#### **Research article**

#### Available in: http://jips.ippi.ac.ir

Iran. J. Polym. Sci. Technol. (Persian), Vol. 36, No. 5, 539-549 December 2023-January 2024 ISSN: 1016-3255 Online ISSN: 2008-0883 DOI: 10.22063/JIPST.2024.3495.2266

# Effect of Printer Process Parameters of Fused Filament Fabrication on the Tensile Strength and Density of Poly(lactic acid)/Nanoclay Nanocomposites

Rezgar Hasanzadeh, Taher Azdast\*, Peyman Mihankhah

Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, Urmia University, P.O. Box 15311-57561, Urmia, Iran

Received: 12 September 2023, accepted: 27 February 2024

# **ABSTRACT**

**H a ypothesis**: Fused filament fabrication (FFF) method is widely used in additive manufacturing due to its benefits, such as ease of use, cost-effectiveness, and availability. The mechanical properties of poly(lactic acid) (PLA) printed by the FFF method can be significantly improved by combining them with nanomaterials such as nanoclay and optimizing the printing process parameters such as printing temperature and raster angle.

**Methods**: In order to investigate and optimize the multi-objective 3D printing process of PLA nanocomposite samples reinforced by nanoclay, the response surface method (RSM) was used as one of the methods of design of experiments. Nozzle temperature (190, 210 and 230°C), raster angle (0, 45 and 90°) and nanoclay weight percentage (0, 2 and 4% by wt) were studied to optimize output responses. Melt mixing of PLA with nanoclay particles was done using a twin-screw extruder machine and a granulator machine. The composite granules of PLA were prepared with 2 and 4% (by wt) of nanoclay. The prepared composite granules were entered into a single-screw extruder and composite filaments were produced.

**Findings**: The analysis of parameter participation in the density data reveals that the weight percentage of nanoclay and the nozzle temperature exhibit the most substantial influence, while raster angle has the least impact. Conversely, when considering tensile strength results, the weight percentage of nanoclay is the dominant factor, while the interaction between the weight percentage of nanoclay and raster angle has the smallest influence among the parameters under investigation. The multi-objective optimization results revealed that the optimal process conditions to achieve maximum strength are a nanoclay weight percentage of 4% (by wt), a nozzle temperature of 230°C, and a raster angle of about 25.5°. The tensile strength of the parts produced is 33.78 MPa, and their density is at least 1.089 g/cm<sup>3</sup>.

(\*)To whom correspondence should be addressed. E-mail: t.azdast@urmia.ac.ir

#### Please cite this article using:

Hasanzadeh R., Taher Azdast T., Peyman Mihankhah P., Effect of Printer Process Parameters of Fused Filament Fabrication on the Tensile Strength and Density of Polylactic Acid/Nanoclay Nanocomposites, *Iran. J. Polym. Sci. Technol. (Persian)*, **36**, 539-549, 2023-2024.

### Keywords:

fused filament fabrication (FFF), 3D printing parameters, poly(lactic acid)/nanoclay composite, mechanical properties, optimization

# اثر پارامترهای فرایندی چاپگر ساخت رشته ذوبی بر استحکام کششی و چگالی نانوکامپوزیتهای پلی(لاکتیک اسید)–نانورس

رزگار حسنزاده، طاهر ازدست\*، پیمان میهن خواه

ارومیه، دانشگاه ارومیه، دانشکده فنی و مهندسی، گروه مهندسی مکانیک، صندوق پستی ۵۷۵۶۱–۱۵۳۱۱

دریافت: ۱۴۰۲/۶/۲۱، پذیرش: ۱۴۰۲/۱۲/۸

#### مقاله پژوهشی

دسترس پذیر در نشانی: http://jips.ippi.ac.ir

مجله علوم و تكنولوژی پلیمر، سال سی وششم، شماره ۵، صفحه ۵۴۹–۵۳۹ ، ۱۴۰۲ ISSN: 1016-3255 Online ISSN: 2008-0883 DOI: 10.22063/JIPST.2024.3495.2266

# چکیدہ

فرضیه: روش ساخت رشته ذوبی به دلیل مزایای آن، از جمله سادگی استفاده، مقرون به صرفه بودن و دستر س پذیری، پرکار بردترین روش تولید افزو دنی است. خواص مکانیکی پلی(لاکتیک اسید) چاپ شده با روش ساخت رشته ذوبی را میتوان با ترکیب آن ها با نانومواد نظیر نانورس و بهینه سازی پارامترهای فرایندی چاپ مانند دمای چاپ و زاویه رستر، به طور شایان توجهی بهبود بخشید.

روشها: برای بررسی و بهینهسازی چندهدفی فرایند چاپ سهبعدی نمونههای نانوکامپوزیتی پلی(لاکتیک اسید) تقویتشده با نانوذرات رس از روش سطح پاسخ بهعنوان یکی از روشهای طراحی آزمایشها، استفاده شد. دمای افشانک (۱۹۰، ۲۱۰ و ۲۰°۲۲)، زاویه رستر (۰، ۴۵ و °۹۰) و مقدار نانورس (۰، ۲ و ٪۴ وزنی) برای بهینهسازی پاسخهای خروجی مطالعه شدند. اختلاط ذوبی پلی(لاکتیک اسید) با نانوذرات رس با اکسترودر دوپیچی انجام شد و بهکمک دانهساز، دانههای کامپوزیتی پلی(لاکتیک اسید) دارای ۲ و ٪۴ وزنی نانورس تهیه شدند. دانههای کامپوزیتی تهیهشده وارد اکسترودر تکپیچی شده و رشتههای کامپوزیتی تولید شدند.

**یافتهها**: براساس نتایج بررسی مشارکت پارامترها بر دادههای چگالی اثر متقابل درصد وزنی نانورس و دمای افشانک بهترتیب بیشترین مشارکت و زاویه رستر کمترین اثرگذاری را بر دادههای چگالی داشته و برای نتایج استحکام کششی، مقدار درصد وزنی نانورس بیشترین اثرگذاری و اثر متقابل درصد وزنی نانورس و زاویه رستر کمترین اثرگذاری را در بین پارامترهای بررسی شده داشتند. همچنین نتایج مربوط به بهینه سازی چندهدفی نشان داد، بیشترین سطح درصد وزنی نانورس (./۴ وزنی)، بیشترین سطح دمای افشانک (۲۰°۲۲) و زاویه رستر حدود °۲/۵۵، بهینه شرایط فرایندی برای دستیابی به بیشینه استحکام کششی MPA و کمینه چگالی ۲۰/۵۹ است.

