

<http://pmse.scu.edu.cn>

高性能聚醚醚酮熔融沉积成型及真空放气特性

高佳丽¹, 李伟奇¹, 董琴¹, 汪徐¹, 郝云波²

(1. 上海理工大学 机械工程学院, 上海 200093; 2. 上海航天设备制造总厂有限公司, 上海 200245)

摘要:采用四因素四水平正交试验设计研究了熔融沉积成型(FDM)工艺参数(喷嘴温度、平台温度、打印速度和层厚)对聚醚醚酮(PEEK)试样力学性能(拉伸强度、断裂伸长率)和表面粗糙度影响的显著性,并得到了优化工艺参数组合。结果表明,在喷嘴温度420 °C、扫描速度20 mm/s、平台温度140 °C、层厚0.2 mm的条件下,PEEK试样拉伸强度可达到86.28 MPa,接近注塑PEEK件的强度;此外,弹性模量为2.14 GPa,断裂伸长率为11.36%,表面粗糙度为12.17 μm。进一步的,开展了FDM成型PEEK零件材料的真空放气性能测试试验,结果表明,质量损失率为0.72%、可凝挥发物量为0.03%,满足空间环境材料真空放气性能要求。最后,面向航天领域应用制备了典型的PEEK星载天线指向机构。

关键词:聚醚醚酮;熔融沉积成型;正交试验设计;真空放气测试

中图分类号:

文献标识码:A

文章编号:1000-7555(2024)12-000

聚醚醚酮(PEEK)是一种耐高温、具有优异力学性能的热塑性聚合物,其持续使用温度可高达260 °C^[1]。与传统金属材料(如铝、钢)相比,其具有比强度高的显著特点。采用熔融沉积成型技术,可实现PEEK零件单件小批量、复杂结构一体化快速成型,降低装配成本,在航空航天领域有极大的应用价值^[2]。

熔融沉积成型(FDM)技术是目前最常用的热塑性聚合物增材制造技术,通过将长丝送入高温喷嘴中熔融呈半液体态并连续挤出,逐层沉积构建零件^[3]。与传统PEEK加工方法(如注射成型、模压成型)相比,具有操作简便、无模制造、成本低廉等特点。然而,PEEK熔融温度高、熔体黏度大、结晶速率快^[4],其成型件的力学性能受到FDM加工参数(如喷嘴温度、平台温度、打印速度和层厚等)的显著影响。

近年来,众多研究学者开展并探索了FDM工艺参数对PEEK成型件力学性能的影响。Sood等^[5]研究了层厚对成型试样力学性能的影响,发现试样拉伸强度随着打印层厚度的增加而降低。Sun等^[6]通过

调节FDM成型过程中的平台温度、腔室温度和填充比,提高了PEEK的黏结强度,进而提高了PEEK成型件的力学性能,最大拉伸强度为77 MPa。Yang等^[7]研究了不同的热处理方法对PEEK试样结晶度和力学性能的影响,发现退火法能获得更高的结晶度和力学性能。Ding等^[8]研究发现,当喷嘴温度从360 °C到420 °C过程中,PEEK试样拉伸强度和密度的增加是由于打印过程中试样内部分气孔排出所致。Wang等^[9]研究了FDM成型过程中喷嘴温度、打印速度、层厚对PEEK成型试样力学性能和表面质量的影响,最大拉伸强度为76 MPa。然而大多数学者只考虑了独立的工艺参数对PEEK成型件力学性能的影响,目前仍缺乏对FDM成型PEEK零件各工艺参数影响的综合分析和显著性分析,以及通过优化成型工艺参数的方式提升FDM打印PEEK材料的力学性能。

此外,对于空间应用材料,尤其是聚合物材料而言,关键问题之一是空间环境急剧的压力变化可能导致的真空放气现象^[10]。其一方面会导致材料自身

性能衰退；另一方面释放出的气体会污染周围光学元器件^[11]，严重影响航天器结构件的性能及寿命。PEEK材料是为数不多的具有优异力学性能的同时，又能满足真空放气标准要求的聚合物材料，VICTREX®PEEK已被列入NASA航天器材料放气测试数据中的低放气部分^[12]。FDM成型零件，由于逐层叠加的制备特点，相比注塑、模压成型方式，易导致层间存在较多的孔隙，进而降低该材料的真空放气性能，然而，目前对于FDM成型PEEK材料的真空放气性能报道有限，因此，为验证FDM成型PEEK零件在航空领域的可行性，亟需开展相应的真空放气特性试验研究。

为解决上述问题，本文采用四因素四水平正交试验设计研究了喷嘴温度、平台温度、打印速度和层厚对PEEK试样的拉伸强度、断裂伸长率和表面粗糙度的影响，对各因素影响的显著性进行了对比分析，并得到了优化工艺参数组合，为FDM可控高性能成型PEEK零部件提供了技术参考。此外，开展了FDM成型PEEK零件的真空放气性能测试试验，探

