

Efectos de la temperatura y la presión por vacío en la anisotropía y la mejora de la rugosidad superficial de piezas obtenidas por FFF

Giovanni Gómez-Gras¹, Ariadna Chueca de Bruijn², Manuel D. Abad³, Marco A. Pérez⁴

¹GAM, IQS School of Engineering, Universitat Ramon Llull, España. Email: giovanni.gomez@iqs.url.edu

²GAM, IQS School of Engineering, Universitat Ramon Llull, España. Email: ariadnachuecad@iqs.url.edu

³GAM, IQS School of Engineering, Universitat Ramon Llull, España. Email: manuel.abad@iqs.url.edu

⁴GAM, IQS School of Engineering, Universitat Ramon Llull, España. Email: marcoantonio.perez@iqs.url.edu

Resumen

Uno de los retos fundamentales de la fabricación por filamento fundido (FFF) es la disminución de la anisotropía mecánica característica de esta tecnología, fundamentalmente originada por la formación de uniones no uniformes entre las tramas interiores de las piezas, y en la superposición entre las capas de material. En este estudio se aborda un novedoso postproceso para piezas poliméricas obtenidas por FFF basado en la combinación entre el recocido a temperaturas controladas y el prensado isostático por vacío. El desarrollo experimental basado en la metodología de superficies de respuesta (RSM) ha permitido definir la combinación óptima de parámetros del proceso. Los resultados obtenidos en la confirmación experimental del punto óptimo, en diferentes orientaciones de impresión, evidencian una adhesión intracapa e intercapa notablemente mejorada y demuestran la capacidad del método propuesto para reducir la anisotropía de las piezas tratadas y para ser extrapolado a cualquier polímero FFF.

Palabras clave: Fabricación aditiva; Fabricación por filamento fundido; Recocido térmico; Rendimiento mecánico.

Abstract

One of the main challenges of Fused Filament Fabrication (FFF) is the reduction of the mechanical anisotropy characteristic of this technology, mainly caused by the formation of non-uniform joints between the inner rasters of the parts and the overlapping between the layers of material. This study deals with a novel post-process for polymeric components obtained by FFF based on the combination of annealing at controlled temperatures and isostatic vacuum pressing. The experimental development based on the Response Surface Methodology (RSM) has made possible to define the optimal combination of process parameters. The results obtained in the experimental confirmation of the optimum point in different printing orientations show a significantly improved intralayer and interlayer adhesion and demonstrate the ability of the proposed method to reduce the anisotropy of the treated parts and to be extrapolated to any FFF polymer.

Keywords: Additive manufacturing, Fused filament fabrication, Thermal annealing, Mechanical performance.

1. Introducción

La Fabricación por Filamento Fundido (FFF) es una tecnología de Fabricación Aditiva (FA) que ofrece un amplio espectro de posibilidades a la hora de obtener piezas con geometrías complejas, imposibles de fabricar mediante los procesos convencionales, o a costes muy elevados. Aunque inicialmente esta técnica de deposición de filamentos fue creada con la intención

de realizar prototipos, en la actualidad ha evolucionado hasta el límite de convertirse en una alternativa para la producción de piezas finales con un alto grado de personalización [1]. Estos avances tecnológicos la han convertido en uno de los pilares estratégicos de la Industria 4.0, generando una gran cantidad de investigación encaminada a facilitar su inserción en la producción industrial.

Sin embargo, para que esta transición sea posible es necesario abordar ciertas limitaciones que son objeto de investigación sistemática en la actualidad. Entre las más relevantes se encuentran el rendimiento mecánico de las piezas impresas por FFF (agravado por la anisotropía resultante de la propia tecnología), así como su baja calidad superficial, ambas influenciadas por la tipología de la unión entre filamentos [2], tanto intercapa como intracapa. Al no tratarse de un fenómeno trivial, ya que depende de la complejidad de la geometría, las condiciones térmicas del proceso y las cargas gravitacionales [3], no existe aún consenso en la comunidad científica acerca de los métodos de impresión óptimos que pueden minimizar estos efectos. Sumado a lo anterior, debe considerarse también la naturaleza de la fusión entre filamentos adyacentes y la consecuente difusión molecular, que se ha correlacionado con la rugosidad superficial, a través de un modelo numérico predictivo [4]. Dicha difusión molecular, que requiere de suficiente tiempo a altas temperaturas, evidencia ante ensayos mecánicos estáticos que la fuerza de unión entre capas es más débil que entre filamentos coplanares, ya que, debido a las trayectorias habituales de impresión, el enfriamiento entre capas sucesivas se produce a tiempos más largos que entre los filamentos de la misma capa [5].

A pesar de estas disyuntivas, existe un acuerdo general en que la combinación de los parámetros de impresión afecta directamente a la calidad de las uniones y, consecuentemente, a la calidad superficial y al rendimiento mecánico [6]. Entre estos parámetros considerados determinantes se han citado la orientación de la capa y la orientación de construcción [7], o la influencia del tipo y densidad del relleno y su correlación con el rendimiento de ambos tipos de uniones (inter e intracapa) [8].

Alternativamente, este fenómeno se ha abordado a través de la utilización de tratamientos térmicos que han conseguido reducir la anisotropía mecánica típica de esta tecnología [9], o la utilización de varios tipos de postprocesos capaces de disminuir notoriamente la rugosidad superficial característica y mejorar el rendimiento de las piezas [10]. Entre todas estas alternativas estudiadas, se postula con especial interés el recocido térmico, un procedimiento ampliamente documentado, con potencial para modificar las propiedades físicas (e incluso químicas) de los productos finales, gracias a su capacidad para aliviar las tensiones provocadas por la propia fabricación. En el caso de la FFF, el enfriamiento de la pieza durante el proceso se realiza de manera no homogénea, provocándose una contracción volumétrica y la generación de tensiones residuales que suelen impactar negativamente en la funcionalidad del producto acabado [11]. En materiales poliméricos amorfos, después de un calentamiento isotérmico por debajo de su temperatura de transición vítrea (T_g) se ha observado una relajación estructural que ha provocado un

aumento de la dureza y del módulo de Young [12]. En polímeros semicristalinos como el PLA, se ha evidenciado un aumento del grado de cristalinidad y una clara mejora en su comportamiento ante sollicitaciones mecánicas [13, 14].

