



BUDAPESTI MŰSZAKI ÉS GAZDASÁGTUDOMÁNYI EGYETEM

GÉPÉSZMÉRNÖKI KAR

POLIMERTECHNIKA TANSZÉK

SZAKÁCS RITA
OTDK DOLGOZAT
BIOPOLIMEREK ÉS HABJAINAK FEJLESZTÉSE ÉS VIZSGÁLATA

Témavezető:
Dr. Litauszki Katalin
adjunktus

BUDAPEST, 2022

NYILATKOZATOK

Elfogadási nyilatkozat

Ez a TDK dolgozat a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem Gépészmérnöki Kara által a Diplomatervezési és Szakdolgozat feladatokra előírt tartalmi és formai követelménynek megfelelően készült. E TDK dolgozatot a nyilvános bírálatra és nyilvános előadásra alkalmasnak tartom.

A beadás időpontja: 2022.11.07.

Dr. Litauszki Katalin

témavezető

Nyilatkozat az önálló munkáról

Alulírott, *Szakács Rita*, a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem Gépészmérnöki Karának hallgatója, büntetőjogi és fegyelmi felelősségem tudatában kijelentem és sajátkezű aláírással igazolom, hogy ezt a TDK dolgozatot meg nem engedett segítség nélkül, saját magam készítettem, és dolgozatomban csak a megadott forrásokat használtam fel. Minden olyan részt, melyet szó szerint vagy azonos értelemben, de átfogalmazva más forrásból átvettem, egyértelműen, a hatályos előírásoknak megfelelően, a forrás megadásával megjelöltem.

Budapest, 2022.11.07.

Szakács Rita

TDK hallgató

KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

Ezúton szeretnék köszönetet mondani a BME Polimertechnika Tanszéknek, hogy rendelkezésemre bocsátotta a szükséges alapanyagokat és berendezéseket, témavezetőmnek, Dr. Litauszki Katalinnak segítőkézségéért és támogatásáért, Pinke Balázsnak a laboratóriumi mérésekben, Dr. Kovács Norbert Krisztiánnak és Kiss Bálintnak a 3D nyomtatás során, valamint Bartók Györgynek a gyártás során nyújtott segítségéért. Ez idő alatt rengeteget szakmai tudást és tapasztalatot kaptam tőlük. Továbbá köszönettel tartozom a családomnak és barátaimnak, hogy mellettem voltak és támogattak a dolgozatom elkészítése során.

TARTALOMJEGYZÉK

Köszönetnyilvánítás

v

1. Hiba! A könyvjelző nem létezik.

2. 1

2.1. 2

2.2. 3

2.3. 3

2.4. 4

2.5. 5

3. 6

3.1. 7

3.1.1. 7

3.1.2. 7

3.1.3. 7

3.2. 8

3.2.1. 8

3.2.2. 9

3.2.3. 9

3.2.4. 9

3.2.5. 10

3.2.6. 10

3.2.7. 11

4. 11

4.1. 12

4.2. 12

4.3. 13

4.4. 13

5. 17

5.1. 18

5.2. 18

6. 18

7. Hiba! A könyvjelző nem létezik.

1. BEVEZETÉS

Mint ahogy mindenkinek, nekem is fontos szerepet játszik az életemben a környezetvédelem, amivel a biopolimerek igen szoros kapcsolatban állnak, részben emiatt is választottam ezt a témát a TDK-ra.

Manapság a műanyagok a legnagyobb mennyiségben előállított anyagok a világon, és habár már vannak tendenciák a műanyag gyártás mérséklésével kapcsolatban, a 2020-ban megtermelt műanyag mennyisége még így is 367 millió tonna volt évente [1]. Ennek oka ezeknek az anyagoknak széleskörű alkalmazásában rejlik, a csomagolóipartól kezdve az űrkutatásig, valamilyen formában majdnem minden területen megtalálhatóak. A műanyagok előnyös tulajdonságaik ellenére azonban mégis csak korlátozott mennyiségben állíthatók elő, ugyanis a bomlási ideje a legtöbb képviselőjüknek legtöbbször akár száz években mérhető, míg egy átlagos polimer csupán pár hónapig van használatban. Emiatt ezek, az egy idő után hulladéklerakókban felhalmozott anyagok, könnyen kijuthatnak a természetbe, befolyásolva ezzel az ökoszisztémát és a Földön jelenlevő biodiverzitást, komoly károkat okozva ezzel. Ez környezetünkre nézve nem szolgál túl jó kilátásokkal. Ezenfelül hátrányos, hogy alapjukat a nem megújuló alapú erőforrás, a kőolaj képezi, és habár ez lényegesen kisebb kockázati tényező, mivel a műanyagtermelés az olajfelhasználás mindössze 6%-át teszi ki, a kőolaj kitermelésével így is az üvegházhatású CO₂ kerül a környezetbe, ami tovább fokozza a Föld átlaghőmérsékletének emelkedését. További problémát jelenthet, hogy ezekről a műanyagokról UV sugárzás és sós tengervíz hatására leválhatnak mikroműanyag részecskék, amik a táplálékláncba bekerülve, potenciális veszélyt jelenthetnek az emberek egészségére is, bár ez tudományosan még nem bizonyított, a kutatások még folyamatban vannak. [2, 3]

Az itt felsorolt komplex problémakörre nyújthatnak megoldást a biopolimerek, melyek olyan természetes forrásokból előállított polimerek, amelyeket vagy kémiai szintetizálnak biológiai anyagból, vagy teljes egészében élő szervezetek állítanak elő. A biopolimerek, lehetnek bioalapúak, vagyis megújuló erőforrásból előállíthatóak vagy biodegradálhatóak, biológiai úton lebonthatóak vagy ezek kombinációi [4]. Habár ezek a műanyagok szélsőséesebb hatásokkal szemben jelenleg nem olyan ellenállóak, mint mesterséges társaik, csomagolóanyagként vagy habosított formában például remekül alkalmazhatóak, amivel így többek között ki tudnák váltani az összes műanyagtermelés körülbelül 40%-át, jelentősen csökkentve ezzel a műanyagok környezetre gyakorolt hatását, valamint elősegíthetik a lineáris fogyasztási modell felváltását körforgásos gazdaságra.

