

УДК678.049.4

студ. А.С. Заболотняя, магистрант И.А. Борисова  
Науч. рук. доц. М.С. Щербакова  
(кафедра химии и химической технологии органических соединений  
и переработки полимеров, ФГБОУ ВО ВГУИТ)

## **ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ ПОРОШКА ПОЛИАМИДА, ИСПОЛЬЗУЕМОГО В 3D-ПЕЧАТИ**

Селективное лазерное спекание (SLS) — метод аддитивного производства, используемый для создания функциональных прототипов и мелких партий готовых изделий. Принцип создания моделей в SLS принтере отличается тем, что в качестве исходного сырья используется порошкообразный термопластичный материал, который послойно спекается с помощью луча лазера.

Одной из важнейших задач является поиск способа рекуперации дорогостоящего порошка. Изделия, изготовленные из смеси с большим соотношением вторичного порошка теряют свои свойства: их поверхность становится шероховатой (такое явление принято считать появлением апельсиновой корки), повышается хрупкость, появляется вероятность деформации (скручивания) деталей.

Осуществлялись исследования порошка на основе полиамида-12, марки PA2200, модифицированный. Материал представляет собой порошок белого цвета, без запаха.

Были проведены такие исследования, как: дифференциальный термический анализ проводили с помощью установки для дифференциального термического анализа (ДТА); приближенные испытания, в которых оценивали разницу тепловых эффектов при плавлении первичного и вторичного порошков; определение динамической вязкости. Для того, чтобы выяснить, каким образом изменилась температура плавления образцов, нами были проведены исследования изменения показателя текучести расплава.

В результате исследований были получены фотографии микрочастиц порошков. Частицы первичного порошка имеют форму, более приближенную к сферической, в то время, как частицы вторичного порошка укрупнились и приобрели асимметричную форму. Это обусловлено процессами, происходящими при термическом окислении полиамидов: одной из особенностей технологии селективного лазерного спекания является переработка полимера в среде азота при температуре, близкой к температуре плавления порошка.

В атмосфере инертного газа имеются следы кислорода и при высоких температурах происходят окисление и термодеструкция полиамидов, при которых выделяются вода, двуокись углерода и небольшие количества аммиака. Предполагается, что после разрыва связей и присоединения кислорода, молекуле полиамида не удастся вернуться к шарообразному состоянию, частично слипаются и визуально это представляется появлением «наростов» и шероховатости на поверхности. Таким образом, была получена выборка, которая насчитывала более тысячи объектов.

Затем данные подвергались статистической обработке. Если у первичного порошка более 80% приходится на частицы заявленного производителем размера, то у вторичного, после каких-либо превращений, вызванных нахождением в рабочей камере принтера, это количество снижается до 30%.

Можно сделать вывод о фиксируемых различиях в геометрии исследуемых материалов: у вторичного порошка снизилось количество частиц мелкой фракции и появилось большое количество крупных частиц, что свидетельствует об их агломерации. А это может оказывать большое влияние на качество производимой продукции.

Различия геометрических и фракционных характеристик, увеличение степени деструкции вторичного порошка неминуемо окажет влияние и на степени его кристалличности или агрегации макромолекул. Это дает право предположить об изменении термодинамических свойств исследуемых материалов. В результате, были обнаружены пики на дифференциальной кривой в области температур плавления. Это свидетельствует о том, что при плавлении образцы полиамидных порошков ведут себя по-разному.

Гравиметрический анализ. Известно, что некоторые полиамиды обладают высоким показателем влагопоглощения. Учитывая, что полиамидные материалы, предназначенные для изготовления изделий методом 3D-печати, хранятся в негерметичной таре, а также претерпевают многократные перепады температур от комнатной до рабочей температуры принтера (175°C), можно предположить, что в порошке содержится большая доля влаги. В таком случае, это окажет негативное влияние на точность измерений ПТР.

Для определения влаги в образцах полиамидных порошков, был проведен гравиметрический анализ. Потери массы не превышают 0,25%, что совпадает с заявленным производителем влагопоглощением. Можно сделать вывод, что гигроскопичность

полиамидных порошков не оказывает значительного влияния на проведенные исследования показателя текучести расплава и ею можно пренебречь.

Определение динамической вязкости. Одним из выводов, при анализе полученных результатов, является увеличение температуры, необходимой для плавления вторичного порошка. Так же полученные данные являются косвенным доказательством агломерации частиц вторичного порошка.

Определение степени кристалличности. Изменение степени кристалличности подразумевает не полный переход из аморфного состояния в кристаллическое, а изменение соотношения различных фаз (которых в полимерах насчитывают до 7). Увеличение степени кристалличности у переработанного полимера считается аномалией. Но нарушение такой тенденции обусловлено особенностями технологии селективного лазерного спекания: после завершения процесса печати, принтер остывает в течение 10 часов. Медленное остывание под собственным весом необходимо для того, чтобы избежать деформации изделий.

Таким образом, продолжительное нахождение порошка в камере при температуре, близкой к температуре плавления, а затем длительное охлаждение до комнатной температуры представляет собой идеальные условия для роста кристаллической фазы.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Шутилин Ю.Ф., Щербакова М.С., Хрипушин В.В., Борисова И.А. Изучение характеристик порошков полимеров для 3D-печати // Вестник ВГУИТ., 2017, №4, с. 157–164.
2. Mengxue Y., Chang Z., Xiaoyong T. Design and Selective Laser Sintering of complex porous polyamide mould for pressure slip casting // Materials & Design Publ., 2016., P. 198–205.
3. Mys, N., Verberckmoes A., Cardon L. Processing of Syndiotactic Polystyrene to Microspheres for Part Manufacturing through Selective Laser Sintering // Polymers Publ., 2016, P. 11–15.
4. Kumaresan, T., Gandhinathan R., Ramu M. Design, analysis and fabrication of polyamide/hydroxyapatite porous structured scaffold using selective laser sintering method for bio-medical applications // Journal of mechanical science and technology Publ., 2016. P. 5305–5312.
5. Miron-Borzan C.S., Dudescu M.C., Abd Elghany K. Analysis of Mechanical Properties of Selective Laser Sintered Polyamide Parts Obtained on Different Equipment // Materiale plastice Publ., 2015. P. 39–42.