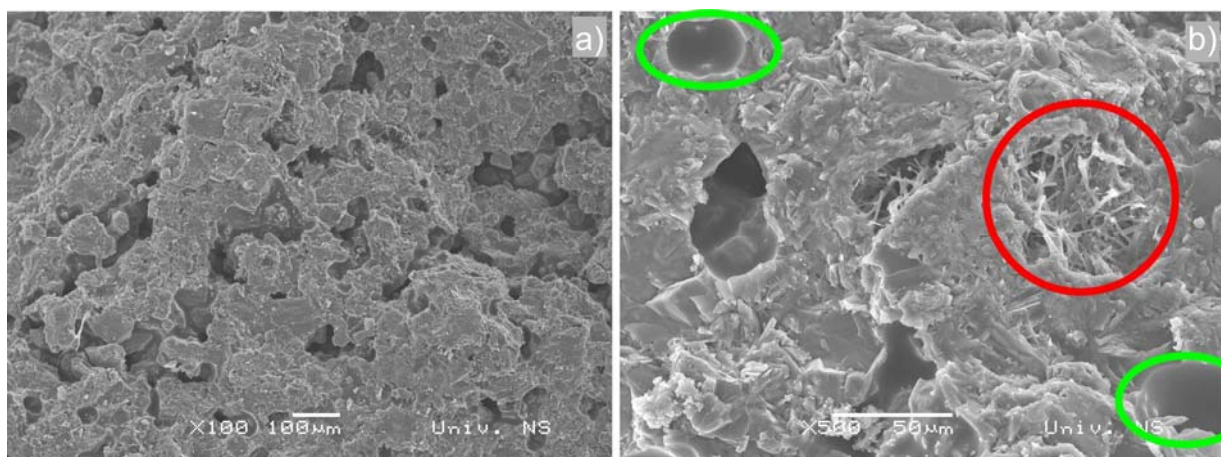
Mikrostruktura infiltriranih uzoraka prikazana je na slikama 11.8, 11.9 i 11.10. Na slici 11.8 prikazan je uzorak infiltriran sa standardnim, preporučenim odnosom komponenti, koji je

predstavljao centralnu tačku u dizajnu eksperimenta. Na slikama 11.9 i 11.10 prikazana je mikrostruktura uzoraka koji prema dizajnu eksperimenta pripadaju čvornim i aksijalnim tačkama.

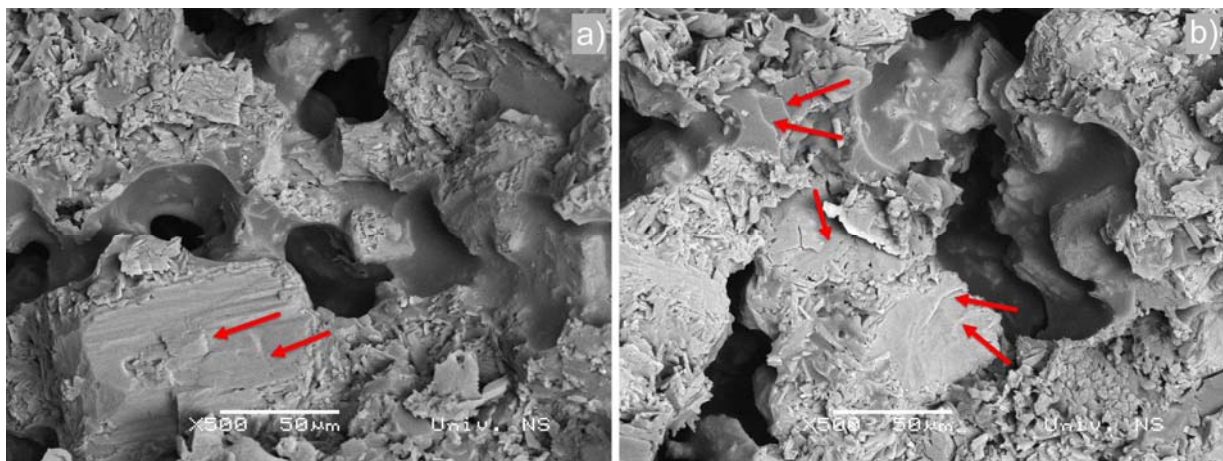
Kod epruvete koja je infiltrirana sa odnosom komponenti prema centralnoj tački eksperimenta, vidljive su oblasti u kojima se mogu uočiti glatke površine epoksidne smole karakteristične za krti lom (slika 11.8a). Krti lom je očekivan, s obzirom da epoksidni infiltrant spada u termoreaktivne polimere, sa karakterističnim prostornim umrežavanjem polimernih lanaca. Takođe, pri većem uvećanju uočljive su oblasti gde se nalaze izdvojena vlakna polimera koja nisu kompaktno raspoređena u epoksidnoj smoli. Ove zone su prikazane na slici 11.8b crvenim krugom. Na istoj slici, zelenom elipsom su prikazane pore koje su ostale nakon infiltracije i završenog procesa umrežavanja. Površine uočenih pora su glatke, što pokazuje da su posledica zarobljenog vazduha tokom procesa infiltracije.

Morfologije loma kod epruveta koje su infiltrirane sa odnosom komponenti koji je predstavljen čvornim i aksijalnim tačkama u dizajnu eksperimenta, prikazane su na slikama 11.9 i 11.10. Ovde su takođe prisutna područja krtog loma, a vidljivo je i prisustvo poroznosti. U oblastima krtog loma označenim crvenim strelicama, na slici 11.9, mogu se uočiti tzv. rečne šare (*river patterns*) koje su karakteristika krtog loma.

Kod epruveta koje su infiltrirane sa odnosom komponenti koji odgovara čvornim tačkama u dizajnu eksperimenta, vidljive su karakteristične strukture tankih zidova i izuzetno prisustvo poroznosti (na slici 11.10 prikazano crvenom linijom). Ove strukture su posledica nedovoljnog prodiranja infiltranta u dubinu porozne strukture, što može biti posledica pada temperature tokom infiltracije. Bitno je napomenuti da ove strukture nisu uočene kod eksperimenata u centralnoj i aksijalnim tačkama. Na osnovu iznetog može se zaključiti da odnos mešanja komponenti dobijen u čvornim tačkama, pogoršava mikrostrukturu delova, što za posledicu može imati pojavu dodatnih izvora koncentracije napona i dovesti do nepredviđenih lomova. Zelenom bojom su označene pore nastale usled zarobljenog vazduha ili vodene pare sa karakterističnim glatkim površinama.

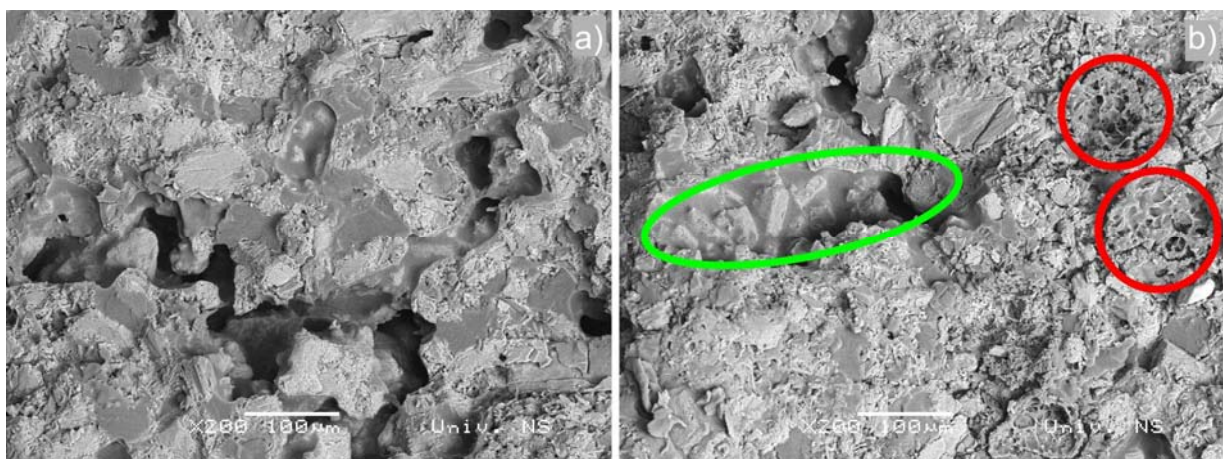


Slika 11.8 Morfologija loma epruvete koja je infiltrirana korišćenjem preporučenog odnosa komponenti (centralna tačka) pri različitim uvećanjima



Slika 11.9 Morfologija loma epruvete koja je infiltrirana korišćenjem odnosa komponenti koji odgovara aksijalnim tačkama u dizajnu eksperimenta a) aksijalna tačka 11 i b) aksijalna tačka 12

12



Slika 11.10 Morfologija loma epruvete koja je infiltrirana korišćenjem odnosa komponenti koji odgovara čvornim tačkama u dizajnu eksperimenta a) čvorna tačka 6 i b) čvorna tačka 7

11.2. Infiltracija u vakuumu (DSD)

11.2.1. Izbor regresionog modela

U svojoj inicijalnoj formi, puni, kvadratni regresioni model obuhvata sve glavne efekte, njihove kvadratne vrednosti i sve dvofaktorne interakcije. Na osnovu toga, regresiona jednačina u opštem slučaju može obuhvatiti vrlo velik broj članova, što zahteva primenu metoda za selekciju parsimoničnog modela, koji uz korišćenje minimalnog broja parametara omogućava aproksimaciju zatezne čvrstoće uz što manju grešku.