Dolgozatom célja ismertetni a biopolimerek, azokon belül is elsősorban a PLA, az iparban és egyéb területeken való alkalmazásának lehetőségeit, valamint a PLA mikrogyönggyel való habosításával kapcsolatos eredményeket és alkalmazni egy merőben új módszert a habszerkezetek 3D nyomtatását.

2. SZAKIRODALMI ÁTTEKINTÉS

Ebben a fejezetben mutatom be általánosságban a polimereket, azon belül a biopolimereket, valamint a polimer habok és azok habképzési lehetőségeit.

2.1. Polimerek

Általánosságban a polimereken olyan hosszúláncú vegyületeket értünk, melyekben jellemzően sok ezer monomer kapcsolódik egymáshoz elsődleges kémiai kötással. A polimerek listája igen hosszú, aminek egyik oka, hogy a polimermolekulákat felépítő monomerek száma rendkívül széles skálán mozog. Ezenkívül eltérhet, a monomerek sorrendje és az egymáshoz képesti elhelyezkedésük is, valamint meghatározó lehet a különböző monomerek jelenléte is ugyanazon a polimermolekulán belül. Az egyes monomerek, oligomereket alkotva összekapcsolódhatnak kettes vagy ennél nagyobb számú csoportokba, ami így szinte korlátlan számú kombinációs számot tesz lehetővé. A fentebb felsorolt szempontok adhatnak magyarázatot ezeknek az anyagoknak rendkívüli sokszínűségére [5].

A polimerek között megkülönböztetünk természetes, természetben lejátszódó folyamatok által létrehozott, valamint szintetikus, vagyis mesterségesen előállított polimereket. Az előbbire az élővilágban bárhol találhatunk példát: polimer szerkezetű a növények vázanyagát alkotó cellulóz, de az emberi szervezetben megtalálható legtöbb szénhidrát és lipidvegyület is. A mesterséges polimereket nevezzük műanyagoknak. Ez a dolgozat bővebben ezekkel az anyagokkal, azon belül a biopolimer politejsavval (PLA) foglalkozik [6].

Műanyagokat manapság már szinte mindenhol találunk, aminek oka, hogy ezek az anyagok olyan tulajdonságok összességével rendelkeznek, amik miatt számos területen például gazdaságosabban felhasználhatók, mint más anyagok (pl. fémek, fa stb.). Viszonylagos sűrűségük kicsi, így kisebb a tömegük is, ennek köszönhetően pedig szállításuk is jóval olcsóbb. Ezen kívül jó hő-, elektromos-, habformában hangszigetelők, valamint a fával vagy a fémekkel ellentétben nem korhadnak vagy rozsdásodnak, így minőségmegőrzés érdekében sem kell további eljárásoknak alávetnünk az anyagot [7]. Tulajdonságaik viszonylag széles határok között változtathatók különböző adalékanyagok hozzáadásával, amik közül jelen dolgozatban lágyítót, valamint habosítószeret használók.

A mesterséges polimereket többféleképpen is csoportosíthatjuk, például hőre való reagálásuk alapján. E szerint megkülönböztetünk hőre lágyuló, azon belül kristályos és amorf polimereket, valamint hőre nem lágyulókat. A PLA az amorf, hőre lágyuló műanyagok kategóriájába tartozik, így feldolgozása egyszerű, képlékeny alakítás útján történik (pl. fröccsöntés, extrúzió). [7]

2.2. Biopolimerek

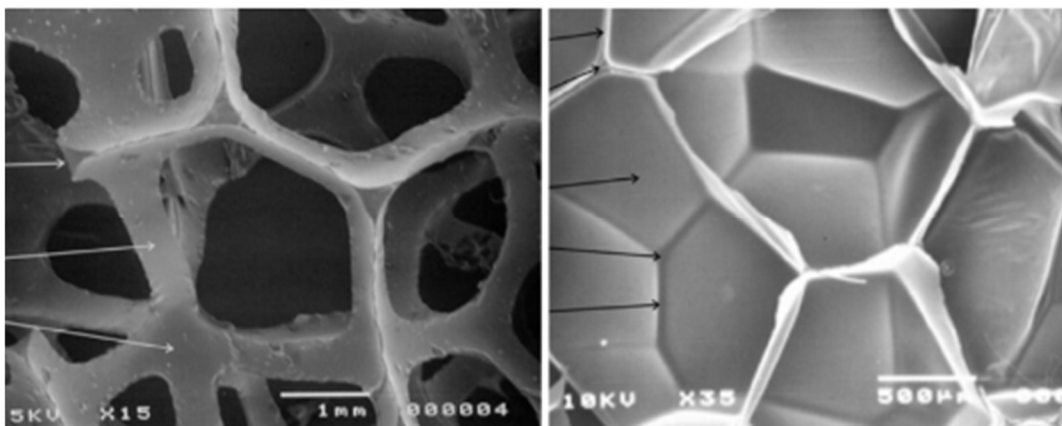
A kőolaj alapú, nem lebontható polimerek kapcsán felmerült problémákra nyújthatnak megoldást a biopolimerek. A biopolimerek lehetnek bioalapúak, vagyis megújuló erőforrásból előállíthatóak (pl. kukorica, cukorrépa és búza), vagy biodegradálhatóak, biológiai úton lebonthatóak (humuszból, széndioxidra és vízre) vagy ezek kombinációi. Habár ezek a műanyagok szélsőségesebb környezeti hatásokkal szemben jelenleg nem olyan ellenállóak, mint mesterséges társaik, csomagolóanyagként például remekül alkalmazhatóak, amivel így többek között ki tudnák váltani az összes műanyagtermelés körülbelül 40%-át, jelentősen csökkentve ezzel a műanyagok környezetre gyakorolt hatását. Ezenkívül kémiai felépítésüknek köszönhetően az élő szövetekkel is jól összeférhetők, azaz biokompatibilisek, ennek következtében pedig széleskörűen alkalmazhatóak az orvostudományban is [2].

