

Feasibility of using 3D extrusion printing method to make porous clay (kaolin) substrate

Niaz Bafte¹, Niusha Sadeghi¹, Hajar Ghanbari², Seyed Amir Ghaffari²

1- BA, Ceramics Group, School of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology

2- Assistant Professor, Ceramics Group, School of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology

Citation: Bafte N, Sadeghi N, Ghanbari H, Ghaffari SA. Feasibility of using 3D extrusion printing method to make porous clay (kaolin) substrate, Metallurgical Engineering, 2024; 27(3): 184-191 <https://doi.org/10.22076/me.2024.2009900.1391>

 <https://doi.org/10.22076/me.2024.2009900.1391>

ABSTRACT

In recent decades, additive manufacturing technology or 3D printing has attracted the attention of many researchers. This manufacturing method has made it possible to directly fabricate parts of the desired design, to manufacture complex parts that were practically impossible to produce with conventional manufacturing methods, and to reduce the consumption of raw materials. Additive manufacturing has become a suitable method for manufacturing parts in both academic and industrial fields. In this research, the goal is to construct a porous kaolin substrate in order to achieve an ideal ratio of water to clay. Considering the percentage of water and raw material and printing by extrusion method, the optimum percentage is equivalent to 40% water and 60% raw material. Comparing the XRD results showed that the kaolinite phase changed to metakaolin after heating, and the scanning electron microscopy and energy-dispersive spectroscopy results showed the microstructure of kaolinite and metakaolin and its constituent elements, respectively. Also, using the Archimedes method, the density of the samples with three-dimensional structure after heat treatment was measured, which was 2.2, 2.9, 2.4, and 2.49 g/cm³ for the samples heat-treated at temperatures of 1100, 1000, 900, and 1200, respectively.

Keywords: Additive manufacturing technology, porous substrate, 3D extrusion printing, kaolinite.

Received: August 29, 2023

Accepted: June 19, 2024

■ ■
***Corresponding Author:**

Hajar Ghanbari, PhD

Address: School of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science & Technology (IUST), Narmak, Tehran, Iran

Tel: +98 (21) 73228823

E-mail: hajar_ghanbari@iust.ac.ir

امکان سنجی استفاده از روش چاپ سه بعدی اکستروژنی برای ساخت زیرپایه متخلخل از رس (کائولن)

نیاز بافته^۱، نبوشا صادقی^۱، *هاجر قنبری^۲، سید امیر غفاری^۲

۱- کارشناسی، سرامیک، دانشکده مواد و متالورژی دانشگاه علم و صنعت ایران

۲- استادیار، سرامیک، دانشکده مواد و متالورژی دانشگاه علم و صنعت ایران

چکیده

در دهه های اخیر، فناوری ساخت افزایشی یا چاپ سه بعدی مورد توجه بسیاری از پژوهشگران قرار گرفته است. این روش ساخت، امکان تولید مستقیم قطعه از طرح مورد نظر، ساخت قطعات پیچیده که امکان تولید آن ها با روش های ساخت متداول عملاً ناممکن بود و کاهش مصرف مواد اولیه را میسر کرده است. ساخت افزایشی به روشی مناسب برای ساخت قطعات چه در زمینه های آکادمیک و چه در حوزه های صنعتی تبدیل شده است. در این پژوهش، هدف، ساخت زیرپایه متخلخل کائولنی به منظور رسیدن به نسبت ایده آل از آب به رس است. با در نظر گرفتن درصد آب و ماده اولیه و چاپ آن ها به روش اکستروژن، درصد ایده آل آب و ماده اولیه به عنوان سیستم بهینه که قابل چاپ شدن با دستگاه باشد معادل ۴۰٪ آب و ۶۰٪ ماده اولیه است. مقایسه نتایج XRD نشان داد فاز کائولینیت پس از حرارت دهی به متاکائون تبدیل شد و نتایج SEM و طیف EDS به ترتیب ریزساختار کائولینیت و متاکائولن و عناصر تشکیل دهنده آن را نشان داد. همچنین با استفاده از روش ارشمیدس چگالی نمونه ها با ساختار سه بعدی پس عملیات حرارتی اندازه گیری شد که برای نمونه های پخت شده در دماهای ۱۱۰۰، ۱۰۰۰، ۹۰۰ و ۱۲۰۰ به ترتیب ۲/۲، ۲/۹، ۲/۴ و ۲/۴۹ می باشد.

