



.....

# CAMSTech-II-2021: Современные достижения в области материаловедения и технологий

.....

«Разработка керамополимерной нити на основе  $Al_2O_3$  и PLA для  
создания трехмерных объектов методом послойного наплавления»

Смирнов А. PhD, Подрабинник П.А., Бабушкин Н.Н., Кузнецова Е.В.,  
Пристинский Ю.О. и Хмыров Р.С., к.т.н.

ФГБОУ ВО «МГТУ «СТАНКИН»

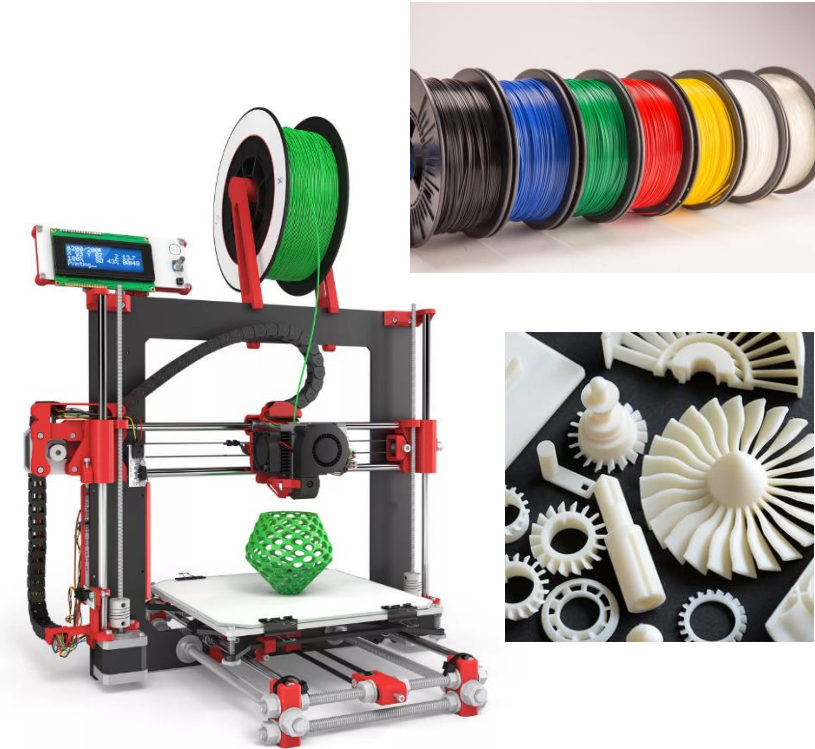


# Актуальность

- Годовой рост мирового рынка аддитивных технологий (АТ) составляет 27%.
- Доля России на этом рынке не превышает 1,5%.
- Отсутствие в стране производителей керамических нитевидных материалов для АТ.
- Ограничения на применение импортного сырья для послойного наплавления.

# Цель работы

Изготовить и изучить керамополимерную композиционную нить для дальнейшего ее применения при создании трехмерных объектов методом послойного наплавления с последующим удалением полимерного связующего и спеканием керамики.

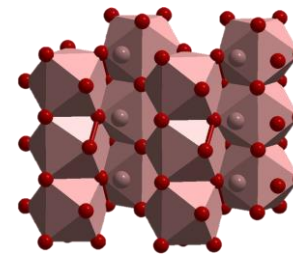


## Выбор композиций для создания керамополимерной нити

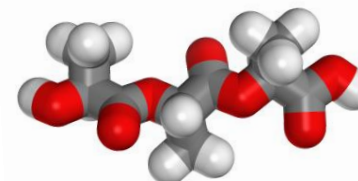
1. 50 об.%  $Al_2O_3$  + 50 об.% PLA

2. 60 об.%  $Al_2O_3$  + 40 об.% PLA

3. 70 об.%  $Al_2O_3$  + 30 об.% PLA



Благодаря превосходным физико-химическим, термическим свойствам, таким как кислотоустойчивость, химическая стабильность, твердость, прочность, термостабильность и высокая теплопроводность,  $Al_2O_3$  широко используется в различных отраслях машиностроения, автомобиле и авиастроения (сопла, фильтры, клапаны, лопатки и др.), применяется в качестве режущего и обрабатывающего инструмента, а также в медицине (биосовместимые материалы). К тому же, нельзя не отметить низкую стоимость данного материала и его доступность.