En el presente estudio se ha optado por utilizar un material con gran interés para la ingeniería, el Ultem™ 9085 (PEI Ultem) [15], al tratarse de una polietirimida de altas prestaciones, destacada por su relación peso-resistencia y por su certificación FST (retardante de la llama, baja emisión de humos y baja toxicidad). Este polímero, que ha despertado el interés de las industrias aeroespacial [16] y automotriz [17], cuenta con una alta resistencia química y una elevada T_g (alrededor de 180°C), lo que probablemente haya condicionado el reducido número de investigaciones acerca de los postprocesos con capacidad para mejorar la calidad de las piezas impresas. Las publicaciones consultadas revelan que se han conseguido mejoras, por ejemplo, deformando plásticamente a través del bruñido con bola [18], aplicando recubrimientos metálicos [19], o tratando las piezas con plasma atmosférico (APT), como método válido para la reparación de componentes de PEI Ultem dañados.

En cuanto al empleo de tratamientos térmicos, solo se ha tratado el PEI Ultem por debajo de su T_g [21] demostrándose la sensibilidad de este material a los cambios bruscos de temperatura, sin encontrarse efectos ante tratamientos graduales. En paralelo, se han realizado recocidos a temperaturas también bajas, con tiempos de exposición de entre 24 y 96 horas, observándose un alivio de las tensiones térmicas originadas durante su proceso de fabricación [22]. Estos resultados evidencian que el postproceso térmico de las piezas impresas puede tener un impacto positivo en la reducción de los efectos no deseables de la FFF, dando lugar a un horizonte de investigación prometedor.

Con vistas a determinar con exactitud la significancia de los resultados alcanzables en este estudio, se ha elegido un método estadístico robusto: La metodología de superficie de respuesta (RSM), al tratarse de una secuencia de análisis matemático, capaz de optimizar variables independientes del proceso, a partir de una campaña sistematizada de experimentación [23]. Esta metodología ofrece la posibilidad de usar modelos polinómicos cuadráticos para predecir las respuestas estudiadas, en un volumen suficientemente pequeño del espacio de diseño. Concretamente, se emplea la matriz Doehlert Design (DD), que permite la minimización del número de experimentos, la detección de la falta de ajuste del modelo calculado y la creación de diseños secuenciales [24]. Estos últimos permiten desplazar la matriz experimental inicial hacia un nuevo dominio más cercano a la zona óptima a partir de los puntos de la matriz primaria [25].

Una vez realizadas estas consideraciones previas, el objetivo fundamental de este estudio es proporcionar evidencias experimentales sobre los beneficios del

postprocesado térmico de polímeros FFF, encaminado a la mejora de la fuerza de unión entre filamentos, reduciendo así la anisotropía mecánica a través de un proceso de densificación, a la vez que se introduce una mejora en la calidad superficial de los componentes. Se trata pues de un nuevo enfoque del recocido térmico a altas temperaturas, realizado en un entorno presurizado, para tratar piezas de PEI Ultem obtenidas por FA. Para verificar la eficacia del método y garantizar su generalización, se lleva a cabo la experimentación con diferentes configuraciones de impresión, siendo analizados los resultados a través de ensayos mecánicos y mediante el análisis por microscopía.

2. Metodología

El presente estudio se abordó como un proceso iterativo de búsqueda de resultados óptimos en términos de propiedades mecánicas y de reducción de la anisotropía. Para ello, se fabricaron y se trataron térmicamente (con y sin presión por vacío) probetas fabricadas en dos direcciones de impresión (XY y ZX) acorde con una matriz experimental de Doehlert inicial. A continuación, se evaluaron los cambios dimensionales sufridos por dichas probetas y los cambios en las propiedades mecánicas de las probetas impresas en la orientación ZX y se decidió fijar la presencia de un ambiente presurizado durante el resto de la investigación. El análisis de los resultados llevó a proponer una nueva iteración del dominio experimental, que culminó con el hallazgo de un punto óptimo. La confirmación del punto óptimo se hizo mediante el tratamiento de probetas impresas con las dos orientaciones iniciales; se evaluaron no solo las propiedades mecánicas, sino también la calidad superficial. Finalmente, se compararon los resultados de las distintas orientaciones para verificar la reducción de la anisotropía inducida por el método de postprocesado propuesto.

2.1. Fabricación de las probetas

Para la realización del trabajo de investigación presentado, se utilizaron probetas de sección rectangular estandarizadas para ensayos mecánicos de flexión a tres puntos respetando las relaciones entre medidas propuestas por la norma ASTM D790 [26]. Así pues, las probetas se diseñaron con una altura nominal de 4 mm, una altura de 10 mm y una longitud de 127 mm. Éstas se fabricaron en una impresora industrial Fortus 400mc utilizando Ultem™ 9085 como material modelo.

Los parámetros de impresión que se mantuvieron constantes a lo largo de todo el estudio fueron el ancho de capa (0.254 mm), el diseño del entramado (sólido, dispuesto a $\pm 45^\circ$, y con un único contorno) y las temperaturas de la cámara de impresión (195°C) y de extrusión del material (380°C).

En cuanto a la dirección de impresión, la optimización de los parámetros del proceso térmico se realizó con probetas impresas en posición vertical (orientación ZX) dado que es la dirección más desfavorable a nivel mecánico por contener un mayor número de uniones intercapa. El análisis dimensional y la confirmación de las propiedades mecánicas y superficiales en el punto óptimo se realizó, además, con probetas posicionadas horizontalmente (orientación XY) en la bandeja de impresión.

2.2. Tratamientos térmicos y de presión por vacío

El postprocesado se realizó en una cámara térmica (TH2700, Grip Engineering, Alemania) que permite alcanzar temperaturas de hasta 350°C. Previamente a la introducción dentro de la cámara, y a modo de estudiar el efecto combinado del tratamiento térmico con presión por vacío, algunas probetas se colocaron en una bolsa de vacío de poliamida cerrada con una masilla con elevada resistencia térmica. Como se muestra en la imagen de la figura 1, se acopló una válvula de vacío a la bolsa que, a su vez, fue conectada a un equipo de vacío de 0.1 MPa.