> \* مسئول مكاتبات، پيامنگار: t.azdast@urmia.ac.ir

#### واژههای کلیدی

ساخت رشته ذوبی، پارامترهای چاپ سهبعدی، کامپوزیت پلی(لاکتیک اسید)– نانورس، خواص مکانیکی، بینهسازی

#### مقدمه

با توجه به مزایای فناوری مقرون به صرفه بودن و قابلیت های صرفه جویی در زمان، ساخت افزایشی توجه مهندسان را جلب کرده است [۱،]. امروزه بسیاری از فناوری های ساخت افزایشی در دسترس هستند، اما روش ساخت رشته ذوبی به دلیل سادگی فرایند، دسترس پذیری و هزینه سرمایه گذاری کم بسیار محبوب است [۵-۳]. در این روش می شود که نقش مهمی در کارایی روش ساخت رشته ذوبی دارند. اساس کار آن ها بدین ترتیب است که رشته از یک افشانک گرم عبور می کند و مواد ذوب شده بر اساس الگوی از پیش تعیین شده روی بستر داغ قرار می گیرد. در نهایت، نمونه با طراحی مدنظر چاپ می شود [۶].

پلی(لاکتیک اسید) بهدلیل داشتن مزایای فراوانی از جمله زیستتخریبپذیری، زیستسازگاری، چاپ آسان، دمای ذوب کم و مقرون بهصرفهبودن، رایجترین رشته خام مصرفی در فرایند چاپ سهبعدی بر پایه روش ساخت رشته ذوبی است. اما، بهدلیل برخی کاستیها نظیر پنجره فرایندی کوچک و خواص مکانیکی نسبتاً کم، کاربرد آن در روش ساخت رشته ذوبی با موانعی مواجه شده است [۷۸]. بهمنظور کاهش این محدودیتها در استفاده از پلی(لاکتیک اسید) می توان از روش های مختلفی مانند ایجاد اتصال عرضی، كوپليمرشدن و اختلاط استفاده كرد. در اختلاط پليمري، تغييرات فیزیکی برای تولید خواص جدید انجام می شود. از اینرو، برای بهبود خواص پلي(لاکتيک اسيد) چاپشده با ساخت رشته ذوبي، پژوهشگران تهیه کامیوزیتهای پلی(لاکتیک اسید) با افزودنی های مناسب را توصیه میکنند [۹]. تعدادی از مطالعات درباره توسعه خواص شیمیایی، فیزیکی و مکانیکی قطعات کامپوزیت پلی(لاکتیک اسید) چاپشده با استفاده از فناوری ساخت رشته ذوبی با مواد افزودنی مانند پودرهای فلزي، مواد معدني و الياف طبيعي انجام شده است [١٠].

Pavan و همکاران [۱۱] بررسی و تحلیلی درباره استحکام ضربهای و برشی نمونههای کامپوزیتی پلی(لاکتیک اسید)-مس انجام دادند که با روش ساخت رشته ذوبی تهیهشده بودند. پژوهشگران از آزمایش های بر پایه آرایه متعامد L9 تاگوچی استفاده کردند تا تعیین کنند، شرایط چاپ، از جمله دمای افشانک، دمای صفحه داغ و ارتفاع لایه، چگونه بر خواص مکانیکی نمونههای کامپوزیتی اثرگذارند. آنها دریافتند، استحکام ضربهای و برشی نمونههای کامپوزیتی تحت تأثیر جابهجایی ذرات مس در داخل لایهها و استحکام پیوند میان لایهها قرار دارد. پژوهشگران همچنین دریافتند، دمای افشانک و ارتفاع لایه بهترتیب اثر شایان توجهی بر شرایط بار ضربهای و برشی دارد. grang

همکاران [۱۲] نمونههای کامپوزیتی پلی(لاکتیک اسید) خالص و نیز تقويت شده با الياف مس را با روش ساخت رشته ذوبي چاپ كرده و خواص مکانیکی آنها را مقایسه کردند. انواع زاویه رستر (Raster angle) برای چاپ نمونهها بررسی شد. پژوهشگران دریافتند، استحکام کششی نمونههای کامپوزیت پلی(لاکتیک اسید) با افزودن الیاف مس کاهش می یابد، در حالی که ازدیاد طول در نقطه شکست به دلیل كشساني بيشتر و استحكام كششي كمتر الياف مس افزايش مييابد. نمونههای یلی(لاکتیک اسید) و کامیوزیتی یلی(لاکتیک اسید)-الیاف مس با زاویه رستر صفر درجه، بیشترین استحکام کششی را داشتند، در حالی که نمونهها با زاویه رستر °۹۰ کمترین استحکام کششی را نشان دادند. همین پژوهشگران در پژوهش دیگری، نتایج مشابهی را درباره افزودن الیاف آلومینیم و زوایای رستر بر خواص مكانيكي نمونههاي يلي(لاكتيك اسيد) چاپشده، مشاهده كردند [۱۳]. نتايج مطالعه آنها نشان داد، پلی(لاکتیک اسید) تقویت شده با الیاف آلومینیم استحکام کششی و مدول کشسانی کمتری در مقایسه با پلی(لاکتیک اسید) خالص دارد. Vinay و همکاران [۱۴] خواص مكانيكي پلي(لاكتيك اسيد) با درصدهاي مختلف پودر آلومينيم (۱۰ و آنها مشخص کرد، سختی، استحکام کششی نهایی و استحکام تسلیم با افزودن پودر آلومینیم افزایش مییابد، در حالی که درصد ازدیاد طول با گنجاندن پودر آلومینیم کاهش می یابد. افزون بر افزایش استحکام کششی ٪۴۶، پس از افزودن ٪۲۰ وزنی آلومینیم به پلی(لاکتیک اسید) استحکام تسلیم نیز افزایش ٪۸۴ نشان داد. همچنین آنها بیان کردند، شكل يذيري يلى (لاكتيك اسيد) نيز با اضافه شدن تدريجي يودر ألومينيم کاهش مییابد. Hanon و همکاران [۱۵] مطالعهای درباره اثرهای چاپ و افزودن ذرات برنز بر خواص تريبولوژيکي و مکانيکي کامپوزيتهاي پلی(لاکتیک اسید)-برنز را با چاپ سهبعدی به روش ساخت رشته ذوبی انجام دادند. نتایج نشان داد، جهت چاپ اثر شایان توجهی بر رفتار مکانیکی و تریبولوژیکی محصولات دارد، با جهتگیری در حالت روی لبه بیشترین تنش کششی حاصل شد. افزودن ذرات برنز خواص تريبولوژيكي را بهبود بخشيد و همچنين اثر شايان توجهي بر خواص مکانیکی داشت. نویسندگان پیشنهاد کردند، با افزایش خواص تريبولوژيکی پلی(لاکتيک اسيد) میتوان از آنها در قطعات مختلف صنعتی مانند یاتاقان ها استفاده کرد. Liu و همکاران [۱۶] خواص مکانیکی کامپوزیتهای پلی(لاکتیک اسید) بر پایه موادی از جنس سرامیک، چوب، الیاف کربن و فلز را بررسی کردند. بدین منظور، آنها آثار کامپوزیتهای مختلف پلی(لاکتیک اسید)، جهت ساخت و زاویه رستر را بر خواص مکانیکی مطالعه کردند. نشان داده شد، رز گار حسنزاده و همکاران

