

Ricerca di Sistema elettrico



Produzione mediante Plasma termico di polveri metalliche e ottimizzazione (LA 3.3)

P. Iovane, C. Borriello, S. Portofino, N. Fedele, L. Tamaro,
G. Pandolfi, A. De Girolamo Del Mauro, S. Galvagno

PRODUZIONE MEDIANTE PLASMA TERMICO DI POLVERI METALLICHE E OTTIMIZZAZIONE (LA 3.3:
Produzione mediante plasma termico di polveri metalliche e ottimizzazione)

P. Iovane, C. Borriello, S. Portofino, N. Fedele, L. Tammaro, G. Pandolfi, A. De Girolamo Del Mauro, S. Galvagno, ENEA

Giugno 2023

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dell'Ambiente e della Sicurezza Energetica - ENEA
Piano Triennale di Realizzazione 2022-2024

Obiettivo: *Decarbonizzazione*

Progetto: *1.4 Materiali di frontiera per usi energetici*

Linea di attività: LA 3.3

Responsabile del Progetto: *Daniele Mirabile Gattia (ENEA)*

Responsabile del Work Package: *Daniele Mirabile Gattia (ENEA)*

Responsabile Linea di Attività: *ENEA*

Mese inizio previsto: gennaio 2022

Mese inizio effettivo: gennaio 2022

Mese fine previsto: giugno 2023

Mese fine effettivo: giugno 2023

Indice

1	RISULTATI ATTESI	3
2	RISULTATI OTTENUTI.....	4
3	PRODOTTI ATTESI.....	5
4	PRODOTTI SVILUPPATI	6
5	ANALISI DEGLI SCOSTAMENTI SU ATTIVITÀ E RISULTATI	7
6	SINTESI DELLE ATTIVITÀ SVOLTE	8
7	DETTAGLIO DELLE ATTIVITÀ SVOLTE.....	9
8	CONTRIBUTO DELLE EVENTUALI CONSULENZE ALLE ATTIVITÀ SOPRA DESCRITTE.....	26
9	PUBBLICAZIONI SCIENTIFICHE.....	27
10	EVENTI DI DISSEMINAZIONE	28

1 Risultati attesi

Lista dei risultati attesi come da capitolato vigente

1.1

- Individuazione delle migliori condizioni operative per aumentare la produzione dell'impianto.
- Flow-sheet di processo per la purificazione e la classificazione delle polveri da plasma.
- Selezionati e testing di filamenti commerciali ad alto carico di filler e formulazione di semplici manufatti di prova.

2 Risultati ottenuti

2.1

I risultati previsti da capitolato per questa Linea di Attività sono stati pienamente raggiunti.

In particolare, è stata migliorata la produttività dell'impianto prototipo basato sul plasma termico DC, installato e modificato presso il CR ENEA Portici, aumentando le quantità di materiale processato a parità di potenza impiegata. Sono state messe a punto delle procedure di purificazione e di classificazione dei prodotti per migliorare la qualità delle polveri prodotte dall'impianto.

È stato testato con successo l'impiego di azoto come gas secondario del processo, aumentando di molto le potenze raggiungibili con il sistema sviluppato.

È stata condotta un'indagine di mercato che ha consentito di individuare filamenti per stampa 3D commerciali ad alto carico di filler; alcuni di questi filamenti sono stati acquisiti ed impiegati per la realizzazione di semplici manufatti di testing con tecnica MMEX.

3 Prodotti attesi

Lista dei prodotti hardware/software eventualmente attesi per la LA

3.1

Non sono attesi prodotti hardware/software per la LA

4 Prodotti sviluppati

4.1

Non sono stati sviluppati prodotti hardware/software durante lo svolgimento dell'attività

5 Analisi degli scostamenti su attività e risultati

5.1

Le attività sono state sviluppate secondo le previsioni. Non sono stati registrati scostamenti tecnici di rilievo rispetto a quanto preventivato nel capitolato tecnico di progetto. Rispetto a quanto preventivato non sono stati spesi circa euro 10300 di materiale di consumo che saranno impiegati nello sviluppo della LA successiva, LA3.4, per le attività di produzione polveri mediante plasma e le attività di sviluppo filamenti MEX già previste da capitolato.

6 Sintesi delle attività svolte

Sintesi delle attività svolte e dei risultati ottenuti in relazione ai risultati attesi.

6.1

Le attività svolte hanno riguardato:

- Individuazione delle migliori condizioni operative per aumentare la produzione dell'impianto sui materiali adoperati già nel precedente triennio: acciaio SS316L ed allumina. Verifica dei risultati mediante caratterizzazione morfologica (SEM), strutturale (XRD) e granulometrica delle polveri (PSD). Valutazione della flowability (Hall Flowmeter; Hausner Index); per le polveri metalliche, i valori misurati sono <30 s/50g, migliore del valore ricercato (<40g/50g).
- Sviluppo di metodi di purificazione e classificazione delle polveri prodotte. Verifica dei risultati mediante caratterizzazione morfologica (SEM), strutturale (XRD), granulometrica delle polveri (PSD), circularity e grado di sferoidizzazione.
- Conduzione di uno studio di mercato finalizzato alla selezione di filamenti commerciali ad alto carico di filler e testing degli stessi mediante la stampa di semplici manufatti di prova ed i successivi trattamenti di debinding e sintering.

7 Dettaglio delle attività svolte

7.1 Attività sperimentali

L'attività si è focalizzata sul miglioramento della produttività dei materiali, partendo da quelli sviluppati nel triennio precedente, acciaio (SS316L) ed allumina (M45), e variando le condizioni di processo per migliorare il trattamento della polvere in fiamma.

Relativamente all'acciaio, l'attività sperimentale ha visto prove di produzione a partire dalla polvere SS316L tipo -325mesh (-44micron) fornita da ThermoFisher. Si è utilizzata la configurazione che aveva dato i migliori risultati, in termini di grado di sferoidizzazione, nel passato triennio (ugello torcia da 8mm con ghiera per alimentazione polveri con iniettore da 2,5mm ed angolo 75°). La tabella 1 riporta le condizioni di processo delle prove più significative.

Tabella 1 - Prove sperimentali su acciaio SS316L -325mesh

TEST	Ar (slm)	He (slm)	CARRIER (slm)	POTENZA (kW)	PORTATA POLVERE (g/min)	PRESSIONE PROCESSO (kPa)
SSPL 25	40	15	1,5	17	8	90
SSPL 27	40	15	1,5	15	4	94
SSPL 28	40	15	1,5	15	8	93
SSPL 29	40	15	1,5	15	13	99
SSPL 30	40	15	1,5	15	25	97
SSPL 31	40	15	1,5	15	34	101
SSPL 32	40	15	1,5	15	46	96

Le polveri prodotte sono state sottoposte ad una approfondita caratterizzazione, per valutarne la qualità e le proprietà.

L'analisi morfologica è stata effettuata mediante microscopia elettronica a scansione (SEM, Leo Cambridge 1530, equipaggiato con filamento di tungsteno a 4kV e operativo in condizioni di alto vuoto). Le immagini SEM sono state successivamente adoperate per la misura delle dimensioni delle particelle mediante ImageJ, un "editor" di elaborazione digitale delle immagini, rilasciato nel pubblico dominio, basato su Sun-Java e sviluppato dal National Institutes of Health degli Stati Uniti.

in grado di fornire una serie di parametri legati alla geometria dei campioni (circularity, diametro di Feret, ecc.).

La distribuzione delle dimensioni delle particelle (PSD) è stata calcolata mediante diffrattometro laser MICROTAC MRB SYNC 3R, dotato del sistema di dispersione a secco TURBOSYNC.

L'analisi strutturale dei campioni è stata effettuata mediante diffrattometria a raggi X (XRD) attraverso lo spettrometro X'Pert MPD con radiazione Cu K α e filtro al nickel nell'intervallo di $2\theta = 20^\circ - 80^\circ$ con un intervallo di 0.050° e un tempo di 5 s per gradiente. L'identificazione delle fasi è stata effettuata per confronto dello spettro di diffrazione dei campioni con i cartellini standard JCPDS di polveri di acciaio SS316L.

La flowability delle polveri è stata valutata applicando lo standard ISO 4490-2018, basato sul metodo "Hall & Carney Flowmeter". Le misure sono state effettuate usando il kit Powderflow della Carpenter Additive. Secondo il protocollo standard (ASTM B213), viene valutato il tempo necessario a 50g di polvere per attraversare un imbuto ed il risultato viene fornito in secondi/50 g.

Il materiale di partenza risulta costituito da particelle di forma irregolare, con una distribuzione dimensionale abbastanza ampia, centrata a 44 micron. Accanto ad aggregati di dimensioni più elevate, superiori a 60 micron, sono presenti particelle molto piccole, anche di pochi micron (Figura 1).

