

УДК 621.002.3:669.018.9

doi: 10.17586/2226-1494-2020-20-1-52-57

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ РЕЖИМОВ 3D-ПЕЧАТИ КЕРАМИКОЙ И СИНТЕРИЗАЦИИ НА ПРОЦЕСС УСАДКИ ТОНКОСТЕННЫХ ДЕТАЛЕЙ

П. Питерсков^a, Д. Ережеп^{a,b}, А.А. Грибовский^a

^a Университет ИТМО, Санкт-Петербург, 197101, Российская Федерация

^b Казахский Национальный Университет имени аль-Фараби, Алматы, 050040, Республика Казахстан

Адрес для переписки: piterskov@mail.ru

Информация о статье

Поступила в редакцию 02.12.19, принята к печати 25.12.19

Язык статьи — русский

Ссылка для цитирования: Питерсков П., Ережеп Д., Грибовский А.А. Исследование влияния режимов 3D-печати керамикой и синтеризации на процесс усадки тонкостенных деталей // Научно-технический вестник информационных технологий, механики и оптики. 2020. Т. 1. № 1. С. 52–57. doi: 10.17586/2226-1494-2020-20-1-52-57

Аннотация

Предмет исследования. Изучено влияние режимов 3D-печати и термической обработки тонкостенных деталей, изготовленных из керамической пасты. Исследование выполнено на примере печати пластин с габаритами $20 \times 5 \times 40$ мм. Определена связь режимов 3D-печати, термической обработки с процентом усадки и качеством поверхности получаемых керамических деталей. **Метод.** Керамические детали создавались с применением 3D-печати по методу лазерной стереолитографии. При термообработке детали были разделены на три группы. Каждая группа деталей располагалась в печи в одном из трех положений: в металлическом коробе под слоем кварца, под слоем циркониевых шариков, на поверхности циркониевых шариков. **Основные результаты.** Проведено сравнение качества поверхности и процента усадки образцов, толщиной напечатанного слоя 25, 50 и 100 мкм и термически обработанных в указанных условиях. Установлено, что при уменьшении толщины слоя и размера частиц пасты от 1–5 мкм до 0,01–1 мкм, а также при увеличении продолжительности термообработки улучшается качество поверхности образцов, и приблизительно в два раза уменьшается процент усадки. **Практическая значимость.** Применение новых режимов и усовершенствованных условий термообработки дает возможность существенно уменьшить количество дефектов (трещин) и значительно уменьшить усадку образцов. Предлагаемый технологический процесс лазерной стереолитографии позволяет создавать тонкостенные керамические изделия более высокого качества с высокой точностью геометрических размеров. Полученные результаты позволяют применять предложенную методику и режимы для создания керамических деталей в таких областях промышленности как авиастроение, радиоэлектроника, медицина и другие отрасли.

Ключевые слова

аддитивные технологии, 3D-печать керамикой, стереолитография, керамическая паста, керамическая суспензия, удаление связующего, синтеризация, спекание, усадка

doi: 10.17586/2226-1494-2020-20-1-52-57

EFFECT OF 3D PRINTING MODES BY CERAMICS AND SINTERING ON SHRINKAGE PROCESS OF THIN-WALLED PARTS

P. Piterskov^a, D. Yerezhep^{a,b}, A.A. Gribovskiy^a

^a ITMO University, Saint Petersburg, 197101, Russian Federation

^b Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, 050040, Republic of Kazakhstan

Corresponding author: piterskov@mail.ru

Article info

Received 02.12.19, accepted 25.12.19

Article in Russian

For citation: Piterskov P., Yerezhep D., Gribovskiy A.A. Effect of 3D printing modes by ceramics and sintering on shrinkage process of thin-walled parts. *Scientific and Technical Journal of Information Technologies, Mechanics and Optics*, 2020, vol. 20, no. 1, pp. 52–57 (in Russian). doi: 10.17586/2226-1494-2020-20-1-52-57

