DOI: 10.3901/JME.2019.09.224

基于氧阻聚效应的陶瓷面成形工艺优化研究*

刘小栋¹ 连 芬^{1,2} 李涤尘^{1,2} 曹 毅^{1,2} 伍尚华³
武向权¹ 孟佳丽¹ 何晓宁⁴

(1. 西安交通大学机械制造系统工程国家重点实验室 西安 710054;

2. 西安交通大学陕西省快速制造国家工程技术研究中心 西安 710054;

3. 广东工业大学机电工程学院 广州 510006;

4. 西安电子科技大学宽带隙半导体技术国家重点学科实验室 西安 710049)

摘要: 氧阻聚效应的应用使得陶瓷光固化增材制造技术的加工速度和成形精度有了显著提升。利用自制的陶瓷面成形快速成型系统和具有氧阻聚效应的 Al_2O_3 陶瓷浆料,开展了氧气浓度、液槽底部 PDMS 膜的厚度对已固化层与 PDMS 膜粘接引起的分离力大小的研究;在最优 PDMS 膜厚(0.3 mm)条件下,氧气浓度对陶瓷件尺寸精度、收缩率以及力学性能的影响研究中发现,氧阻聚效应减小了固化层与 PDMS 膜粘接形成的分离力大小,但不影响陶瓷零件的弯曲强度(约 175 MPa),而且适当的氧气浓度可以显著改善零件的尺寸精度和表面质量。正交实验确定了陶瓷多孔结构成形的工艺参数(包括氧浓度、曝光强度和分层厚度)最优集,对比空气条件下(即氧气浓度约 20%)打印成形的多孔结构,最优条件下(即氧气浓度 40%)所成形的多孔结构形貌有明显提升,最大尺寸偏差减小 45%。

关键词: 氧阻聚;陶瓷;面成形;制造精度

中图分类号: TG156

Process Optimization of Oxygen-inhibition-based Ceramic Mask-projection Stereolithography

LIU Xiaodong¹ LIAN Qin^{1,2} LI Dichen^{1,2} CAO Yi^{1,2} WU Shanghua³
WU Xiangquan¹ MENG Jiali¹ HE Xiaoning⁴

(1. State key Laboratory for Manufacturing Systems Engineering, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710054;

2. Shaanxi Rapid Manufacturing national Engineering Technology Research Center,
Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710054 ;

3. School of Electr-mechanical Engineering, Guangdong University of Technology, Guangzhou 510006;

4. Wide Bandgap Semiconductor Technologic Disciplines State Key Laboratory, Xidian University, Xi'an 710049)

Abstract: The application of oxygen-inhibition leads to significant enhance of the forming speed and precision of mask-projection stereolithography technology. A mask-projection stereolithography system with a controlled oxygen set and the self-developed Al_2O_3 slurry have been applied to explore the influence of oxygen concentration and PDMS film thickness on the separation force between the cured layer and the surface of PDMS film. The optimal thickness of 0.3mm of PDMS film is selected to find how the oxygen work on the size accuracy, shrinkage and mechanical strength of ceramic parts. The oxygen-inhibition application significantly lessened the separation forces in the ceramic curing period, but had no effect on the bonding strength (~175 MPa) of ceramic parts. Meanwhile, the appropriate oxygen concentration had capability of getting good accuracy and surface quality of the parts. Orthogonal experiments are carried out to determine the optimal process parameters of the porous structures (including oxygen concentration, light exposure intensity and slice thickness), the formed morphological structures under the optimal oxygen concentration (about 40%) were better than that of under air condition (the oxygen concentration, about 20%),the maximum size deviation is reduced by 45%.

Key words: oxygen inhibition; ceramics; mask-projection stereolithography; processing precision

* 陕西省科技厅(2016KTZDGY07-01, 2017ZDXM-G-4-3, 2017HBGC-06)、
广东省科技厅(2017B090911011)和国家自然科学基金(51835010)资助项目。
20181012 收到初稿, 20181209 收到修改稿

0 前言

陶瓷零件由于其硬度高、耐高温、耐腐蚀等优点,在航空航天、汽车、电子等领域有广阔的应用空间^[1-3],但是陶瓷硬度高、脆性大、制作过程中容易出现缺陷、复杂结构的陶瓷零件以及薄壁件更加难以成形和加工。传统的陶瓷成形方法如离心注浆成型^[4]、凝胶注模成型^[5]、直接凝固注模成型^[6]等,这些方法依赖于复杂模具,开发周期长,开发成本高,不利于产品的更新换代,而且复杂薄壁结构依旧难以成形与加工。