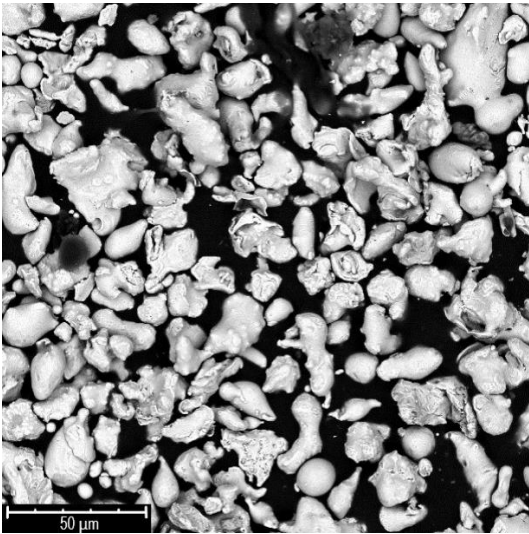
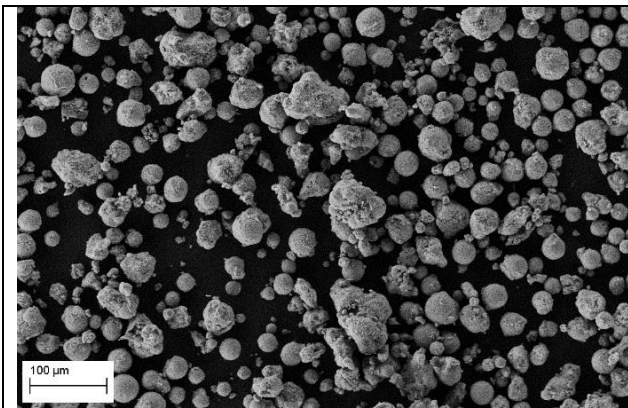
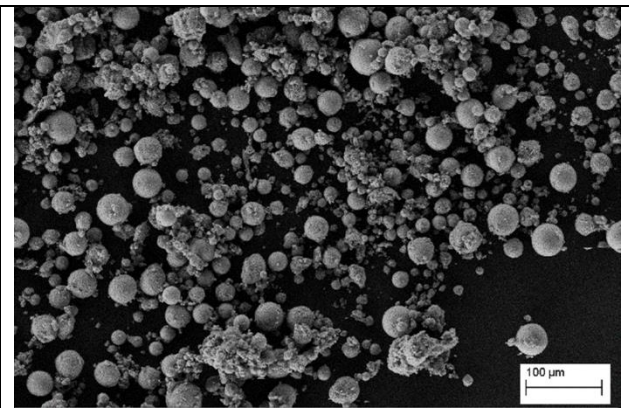


Fig.1 – Polvere SS316L <325 mesh

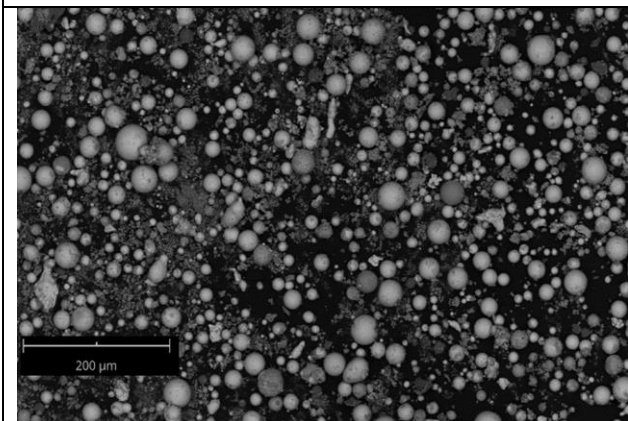
Tale materiale trattato al plasma, nelle condizioni operative mostrate in precedenza, ha prodotto polveri, raccolte prevalentemente sulle pareti del reattore, che mostrano una discreta omogeneità delle dimensioni ed un buon grado di sferoidizzazione (Figura 2). Accanto ad esse è presente una frazione di dimensioni più piccole che è stata allontanata mediante purificazione effettuata con dispersione in solvente (prevalentemente alcol) e trattamento in un bagno ad ultrasuoni.



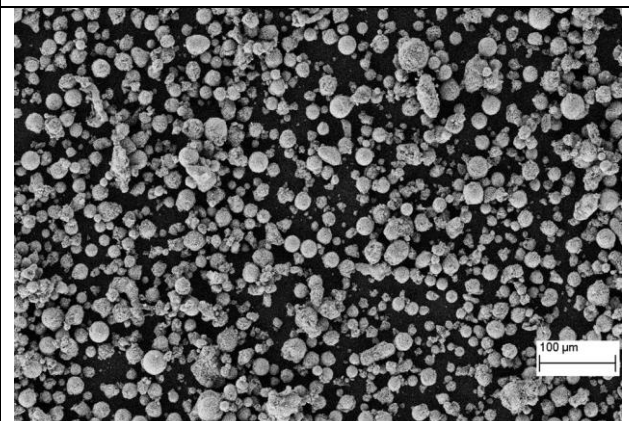
SSPL 25



SSPL 27



SSPL 28



SSPL 29

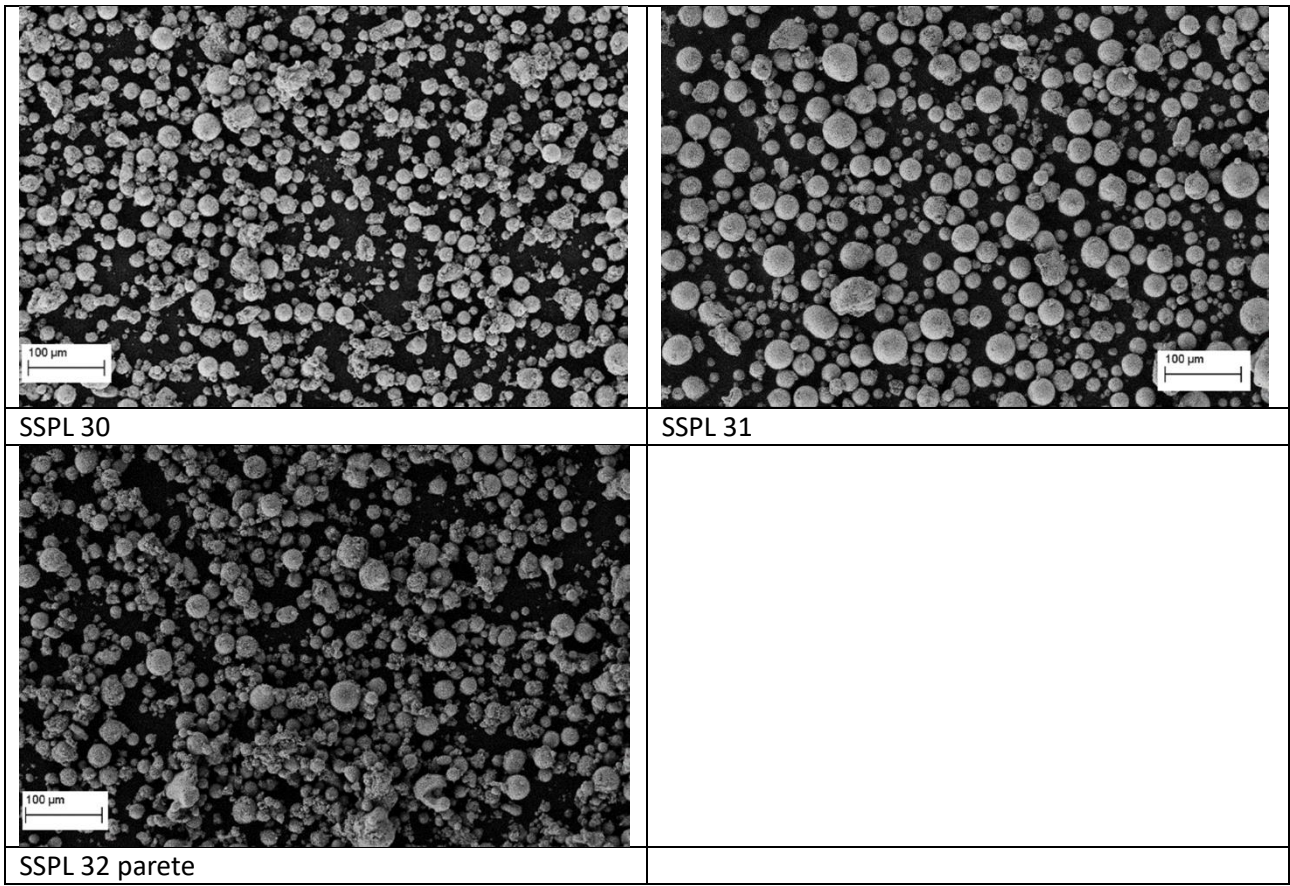
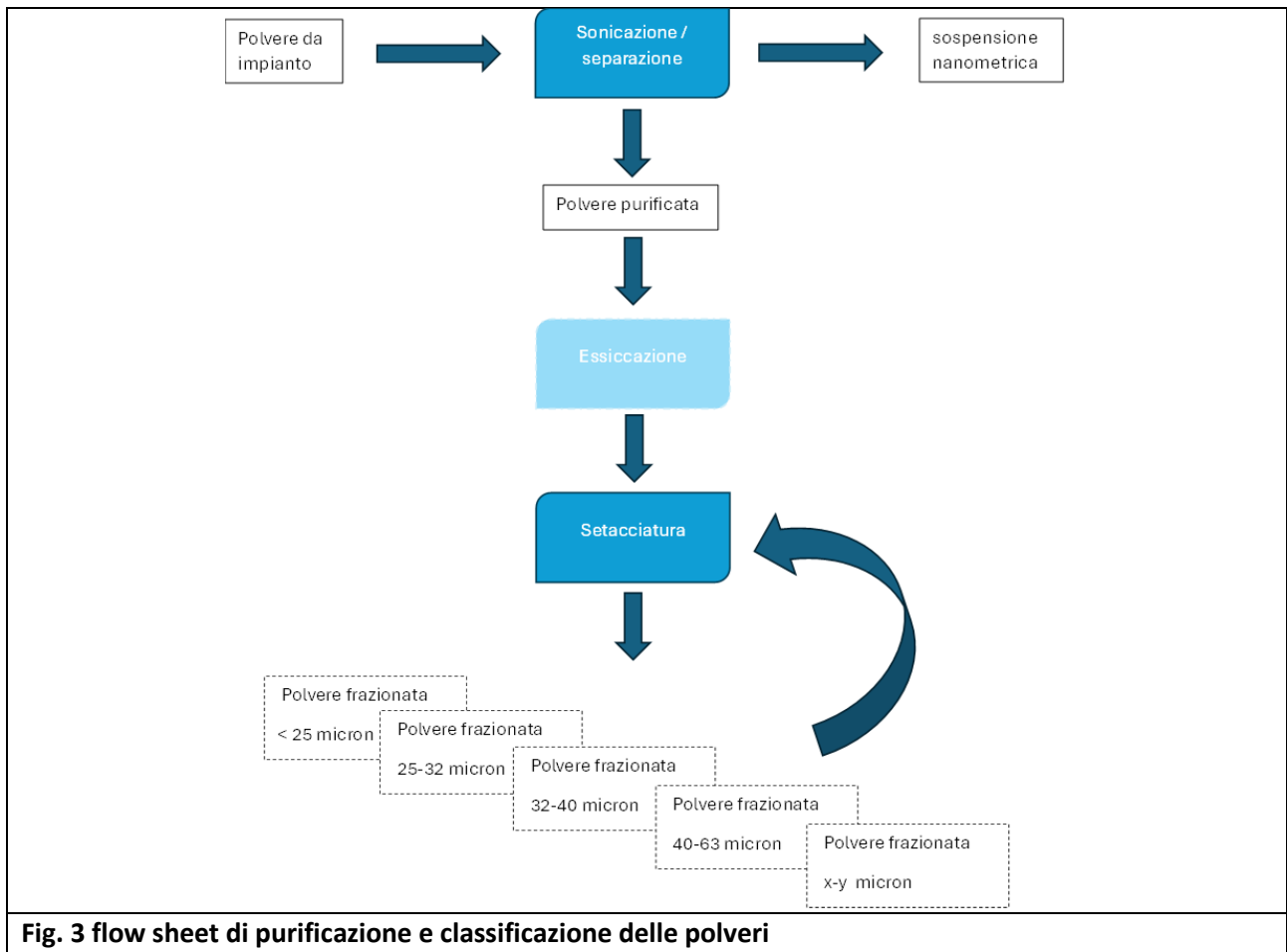