Abstract

Subject of Research. The paper presents the study of 3D printing modes and heat treatment effect of ceramic thin-walled plates with dimensions of $20 \times 5 \times 40$ mm. The relationship is determined between 3D printing, heat treatment and the percentage of shrinkage and surface quality of the obtained ceramic parts. **Method.** Ceramic parts were created using 3D printing by laser stereolithography. Heat treatment of parts was carried out by dividing the samples into three

groups. Each group was located in the furnace in one of the three positions: in a metal box under quartz layer, under a layer of zirconium balls and on the surface of zirconium balls. **Main Results.** We have compared the surface quality and the shrinkage percentage of the samples, the thickness of the printed layer of 25, 50 and 100 μm and heat-treated under the indicated conditions. An improvement in the surface quality of the samples was found with the decrease in the layer thickness and particle size of the ceramic powder (from the range of 1-5 μm to the range of 0.01-1 μm). The shrinkage percentage of the product decreases by about 2 times with increase in the duration of heat treatment and the percentage of powder in the ceramic suspension. **Practical Relevance.** The use of new 3D printing modes and improved heat treatment conditions gives the possibility to obtain samples with better surface quality and lower percentage of shrinkage. The proposed technological process of laser stereolithography provides the creation of thin-walled ceramic products of higher quality with high accuracy of geometric dimensions. The results obtained make it possible to use the applied modes and methods for creating ceramic objects in such industries as aircraft manufacturing, radio electronics, medicine and other industries.

Keywords

additive technologies, 3D ceramic printing, stereolithography, ceramic paste, ceramic suspension, debinding, sintering, shrinkage

Введение

3D-печать керамикой — относительно новое направление в области аддитивных технологий, которое развивается стремительными темпами наряду с технологиями 3D-печати полимерами и металлами. Считается, что технология лазерной стереолитографии (SLA) является наиболее известной и популярной технологией 3D-печати керамикой и широко используется во всем мире. Использование стереолитографии обусловлено в первую очередь преимуществами метода по сравнению с технологией FDM (моделирование методом послойного наплавления) — более высокая точность печати (10–50 мкм), разрешающая способность и качество получаемой поверхности (шероховатость) [1–5].

Процесс формирования керамических изделий с помощью 3D-печати получил широкое развитие и достиг высоких показателей по точности и шероховатости изделия. Так как технологический процесс 3D-печати керамикой подразумевает использование керамической пасты на основе керамического порошка и фоточувствительного полимера (химический состав, процентное соотношение и используемые химические реагенты у каждого производителя могут отличаться), то для создания конечной продукции требуется термическая обработка изделия, полученная с помощью аддитивных технологий [6–9].

На данный момент существует множество зарубежных публикаций, в которых приводятся результа-

ты исследования влияния параметров печати на качество поверхности изделий [10–12], однако большая их часть касается 3D-печати фотополимерами, при которой полученное изделие не требует последующей термообработки. Печать по методу лазерной стереолитографии на сегодняшний момент менее изучена. В данной работе показаны результаты исследования влияния режимов 3D-печати и термической обработки на величину усадки и качество поверхности тонкостенных деталей, изготавливаемых из керамической пасты методом SLA.

Методика эксперимента

Для проведения исследования использовался отечественный 3D-принтер для печати керамикой по методу SLA модели AM200 («AF200 Universal», производитель ООО «Аддитивное производство»). В качестве образцов использовались керамические пластины.

3D-модели пластин были подготовлены в программе Triangulatica (программа находится в открытом доступе), в разделе «Редактирование параметров печати» были выбраны режимы печати, в частности: толщина слоя, стратегия закраски, шаг закраски и другие. Для большей корректности эксперимента было напечатано 9 образцов пластин (по три каждого типа) с разными характеристиками. Основные параметры образцов и режимов печати представлены в табл. 1.