增材制造技术为解决陶瓷零件的可加工性差提供了新的手段。目前已发展出三维打印(3D Printing, 3DP)^[7]、陶瓷熔融沉积成形(Fused deposition modeling, FDM)^[8]、激光选区烧结(Selective laser sintering, SLS)^[9]、激光选区熔化(Selective laser melting, SLM)^[10]、陶瓷光固化技术^[11-16]等各种加工方法。其中陶瓷光固化技术包括激光扫描光固化技术^[16]和面成形光固化技术^[11-15]。激光扫描光固化采用的光源为激光,通过计算机控制光源按预定的分层轮廓进行扫描,使陶瓷材料固化。面成形光固化技术采用 DLP 投影仪作为曝光系统,通过控制 DLP 核心部件 DMD 芯片的微反射镜阵列发生偏转形成动态掩膜图案,紫外光照射掩膜图案投射到光敏浆料上进行固化。由于面成形技术一次性固化一层截面,相比于激光扫描光固化,其成形效率更高。

陶瓷面成形技术包括顶曝光面成形技术和底曝光面成形技术^[17],其中底曝光面成形技术相对于顶曝光面成形技术具有以下优势:由于每次固化只消耗液槽底部一层浆料,因此减少了液槽中浆料的用量;涂层厚度不需要额外的涂覆装置来保证,与已固化层和液槽底部的距离有关,可实现较小的涂层厚度。

然而,在陶瓷底曝光面成形技术中,打印时已固化层与液槽底部粘接,分离时产生的分离力较大,会导致陶瓷素坯出现断层或者缺陷^[18]。2015 年,Carbon 3D 公司提出了连续液态界面成形技术,利用氧抑制自由基聚合原理,在液槽底部形成“固化死区”,避免了已固化层与液槽底部的粘接,使打印过程保持连续性。该技术极大地减小了分离力,将打印效率提高了将近一百倍,但这项技术需要特制的树脂以及对打印参数严格的控制^[19]。本课题组将氧阻聚效应引入到陶瓷光固化技术中,通过光引发剂在光的照射下产生自由基,部分自由基与氧气反应形成过氧化物,在液槽底部形成氧阻聚层,释放了打印过程中形成的真空态,避免了已固化层与

液槽底部的粘接,从而使分离力显著减小^[20]。DENDUKURI 等^[21]研究了基于聚二甲基硅氧烷(Polydimethylsiloxane, PDMS)膜的微流道设备中的氧阻聚原理,证明了 PDMS 膜具有优良的透氧性和透光性,在存在充足氧气的情况下可以产生氧阻聚效应。而且 PDMS 具有化学惰性,不与浆料中的组成成分发生反应,因此被应用于光固化成形液槽底部以减小分离力,改善加工过程^[22-24]。

显然,基于氧阻聚效应的陶瓷面成形工艺参数影响因素众多且相互作用,为了获得氧气浓度、曝光强度和分层厚度之间的最优关系,本文通过分析氧气浓度、PDMS 薄膜厚度与分离力的关系、氧气浓度对零件的成形质量和力学性能的影响以及正交实验和成形零件的微观结构、成分分析实验,探索多孔复杂结构的打印参数最优集。

1 材料和方法

1.1 材料

配制了树脂基 Al_2O_3 陶瓷浆料作为光固化材料。 Al_2O_3 陶瓷粉选用大明科技公司(粒径 200 nm)。配制时,先将单体和交联剂添加到溶剂中形成预混液,然后加入分散剂并进行球磨,之后依次加入 Al_2O_3 陶瓷粉和光引发剂进行球磨 9 h,得到流动性良好的陶瓷浆料,最终配制的陶瓷浆料固相体积分数为 50%。

1.2 成型设备

在实验室自制的陶瓷底曝光面成形设备上^[24]增加供氧液槽系统,如图 1 所示。在打印过程中,氧气经制氧仪输送到液槽底部,在聚二甲基硅氧烷(PDMS)膜底部形成一个富氧环境,而 PDMS 膜透氧性能较好,靠固化过程中的真空压差即可使氧气持续的供给到固化区域底部,在液槽底部形成氧阻聚层,避免已固化层与液槽底部的粘接。