索了FDM成型的PEEK试样的空间环境服役性能，有助于推动聚醚醚酮材料在航天飞行器领域的应用，最后制备了星载天线指向机构，是航天应用工程的典型案例。

1 试验部分

1.1 试验设计

FDM成型PEEK是一个复杂的过程，如Fig.1(a)所示。由于PEEK熔融温度高(343 °C)、熔体黏度(675 Pa·s)大，成型过程中结晶速率快^[13]，因此众多工艺参数，如腔室温度、喷嘴温度、平台温度等温度特性参数，喷嘴直径、扫描速度、打印层厚等成型策略参数，丝材直径等材料特性参数，均会影响成型件的性能。结合PEEK材料自身特性，以及前人的研究^[9,14,15]，本文选取了4个FDM关键工艺参数(喷嘴温度(390~420 °C)、扫描速度(20~50 mm/s)、平台温度(125~140 °C)和层厚(0.1~0.25 mm))进行了四因素四水平正交试验设计，其他工艺参数如腔室温度设置为90 °C(设备所能达到的最大腔室温度)、填充率

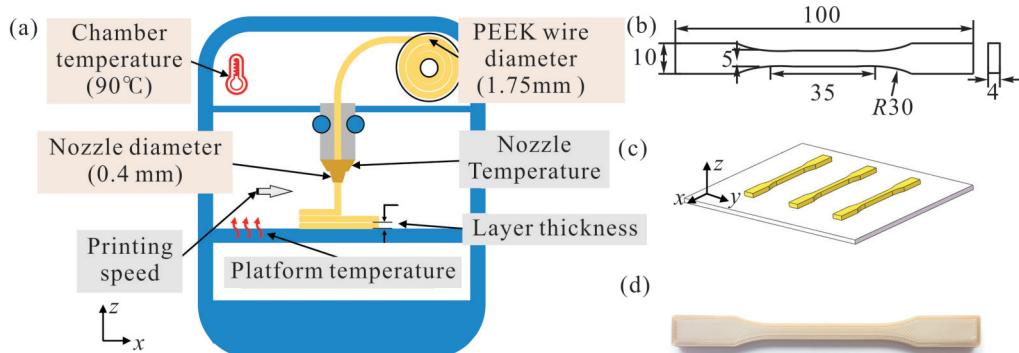


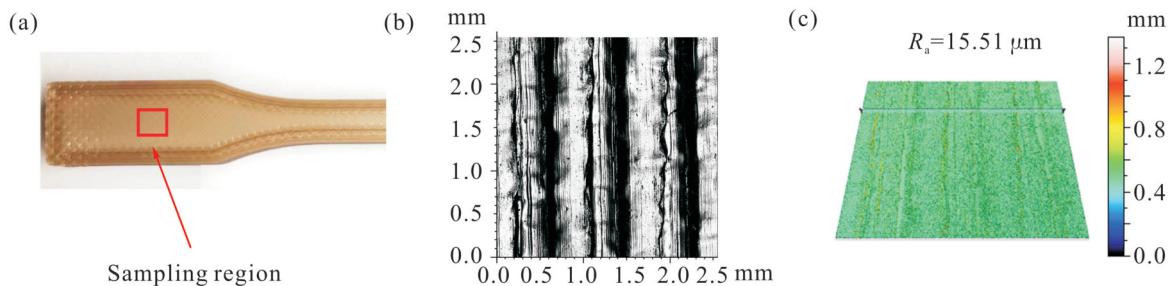
Fig. 1 FDM printing of PEEK samples: (a) schematic of FDM printed PEEK sample; (b) design dimensions of PEEK sample; (c) printing direction and quantity; (d) FDM printed PEEK sample

Tab.1 Orthogonal factor level design of FDM process parameters

Level	Factor			
	Nozzle temperature /°C(A)	Printing speed /(mm·s⁻¹)(B)	Platform temperature /°C(C)	Layer thickness /mm(D)
1	390	20	125	0.1
2	400	30	130	0.15
3	410	40	135	0.2
4	420	50	140	0.25

Tab. 2 Orthogonal experimental design of FDM process parameters

Sample	A	B	C	D
1	390	20	125	0.1
2	390	30	130	0.15
3	390	40	135	0.2
4	390	50	140	0.25
5	400	20	130	0.25
6	400	30	125	0.2
7	400	40	140	0.15
8	400	50	135	0.1
9	410	20	135	0.15
10	410	30	125	0.1
11	410	40	140	0.25
12	410	50	130	0.2
13	420	20	140	0.2
14	420	30	135	0.25
15	420	40	130	0.1
16	420	50	125	0.15