Savremeni softveri za statističku analizu u opštem slučaju obezbeđuju korisniku mogućnost da proces redukcije regresionog modela automatizuje, pri čemu korisnik može da odabere jedan ili više kriterijuma za selekciju.

Kao kriterijumi za selekciju modela, u ovom radu su korišćeni BIC (*Bayesian Information Criterion*) i RMSE (*Root Mean Square Error*).

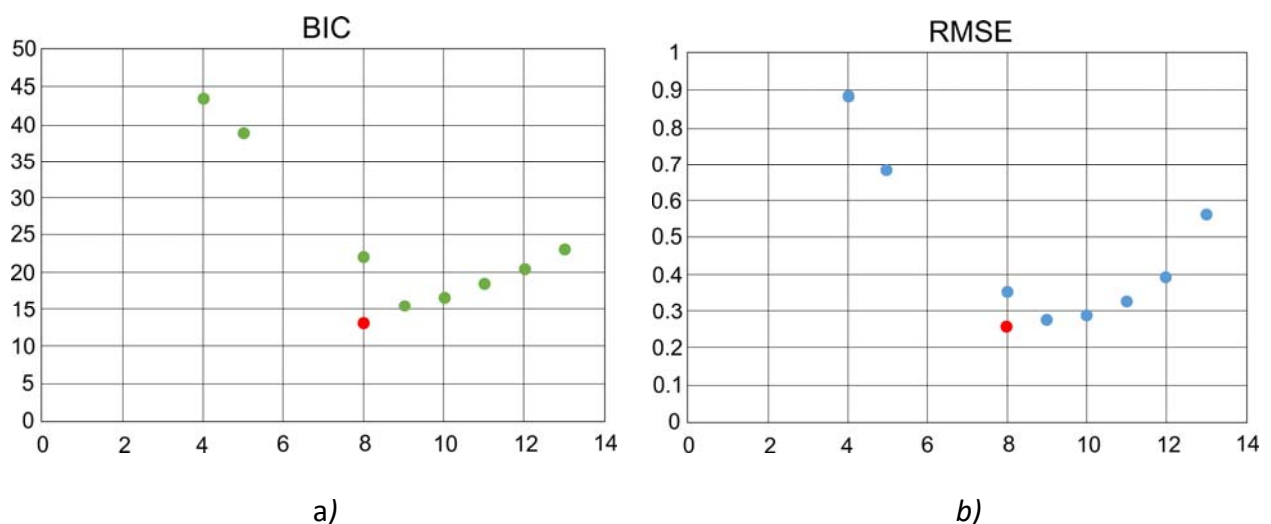
BIC je definisan kao [91]:

$$\text{BIC} = -2\log(L_i) + V_i\log(n) \quad (11.1)$$

pri čemu je L_i maksimalna verodostojnost (maximum likelihood) za kandidatski model i , i izračunava se tako što se broj slobodnih parametara V_i podešava tako da se maksimizira verovatnoća da je upravo kandidatski model generisao podatke dobijene na osnovu opservacija; pri tom n predstavlja broj opservacija koje su date kao ulazni podaci za izračunavanje maksimalne verodostojnosti.

BIC penalizuje neadekvatno fitovanje podataka, pri čemu manje vrednosti BIC indikatora u principu ukazuju na bolju sposobnost predikcije regresionog modela.

Na osnovu JMP modula za postupno upravljanje regresionim modelima (*stepwise regression control tool*), veliki inicijalni skup regresionih modela sveden je na mali skup kandidatskih modela, sa različitim brojevima članova. Svi kandidatski modeli su obezbeđivali dobru aproksimaciju, pri čemu je, na osnovu BIC i RMSE kriterijuma, usvojen regresioni model sa osam članova. Na slici 11.11 su prikazani dijagrami promene BIC i RMSE sa povećanjem broja članova, pri čemu je tačka koja predstavlja usvojeni model u oba slučaja označena crvenom bojom.



Slika 11.11 Dijagrami promene vrednosti kriterijuma za selekciju regresionog modela, sa porastom broja članova: a) promena BIC, b) promena RMSE

11.2.2. Analiza varijanse (ANOVA)

Statistička obrada rezultata ispitivanja zatezne čvrstoće zatezanjem četrnaest epruveta (tabela 10.7) prema planu eksperimenta koji je prikazan u tabeli 9.4, realizovana je u softveru JMP 12 (SAS).

Aproksimirane vrednosti parametara modela prikazane su u tabeli 11.4, u tabeli 11.5 su prikazani rezultati analize varijanse (ANOVA), dok je sumarni prikaz usvojenog regresionog modela dat u tabeli 11.6. Iz sumarnog prikaza modela mogu se uočiti visoke vrednosti koeficijenta determinacije ($R^2=0.9891$), prilagođenog koeficijenta determinacije ($R^2_{adj}=0.97642$) i vrlo mala razlika između ova dva koeficijenta, što ukazuje na odsustvo prevelikog prilagođavanja modela podacima (*overfitting*).

Tabela 11.4 Koeficijenti regresije poređani na osnovu uticajnosti

Term	Estimate	Std Error	t Ratio	Prob> t	VIF
PRE_H	16.89	1.3498	16.89	0.0001	1.000
INF_P	-11.86	-0.9479	-11.86	0.0001	1.000
MIX_P*INF_T	-8.11	-0.8013	-8.11	0.0002	1.222
PRE_H^2	-7.93	-1.3983	-7.93	0.0002	1.389
MIX_P*INF_P	-2.53	-0.2495	-2.53	0.0450	1.222
INF_T	0.76	0.0608	0.76	0.4575	1.000
MIX_P	-0.16	0.0799	-2.05	0.0858	1.000

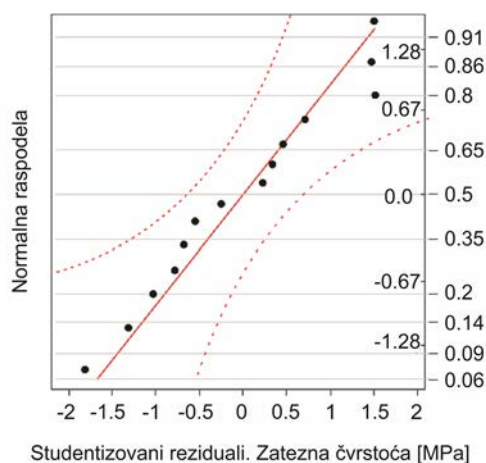
Tabela 11.5 ANOVA tabela

Source	DF	SS	MS	F Ratio	Prob > F
Model	7	34.846367	4.97805	77.9056	0.0001
Error	6	0.383391	0.06390		
C. Total	13	35.229758			

Tabela 11.6 Sumarni prikaz modela

Parameter	Value
RSquare	0.98911
RSquare Adj	0.97642
Root Mean Square Error	0.25278
Mean of Response	28.49614
Observations (or Sum Wgts)	14

Adekvatnost usvojenog modela proverena je i korišćenjem dijagrama reziduala. Kao što se može videti na slici 11.12 reziduali prate pravu normalne raspodele i nalaze se u okviru intervala poverenja koji je prikazan crtkastim linijama.

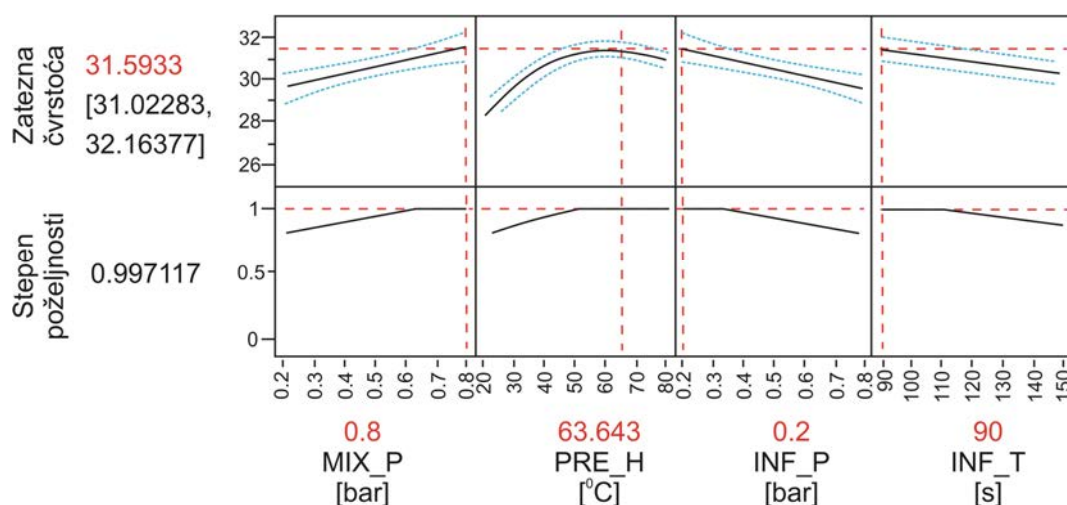


Slika 11.12 Dijagram normalne raspodele

11.2.3. Uticajnost parametra

Na osnovu aproksimiranih vrednosti parametara i standardne greške, koje su prikazane u tabeli 11.4, uočljivo je da temperatura predgrevanja epruveta (PRE_H) igra vrlo važnu ulogu u sposobnosti regresionog modela da objasni ponašanje posmatranog procesa.