图1 供氧液槽系统及打印样件

1.3 分离力测试

为了研究氧气浓度、PDMS 薄膜厚度对分离力

大小影响,建立了分离力测试平台。其工作原理如图 2 所示,将 S 型力传感器两端分别与悬臂梁和工作台连接,在工作台上升的同时传感器两端受力产生电压信号,经过放大器与模数转换器传输到计算机上,在计算机上绘制出分离力变化曲线图。所使用的传感器型号为 LH-S02(上海力恒),量程为 50 kg,输出灵敏度为 2 mV/V(0.01 kg/kg)。

图 2 分离力测试平台示意图

测试试验中采用 3 种不同厚度的 PDMS 薄膜,厚度分别为 0.1 mm、0.3 mm、0.5 mm,采用六种不同浓度(体积分数)的氧气,浓度分别为 20%(空气)、30%、40%、50%、60%、90%。试验中采用的分离力测试样本为长×宽×高为 12 mm×12 mm×4.4 mm 的长方体样件,打印方向为高度方向,打印设置参数为曝光强度为 95 PWM,曝光时间为 1.5 s,分层厚度为 50 μm 。

1.4 氧气对成形零件性能的影响

1.4.1 氧气对尺寸精度的影响

打印长方体样本,尺寸为长×宽×高为 28 mm×3 mm×3.2 mm,打印方向为高度方向。打印参数设置为曝光强度 90PWM,曝光时间为 1.5 s,分层厚度为 50 μm ,氧浓度依次为 20%(空气)、30%、40%、50%、60%、90%。采用电子数显游标卡尺(厂家:艾瑞泽)测量打印毛坯的长、宽、高尺寸,每个方向测量三次取平均值,计算其相对于模型尺寸的相对误差。

1.4.2 氧气对尺寸收缩率的影响

打印的陶瓷毛坯件经过脱脂和烧结工艺,形成致密的陶瓷零件,由于脱脂和烧结过程中毛坯件中有机物的挥发,使得最终烧结件的尺寸发生收缩。若收缩不均匀,会使烧结件内部产生裂纹或内应力,导致烧结件强度降低。上述在不同氧浓度条件下打印的长方体样本(28 mm×3 mm×3.2 mm),经过脱脂

和烧结工艺变成致密的陶瓷件。通过测量毛坯件和烧结件的尺寸,计算其尺寸平均收缩率。

1.4.3 氧气对弯曲强度的影响

为了研究不同浓度的氧气对成形件弯曲强度的影响,本试验在不同氧浓度(20%(空气)、30%、40%、50%、60%、90%)条件下各打印了三组长方体样件(28 mm×3 mm×3.2 mm),打印参数设置为曝光强度 90PWM,曝光时间为 1.5 s,分层厚度为 50 μm 。利用多功能静力学试验机(CMT4304, SANS)对烧结后陶瓷零件进行三点弯曲试验,试验中三点弯曲支撑跨距为 16 mm,压缩加载速度为 0.5 mm/min,温度为室温;每一个氧浓度条件下的成形件测量三次,取平均值。

1.5 多孔结构制造与性能检测

1.5.1 工艺参数优化

工艺试验发现氧浓度、曝光强度、分层厚度等工艺参数对陶瓷素坯的成形精度有不同程度的影响,为了选取最优的工艺参数组合,本部分以陶瓷素坯的尺寸精度作为指标,将三个工艺参数(即氧浓度、曝光强度、分层厚度)分别设定为因素 A、因素 B 和因素 C,并设计和建立了因素水平表,见表 1。试验中不考虑各因素交互作用,通过查询正交表,确定了三因素三水平正交试验方案 $L_9(3^3)$,即确定了 9 组不同工艺参数组,见表 2,试验中采用正方体试验样件(5 mm×5 mm×5 mm),利用数显游标卡尺分别从 X、Y、Z 方向上对成形素坯进行测量,计算的相对误差值列入表 2。