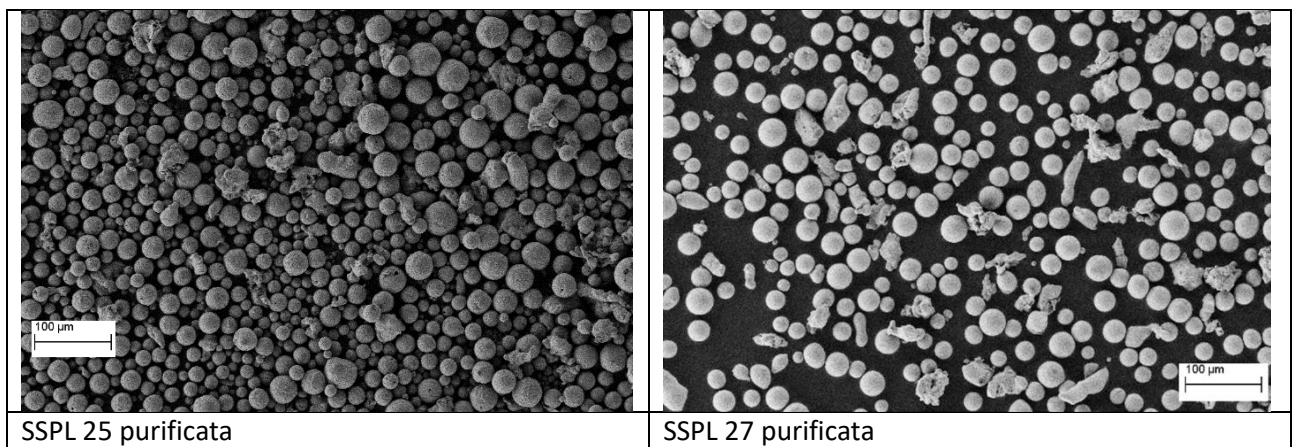
Fig.2 – Immagini SEM delle polveri

Il metodo sviluppato per il trattamento di purificazione e/o classificazione delle polveri è riportato in figura 3.



Le condizioni di purificazione dipendono dal materiale considerato; le polveri di acciaio sono state sonicate in EtOH/H₂O per 20 min a 37Hz, al 50% di potenza; la procedura è stata ripetuta 4 volte. La setacciatura, non sempre necessaria, è stata condotta a secco.

Nella figura 4, si riportano le immagini SEM delle polveri di acciaio dopo purificazione.



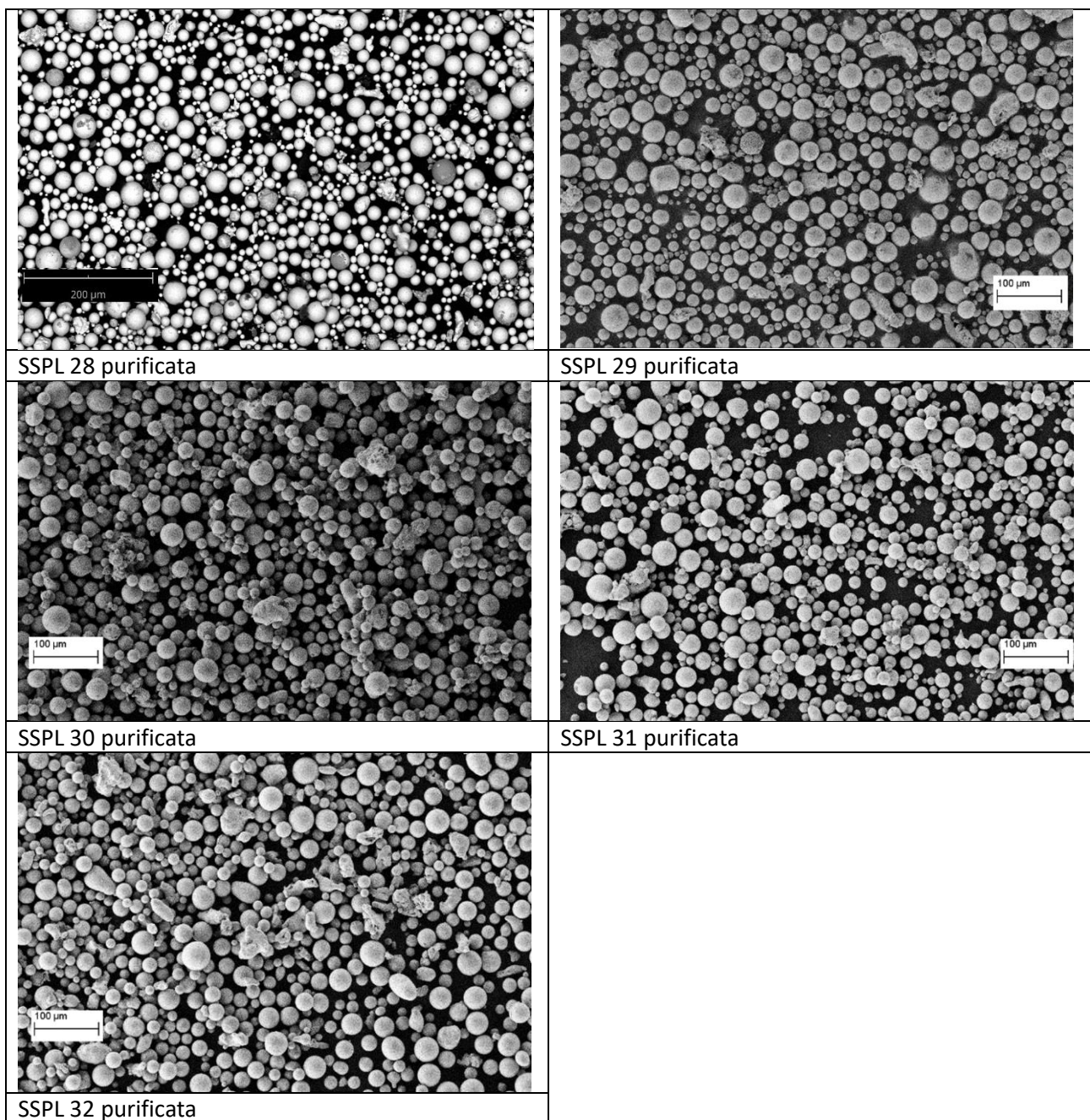


Fig.4 – Immagini SEM delle polveri purificate

Le immagini mostrano particelle principalmente sferiche anche quando si aumenta la portata delle polveri (SSPL31, SSPL32).