**Fig. 2 Surface roughness characterization of the typical PEEK sample: (a) selected sampling region; (b) micrograph of the sampling region; (c) surface roughness characterization result**

100%、喷嘴直径 0.4 mm。正交因素水平如 Tab.1 所示, 正交试验参数设计如 Tab.2 所示。

1.2 原料与设备

本文参照塑料拉伸性能测定标准 GB/T 1040.2-2022 设计拉伸试样, 试样尺寸如 Fig.1(b) 所示。采用直径 1.75 mm 的商品化 PEEK 长丝 (PEEK K10, Kexcelled), 基于商用 FDM 设备 (FUNMAT- HT, INTAMSYS) 完成本文试样的成型制备。为保证 PEEK 丝材原料的干燥性, 制备前, 采用烘箱 (DZF-6090) 将 PEEK 长丝在 150 °C 干燥 5 h。同时, 预热腔室 30 min, 以保证腔室温度的均匀性。制备完成后,

立即取出所有样品, 自然冷却至室温。为减少试验及测试误差, 每组工艺参数制备 3 个样品, 如 Fig.1(c) 所示。制备的样品实物如 Fig.1(d) 所示。

1.3 测试与表征

1.3.1 表面粗糙度及力学性能测试: 采用激光共聚焦显微镜 (LSM-900, ZEISS) 测试 PEEK 拉伸试样的表面粗糙度。如 Fig.2(a) 所示, 为试样的表面粗糙度表征区域。Fig.2(b) 和 Fig.2(c) 分别为 Tab.2 中典型试样 Sample8 (喷嘴温度 400 °C、扫描速度 50 mm/s、平台温度 135 °C、层厚 0.1 mm) 的显微照片和表面粗糙度表征结果。为减小测量误差, 每个试样表面测量 3

次后取平均值。PEEK 拉伸试样共 16 组, 拉伸试样在通用拉伸试验机(INSTRON 5967, 美国 Instron)上进行, 拉伸速率设定为 2 mm/min。设计正交试验对表征结果进行方差和极差分析, 进而分析不同工艺参数对 PEEK 试样的拉伸强度、断裂伸长率及表面粗糙度影响的显著性, 并得到优化工艺参数组合。

1.3.2 真空放气性能测试:空间光学仪器和敏感元件对有机分子污染非常敏感, 材料的放气行为会产生污染物, 从而可能会影响光学仪器的使用。非金属聚合物材料的放气是造成空间光学仪器污染的主要原因。非金属聚合物材料在真空环境压力急剧变化下材料内部孔隙中的气体或表面某些成分发生分解或溶解而脱离材料表面, 出气分子凝结在敏感元件表面, 容易造成系统污染, 从而影响航天器可靠性和寿命^[16]。本文依据空间环境材料真空放气测试标准 ASTM E595^[17], 即评估材料在真空中放气时总质量损失(TML , 式(1))和收集的可凝挥发物($CVCM$, 式(2))的标准试验方法, 对 FDM 打印 PEEK 试样的真空放气性能进行了测试。

$$TML = \frac{S_i - S_f}{S_i} \quad (1)$$

式中: S_i ——试样初始质量, g; S_f ——试样终止质量, g。

$$CVCM = \frac{C_f - C_i}{S_i} \quad (2)$$

式中: C_i ——收集物初始质量, g; C_f ——收集物终止

质量, g。

依据空间环境材料真空放气测试标准, 空间环境材料应满足 $TML < 1\%$, $CVCM < 0.1\%$ 。试验测试结果中还包括回收质量损失(RML)和水汽回收量(WVR), 其中 RML 为不吸收水分的试样本身的质量损失,

$$RML = RML - WVR \quad (3)$$

真空放气测试原理如 Fig.3(a) 所示。测试设备主要由真空室、加热室、收集室、收集板等部分组成。本文采用的真空放气设备为 OTS-E595, 如 Fig.3(b) 所示, 检测精度可达 1 μg。测试在真空中~10⁻⁶ torr 压力下进行, 采用正交试验优化后的 FDM 工艺参数制备 PEEK 测试试样(10 g), 分成 4 组, 分别为 Sample-1, Sample-2, Sample-3 和 Sample-4。每组 100~300 mg 放置在 10 mm×12 mm×6 mm 的样品舱中(见 Fig.3(c)), 样品舱被放置在温度控制的加热室内, 加热室有一个面向收集板的排气口, 用于收集可凝挥发物。加热室温度保持在 125 °C, 收集板的温度保持在(25 ± 0.5) °C, 放气试验中, 持续收集可凝挥发物 24 h。