表 1 因素水平表

水平	因素		
	氧浓度 A(%)	曝光强度 B/PWM	分层厚度 C/ μm
1	20(空气)	85	37.5
2	30	90	50
3	40	95	75

表 2 正交试验表和正交试验结果

序号	A/(%)	B/PWM	C/ μm	$\Delta X(\%)$	$\Delta Y(\%)$	$\Delta Z(\%)$
1	20	85	37.5	2	2	-3.46
2	20	90	50	2.4	2.26	-1.66
3	20	95	75	2.8	2.74	-1.46
4	30	85	50	1.86	1.64	-6.74
5	30	90	75	2.24	2.06	-5.46
6	30	95	37.5	2.5	2.46	-7.26
7	40	85	75	1.4	1.26	-8.74
8	40	90	37.5	1.66	1.54	-11.14
9	40	95	50	1.2	1.8	-9.14

注: ΔX 、 ΔY 、 ΔZ 分别为 X、Y、Z 方向尺寸相对误差。

利用极差分析方法^[25]分析和判断各因素对尺寸精度作用的大小,以此寻找和确定优化参数组合,

本文中 X 方向的正交试验极差分析公式如表 3 所示, Y 方向和 Z 方向的公式与此类似。

表 3 X 方向正交试验极差分析公式

因素	A	B	C
公式	$K_1=x_1+x_2+x_3$ $K_2=x_4+x_5+x_6$ $K_3=x_7+x_8+x_9$	$K_1=x_1+x_4+x_7$ $K_2=x_2+x_5+x_8$ $K_3=x_3+x_6+x_9$	$K_1=x_1+x_6+x_8$ $K_2=x_2+x_4+x_9$ $K_3=x_3+x_5+x_7$

注: K_i 为 i 水平相对误差和, $i=1,2,3$; x_j 为 X 方向尺寸相对误差值 ΔX , $j=1,2, \dots, 9$ 。

各因素对 X 、 Y 、 Z 方向的尺寸相对误差极差分析结果列入表 4。

表 4 各因素相对误差极差分析表

方向	水平	A	B	C
X 方向	K_1	7.2	5.26	6.16
	K_2	6.6	6.3	6.26
	K_3	5.06	7.3	6.44
	R	2.14	2.04	0.28
Y 方向	K_1	7	4.9	6
	K_2	6.16	5.86	5.7
	K_3	4.6	7	6.06
	R	2.4	2.1	0.36
Z 方向	K_1	-6.58	-18.94	-21.86
	K_2	-19.46	-18.26	-17.54
	K_3	-29.02	-17.86	-15.66
	R	22.44	1.08	1.68

注: R 为极差, $R_n=K_{n \max}-K_{n \min}$, $n=A, B, C$ 。

极差 R 越大的因素, 对成形的陶瓷素坯尺寸精度影响越大。通过极差分析可知对于 X 、 Y 方向的成形精度, 主要影响尺寸精度的因素为 A 和 B , 选取极差最小的 A_3 和 B_1 , 综合考虑效率和精度, 因素 C 取 C_2 水平, 因此选取优化参数集为 $A_3B_1C_2$ 。对于 Z 方向的成形精度, 主要影响精度的因素为 A 和 C , 选取优化参数集为 $A_1B_2C_3$ 。由于本文主要研究氧阻聚效应对于成形零件的影响, 因此本研究中取最优参数集为 $A_3B_1C_2$, 即氧浓度为 40%、曝光强度为 85 PWM、分层厚度为 50 μm 。

1.5.2 多孔结构制造

分别利用正交试验得到的优化工艺参数组(氧浓度为 40%、曝光强度 85 PWM、分层厚度 50 μm 、曝光时间 1.5 s)和空气条件下(氧浓度为 20%、曝光强度 85 PWM、分层厚度 50 μm 、曝光时间 1.5 s)成形 Al_2O_3 陶瓷多孔结构素坯件。成形的陶瓷素坯经过脱脂和烧结工艺得到致密陶瓷件。

1.5.3 多孔结构形貌观测与误差分析

利用激光共聚焦显微镜(OLS4000, 日本)对在优

化工艺下成形的陶瓷多孔结构 XOY 面和 XOZ 面的孔道与支柱进行观测。

利用场发射扫描电镜 SEM(SU-8010, 日本)对在优化工艺下成形的陶瓷多孔结构烧结后的微观形貌以及烧结后陶瓷颗粒排列的紧密程度进行观察。

将在优化工艺下成形的多孔结构素坯和在空气条件下成形的多孔结构素坯利用 MICRO CT (Y.CHEETAH, 德国)扫描进行模型重建, 将重建模型与 CAD 模型导入 Geomagic Qualify 12 软件中进行误差分析。