A felsorolt megfontolások alapján értelemszerűen az a legelőnyösebb, ha egy biopolimer bioalapú és biodegradálható is egyszerre, amire jelenleg az egyik legígéretesebb biopolimer példa a politejsav (PLA). Előállítását először a 20. század közepén kezdték el komolyabban kutatni, az áttörés viszont csak az 1980-as években következett be egy új technológia bevezetésével, mely takarmánynövényekből (kukorica, búza, burgonya, cukorrépa stb.) nyert szénhidrátok (pl. D-glükóz stb.) baktériumokkal végzett fermentációjával állított elő L-tejsavat. Ez jelentős fejlődést indított el ezen a területen, és lehetővé tette mind a monomer tejsav, mind a politejsav nagyüzemi gyártását [7]. Jelenleg évente több, mint 300 000 tonna politejsavat termelnek, ami a következő években várhatóan növekszik köszönhetően a PLA kiemelkedően jó mechanikai tulajdonságainak.

2.3. Polimer habok

A polimer hab egy olyan kétfázisú rendszer, melyben statikus eloszlású gázbuborékok találhatók polimer mátrixba beágyazva. A biopolimer habok, a nem lebontható, kőolaj alapú műanyagokhoz hasonlóan habosított formában is számos területen felhasználhatók. Ennek oka egyrészt a habosítatlan anyaghoz képest csökkentett tömeg, másrészt az ilyen formában hatékonyabb szigetelő- és energiaelnyelő képességgel rendelkeznek ezek a szerkezetek [8].

A polimer habokat többféle módon is csoportosíthatjuk. Szerkezet szerint lehetnek nyitott és zárt cellásak. A nyitott cellás habok szerkezete „lyukacsos”, nem képes magába gázt vagy levegőt zárni, cellái átjárhatóak. A zárt szerkezetű haboknál ezzel szemben az üregek jól elkülöníthetők. Találkozhatunk vegyes cellás habokkal is, ahol nyitott és zárt szerkezetet is találhatunk a habon belül [4].



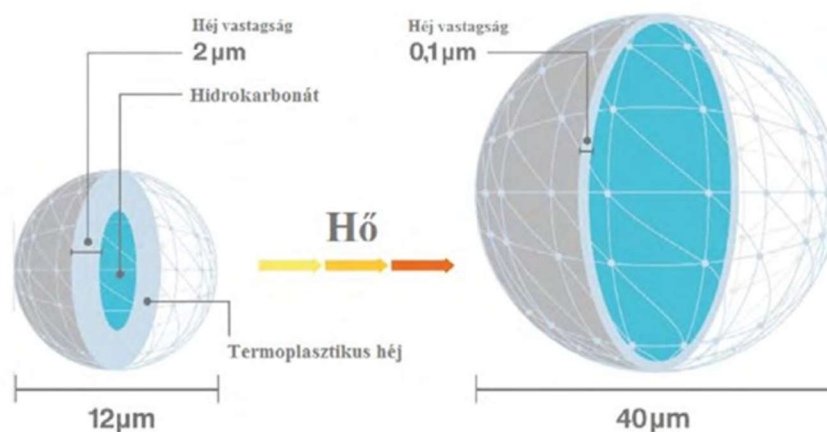
1. ábra Habszerkezetről készült felvételek [4]

Csoportosíthatjuk a habszerkezeteket ezenkívül a hab merevsége függvényében is. Léteznek kemény- vagy rideghabok, amik kis rugalmassággal és nagy alaktartóssággal rendelkeznek, ha viszont a hab fala deformálható és nagy mértékben visszalakul, rugalmas- vagy lágyhabról beszélünk, amelyek nagyobb rugalmasságúak, így kevésbé alaktartók vagy merevek [4].

2.4. Polimer habok gyártása

Polimer és biopolimer habokat többféle módon is képezhetünk. Létezik fizikai-, kémiai- és szintaktikus mikrogöngyökkel végzett habképzés is. Ezek közül is különösen nagy reményekkel bír az utóbbi. A szintaktikus megoldásnál hő hatására expandáló mikrogöngyöket használunk, emiatt a habosítás folyamata könnyebben kezelhető lesz és egy sokkal szabályozottabb cellaszerkezetet hozhatunk így létre [9].

Ezek a mikrogöngyök egy tágulni képes, jellemzően akril-nitril (AN), metakril-nitril (MAN) vagy metil-metakrilát (MMA) monomerekből álló polimer héjből és egy hőre expandáló fizikai, szénhidrogén habképzőszerekből állnak. Egy ilyen gyöngy alapállapotban jellemzően egy 10-50 μm átmérőjű szemcse, ami adott hőmérséklet-tartományban képes akár 60-szorosára is expandálni (2. ábra). Alapvető működési mechanizmusa, hogy hő hatására a kapszulázott habképzőszer párologni kezd megnövelve ezzel a belső nyomást. Ennek következményeképp a meglágyult héj is kitágul és a gyöngy „felfújódik”. Emiatt a habképzőszernak jellemzően egy alacsony forráspontú és nagyon jól táguló anyagnak kell lennie, a külső résznek, a kapszulának pedig jó burkoló és védő tulajdonságokkal kell rendelkeznie [9].



2. ábra Mikrogyöngyös habképzés elve [9]

A mikrogyöngyök működését több tényező is befolyásolja. Egyrészt a kapszulát alkotó burok anyaga és termomechanikai tulajdonságai, másrészt a gáz típusa a héjszerkezeten belül, harmadrészt a habosítandó polimer típusa és viszkozitása különböző hőmérsékleteken [9].