نمونههای پلی(لاکتیک اسید) بر پایه سرامیک، آلومینیم و مس دارای خواص مکانیکی مشابه یا حتی افزایش یافته در مقایسه با پلی(لاکتیک اسید) خالص هستند. اما، وقتی که چوب و الیاف کربن خردشده اضافه شد، خواص مکانیکی پلی(لاکتیک اسید) خالص به طور شایان توجهی کاهش یافت. افزون بر این، نمونههای کامپوزیت پلی(لاکتیک اسید) چاپشده در حالت روی لبه با زاویه رستر ۴۵+/۴۵- درجه بیشترین اثر درصد وزنی نانورس (۰، ۲ و ٪۶ وزنی)، دمای افشانک (۱۹۰، ۲۰۱۰ و کامپوزیتی پلی(لاکتیک اسید)-نانورس با استفاده رویکرد تاگوچی بررسی کردند. افزودن ۲ و ٪۶ وزنی نانورس استحکام کششی قطعات بررسی کردند. افزودن ۲ و ٪۶ وزنی نانورس استحکام کششی را بهینه برای دستیابی به استحکام کششی ۹۸۳ در غلظت وزنی نانورس بهینه برای دستیابی به استحکام کششی ۹۲۳ در غلظت وزنی نانورس

از مطالعات مرورشده مشهود است، چند پارامتر به عنوان مثال، دمای افشانک، دمای صفحه داغ، زاویه رستر، ارتفاع لایه و سرعت چاپ در فرایند ساخت رشته ذوبی میتواند اثر شایان توجهی بر خواص و کیفیت قطعات چاپی داشته باشد [۱۸]. در نتیجه، بررسی اثر پارامترهای فرایند روش ساخت رشته ذوبی بر خواص قطعات چاپی ضروری است. اما، برای بررسی و بهینهسازی روش مورد نیاز، آزمایش های زیادی لازم است. افزایش تعداد آزمایش ها به افزایش هزینه، زمان و مواد مصرفشده در هر آزمایش منجر میشود که مي توان با استفاده از طراحي آزمايش ها بر آن غلبه كرد [۲۱–۱۹]. بهطور گسترده پذیرفته شده است، یکی از رایج ترین و کاربردیترین روشهای طراحی آزمایشها برای بهینهسازی، بهویژه در مسائل مهندسی، روش سطح پاسخ است. روشی برای مدلسازی و تحلیل فرایندی است که در آن پاسخ مورد علاقه تحت تأثیر متغیرهای مختلفی قرار می گیرد که هدف آن بهینهسازی پاسخ است. این روش قادر به ارزیابی آثار عوامل متعدد و تعامل آنها بر یک یا چند متغیر پاسخ است. افزون بر مدلسازی ریاضی سامانه، روش سطح پاسخ با کاهش تعداد آزمایشها در زمان و هزینه صرفهجویی میکند [۲۲،۲۳].

این مطالعه از دو جهت می تواند به پژوهش هایی کمک کند که در این راستا انجام گرفتهاند. بدین منظور ابتدا اثر سه پارامتر درصد وزنی نانورس، دمای افشانک و زاویه رستر بر دو متغیر پاسخ یعنی چگالی و استحکام کششی کامپوزیت پلی(لاکتیک اسید)-نانورس به طور همزمان بررسی شد. دوم، از روش سطح پاسخ برای بررسی رابطه میان پارامترهای چاپ و مواد و پاسخها برای تعیین ترکیب بهینه این پارامترها استفاده شد.

## تجربى

#### مواد

در پژوهش حاضر، از پلی(لاکتیک اسید) محصول شرکت Chemieka اتریش به شکل دانه و با شاخص جریان مذاب ۱۸۲۵ (۲۰° ( ۲۵ و ۲/۱۶ kg) و چگالی ۲/۱۵ g/cm<sup>3</sup> به عنوان فاز ماتریس و نانورس مونت موریلونیت محصول شرکت Sigma-Aldrich آمریکا با متوسط اندازه ذرات ۱۳ تا ۲۰ و چگالی متوسط ۶/۶ g/cm<sup>3</sup> به عنوان فاز تقویت کننده استفاده شد.