1.5.4 多孔结构成分检测

利用 X 射线衍射仪(EXPLORER, 北京利曼)对烧结后的陶瓷零件进行物相分析, 测量条件为: $2\theta=0.02^\circ$, 电压为 40 kV, 电流为 20 mA, 扫描速度为 $4^\circ/\text{min}$ 。

2 结果与讨论

2.1 分离力测试

不同氧浓度(20%(空气)、30%、40%、50%、60%、90%)、不同 PDMS 薄膜厚度(0.1 mm、0.3 mm、0.5 mm)下已固化层与液槽底部粘接形成的分离力测试结果如图 3 所示。

(a) 0.1 mm PDMS 膜条件下分离力变化趋势图

(b) 0.3 mm PDMS 膜条件下分离力变化趋势图

(c) 0.5 mm PDMS 膜条件下分离力变化趋势图

(d) 不同 PDMS 膜厚度下最大分离力统计图

图3 已固化层与液槽底部分离力变化趋势图

图3表明,随着打印的进行,分离力逐渐增大,达到一个临界最大分离力后开始减小。PDMS膜厚度越小,分离力越小,例如,氧浓度为30%时,采用0.1 mm的膜最大分离力为27 N,采用0.5 mm的膜时,最大分离力为35 N,相比于0.1 mm的膜,其最大分离力增加了30%。这是由于PDMS膜厚度越小,透气性越好,弹性越高,因此分离力也就越小。氧浓度越大,所形成的氧阻聚层越厚,因此分离力也越小,例如,采用0.3 mm的膜,20%(空气)氧浓度时,最大分离力为33.35 N,90%氧浓度时为21.43 N,相比于20%(空气)氧浓度,其最大分离力减小了36%。但是由于0.1 mm PDMS膜的抗疲劳强度低,在多次循环打印后发生疲劳损坏,出现撕裂的情况,因此不选用。而0.5 mm PDMS膜的透气性较差,在不通氧和通入90%浓度的氧气时分离力相差不大。因此后续试验采用0.3 mm PDMS膜。

2.2 氧气对成形零件性能的影响

2.2.1 氧气对尺寸精度的影响

测量在不同氧气浓度下打印的 Al_2O_3 陶瓷样件的长、宽、高尺寸,每个样件测量三次取平均值,计算每个尺寸相对于模型尺寸的误差,结果如图4所示。

(a) X方向尺寸相对误差

(b) Y方向尺寸相对误差

(c) Z方向尺寸相对误差

图4 样件各方向尺寸相对误差

图4表明,对于X方向和Y方向,氧浓度可以提高尺寸精度,减小误差。对于Z方向,氧浓度对尺寸精度的影响随着氧浓度的增大而增大,这是由于氧浓度越大,在液槽底部形成的氧阻聚层越厚,固化层也就越薄,层层累积之后,产生的误差也就越大。因此不适宜选用高浓度的氧气进行打印,正交试验采用20%(空气)、30%、40%的氧浓度。

2.2.2 氧气对尺寸收缩率的影响

不同氧浓度条件下打印的陶瓷样件在X、Y、Z三个方向的尺寸平均收缩率如图5所示。

图 5 不同氧浓度下各方向的尺寸收缩率

图 5 表明, 不同浓度的氧气对 X 方向和 Y 方向的尺寸收缩率影响不大, X 方向尺寸收缩率集中在 19.5% 附近, Y 方向集中在 18.5 附近。而不同浓度的氧气对 Z 方向尺寸收缩率影响较大, 其中最大收缩率为 21.4%, 最小收缩率为 18%。

2.2.3 氧气对弯曲强度的影响

在不同氧气浓度下打印 Al_2O_3 长方体样件, 对打印的长方体样件烧结后测量其三点弯曲强度, 每个氧浓度条件下的三点弯曲值测量三次取平均值, 结果如图 6 所示。

图 6 不同氧浓度下三点弯曲强度值

图 6 表明, 在不同的氧气浓度下, Al_2O_3 陶瓷烧结件的弯曲强度保持在 175 MPa 左右, 且统计学无差别。显然, 氧浓度对陶瓷制件的弯曲强度无明显影响。