واژه های کلیدی: فناوری ساخت افزایشی، زیر پایه متخلخل، چاپ سه بعدی اکستروژنی، کائولن.

دریافت: ۱۴۰۲/۰۶/۰۷ | پذیرش: ۱۴۰۳/۰۳/۳۰

۱. مقدمه

فلز، مواد بایو و سرامیک می توان ساخت، اگرچه هنوز به پیشرفت مطلوب در حوزه مواد سرامیکی نرسیده است که بخشی از آن به علت نقطه ذوب بالای مواد سرامیکی است که باعث ایجاد محدودیت در استفاده از برخی روش های ساخت افزایشی شده است [۱]. روش های ساخت افزایشی مبتنی بر اکستروژن مواد، به دلیل اساس کار ساده از نظر مکانیکی و صرفه اقتصادی نسبت به سایر روش ها، به شدت در سال های اخیر مورد توجه قرار گرفته و یکی از گسترده ترین و پرکاربردترین فرایندهای موجود در زمینه ساخت افزایشی و به ویژه در مهندسی بافت و مواد زیستی هستند؛ چرا که این روش مصرف مواد زیستی را به کمینه کرده و فرایند مناسبی را برای ساخت داربست ها و مواد متخلخل پیشنهاد می کند [۶، ۷، ۸]. با توجه به ویژگی های بیان شده برای

ساخت افزایشی فناوری در دهه های اخیر در بخش های گوناگون صنعت توسعه یافته است. این فناوری تسهیل ساخت قطعات پیچیده ای که امکان تولید آن ها به روش های سنتی میسر نبوده و همچنین در زمان کوتاه و با هزینه های کم، به گزینه ای مناسب برای ساخت قطعات تبدیل شده است. به کمک این روش، فایل های شکل طراحی شده به قطعه ی نهایی مدنظر تبدیل می شود. با وجود برتری های مشهود روش ساخت افزایشی بر سایر روش های ساخت قطعات، به کار گیری آن در صنعت هنوز با مشکلاتی مانند بهره وری کم، کیفیت پایین در برخی محصولات ساخته شده و همچنین عدم دستیابی به خواص مکانیکی مطلوب برای قطعه نهایی مواجه است [۱]. به کمک ساخت افزایشی بدنه هایی از جنس پلیمر،

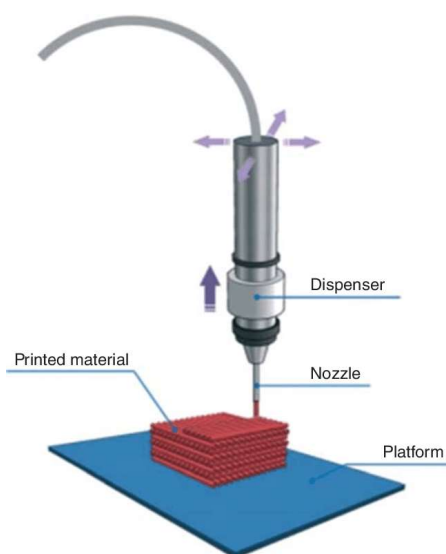
* نویسنده مسئول:

دکتر هاجر قنبری

نشانی: تهران، دانشگاه علم و صنعت ایران، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی

تلفن: ۷۳۲۲۸۸۲۳ (۲۱) ۹۸+

پست الکترونیکی: hajar_ghanbari@just.ac.ir



شکل ۱: طرحواره روش روبوکستینگ [۸].