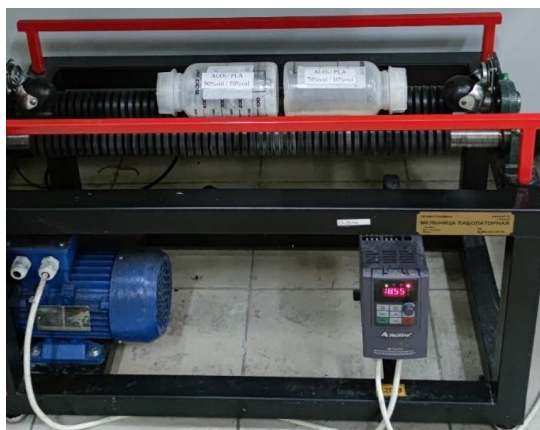
PLA имеет более низкую температуру плавления, что позволяет обойтись без нагревательного стола при 3D печати. Этот пластик экологичен, он биоразлагаем и биосовместим. Подходит для изготовления изделий, для которых долгий срок службы не является приоритетом, таких как одноразовая посуда и пищевые пленки. Получил он свое распространение и в медицине, где используется для производства хирургических нитей и штифтов.

# Подготовка керамополимерных композиций



В качестве исходного сырья использовались коммерческий порошок оксида алюминия ( $d_{50}=40$  мкм) и полилактида ( $d_{50}=35$  мкм)

## 1. Приготовление керамополимерных смесей в шаровой мельнице



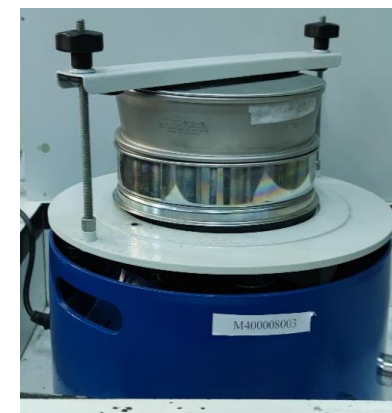
Исходные порошки перемешивались в шаровой мельнице МЛ-1 в течении 24 ч. Скорость вращения 125 об/мин., среда размола - дистиллированная вода. Соотношение массы размольных шаров ( $Al_2O_3$ ,  $d=2$ мм) к массе смеси 5:1.

## 2. Высушивание керамополимерных смесей



Просушивание велось в вакуумном сушильном шкафу VO 400 (Германия) на протяжении 24-х часов при температуре 90°C.

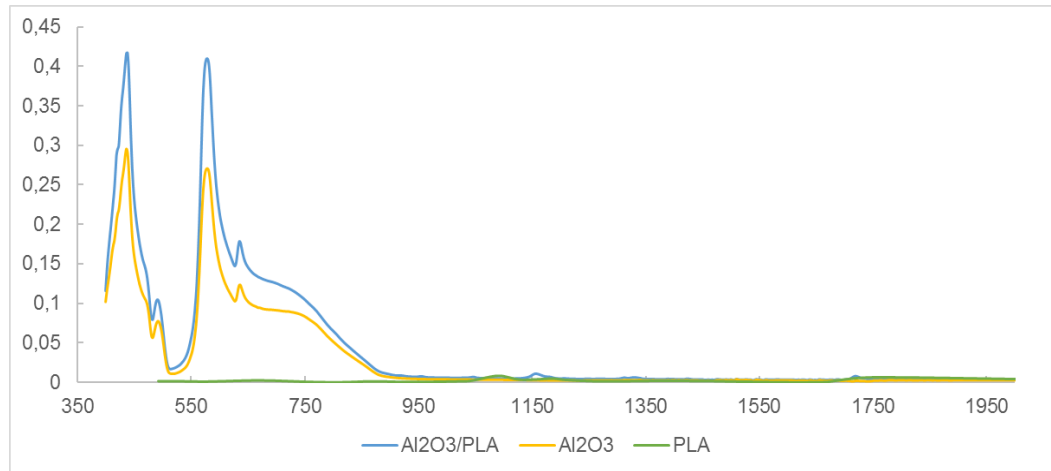
## 3. Просеивание керамополимерных смесей



После просушивания смеси были просеяны с использованием вибромшины ВП-30 (Вибротехник, Россия) и сит с размером ячеек 50 мкм. Частота колебаний при просеивании - 1500 кол/мин.