本文分析氧浓度对成形能力的影响研究时, 重点考察氧浓度对分离力和各方向尺寸精度的影响。最优膜厚(0.3 mm)下分离力试验(见图 3b)显示, 当氧浓度为 60% 和 90% 时, 分离力相差不大。而且不同膜厚分离力测试试验(见图 3d)反映出的趋势显示, 随着氧浓度增加, 分离力逐渐减小, 氧浓度为

70% 和 80% 时的分离力范围将在 60% 和 90% 氧浓度分离力值之间。因此预测在最优膜厚下, 氧浓度在 70% 和 80% 时分离力数值与 60% 或者 90% 氧浓度时分离力相差不大。

各方向尺寸相对误差试验(见图 4)显示, 氧浓度对 Z 方向尺寸相对误差有较大影响(见图 4c)。且当氧浓度 $\geq 50\%$ 时, Z 方向尺寸相对误差呈现逐渐递增的趋势, 即氧浓度为 70% 和 80% 时引起的 Z 方向尺寸相对误差, 将介于氧浓度为 60% 和 90% 的 Z 方向尺寸相对误差之间。

尺寸收缩率、弯曲强度试验(图 5、6)反映出氧浓度对各方向尺寸收缩率、弯曲强度影响不大。正交试验进一步确定了陶瓷多孔结构成形的工艺参数最优集(即氧浓度为 40%, 曝光强度为 85 PWM, 分层厚度为 50 μm), 而不再采用 $>50\%$ 的高氧浓度进行加工。

2.3 多孔结构制造与性能检测

2.3.1 多孔结构制造

利用 Al_2O_3 陶瓷浆料分别在优化工艺参数下和空气条件下成形了多孔结构, 其 CAD 模型如下图, 其总体尺寸为长 $\times$ 宽 $\times$ 高等于 12 mm $\times$ 12 mm $\times$ 12 mm, 经过脱脂和烧结工艺后, 形成致密的陶瓷零件, 而且烧结后支柱未出现裂纹和断裂情况。

图 7 多孔结构 CAD 模型与成形件

2.3.2 多孔结构形貌检测

在优化工艺下成形的多孔结构经过烧结后变成致密的陶瓷零件, 采用激光共聚焦显微镜对其形貌进行观测, 观测结果如图 8 所示。

(a) 毛坯件 XOY 面

(b) 毛坯件 XOZ 面

图 8 多孔结构形貌观测图

图 8 表明, 在优化工艺下成形的陶瓷多孔结构在三维方向上形成相互贯通的多孔网状结构, 成形质量良好。烧结后平均收缩率为 20%。

表 5 多孔零件孔道和支撑结构尺寸

结构	CAD 模型/ μm	毛坯件/ μm	烧结件/ μm
孔道	650 μm ×650 μm	650 μm ×648 μm	520 μm ×549 μm
支撑	450 μm ×450 μm	451 μm ×448 μm	357 μm ×362 μm

利用场发射扫描电镜 SEM 对优化工艺下成形的陶瓷零件烧结后的微观结构进行观察, 观察结果如图 9 所示, 烧结后的陶瓷颗粒紧密连接在一起, 未出现裂纹或者孔隙。表明经过脱脂工艺后, 陶瓷浆料中的有机物大部分在高温环境下挥发, 经过烧结工艺后, 剩余的有机物挥发, 陶瓷颗粒紧密粘接在一起, 形成致密的陶瓷零件。

(a) 低倍 ($\times 2000$ 倍) (b) 高倍 ($\times 3500$ 倍)

图 9 烧结后陶瓷样件 SEM 图

利用 MICRO CT 分别对在优化工艺和空气条件下成形的 Al_2O_3 多孔结构进行扫描, 重建模型如图 10 所示, 多孔结构在三维方向上形成相互贯通的孔道, 而且结构形态保持良好, 支柱未出现裂纹或者断裂情况, 成形的孔道保持了 CAD 模型正方形形状。将重建的模型导入 Geomagic Qualify12 软件中与 CAD 模型进行偏差分析, 结果如图 11 所示。