Iz table 11.4 se može uočiti da su oba člana (linearni i kvadratni) statistički signifikantni. Međutim, predznak linearnog člana je pozitivan, dok je predznak kvadratnog člana negativan. Sa inženjerskog stanovišta, ovo znači da povećanje temperature predgrevanja utiče na povećanje čvrstoće samo do jedne tačke, a nakon toga ostvaruje negativan uticaj na zateznu čvrstoću. Ovakav uticaj se može uočiti i na dijagramu optimizacije, prikazanom na slici 11.13. Optimalna temperatura predgrevanja se nalazi između centralne i gornje granice temperature i iznosi oko 64°C.

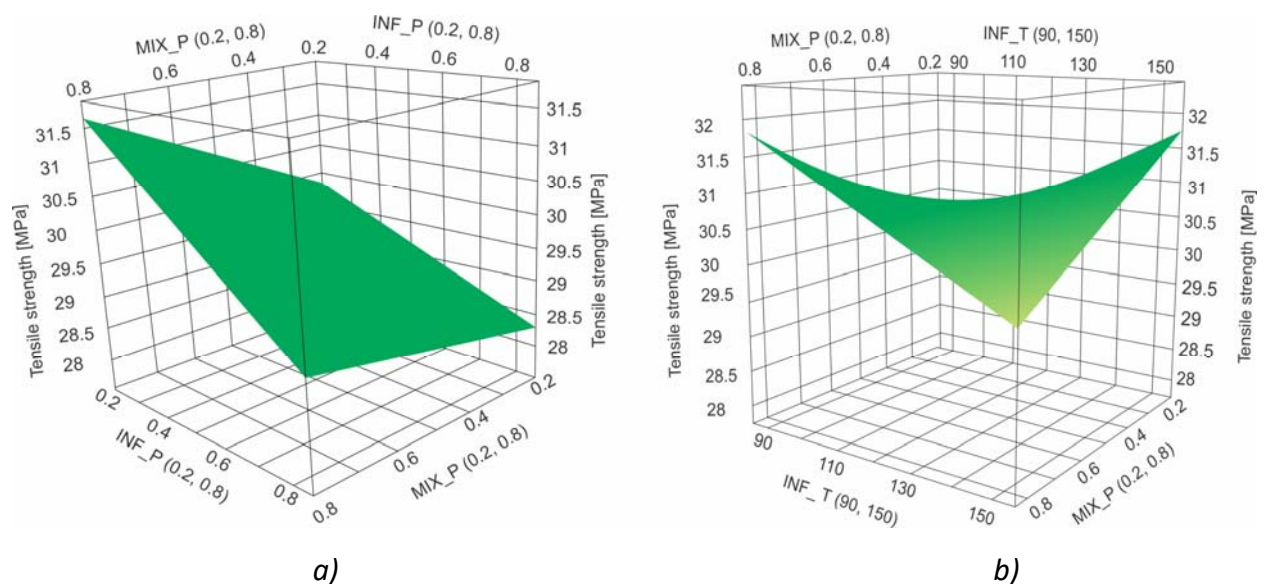


Slika 11.13 Dijagram optimizacije

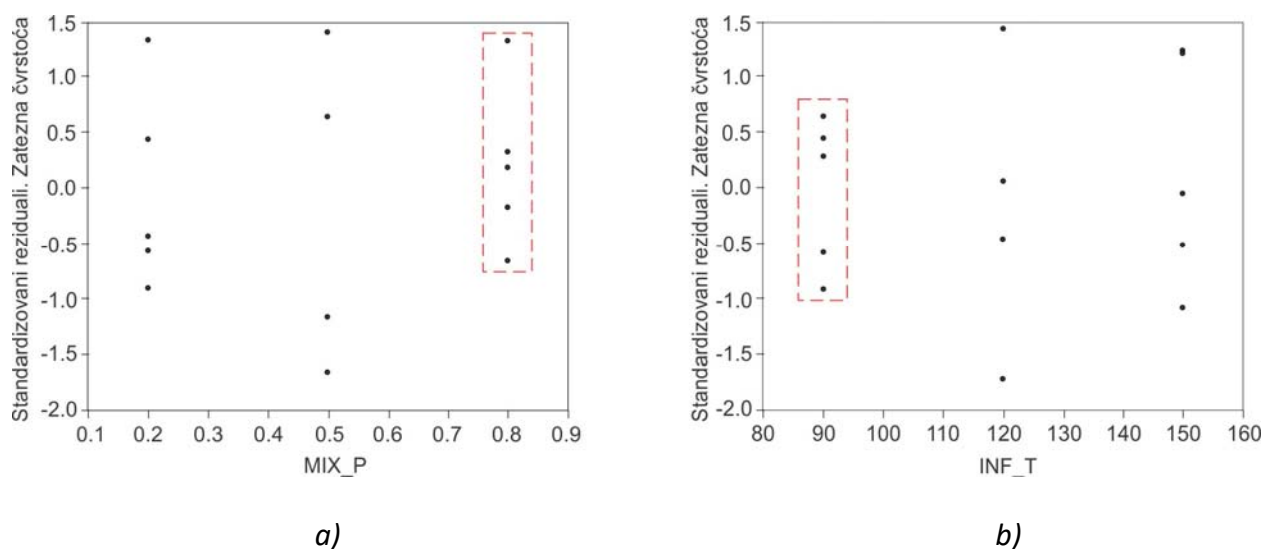
Iako nije statistički signifikantan, pritisak mešanja (MIX_P) ima statistički signifikantnu interakciju sa potpritiskom infiltracije (INF_P), što je prikazano u tabeli 11.4. Detaljnijim uvidom u dijagram površina prikazanog na slici 11.14 može se objasniti interakcija između parametara MIX_P i INF_P kao i parametara INF_T i MIX_P.

Interakcija potpritiska mešanja (MIX_P) i potpritiska infiltracije (INF_P) ilustrovana je dijagramom odzivne površi na slici 11.14a. Pri konstantnom potpritisku mešanja (MIX_P), zatezna čvrstoća se povećava sa porastom potpritiska infiltracije (INF_P), od 0.8 do 0.2 bar. Uočljivo je, međutim, da je efekat potpritiska mešanja (MIX_P) veći kada se ovaj održava na 0.8 bar, tj. veći je njegov sinergijski uticaj na povećanje zatezne čvrstoće usled porasta potpritiska infiltracije (INF_P). Održavanje potpritiska mešanja (MIX_P) na nivou od 0.8 bar takođe doprinosi i stabilnosti procesa, budući da je disperzija izmerenih vrednosti zatezne čvrstoće najmanja na ovom nivou MIX_P (sl. 11.15a).

Druga statistički značajna interakcija postoji između potpritiska mešanja (MIX_P) i vremena infiltracije u vakuumu (INF_T). Ovde dijagram odzivne površi ima karakterističan sedlasti oblik (sl. 11.14b), dok se najveće vrednosti zatezne čvrstoće dobijaju pri nivou potpritiska mešanja MIX_P=0.8 bar i vremenu infiltracije u vakuumu INF_T=90 s. I u ovom slučaju, dijagram raspodele standardizovanih reziduala u zavisnosti od vremena infiltracije u vakuumu (sl. 11.15b) govori u prilog minimalnom vremenu infiltracije (INF_T), s obzirom da ono doprinosi povećanju stabilnosti procesa infiltracije, omogućujući najmanje rasipanje izmerenih vrednosti za zateznu čvrstoću.



Slika 11.14 Dijagram odzivne površine parametara a) MIX_P i INF_P i b) INF_T i MIX_P



Slika 11.15 Standardizovani reziduali za parametar a) MIX_P i b) INF_P

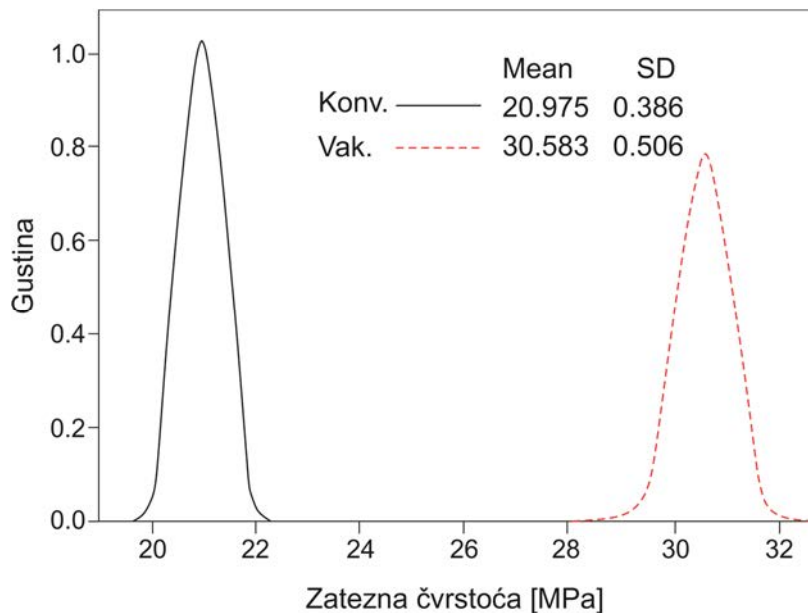
Uvidom u dijagram optimizacije modela (slika 11.13) moguće je definisati optimizovanu vrednost svakog statistički signifikantnog parametra i tako dobiti skup vrednosti koje omogućavaju postizanje maksimalne zatezne čvrstoće. Optimalne vrednosti označene su crvenom isprekidanom linijom i iznose: MIX_P=0.8 bar, PRE_H=63.64°C, INF_P=0.2 bar, i INF_T=90 s. Primenom ovako odabranih optimalnih parametara infiltracije izvršena je eksperimentalna verifikacija optimuma, a analiza je prezentovana u narednoj tački.