2 结果与讨论

2.1 因素显著性分析

PEEK 试样的拉伸试验测试结果及表面粗糙度表征结果如 Tab.3 所示。为了研究 FDM 不同的工艺参数对 PEEK 试样力学性能影响的显著性, 基于

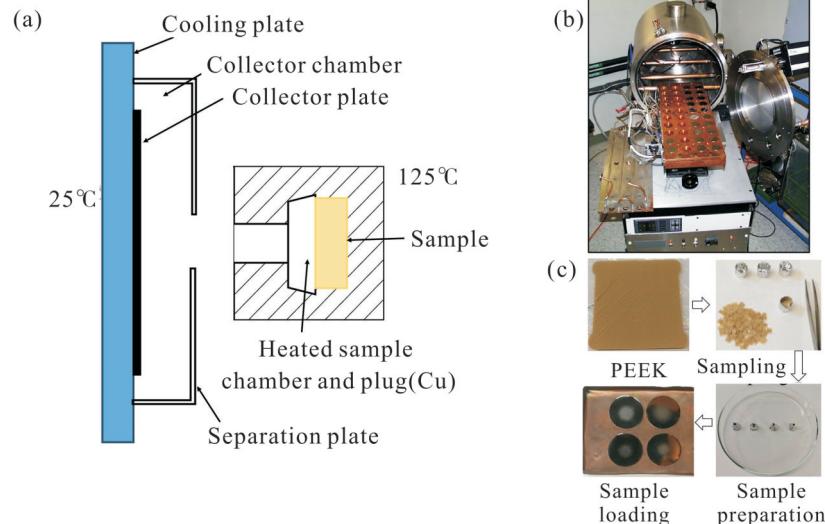


Fig. 3 Vacuum outgassing test principle, equipment and loading process: (a) working principle diagram; (b) vacuum outgassing equipment; (c) sample loading process

Tab. 3 Mechanical properties of PEEK specimens

Sample	Tensile strength/MPa	Elastic modulus/GPa	Elongation at break/%	Roughness/ μm
1	74.68 \pm 0.41	2.62 \pm 0.10	10.03 \pm 2.49	9.31 \pm 0.38
2	73.14 \pm 1.32	1.59 \pm 0.22	8.21 \pm 1.02	8.02 \pm 0.74
3	75.26 \pm 0.55	2.27 \pm 0.77	8.62 \pm 2.27	9.34 \pm 1.25
4	75.90 \pm 0.49	1.67 \pm 0.42	9.40 \pm 0.14	10.73 \pm 0.54
5	76.53 \pm 0.86	1.98 \pm 0.60	9.78 \pm 1.57	7.92 \pm 0.75
6	74.35 \pm 0.26	2.31 \pm 0.61	9.90 \pm 2.92	7.77 \pm 0.68
7	80.89 \pm 1.20	2.98 \pm 0.44	11.54 \pm 3.55	9.85 \pm 0.43
8	75.41 \pm 0.58	2.06 \pm 0.33	12.20 \pm 1.13	11.43 \pm 0.51
9	80.37 \pm 0.52	2.73 \pm 0.40	11.97 \pm 2.50	6.64 \pm 0.71
10	77.40 \pm 0.66	2.66 \pm 0.17	23.44 \pm 15.20	8.27 \pm 0.48
11	76.75 \pm 1.08	1.90 \pm 0.58	11.19 \pm 2.56	9.19 \pm 0.73
12	78.48 \pm 1.03	2.36 \pm 0.44	12.91 \pm 4.66	9.56 \pm 1.40
13	86.28 \pm 0.79	2.14 \pm 0.04	11.36 \pm 1.05	12.17 \pm 1.42
14	81.61 \pm 0.15	2.21 \pm 0.38	11.47 \pm 1.12	12.41 \pm 0.69
15	83.25 \pm 0.52	2.19 \pm 0.48	20.11 \pm 8.91	14.84 \pm 1.59
16	76.09 \pm 0.55	1.97 \pm 0.55	10.39 \pm 1.13	7.25 \pm 0.37

Tab. 4 Test for between-subjects effects of tensile strength

Dependent variable: Tensile strength/MPa

Source	Type III sum of squares	df	Mean square	F	Sig.
A	320.583	3	106.861	45.843	.000
B	59.094	3	19.698	8.450	.000
C	113.415	3	37.805	16.218	.000
D	43.444	3	14.481	6.212	.002
Error	81.586	35	2.331		
Total	618.122	48			

SPSS 方差分析开展了喷嘴温度(A)、扫描速度(B)、平台温度(C)、层厚(D)4个工艺参数对PEEK试样拉伸强度、断裂伸长率及表面粗糙度影响的显著性研究,进一步通过极差分析得到了优化的工艺参数组合。