图 10 多孔结构重建模型

图 11 空气条件和优化工艺下成形的多孔结构偏差分析

对图 11 偏差对比结果进行分析, 得到分别在空气条件和优化工艺下成形的多孔结构的最大偏差、平均偏差以及标准偏差值, 结果如表 5 所示。表 5 表明, 在优化工艺下成形的多孔结构偏差均小于在空气条件下成形的多孔结构偏差, 其中最大偏差减小了 45%。

表 6 偏差对比分析表

工艺	最大偏差/ mm	平均偏差/ mm	标准偏差/ mm
空气条件	1.1	0.31	0.36
优化条件	0.6	0.27	0.29

2.3.3 成分检测

烧结后的陶瓷零件 XRD 成分检测结果如下图 12 所示。结果表明, 烧结后的陶瓷零件相成分为 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, 氧气的通入没有改变烧结后陶瓷零件的组成成分。

图12 烧结后陶瓷样件 XRD 图谱

3 结论

(1) 本文利用自制的陶瓷底曝光成型平台和具有氧阻聚效应的 Al_2O_3 陶瓷浆料开展了氧气浓度对面成形陶瓷零件成形精度影响研究。利用力传感器测量打印过程中产生的分离力, 通过分析在不同氧浓度、不同 PDMS 薄膜厚度下分离力的变化趋势, 确定了试验中最优 PDMS 膜的厚度为 0.3 mm。研究了不同氧浓度对零件尺寸精度的影响, 确定了适宜的氧浓度范围 20%(空气)、30%、40%。通过测量不同氧浓度条件下打印的毛坯件和烧结件的尺寸, 发现在不同氧浓度下的尺寸收缩率均在 20% 范围内。通过测量各氧浓度下成形件的三点弯曲强度, 发现氧浓度对弯曲强度影响很小, 在不同氧浓度下弯曲强度保持在 175 MPa 左右。

(2) 通过正交试验进一步确定了打印陶瓷多孔结构参数最优集, 即氧浓度为 40%、曝光强度为 85 PWM、曝光时间为 1.5 s、分层厚度为 50 μm ; 并在该优化工艺参数下成形了 Al_2O_3 多孔结构, 成形的多孔结构孔道结构贯穿, 形状良好; 对此多孔零件微观结构观察发现, 烧结后陶瓷颗粒紧密排列, 未出现裂纹或者缺陷。对比空气条件下成形的多孔结构, 优化工艺下成形的多孔结构最大偏差减小了 45%。

参 考 文 献

- [1] 吴甲民, 陈敬炎, 陈安南, 等. 陶瓷零件增材制造技术及在航空航天领域的潜在应用[J]. 航空制造技术, 2017, 529(10): 40-49.
WU Jiaming, CHENG Jingyan, CHENG Annan, et al. Additive manufacturing of ceramic components and its potential application in aerospace field[J]. Aeronautical Manufacturing Technology, 2017, 529(10): 40-49.
- [2] RATHOD V T, KUMAR J S, JAIN A. Polymer and ceramic nanocomposites for aerospace applications[J]. Applied Nanoscience, 2017, 7(8): 519-548.
- [3] 李江, 潘裕柏, 宁金威, 等. 氧化铝陶瓷低温烧结的研究现状和发展前景[J]. 中国陶瓷, 2001, 5(5): 42-45.
LI Jiang, PAN Yubo, NING Jinwei, et al. Research status and development prospect of low temperature sintering of alumina ceramics[J]. China Ceramics, 2001, 5(5): 42-45.
- [4] AL-DAWERY I A H, BINNER J G P, TARI G, et al. Rotary moulding of ceramic hollow wares[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2009, 29(5): 887-891.
- [5] CAI K, HUANG Y, YANG J. Alumina gelcasting by using HEMA system[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2005, 25(7): 1089-1093.
- [6] PRABHAKARAN K, SOORAJ R, MELKERI A, et al. A new direct coagulation casting process for alumina slurries prepared using poly(acrylate) dispersant[J]. Ceramics International, 2009, 35(3): 979-985.
- [7] GRAU J E. Fabrication of engineered ceramic components by the shurry-based three dimensional printing process[J]. Massachusetts Institute of Technology, 1998.
- [8] BELLINI A, SHOR L, GUCERI S I. New developments in fused deposition modeling of ceramics[J]. Rapid Prototyping Journal, 2005, 11(4): 214-220.
- [9] WILLIAMS J D, DECKARD C R. Advances in modeling the effects of selected parameters on the SLS process[J]. Rapid Prototyping Journal, 1998, 4(2): 90-100.
- [10] WILKES J, HAGEDORN Y, MEINERS W, et al. Additive manufacturing of $\text{ZrO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$ ceramic components by selective laser melting[J]. Rapid Prototyping Journal, 2013, 19(1): 51-57.
- [11] HINCZEWSKI C, CORBEL S, CHARTIER T. Stereolithography for the fabrication of ceramic three-dimensional parts[J]. Rapid Prototyping Journal, 1998, 4(3): 104-111.
- [12] 杨飞, 连苓, 武向权, 等. 陶瓷面曝光快速成型工艺研究[J]. 机械工程学报, 2017, 53(7): 138-144.
YANG Fei, LIAN Qin, WU Xiangquan, et al. Ceramics fabrication using rapid prototyping of mask projection stereolithography[J]. Journal of Mechanical Engineering, 2017, 53(7): 138-144.
- [13] LI K, ZHAO Z. The effect of the surfactants on the formulation of UV-curable SLA alumina suspension[J]. Ceramics International, 2016, 43(6).
- [14] GMEINER R, MITTERAMSKOGLER G, STAMPFL J, et al. Stereolithographic ceramic manufacturing of high strength bioactive glass[J]. International Journal of Applied Ceramic Technology, 2015, 12(1): 38-45.