11.3. Eksperimentalna verifikacija optimuma

Za eksperimentalnu verifikaciju optimuma korišćene su tri epruvete. Sprovedena eksperimentalna procedura opisana je u poglavlju 10.8. Prilikom usvajanja regresionog modela procesa infiltracije, metod infiltracije (INF_M) i vreme mešanja infiltranta u vakuumu (MIX_T) bili su izostavljeni iz modela. S tim u vezi, za potrebe eksperimentalne verifikacije odabrani su njihovi nivoi koji omogućuju uštede u materijalu i vremenu, pa je za način infiltracije (INF_M) izabrano nanošenje infiltranta četkom, dok je za vreme mešanja infiltranta u vakuumu (MIX_T) usvojen donji nivo, tj. najkraće vreme (90 s).

U opštem slučaju, verifikacija optimuma predstavlja kompleksan problem kojem su brojni istraživači posvetili posebnu pažnju. Nedavna studija koju je dao *Villis* [101] predstavlja jednu od najdetaljnijih diskusija na temu verifikacije rezultata optimizacije. Za potrebe eksperimentalne verifikacije koja je prikazana u ovom radu, korišćena je metodologija predložena od strane *Antony-ja* [102]. Na osnovu tri ponavljanja eksperimenta tački optimuma, dobijene su zatezne čvrstoće koje su prikazane u tabeli 10.9, a čija prosečna vrednost iznosi 30.58 MPa. Na osnovu eksperimentalno dobijenih vrednosti izračunat je 95% interval poverenja, CI [29.325, 31.842 MPa]. Vrednost optimalne zatezne čvrstoće koju je predvideo usvojeni regresioni model (slika 10.13), iznosi 31.59 MPa i pada u eksperimentalno dobijeni interval poverenja, što pokazuje da usvojeni regresioni model dobro opisuje proces infiltracije sa stanovišta dobijanja zatezne čvrstoće.

Na slici 11.16 prikazani su dijagrami normalnih raspodela koje su dobijene za eksperimentalno izmerene zatezne čvrstoće primenom konvencionalne infiltracije i vakuumske infiltracije koja je modelirana u ovom radu. Uočljivo je da su dve raspodele vrlo udaljene i da se bez primene statističkog testa može utvrditi značajno povišenje zatezne čvrstoće koje obezbeđuje predloženi, optimizovani model vakuumske infiltracije.



Slika 11.16 Dijagrami normalne raspodele eksperimentalnih vrednosti zateznih čvrstoća dobijenih konvencionalnom (crna puna linija) i optimizovanom vakuumskom infiltracijom (crvena isprekidana linija)

Konačno, moguće je izvršiti i poređenje između vrednosti zateznih čvrstoća koje su ostvarene primenom optimizovanog modela vakuumske infiltracije i literaturno dostupnih rezultata koje su dobili drugi autori.

U obuhvatnoj studiji koju je sproveo *Kotlinski* [34], maksimalne vrednosti zatezne čvrstoće dobijene u eksperimentalnim istraživanjima većeg broja autora, iznosile su od 9 do 24 MPa. U poređenju sa ovim rezultatima, zatezna čvrstoća dobijena primenom optimizovanog vakuumskog modela infiltracije omogućava poboljšanje od približno 23%.

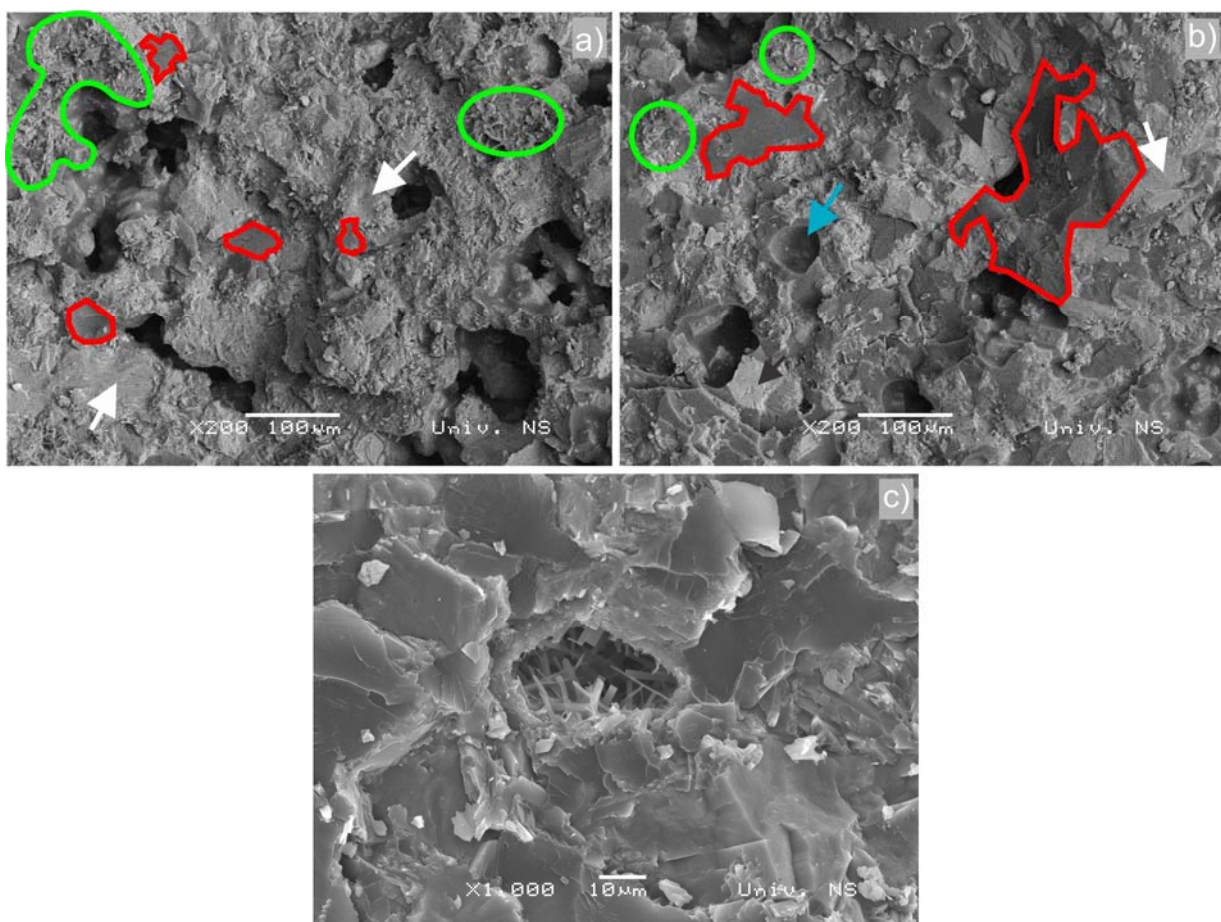
Kada je u pitanju najnovija formulacija epoksidnog infiltranta proizvođača 3D Systems [103], Resin-X (iz 2016 god), koja se može koristiti u kombinaciji sa prahom i vezivom iz ovog rada, dobijene su vrednosti zatezne čvrstoće od 30 MPa, dok za smolu nešto starije formulacije ove vrednosti iznose 24 MPa.

11.3.1. Ispitivanje mikrostrukture

Morfologija prelomne površine epruveta prikazana je na slici 11.17a za konvencionalnu infiltraciju, odnosno na slici 11.17b za slučaj infiltracije primenom optimizovanog modela vakuumske infiltracije. U oba slučaja vidljive su zone čistog očvrstnutog (potpuno umreženog)

epoksida (na slici zaokružene crvenim linijama), u kojima su vidljive glatke površine koje su karakteristika krtog loma. Takođe, druga karakteristika krtog loma tzv. rečne šare se mogu uočiti u oba slučaja i prikazane su na slici 11.17 belim strelicama. Zone na kojima su vidljive rečne šare predstavljaju kombinaciju osnove (matrice) praha i epoksida. Oblasti u kojima nije došlo do potpune sinteze praha pojavljuju se kod obe varijante infiltracije i prikazane su zelenim linijama na slici 11.17.

Na osnovu prikazanih mikroskopskih slika se može obrazložiti uzrok povećanja čvrstoće kod epruveta infiltriranih optimizovanog modela vakuumske infiltracije. Naime, kod uzoraka infiltriranih u vakuumu uočljive su velike površine epoksida (označene crvenom linijom na slici 11.17b) dok u slučaju konvencionalne infiltracije postoje samo male zone čistog epoksida (slika 11.17a).



Slika 11.17 Morfologija loma pri a) konvencionalnoj infiltraciji, b) optimizovanoj vakuumskoj infiltraciji c) detalj vlaknaste strukture prisutne u oba slučaja postprocesiranja

Iako je poroznost smanjena primenom optimizovanog modela vakuumske infiltracije, ipak postoji prisustvo određene količine zarobljenih gasnih mehurova koji nisu izbačeni u okolinu uprkos vakuumu, a mogu se uočiti na slici 10.17b (označeni plavom strelicom).