2.1.1 拉伸强度:通过SPSS进行主体间效应检验,其中df为各列自由度,F值为检验统计量产值,Sig.值为显著性。如Tab.4所示的方差分析后可知,喷嘴温度(A)、扫描速度(B)、平台温度(C)、层厚(D)的Sig.值均小于0.05,表明A,B,C和D因素对拉伸强度均具有显著影响。根据F值可知,喷嘴温度(A)、

扫描速度(B)、平台温度(C)、层厚(D)影响的显著性由大到小排序为A>C>B>D。

其原因在于,PEEK材料是一种半结晶型聚合物,晶格结构和结晶度会显著影响其力学性能,而FDM成型过程中的温度参数(喷嘴温度、平台温度、腔室温度)对PEEK试样的晶格结构和结晶度有重要影响。其中,喷嘴温度对拉伸强度的影响最为显著,较高的喷嘴温度使得PEEK熔融更加充分,流动性变好,层间黏结性能增强,更多的非结晶区转变为结晶区,结晶度增加,孔隙减少,进而使得拉伸强度增加,因此,喷嘴温度对PEEK试样拉伸强度有至关重要的

Tab. 5 Test for between-subjects effects of elongation at break

Dependent variable: Elongation at break /%

Source	Type III sum of squares	df	Mean square	F	Sig.
A	525.743	3	175.248	2.245	.100
B	248.214	3	82.738	1.060	.378
C	251.265	3	83.755	1.073	.373
D	756.126	3	252.042	3.229	.034
Error	2731.557	35	78.044		
Total	12917.770	48			

Tab. 6 Test for between-subjects effects of roughnessDependent variable: Roughness / μm

Source	Type III sum of squares	df	Mean square	F	Sig.
A	70.131	3	23.377	22.790	.000
B	7.584	3	2.528	2.464	.079
C	51.238	3	17.079	16.650	.000
D	85.248	3	28.416	27.702	.000
Error	35.902	35	1.026		
Total	4727.518	48			

影响。平台温度影响着 PEEK 试样与基板的黏结程度及层间温度梯度, 较高的平台温度有利于试样与基板牢牢黏结在一起, 并且有利于减小层间温度梯度, 进而避免由于层间温度梯度过大导致的应力集中和零件翘曲变形, 保证成型精度与稳定性。而扫描速度和层厚作为非温度参数对 PEEK 成型过程中结晶度影响不大, 其主要影响着 PEEK 的成型效率, 因此对拉伸强度的影响显著性较小。

2.1.2 断裂伸长率: 断裂伸长率方差分析结果如 Tab.5 所示。喷嘴温度(A)、扫描速度(B)和平台温度(C)的 Sig. 值均大于 0.05, 层厚(D)的 Sig. 值小于 0.05, 表明喷嘴温度(A)、扫描速度(B)和平台温度(C)对断裂伸长率的影响不具有显著性, 只有层厚(D)对断裂伸长率有显著影响。可能的原因是, 层厚影响着层数, 层厚越小, 层数就越多, 试样在拉伸过程中承受拉力的层数就越多, 反之则越少, 因此层厚对断裂伸长率有显著影响。

2.1.3 表面粗糙度: 表面粗糙度方差分析结果如 Tab.6 所示。喷嘴温度(A)、平台温度(C)和层厚(D)的 Sig. 值均小于 0.05, 扫描速度(B)的 Sig. 值大于

0.05, 表明喷嘴温度(A)、平台温度(C)和层厚(D)对表面粗糙度有显著影响。同时, 根据 F 值可知, 喷嘴温度(A)、平台温度(C)和层厚(D)影响的显著性由大到小排序为 D>A>C, 而扫描速度(B)对表面粗糙度的影响不具有显著性。

可能的原因是, 由于 FDM 逐层沉积的工作原理, 不可避免的会导致台阶效应的出现, 影响零件表面质量。而层厚的大小会影响层间与道间间隙, 减小层厚会使表面台阶效应减小, 进而提高表面质量。因此, 层厚对表面粗糙度的影响最为显著。温度参数(喷嘴温度和平台温度)会影响丝材的熔融程度及流动性, 丝材熔融充分, 向四周均匀流动扩散, 有利于减小层间与道间间隙, 从而减小表面粗糙度, 提高表面质量。因此, 喷嘴温度和平台温度对试样表面粗糙度有显著影响, 且喷嘴温度远高于平台温度, 其决定了 PEEK 丝材是否能充分熔融、连续挤出, 进而影响着挤出丝材的形貌, 因此影响更为显著。而扫描速度主要影响成型效率, 对表面粗糙度影响不大。

基于以上方差分析结果, 各因素显著性排列如

Tab.7 所示。由 Tab.7 可知, 拉伸强度受到喷嘴温度(A)影响最为显著, 断裂伸长率和表面粗糙度均受到层厚(D)影响最为显著。

Tab. 7 Significance ranking of process parameters

Process parameters	Significance ranking
Tensile strength /MPa	A>C>B>D
Elongation at break /%	D
Roughness / μm	D>A>C