Таблица 1. Параметры печати и характеристики пластин

Параметры печати	Пластины № 1	Пластины № 2	Пластины № 3
Габариты, мм	20 × 5 × 40		
Материал	керамическая паста (фарфор в виде порошка с размером частиц до 5 мкм в комбинации с полимерным связующим) с содержанием твердой фракции 44 %		
Рафт	сплошной, высота 1 мм		
Скорость сканирования, мм/с	11000		
Толщина слоя, мкм	100	50	25
Стратегия закраски	Простая двунаправленная		
Шаг закраски, мкм	150		
Расстояние между стенкой и закраской, мкм	80		
Время печати, мин	18	54	110

Результаты и их обсуждение

Полученные образцы (рис. 1, а) после печати, отделения от поверхности подложки и промывки водой были помещены в печь. Термообработка в печи имеет два этапа: удаление связующего (выжигание) и окончательный обжиг образцов. Оба этапа термообработки производились в одной и той же печи, но при разных температурных режимах.

Для исследования влияния среды, в которой производилась термообработка [13–15], три группы пластин (по три пластины в каждой группе) были распределены в рабочей зоне печи (рис. 1, б).

Режимы термической обработки на этапах удаления связующего и синтеризации (спекания, обжига) изделий представлены в табл. 2. Время достижения – это время, за которое печь нагрелась до заданной температуры, продолжительность – промежуток времени, в течение которого заданная температура выдерживалась. Изменение температуры производилось по линейному закону.

В результате термообработки были получены три группы пластин с большим количеством трещин, разрывами и поводками. Структура изделий была изучена под микроскопом модели «LEVENHUK DTX 90» (максимальное увеличение 100 крат). Внешний вид образцов под микроскопом представлен на рис. 2. Образцы были рассмотрены при 60-кратном увеличении. На данном этапе исследования более крупное увеличение не требуется, так как образцы после спекания имеют множество видимых трещин.

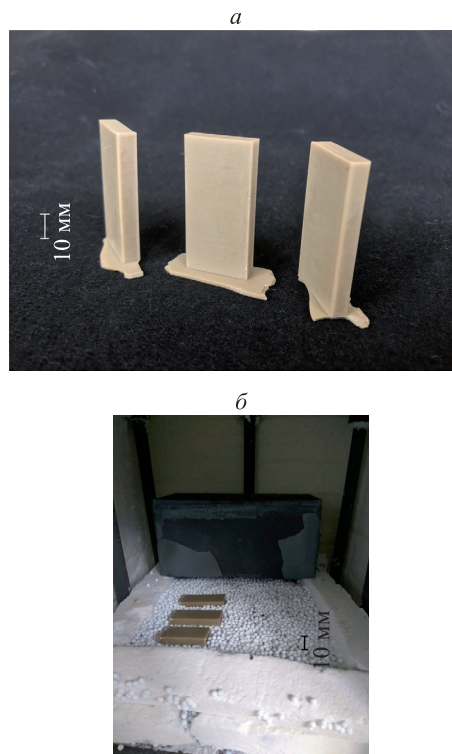


Рис. 1. Изображение образцов: образцы, полученные с помощью 3D-печати по методу SLA (стереолитографии) (а); расположение образцов в печи (б)

Исходя из внешнего вида образцов под микроскопом, был сделан вывод, что расположение образцов в

Толщина слоя, мкм	Условия термообработки		
	В металлическом коробе под слоем кварца	Под слоем циркониевых шариков	На поверхности циркониевых шариков
100			
50			
25			

Рис. 2. Внешний вид образцов под микроскопом

Таблица 2. Первоначальные режимы термообработки

Температурные режимы на этапе удаления связующего		
Температура, °С	Время достижения, мин	Продолжительность, мин
150	60	60
320	240	360
Температурные режимы на этапе синтеризации (спекания)		
150	60	0
320	150	0
450	60	60
600	60	0
780	60	0
900	60	60
1050	60	0

дополнительной среде (под слоем кварца или под циркониевыми шариками) увеличивает количество трещин и геометрических отклонений по осям. Следовательно, расположение керамических объектов на этапе термообработки в свободном положении в печи позволяет осуществлять нагрев наиболее равномерно и испаряться полимеру стабильнее.