2.5. Kritikai elemzés

A műanyagtermelést, annak ellenére, hogy jelentős mértékben megkönnyíti az emberek életét, azonban környezetvédelmi okokból mégis mérsékelni kell, egyrészt a műanyagok alapját képző kőolaj véges készleteiből adódóan, másrészt a főleg csomagolóanyagok esetében elmondható, relatív rövid élettiklusból, majd az azt követő hosszú lebomlási időből kifolyólag. A habszerkezetek különösképp problémát jelentenek nagy térfogatuk és kis tömegük miatt. Újrahasznosításuk nem kifizetődő, égetésük során pedig mérgező gázok szabadulhatnak fel. Erre nyújthatnak megoldást a biopolimerek, melyek alatt a megújuló erőforrásból előállított és/vagy biológiai úton lebontható polimerek összességét értjük. A jelenleg létező biopolimerek közül legígéretesebbnek az úgynevezett polilaktid (PLA) bizonyul, (ami egy II-es szintű biopolimer, tehát beilleszthető a természet körforgásába). Habosítási paraméterei is előre mutatóak, így habformában is számos helyen alkalmazható, többek között a polisztirol habtermékek kiváltására vagy biológiai szövetek helyettesítésére. A PLA hátránya, hogy az kristályolvadáspontja viszonylag alacsony és lassan kristályosodik, ami gátolja az alacsony sűrűségű, egyenletes cellamorfológiájú habok előállítását, ezek azonban a megfelelő adalékanyagok és gyártási technológiák segítségével fejleszthetők, a kutatások ezzel kapcsolatban jelenleg is zajlanak. A habképzési módszerek közül a viszonylag újaknak számító mikrogyöngyös habképzés mutat kiemelkedő eredményeket.

Dolgozatom gyakorlati része a biopolimerek, elsősorban a PLA habosítási folyamatát, kifejezetten a mikrogyöngyös habképzést járja körbe. Munkám során alkalmazom a PLA

mikrogyönggyel történő habosítás technológiáját 3D nyomtatás során, áttekintem az így kapott eredményeket és összehasonlítom az elért eredményeket.

3. FELHASZNÁLT ANYAGOK, ALKALMAZOTT BERENDEZÉSEK

Ebben a fejezetben mutatom be a felhasznált anyagokat, technológiát, gépeket, berendezéseket, vizsgálati módszereket.

3.1. Felhasznált alapanyagok

TDK munkám során polimer alapanyagként politejsavat alkalmaztam, amelyet oligomer tejsavval lágyítottam, habképzőszerként pedig hőmérséklet hatására expandálni képes mikrogyöngyöt használtam.

3.1.1. Politejsav

A habképzéshez extrúziós feldolgozásra ajánlott politejsav típust választottam. Kereskedelmi forgalomban kapható politejsav típusokat alkalmaztam NatureWorks LLC (Minnetonka, USA) által gyártott Ingeo™ 4060D (12% D-laktid tartalom) amorf PLA típust. A PLA sűrűsége 1,24 g/cm³. Jelölése 4060D.

3.1.2. Lágyítószer

A felhasznált tejsav oligomer (OLA – Oligomer Lactic Acid) a Condensia által gyártott Glyplast OLA 2 volt. Jelölése OLA2. A lágyítószer adatai az 1. táblázatban találhatók.

Észter tartalom	Sűrűség (25°C)	Viszkozitás	Nedvességtartalom	Alkalmazás
%	g/cm ³	mPas	%	-
> 99	1,10	90 (40 °C)	maximum 0,1	Teljes mértékben biodegradábilis PLA ütőszilárdság javító

1. táblázat Glyplast OLA2 tulajdonságai

3.1.3. Habképzőszert

A habképzés szintaktikus, mikrogyönggyel történő habosítás útján történt. Ehhez a Tramaco által gyártott Tracel G 6800 MS habképzőszert használtam. A habképzőszert adatait a 2. táblázat tartalmazza.

Táguláshoz szükséges min. hőmérséklet	Maximális feldolgozási hőmérséklet	Habképzőanyag-tartalom	Térfogatsűrűség
°C	°C	%	g/l
140	200	65	450

2. táblázat Tracel G 6800 MS habképzőszer fontosabb tulajdonságai

3.2. Alkalmazott berendezések és vizsgálati módszerek

Ebben az alfejezetben mutatom be a TDK dolgozat megvalósítása során alkalmazott berendezéseket és a készített minták, próbatestek vizsgálati módszereit.

3.2.1. Kompaundálás

A 3D nyomtatás során megvalósítandó habosíthatóság érdekében oligomerrel lágyított politejsav létrehozásához kompaundálás módszerét alkalmaztuk. A kompaundálás megvalósításához egy Labtech LTE 26-44 (Thaiföld, Samutprakarn) ikercsigás extrudert használtunk, amely egy Labtech IZ-120/VS folyadékadagolóval volt kiegészítve. A folyadékadagoló segítségével 70 °C-ra előmelegített OLA-t közvetlenül az ömledékbe juttattuk az ikercsigás extruder 3. zónájában. A lágyító adagolása 5, 10 és 15 m%-ban valósult meg.

Megnevezés	Mértékegység	Érték
Csiga fordulatszáma	1/perc	25
Adagoló fordulatszáma	1/perc	8,0

3. táblázat Kompaundálás során beállított fordulatszámok

Extruder zónahőmérsékletek										
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.	Szerszá m
°C	°C	°C	°C	°C	°C	°C	°C	°C	°C	°C
150	155	155	160	160	160	165	165	170	170	170

4. táblázat Kompaundálás során beállított hőmérséklet profil

3.2.2. Granulálás

Granulálásra többféle technika is létezik, jelen esetben a dolgozat szempontjából releváns módszert mutatom be. Ehhez az extruderből kijövő, lehűtött polimer zsinórt egy szemben forgó késes hengerrel aprítják fel. A 2-3 mm átmérőjű zsinór előgyártmányból egy Labtech LZ-120/VS típusú granulálóval készítettük a granulátumot (3. ábra). Ezt az előgyártmányt használtam fel később a filament gyártása során. A granulátum hossza 3 mm volt [10].