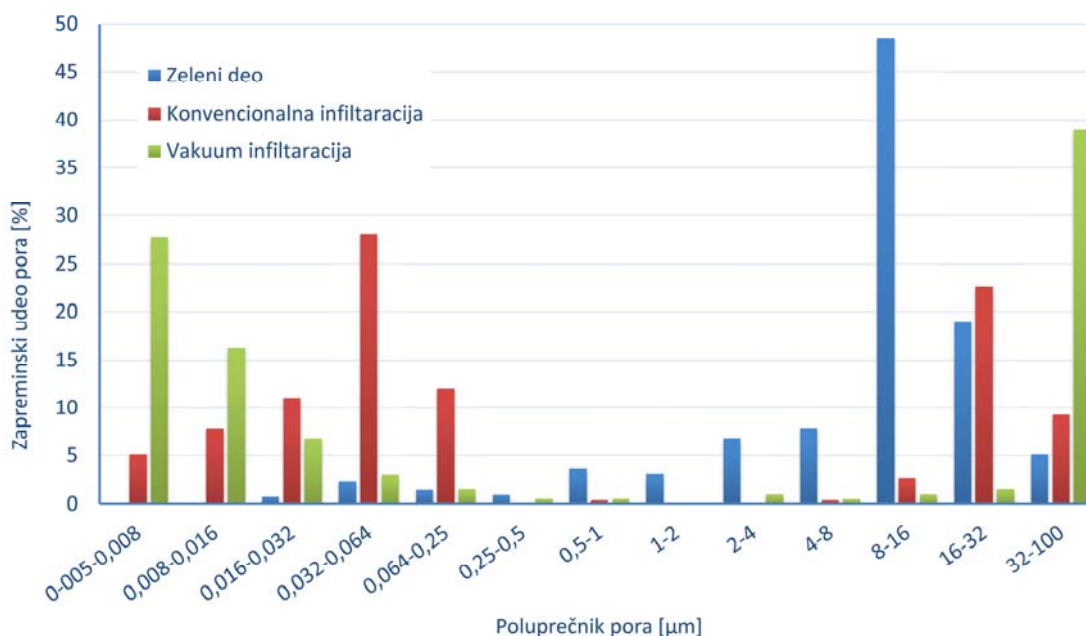
Sa uvećanjem od x1000 na pojedinim mestima preloma je moguće uočiti šupljine u kojima postoje preostala vlakna iz praha koja nisu sjedinjena u aglomerat tokom procesa vezivne 3D štampe, a prikazana su na slici 11.17c.

11.3.2. Živina porozimetrija

Analizom epruveta metodom živine porozimetrije dobijena je ukupna poroznost kao i kumulativna zapremina pora, što je prikazano u tabeli 10.11. Analiza je izvršena na uzorcima zelene epruvete, infiltrirane konvencionalno i primenom optimizovanog modela vakuumske infiltracije. Poroznost zelenih uzoraka je vrlo visoka i iznosi 47.41%. Sa stanovišta mehaničkih karakteristika, ovako visoka poroznost ima vrlo negativan uticaj. Međutim, visoka poroznost zelene osnove omogućava upijanje velike količine epoksidnog infiltranta, što doprinosi poboljšanju mehaničkih karakteristika.

Ukupna poroznost epruveta značajno opada kada se primeni konvencionalna infiltracija, jer epoksidna smola ispunjava šupljine i pore u zelenom delu, smanjujući tako poroznost ovih epruveta na 11,78%. Ovako dobijena poroznost i dalje predstavlja problem u eksploataciji budućeg funkcionalnog dela, jer svaka pora predstavlja koncentrador napona.

Primena optimizovanog modela vakuumske infiltracije omogućuje višestruko smanjenje poroznosti u odnosu na konvencionalni postupak i iznosi 3,19%. Na ovaj način, smanjenjem količine pora koje predstavljaju koncentratore napona, povećavaju se mehaničke karakteristike modela, a time i zatezna čvrstoća.



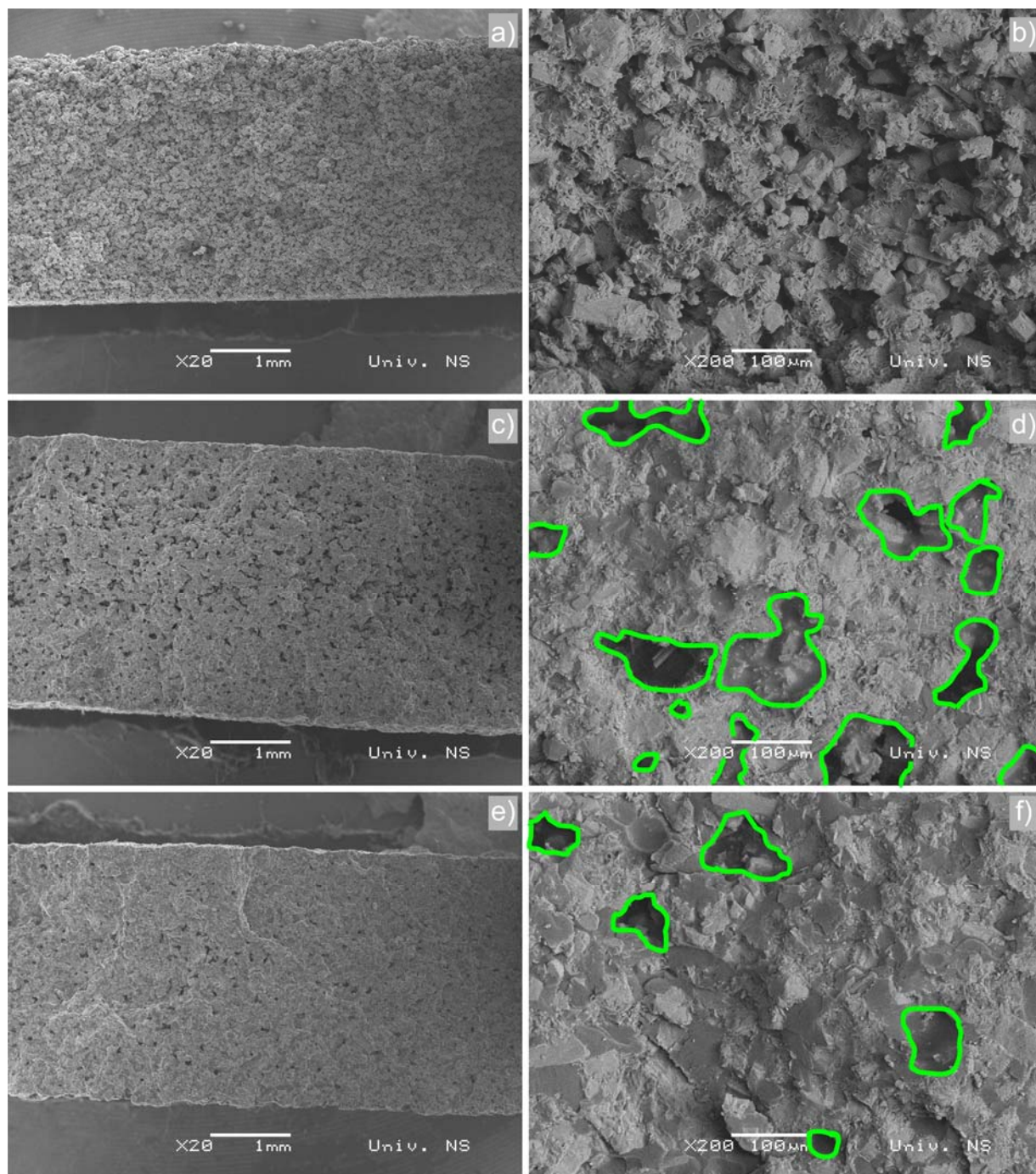
Slika 11.18 Raspodela vrednosti poluprečnika pora

Ako se posmatra raspodela veličine pora u uzorcima prikazana na slici 11.18, uočava se da primena optimizovanog modela vakuumske infiltracije doprinosi pomeranju veličina pora ka manjim poluprečnicima, što teorijski dovodi do poboljšanja mehaničkih karakteristika materijala. Međutim, kod epruveta tretiranih na ovaj način, dolazi do porasta ukupnog procentualnog udela pora poluprečnika u opsegu 32-100 μm . Ove pore negativno utiču na čvrstoću pa ih je potrebno eliminisati iz uzoraka, a mogu se javiti kao posledica spajanja manjih zarobljenih gasnih mehurova u veće, tokom delovanja potpritiska u procesu infiltracije.

S obzirom da je živina porozimetrija kvantitativni pokazatelj poroznosti, izvršena je mikroskopska analiza epruveta radi verifikacije rezultata. Na slici 11.19 prikazane su SEM fotografije na mestu preloma tri epruvete koje su korišćene u porozimetriji pri uvećanju 20x i 200x.

Na slici 11.19a i b prikazana je zelena epruveta kod koje je uočljiva vrlo visoka poroznost pri oba uvećanja. Detaljna mikroskopska analiza zelenog uzorka prikazana je u poglavlju 11.1. Ako se posmatraju konvencionalno infiltrirana epruveta (slika 11.19c i 11.19d) i epruveta tretirana primenom optimizovanog modela vakuumske infiltracije (slika 11.19e i 11.19f), moguće je već pri malim uvećanjima od x20 uočiti razliku u broju pora na posmatranom uzorku. Daljim uvećanjem od x200 razlika u broju pora pri dva različita načina infiltracije postaje još jasnija. Na slikama 11.19d i 11.19f zelenim linijama su zaokružene pore koje se nalaze u posmatranoj oblasti. Osim broja pora koji je značajno manji u slučaju tretmana epruveta vakumom, može se uočiti i razlika u njihovoj veličini.

Rezultati živine porozimetrije i mikrostrukturne analize potvrdile su prednost optimizovanog modela vakuumske infiltracije u odnosu na konvencionalni prilaz.



Slika 11.19 SEM snimci epruveta na mestu preloma a) zeleni deo, b) konvencionalna infiltracija, c) optimizovana vakuumska infiltracija

12. ZAKLJUČCI

Završni pogled na rezultate koji su prikazani u ovom radu pre svega polazi od globalnog cilja i specifičnih ciljeva koji su definisani u uvodnom delu.