#### دستگاهها

از دستگاه اکسترودر دوپیچی ناهمسوگرد مدل ZSK-25 ساخت شرکت Coperion Werner and Pfleidere آلمان با قطر پیچ ۲۵ m و نسبت طول به قطر ۴۸ برای اختلاط مواد استفاده شد. همچنین ۲۵ m اکسترودر تکپیچی ساخت شرکت ایران تکنیک با نسبت طول به قطر ۲۵ برای تولید رشتههای کامپوزیتی بهکار گرفته شد. نمونهها با استفاده از چاپگر سهبعدی دلتای ساخته شده توسط پژوهشگران مقاله حاضر چاپ شدند. برای انجام آزمون کشش، دستگاه STM-50 ساخت شرکت ایرانی سنتام با ظرفیت ۵ تن و حداکثر ساخت شرکت SHS-FX300G ساخت ایرانی به منظور توزین نمونهها و نیز آب مقطر دوبار تقطیرشده با چگالی SHS-FX300g به منظور انجام آزمایش ارشمیدس استفاده شد. برای بررسی پخش و توزیع نیز آب مقطر دوبار تعطیرشده با چگالی SHS-FX300g به منظور انجام آزمایش ارشمیدس استفاده شد. برای بررسی پخش و توزیع نیز آب منظر دوبار تعطیرشده با چگالی SHS-FX300g به منظور انجام آزمایش ارشمیدس استفاده شد. برای بررسی پخش و توزیع نیز آب منظر دوبار ماتریس پلی(لاکیتک اسید) آزمون پراش پرتو X انجام شد. بدین منظور، از دستگاه پراش پرتو X ساخت شرکت Shy انجام شد. بدین منظور، از دستگاه پراش پرتو X ساخت شرکت

# روشها

در پژوهش حاضر، برای بررسی و بهینهسازی چندهدفی فرایند چاپ سهبعدی نمونههای نانوکامپوزیتی پلی(لاکتیک اسید) تقویتشده با نانوذرات رس از روش سطح پاسخ بهعنوان یکی از روشهای طراحی آزمایش، استفاده شد. از جمله مزایای این روش، پیوسته درنظر گرفتن پارامترهای فرایندی و امکان انجام بهینهسازی چندهدفی است. در این راستا، درصد وزنی نانورس در سه سطح ۰، ۲ و ٪۴ بهعنوان اولین پارامتر بررسی درنظر گرفته شد. با توجه به اهمیت چشمگیر پارامتر دمای فرایندی، این پارامتر در سه سطح ۰، ۲ و ۲۰۰۲ و ۲۰۰۰ و منظر رسی اثر گذاری زاویه رستر، این پارامتر در سه سطح ۰، ۵ و ۹۰

بهعنوان سومین پارامتر فرایندی درنظر گرفته شد. طراحی آزمایشها با نرمافزار Minitab انجام شده و ۱۵ آزمایش براساس سه پارامتر ورودی و در سه سطح برای آزمایشها تعیین شد که در جدول ۱ آمده است.

در گام بعدی پس از طراحی آزمایش، اختلاط مذاب پلی (لاکتیک اسید) با نانوذرات رس به کمک اکسترودر دوپیچی انجام شد. ترکیبات پلی (لاکتیک اسید)-نانورس با نسبتهای وزنی ۹۸ به ۲ و ۹۶ به /۶ تهیه شده و دمای نواحی مختلف اکسترودر به ترتیب از ناحیه تغذیه به قالب روی ۱۹۰، ۱۹۵، ۱۷۰ ۵۷ و ۲۵۰۸ تنظیم شدند. در نهایت، با دانه ساز انتهای اکسترودر، دانه های کامپوزیتی پلی (لاکتیک اسید) با ۲ و /۶ وزنی نانورس تهیه شدند. همچنین به منظور همسان سازی شرایط فرایندی، دانه های خالص پلی (لاکتیک اسید) نیز اکسترود شدند. دانه های کامپوزیتی تولیدی به منظور رطوبت زدایی به مدت وارد اکسترودر تکپیچی شدند تا رشته های کامپوزیتی تولید شوند. از حمام آب برای خنک کاری و از کشنده با دور تنظیم پذیر طراحی و ساخته شده توسط نویسندگان برای دستیابی به قطر مناسب رشته استفاده شد. دمای نواحی مختلف اکسترودر از ناحیه تغذیه به

جدول ۱- طراحي آزمايش به روش سطح پاسخ.

Table 1. Experimental design by response surface method.				
D	Run	Nanoclay	Nozzle	Raster
K		content (wt%)	temperature (°C)	angle (°)
	1	2	210	45
	2	0	210	0
	3	2	190	0
4	4	2	190	90
	5	4	210	90
	6	2	210	45
,	7	4	230	45
	8	0	190	45
	9	0	230	45
1	0	2	230	0
1	1	2	210	45
1	2	4	190	45
1	3	4	210	0
1	4	2	230	90
1	5	0	210	90

خروجی بهترتیب روی ۱۵۰، ۱۷۰، ۱۹۰ و  $\Sigma^{\circ} \cdot \Sigma$  تنظیم شد. در قالب انتهایی اکسترودر، سوراخی با قطر ۲ mm ایجاد شده بود که با تنظیمات دور اکسترودر و سرعت خطی کشنده رشتههایی با قطر ۱۸۳۸ ± ۱/۷۵ تولید شدند. با توجه به طراحی آزمایشهای انجامشده، نمونهها با استاندارد S3504-S3a به کمک چاپگر سهبعدی چاپ شدند. سپس آزمون کشش و چگالی نمونههای چاپشده انجام شد. بهمنظور محاسبه چگالی نمونهها از روش دارای آب با چگالی س<sup>م</sup> روی ترازوی دقیقی قرار گرفته باشد و دارای آب با چگالی س<sup>م</sup> روی ترازوی دقیقی قرار گرفته باشد و را آب فرا گیرد، در این صورت ترازو تغییر وزن ۵۸ را نشان می دهد که برابر با جرم آب هم حجم جسم غوطهور شده است. در این حالت چگالی نمونه (<sub>۲</sub>) مطابق معادله (۱) محاسبه می شود [۱۷]:

$$\rho_{i} = \frac{M_{b}}{\Delta M} \cdot \rho_{w} \tag{1}$$

گفتنی است، تمام آزمایشها با سه مرتبه تکرار انجام شده است تا از دقت نتایج خروجی اطمینان حاصل شود.