3. ábra Lágyítóval kevert PLA granulátum

3.2.3. Szárítás

A szárítás KCDL szárítószekrényben történt 45 °C-on 8 órán keresztül, aminél a cél az ideális, 0,1 %-os nedvességtartalom elérése volt. Erre a PLA hidrofil jellegéből adódóan volt szükség, hogy a feldolgozási hőmérsékleten ne induljon be hidrolízis.

3.2.4. Filament extrúzió

A PLA hőre lágyuló tulajdonságából adódóan, a filamenteket extrúzióval állítottuk elő. Ehhez első lépésként képlékeny állapotba hoztuk a viszkózus ömledéket, majd a homogenizált állapotban, adott nyomás alatt változatlan keresztmetszetű, nyitott szerszámon keresztülpréseltük és a lehűtött filamentet az extrudersorra vezettük. A folyamathoz Precision 450 (3Devo, Utrecht, Hollandia) nyomtatószal gyártót használtunk. Az így elkészült PLA filamentet használtam a 3D nyomtatás során.

3.2.5. 3D nyomtatás

A 3D nyomtatáshoz egy CraftBot Plus (CraftUnique Kft., Magyarország) típusú nyomtatót használtam az alábbi paraméterekkel, a fej átmérője 1 mm volt. Az egyes beállításokat az 5. táblázat mutatja be.

Habképzőszer tartalom [m%]	Nyomtatófej hőm. [°C]	Nyomtatótálca hőm. [°C]
0%	230	54
6%	130	54
6%	140	54
6%	150	54
6%	160	54
6%	170	54

5. táblázat 3D nyomtatás során alkalmazott nyomtatási paraméterek

3.2.6. Sűrűségmérés

A sűrűség méréséhez Sartorius Quintix típusú, 0,01 mg pontosságú analitikai mérleget használtam (4. ábra). A sűrűség értékét a mérés folyamán a berendezés számította, a felhajtóerő, a levegőben és mérőfolyadékban mért minta súlyának felhasználásával. A mérőfolyadék desztillált víz volt. A mérést 3-3 ismétléssel végeztem mintánként.



4. ábra Sűrűségmérés során mért minták és a sűrűségmérő feltét

3.2.7. Pásztázó elektronmikroszkópia

A habminták cellaszerkezetét pásztázó elektronmikroszkóppal vizsgáltuk, amelyben Pinke Balázs segített. A vizsgálathoz JEOL JSM 6380LA (Tokió, Japán) típusú pásztázó elektronmikroszkópot használtuk. A gyorsító feszültség 10kV volt. A mintákat a vizsgálat előtt aranyozva lettek. 50x-es és 100x-os nagyításban készültek a képek.

4. KÍSÉRLETI/FEJLESZTÉSI RÉSZ

Ebben a fejezetben mutatom be a 3D nyomtatáshoz szükséges lágyított és habképzőszert tartalmazó filament előállítását, valamint az azzal való nyomtatást és eredményeik.

4.1. Politejsav és oligomer tejsav kompaundálása

A PLA ridegségéből fakadó, a későbbi filament extrúzió során felmerülő technikai korlátok miatt (pl: feldolgozási hőmérséklet határ), valamint a felhasznált habosítószer habosodási hőmérsékletparamétereiből fakadóan első lépésként lágyítót kevertünk a PLA nyersanyagba, hogy a nyomtatószál már alacsonyabb hőmérsékleten is könnyen kezelhető, feldolgozható legyen, illetve elkerülhessük a mikrogöngyök tágulását. PLA lágyítással kapcsolatban már több korábbi kísérlet is lezajlott, ezek közül a PLA lágyítására kifejezetten az oligomer változatának, az oligomer tejsavnak használata bizonyult legígéretesebbnek, így én is ezt alkalmaztam. 10 m/m%-os kompaund keverékből extrudált zsinórokat (5. ábra) ezután felaprítottuk kb. 3 mm-es hosszú granulátumokra.



5. ábra PLA_OLA kompaundálása

4.2. Oligomer tejsavval lágyított politejsav és mikrogöngy kompaundálása

A lágyított politejsavat ezután a kiválasztott Tracel G 6800 MS típusú mikrogönggyel kompaundáltuk előkísérletek alapján 6 m%-ot alkalmazva Bartók György segítségével. Amit ezután szintén granuláltunk a további felhasználásra.