Sa stanovišta ispunjenja globalnog cilja, rad je rezultovao formiranjem optimizovanog regresionog modela procesa vakuumske infiltracije u vezivnoj 3D štampi, čime je omogućeno uspostavljanje analitičke zavisnosti između ključnih tehnoloških parametara infiltracije i zatezne čvrstoće radnih predmeta.

U pogledu ostvarenja specifičnih ciljeva, u radu je izvršena identifikacija relevantnih tehnoloških parametara infiltracije, pri čemu je skup standardnih parametara proširen temperaturom i potpritiskom, što je omogućilo obuhvatniji tehnološki opis procesa infiltracije.

Sa stanovišta utvrđivanja tehnološki prihvatljivih graničnih vrednosti za odabrane tehnološke parametre infiltracije, u radu je tehnološki obrazložen izbor usvojenih opsega za sve ulazne parametre, pri čemu su opsezi ulaznih vrednosti bili odabrani dovoljno široko da omoguće efikasno modeliranje procesa, bez vidljivog uticaja šuma.

Centralno eksperimentalno istraživanje u radu bilo je zasnovano na statističkom inženjerskom eksperimentu. S tim u vezi, važno je zapaziti da je korišćen novi postupak, *Definitive Screening Design (DSD)*, koji u većini komercijalno dostupnih paketa za statističku analizu još uvek nije softverski implementiran. Značaj primene DSD postupka u ovom istraživanju jeste u tome što je omogućio da se uz minimalan broj eksperimenata ispita statistička značajnost svih parametara, njihovih kvadratnih članova i dvofaktornih interakcija, a da se potom, na usvojenom regresionom modelu, izvrši i optimizacija procesa. Imajući u vidu da je za izvođenje bilo kojeg inženjerskog eksperimenta bitno da se svi eksperimenti izvedu u jednoj sesiji, smanjenje ukupno potrebnog broja eksperimenata omogućilo je da vreme potrebno za ceo eksperiment bude u okviru 180 minuta. Na ovaj način je bilo moguće održati koncentraciju i preciznost koji su bili neophodni za efikasno izvođenje eksperimenta, dok je, sa druge strane, bilo omogućeno višestruko ponavljanje eksperimentalnog procesa onaj broj puta koji je bio potreban da se efikasno ovlada celim procesom i da obučenost i varijacije operatera u brzini izvođenja pojedinih sekvenci u

eksperimentu ne predstavljaju dodatan izvor varijacije u rezultatima koji regresioni model ne može da objasni.

Sa stanovišta analize procesa infiltracije primenom dobijenog regresionog modela, takođe je značajno to što je DSD omogućio uvid u sve glavne uticaje, njihove kvadratne vrednosti i dvofaktorne interakcije, pri čemu je preslikavanje (en. *aliasing*) potpuno izbegnuto ili je, u slučaju dvofaktornih interakcija, bilo svedeno na minimum, čime su omogućeni analitički uvid u proces infiltracije, kao i optimizacija procesa, bez potrebe za izvođenjem dopunskih eksperimenata.

Eksperimentalna verifikacija je pokazala da usvojeni regresioni model dobro modelira proces infiltracije sa stanovišta zatezne čvrstoće i da je teoretski optimizovana vrednost zatezne čvrstoće bila u okviru intervala poverenja izračunatog na osnovu rezultata eksperimentalne verifikacije.

Takođe treba napomenuti da je regresioni model omogućio i uvid u osnovne aspekte stabilnosti procesa infiltracije, na taj način što je pružio informacije o nivoima na kojima treba održavati pojedine parametre infiltracije kako bi rasipanje eksperimentalno dobijenih vrednosti zatezne čvrstoće bilo održavano na što nižim vrednostima.

Važno je istaći da je optimizovani regresioni model vakuumskog procesa infiltracije omogućio značajno poboljšanje zatezne čvrstoće epruveta. Prema rezultatima dobijenim u matičnoj laboratoriji, prosečna vrednost zatezne čvrstoća koja se dobija konvencionalnom infiltracijom epruveta, iznosi 20.975 MPa. Primenom identičnog osnovnog materijala i epoksidnog infiltranta, metoda predložena i optimizovana u ovom radu, omogućava prosečnu zateznu čvrstoću od 30.58 MPa, što čini povećanje za oko 45%. Ako se u obzir uzmu sumirani rezultati merenja zatezne čvrstoće drugih autora [34], u zavisnosti od tipa infiltranta, raspon dobijenih vrednosti kreće se između 9 i 24 MPa, što znači da je, posmatrano u odnosu na gornju vrednost navedenog raspona, prosečna vrednost zatezne čvrstoće dobijena u ovom radu veća za 23%.

Sa aspekta praktične primenljivosti, važno je istaći da optimizovani postupak vakuumske infiltracije koji bazira na razvijenom regresionom modelu, koristi standardnu opremu koja se nalazi u većini laboratorija i radionica, a osnovni materijal za izradu modela i materijali za infiltraciju predstavljaju komercijalno dostupne, standardne materijale.

Kada je reč o ograničenjima predloženog modela infiltracije i postupka koji je optimizovan na osnovu modela, pre svega treba istaći da skromna veličina radnog prostora vakuum komore trenutno ne omogućava infiltraciju delova većih gabarita. Takođe, metod infiltracije koji nije pokazao statističku značajnost u posmatranom modelu, u praksi ipak može imati uticaj na mehaničke karakteristike većih radnih predmeta koji imaju kompleksnu geometriju i neravnomernu raspodelu masa.

U pogledu nastavka istraživanja, interesantna su dva osnovna pravca u kojima bi predloženi model infiltracije mogao dalje da bude razvijan.

Prvi pravac obuhvata primenu novih materijala za izradu radnih predmeta, pri čemu bi formulacije praška mogle biti na bazi aluminijuma, keramike, itd. Tehnološke granice parametara koji su korišćeni u slučaju originalnog istraživanja, ovde bi trebalo ponovo ispitati, dok bi glavni uticaji i signifikantne interakcije mogli biti potpuno drugačiji i time otvoriti prostor za nova istraživanja.

U okviru drugog pravca, akcenat istraživanja bi bio na modifikaciji formulacije epoksidnog infiltranta od kojeg umnogome zavise mehaničke karakteristike završnog dela. S tim u vezi, potencijalni prostor za povišenje mehaničkih karakteristika umreženog infiltranta treba tražiti u obogaćivanju osnovne epoksidne formulacije nanočesticama metalnog porekla, ugljeničnim vlaknima i sl. Dizajn eksperimenta bi i u ovom slučaju mogao da doprinese iznalaženju optimalnog udela ovih čestica, načinu njihovog uvođenja u formulaciju, temperaturi i pritisku na kojima se izvodi mešanje, itd.

13. NAUČNI DOPRINOS ISTRAŽIVANJA I MOGUĆNOST PRIMENE U PRAKSI

Naučni doprinosi istraživanja disertacije mogu se prikazati kroz dva segmenta.

Glavni rezultat koji je proistekao iz ove disertacije jeste regresioni model procesa infiltracije u vezivnoj 3D štampi. Model omogućuje uspostavljanje analitičke zavisnosti između ključnih tehnoloških parametara infiltracije i zatezne čvrstoće radnih predmeta, kao i optimizaciju procesa infiltracije sa stanovišta postizanja maksimalne zatezne čvrstoće radnih predmeta.

Pored standardnih tehnoloških parametara, razvijeni model je proširen parametrima koji uzimaju u obzir temperaturu i potpritisak na kojem se obavljaju priprema infiltranta i sama infiltracija, čime je dobijen novi postupak za infiltraciju koji omogućava značajno povišenje zatezne čvrstoće.

Centralno eksperimentalno istraživanje u radu bilo je zasnovano na novom postupku, *Definitive Screening Design (DSD)*, koji u većini komercijalno dostupnih paketa za statističku analizu još uvek nije softverski implementiran. DSD postupak je omogućio da se uz minimalan broj eksperimenata ispita statistička značajnost svih parametara, njihovih kvadratnih članova i dvofaktornih interakcija, a da se potom, na usvojenom regresionom modelu, izvrši i optimizacija procesa.

Analiza procesa infiltracije primenom dobijenog regresionog modela takođe je omogućila i uvid u najvažnije aspekte stabilnosti procesa infiltracije, na taj način što je pružila informacije o nivoima na kojima treba održavati pojedine parametre infiltracije u cilju minimizacije rasipanja eksperimentalno dobijenih vrednosti zatezne čvrstoće.

Razvijeni model i optimizovana tehnologija infiltracije, imaju vrlo značajnu mogućnost za praktičnu primenu u tehnologiji vezivne 3D štampe. U odnosu na konvencionalan postupak, primenom istih materijala za radne predmete i infiltraciju, razvijena i eksperimentalno verifikovana tehnologija za infiltraciju omogućava dobijanje zatezne čvrstoće koja je i do 23% viša

od konvencionalne. Pri tom se, izuzimajući vakuumsku komoru, ne zahteva dodatno investiranje u postojeću opremu i materijale.