Tutte le polveri sono state caratterizzate anche mediante diffrazione a raggi X. La figura 5 mostra il confronto tra le polveri prima (Fig 5a) e dopo (Fig 5b) purificazione.

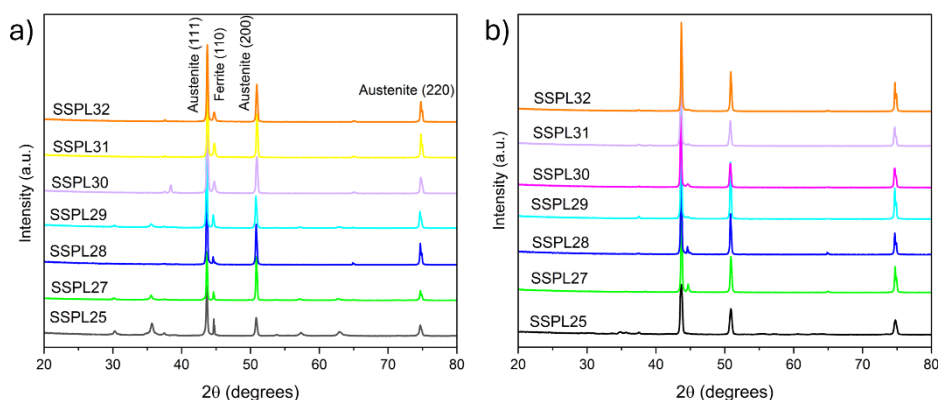


Fig.5 – Diffratogrammi delle polveri trattate al plasma prima a) e dopo b) purificazione.

L'acciaio 316L di partenza mostra principalmente una struttura austenitica (struttura cubica a facce centrate); la ferrite, struttura cubica a corpo centrato presente in minima quantità.

Nelle polveri trattate ritroviamo quindi l'austenite come fase principale, ed una quantità appena apprezzabile di ferrite. La trasformazione tra austenite e ferrite avviene durante la fase di raffreddamento (rapido quenching) delle particelle trattate.

Si osservano inoltre dei segnali di minore intensità dovuti alla presenza di fasi secondarie formatesi nel processo di annealing dell'acciaio commerciale [Materials Letters 61 (2007) 2343–2346] o attribuibili alla presenza di ossidi di Fe_2O_3 e Fe_3O_4 o di $FeCr_2O_4$ [Corrosion Science 106 (2016) 188–207; Metals 9 (2019) doi:10.3390/met9010086]. Generalmente anche la formazione degli ossidi può avvenire durante la fase di raffreddamento soprattutto a carico delle nanoparticelle che hanno una tendenza ad ossidarsi più pronunciata. Dopo purificazione si riducono i segnali relativi alle impurezze e si riducono o annullano i segnali relativi alla ferrite.

La distribuzione granulometrica (PDS) della polvere di partenza e delle polveri trattate al plasma e purificate viene riportata nella tabella successiva (Tab.2).

Tabella 2 – PDS della polvere di partenza e delle polveri trattate al plasma

Test	Power (kW)	d10 (µm)	d50 (µm)	d90 (µm)	Span
SS 316L <325 mesh		20,27	36,34	68,74	1,33
SSPL 25	17	19,23	28,74	41,35	0,77
SSPL 27	15	21,12	29,86	44,92	0,80
SSPL 28	15	18,23	27,38	41,84	0,86
SSPL 29	15	21,53	31,26	46,73	0,81
SSPL 30	15	21,62	29,32	45,0	0,80
SSPL 31	15	21,91	30,02	46,08	0,81
SSPL 32	15	22,52	33,01	49,85	0,83

I dati mostrano che la distribuzione granulometrica delle particelle sferoidizzate è sempre più stretta della polvere di partenza. Questo comportamento è chiaramente individuato dalla funzione Span, che viene definita dalla seguente formula:

$$\text{Span} = (d90-d10)/d50$$

e che rappresenta una misura dell'ampiezza della distribuzione. Nella formula, d90 indica il valore al di sotto del quale si colloca il 90% della popolazione, e lo stesso vale per d50 e d10. Relativamente all'aumento di

portata delle polveri, a parità delle altre condizioni operative, non si notano notevoli cambiamenti nei valori di distribuzione granulometrica.

Come già detto, le immagini SEM sono state adoperate per misurare le dimensioni delle particelle, ed in particolare il grado di sferoidizzazione. L'elaborazione delle immagini e i calcoli conseguenti sono stati effettuati mediante l'editor per immagini ImageJ. Come parametro di riferimento relativo alla forma delle particelle è stata scelta la "circularity", che viene calcolata secondo la seguente formula: $Circ = 4\pi A/P^2$, dove P e A sono rispettivamente il perimetro delle particelle e l'area. La "circularity" può variare tra 0 e 1, considerando che una particella perfettamente sferica avrà un valore pari a 1.

Nel caso delle polveri trattate al plasma, i test dimostrano che il valore medio della "circularity" è sempre maggiore di 0,8, anche aumentando la portata, mostrando così la diffusa sferoidizzazione delle polveri (vedi Tabella 3). Nella stessa tabella, riportiamo inoltre il valore della percentuale di sferoidizzazione, che indica invece, la percentuale di particelle la cui "circularity" sia maggiore di 0,8.

Tabella 3 – Caratteristiche delle polveri

Test	Mean Circularity	Spheroidization (%)
SSPL 25	0,90	80,2
SSPL 27	0,91	83,7
SSPL 28	0,90	82,2
SSPL 29	0,93	84,5
SSPL 30	0,92	82,0
SSPL 31	0,92	84,4
SSPL 32	0,92	82,0

L'aumentata sfericità delle polveri ha l'effetto di migliorarne la scorrevolezza ("Flowability") e la corrispondente densità apparente (vedi Tabella 4). Tutti parametri sono stati calcolati sui campioni lavati e purificati.

Tabella 4 – Risultati Hall Flow (HFR) su campioni di partenza e dopo trattamento al plasma e purificazione

Test	HFR (s/50g)	Density (g/cc)
SS 316L <325 mesh	nd	
SSPL 25	18,5	4,0
SSPL 27	20,6	4,3
SSPL 28	21,8	4,6
SSPL 29	18,0	4,4
SSPL 30	19,0	4,4
SSPL 31	22,2	4,5
SSPL 32	22,2	4,4

La polvere di partenza ha mostrato un comportamento coesivo durante la prova, ostruendo il foro di uscita sia dell'imbutto di Hall che di Carney e quindi non fornendo alcun valore di scorrevolezza. La stessa polvere dopo il trattamento al plasma presenta una buona fluidità anche aumentando la portata delle polveri (<30s/50g).

La bontà di questi valori è ancora più evidente se confrontata con i valori di scorrevolezza ottenuti per una polvere commerciale (MARS 316L) da noi misurata nelle stesse condizioni sperimentali (vedi Tabella 5).

Tabella 5 – Valori di Flowability per polveri SS316L commerciali

Polvere commerciale	Processo di produzione	Distribuzione (μm)			Flowability (s/50g)	Densità (g/cc)	Span
		d10 (μm)	d50 (μm)	d90 (μm)			
MARS 316L (Mimete Metal Powders)	Gas Atomiz. (VIGA)	23,42	34,14	51,69	21,33	4,4	0,83

Questi risultati confermano che, nell'intervallo di portate polveri esplorate (8-46 g/min), è possibile aumentare la produttività del processo senza incidere sulla qualità del prodotto.

Relativamente all'allumina, nell'ambito del miglioramento delle condizioni di processo, è stata valutata la possibilità di sostituire l'elio con l'azoto, vista la sua capacità di aumentare l'energia del plasma, per il contributo di dissociazione della molecola biatomica, ed il suo costo molto più vantaggioso rispetto all'elio. Tale scelta ci ha permesso di lavorare a più alta potenza alimentando il materiale tal quale e raggiungendo valori energetici elevati con piccole quantità di gas secondario; la tabella 6 riporta il confronto delle condizioni operative con Ar/He e Ar/N₂.