Figura 1. Montaje para la aplicación de presión durante el tratamiento térmico. Fuente: Elaboración propia.

El proceso térmico se realizó en tres etapas: el calentamiento inicial, el mantenimiento a la temperatura objetivo, y el enfriamiento. Al comienzo del proceso, la temperatura objetivo se alcanzó a una velocidad constante de $5^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$. A continuación, las probetas se postprocesaron durante el tiempo establecido según el diseño de experiencias y, finalmente, el retorno a temperatura ambiente se realizó de manera lenta y gradual utilizando el sistema de ventilación de la cámara.

2.3. Comportamiento mecánico a flexión

El comportamiento mecánico de las probetas se evaluó mediante ensayos de flexión a tres puntos, que fueron llevados a cabo en una máquina universal de ensayos (Z030, Zwick Roell, Alemania). La distancia entre soportes y la velocidad de ensayo se fijaron en 64 mm y $1.7\text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$, respectivamente, según las especificaciones del estándar ASTM D790. Se evaluó el módulo elástico a flexión (E_{flex}), el esfuerzo máximo soportado ($\sigma_{m\acute{a}x}$), y la deformación en el punto de carga máxima ($\varepsilon(\sigma_{m\acute{a}x})$). En la figura 2 se muestra una fotografía del ensayo realizado.

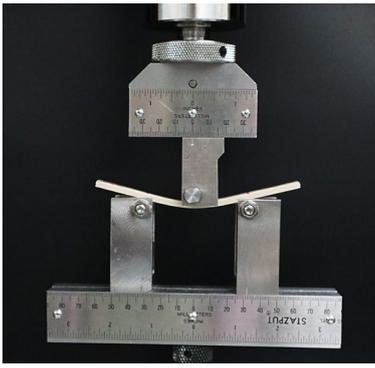


Figura 2. Ensayo a flexión a tres puntos.

2.4. Diseño de experimentos

Para realizar la optimización de un proceso con dos variables o factores, D. H. Doehlert propuso el uso de la siguiente matriz codificada (tabla 1), que permite obtener un total de siete experiencias equiespaciadas en el dominio experimental en forma de hexágono regular con un punto central:

Tabla 1. Matriz de Doehlert codificada para 2 factores.

ID	x_1	x_2
1	-1	0
2	-0.5	0.866
3	0.5	0.866
4	1	0
5	0.5	-0.866
6	-0.5	-0.866
7	0	0

Fuente: elaboración propia a partir de [27].

En el presente caso de estudio, la temperatura del proceso fue escogida como variable x_1 y el tiempo que la probeta se mantuvo a dicha temperatura, como x_2 . Los límites superiores e inferiores del diseño inicial se muestran a continuación en la tabla 2.

Tabla 2. Dominio experimental del primer diseño de Doehlert.

Factor	Límite inferior	Límite superior
x_1 : Temperatura [°C]	175	201
x_2 : Tiempo [h]	0.5	3.4

Fuente: elaboración propia.

Para obtener el listado de experimentos a realizar o matriz experimental, es necesario convertir los valores de las variables codificadas a valores sin codificar mediante la ecuación 1.

$$V_{real} = \frac{L_{sup} + L_{inf}}{2} + \frac{L_{sup} - L_{inf}}{2} \cdot V_{codif} \quad (1)$$

Donde L_{sup} y L_{inf} son los límites superior e inferior del dominio, respectivamente, V_{codif} es el valor codificado, y V_{real} es el valor de la variable descodificada en las mismas unidades que los límites.

Cabe destacar que la presencia de un ambiente presurizado se consideró un factor categórico (no contemplado en las matrices de Doehlert), por lo que se realizaron los experimentos de la matriz por duplicado: bajo presión atmosférica y en ambiente presurizado.

Con el fin de investigar la adecuación del proceso y llevar a cabo la optimización, se seleccionaron tres factores de respuesta relacionados con el comportamiento mecánico a flexión: E_{flex} , $\sigma_{m\acute{a}x}$ y $\varepsilon(\sigma_{m\acute{a}x})$. A su vez, el análisis estadístico de los resultados obtenidos se realizó con el software estadístico Minitab®.

2.5. Análisis dimensional

Las variaciones en las cotas nominales de las probetas se estudiaron en términos de cambio porcentual de ancho, alto y largo, promediando los valores de tres medidas de cada cota antes y después de los tratamientos.

2.6. Microscopía y medición de rugosidad

Los perfiles 3D de las probetas prístinas y tratadas con los parámetros óptimos de postprocesado se obtuvieron con un microscopio digital de alta resolución (DSX1000, Olympus Corporation, Japón).

En estas mismas probetas se evaluaron los parámetros de rugosidad superficial promedio (R_a) y altura máxima promedio entre picos y valles (R_z) mediante un rugosímetro de contacto (Rugosurf 20, TESA Technology, Suiza). Estos parámetros fueron medidos diez veces en la cara superior de cada probeta utilizando la longitud de evaluación y de muestreo equivalente en base a las recomendaciones del estándar ISO 4288:1996.

3. Resultados

3.1. Primera matriz experimental

La representación gráfica de la matriz experimental del diseño inicial de Doehlert (resultante de descodificar los valores de la tabla 1 utilizando los límites de la tabla 2 y la ecuación 1) se muestra en la figura 3. En una primera instancia, se realizaron los experimentos de esta matriz ocho veces: una para cada tipología de probeta y para cada estado de presión, con dos repeticiones por ensayo. Por ser la configuración de impresión con un rendimiento mecánico inferior de partida, se decidió optimizar las propiedades mecánicas a flexión únicamente de la configuración ZX y validar el proceso una vez optimizado con la configuración XY (los resultados se presentan en el apartado 3.3).