فرمولاسیون‌های بر پایه آب، بر پایه حلال و یا بر پایه قابلیت عمل‌آوری با نور. با این حال، این فرمولاسیون‌ها دچار چالش‌هایی در عمل هستند. فرآیند سخت‌سازی یک ساختار با فرمولاسیون بر پایه آب یا حلال، به سادگی به وسیله تبخیر سطحی آب یا مایع فرار انجام می‌شود، اما این عمل با مشکلات زیادی نظیر تردی قطعات و کنترل ضعیف روی فرآیند خشک‌سازی همراه است. این امر می‌تواند به انقباض‌های عرضی نامتناسب و ترک منجر شود. در فرمولاسیون‌های بر پایه قابلیت عمل‌آوری با نور، با بهینه‌سازی شدت و زمان عمل‌آوری، یک عمل‌آوری یکنواخت و دقیق قابل حصول است [۹].

در این سیستم، جوهر با یک جریان پیوسته به صورت جوهر غلیظ و یا خمیر از یک یا چند نازل اکستروژن می‌شود تا یک رشته خارج شود. سپس همزمان با حرکت آن به صورت افقی و عمودی، لایه لایه قطعه مورد نظر ساخته می‌شود. قطر جوهر (فیلامنت) چاپ شده، بر اساس قطر نازل، رئولوژی جوهر و سرعت چاپ تعیین می‌شود [۱۰].

رویکرد این پژوهش، بررسی امکان ساخت زیر پایه متخلخل از جنس کائولن به روش اکستروژن می‌باشد. در این پژوهش با بررسی درصد‌های متفاوت از آب و کائولن تلاش بر آن است که با مصرف کمترین میزان آب به مخلوطی از مواد اولیه که قابلیت چاپ به روش اکستروژن و به صورت زیر پایه متخلخل را دارد، دست پیدا کرد.

فرایندهای مبتنی بر اکستروژن، از جمله روش‌هایی که در زمره فرایندهای اکستروژنی قرار می‌گیرند، می‌توان به موارد FDM^۱، PED^۲، MJS^۳، FFF^۴، چاپ زیستی سه‌بعدی^۵ و روبوکستینگ^۶ اشاره کرد [۱،۲،۳].

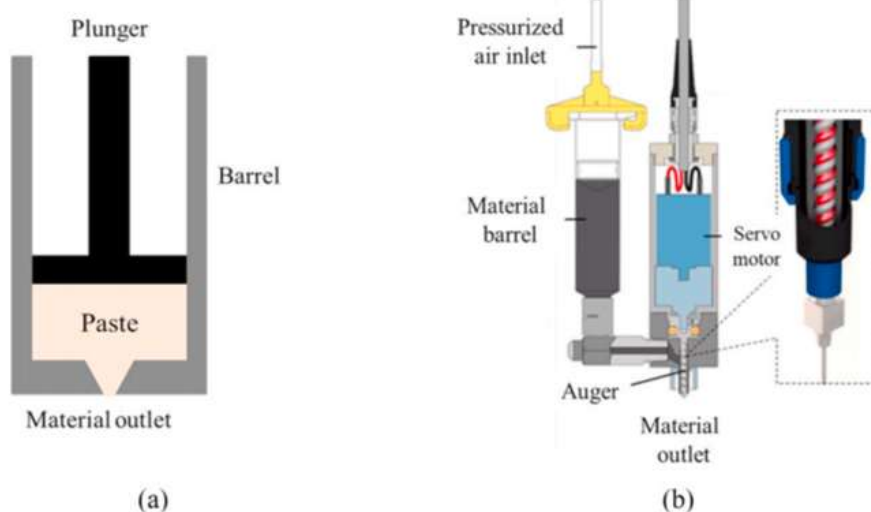
به واسطه سادگی نسبی و امکان انتخاب دامنه گسترده‌ای از مواد، روبوکستینگ یک روش محبوب برای چاپ سه‌بعدی است [۵]. در این فرآیند، ماده از درون یک نازل جریان می‌یابد و مطابق با یک مسیر از قبل تعیین شده، روی یک سطح می‌ریزد و انباشته می‌شود. مشابه سایر فرایندهای اکستروژن، روبوکستینگ عمدتاً برای مایعات، هیدروژل‌ها، ژل‌های کلئیدی و سوسپانسیون‌ها استفاده می‌شود [۴،۲].