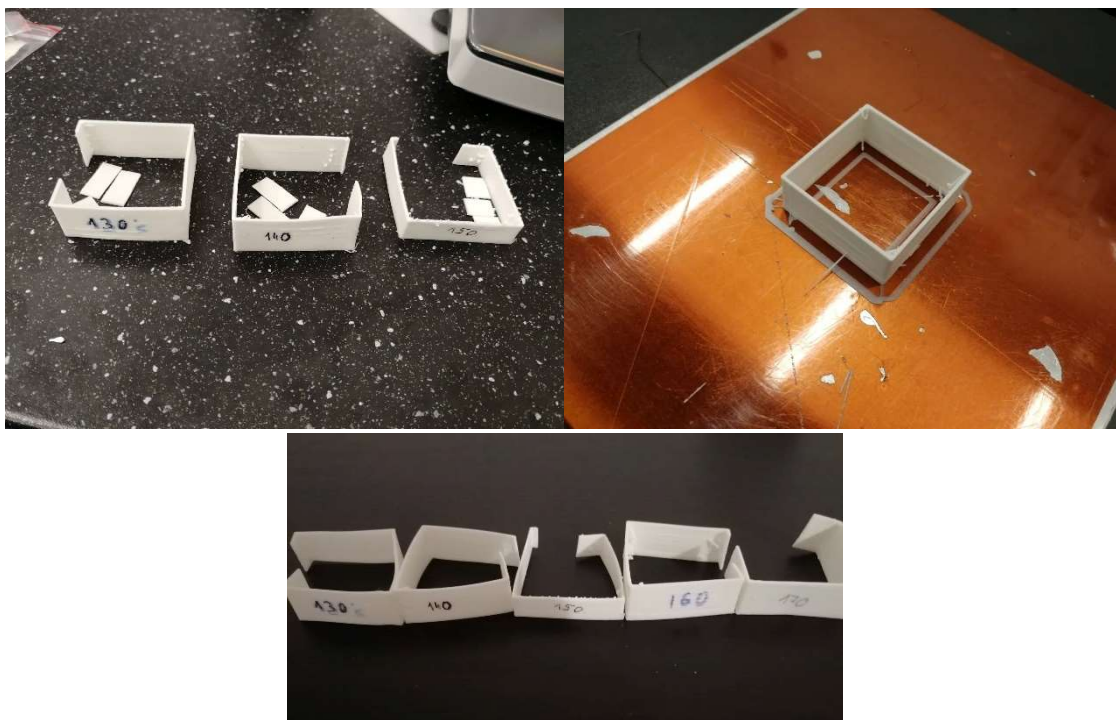
6. ábra OLA-val lágyított PLA és mikrogyöngy típusú habképzőszer kompaundálása

4.3. Oligomer tejsavval lágyított politejsav és mikrogyöngy alapú nyomtatósál gyártása

A lágyított és mikrogyöngyöket tartalmazó granulátumból, Dr. Kovács Norbert Krisztián segítségével gyártottuk le a 3D nyomtatáshoz szükséges filamentet, extrúzió útján egy nyomtatósálgyártó berendezés (3Devo, Precision 450) segítségével. A 10 m/m% oligomer tejsav és 6%-os mikrogyöngy tartalmú PLA filamentből 130/140/150/160/170 °C-on nyomtattam azonos formájú, 5x5 cm-es testeket.

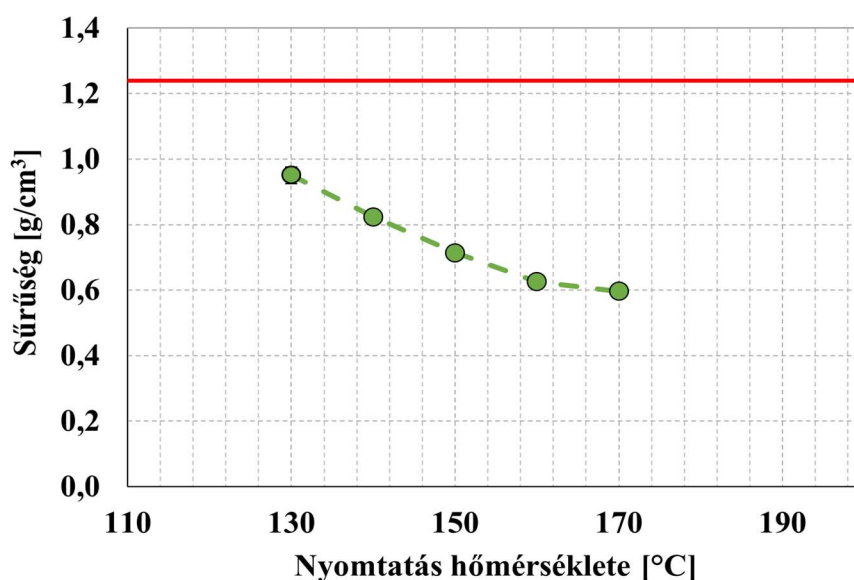
4.4. Habszerkezetek 3D nyomtatása és minősítése

Az témában megjelent irodalom alapján elmondható, hogy a nyomtatási hőmérséklet nagy hatással van az expanzióra, ezáltal pedig a nyomtatott minta sűrűségére, így munkám során elsősorban ezt kezdtem el vizsgálni. A mikrogyöngyök hatásmechanizmusából kiindulva a hőmérséklet növelése függvényében, a mikrogyöngyökben jelenlevő gáz térfogatában, ezzel egyetemben pedig a minták falának vastagságában egy folyamatos növekedést, míg a nyomtatott minták sűrűségben csökkenést vártam.



7. ábra Eltérő hőmérsékleten nyomtatott próbatestek

Első ránézésre a nyomtatott minták között nem lehetett látni szembeszökő különbséget, azonban lemérve a falak vastagságát, egy folyamatos növekedést figyeltem meg: minél magasabb hőmérsékleten lett nyomtatva a test, a fal vastagsága annál nagyobb lett. Ezt követően mértem a minták sűrűségét is, mely az alábbi tendenciát mutatta (8. ábra, 6. táblázat).