# نتايج و بحث

## تحليل نتايج آزمون پراش پر تو X

بهمنظور بررسی خواص ساختاری، ذرات نانورس، پلی(لاکتیک اسید) و نمونههای نانوکامپوزیتی پلی(لاکتیک اسید) دارای ذرات نانورس همگی در آزمون پراش پرتو X قرار گرفتند. طول موج پرتو X تولیدشده ۱/۵۴۰۶ Å ۱/۵۴۰۶ بود. برای محاسبه فاصله بین دیوارههای نانورس از قانون Bragg مطابق معادله (۲) استفاده شد [۱۷]:

# $n\lambda = d\sin\theta \tag{(1)}$

در این معادله n، عددی ثابت؛ λ، طول موج پرتو d، λ فاصله بین دیوارهها و θ، زاویه یر اش است [۱۷].

با توجه به شکل ۱ دیده می شود، پیک ۲۵ معرف نانورس برابر ۲۶/۸۵<sup>۰</sup> است که مطابق رابطه Bragg، نمایانگر فاصله ۱/۷۰۵ مین دیواره هاست. همچنین تصویر نشان می دهد، این پیک در نمودارهای مربوط به نمونه های نانوکامپوزیتی محو شده است که نشان از پخش شدن خوب ذرات نانورس در ماتریس پلیمری یعنی پلی (لاکیتیک



شکل ۱- نتایج آزمون پراش پرتو X.

Fig. 1. X-ray diffraction test results.

اسید) است. همچنین مطابق نتایج آزمون، زاویه پراش ۲۱/۳۵ و ۱۶/۹۰ بهترتیب برای نمونههای نانوکامپوزیتی دارای ۲ و ٪۴ وزنی نانورس مشاهده شد که در نتیجه فاصله ۲/۱۵۵ و mn ۲/۶۴۹ را برای دیوارههای نانورس بهدست میدهند. مطابق نتایج، افزایش فاصلهای بهمقدار ۲۵/۰ و Å ۲/۹۴۴ در دیواره نانورس بهوجود آمده است که بهدلیل پخش مناسب زنجیرهای پلیمری میان این دیوارههاست. با توجه به نتایج فاصله بهدستآمده مشاهده میشود، فاصله بین صفحهها در نمونه نانوکامپوزیتی با ٪۴ وزنی نانورس بیشتر از ٪۲ وزنی است که حاکی از پخششدن خوب نانوذرات و نیز اختلاط خوب ذرات در ماتریس پلیمری است.

همچنین با توجه به زاویه پراش بهدست آمده برای پلی(لاکتیک اسید) خالص ۱۶/۷۵ و مقایسه آن با مرجع [۱۸] که مقدار زاویه پراش را برای پلی(لاکیتک اسید) خالص ۱۶/۸ گزارش کردند، درستی نتایج را تأیید میکند. گفتنی است، مقدار زاویه پراش نانورس نیز در مقایسه با مرجع [۱۹] مشخص شد که تقریباً به هم نزدیک هستند.

#### تحلیل نتایج چگالی

توزیع بهنجار دادهها پیششرط انجام تحلیلهای آماری از جمله تحلیل واریانس است. از اینرو، ابتدا احتمال توزیع بهنجار دادههای چگالی به روش بررسی شد. بررسی احتمال توزیع بهنجار دادههای چگالی به روش Anderson-Darling نشان داد، مقدار ارزش احتمال (p-value) حدود ۱۰۸۳ است و از آنجا که بیش از ۰/۰۵ (خطای آماری لحاظشده در نرمافزار Minitab) است، بنابراین دادههای چگالی از توزیع بهنجار

پيروي ميکند [۲].

شکل ۲ بررسی مقدار مشارکت پارامترهای درنظر گرفته شده بر داده های چگالی را نشان می دهد که یکی از خروجی های مهم تحلیل واریانس است. براساس این نتایج، اثر متقابل درصد وزنی نانورس و دما (AB) بیشترین مشارکت را بر داده های چگالی داشته است. آثار درصد وزنی نانورس و دما به ترتیب در رتبه های دوم و سوم اثر گذاری بر داده های چگالی قرار گرفته اند. اثر متقابل درصد وزنی نانورس و زاویه رستر (AC) و اثر متقابل دما و زاویه رستر (BC) به ترتیب در رتبه های بعدی اثر گذاری بر داده های چگالی قرار دارند. مطابق نتایج، آثار مرتبه دوم دما (BB)، زاویه رستر (CC) و درصد وزنی نانورس (AA) به ترتیب در رتبه های بعدی قرار می گیرند. نکته حائز اهمیت، اثر گذاری بسیار کم زاویه رستر بر داده های چگالی است که براساس نتایج، در رتبه آخر قرار گرفته است.

شکل ۳ نحوه اثرگذاری پارامترهای درنظر گرفته شده بر داده های چگالی را به تصویر کشیده است. بر اساس نتایج، افزایش درصد وزنی نانورس سبب افزایش چگالی شده است که با توجه به چگالی بیشتر نانورس نسبت به پلیمر پایه درکپذیر است. افزایش دما باعث افزایش چگالی نمونه های نانوکامپوزیتی شده است. دلیل این موضوع را می توان به درهم تنیدگی بیشتر زاویه های داخل یکدیگر مرتبط دانست که در دماهای بیشتر باعث می شود، نمونه چگال تر شده و چگالی افزایش یابد. نتایج نشان می دهد، تغییرات زاویه رستر بر چگالی نمونه های نانوکامپوزیتی اثر چندانی نداشته است که با نتایج شکل ۱ مطابقت دارد. از آنجا که اثر متقابل درصد وزنی نانورس و دما (AB) بیشترین



Fig. 2. Analysis of the contribution of parameters on density.

رزگار حسنزاده و همکاران



Fig. 3. Examining the effects of parameters on density.

مشارکت را بر دادههای چگالی داشته است، در ادامه، این اثر بررسی می شود. نمودارهای کانتور برای نشاندادن ارتباط بین دو متغیر مستقل و یک متغیر وابسته مفید هستند. این نمودارها بر اساس معادله رگرسیون ترسیم می شوند. سطح پاسخ در یک نمودار کانتور به عنوان یک صفحه دوبعدی نشان داده می شود که در آن تمام نقاط با پاسخ یکسان به هم متصل می شوند تا خطوط کانتور با پاسخهای ثابت را تشکیل دهند. طرح کانتور به درک ماهیت پیوند میان دو ورودی و پاسخ کمک می کند [۲۰].