روبوکستینگ در دمای اتاق انجام می‌شود. در نتیجه، قطعات تولید شده با این روش برخلاف سایر روش‌های ساخت افزایشی با دماهای بالا، دچار تنش‌های حرارتی و باقی‌مانده در قطعه نمی‌شوند [۶]. به واسطه توانایی روبوکستینگ در فشرده‌سازی ذرات در کنار هم، امکان دستیابی به ساختارهای مستحکم و با چگالی بالا به وسیله عملیات تفجوشی بعد از چاپ وجود دارد [۷]. شمای کلی چاپ روبوکستینگ در شکل ۱، نمایش داده شده است.

این فرآیند اساساً بدون چسب و با کمتر از ۱٪ مواد غیرمعدنی انجام می‌شود. ساخت، خشک‌کردن و تفجوشی کامل قطعات می‌تواند در کمتر از ۲۴ ساعت انجام شود [۳].

مواد اولیه برای فرآیند روبوکستینگ عبارت‌اند از:

- 1 Fused Deposition Modeling
- 2 Precise Extrusion Deposition
- 3 Multiphase Jet Solidification
- 4 Freeze-From extrusion Fabrication
- 5 3D Bioplotting
- 6 Robocasting



شکل ۲: سازوکارهای استفاده شده در ریوکستینگ [۱۱].

جدول ۱: درصد وزنی مواد اولیه موجود در آمیز

کد نمونه	درصد وزنی کائولن (%)	درصد وزنی آب (%)
۱	۵۰	۵۰
۲	۵۵	۴۵
۳	۶۰	۴۰
۴	۶۵	۳۵
۵	۷۰	۳۰

۲. مواد و روش تحقیق

مواد اولیه

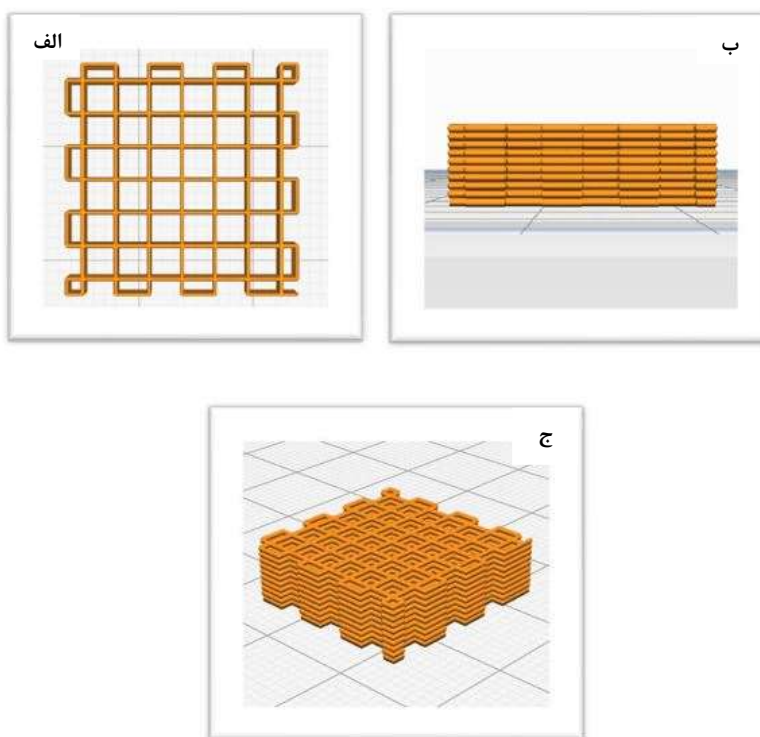
مواد اولیه مورد استفاده در این پژوهش شامل آب و خاک رس (کائولن زدلیز) با خلوص بیش از ۹۰ درصد می باشد.