2.2 工艺参数优化

随着高性能卫星、深空探测器等工程发展, 航天飞行器对于高强度、轻量化的极致需求不断涌现^[18]。本文为了实现FDM成型PEEK的强度性能优化, 以拉伸强度为优化目标进行了极差分析。极差分析法是针对正交试验数据常用的一种分析方法。进行分析时, 先计算每个因素每个水平下的试验指标总和与平均值, 以及试验指标随因素水平变化而改变的最大范围即为极差。通过比较极差大小可以评估不同因素对试验结果的影响程度, 极差越大, 该因素的影响越显著。同时, 比较每个因素下各水平相同的试验结果之和, 数值越大表明该水平越优异。

本文基于正交试验研究了FDM不同的工艺参数对PEEK试样力学性能影响的显著性。极差分析结果如Tab.8所示。表中T_{ij}为各列水平相同的试验

结果之和($i=1, 2, 3, 4; j=1, 2, 3, 4; i$ 为水平号, j 为列号), R为极差。极差分析结果表明, 拉伸强度最优的工艺参数组合为A4B1C4D3, 即喷嘴温度420 °C、扫描速度20 mm/s、平台温度140 °C、层厚0.2 mm。

基于该优化工艺参数组合的PEEK力学性能、表面质量试验结果如Tab.9所示。经优化, FDM成型PEEK拉伸试样的拉伸强度为86.28 MPa, 接近注塑件强度; 弹性模量为2.14 GPa, 断裂伸长率为11.36%, 均处于较高水平; 表面粗糙度为12.17 μm 。

2.3 真空放气性能分析

为探究FDM打印PEEK零件是否满足空间环境材料应用标准, 本文采用优化工艺参数组合A4B1C4D3制备测试样件, 对其真空放气性能进行了测试, 并与NASA-PEEK 450放气性能数据^[19]进行了对比, 试验结果如Tab.10。

结果表明, FDM打印PEEK试样的 $TML=0.72<1\%$, $CVCM=0.03<0.1\%$, 满足空间环境材料真空放气性能要求。然而 TML , $CVCM$ 和 RML 测试数据均略高于NASA-PEEK 450放气性能数据。可能的原因是, NASA-PEEK 450放气性能数据来源于PEEK 450颗粒^[19], 相比于PEEK颗粒, FDM成型是丝材逐层搭接的过程, 在层间或道间难免出现微孔隙, 在真空放气试验测试过程中, 试样孔隙内部气体溢出, 导

Tab. 8 Range analysis of tensile strength

Range	A	B	C	D
T1j	298.98	317.86	302.52	310.74
T2j	307.18	306.5	311.4	310.49
T3j	313	316.15	312.65	314.37
T4j	327.23	305.88	319.82	310.79
R	28.25	11.98	17.3	3.88
Order of significance			A C B D	
Optimum level	A4	B1	C4	D3
Optimal combination			A4B1C4D3	

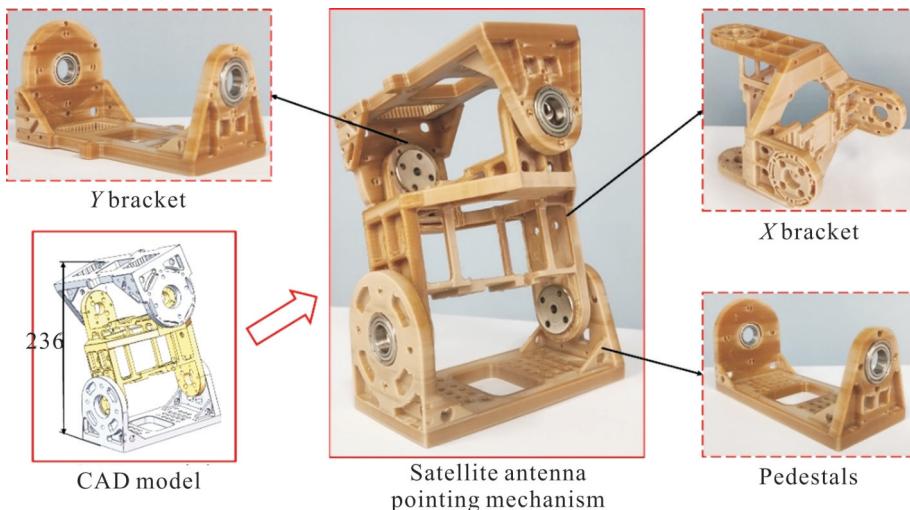
Tab. 9 PEEK test results of optimized process parameters