Tabella 6 - Condizioni di processo in bianco

Ar (slm)	He (slm)	N ₂ (slm)	I (A)	V (Volt)	POTENZA (kW)
40	15	0	400	35	13,4
40	0	1	400	37	13,4
40	0	2	400	37	14,6
40	0	2	420	37	15,2
40	0	2	530	38	19,4
40	0	2	550	38	20,2
45	0	2	550	38	20,9
45	0	3	550	42	22,2
45	0	3	600	42	24,4

Dalla tabella si vede l'effetto dell'utilizzo dell'azoto sul nostro sistema. A parità di corrente (A), basta 1 slm di azoto rispetto a 15 slm di elio per ottenere la stessa potenza. Inoltre, l'aumento di un litro di azoto a parità di condizioni determina l'incremento di 1.2 kW di potenza. L'azoto consente anche di ottenere ragguardevoli incrementi di potenza anche per piccoli incrementi di corrente. Da notare infine come l'aumento di flusso di Ar, di 5 slm, comporti un aumento di potenza di soli 0,7 kW a parità di altre condizioni. L'impiego dell'azoto è però limitato dalla sua reattività, pertanto è stato impiegato solo nel trattamento dell'allumina.

La tabella 7 mostra il riepilogo delle prove effettuate su allumina M45 fornita dalla ditta 2B Minerals, già impiegata e caratterizzata nei test del precedente triennio, impiegando He.

Tabella 7 - Prove sperimentali su allumina M45

TEST	Ar (slm)	N ₂ (slm)	CARRIER (slm)	POTENZA (kW)	PORTATA POLVERE (g/min)	PRESSIONE PROCESSO (kPa)
ALPL 31	45	2	4	20,8	2	96
ALPL 32	45	2	5	28,2	2	104
ALPL 33	45	3	3	27,6	2	103
ALPL 34	45	4	5	30,3	2	105
ALPL 35	60	4	5	30,3	2	114
ALPL 36	45	7	7	34,5	2	106
ALPL 37	60	4	7	30,6	4	120
ALPL 38	45	7	7	31	4	112
ALPL 39	60	4	7	30,3	4	120
ALPL 40	60	4	4	30,2	4	115

Come per l'acciaio, anche nel caso dell'allumina le polveri prodotte sono state sottoposte ad una approfondita caratterizzazione, per valutarne la qualità e le proprietà.

La figura successiva riporta l'immagine SEM delle polveri iniziali:

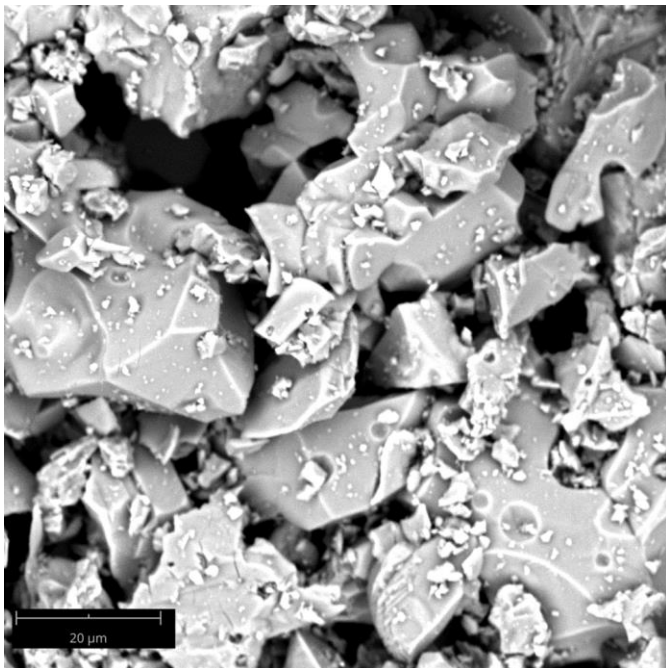


Fig.6 – Polvere M45 <45 micron

La polvere iniziale, costituita da particelle di forma irregolare con una distribuzione dimensionale abbastanza ampia centrata a 45 micron, trattata al plasma con azoto produce particelle di tipo sferico. Partendo però dai 20 kW il grado di sferoidizzazione risulta basso e man mano che cresce la potenza, la sferoidizzazione migliora (Fig.7). Trattando il materiale tal quale, il grado di sferoidizzazione risulta significativo a partire da 28 kW di potenza applicata (ALPL 32).

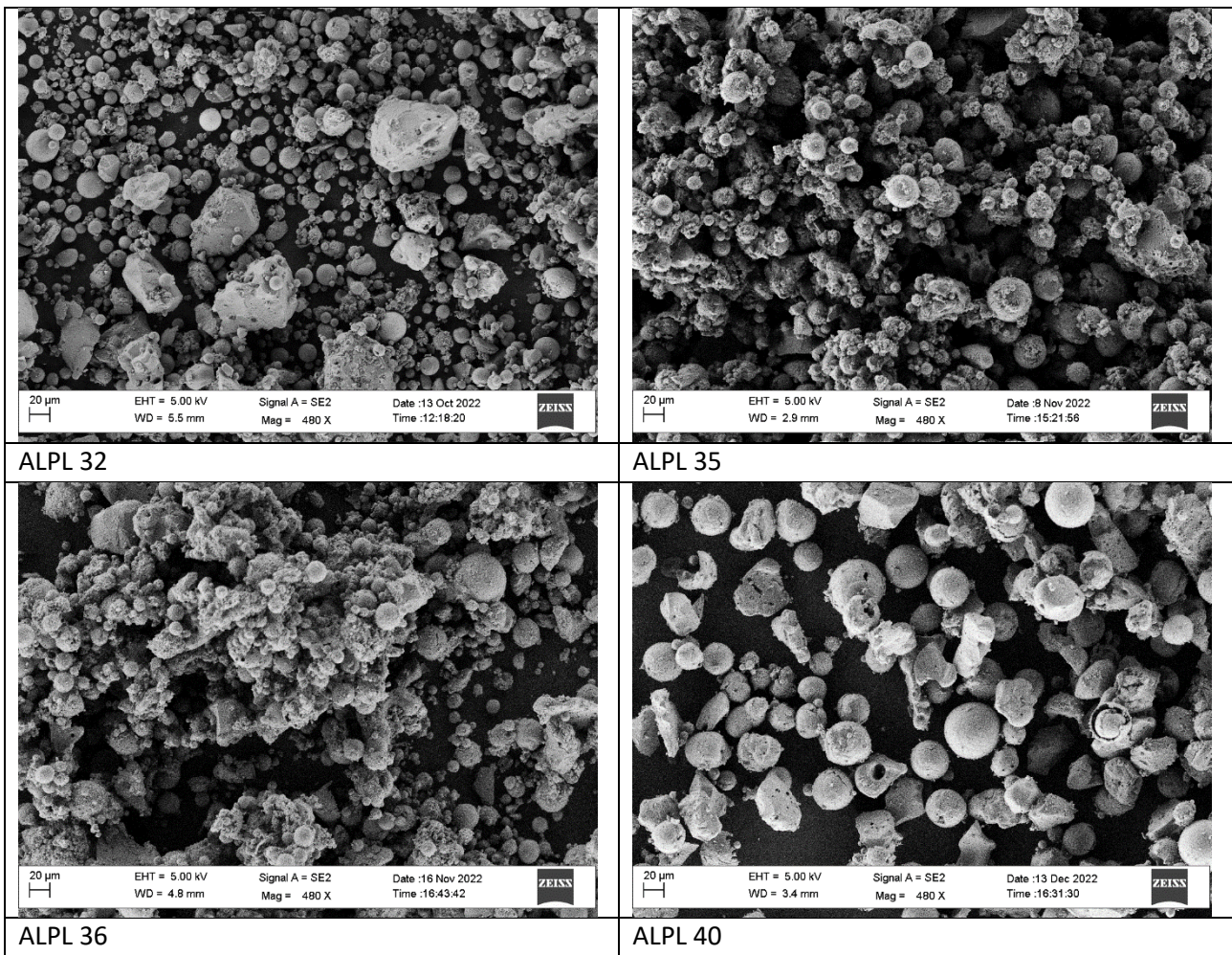
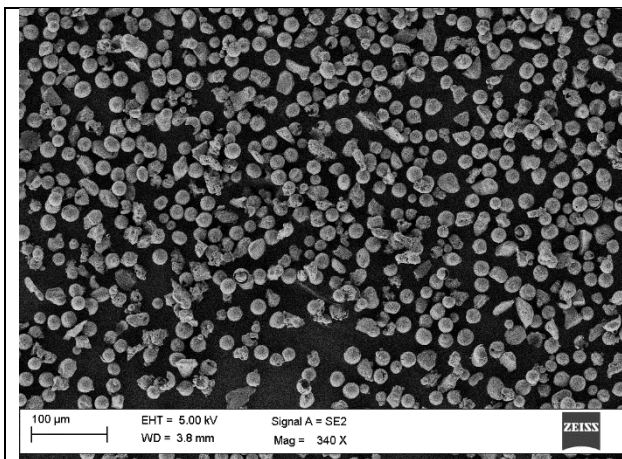