آماده سازی خمیر چاپ

برای تهیه خمیر چاپ از آب مقطر به عنوان محیط پراکنده کردن رس کائولن استفاده شد. درصد مقادیر اضافه شده از هر ماده اولیه در جدول ۱، گزارش شده است. با اضافه کردن پودر کائولن به آب در چند مرحله، خمیر مورد نظر آماده شد. ابتدا ذرات کائولن با استفاده از دستگاه آسیاب ماهواره ای، خرد شده و از الک با مش ۲۰۰ عبور داده شد. پس از آماده سازی پودر کائولن با توجه به وزن پودر و آب، آمیزه ای ساخته شد. پس از ساخت آمیز برای هر گروه، هر یک از آمیزها به مدت

۱۰ الی ۱۵ دقیقه با دست ورز داده شد. مدلی مشبک با استفاده از نرم افزار SolidWorks طراحی گردید؛ در ادامه برای تبدیل فایل طراحی شده به فرمتی قابل پردازش برای چاپگر سه بعدی، از نرم افزار Ultimaker Cura استفاده شد. با استفاده از این نرم افزار لایه های نمونه و متغیرهای فرآیند چاپ تعیین و در قالب فایل جی-کد^۷ آماده انتقال به چاپگر گردید. خروجی نهایی طراحی در شکل ۳، گزارش شده است. چاپگر مورد استفاده در این پژوهش، مدل رونیا^۸ بود که از محصولات شرکت سیزان^۹ است. پس از طی مراحل ساخت و آماده سازی خمیر و متغیرهای فرآیند چاپ، مقداری خمیر وارد سرنگ تغذیه دستگاه شد و پس از طی مراحل تنظیم فشار و انتقال فایل جی-کد به چاپگر، فرآیند چاپ آغاز گردید. پس از آزمایش تمام بچ های ساخته شده با درصد ای متفاوت، تنها بچ که قابلیت چاپ شدن را داشت دارای ترکیب ۴۰٪ آب و ۶۰٪ کائولن بود.

7 G-code
8 Ronia
9 Sizan



شکل ۳: خروجی نهایی فرآیند طراحی قطعه الف) از بالا ب) از بغل و ج) به صورت سه‌بعدی.

نمونه‌های ساخته شده، درون کوره مایکروویو قرار گرفتند. کوره مایکروویو مورد استفاده از مدل مایکروژنیت، ساخت شرکت پالس نیرو بود. دماهای تعیین شده برای انجام آزمایش، ۸۰۰، ۹۰۰، ۱۰۰۰، ۱۱۰۰ و ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد بود که هر نمونه با سرعت افزایش دمایی در حدود ۱۰۰ درجه سانتیگراد در دقیقه به دمای مورد نظر رسید، سپس کوره خاموش شد و نمونه درون کوره سرد گردید. سپس چگالی نمونه‌ها به روش ارشمیدس مشخص شد و با استفاده از معادله های ۳، ۲، ۱ و چگالی کل، چگالی ظاهری، درصد تخلخل باز و درصد جذب آب هر نمونه اندازه‌گیری شد که نمادهای S ، D و I به ترتیب بیانگر مقدار گرم وزن خشک، اشباع و غوطه وری نمونه‌ها هستند.

$$\text{چگالی کل} = \frac{D}{S-I} \quad (1)$$

$$\text{چگالی ظاهری} = \frac{D}{D-I} \quad (2)$$

$$\text{درصد تخلخل باز} = \frac{S-D}{S-I} \times 100 \quad (3)$$

$$\text{درصد جذب آب} = \frac{S-D}{D} \times 100 \quad (4)$$

۳. نتایج و بحث

از میان بچ‌های ساخته شد تنها بچ حاوی ۴۰٪ آب و ۶۰٪ کائولن قابلیت چاپ شدن را داشت. بنابراین از این ترکیب پنج نمونه ساخته و در دماهای متفاوت پخت شد.