Optimized process parameters	Tensile strength /MPa	Elastic modulus /GPa	Elongation at break /%	Roughness / μm
A4B1C4D3	86.28±0.79	2.14±0.04	11.36±1.05	12.17±1.42

Tab. 10 Vacuum outgassing test results for FDM printed PEEK

PEEK-FDM	TML/%	CVCM/%	RML/%	WVR/%
Sample-1	0.71	0.03	0.63	0.08
Sample-2	0.73	0.02	0.66	0.08
Sample-3	0.75	0.05	0.67	0.08
Sample-4	0.70	0.02	0.62	0.08
Average	0.72	0.03	0.64	0.08
Standard deviation	0.02	0.01	0.02	0.00
NASA-PEEK 450	0.3	0.02	0.12	-

TML: total mass loss; CVCM: collected volatile condensable materials; RML: recovered mass loss; WVR: amount of water vapor regained

**Fig. 4 Satellite antenna pointing mechanism in FDM-printed PEEK**

致收集到的可凝挥发物增多, TML 增大。而 FDM 工艺相较于传统工艺制备 PEEK 的优势是极大的, 操作简便、加工成本低、可一体化成型复杂结构, 在航空航天领域有极大的应用价值。

2.4 PEEK指向机构应用

基于以上分析, 本文采用优化后的工艺参数组合 A4B1C4D3, 即喷嘴温度 420 °C、扫描速度 20 mm/s、平台温度 140 °C、层厚 0.2 mm, 进一步制备了星载天线指向机构, 为航天应用工程中的典型案例。指向机构主要由基座、Y向座架、X向座架等三部分组成, 可使机构输出面能指向三维空间里的任意方向, 即具备全向指向能力。三部分分别采用 FDM 一体化打印成型, 可提高成型效率, 降低装配难度, 并达到轻量化的目的, 指向机构装配体如 Fig.4 所示。

3 结论

熔融沉积成型技术因其具有复杂结构快速成型的优势, 为航空航天等领域高效制备功能一体高性能 PEEK 构件开辟新途径。本文开展了 FDM 工艺参数对 PEEK 拉伸强度、断裂伸长率和表面粗糙度的影响研究, 并基于正交试验方法对工艺参数进行了优化, 同时, 进一步探究了 FDM 成型 PEEK 试样的真空放气特性, 得到的主要结论如下。

(1) 喷嘴温度(A)、扫描速度(B)、平台温度(C)和层厚(D)对 PEEK 试样拉伸强度影响的显著性由大到小排序为 A>C>B>D; 对断裂伸长率影响具有显著性的因素只有层厚(D); 对表面粗糙度影响的显著性由大到小排序为 D>A>C。

(2) 通过极差分析得到优化后的工艺参数组合

为A4B1C4D3,即喷嘴温度420 °C、扫描速度20 mm/s、平台温度140 °C、层厚0.2 mm。此时PEEK试样的拉伸强度为86.28 MPa,接近注塑件性能,弹性模量为2.14 GPa,断裂伸长率为11.36%,表面粗糙度为12.17 μm。

(3)基于优化后的FDM工艺参数打印的PEEK零件的 $TML=0.72<1\%$, $CVCM=0.03<0.1\%$,满足空间环境材料真空放气性能要求。基于优化后的FDM工艺参数组合制备了典型航天应用PEEK星载天线指向机构。

本研究可为FDM可控成型PEEK零部件的研制和应用提供了一定的理论和技术指导,有助于推动航天等领域高性能、轻量化、耐辐照复杂零部件的小批量、个性化、低成本成型制备和工程应用。

参考文献:

- [1] Wang Y, Müller W-D, Rumjahn A, et al. Parameters influencing the outcome of additive manufacturing of tiny medical devices based on PEEK[J]. Materials, 2020, 13: 466.
- [2] Park S J, Lee J E, Park J, et al. High-temperature 3D printing of polyetheretherketone products: perspective on industrial manufacturing applications of super engineering plastics[J]. Materials & Design, 2021, 211: 110163.
- [3] Pulipaka A, Gide K M, Beheshti A, et al. Effect of 3D printing process parameters on surface and mechanical properties of FFF-printed PEEK[J]. Journal of Manufacturing Processes, 2023, 85: 368-386.
- [4] Yang D, Cao Y, Zhang Z, et al. Effects of crystallinity control on mechanical properties of 3D-printed short-carbon-fiber-reinforced polyether ether ketone composites[J]. Polymer Testing, 2021, 97: 107149.
- [5] Sood A K, Ohdar R K, Mahapatra S S. Parametric appraisal of fused deposition modelling process using the grey Taguchi method[J]. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture, 2010, 224: 135-145.
- [6] Sun X, Cao L, Ma H, et al. Experimental analysis of high temperature PEEK materials on 3D printing test[C]. Changsha: 9th International Conference on Measuring Technology and Mechatronics Automation (ICMTMA), 2017: 13-16.
- [7] Yang C, Tian X, Li D, et al. Influence of thermal processing conditions in 3D printing on the crystallinity and mechanical properties of PEEK material[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2017, 248: 1-7.
- [8] Ding S, Zou B, Wang P, et al. Effects of nozzle temperature and building orientation on mechanical properties and microstructure of PEEK and PEI printed by 3D-FDM[J]. Polymer Testing, 2019, 78: 105948.
- [9] Wang P, Zou B, Xiao H, et al. Effects of printing parameters of fused deposition modeling on mechanical properties, surface quality, and microstructure of PEEK[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2019, 271: 62-74.
- [10] Pastore R, Delfini A, Albano M, et al. Outgassing effect in polymeric composites exposed to space environment thermal-vacuum conditions[J]. Acta Astronautica, 2020, 170: 466-471.
- [11] Shimazaki K, Miyazaki E, Kimoto Y. Optical changes of molecular contamination thin-film outgassed from epoxy-based resin during deposition and desorption process[J]. Acta Astronautica, 2018, 152: 10-17.
- [12] Campbell W, Scialdone J. Outgassing data for selecting spacecraft materials[M]. NASA Reference Publication, 1990.
- [13] Singh S, Prakash C, Ramakrishna S. 3D printing of polyether-ether-ketone for biomedical applications[J]. European Polymer Journal, 2019, 114: 234-248.
- [14] Zheng J, Kang J, Sun C, et al. Effects of printing path and material components on mechanical properties of 3D-printed polyether-ether-ketone/hydroxyapatite composites[J]. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 2021, 118: 104475.
- [15] Sikder P, Challa B T, Gummadi S K. A comprehensive analysis on the processing-structure-property relationships of FDM-based 3-D printed polyetheretherketone (PEEK) structures[J]. Materialia, 2022, 22: 101427.
- [16] Guo Q, Liu Y, Mao S, et al. Outgassing test of contamination sensitive unit for space optical instruments[C]. Beijing: Applied Optics and Photonics China (AOPC 2020), 2020: 115700B.
- [17] Materials A S F T A. ASTM E595-15, Standard test method for total mass loss and collected volatile condensable materials from outgassing in a vacuum environment[S]. USA: American Society for Testing and Materials, 2021.
- [18] 殷康程,永强,霍银龙,等.星载双反射面偏置天线可展开双轴指向机构设计[J].光学精密工程,2021,29(3): 582-591
- [19] Yin K, Yong Q, Huo Y, et al. Design of deployable biaxial pointing mechanism for spaceborne dual-reflector offset antenna [J]. Optics and Precision Engineering, 2021, 29(3): 582-591.
- [20] Rinaldi M, Cecchini F, Pigliaru L, et al. Additive manufacturing of polyether ether ketone (PEEK) for space applications: a nanosat polymeric structure[J]. Polymers, 2020, 13: 11.

Fused Deposition Molding and Vacuum Outgassing Properties for High-Performance Poly-Ether-Ether-Ketone

Jiali Gao¹, Weiqi Li¹, Qin Dong¹, Xu Wang¹, Yunbo Hao²

(1. College of Mechanical Engineering, University of Shanghai for Science and Technology, Shanghai 200093, China; 2. Shanghai Aerospace Equipments Manufacture Co., Ltd, Shanghai 200245, China)

ABSTRACT: The significance of the effects of fused deposition modeling (FDM) process parameters (nozzle temperature, platform temperature, printing speed and layer thickness) on the mechanical properties (tensile strength, Young's modulus, breaking elongation) and surface roughness of polyether ether ketone (PEEK) specimens was investigated by designing a four-factor, four-level orthogonal design of experiments. And the optimized process parameter combinations were obtained. The results show that the tensile strength of PEEK samples can reach 86.28 MPa, which is close to the strength of injection-molded PEEK parts, under the conditions of nozzle temperature of 420 °C, printing speed of 20 mm/s, platform temperature of 140 °C, and layer thickness of 0.2 mm. Besides, the elastic modulus is 2.14 GPa, the elongation at break is 11.36%, and the surface roughness is 12.17 μm. In addition, the vacuum outgassing performance test of FDM molded PEEK part materials was carried out, and the results show that the total mass loss (TML) is 0.72% and the collected volatile condensable materials (CVCM) is 0.03%, which can satisfy the vacuum outgassing performance requirements of materials in space environment. At last, a typical PEEK starboard antenna pointing mechanism was prepared for aerospace applications in this study.

Keywords: poly-ether-ether-ketone; fused deposition modeling; orthogonal experimental design; outgassing testing