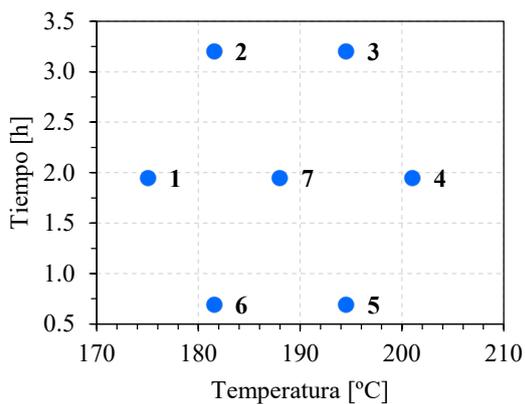


Figura 3. Representación gráfica del primer diseño de Doehlert. Fuente: elaboración propia.

3.1.1. Análisis dimensional

Las figuras 4 y 5 muestran, respectivamente, los resultados de los cambios dimensionales causados por tratar térmicamente las probetas ZX y XY. Dichos efectos se muestran cuantitativamente en forma de cambio porcentual del valor inicial de cota y cualitativamente con un esquema de las probetas donde la dirección de las flechas indica el aumento o disminución de cada cota.

En ellas se puede observar que las variaciones dimensionales sufridas por las probetas XY tratadas a presión atmosférica son, en general, mayores que las sufridas por las probetas ZX tratadas en condiciones análogas. Esto coincide con lo postulado por Zhang et al. [22]: al permitir la relajación térmica de las probetas de PEI Ultem impresas, hay un mayor alivio de esfuerzos residuales en las caras perpendiculares a la dirección de impresión, que se manifiesta con un aumento de la cota. Puesto que el área de la cara perpendicular a la dirección de impresión de las probetas XY es mayor, el tratamiento térmico tiene un efecto más pronunciado, impactando en todas las medidas estudiadas, que se adaptan para compensar dicho aumento de cota.

Por otro lado, en los postprocesos realizados en presencia de un ambiente presurizado se observa no solo que los cambios dimensionales son menores, sino que además se produce una compactación de la probeta puesto que la disminución en la cota de altura no se ve compensada con un aumento del resto de cotas.

3.1.2. Comportamiento mecánico a flexión y optimización

Los resultados promedio obtenidos en los ensayos mecánicos de flexión a tres puntos después de tratar térmicamente las probetas ZX con las condiciones establecidas en el primer diseño de Doehlert se muestran en la tabla 3.

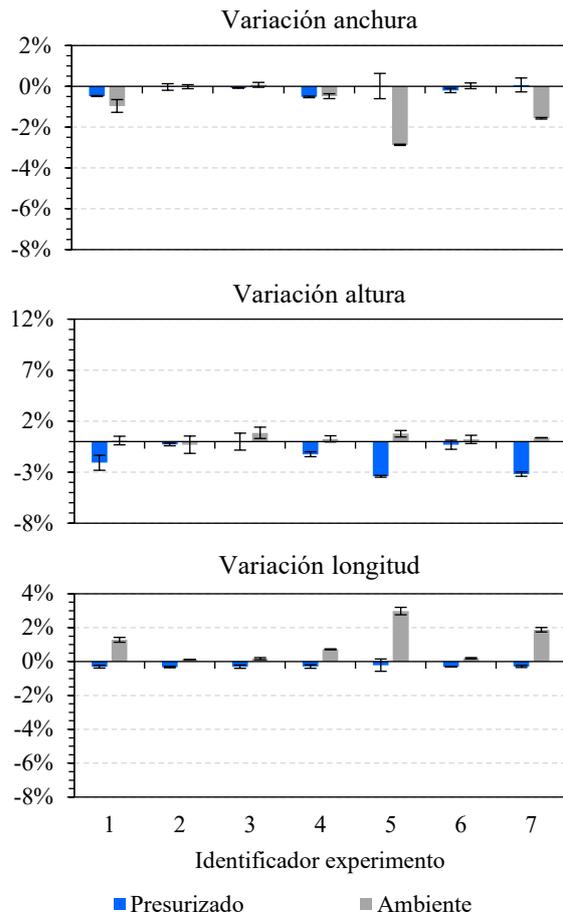


Figura 4. Cambios dimensionales porcentuales sufridos por las probetas ZX después del tratamiento térmico. Fuente: elaboración propia.

En ella se aprecian diferencias notables entre los valores del módulo elástico a flexión de las piezas tratadas en ambiente presurizado (ID de 1 a 7) con los obtenidos al tratar las probetas en condiciones de presión atmosférica (ID de 1* a 7*): las primeras son más rígidas a causa del reblandecimiento parcial y recolocación (gracias al efecto de la presión) del material en los huecos entre filamentos. Además, también se puede apreciar que, especialmente en los experimentos 3, 4 y 5 (los realizados a temperaturas más elevadas), las probetas presentan una mayor resistencia a los esfuerzos a flexión. Es de notar que las probetas que presentan una resistencia mejorada (experimentos 3, 4, 5, 7, 4* y 5*) también son más dúctiles, es decir que el esfuerzo máximo se produce a una mayor deformación, indicando una disminución de los posibles defectos de impresión causantes de roturas tempranas.

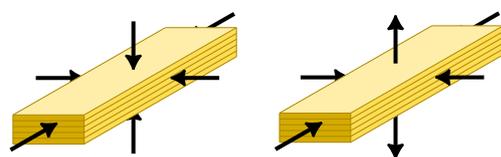
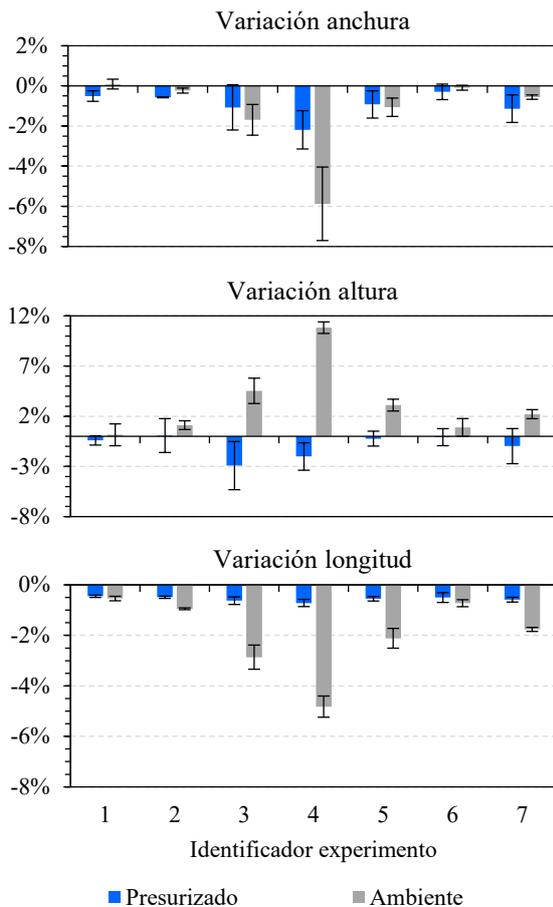


Figura 5. Cambios dimensionales porcentuales sufridos por las probetas XY después del tratamiento térmico. Fuente: elaboración propia.