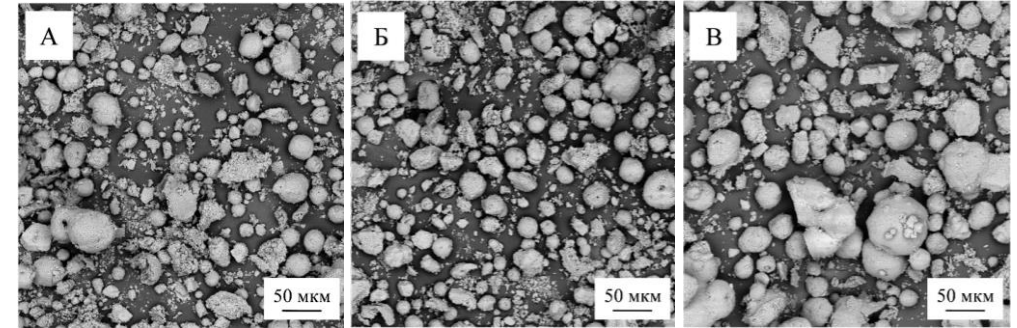


# Гранулометрический, микроструктурный и спектральный анализ композиций



ИК-спектры керамополимерной композиции 60 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и 40 % PLA, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и PLA

Микроструктура керамополимерных композиций:  
а) 50 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и 50 % PLA; б) 60 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и 40 % PLA; в) 70 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и 30 % PLA.



Основные параметры фракционного состава и формы частиц исследуемых материалов.

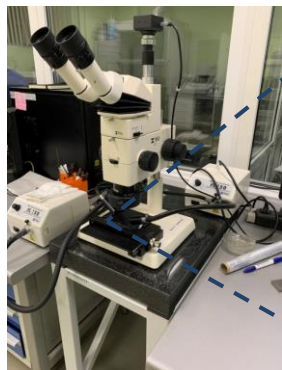
Исследуемые образцы	d <sub>сред</sub> , мкм	Сплошность, %	Округлость, %
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	36	97,2	81,1
PLA	35	93,1	74,9
50Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /50 PLA	38	77,4	72,9
60Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /40 PLA	35	80,4	78,6
70Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /30 PLA	46	81,9	79,3

Порошковые керамополимерные смеси с объемным содержанием Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 50% и 60% более предпочтительны для экструдирования нити так как их средний размер частиц практически совпадает со средними размерами частиц исходных материалов.

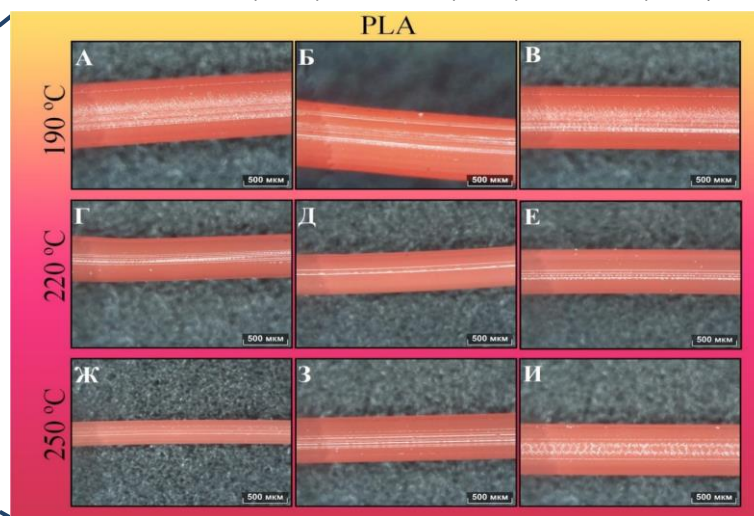


# Определение режимов экструдирования и получение керамополимерных нитей

Стереомикроскоп  
Meiji Techno RZ  
(Япония)



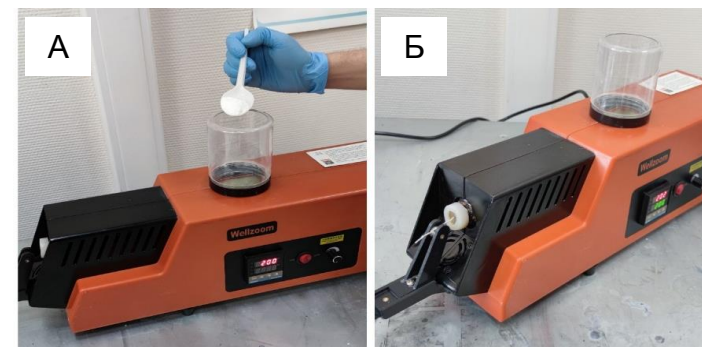
Оптические фотографии нити PLA полученной при скорости печати 1,25 мм/с (а,г,ж), 1,4 мм/с (б,д,з) и 2 мм/с (в,е,и)