شکل ۴ بهینهسازی تکهدفی چگالی نسبت به درصد وزنی نانورس و دما را نشان میدهد. مطابق نتایج، کمترین چگالی در پایین ترین سطوح درصد وزنی نانورس و دما حاصل میشود. با توجه به اینکه افزایش



شکل ۴-بهینه سازی تک هدفی چگالی نسبت به درصد وزنی نانورس و دما. Fig. 4. Single-objective optimization of density in relation to nanoclay weight percentage and temperature.

درصد وزنی نانورس و دما باعث افزایش چگالی شده بود، دستیابی به کمترین چگالی در پایین ترین سطوح همزمان درصد وزنی نانورس و دما منطقی بهنظر می رسد. شایان ذکر است، در این حالت، چگالی مقادیر کمتری از ۶ ۶/۰۲ خواهد داشت. نتایج نشان می دهد، بیشترین مقادیر چگالی که بیشتر از ۱/۱۲ g/cm<sup>3</sup> است، در دو ناحیه حاصل می شود. ناحیه اول بیشترین مقادیر دما و کمترین مقادیر درصد وزنی نانورس است و ناحیه دوم بیشترین مقادیر درصد وزنی نانورس و کمترین مقادیر دماست.

# تحليل نتايج استحكام كششي

بررسی احتمال توزیع بهنجار دادههای استحکام کششی نشان داد، با توجه به مقدار ارزش احتمال که ۸۶۵ بوده و بسیار بزرگتر از ۰۵ ، است، دادههای استحکام کششی از توزیع بهنجار پیروی می کند. شکل ۵ بررسی مقدار مشارکت پارامترهای درنظر گرفته شده بر استحکام کششی را نشان می دهد. مطابق نتایج، پارامترهای درصد وزنی نانورس (A)، دما (B) و زاویه رستر (C) بهترتیب اثر گذارترین پارامترها بر نتایج استحکام کششی نمونه های نانو کامپوزیتی هستند. آثار مرتبه دوم درصد وزنی نانورس (AA) و زاویه رستر (C) در رتبه های بعدی اثر گذاری استحکام کششی قرار می گیرند. اثر متقابل دما و زاویه رستر (BC) و اثر مرتبه دوم دما (BB)، اثر متقابل درصد وزنی نانورس و دما (AB) و اثر متقابل درصد وزنی نانورس و دما (AC) به ترتیب در اثر متقابل درصد وزنی نانورس و زاویه رستر (CC) بهترتیب در اثر متقابل درصد وزنی نانورس و زاویه رستر (CA) بهترتیب در



Fig. 5. Analysis of the contribution of parameters on tensile strength.

رزگار حسنزاده و همکاران

يا كاهش تجمع ذرات نانورس كمك كند. يراكندگي بهبوديافته احتمال تراکم را بهحداقل میرساند و به ایجاد یک شبکه تقویتی منسجمتر و مداوم كمك ميكند كه از استحكام كششي بيشتري يشتيباني ميكند. تركيبي از پراكندگي بهبوديافته و چسبندگي سطحي بهينه مي تواند به اثرهای همافزایی بر خواص مکانیکی نانوکامیوزیت منجر شود. ذرات نانورس تقویتکننده بهطور مؤثرتری با ماتریس پلیمری کار میکنند تا در برابر تغییرشکل مقاومت کنند و استحکام کششی کلی را افزایش دهند [۲۴،۲۵]. از طرفی نتایج نشان می دهد، افزایش زاویه های رستر از · به °۹۰ باعث کاهش استحکام کششی نمونهها می شود. در زاویه رستر صفر درجه، چینش لایهها در راستای نیروی کششی اعمال شده است و در نتیجه تعداد زاویههای بیشتری نیروی کششی را تحمل میکند. اما، با افزایش زاویه رستر، زاویه چینش لایهها نسبت به نیروی کششی اعمال شده تغییر می کند تا در نهایت در زاویه رستر ۹۰ درجه، نیروی کششی اعمال شده عمود بر چینش لایه هاست و در نتیجه استحکام کششی كاهش مي يابد. با توجه به نتايج شكل ۵ از بين آثار متقابل، بيشترين استحکام کششی مربوط به اثر متقابل دما و زاویه رستر است. شکل ۷ بهینهسازی تکهدفی استحکام کششی را نسبت به دما و زاویه رستر نشان مي دهد. مطابق نتايج، بيشترين سطوح دما و كمترين سطوح زاويه رستر به بیشترین استحکامهای کششی منجر می شوند که مقادیری بیش از ۳۲ MPa خواهند داشت. کمترین سطوح دمایی و بیشترین سطوح زاویه رستر به کمترین استحکامهای کششی منجر میشود که مقادیری کمتر از ۲۴ MPa بهدست می آید.



Fig. 7. Single-objective optimization of tensile strength in relation to nanoclay temperature and raster angle.

شکل ۶ بررسی اثر پارامترهای لحاظشده بر استحکام کششی نمونههای نانوکامپوزیتی را نشان میدهد. مطابق نتایج، افزایش درصد وزنى نانورس سبب افزايش چشمگير استحكام كششى نمونههاي نانوکامپوزیتی شد که این افزایش را می توان با انتقال بار واردشده به نانوذرات مرتبط دانست. نانوذرات مي توانند تحمل بار بيشتري نسبت به یلی(لاکتیک) اسید تحمل کنند، به شرطی که بهطور یکنواخت در آن پراکنده شوند. نتایج پراش پرتو X حاکی از پراکنش خوب ذرات نانورس در ماتریس یلی(لاکتیک اسید) است. از طرف دیگر، بهدلیل اینکه نمونهها با ۴٪ وزنی نانورس دارای ذرات بیشتری نسبت به نمونهها با ٪۲ وزنی نانورس بودند، بار بیشتری را تحمل میکردند و بەدلىل ھمافزايى انتقال بار از ماترىس پلى(لاكتىك اسيد) بە ذرات، استحکام کششی بیشتری نشان دادند. از سوی دیگر مطالعات مختلف نشان میدهد، یکی از مهمترین عواملی که می تواند بهطور شایان توجهی بر سطح يراكندگي نانورس ها اثر بگذارد، ساختار اصلاحكننده رس است [۲۱،۲۲]. همچنین، پخش مناسب نانورس در ماتریس پلیمری می تواند سبب محدودکردن تحرک زنجیرهای پلی(لاکتیک اسید) شود و در نتیجه سفتی نانوکامپوزیت افزایش یابد [۲۳]. نتایج حاکی از آن است که افزایش دمای فرایندی سبب افزایش استحکام کششی می شود که این پدیده را می توان به چسبندگی میان لایهها و بهبود هم جوشی لايهها مرتبط دانست. اين همجوشي و چسبندگي تقويتشده به برهمکنشهای بینمولکولی بهتر، ایجاد ساختار منسجمتر و قویتر منجر شده و در نهایت باعث افزایش استحکام کششی شده است. همچنین دمای زیاد معمولاً گرانروی مذاب پلیمر را کاهش میدهد. این افزایش جریان پذیری می تواند به جریان بهتر در طول فرایند چاپ منجر شده که موجب بهبود پیوند میان زاویههای رستر و افزایش استحکام کششی می شود. همچنین دماهای زیاد می تواند به جلو گیری