Таким образом, видно, что для улучшения качества деталей и снижения количества дефектов необходимо уменьшить размер фракции керамического порошка с используемого (около 5 мкм) до диапазона 0,01–1 мкм. Требуется увеличивать продолжительность процесса удаления связующего и синтеризации для уменьшения вероятности возникновения поволоков и трещин.

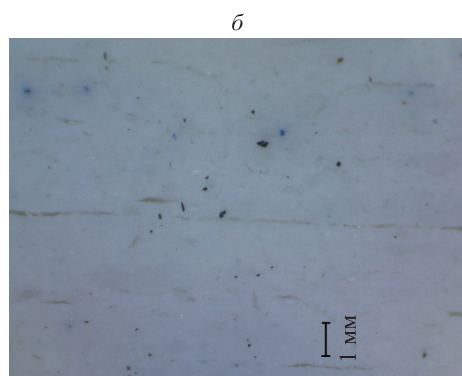
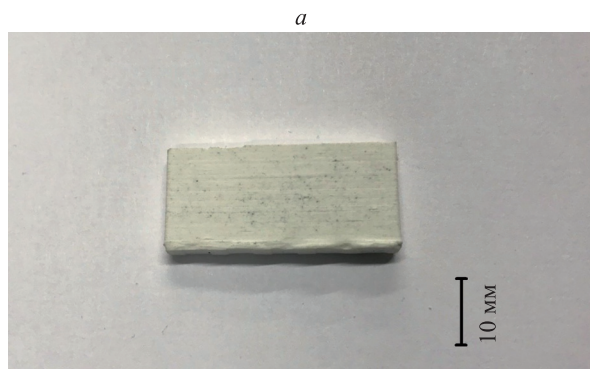


Рис. 3. Изображение образца: внешний вид пластины (а); вид пластины под микроскопом (б)

Необходима корректировка стратегии закраски с целью увеличения плотности изделия после печати. В предлагаемой стратегии внутренняя закраска (проход луча лазера по внутренней площади слоя) начинается под углом 45° и меняет свое направление с каждым слоем на 90°. Таким образом можно добиться «сетчатой структуры» закраски и достичь дополнительной полимеризации каждого предыдущего слоя при засветке текущего.

Вышеупомянутые выводы были применены для печати новой пластины. Для подготовки керамической суспензии использовался порошок меньшего размера (размер частиц в диапазоне 1–0,01 мкм), также была скорректирована стратегия закраски. Напечатанная пластина прошла процесс удаления связующего и синтеризации в печи. Для увеличения скорости термообработки данные процессы были выполнены последовательно и не разделялись, полное время составило 28 ч. Скорректированные режимы термообработки представлены в табл. 3.

Таким образом, на выходе удалось получить образец со значительно меньшими отклонениями по геометрии, меньшей усадкой и лучшим качеством поверхности. На рис. 3, а представлен внешний вид пластины, на рис. 3, б – вид пластины под микроскопом при 60-кратном увеличении.

Таблица 3. Скорректированные режимы термообработки

Температура, °С	Время достижения, мин	Продолжительность, мин
150	60	0
320	150	330
450	60	60
600	120	60
780	150	60
900	90	60
1250	360	120

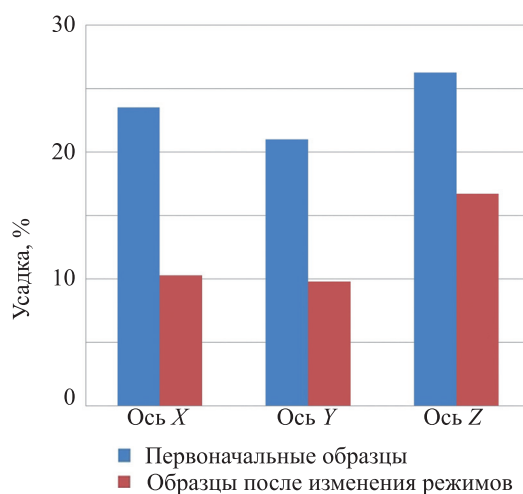


Рис. 4. Сравнение величины усадки образцов по трем координатам (X, Y, Z)

Также были проведены замеры величины усадки образца по трем осям (X , Y , Z). Благодаря изменению режимов печати и термообработки удалось снизить процент усадки практически в два раза (рис. 4).