Зависимость толщины напечатанной PLA нити от температуры и скорости печати

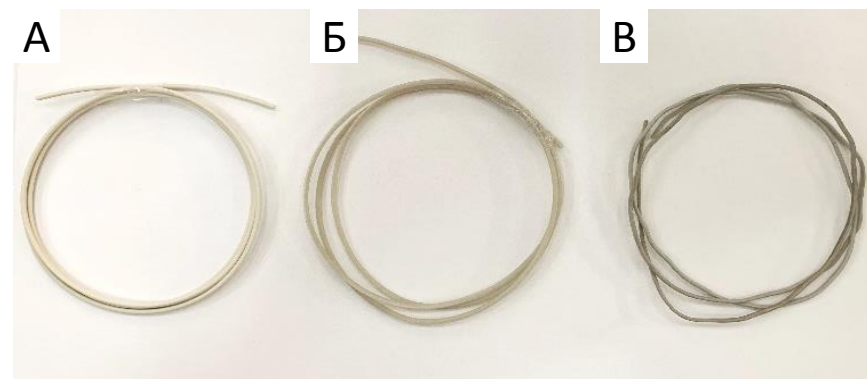
Материал	Температура печати, °C	Скорость печати, мм/с	Толщина напечатанной нити, мкм
PLA	190	1.25	781
		1.4	531
		2	792
	220	1.25	563
		1.4	486
		2	563
	250	1.25	297
		1.4	552
		2	625

Режимы получения нитей на экструдере Wellzoom (Китай):  
температура 220 °C и скорость 1,4 мм/с



а) Засыпка порошкового материала в бункер;  
б) Керамополимерная нить, полученная на выходе из формообразующей головки экструдера.

Образцы получившихся керамополимерных нитей

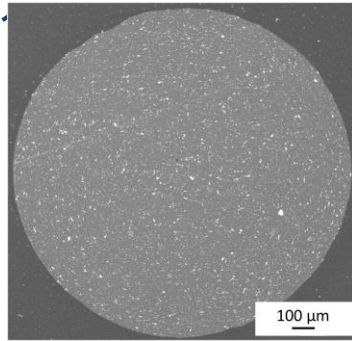


а) 50 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и 50 % PLA; б) 60 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и 40 % PLA; в) 70 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и 30 % PLA