Fig.7 – Immagini SEM polveri trattate al plasma

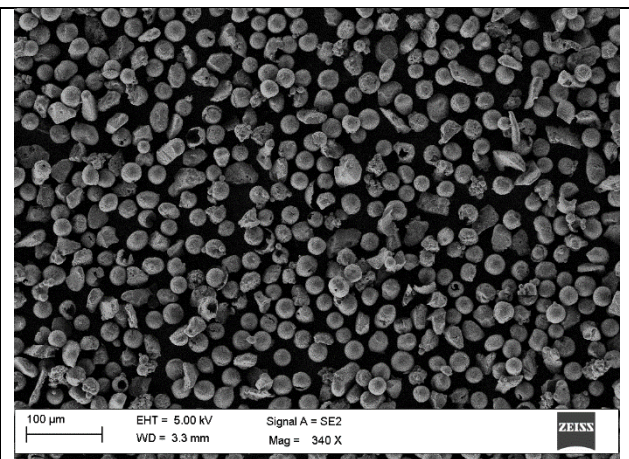
Come per l'acciaio, la presenza di nanoparticelle diventa più importante al crescere della potenza. Nella prova a più alta potenza ALPL36 si ottiene molta nanopolvere e la sferidizzazione sembra peggiorata rispetto alla prova precedente; appare quindi preferibile ritornare ai 30 kW variando il flusso di gas e raddoppiando la portata di polveri. Le immagini SEM (Fig.7) mostrano che, aumentando la portata, si ottengono sfere di dimensioni leggermente superiori dovute ai fenomeni di evaporazione e ricodensazione del materiale all'interno del getto del plasma.

Al fine di migliorarne la classificazione, anche per l'allumina è stato applicato il metodo riportato in figura 3 ed usato per l'acciaio; in questo caso la setacciatura è avvenuta a umido.

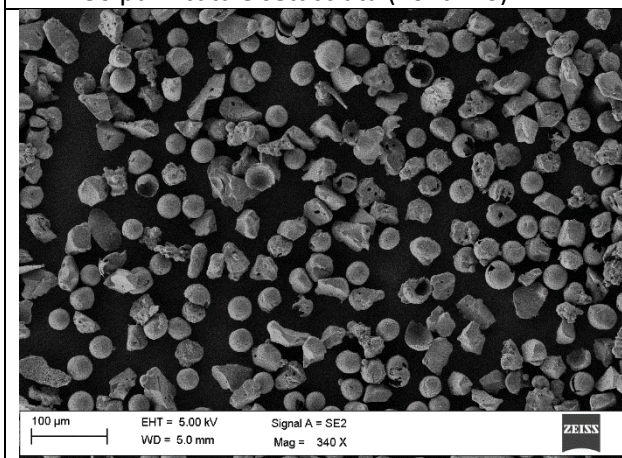
Le figure 8 e 9 riportano le immagini SEM di polveri selezionate prima e dopo trattamento; la prova ALPL36 è quella a più alta potenza.



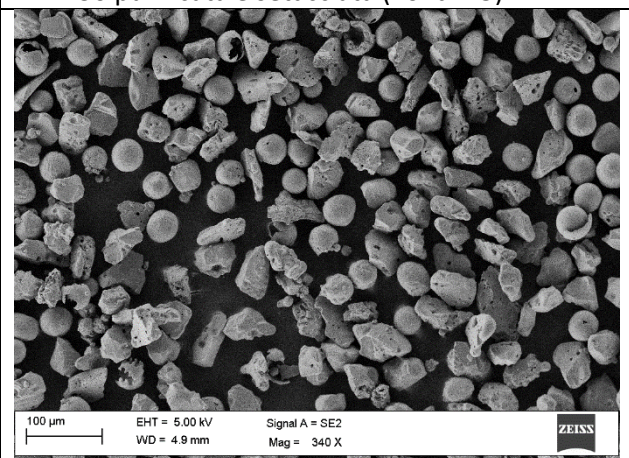
ALPL 36 purificata e setacciata ($10 < d < 20$)



ALPL 36 purificata e setacciata ($20 < d < 25$)

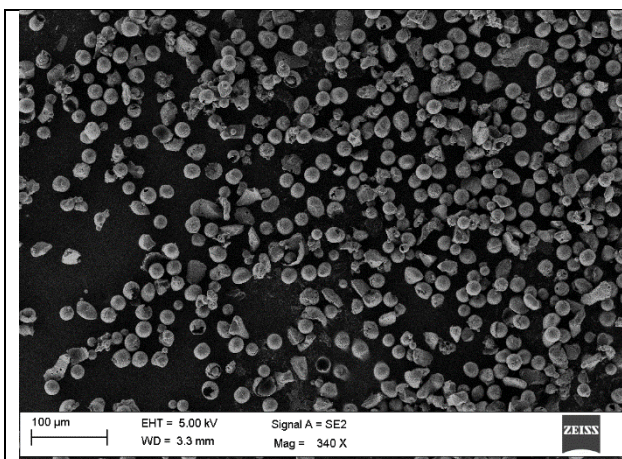


ALPL 36 purificata e setacciata ($25 < d < 32$)

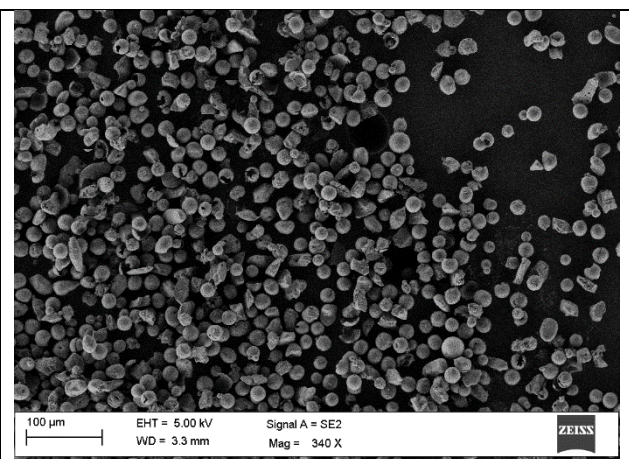


ALPL 36 purificata e setacciata ($32 < d < 40$)

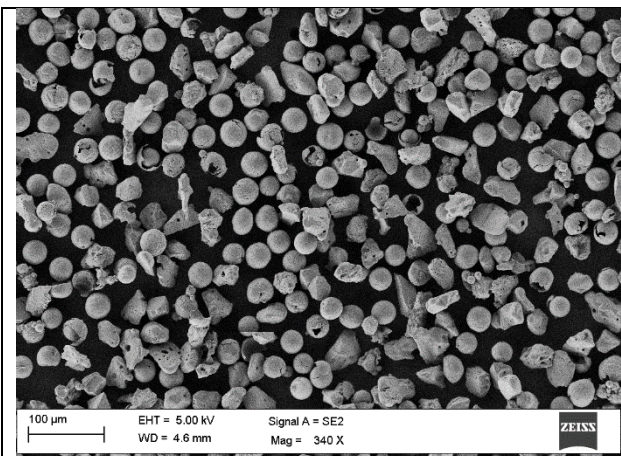
Fig.8 – Immagini SEM polveri trattate al plasma e successivamente purificate e setacciate



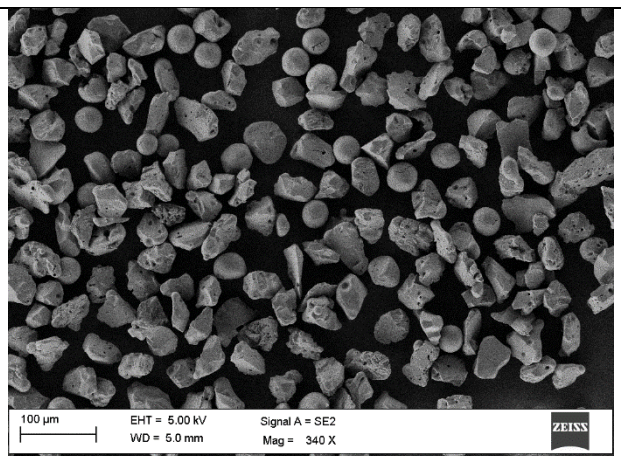
ALPL 35 purificata e setacciata ($10 < d < 20$)



