

UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI SALERNO



Dipartimento di Ingegneria Industriale

Dottorato di Ricerca in Ingegneria

Curriculum in Ingegneria Chimica - XXXV Ciclo

Abstract

Effetto della temperatura sulle proprietà del flusso delle polveri e sulla loro dispersione nel processo di sinterizzazione laser selettiva (SLS)

Relatori¹

Prof. Massimo Poletto

Prof. Diego Barletta

Dr. Daniele Sofia

candidato al dottorato

Sina Zinatlou Ajabshir

Coordinatore del Dottorato di Ricerca

Prof. Francesco Donsì

Anno accademico

2023/2024

Parte di questo lavoro di tesi è stato svolto a distanza in collaborazione con la Johnson Matthey Company sotto la supervisione del Dr. Vincenzino Vivacqua e l'Università di Newcastle sotto la guida del Dr. Colin Hare

Astratto

Comprendere le proprietà di flusso delle polveri è fondamentale nelle industrie che si affidano a processi basati sulle polveri, in quanto influisce direttamente sulla qualità della produzione, l'efficienza e, in ultima analisi, sui risultati economici. Le proprietà di flusso delle polveri svolgono un ruolo cruciale nel garantire condizioni di lavorazione ottimali in varie fasi della produzione, dalla manipolazione e il trasporto alla miscelazione e la deposizione. Uno dei motivi principali per cui le proprietà di flusso delle polveri sono critiche risiede nella loro influenza sulla qualità e la velocità del processo. In settori come farmaceutico, lavorazione degli alimenti e produzione additiva, dove le polveri sono ampiamente utilizzate, la capacità di controllare e prevedere il comportamento di flusso delle polveri è indispensabile. Scarse proprietà di flusso possono portare a inconsistenze nei tassi di alimentazione, distribuzione irregolare dei materiali e persino malfunzionamenti delle attrezzature, tutti fattori che possono ostacolare notevolmente l'efficienza del processo e aumentare i costi di produzione. Inoltre, l'impatto delle condizioni di flusso delle polveri si estende oltre il processo di produzione stesso fino alle proprietà finali dei materiali prodotti. Data l'importanza critica della fluidità delle polveri, è essenziale identificare e comprendere i parametri chiave che la influenzano. Inoltre, i progressi nelle tecniche analitiche, come la reologia delle polveri e i metodi di caratterizzazione delle particelle, hanno facilitato una valutazione e previsione più accurate del comportamento di flusso delle polveri. Questi strumenti consentono ai produttori di valutare non solo le proprietà di flusso delle polveri in varie condizioni, ma anche di personalizzare formulazioni e parametri di processo per ottenere le caratteristiche di flusso desiderate e migliorare la qualità e le prestazioni del prodotto.

La produzione additiva¹ (AM), spesso sinonimo di stampa 3D, offre numerosi vantaggi che vanno ben oltre i paradigmi tradizionali di fabbricazione. La sua capacità di design flessibile consente la creazione di geometrie e strutture complesse che prima erano considerate impraticabili o impossibili con i metodi di fabbricazione sottrattiva. Questa flessibilità permette a progettisti e ingegneri di innovare senza i vincoli dei processi di fabbricazione convenzionali, portando a prodotti più efficienti e ottimizzati in termini di prestazioni. Le capacità di produzione on-time dell'AM si allineano perfettamente con la moderna richiesta di rapidità di realizzazione e pratiche di produzione snella. Riducendo significativamente il tempo di attesa dal design al prodotto finito, le aziende possono rispondere più prontamente ai cambiamenti del mercato e alle esigenze dei clienti, garantendo un vantaggio competitivo in settori ad alto ritmo. Questa agilità supporta anche la produzione personalizzata su scala, una tendenza sempre più popolare in industrie come l'elettronica di consumo e i dispositivi medici personalizzati. La prototipazione rapida è un altro punto di forza della produzione additiva, che consente la rapida realizzazione di idee in modelli tangibili. Ciò accelera il ciclo di sviluppo, permettendo fasi di test e perfezionamento più iterativi, che a loro volta migliorano la qualità finale del prodotto. Un'alta qualità finale è ulteriormente garantita dai progressi nelle tecnologie AM, inclusi materiali migliorati, precisione e ripetibilità dei processi. L'adozione della produzione additiva in settori diversi come automotive, aerospaziale e biomedicale riflette il suo potenziale trasformativo. Nel settore automobilistico, l'AM sta rivoluzionando la produzione di componenti leggeri e complessi, contribuendo a veicoli più efficienti in termini di carburante. L'industria aerospaziale