جدول ۲: نتایج تست چگالی به روش ارشمیدس

دمای پخت نمونه	حجم کل (cm^3)	حجم ظاهری (cm^3)	چگالی کل (g/cm^3)	تخلخل باز	چگالی ظاهری (g/cm^3)	درصد جذب آب
۹۰۰	۱/۰۴۵	۰/۵۵۵	۱/۳۱	۰/۴۷	۲/۴۶۵	۰/۳۶
۱۰۰۰	۱/۱۹	۰/۷۳	۱/۷۹	۰/۳۹	۲/۹۲	۰/۲۲
۱۱۰۰	۱/۰۸	۰/۷۷	۱/۵۷	۰/۲۹	۲/۲۱	۰/۱۸
۱۲۰۰	۰/۹۱	۰/۷۶	۲/۰۸	۰/۱۶	۲/۴۹	۰/۰۸

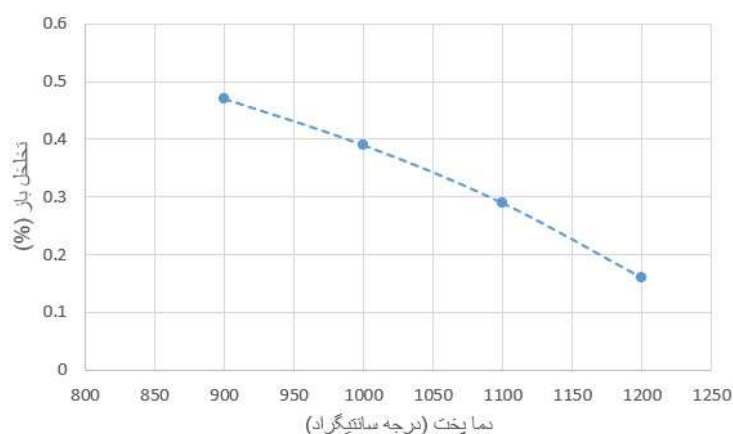
چگالی و تخلخل

چگالی نمونه‌های پخت شده به روش ارشمیدس گرفته شده. چگالی کل، چگالی ظاهری، درصد تخلخل باز و درصد جذب آب هر نمونه اندازه‌گیری و در جدول ۲، گزارش شده است.

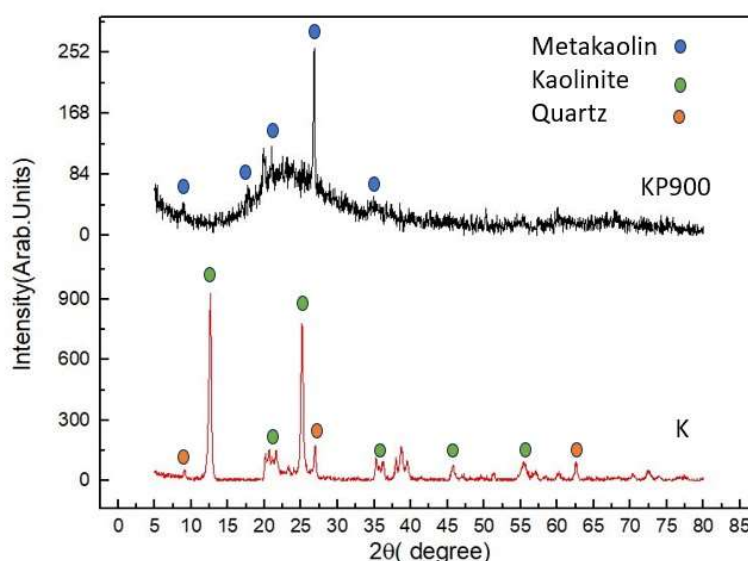
همان‌گونه که مشاهده می‌شود و در شکل ۴، نشان داده‌شده است با افزایش دمای پخت میزان تخلخل باز قطعات کاهش پیدا کرده است. بدیهی است که به دلیل کاهش تخلخل با افزایش دما، چگالی ظاهری و چگالی کل افزایش پیدا می‌کند.