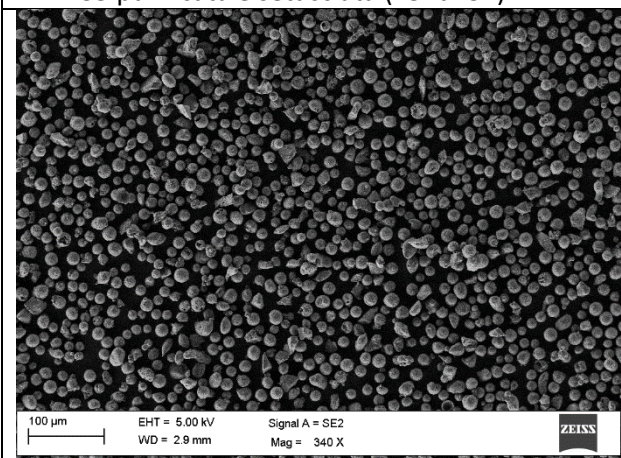
ALPL 35 purificata e setacciata ($20 < d < 25$)



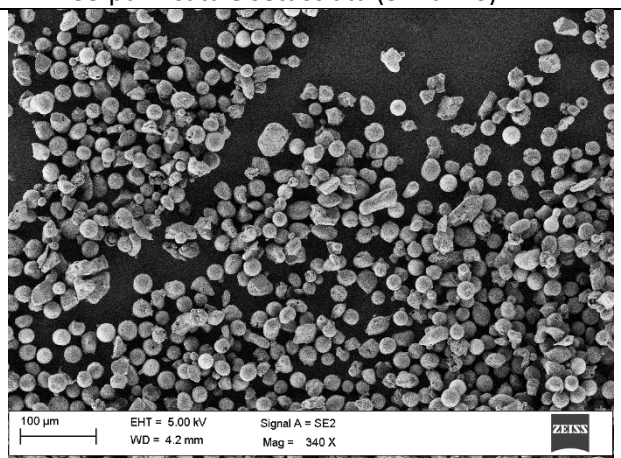
ALPL 35 purificata e setacciata ($25 < d < 32$)



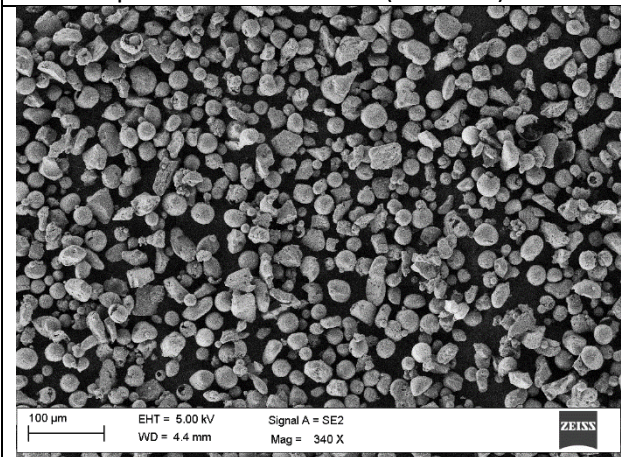
ALPL 35 purificata e setacciata ($32 < d < 40$)



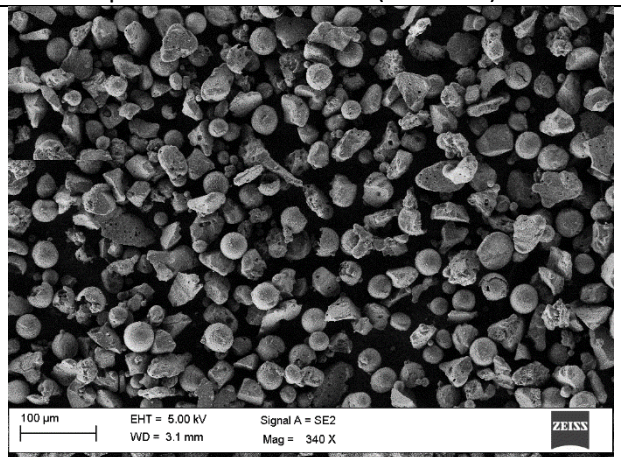
ALPL 38 purificata e setacciata ($10 < d < 20$)



ALPL 38 purificata e setacciata ($20 < d < 25$)



ALPL 38 purificata e setacciata ($25 < d < 32$)



ALPL 38 purificata e setacciata ($32 < d < 40$)

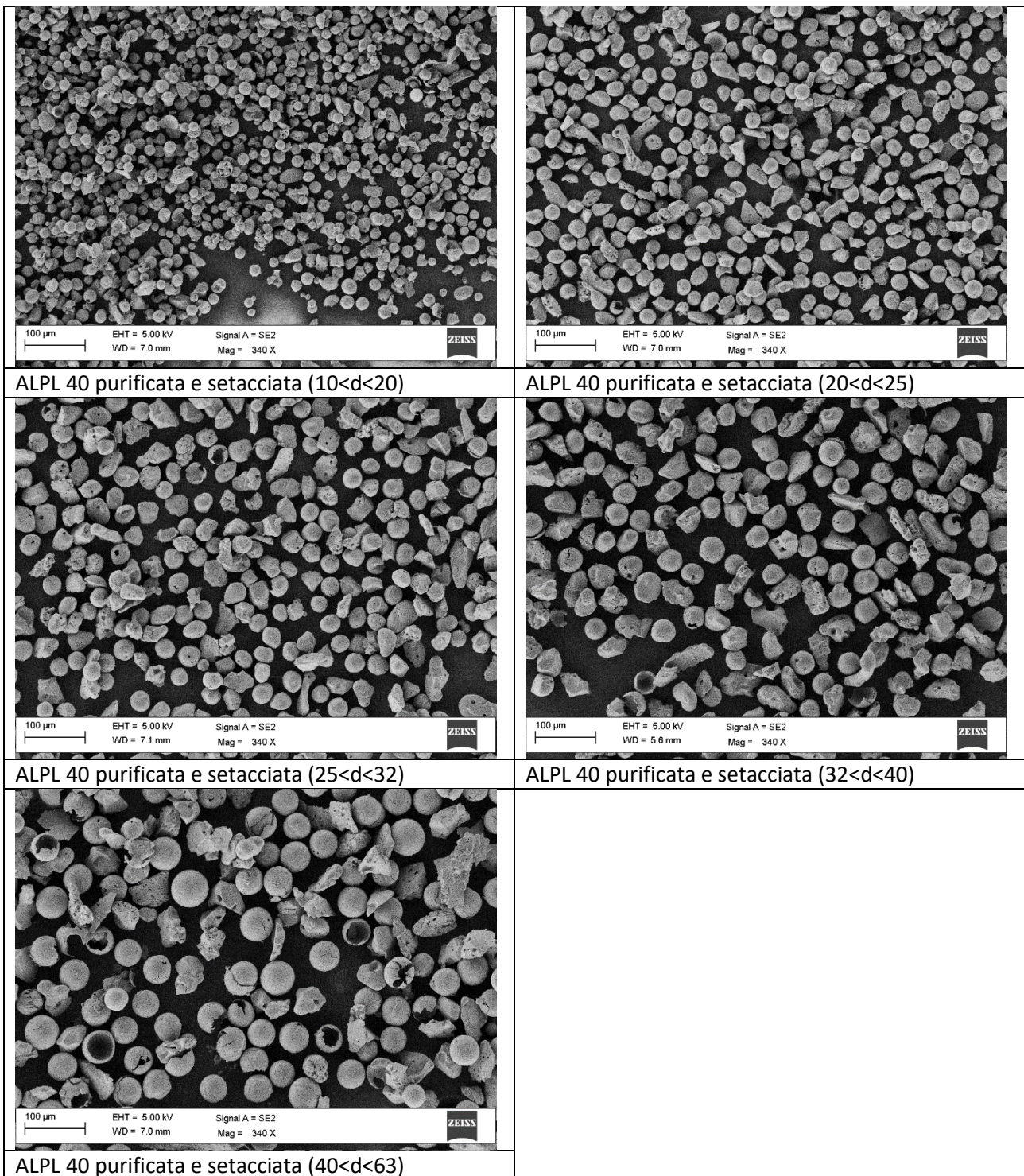


Fig.9 – Immagini SEM polveri trattate al plasma e successivamente purificate e setacciate

I campioni purificati e setacciati hanno mostrato una buona omogeneità. Il grado di sferoidizzazione sembra migliore nei range di $10 < d < 20$ e $20 < d < 25$ mentre al di sopra dei 40 micron le particelle sferiche tendono a diminuire eccetto nella prova ALPL 40 in cui i processi di evaporazione e ricondensazione in fiamma hanno portato a sfere di dimensioni più grandi, talvolta vuote.

Tutte le polveri sono state caratterizzate anche mediante diffrazione a raggi X. Il diffrattogramma dell'allumina di partenza mostra principalmente i segnali tipici di una struttura alfa. Dopo trattamento al plasma le polveri mantengono la stessa struttura.

La figura 10 mostra il confronto tra la polvere di partenza e una delle polveri ottenute dopo trattamento al plasma (AIPL39).