¹ Additive Manufacturing

beneficia della capacità della tecnologia di produrre parti che riducono il peso degli aerei senza compromettere la forza o l'integrità, portando a significativi risparmi di carburante ed emissioni. Nel campo biomedicale, la produzione additiva sta facilitando la creazione di protesi e impianti personalizzati adattati all'anatomia del paziente individuale, migliorando i risultati e la qualità della vita dei pazienti. Con la diminuzione dei costi associati alla produzione additiva, grazie ai miglioramenti nella tecnologia e nella scienza dei materiali, si prevede che la sua accessibilità e fattibilità come opzione di produzione mainstream aumenteranno. Questa riduzione dei costi, unita alla continua ricerca e sviluppo, promette di sbloccare ancora più applicazioni e favorire una diffusa adozione in vari settori. I futuri avanzamenti possono includere l'integrazione dell'AM con altre tecnologie, come l'intelligenza artificiale e l'Internet delle Cose, migliorando ulteriormente le sue capacità e applicazioni. L'evoluzione della produzione additiva rappresenta non solo un'alternativa ai metodi di fabbricazione tradizionali, ma un cambiamento fondamentale verso un futuro di produzione più innovativo, efficiente e personalizzato.

Uno dei metodi di AM basati su laser è la sinterizzazione laser selettiva (SLS). L'SLS è uno dei nuovi metodi di fabbricazione che consente di fabbricare prodotti 3D aggiungendo strati di polvere uno strato alla volta. Ogni strato gioca un ruolo cruciale nelle proprietà del prodotto finale e necessita di una formazione uniforme dello strato di polvere per ogni passaggio. In altre parole, sono necessarie un'elevata fluidità e spalmabilità delle polveri in ogni strato. Questo passaggio di consegna della polvere è influenzato dalle proprietà delle polveri, ovvero la distribuzione delle dimensioni delle particelle e la morfologia, e dalle condizioni del processo, come la velocità della lama e la temperatura di preriscaldamento. In particolare, la temperatura può influenzare significativamente la fluidità delle polveri cambiando l'intensità delle forze coesive interparticellari come le forze di Van der Waals. Di conseguenza, un aumento della coesione potrebbe causare aggregazione delle particelle e, quindi, una formazione dello strato di polvere non omogenea. Inoltre, la temperatura è un parametro chiave per migliorare la qualità dei campioni sinterizzati perché può ridurre le tensioni termiche e la formazione di crepe, migliorare la densità finale dell'artefatto grazie al miglioramento del bagnamento della fase fusa, o ridurre la domanda di energia laser per la sinterizzazione. D'altra parte, il preriscaldamento della polvere ad alte temperature può ridurre la fluidità della polvere e compromettere la strategia di preparazione del letto di polvere. È quindi necessario comprendere l'adeguatezza dei materiali in polvere nel processo SLS e identificare le migliori condizioni operative per ottenere strati di alta qualità nel processo di spargimento della polvere.

Nel perseguimento dell'ottimizzazione del processo di Sinterizzazione Laser Selettiva (SLS), la fluidità e la spalmabilità delle polveri polimeriche sono emerse come fattori critici che determinano l'efficienza e la qualità delle parti prodotte. L'indagine su queste proprietà ha impiegato una cella di taglio Anton Paar per misurare la fluidità e una macchina spargitrice costruita su misura dall'Università di Salerno per valutare la spalmabilità. Inoltre, questi risultati empirici sono stati messi a confronto con i risultati di simulazioni basate sul metodo degli elementi discreti (DEM) per ottenere approfondimenti più dettagliati sul comportamento delle polveri polimeriche in condizioni variabili. L'analisi comparativa dei dati sperimentali ha rivelato una tendenza secondo cui, per la maggior parte dei materiali studiati, la fluidità diminuiva all'aumentare della temperatura. Questa osservazione sottolinea la sensibilità delle polveri polimeriche alle condizioni termiche, che possono alterare