بررسی فازی

آنالیز پراش پرتو ایکس زیر پایه و رس کائولینیت، در شکل ۵، نشان داده شده است. نمودار K نشان‌دهنده کائولینیت استفاده شده در چاپ قطعات است، و نمودار KP۹۰۰ زیر پایه متخلخل از جنس رس است که در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد پخت داده شده است. الگوی XRD نمونه پخته شده در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد به کمک نرم افزار Xpert HighScore Plus فاز شناسایی شد. برای رس اولیه کائولن به شماره کارت JCPDS NO. 89-6538 و برای زیر پایه متخلخل رسی پخت شده در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد متاکائولن به شماره کارت JCPDS NO. 14-164 می‌باشد.



شکل ۴: درصد تخلخل باز بر حسب دمای پخت.



شکل ۵: آنالیز پراش پرتو ایکس رس و رس پخته‌شده در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد.

آنالیز ریزساختاری

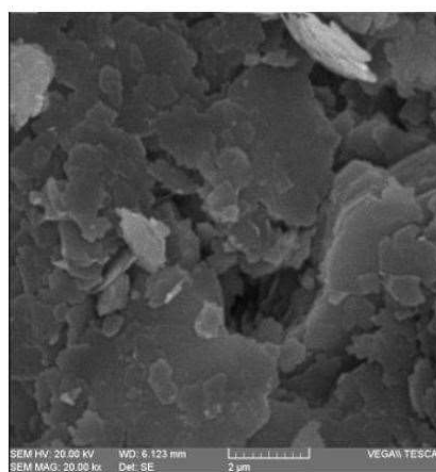
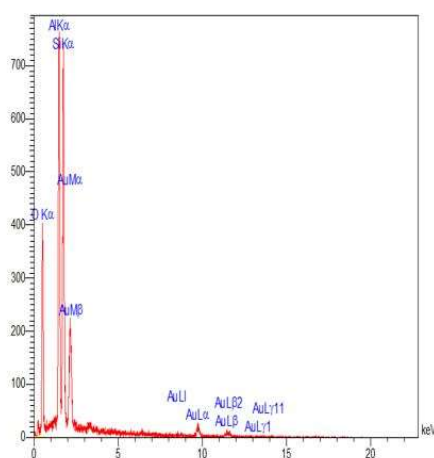
رس اولیه

تصویر SEM و نمودار EDS رس اولیه در شکل ۶، مشاهده می‌شود. در تصویر SEM ساختار لایه لایه رس مشاهده می‌شود و همچنین در نمودار EDS نیز عناصر سازنده رس یعنی Al، Si و O دیده می‌شود.

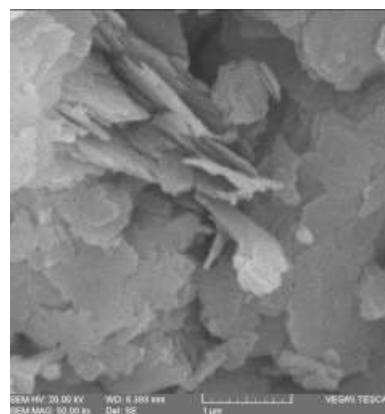
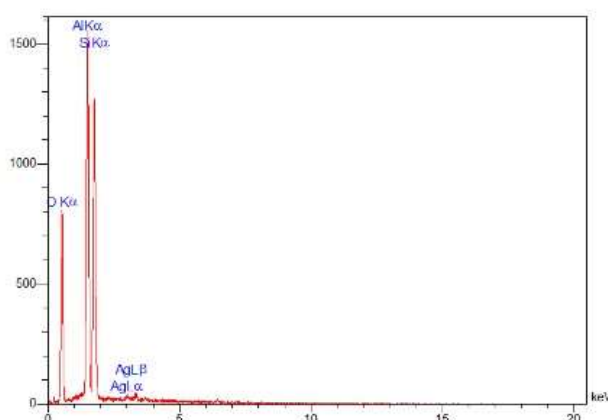
رس پخته شده

تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی از سطح مقطع

زیرپایه متخلخل رسی در شکل ۷، ارائه شده است. همانگونه که در شکل ۷، مشاهده می‌شود ذرات رس به صورت لایه لایه روی یکدیگر قرار گرفته و فاز سوزنی دید می‌شود و شکل حاصل نشان‌دهنده فاز متاکائولن می‌باشد و مطابق با فاز تشخیص داده شده در نتیجه آنالیز پراش پرتو ایکس است. در شکل ۷، نمودار EDS زیر پایه رسی متخلخل قابل مشاهده می‌باشد. از آنجایی که زیر پایه چاپ شده از جنس رس بود است و تنها ماده مورد استفاده در تهیه خمیر به منظور چاپ آب بوده و از هیچ ماده افزودنی استفاده نشده است، بنابراین در نمودار EDS تنها عناصر تشکیل دهنده رس مشاهده می‌شود.