- [15] MITTERAMSKOGLER G, GMEINER R, FELZMANN R, et al. Light curing strategies for lithography-based additive manufacturing of customized ceramics[J]. Additive Manufacturing, 2014, s 1-4: 110-118.
- [16] KIRIHARA S. Additive manufacturing of ceramic components using laser scanning stereolithography[J]. Welding in the World, 2016, 60(4): 697-702.
- [17] PAN Y, HE H, XU J, et al. Study of separation force in constrained surface projection stereolithography[J]. Rapid Prototyping Journal, 2017, 23(2): 353-361.
- [18] 汪敏. 面曝光快速成形的关键技术研究[D]. 武汉: 华中科技大学, 2011.
- WANG Min. Research on key technologies of mask projection rapid prototyping technology[D]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology, 2011.
- [19] TUMBLESTON J R, SHIRVANYANTS D, ERMOSHKIN N, et al. Additive manufacturing: Continuous liquid interface production of 3D objects[J]. Science, 2015, 347(6228): 1349-1352.
- [20] QIN L, YANG F, XIN H, et al. Oxygen-controlled bottom-up mask-projection stereolithography for ceramic 3D printing[J]. Ceramics International, 2017, 43(17).
- [21] DENDUKURI D, PANDA P, HAGHGOOIE R, et al. Modeling of oxygen-inhibited free radical photopolymerization in a PDMS microfluidic device[J]. Macromolecules, 2008, 41(22): 8547-8556.
- [22] HE H, PAN Y, FEINERMAN A, et al. Air-diffusion-channel constrained surface based stereolithography for three-dimensional printing of objects with wide solid cross sections[J]. Journal of Manufacturing Science & Engineering, 2018, 140(6).
- [23] SONG X, CHEN Y, LEE T W, et al. Ceramic fabrication using mask-image-projection-based stereolithography integrated with tape-casting[J]. Journal of Manufacturing Process, 2015, 20: 456-464.
- [24] WU X, LIAN Q, LI D, et al. Tilting separation analysis of bottom-up mask projection stereolithography based on cohesive zone model[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2017, 243: 184-196.
- [25] 宗学文, 肖涵, 徐文博, 等. 基于面成型光固化 3D 打印制件的尺寸精度[J]. 工程塑料应用, 2018(2): 41-46.
- ZONG Xuewen, XIAO Han, XU Wenbo, et al. Study on dimensional accuracy based on mask-projection stereolithography[J]. Engineering Plastics Application, 2018(2): 41-46.

作者简介: 刘小栋, 男, 1996 年出生。主要研究方向为增材制造与仿生制造。

E-mail: 1069148593@qq.com

连琴(通信作者): 女, 1971 年出生, 博士, 副教授, 博士研究生导师。主要研究方向为增材制造与仿生制造。

E-mail: lqiamt@mail.xjtu.edu.cn