Fig. 6. Examining the effects of parameters on tensile strength.

. . .

رز گار حسنزاده و همکاران





#### بهینهسازی چندهدفی

نتایج مربوط به بهینه سازی چندهدفی استحکام کششی و چگالی در شکل ۸ نشان داده شده است. برای انجام این بهینه سازی، مقدار وزنی نانورس بین • تا ٪۴ وزنی، دمای افشانک بین ۲۰°۲۰ تا ۲۰°۲۰ و زاویه رستر بین • تا °۹۰ به عنوان شرایط فرایندی درنظر گرفته شدند و بیشینه استحکام کششی و کمینه چگالی به عنوان اهداف مدنظر قرار گرفتند. نتایج مربوط به بهینه سازی چندهدفی نشان داد، بیشترین سطح مقدار نانورس یعنی ٪۴ وزنی، بیشترین سطح دمای افشانک یعنی ۲۰۰۳ و زاویه رستر حدود °۲۵/۵ بهینه شرایط فرایندی برای دستیابی به بیشینه استحکام کششی MPa وکمینه چگالی <sup>۲</sup>

# نتيجه گيري

در مقاله حاضر استحکام کششی و چگالی بهعنوان دو پارامتر مهم خروجی درنظر گرفته شد و اثر پارامترهای ورودی درصد وزنی نانورس، دمای افشانک و زاویه رستر بر این عوامل خروجی در نانوکامپوزیتهای پلی(لاکتیک اسید)-نانورس با روش شناسی سطح پاسخ بررسی شد. بر اساس نتایج بررسی مشارکت پارامترها، اثر

متقابل درصد وزنی نانورس و دمای افشانک بهترتیب بیشترین و زاویه رستر کمترین اثر گذاری مشارکت را بر دادههای چگالی داشتند. بررسی مشارکت یارامترها بر نتایج استحکام کششی نشان داد، مقدار درصد وزنی نانورس بیشترین اثرگذاری و اثر متقابل درصد وزنی نانورس و زاویه رستر کمترین اثرگذاری را از بین پارامترهای بررسی شده بر استحکام کششی نمونه های کامپوزیتی دارند. نحوه اثرگذاری پارامترهای درنظر گرفتهشده بر دادههای چگالی نشان داد، افزایش دما باعث افزایش چگالی نمونههای نانوکامیوزیتی می شود، دلیل این موضوع را می توان به درهم تنیدگی بیشتر زاویه های رستر داخل یکدیگر مرتبط دانست که در دماهای بیشتر باعث می شود، نمونه چگالتر شود و چگالی افزایش یابد. اثر پارامترهای لحاظشده بر استحکام کششی نمونههای نانوکامپوزیتی حاکی از افزایش چشمگیر استحکام کششی نمونهها با افزایش مقدار نانورس است که علت این موضوع را می توان به انتقال بار از ماتریس پلیمری به نانوذرات مرتبط دانست. همچنین، پخش مناسب نانورس در ماتریس پليمري مي تواند سبب محدودكردن تحرك زنجيرهاي پليمري پلی(لاکتیک اسید) شود و در نتیجه سفتی نانوکامپوزیت افزایش یابد. نتایج بهینهسازی تکهدفی چگالی نسبت به مقدار نانورس و دمای افشانک نشان داد، کمترین چگالی در کمترین سطوح مقدار نانورس و دما حاصل میشود. بهینهسازی تکهدفی استحکام کششی نسبت به مقدار نانورس و دما بیشترین استحکام کششی را در بیشترین سطوح همزمان مقدار نانورس و دما نمایان کرد. در این حالت، کانتورها نشان دادند، مقادیر استحکام کششی بیش از MPa ۳۲ بهدست خواهد آمد. همچنین مشخص شد، کمترین مقادیر استحکام کششی در کمترین سطوح همزمان مقدار نانورس و دما بهوقوع می پیوندد که مقادیری کمتر از ۲۰ MPa خواهد داشت. نتایج بهینهسازی چندهدفی نیز مشخص کرد، بیشترین سطح مقدار نانورس (٪ ۴ وزنی)، بیشترین سطح دمای افشانک (C°۲۳۰°) و زاویه رستر حدود ۲۵/۵° بهینه شرایط فرایندی را برای دستیابی به بیشترین استحکام کششی ۳۳/۷۸ MPa و کمترین چگالی ۱/۰۸۹ g/cm<sup>3</sup> فراهم میکند.

#### قدردانى

نویسندگان مقاله مراتب تقدیر و تشکر خود را از بنیاد ملی نخبگان ابراز میدارند.

# مراجع

1. Rasaki S.A., Liu C., Lao C., Zhang H., and Chen Z., The

Innovative Contribution of Additive Manufacturing towards

Revolutionizing Fuel Cell Fabrication for Clean Energy Generation: A Comprehensive Review, *Renew. Sustain. Energy Rev.*, **148**, 111369, 2021.