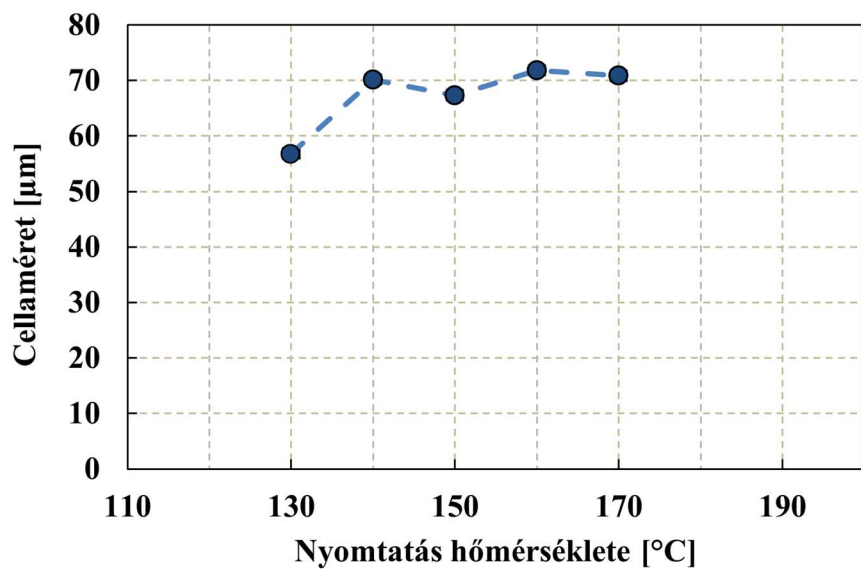
8. ábra A 3D nyomtatott habszerkezetek sűrűség értékei a nyomtatási hőmérséklet függvényében

Már 130 °C-on is megjelentek buborékok, amik az előzetes feldolgozás alatt jöhettek létre. 170 °C-on már sikerült elérni az 50%-os sűrűség csökkenést a referencia értékekhez képest. A hőmérséklet növelésével a sűrűség az adalékoltatlan PLA sűrűségéről, 1,24 g/cm³-ról 0,596 g/cm³-ra csökkent. 160 és 170 °C között csökkent meredekség volt megfigyelhető, ami előzetes adatok alapján 180 °C fölött nem csökken tovább. E hőmérséklet felett a mikrogöngyök nem tudnak már tovább tágulni és „kipukkannak”, ami hirtelen sűrűségrövidítést eredményez.

Gyártási hőmérséklet	Sűrűség átlag	Sűrűség szórás	REF PLA
°C	g/cm ³	g/cm ³	g/cm ³
25			1,24
130	0,950	0,025	1,24
140	0,823	0,003	1,24
150	0,714	0,003	1,24
160	0,626	0,007	1,24
170	0,596	0,002	1,24
250			1,24

6. táblázat A 3D nyomtatott habszerkezetek sűrűség értékei a nyomtatási hőmérséklet függvényében

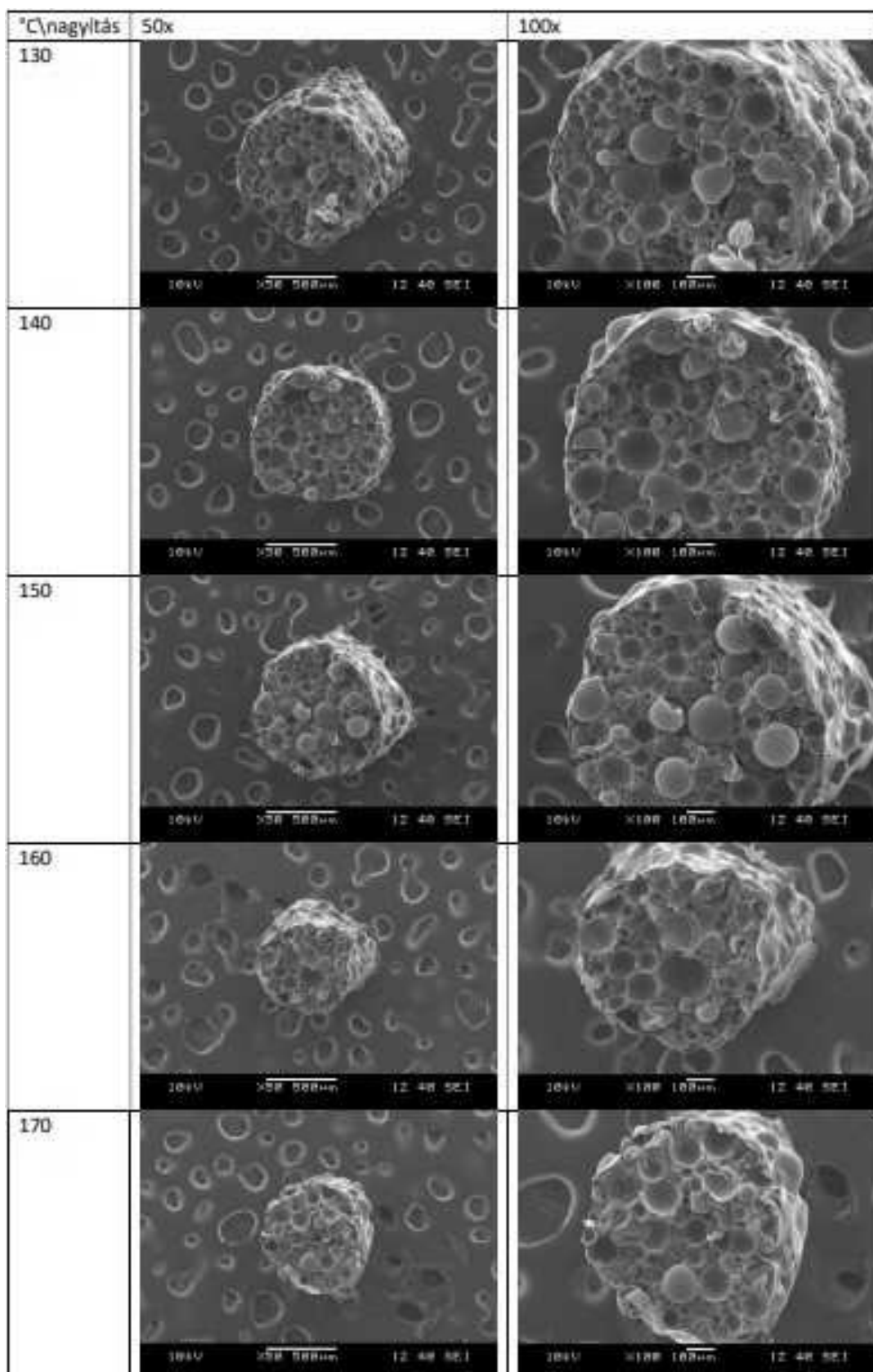
A sűrűségmérést követően elektronmikroszkóp segítségével 50x-es és 100x-os nagyítású felvételeket készítettük a különböző hőmérsékleteken nyomtatott filamentek keresztmetszetéről és a mértük az átlagos cellaméretet, ami az alábbi grafikon szerint alakult a nyomtatási hőmérséklet függvényében (9., 10. ábra, 7. táblázat). Itt egy viszonylag folyamatos 130 °C-ról 140 °C-ra növelve a nyomtatási hőmérsékletet nagyarányú növekvő adatokat kaptam, amely aztán ellaposodott, ami a mikrogöngyök expanziójával van összefüggésben, ezáltal hatással a kialakuló sűrűség értékére. Ez megerősítette a csökkenő sűrűségértékek tendenciáját.