Tabla 3. Matriz de resultados del primer diseño de Doehlert. El asterisco (*) hace referencia a los ensayos realizados bajo presión atmosférica.

ID	E_{flex} [MPa]	$\sigma_{m\acute{a}x}$ [MPa]	$\epsilon (\sigma_{m\acute{a}x})$ [%]
1	1927 ± 112	63 ± 1	3.3 ± 0.1
2	2153 ± 47	69 ± 4	3.6 ± 0.2
3	2250 ± 35	98 ± 4	4.6 ± 0.4
4	2306 ± 48	108 ± 1	5.6 ± 0.1
5	2310 ± 148	85 ± 4	4.0 ± 0.3
6	1872 ± 124	67 ± 3	3.5 ± 0.1
7	1980 ± 45	78 ± 0	3.9 ± 0.1
1*	1936 ± 2	62 ± 2	3.3 ± 0.1
2*	1924 ± 35	65 ± 1	3.5 ± 0.1
3*	1885 ± 24	68 ± 2	3.8 ± 0.0
4*	1889 ± 136	86 ± 2	5.3 ± 0.4
5*	1908 ± 54	78 ± 4	4.8 ± 0.6
6*	1919 ± 32	64 ± 2	3.5 ± 0.0
7*	1979 ± 36	69 ± 0	3.8 ± 0.0

Fuente: elaboración propia.

El procesado estadístico de los resultados con el software Minitab estableció que las condiciones óptimas del proceso son 201°C, 3.2 horas y en presencia de ambiente presurizado (tabla 4). Como se puede apreciar, los valores propuestos tras la optimización se encuentran en un extremo del dominio experimental, hecho que indica que es necesario realizar un movimiento de éste en la dirección del punto óptimo. También a raíz de los resultados del optimizador y del análisis dimensional, se decidió fijar la presencia de un ambiente presurizado en la nueva iteración.

Tabla 4. Resultado de la optimización del primer diseño de Doehlert.

Temperatura [°C]	Tiempo [h]	Ambiente presurizado	¿Dentro dominio?
201	3.2	Sí	No

Fuente: elaboración propia.

3.2. Segunda matriz experimental

El nuevo dominio experimental propuesto en vista de los resultados de la primera campaña experimental se muestra en la tabla 5. Asimismo, la representación gráfica de los puntos experimentales del nuevo diseño se puede observar en la figura 6. Nótese que se ha hecho uso de la secuencialidad de los diseños de Doehlert para aprovechar los resultados del punto experimental 3 en esta nueva matriz de experiencias.

Tabla 5. Dominio experimental del segundo diseño de Doehlert.

Factor	Límite inferior	Límite superior
Temperatura [°C]	191	205
Tiempo [h]	3.0	6.0

Fuente: elaboración propia.

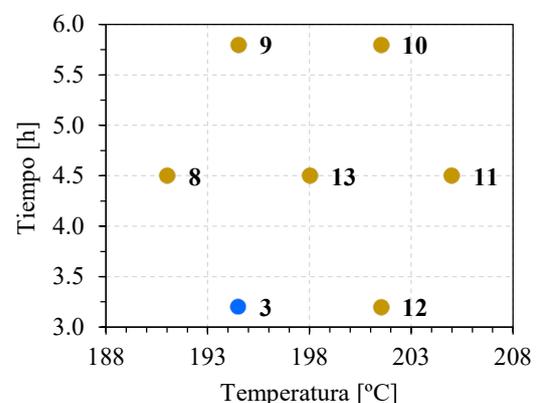


Figura 6. Representación gráfica del segundo diseño de Doehlert. Fuente: elaboración propia.

3.2.1. Comportamiento mecánico a flexión

La tabla 6 muestra los valores promedio de los resultados de los ensayos de flexión a tres puntos después de realizar los experimentos del segundo diseño de experiencias propuesto. En ella se puede observar un claro aumento en todas las propiedades mecánicas evaluadas con respecto a los resultados de la primera matriz experimental. No obstante, al contrario del caso anterior, se aprecian menores diferencias entre los valores obtenidos, lo que indica una estabilización en las mejoras producidas por el postproceso. Es especialmente relevante el incremento en la deformación a la que se produce el esfuerzo máximo ($\epsilon (\sigma_{m\acute{a}x})$), que de nuevo es consecuencia de una mayor cohesión entre las capas que conforman la pieza impresa (y que en esta orientación de impresión son paralelas al esfuerzo aplicado).

Tabla 6. Matriz de resultados del segundo diseño de Doehlert.

ID	E_{flex} [MPa]	$\sigma_{m\acute{a}x}$ [MPa]	$\epsilon (\sigma_{m\acute{a}x})$ [%]
3	2250 ± 35	98 ± 4	4.6 ± 0.4
8	2278 ± 20	93 ± 7	4.3 ± 0.4
9	2300 ± 25	108 ± 0	5.6 ± 0.0
10	2267 ± 69	117 ± 1	7.4 ± 0.0
11	2240 ± 120	118 ± 1	7.7 ± 0.3
12	2444 ± 95	116 ± 3	7.0 ± 0.6
13	2361 ± 18	114 ± 2	6.7 ± 0.2

Fuente: elaboración propia.