# Микроструктурный и элементный анализ керамополимерной нити



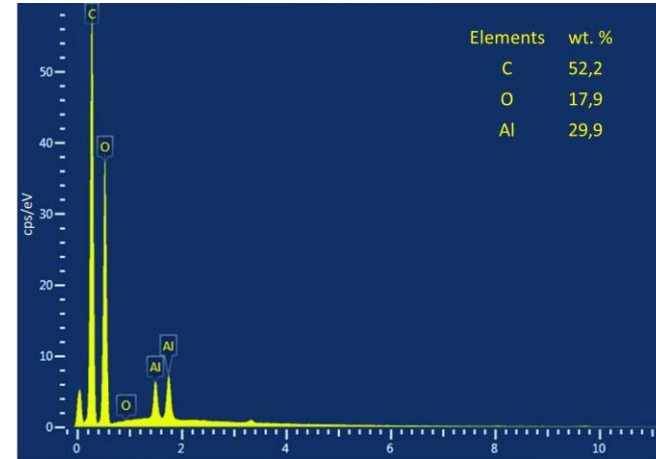
Образец керамополимерной нити



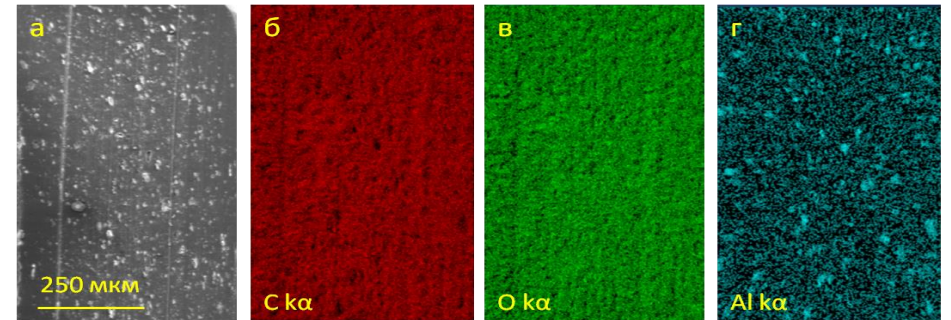
Общий вид шлифа нити



Сканирующий электронный микроскоп Tescan Vega 3 LMH



Суммарный ЭДС-спектр участка филамента



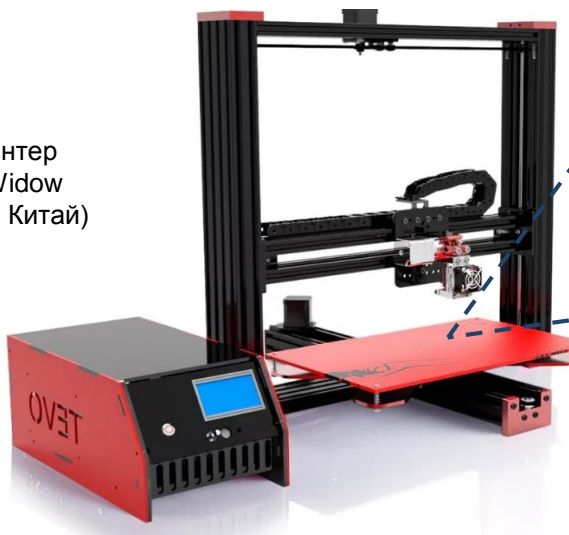
Участок микроструктуры керамополимерной нити (а) и карты распределения элементов (б-г).

Распределение углерода и кислорода (рисунок б, в) подтверждают полимерную С-О основу (полилактида). Белые гомогенно распределенные частицы на рисунке (а) являются  $Al_2O_3$  что доказывает карта распределения, представленная на рисунке (г).

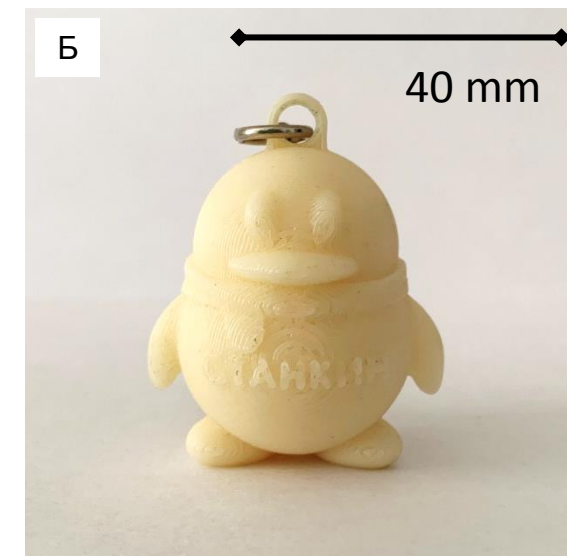


# Печать экспериментальных образцов из разработанной керамополимерной нити

3D принтер  
Black Widow  
(Tevo 3D, Китай)



Экспериментальные образцы, полученные методом FDM из разработанного керамополимерного филамента с соотношением 60%  $Al_2O_3$  и 40% PLA.



Образец, полученный методом FDM из пластика PLA.

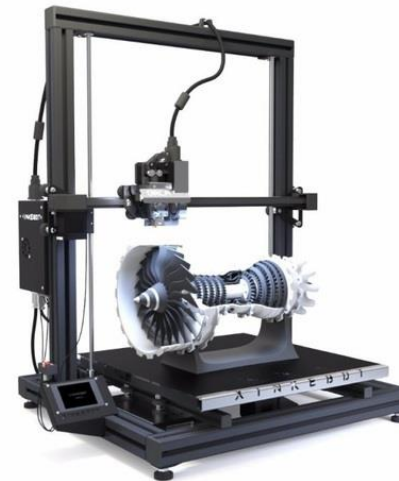
Процесс печати филамента с содержанием керамики 60% и полимерной составляющей 40% (рис.А) отличается от печати чистого пластика PLA (рис.Б), в связи с чем форма экспериментальных образцов получилась неидеальной. Для устранения таких дефектов в дальнейшем необходимо проведения исследований по отработке режимов печати и, возможно, модификации программного обеспечения принтера.





# Выводы

Исходя из проведенных исследований можно заключить, что предложенное объемное соотношение керамической составляющей 60%  $Al_2O_3$  и полимерного связующего 40% PLA позволяет получить керамополимерный филамент методом экструзии и в дальнейшем использовать его для 3D печати. На следующем этапе исследований планируется отработка режимов печати изделий, разработка технологий удаления полимерного компонента и спекание керамической составляющей с целью получения готовых изделий сложной пространственной конфигурации.



# Контакты

Смирнов Антон, PhD, начальник лаборатории

Лаборатория трёхмерного структурно-функционального конструирования

ФГБОУ ВО «МГТУ «СТАНКИН»

E-mail: [a.smirnov@stankin.ru](mailto:a.smirnov@stankin.ru)