شکل ۶: تصویر SEM و طیف EDS رس اولیه.



شکل ۷: تصویر SEM زیر پایه متخلخل رسی و طیف EDS زیر پایه رسی متخلخل.

References

- [1] R. Galante, C. G. Figueiredo-Pina, and A. P. Serro, "Additive manufacturing of ceramics for dental applications: A review," *Dent. Mater.*, vol. 35, no. 6, pp. 825-846, 2019.
- [2] I. Rodrigues et al., "Development of free binder zirconia-based pastes for the production of dental pieces by robocasting," *J. Manuf. Process.*, vol. 57, no. March, pp. 1-9, 2020.
- [3] Bikas, H., P. Stavropoulos, and G. Chryssolouris, Additive manufacturing methods and modelling approaches: a critical review. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2016. 83(1): p. 389-405.
- [4] C. Silbernagel, "Additive Manufacturing 101-4: What is material jetting?," *Canada Makers*, 2018.
- [5] Zhang, D., et al., A 3D-printing method of fabrication for metals, ceramics, and multi-materials using a universal self-curable technique for robocasting. *Materials Horizons*, 2020. 7.
- [6] El Moumen, A., M. Tarfaoui, and K. Lafdi, Modelling of the temperature and residual stress fields during 3D printing of polymer composites. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2019. 104(5- 8): p. 1661-1676.
- [7] Feilden, E., et al., Robocasting of Structural Ceramic Parts with Hydrogel Inks. *Journal of The European Ceramic Society*, 2016. 36: p. 2525-2533.
- [8] Saggiomo, V., 3D Printed Devices for Catalytic Systems. 2020. p. 369-408.
- [9] A. M. T. Syed, P. K. Elias, B. Amit, B. Susmita, O. Lisa, & C. Charitidis, "Additive manufacturing: scientific and technological challenges, market uptake and opportunities," *Materials today*, Vol. 1, pp. 1-16, 2017.
- [10] J. A. Lewis, J. E. Smay, J. Stuecker, and J. Cesarano, "Direct ink writing of three-dimensional ceramic structures," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 89, no. 12, pp. 3599-3609, 2006.
- [11] Balani, S.B., et al., Processes and materials used for direct writing technologies: A review. *Results in Engineering*, 2021. 11: p. 100257.

۴. نتیجه گیری

نتایج کلی به دست آمده به این صورت است که در این پژوهش درصد های متفاوتی از آب و خاک رس کائولن به منظور یافتن ترکیب قابل چاپ ساخته شد و از میان ترکیبات ساخته شده، ترکیب حاوی ۶۰٪ کائولینیت و ۴۰٪ آب به عنوان ترکیب قابل چاپ بدست آمد. از ترکیب مورد نظر ۵ نمونه چاپ و در دماهای ۹۰۰، ۱۰۰۰، ۱۱۰۰ و ۱۲۰۰ پخت شد و با توجه به چگالی و درصد تخلخل باز بدست آمده به روش ارشمیدس قطعه پخت شده در دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد دارای کمترین چگالی و بیشترین درصد تخلخل باز است. همچنین از قطعه پخت شده در دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد آنالیزهای XRD و SEM گرفته شد. آنالیز فازی نشان داده که رس اولیه کائولن است و رس پخته شده متاکائولن می باشد و همچنین آنالیز ریزساختاری ساختار لایه لایه رس اولیه و همچنین ساختار سوزنی رس پخته شده را نشان داد.