3.2.2. Discusión de la optimización

El procesado estadístico de los resultados del segundo diseño de Doehlert con el software Minitab estableció que un postratamiento térmico con presión por vacío llevado a cabo a 201°C durante 4.4 horas debía ser capaz de proporcionar unas propiedades mecánicas óptimas (tabla 7). Al encontrarse estos valores comprendidos dentro del dominio experimental, se consideró que se había alcanzado un máximo de mejora y se procedió a calcular los intervalos de predicción de las propiedades mecánicas de dicho punto y a realizar las experiencias confirmatorias correspondientes.

Tabla 7. Resultado de la optimización del segundo diseño de Doehlert.

Temperatura [°C]	Tiempo [h]	¿Dentro dominio?
201	4.4	Sí

Fuente: elaboración propia.

Los valores de E_{flex} , $\sigma_{m\acute{a}x}$ y $\epsilon (\sigma_{m\acute{a}x})$ obtenidos con un intervalo de predicción del 95% fueron 2359 ± 204 MPa, 117 ± 9 MPa, y 7.2 ± 1 %, respectivamente. Observando dichos intervalos, uno se da cuenta que, excepto los puntos experimentales 3, 8 y 9, todos los

demás puntos de la segunda iteración del diseño de Doehlert (tabla 6) han dado como resultado unas propiedades mecánicas que podrían considerarse óptimas. De este modo, se puede afirmar que se ha alcanzado, más que un único punto óptimo, una zona óptima comprendida en tratamientos térmicos y con presión por vacío que va desde los 198°C durante 3.2 horas a los 204°C durante 5.8 horas.

3.3. Experiencias confirmatorias y análisis del punto óptimo

El tratamiento de probetas ZX utilizado las condiciones óptimas de proceso (tabla 7) dio como resultado un módulo elástico a flexión de 2310 MPa, un esfuerzo máximo a flexión de 112 MPa y una elongación en el esfuerzo máximo de 6.3%. Dichos valores se encuentran dentro del intervalo de predicción, lo que confirma la adecuación del método estadístico utilizado para la optimización del proceso.

Junto con los resultados de las propiedades mecánicas de las probetas ZX tratadas, en la tabla 8 se presentan también los valores de dichas propiedades para las probetas XY tratadas, así como los valores de referencia de las probetas prístinas ZX y XY, además de los resultados de rugosidad superficial.

Aunque todas las propiedades mecánicas estudiadas han sufrido mejoras significativas independientemente de la orientación de impresión, las mejoras experimentadas por las probetas XY son, como era de esperar, menos pronunciadas que las experimentadas por las probetas ZX. Esto se explica por el hecho que en el primer caso inicialmente se partía de condiciones mecánicas más favorables por la orientación de las capas de impresión con respecto a la aplicación del esfuerzo a flexión (no paralelos entre ellos). Las mejoras más notables se han dado en términos de esfuerzo máximo a flexión (incremento del 75% en probetas ZX) y en términos de deformación en el punto de tensión máxima (incremento del 83% en probetas ZX). La figura 7(a) muestra claras diferencias entre las curvas de tensión-deformación de probetas no tratadas (línea continua) y las curvas de las probetas tratadas (línea discontinua).

Si se comparan las diferencias iniciales de las probetas impresas en orientación ZX con las impresas en XY, se observa una clara anisotropía, pues la diferencia del esfuerzo máximo soportado a flexión y la deformación en este punto es del 33% y el 120%, respectivamente. Una vez tratadas, estas diferencias se han reducido hasta valores del 1% y 23%, respectivamente, lo que indica la validez del tratamiento propuesto como método con el potencial de permitir la obtención de piezas con propiedades mecánicas más regulares.

Por lo referente a los cambios morfológicos sufridos por las probetas tratadas, en el perfil tridimensional mostrado en la figura 7(c)(probeta tratada) se puede apreciar una superficie mucho más plana que en la figura 7(b)(probeta prístina). Este fenómeno es debido

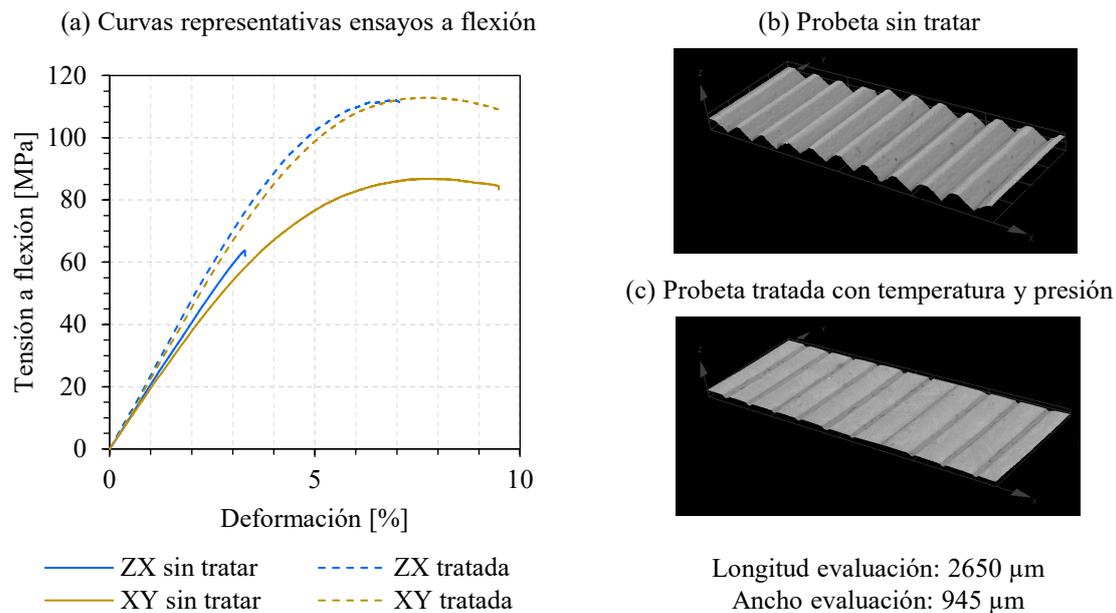


Figura 7. Comparación de los resultados del punto óptimo respecto al caso pristino en términos de calidad superficial (perfiles 3D) y comportamiento mecánico a flexión (curvas tensión-deformación). Fuente: elaboración propia.