Заключение

На основе проведенных экспериментов были получены следующие результаты.

Увеличение общей продолжительности термической обработки и длительности определенных температурных промежутков дает возможность осуществлять нагрев наиболее равномерно, а также позволяет испаряться полимеру стабильнее, что приводит к получению лучшего качества поверхности с наименьшим количеством трещин и поводов. Важным фактором является расположение объектов при термообработке — в рамках эксперимента наиболее оптимальным оказалось расположение образцов на поверхности циркониевых шариков.

Получена зависимость процента усадки от размера фракции порошка. Уменьшение размера фракции керамического порошка позволяет уменьшить процент усадки изделия и сделать данный процесс более равномерным. Однако следует учитывать, что данные параметры также влияют на вязкость пасты, что в свою очередь может привести к невозможности полимеризации. Поиск оптимального состава керамической пасты требует более детального исследования.

Изменение стратегии закраски при 3D-печати позволило увеличить плотность конечного изделия, и, как следствие, уменьшить процент усадки.

Проведенные эксперименты имеют положительный результат и позволяют сформулировать задачи для дальнейших исследований, в частности для проведения серии экспериментов по 3D-печати образцов на основе керамической пасты с процентным содержанием порошка 50 % и выше, а также испытания данных образцов на прочность.

Литература

- Chen Z., Li Z., Li J., Liu C., Lao C., Fu Y., Liu C., Li Y., Wang P., He Y. 3D printing of ceramics: A review // *Journal of the European Ceramic Society*. 2019. V. 39. N 4. P. 661–687. doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2018.11.013
- Griffith M.L., Halloran J.W. Freeform fabrication of ceramics via stereolithography // *Journal of the American Ceramic Society*. 1996. V. 79. N 10. P. 2601–2608. doi: 10.1111/j.1151-2916.1996.tb09022.x
- Badev A., Abouliatim Y., Chartier T., Lecamp L., Lebaudy P., Chaput C., Delage C. Photopolymerization kinetics of a polyether acrylate in the presence of ceramic fillers used in stereolithography // *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*. 2011. V. 222. N 1. P. 117–122. doi: 10.1016/j.jphotochem.2011.05.010
- Xing H., Zou B., Li S., Fu X. Study on surface quality, precision and mechanical properties of 3D printed ZrO₂ ceramic components by laser scanning stereolithography // *Ceramics International*. 2017. V. 43. N 18. P. 16340–16347. doi: 10.1016/j.ceramint.2017.09.007
- Hwa L.C., Rajoo S., Noor A.M., Ahmad N., Uday M.B. Recent advances in 3D printing of porous ceramics: A review // *Current Opinion in Solid State and Materials Science*. 2017. V. 21. N 6. P. 323–347. doi: 10.1016/j.cossms.2017.08.002
- Chen Z., Li D., Zhou W., Wang L. Curing characteristics of ceramic stereolithography for an aqueous-based silica suspension // *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*. 2010. V. 224. N 4. P. 641–651. doi: 10.1243/09544054JEM1751
- Gibson I., Shi D. Material properties and fabrication parameters in selective laser sintering process // *Rapid prototyping journal*. 1997. V. 3. N 4. P. 129–136. doi: 10.1108/13552549710191836
- Lombardo S.J. Minimum time heating cycles for diffusion-controlled binder removal from ceramic green bodies // *Journal of the American Ceramic Society*. 2015. V. 98. N 1. P. 57–65. doi: 10.1111/jace.13284
- Nigay P.-M., Cutard T., Nzihou A. The impact of heat treatment on the microstructure of a clay ceramic and its thermal and mechanical properties // *Ceramics International*. 2017. V. 43. N 2. P. 1747–1754. doi: 10.1016/j.ceramint.2016.10.084
- Raju B.S., Chandrashekar U., Drakshayani D.N., Chockalingam K. Determining the influence of layer thickness for rapid prototyping with stereolithography (SLA) process // *International Journal of Engineering Science and Technology*. 2010. V. 2. N 7. P. 3199–3205.
- Chen Z., Li D., Zhou W. Process parameters appraisal of fabricating ceramic parts based on stereolithography using the Taguchi method // *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*. 2012. V. 226. N 7. P. 1249–1258. doi: 10.1177/0954405412442607
- Sun C., Tian X., Wang L., Liu Y., Wirth C.M., Günster J., Li D., Jin Z. Effect of particle size gradation on the performance of glass-ceramic