9. ábra Cellaméret alakulása a nyomtatási hőmérséklet függvényében

Gyártási hőmérséklet	Cellaméret átlag	Cellaméret szórás
°C	um	um
130	56,806	36,517
140	70,135	38,618
150	67,306	39,811
160	71,820	33,610
170	70,822	38,772

7. táblázat Cellaméret alakulása a nyomtatási hőmérséklet függvényében



10. ábra 3D nyomtatott habszerkezetek keresztmetszeti SEM felvételei

5. ÖSSZEFOGLALÁS

5.1. Magyar nyelvű összefoglaló

Dolgozatomban a PLA mikrogyönggyel való habosítását vizsgáltam 3D nyomtatás során. Először 10 m/m%-ban Glyplast OLA 2 lágyítószert, majd 6%-ban Tracel G 6800 MS mikrogyöngy habképzőszert adtam az Ingeo™ 4060D PLA alapanyaghoz. Mindkét folyamat kompaudálás útján történt.

Az így előállított granulátumból ezután a 3D nyomtatáshoz szükséges filamentet gyártottam extrudálás útján. Az így létrehozott filamenttel 5 db 5x5 cm-es, 1 mm falvastagságú mintákat 3D nyomtattam 130, 140, 150, 160 és 170 °C-on, amiken ezután a különféle méréseket végeztem.

Legelőször sűrűséget mértem. A minták minél nagyobb hőmérsékleten lettek nyomtatva, a sűrűségük annál kisebb lett. Ez azzal magyarázható, hogy a mikrogyöngyök hő hatására nagyobb mértékben tudtak kitágulni. 170 °C-on a sűrűséget már 50%-kal sikerült csökkenteni, amely így 0,596 g/cm³ lett.

Ezután a különböző hőmérsékleten gyártott filamentek eletromikroszkóppal készült felvételein mértem az átlagos cellaméreteket. Eredményként 130 °C-ról 140 °C-ra növelve a nyomtatási hőmérsékletet nagyarányú növekvő adatokat kaptam, amely aztán ellaposodott.

Összegezve a PLA mikrogyönggyel való habosítási eredményeimet, a hőmérséklet függvényében az elkészült hab sűrűsége folyamatosan csökken, az átlagos cellaméret pedig viszonylag folyamatosan csökken.

5.2. További megoldásra váró feladatok

Érdemes lenne még tovább vizsgálni a 3D nyomtatás során pontosan milyen hatással van a nyomtatási hőmérséklet további növelése, esetlegesen a habképzőszert mennyiségének növelése, illetve érdekes lehet még a lágyítószer mennyiségének a hatását is vizsgálni. További fontos feladat lehet a nyomtatott habszerkezetek komposztálási kísérleteit elvégezni.

6. FELHASZNÁLT FORRÁSOK

1. <https://plasticseurope.org/knowledge-hub/plastics-the-facts-2021> (2022.08.30.)
2. <http://polimerek.hu/2021/11/22/tenyek-es-tevhitek-a-biopolimerekkel-kapcsolatban-i-resz/> (2022.08.30.)
3. Fehér Sz.: Biopolimerek újramegömlesztés útján történő újrahasznosíthatósági vizsgálata. TDK dolgozat. Budapesti műszaki és gazdaságtudományi egyetem, Gépészmérnöki kar, Polimertechnika Tanszék (2021)
4. Hajba S.: Politejsav és társított politejsav kristályszerkezetének műszaki tulajdonságokra gyakorolt hatásának elemzése. Phd értekezés. Budapesti műszaki és gazdaságtudományi egyetem, Gépészmérnöki kar, Polimertechnika Tanszék (2018)
5. S. E. Gad: Polymers. in Encyclopedia of Toxicology (Third Edition) (szerk.: Philip Wexler) Academic Press, 1045-1050 (2014)
6. Czvikovszky T., Nagy P., Gaál J.: A polimertechnika mint műszaki anyagtudomány. in A polimertechnika alapjai (2007)
7. [Politejsav történelme - politejsav Hockstock Áron \(google.com\)](#) (2022.09.12)
8. https://www.researchgate.net/publication/331982173_Polimer_habok_Polymer_foams (2022.10.24.)
9. Litauszki K., Kmetty Ákos, Bárány T.: Politejsav alapú bio-habok fejlesztése expandálható mikrokapszula felhasználásával. Polimerek, 10, 316-321 (2018)
10. Czvikovszky T., Nagy P., Gaál J.: A polimer feldolgozástechnika előkészítő lépései és gépei. in A polimertechnika alapjai (2007)

7. MELLÉKLETEK

A dolgozat fő részébe már be nem férő, de a tartalom szempontjából fontos mérési jegyzőkönyvek, ábrák, táblázatok stb. kerülhetnek ide, de nem „számlálatlanul” ömlesztve, hanem megfelelően megszerkesztve, kivonatolva úgy, hogy a megfelelő melléklet részre a dolgozat fő részében hivatkozni kell.