Tabla 8. Resultados de propiedades mecánicas a flexión y rugosidad superficial de probetas sin tratar y de probetas tratadas con las condiciones óptimas de proceso.

Probeta	E_{flex} [MPa]	$\sigma_{m\acute{a}x}$ [MPa]	ε ($\sigma_{m\acute{a}x}$) [%]	R_a [μm]	R_z [μm]
ZX sin tratar	1909 \pm 70	64 \pm 5	3.5 \pm 0.3	17.27 \pm 0.26	71.06 \pm 1.53
ZX tratada	2310 \pm 49	112 \pm 2	6.3 \pm 0.5	1.18 \pm 0.25	6.30 \pm 1.24
Cambio ZX	+21%	+75%	+83%	-93%	-91%
XY sin tratar	1923 \pm 90	85 \pm 3	7.6 \pm 0.3	16.07 \pm 1.39	75.37 \pm 4.77
XY tratada	2104 \pm 21	113 \pm 0	7.8 \pm 0.0	6.77 \pm 0.99	45.20 \pm 5.09
Cambio XY	+9%	+34%	+3%	-59%	-40%
Anisotropía inicial (ZX/XY)	1%	33%	120%		
Anisotropía final (ZX/XY)	9%	1%	23%		

Fuente: elaboración propia.

al efecto combinado de la temperatura, que reblandece el material, y la presión por vacío, que recoloca el material reblandecido de los picos a los valles (unión entre filamentos). En promedio, las probetas ZX han disminuido su R_a y su R_z en un 90%, mientras que las probetas XY lo han hecho en un 50%. Ambas mejoras se consideran relevantes.

Finalmente, cabe destacar los cambios dimensionales sufridos por las probetas tratadas con las condiciones óptimas de proceso no han sido mayores a una disminución de un 4% en altura, siendo despreciables los cambios sufridos en las otras dos dimensiones estudiadas.

4. Conclusiones

El presente estudio demuestra la viabilidad de postprocesar piezas de Ultem™ 9085 fabricadas mediante a tecnología FFF para incrementar sus propiedades mecánicas y la calidad de las uniones intercapa e intracapa. De la realización del tratamiento propuesto, basado en la aplicación combinada de temperatura ligeramente por encima de la T_g del material combinado con la aplicación de presión isostática por vacío seguida de un enfriamiento lento, se extraen las siguientes conclusiones:

- Independientemente de la orientación de impresión, la cota dimensional asociada a las caras perpendiculares a la dirección de fabricación tiende a aumentar cuando los tratamientos térmicos se realizan bajo presión

atmosférica. Este aumento, provocado por la relajación térmica, se ve compensado por una disminución en las otras cotas estudiadas. Cuando el tratamiento se realiza bajo presión isostática, se minimizan estos cambios de cota y las probetas se compactan en altura, es decir, densifican.

- La metodología de superficie de respuesta en forma de diseños de Doehlert ha resultado adecuada para evaluar el cambio en las propiedades mecánicas de las probetas tratadas térmicamente y encontrar, después de una iteración, una zona óptima donde todas las propiedades estudiadas (E_{flex} , $\sigma_{m\acute{a}x}$ y ϵ ($\sigma_{m\acute{a}x}$)) se ven incrementadas.
- Los resultados de las experiencias confirmatorias en el punto óptimo (201°C durante 4.4 horas en ambiente presurizado) se encuentran dentro del intervalo de predicción del método estadístico.
- El tratamiento propuesto ha resultado en una unión intacapa e intercapa reforzada, como denotan los incrementos en propiedades mecánicas a flexión, los perfiles de superficie y las medidas de rugosidad superficial.
- Después de tratar probetas fabricadas en dos direcciones de impresión distintas (ZX y XY) con los parámetros óptimos del proceso, se ha constatado una reducción muy significativa de la anisotropía mecánica, que es uno de los principales retos para la consolidación industrial definitiva de las tecnologías de fabricación aditiva por filamento fundido.

Como punto final, y a pesar del potencial interés científico e industrial de los resultados obtenidos, cabe mencionar la existencia de puntos en los que se requiere seguir trabajando. Por ejemplo, se podrían considerar tiempos de postprocesado aún mayores en probetas ZX con el fin de lograr una mayor reducción de la anisotropía en términos de elongación a la carga máxima, además de investigar la viabilidad y el efecto del postprocesado propuesto en geometrías de una complejidad mayor.

5. Referencias

- [1] S. Cailleaux, N. M. Sanchez-Ballester, Y. A. Gueche, B. Bataille, I. Soulairol. "Fused Deposition Modeling (FDM), the new asset for the production of tailored medicines". *J. Control. Release* 330 (2021) 821–841. doi:10.1016/J.JCONREL.2020.10.056.
- [2] C. Bellehumeur, L. Li, Q. Sun, P. Gu. "Modeling of Bond Formation Between Polymer Filaments in the Fused Deposition Modeling Process". *J. Manuf. Process.* 6 (2004) 170–178. doi:10.1016/S1526-6125(04)70071-7.
- [3] R. Lou, H. Li, J. Zhong, C. Zhang, D. Fang. "A transient updated Lagrangian finite element formulation for bond formation in fused deposition modeling process". *J. Mech. Phys. Solids* 152 (2021) 104450. doi:10.1016/J.JMPS.2021.104450.
- [4] P. Wang, B. Zou, S. Ding. "Modeling of surface roughness based on heat transfer considering diffusion among deposition filaments for FDM 3D printing heat-resistant resin". *Appl. Therm. Eng.* 161 (2019) 114064. doi:10.1016/J.APPLTHERMALENG.2019.114064.
- [5] N. G. Morales, T. J. Fleck, J. F. Rhoads. "The effect of interlayer cooling on the mechanical properties of components printed via fused deposition". *Addit. Manuf.* 24 (2018) 243–248. doi:10.1016/J.ADDMA.2018.09.001.
- [6] T. E. Shelton, Z. A. Willburn, C. R. Hartsfield, G. R. Cobb, J. T. Cerri, R. A. Kemnitz. "Effects of thermal process parameters on mechanical interlayer strength for additively manufactured Ultem 9085". *Polym. Test.* 81 (2020) 106255. doi:10.1016/J.POLYMERTESTING.2019.106255.
- [7] K. I. Byberg, A. W. Gebisa, H. G. Lemu, "Mechanical properties of ULTEM 9085 material processed by fused deposition modeling". *Polym. Test.* 72 (2018) 335–347. doi:10.1016/J.POLYMERTESTING.2018.10.040.
- [8] A. Fores-Garriga, M. A. Pérez, G. Gómez-Gras, G. Reyes-Pozo, "Role of infill parameters on the mechanical performance and weight reduction of PEI Ultem processed by FFF". *Mater. Des.* 193 (2020) 108810. doi:10.1016/J.MATDES.2020.108810.
- [9] J. S. Chohan, R. Singh. "Pre and post processing techniques to improve surface characteristics of FDM parts: A state of art review and future applications". 2017. doi:10.1108/RPJ-05-2015-0059.
- [10] A. Chueca de Bruijn, G. Gómez-Gras, M. A. Pérez. "A Comparative Analysis of Chemical, Thermal, and Mechanical Post-Process of Fused Filament Fabricated Polyetherimide Parts for Surface Quality Enhancement". *Mater.* 2021, Vol. 14, Page 5880 14 (2021) 5880. doi:10.3390/MA14195880.
- [11] P. Sreejith, K. Kannan, K. R. Rajagopal. "A thermodynamic framework for additive manufacturing, using amorphous polymers, capable of predicting residual stress, warpage and shrinkage". *Int. J. Eng. Sci.* 159 (2021) 103412. doi:10.1016/J.IJENGSCI.2020.103412.
- [12] K. Flugel, R. Hennig, M. Thommes. "Impact of structural relaxation on mechanical properties of