References

- Chen Z., Li Z., Li J., Liu C., Lao C., Fu Y., Liu C., Li Y., Wang P., He Y. 3D printing of ceramics: A review. *Journal of the European Ceramic Society*, 2019, vol. 39, no. 4, pp. 661–687. doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2018.11.013
- Griffith M.L., Halloran J.W. Freeform fabrication of ceramics via stereolithography. *Journal of the American Ceramic Society*, 1996, vol. 79, no. 10, pp. 2601–2608. doi: 10.1111/j.1151-2916.1996.tb09022.x
- Badev A., Abouliatim Y., Chartier T., Lecamp L., Lebaudy P., Chaput C., Delage C. Photopolymerization kinetics of a polyether acrylate in the presence of ceramic fillers used in stereolithography. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 2011, vol. 222, no. 1, pp. 117–122. doi: 10.1016/j.jphotochem.2011.05.010
- Xing H., Zou B., Li S., Fu X. Study on surface quality, precision and mechanical properties of 3D printed ZrO₂ ceramic components by laser scanning stereolithography. *Ceramics International*, 2017, vol. 43, no. 18, pp. 16340–16347. doi: 10.1016/j.ceramint.2017.09.007
- Hwa L.C., Rajoo S., Noor A.M., Ahmad N., Uday M.B. Recent advances in 3D printing of porous ceramics: A review. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 2017, vol. 21, no. 6, pp. 323–347. doi: 10.1016/j.cossms.2017.08.002
- Chen Z., Li D., Zhou W., Wang L. Curing characteristics of ceramic stereolithography for an aqueous-based silica suspension. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*, 2010, vol. 224, no. 4, pp. 641–651. doi: 10.1243/09544054JEM1751
- Gibson I., Shi D. Material properties and fabrication parameters in selective laser sintering process. *Rapid prototyping journal*, 1997, vol. 3, no. 4, pp. 129–136. doi: 10.1108/13552549710191836
- Lombardo S.J. Minimum time heating cycles for diffusion-controlled binder removal from ceramic green bodies. *Journal of the American Ceramic Society*, 2015, vol. 98, no. 1, pp. 57–65. doi: 10.1111/jace.13284
- Nigay P.-M., Cutard T., Nzihou A. The impact of heat treatment on the microstructure of a clay ceramic and its thermal and mechanical properties. *Ceramics International*, 2017, vol. 43, no. 2, pp. 1747–1754. doi: 10.1016/j.ceramint.2016.10.084
- Raju B.S., Chandrashekar U., Drakshayani D.N., Chockalingam K. Determining the influence of layer thickness for rapid prototyping with stereolithography (SLA) process. *International Journal of Engineering Science and Technology*, 2010, vol. 2, no. 7, pp. 3199–3205.
- Chen Z., Li D., Zhou W. Process parameters appraisal of fabricating ceramic parts based on stereolithography using the Taguchi method. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*, 2012, vol. 226, no. 7, pp. 1249–1258. doi: 10.1177/0954405412442607