رز گار حسنزاده و همکاران

- Hasanzadeh R., Mihankhah P., Azdast T., Aghaiee S., and Park C.B., Optimization of Process Parameters of Fused Filament Fabrication of Polylactic Acid Composites Reinforced by Aluminum Using Taguchi Approach, *Metals*, 13, 1013, 2023.
- Rasouli A., Azdast T., Mohammadzadeh H., Mihankhah P., and Hasanzadeh R., Morphological Properties and Mechanical Performance of Polylactic Acid Scaffolds Fabricated by Novel Fused Filament Fabrication/Gas Foaming Coupled Method, *Int. J. Adv. Des. Manuf. Technol.*, **119**, 7463-7474, 2022.
- Soheilpour Z., Rezadoust A.M., Razavi-Nouri M., Garoosi K., and Ghaffarian S.R., Influence of Multi-Walled Carbon Nanotubes on Tensile Properties and Printing Quality of 3D-Printed Acrylonitrile-Butadiene-Styrene Nanocomposites, *Iran. J. Polym. Sci. Technol. (Persian)*, 32, 497-507, 2020.
- Hasanzadeh R., Mihankhah P., Azdast T., Rasouli A., Shamkhali M., and Park C.B., Biocompatible Tissue-Engineered Scaffold Polymers for 3D Printing and Its Application for 4D Printing, *Chem. Eng. J.*, 146616, 2023.
- Hasanzadeh R., Mihankhah P., Azdast T., Bodaghi M., and Moradi M., Process-Property Relationship in Polylactic Acid Composites Reinforced by Iron Microparticles and 3D Printed by Fused Filament Fabrication, *Polym. Eng. Sci.*, 64, 399-411, 2024.
- Tümer E.H. and Erbil H.Y., Extrusion-Based 3D Printing Applications of PLA Composites: A Review, *Coatings*, 11, 390, 2021.
- Rasouli A., Azdast T., Mohammadzadeh H., Mihankhah P., and Hasanzadeh R., Introducing a Novel Combined Method of Fused Filament Fabrication (FFF)/Batch Foaming to Improve the Properties of Biodegradable Polylactic Acid, *Modares Mechan. Eng. (Persian)*, 22, 15-22, 2021.
- Saini P., Arora M., and Kumar M.R., Poly(lactic acid) Blends in Biomedical Applications, *Adv. Drug Delivery Rev.*, **107**, 47-59, 2016.
- Banjanin B., Vladić G., Adamović S., and Bošnjaković G., Global Market Structure, In *Polymers for 3D Printing*, William Andrew, 353-367, 2022.
- Pavan M.V., Balamurugan K., Srinivasadesikan V., and Lee S.L., Impact and Shear Behavior of PLA/12% Cu Reinforced Composite Filament Printed at Different FDM

Conditions, Arabian J. Sci. Eng., 46, 12709-12720, 2021.

- Zhang X., Chen L., Mulholland T., and Osswald T.A., Characterization of Mechanical Properties and Fracture Mode of PLA and Copper/PLA Composite Part Manufactured by Fused Deposition Modeling, *SN Appl. Sci.*, 1, 1-12, 2019.
- Zhang X., Chen L., Mulholland T., and Osswald T.A., Effects of Raster Angle on the Mechanical Properties of PLA and Al/PLA Composite Part Produced by Fused Deposition Modeling, *Polym. Adv. Technol.*, **30**, 2122-2135, 2019.
- Vinay D.L., Keshavamurthy R., and Tambrallimath V., Enhanced Mechanical Properties of Metal Filled 3D Printed Polymer Composites, J. Inst. Eng. (India): Ser. D, 1-15, 2022.
- Hanon M.M., Alshammas Y., and Zsidai L., Effect of Print Orientation and Bronze Existence on Tribological and Mechanical Properties of 3D-Printed Bronze/PLA Composite, *Int. J. Adv. Des. Manuf. Technol.*, 108, 553-570, 2020.
- Liu Z., Lei Q., and Xing S., Mechanical Characteristics of Wood, Ceramic, Metal and Carbon Fiber-Based PLA Composites Fabricated by FDM, *J. Mater. Res. Technol.*, 8, 3741-3751, 2019.
- Mihankhah P., Azdast T., Mohammadzadeh H., Hasanzadeh R., and Aghaiee S., Fused Filament Fabrication of Biodegradable Polylactic Acid Reinforced by Nanoclay as a Potential Biomedical Material, *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, 36, 961-983, 2021.
- Teixeira E.D.M., De Campos A., Marconcini J.M., Bondancia T.J., Wood D., Klamczynski A., and Glenn G.M., Starch/Fiber/ Poly(lactic acid) Foam and Compressed Foam Composites, *RSC Adv.*, 4, 6616-6623, 2014.
- Shishavan S.M., Azdast T., and Ahmadi S.R., Investigation of the Effect of Nanoclay and Processing Parameters on the Tensile Strength and Hardness of Injection Molded Acrylonitrile Butadiene Styrene–Organoclay Nanocomposites, *Mater. Des.*, 58, 527-534, 2014.
- Gonabadi H., Yadav A., and Bull S.J., The Effect of Processing Parameters on the Mechanical Characteristics of PLA Produced by a 3D FFF Printer, *Int. J. Adv. Des. Manuf. Technol.*, 111, 695-709, 2020.
- Weng Z., Wang J., Senthil T., and Wu L., Mechanical and Thermal Properties of ABS/Montmorillonite Nanocomposites for Fused Deposition Modeling 3D Printing, *Mater. Des.*, 102, 276-283, 2016.
- 22. Ebadi-Dehaghani H., Khonakdar H.A., Barikani M., and Jafari

S.H., Experimental and Theoretical Analyses of Mechanical Properties of PP/PLA/Clay Nanocomposites, *Composites, Part B*, **69**, 133-144, 2015.

- Perera K.Y., Hopkins M., Jaiswal A.K., and Jaiswal S., Nanoclays-Containing Bio-Based Packaging Materials: Properties, Applications, Safety, and Regulatory Issues, *J. Nanostruct. Chem.*, 1-23, 2023.
- 24. Rendas P., Figueiredo L., Geraldo M., Vidal C., and Soares

B.A., Improvement of Tensile and Flexural Properties of 3D Printed PEEK through the Increase of Interfacial Adhesion, *J. Manufact. Process.*, *93*, 260-274, 2023.

 Pang R., Lai M.K., Ismail K.I., and Yap T.C., The Effect of Printing Temperature on Bonding Quality and Tensile Properties of Fused Deposition Modelling 3D-Printed Parts, *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.*, **1257**, 012031, 2022.