- amorphous polymers”. *Eur. J. Pharm. Biopharm.* 154 (2020) 214–221. doi:10.1016/J.EJPB.2020.07.016.
- [13] R. A. Wach, P. Wolszczak, A. Adamus-Wlodarczyk. “Enhancement of Mechanical Properties of FDM-PLA Parts via Thermal Annealing”. *Macromol. Mater. Eng.* 303 (2018) 1800169. doi:10.1002/MAME.201800169.
- [14] K. R. Hart, R. M. Dunn, J. M. Sietins, C. M. Hofmeister Mock, M. E. Mackay, E. D. Wetzel. “Increased fracture toughness of additively manufactured amorphous thermoplastics via thermal annealing”. *Polymer (Guildf)*. 144 (2018) 192–204. doi:10.1016/J.POLYMER.2018.04.024.
- [15] ULTEM 9085 Production-Grade Thermoplastic for Fortus 3D Printers, Technical Report, Stratasys Inc., 2019. URL: <https://www.stratasys.com/materials/search/ultem9085>.
- [16] A. Kafi, H. Wu, J. Langston, O. Atak, H. Kim, S. Kim, W. P. Fahy, R. Reber, J. Misasi, S. Bateman, J. H. Koo. “Evaluation of additively manufactured ultraperformance polymers to use as thermal protection systems for spacecraft”. *J. Appl. Polym. Sci.* 137 (2020) 49117. doi:10.1002/APP.49117.
- [17] J. C. Najmon, S. Raicisi, A. Tovar. “Review of additive manufacturing technologies and applications in the aerospace industry”. *Addit. Manuf. Aerosp. Ind.* (2019) 7–31. doi:10.1016/B978-0-12-814062-8.00002-9.
- [18] A. Chueca de Bruijn, G. Gómez-Gras, M. A. Pérez. “On the effect upon the surface finish and mechanical performance of ball burnishing process on fused filament fabricated parts”. *Addit. Manuf.* 46 (2021) 102133. doi:10.1016/J.ADDMA.2021.102133.
- [19] W. Seneviratne, J. Tomblin, B. Saathoff. “Electroplating polymer based additive manufactured parts for enhanced structural performance”. 36th Tech. Conf. Am. Soc. Compos. 2021 Compos. Ingen. Tak. Challenges Environ. ASC 2021, DEStech Publications, 2021, pp. 1859 – 1871. doi:10.12783/asc36/35881.
- [20] T. D. McLouth, S. M. Gustafson, H. I. Kim, R. J. Zaldivar. “Enhancement of FDM ULTEM® 9085 bond strength via atmospheric plasma treatment, *J. Manuf. Process.* 66 (2021) 179–188. doi:10.1016/J.JMAPRO.2021.04.021.
- [21] E. Padovano, M. Galfione, P. Concialdi, G. Lucco, C. Badini. “Mechanical and Thermal Behavior of Ultem® 9085 Fabricated by Fused-Deposition Modeling”. *Appl. Sci.* 2020, Vol. 10, Page 3170 10 (2020) 3170. doi:10.3390/APP10093170.
- [22] Zhang, Y., Moon, S.K. “The Effect of Annealing on Additive Manufactured ULTEM™ 9085 Mechanical Properties”. *Materials* 14 (2021) 2907. doi:10.3390/ma14112907.
- [23] R. H. Myers, D. C. Montgomery, C. M. Anderson-Cook. “Response Surface Methodology: Process and Product Optimization Using Designed Experiments”. John Wiley & Sons, 2016, 2016.
- [24] D. H. Doehlert, Uniform Shell Designs, *Appl. Stat.* 19 (1970) 231. doi:10.2307/2346327.
- [25] J. M. Bosque-Sendra, M. Nechar, L. C. Rodríguez, M. F. M. Molina. “Optimization of analytical methods by using Doehlert’s designs”. *Anal. Proc. Incl. Anal. Commun.* 32 (1995) 375–377. doi:10.1039/AI9953200375.
- [26] ASTM D790-17, Standard test methods for flexural properties of unreinforced and reinforced plastics and electrical insulating materials, 2017, ASTM Int. West Conshohocken, PA, ISSN 00201685, URL: www.astm.org/Standards/D790.
- [27] U. M. F. M. Cerqueira, M. A. Bezerra, S. L. C. Ferreira, R. J. Araújo, B. N. da Silva, C. G. Novaes. “Doehlert design in the optimization of procedures aiming food analysis – A review”, *Food Chem. Food Chemistry* 364 (2021) 130429. doi:10.1016/j.foodchem.2021.130429.