14. LITERTURA

- [1] Gibson I, Rosen DW., Stucker B (2010) Additive Manufacturing Technologies: Rapid Prototyping to Direct Digital Manufacturing. Springer
- [2] Marciniec A, Markowski T, Budzik G, Trytek A, Kozik B, Bernaczek J, Pacana J, Matysiak H, Banaś A (2010) Application of ZP131 powder for manufacture of casting molds using ZCast technology for Al-alloys castings. Archives of foundry engineering, 83(1):423–426
- [3] Zhou JG, Kokkengada M, He Z, Kim YS, Tseng A (2004) Low temperature polymer infiltration for rapid tooling. Materials and Design 25:145–154
- [4] Plančak M (2009). Brza izrada prototipova, modela i alata. Fakultet tehničkih nauka, Novi Sad
- [5] ISO/ASTM 52900:2015 (en) Additive manufacturing — General principles — Terminology
- [6] Coykendall J, Cotteleer M, Holdowsky J, Mahto M (2014) 3D opportunity in aerospace and defense. Deloitte University Press
- [7] Chua CK, Leong KF, Lim CS (2003) Rapid Prototyping, Principles and Applications, 2nd Edition. World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd., New Jersey
- [8] Gebhardt A. (2011) Understanding Additive Technology, Rapid Prototyping, Rapid Tooling, Rapid Manufacturing. Hanser Publisher, Munich
- [9] <http://en.dmgmori.com/products/lasertec/lasertec-additivemanufacturing/lasertec-65-3d> 24.04.2016
- [10] Impens D, Urbanic RJ (2016) A comprehensive assessment on the impact of post-processing variables on tensile, compressive and bending characteristics for 3D printed components. Rapid Prototyping Journal 22(3):591-608
- [11] Cotteleer M, Joyce J (2014) 3D Opportunity Additive manufacturing paths to performance, innovation, and growth. Deloitte Review 14:5-19

-
- [12] Wholers report (2014) 3D Printing and Additive Manufacturing State of the Industry, Annual Worldwide Progress Report. Wholers Associates
- [13] Additive manufacturing: opportunities and constraints (2013) Summary of a Roundtable Forum. Royal Academy of Engineering, London, UK
- [14] Frascati J (2007) Effects of Position, Orientation, and Infiltrating Material on Three Dimensional Printing Models. Master rad, B.S. Florida State University
- [15] Gharai SH, Morsi Y, Masood SH (2013) Tensile Properties of Processed 3D Printer ZP150 Powder Material. *Advanced Materials Research*, 699:813–816
- [16] Farzadi A, Solati-Hashjin M, Asadi-Eydivand M, Abu Osman NA (2014) Effect of Layer Thickness and Printing Orientation on Mechanical Properties and Dimensional Accuracy of 3D Printed Porous Samples for Bone Tissue Engineering. *PLoS ONE* 9(9):1–14
- [17] Galeta T, Raos P, Somolanji M (2012) Impact of structure and building orientation on strength of 3D printed models. *KGK Kautschuk Gummi Kunststoffe* 65(10):36–42.
- [18] Yao AWL, Tseng YC (2002) A robust process optimization for a powder type rapid prototyper. *Rapid Prototyping Journal* 8(3):180–189
- [19] 3D systems (2013) 3DP Consumables Catalog
- [20] Castilho M, Gouveia B, Pires I, Rodrigues J, Pereira M (2015) The role of shell/core saturation level on the accuracy and mechanical characteristics of porous calcium phosphate models produced by 3Dprinting. *Rapid Prototyping Journal* 21(1):43–55
- [21] Lu K, Reynolds WT (2008) 3DP process for fine mesh structure printing. *Powder Technology* 187(1):11–18
- [22] Zhang S, Miyajima H, Yang L, Ali A, Dilip JJS (2014) An Experimental Study of Ceramic Dental Porcelain Materials Using A 3D Print (3DP) Process. *Proceeding of Solid Freeform Fabrication (SFF) Symposium* 991–1011
- [23] Godbole H (2012) Characterization of color, gloss and mechanical performance of 3D printed structures. Rochester Institute of Technology, New York, USA
- [24] Stanić M (2010) Structure, surface and permanence properties of three dimensional printing materials. *Doktorska disertacija*. Univerzitet u Zagrebu, Grafički fakultet, Zagreb, Hrvatska
- [25] Vaezi M, Chua CK (2011) Effects of layer thickness and binder saturation level parameters on 3D printing process. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 53(1–4):275–284

-
- [26] Suwanprateeb J. (2012). Influence of printing parameters on the transformation efficiency of 3D-printed plaster of paris to hydroxyapatite and its properties. *Rapid Prototyping Journal* 18(6):490–499
- [27] Moon J, Grau JE, Knezevic V, Cima MJ, Sachs EM (2002) Ink-jet printing of binders for ceramic components. *Journal of the American Ceramic Society* 85(4):755–762
- [28] Farzadi A, Waran V, Solati-Hashjin M, Rahman ZAA, Asadi M, Osman NAA (2015) Effect of layer printing delay on mechanical properties and dimensional accuracy of 3D printed porous prototypes in bone tissue engineering. *Ceramics International* 41(7):8320–8330
- [29] Galeta T, Šimunović G, Mazurek M (2015) Impact of strengthening fluids on roughness of 3d printed models. *Metalurgy* 54(1):231–234
- [30] Galeta T, Kladarić I, Karakašić M (2011) Influence of Processing Factors on Tensile Strength of 3D Printed Models. *Materials and Technology* 47(6):149–156
- [31] Pilipović A, Raos P, Šercer M (2009) Experimental analysis of properties of materials for rapid prototyping. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 40(1):105–115
- [32] Fajic A, Tiro D, Galeta T (2007) Effects of processing parameters on hardness of 3d printed parts. 11th International Research/Expert Conference "Trends in the Development of Machinery and Associated Technology" TMT 707–710
- [33] Impens D (2015) An Experimental Approach to Assess the Impact of Post Processing Variables on the Mechanical Characteristics of 3D Printed (Powder Binding Process) parts. Master rad, University of Windsor, Ontario, Canada
- [34] Kotlinski J (2014) Mechanical properties of commercial rapid prototyping materials. *Rapid Prototyping Journal* 20(6):499–510
- [35] Lužanin O, Movrin D, Plančak M, Toth-Tascau M (2012) Using factorial design to assess the influence of epoxy brand and preheating on the tensile strength of 3D printed specimens. *Machine and industrial Design in Mechanical Engineering - KOD, Balatonfured, Hungary* 431-434
- [36] Suwanprateeb J (2006) Improvement in mechanical properties of three-dimensional printing parts made from natural polymers reinforced by acrylate resin for biomedical applications: A double infiltration approach. *Polymer International* 55(1):57–62
- [37] Steele KAM, Herbert N, Pretet V (2004) A study on the effects of resin infiltration techniques on parts produced using the three-dimensional printing process. Fifth National Conference on Rapid Design, Prototyping and Manufacturing, UK 71–78

-
- [38] Maleksaeedi S, Eng H, Wiria FE, Ha TMH, He Z (2014) Property enhancement of 3D-printed alumina ceramics using vacuum infiltration. *Journal of Materials Processing Technology* 214(7):1301–1306
- [39] Suwanprateeb J, Suwanpreuk W (2009) Development of translucent and strong three dimensional printing models. *Rapid Prototyping Journal* 15(1):52–58
- [40] Zardawi FM (2015) Investigation of Elastomer Infiltration into 3D Printed Facial Soft Tissue Prostheses. *Anaplastology* 4(1):3–7
- [41] Deckers J, Kruth JP, Shahzad K, Vleugels J (2012) Density improvement of alumina parts produced through selective laser sintering of alumina-polyamide composite powder. *CIRP Annals - Manufacturing Technology* 61(1):211–214
- [42] Shahzad K, Deckers J, Kruth JP, Vleugels J (2013) Additive manufacturing of alumina parts by indirect selective laser sintering and post processing. *Journal of Materials Processing Technology* 213(9):1484–1494
- [43] Zhang W (2010) Rapid Prototyping of Ceramic / Metal Composites (Rapid Prototyping von Keramik / Metall-Verbundwerkstoffen. *Doktorska disertacija. Der Technischen Fakultät der Universität Erlangen-Nürnberg*
- [44] Withell A, Diegel O, Grupp I (2011) Porous ceramic filters through 3D printing. *Innovative Developments in Virtual and Physical Prototyping: Proceedings of the 5th International Conference on Advanced Research in Virtual and Rapid Prototyping, Leiria, Portugal* 115–120
- [45] Drstvensek I, Hren N, Strojnik T, Pogačar V, Zupančič H, Sinković A (2008) Layered additive manufacturing in clinical medicine. *Stomatoloski glasnik Srbije* 55(4):259-267
- [46] Tabaković S, Konstantinović V, Radosavljević R, Movrin D, Hadžistević M, Hatab N (2015) Application of Computer-Aided Designing and Rapid Prototyping Technologies in Reconstruction of Blowout Fractures of the Orbital Floor. *Journal of Craniofacial Surgery* 26(5):1558-1563
- [47] Ying B, Ye N, Jiang Y, Liu Y, Hu J, Zhu S (2015) Correction of facial asymmetry associated with vertical maxillary excess and mandibular prognathism by combined orthognathic surgery and guiding templates and splints fabricated by rapid prototyping technique. *International Journal of Oral and Maxillofacial Surgery* 44(11):1330-1336
- [48] Bagaria V, Deshpande S, Rasalkar DD, Kuthe A, Paunipagar BK (2011) Use of rapid prototyping and three-dimensional reconstruction modeling in the management of complex fractures. *European Journal of Radiology* 80(3):814–820
- [49] Hurson C, Tansey A, Donnchadha BO, Nicholson P, Rice J, McElwain J (2007) Rapid prototyping in the assessment, classification and preoperative planning of acetabular fractures. *Injury* 38(10):1158–1162
-