- 3D printing process // *Ceramics International*. 2017. V. 43. N 1. P. 578–584. doi: 10.1016/j.ceramint.2016.09.197
13. Özdemir H., Özdoğan A. The effect of heat treatments applied to superstructure porcelain on the mechanical properties and microstructure of lithium disilicate glass ceramics // *Dental Materials Journal*. 2018. V. 37. N 1. P. 24–32. doi: 10.4012/dmj.2016-365
 14. Толкачева А.С., Павлова И.А. Общие вопросы технологии тонкой керамики: учеб. пособие. Екатеринбург: Изд-во Уральского федерального университета, 2018. 184 с.
 15. Wang X., Zhao J., Cui E., Liu H., Dong Y., Sun Z. Effects of sintering parameters on microstructure, graphene structure stability and mechanical properties of graphene reinforced Al₂O₃-based composite ceramic tool material // *Ceramics International*. 2019. V. 45. N 17. P. 23384–23392. doi: 10.1016/j.ceramint.2019.08.040
 12. Sun C., Tian X., Wang L., Liu Y., Wirth C.M., Günster J., Li D., Jin Z. Effect of particle size gradation on the performance of glass-ceramic 3D printing process. *Ceramics International*, 2017, vol. 43, no. 1, pp. 578–584. doi: 10.1016/j.ceramint.2016.09.197
 13. Özdemir H., Özdoğan A. The effect of heat treatments applied to superstructure porcelain on the mechanical properties and microstructure of lithium disilicate glass ceramics. *Dental Materials Journal*, 2018, vol. 37, no. 1, pp. 24–32. doi: 10.4012/dmj.2016-365
 14. Tolkacheva A.S., Pavlova I.A. *General Issues of Fine Ceramic Technology*. TUTORIAL. Ekaterinburg, UrFU Publ., 2018, 184 p. (in Russian)
 15. Wang X., Zhao J., Cui E., Liu H., Dong Y., Sun Z. Effects of sintering parameters on microstructure, graphene structure stability and mechanical properties of graphene reinforced Al₂O₃-based composite ceramic tool material. *Ceramics International*, 2019, vol. 45, no. 17, pp. 23384–23392. doi: 10.1016/j.ceramint.2019.08.040

Авторы

Питерсков Павел — аспирант, Университет ИТМО, Санкт-Петербург, 197101, Российская Федерация, ORCID ID: 0000-0003-1547-4471, piterskov@mail.ru

Ережеп Дархан — аспирант, Университет ИТМО, Санкт-Петербург, 197101, Российская Федерация; младший научный сотрудник, Казахский Национальный Университет имени аль-Фараби, Алматы, 050040, Республика Казахстан, Scopus ID: 57194012596, ORCID ID: 0000-0002-2232-2911, darhan_13@itmo.ru; darhan_13@icee.org

Грибовский Андрей Александрович — кандидат технических наук, доцент, доцент, Университет ИТМО, Санкт-Петербург, 197101, Российская Федерация, ORCID ID: 0000-0002-1288-7417, andrey.gribovskiy@itmo.ru

Authors

Pavel Piterskov — Postgraduate, ITMO University, Saint Petersburg, 197101, Russian Federation, ORCID ID: 0000-0003-1547-4471, piterskov@mail.ru

Darkhan Yerezhap — Postgraduate, ITMO University, Saint Petersburg, 197101, Russian Federation; Junior Scientific Researcher, Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, 050040, Republic of Kazakhstan, Scopus ID: 57194012596, ORCID ID: 0000-0002-2232-2911, darhan_13@itmo.ru; darhan_13@icee.org

Andrey A. Gribovskiy — PhD, Associate Professor, Associate Professor, ITMO University, Saint Petersburg, 197101, Russian Federation, ORCID ID: 0000-0002-1288-7417, andrey.gribovskiy@itmo.ru