significativamente il loro comportamento durante il processo SLS. Lo studio delle proprietà di flusso di vari materiali in generale indica una diminuzione della fluidità delle polveri all'aumentare della temperatura. Tuttavia, materiali specifici hanno mostrato caratteristiche e comportamenti unici. Ad esempio, nel caso delle polveri di PA6, PA6 nero, PPNAT e PEKK, la fluidità diminuiva gradualmente con l'aumento della temperatura. Questa osservazione suggerisce che questi materiali hanno sperimentato un effetto di plasticizzazione graduale, risultando in proprietà di flusso deteriorate. Tuttavia, avvicinandosi ai loro rispettivi punti di fusione, un effetto significativo della temperatura sulla fluidità diventava evidente. Quando la temperatura si avvicina al punto di fusione, i materiali cambiano significativamente il loro comportamento di flusso. Questo cambiamento potrebbe essere attribuito alla sostanziale deformazione plastica ai punti di contatto, creando forze interparticellari significative. Di conseguenza, ciò ha portato alla formazione di una polvere coesiva. Al contrario, il TPU ha mostrato un modello diverso. La fluidità della polvere di TPU diminuiva molto più lentamente con l'aumento della temperatura. Questo comportamento suggerisce che i materiali TPU sono più resistenti ai cambiamenti delle proprietà di flusso indotti dalla temperatura. Sebbene sia stata osservata una riduzione della fluidità, ciò è avvenuto a un ritmo relativamente più lento rispetto agli altri materiali testati. Questi risultati evidenziano la natura dipendente dal materiale della fluidità e la sua risposta alle variazioni di temperatura. Le tendenze osservate forniscono preziose intuizioni sul comportamento di diversi materiali polimerici, aiutando nella comprensione e ottimizzazione delle tecniche di lavorazione delle polveri. Inoltre, la ricerca ha coinvolto un'analisi comparativa di due polveri di Zeolite costituite dallo stesso materiale ma differenziate nella distribuzione delle dimensioni delle particelle e nella forma. È stato trovato che la variazione di temperatura aveva un'influenza notevole sui risultati. L'effetto combinato dei punti di contatto e della distribuzione delle dimensioni delle particelle è stato stimato e considerato in un quadro teorico in cui i cambiamenti nelle proprietà di massa e nella consolidazione potrebbero essere correlati al comportamento elastico-plastico dei contatti tra particelle. Le tendenze osservate potrebbero essere attribuite a un aumento delle forze di van der Waals, che giocano un ruolo cruciale nell'interazione tra particelle. A temperature più elevate, la plasticizzazione del punto di contatto tra le particelle diventa più pronunciata, portando a forze di van der Waals potenziate. Questo fenomeno contribuisce al comportamento e alle prestazioni complessive dei materiali sotto indagine. I risultati ottenuti sono in gran parte coerenti con i precedenti risultati riguardanti l'impatto della temperatura sulle proprietà di questi materiali. Si ritiene che la capacità di misurare con precisione e comprendere il loro comportamento ad alte temperature e identificare i fattori chiave che influenzano le loro prestazioni possa sfruttare il miglioramento dei processi di fabbricazione basati su letto di polvere, garantendo la produzione di materiali che soddisfano le specifiche desiderate e presentano caratteristiche di prestazione migliorate. Riguardo agli esperimenti sulla spalmabilità delle polveri, il protocollo sperimentale sviluppato e la procedura di analisi delle immagini aiuterebbero una valutazione quantitativa della rugosità della superficie dello strato ottenuta dal processo di spalmatura in varie condizioni sperimentali, coinvolgendo due diverse velocità di spalmatura (3 e 30 mm/s) e intervalli di temperatura da 25°C a 110°C. I risultati hanno indicato un generale degrado della spalmabilità con l'aumento della velocità di spalmatura e della temperatura. In particolare, la temperatura specifica a cui la spalmabilità era ottimizzata variava in base a diversi fattori, inclusi la dimensione e la forma delle particelle, la temperatura di fusione del polimero e la velocità di spalmatura scelta. Questa variabilità

suggerisce che l'interazione tra questi fattori è complessa e che le condizioni di lavorazione ottimali possono essere altamente specifiche per il materiale.

Inoltre, l'analisi ha dimostrato che la classificazione convenzionale della fluidità non fornisce una comprensione completa della spalmabilità. Questo risultato è significativo poiché evidenzia la necessità di considerare entrambe le proprietà indipendentemente quando si ottimizza il processo SLS. Sebbene la fluidità possa fornire un'indicazione iniziale dell'idoneità della polvere per l'SLS, la spalmabilità incide direttamente sull'uniformità e densità del letto di polvere, che sono cruciali per ottenere parti con alta precisione dimensionale e proprietà meccaniche. Le simulazioni DEM hanno offerto uno strumento potente per riprodurre e comprendere le dinamiche di spalmatura della polvere osservate negli esperimenti. La capacità del modello DEM di imitare da vicino i risultati sperimentali sottolinea il suo potenziale come strumento predittivo e diagnostico nello sviluppo di materiali e processi SLS. Simulando varie condizioni, i ricercatori possono anticipare come le modifiche nelle caratteristiche della polvere o nei parametri del processo potrebbero influenzare la qualità del prodotto finale, guidando così l'ottimizzazione delle operazioni SLS. Questo studio comprensivo evidenzia la relazione sfumata tra temperatura, proprietà delle polveri e il loro impatto sulla fluidità e spalmabilità nel contesto dell'SLS. I risultati enfatizzano la necessità di un approccio multifacettato alla caratterizzazione delle polveri, uno che incorpori sia tecniche sperimentali che di simulazione per adattare materiali e parametri di processo per un'ottimale performance dell'SLS. Man mano che il campo della produzione additiva continua a evolversi, tali intuizioni saranno inestimabili per avanzare le capacità e le applicazioni della tecnologia SLS.