-
- [50] Inzana JA, Olvera D, Fuller SM, Kelly JP, Graeve OA, Schwarz EM, Kates SL, Awad HA (2014) 3D printing of composite calcium phosphate and collagen scaffolds for bone regeneration. *Biomaterials* 35(13):4026–4034
- [51] Yeong WY, Chua CK, Leong KF, Chandrasekaran M, Lee M-W (2006) Indirect fabrication of collagen scaffold based on inkjet printing technique. *Rapid Prototyping Journal* 12(4):229–237
- [52] Lee M, Wu BM (2012) Recent advances in 3D printing of tissue engineering scaffolds. *Methods in Molecular Biology* 868:257–267
- [53] Zhou Z, Buchanan F, Mitchell C, Dunne N (2014) Printability of calcium phosphate: Calcium sulfate powders for the application of tissue engineered bone scaffolds using the 3D printing technique. *Materials Science and Engineering C*, 38:1–10
- [54] Vasireddi R, Basu B (2015) Conceptual design of three-dimensional scaffolds of powder-based materials for bone tissue engineering applications. *Rapid Prototyping Journal* 21(6):716–724
- [55] Szucs TD, Brabazon D (2009) Effect of saturation and post processing on 3D printed calcium phosphate scaffolds. *Key Engineering Material* 396-398:663–666
- [56] ZCorporation (2009) Bleed Compensation Adjustment Tool Instructions
- [57] ZCorporation (2009) Bleed Compensation Tweak Tool Measurements
- [58] Dimitrov D, Van Wijck W, Schreve K, De Beer N (2006) Investigating the achievable accuracy of three dimensional printing. *Rapid Prototyping Journal* 12(1):42–52
- [59] Cooke AL, Moylan SP (2011) Process Intermittent Measurement for Powder-Bed Based Additive Manufacturing. 22nd International SFF Symposium - An Additive Manufacturing Conference, Austin, Texas 81–98
- [60] Hazeveld A, Huddleston Slater JJR, Ren Y (2014) Accuracy and reproducibility of dental replica models reconstructed by different rapid prototyping techniques. *American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics* 145(1):108–115
- [61] Galeta T, Kljajin M, Karakašić M (2008) Geometric accuracy by 2-D printing model. *Strojnicki Vestnik/Journal of Mechanical Engineering* 54(10):725–733
- [62] Stopp S, Wolff T, Irlinger F, Lueth T (2008) A new method for printer calibration and contour accuracy manufacturing with 3D-print technology. *Rapid Prototyping Journal* 14(3):167–172
- [63] Marciniak A, Markowski T, Budzik G, Trytek A, Kozik B, Bernaczek J, Pacana J, Matysiak H, Banaś A (2010) Application of ZP131 powder for manufacture of casting molds using ZCast technology for Al-alloys castings. *Archives of foundry engineering* 10(1):423–426
- [64] Chhabra M, Singh R (2011) Rapid casting solutions: a review. *Rapid Prototyping Journal* 17(5):328–350
-

-
- [65] Chhabra M (2012) Obtaining desired surface roughness of castings produced using ZCast direct metal casting process through Taguchi experimental approach. *Rapid Prototyping Journal* 18(6):458–471
- [66] Kumar R, Singh R, Ahuja I (2016) Process capability study of three dimensional printing as casting solution for non ferrous alloys. *Rapid Prototyping Journal* 22(3):474–486
- [67] Meisel NA, Williams CB, Druschitz A (2012) Lightweight Metal Cellular Structures via Indirect 3D Printing and Casting. *Solid Freeform Fabrication Symposium, Austin, Texas* 162–176.
- [68] Trajanović M, Grujović N, Milovanović J, Milivojević V (2008) Računarom podržane brze proizvodne tehnologije. Mašinski fakultet u Kragujevcu.
- [69] Jeppsson MC, Mörtstedt H, Ferrari F, Jönsson BAG, Lindh CH (2010) Identification of covalent binding sites of ethyl 2-cyanoacrylate, methyl methacrylate and 2-hydroxyethyl ethacrylate in human hemoglobin using LC/MS/MS techniques. *Journal of Chromatography B* 878(27):2474–2482.
- [70] Le HP (1998) Progress and trends in ink-jet printing technology. *Journal of Imaging Science and Technology* 42(1):49–62
- [71] De Gans BJ, Kazancioglu E, Meyer W, Schubert US (2004) Ink-jet printing polymers and polymer libraries using micropipettes. *Macromolecular Rapid Communications* 25(1):292–296
- [72] Pilipović A (2012) Utjecaj parametara izrade na svojstva polimernoga prototipa. Doktorska disertacija. Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje
- [73] Zardawi Faraedon MM (2012) Characterisation of Implant Supported Soft Tissue Prostheses Produced with 3D Colour Printing. Doktorska disertacija. The University of Sheffield
- [74] <http://www.exone.com/> 24.04.2016
- [75] Fink KJ (2005) *Reactive polymers fundamentals and applications*. William Andrew Publishing, Norwich, NY, U.S.A
- [76] Petrie EM (2006) *Epoxy Adhesive Formulations*. McGraw-Hill, New York U.S.A
- [77] Čatić I, Johannaber F (2004) *Injekcijsko prešanje polimera i ostalih materijala*. Društvo za plastiku i gumu, Zagreb
- [78] <http://www.azom.com/> 07.04.2016
- [79] Johannes KF (2013) *Reactive Polymers Fundamentals and Applications – A Concise Guide to Industrial polymers (Second Edition)*. Elsevier
- [80] Rostamiyan Y, Hamed Mashhadzadeh A, Salman Khani A (2014) Optimization of mechanical properties of epoxy-based hybrid nanocomposite: Effect of using nano
-

-
- silica and high-impact polystyrene by mixture design approach. *Materials and Design* 56:1068–1077, 2014.
- [81] Zhou Y, White E, Hosur M, Jeelani S (2010) Effect of particle size and weight fraction on the flexural strength and failure mode of TiO₂ particles reinforced epoxy. *Materials Letters* 64(7):806–809
- [82] Jiang W, Jin FL, Park SJ (2012) Thermo-mechanical behaviors of epoxy resins reinforced with nano-Al₂O₃ particles. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 18(2):594–596
- [83] Bittmann B, Hauptert F, Schlarb AK (2011) Preparation of TiO₂/epoxy nanocomposites by ultrasonic dispersion and their structure property relationship. *Ultrasonics Sonochemistry* 18(1):120–126
- [84] Jones B, Nachtsheim CJ (2011) A class of three-level designs for definitive screening in the presence of second-order effects. *Journal of Quality Technology* 43(1):1-15
- [85] Xiao L, Lin DKJ (2012) Constructing definitive-screening designs using conference matrices. *Journal of Quality Technology* 44(1):2-8
- [86] Lužanin O, Gudurić V, Ristić I, Muhić S (2018) Investigating Impact of Five Build Parameters on The Maximum Flexural Force in FDM Specimens – Definitive Screening Design Approach. *Rapid Prototyping Journal* 24(2)
- [87] Erler A, de Mas N, Ramsey P (2013) Efficient biological process characterization by definitive-screening designs: The formaldehyde treatment of a therapeutic protein as a case study. *Biotechnology Letters* 35:323–329
- [88] Olsen RE, Bartholomew CH, Enfield DB, Lawson J, Rohbock N, Scott S, Woodfield BF (2014) Optimizing the synthesis and properties of Al-modified anatase catalyst supports by statistical experimental design. *Journal of Porous Materials* 21(5):827–837
- [89] Libbrecht W, Deruyck F, Poelman H, Verberckmoes A, Thybaut J, De Clercq J, Van Der Voort P (2015) Optimization of soft templated mesoporous carbon synthesis using Definitive Screening Design. *Chemical Engineering Journal* 259:126–134.
- [90] Jones B, Nachtsheim CJ (2013) Definitive Screening Designs with Added Two-Level Categorical Factors. *Journal of Quality Technology* 45(2):121-129
- [91] Burnham K, Anderson D (2002) *Model Selection and Multimodel Inference*. Springer-Verlag New York Berlin Heidelberg
- [92] http://www.samsonkamnik.si/s5000_1230g 15.03.2015
- [93] Rodrigo M (2012) *A Comparative Study of Strength and Stiffness of Thin-Walled Specimens Fabricated By FDM and 3D Printing Technologies*. Master rad. Brigham Young University, Utah, U.S.A
-

-
- [94] Struers ApS (2016) CitoVac, Technical data
- [95] Cornell JA (2011) A Retrospective View of Mixture Experiments. *Quality Engineering* 23(4):315–331
- [96] Bello LHAD, Vieira AFDC (2011) Tutorial for mixture-process experiments with an industrial application. *Pesquisa Operacional* 31(3):543–564
- [97] Mathews PG (2005) *Design of Experiments with MINITAB*. ASQ Quality Press
- [98] Z Croporation (2011) Material safety data sheet for ZP 131 powder
- [99] Kaneko K (1994) Determination of pore size and pore size distribution, Adsorbents and catalysts. *Journal of Membrane Science* 96:59-89
- [100] Marinović SR (2015) Primena novih polimernih nanokompozitnih materijala sa glinom u prečišćavanju voda koje sadrže derivate fenola. Doktorska disertacija. Univerzitet u Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet
- [101] Willis A (2016) Confirmation Runs in Design of Experiments. *Journal of Quality Technology* 48(2):162–177
- [102] Antony J (2003) *Design of Experiments for Engineers and Scientists*. Butterworth-Heinemann, New York, U.S.A
- [103] ProtoFacturing (2014) *Composite Mechanical Properties*