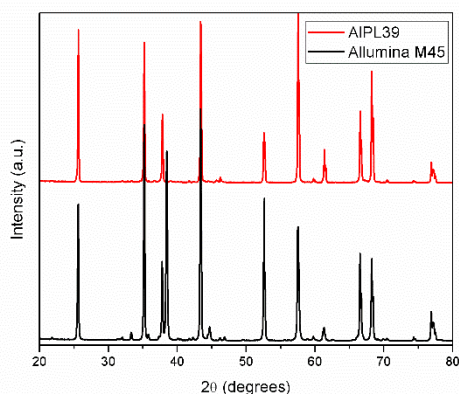


Fig.10 – Diffrattogrammi della polvere di partenza (M45) ed una delle polveri trattate al plasma (AIPL39).

È stata inoltre eseguita l'analisi di distribuzione granulometrica (PDS) sia sulla polvere di partenza che sulle polveri trattate al plasma e successivamente purificate e setacciate tra 10 e 63 micron. Vengono di seguito riportati i risultati ottenuti delle polveri (Tab.8).

Tabella 8 – PDS della polvere di partenza e delle polveri trattate al plasma

Test	d10 (μm)	d50 (μm)	d90 (μm)	Span
M45 <45 micron	14,26	44,72	118,6	2,3
ALPL 35	31,5	48,5	80,6	1,01
ALPL 36	30,5	47,9	81,1	1,06
ALPL 38	18,4	27,2	52,2	1,24
ALPL 40	24,4	33,8	49,9	0,76

I dati mostrano che la distribuzione granulometrica delle particelle sferoidizzate è sempre più stretta della polvere di partenza. L'aumento di portata di polveri, con bassi flussi di gas (ALPL 38), ha portato ad una distribuzione granulometrica leggermente più ampia mentre con alti flussi di gas (ALPL 40), si ha un restringimento di tale valore significativo. Tale fenomeno è probabilmente dovuto alla migliore penetrazione delle polveri all'interno del getto di plasma nelle condizioni operative utilizzate.

Relativamente alla scorrevolezza ("Flowability") per le polveri ceramiche si considera l'indice di Hausner definito come il rapporto tra la densità apparente e la densità apparente compattata del materiale; per l'allumina i valori sono riportati in Tabella 9).

Tabella 9 - Risultati Indice di Hausner (HR) su campioni dopo trattamento al plasma

Test	HR
ALPL 35	1,08
ALPL 36	1,11
AIPL 38	1,14
AIPL 40	1,04

Maggiore è il valore di HR maggiore è la fluidità della polvere. Prendendo in considerazione le prove a portata di polveri più alta si può notare come non ci siano grosse variazioni ed i valori ottenuti sono tutti al di sotto dei 1,18 indice di una buona flowability [Particle Technology Series 19 (2014) 469 doi.org/10.1007/978-3-319-00714-4; Powder Technology 345 (2019) 300-310 10.1016/j.powtec.2019.01.027].

Contestualmente al trattamento mediante plasma termico, è stato condotto uno studio di mercato finalizzato ad approvvigionare e processare filamenti commerciali caricati con le polveri oggetto di studio: acciaio 316L ed allumina.

La ricerca condotta ha evidenziato che i principali player commerciali di interesse sono BASF con i filamenti della serie Ultrafuse del quale è stato considerato Ultrafuse 316L (POM/SS316L > 80%w/w), VirtualFoundry con la linea FilaMet, che comprende una vasta gamma di prodotti, tra cui FilametSS316L (PLA/SS316L 80%w/w) e la linea Zetamix della Nanoe, fortemente focalizzata su filamenti caricati con ceramici, della quale è stato considerato Zetamix Allumine (contenuto di Al₂O₃>80%w/w). I filamenti sono stati acquistati e testati in processi di stampa prima, e di debinding e sintering dopo, utilizzando le apparecchiature disponibili nel laboratorio.

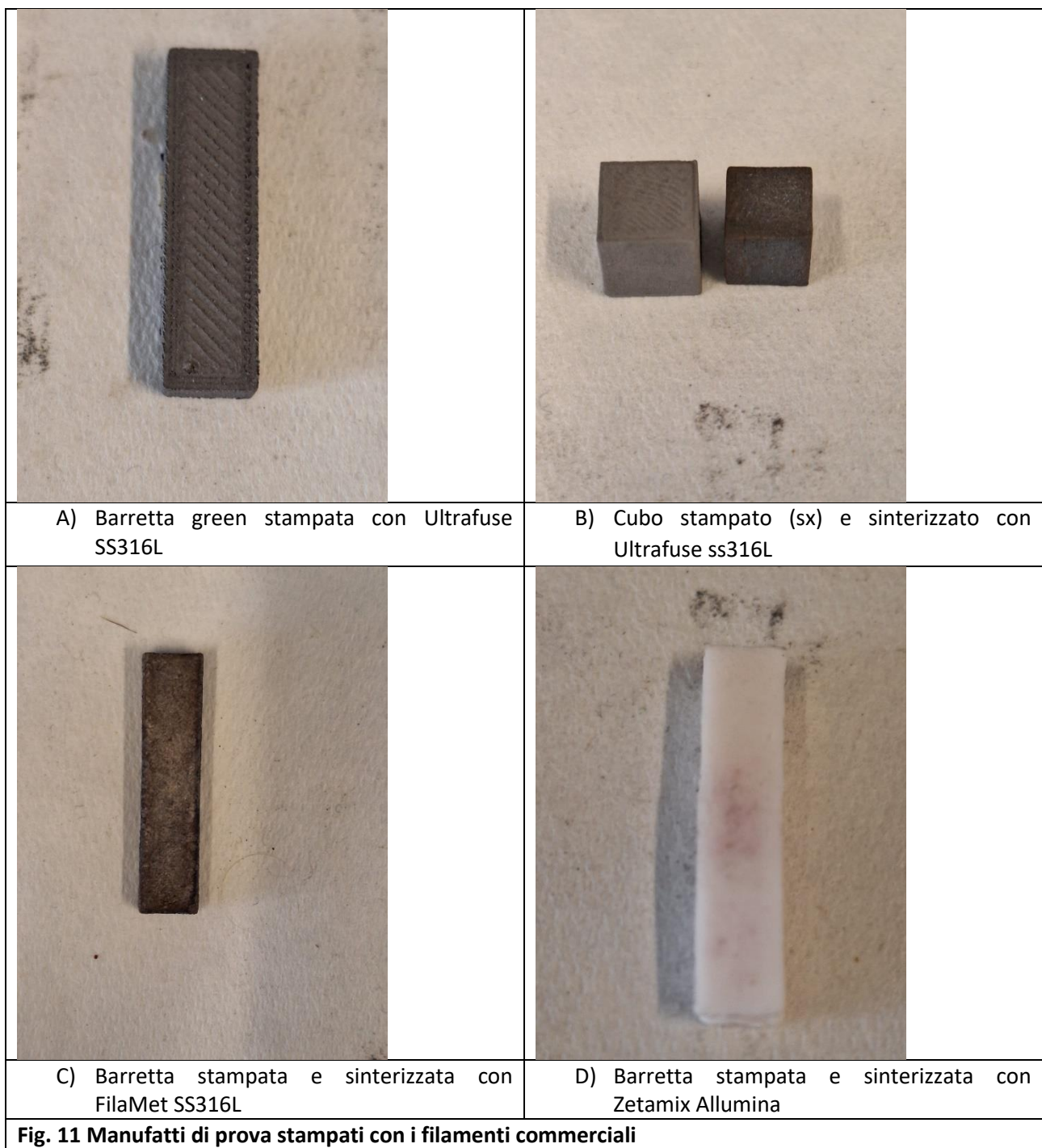
Per testare l'impiego dei filamenti, i materiali sono stati stampati in oggetti semplici, barrette 1 x 4.0 x 0.5 cm e cubi 1 x 1 x 1 cm, una stampante Prusa i3MK3S, in dotazione al laboratorio NANO. La tabella 10 riporta le principali condizioni di stampa per i filamenti.

Tabella 10 – Parametri di stampa

	Ultrafuse SS316L	Zetamix Alumina	FilaMet SS316L
Diametro ugello	0.8 mm	0.8 mm	0.8 mm
Temperatura ugello	240 °C	190 °C	220°C
Temperatura piatto	90 °C	40°C	60°C
Riempimento	100% monotonic	100% monotomic	100% monotonic
Altezza layer	0.3 mm	0.1 mm	0.3 mm
Velocità deposizione	30 mm/s	30 mm/s	30 mm/s
Moltiplicatore estrusione	1.1	1.25	1.35
Ritrazione	No	No	No

I manufatti stampati sono poi stati sinterizzati utilizzando le apparecchiature disponibili presso il laboratorio NANO, in particolare i forni acquistati nel precedente triennio.

La figura 11 riporta alcuni manufatti stampati e sinterizzati.



I provini stampati sono stati processati (debinding/sintering) secondo le indicazioni del produttore. Per Ultrafuse 316L la BASF indica un processo di debinding Catalitico (trattamento in atm HNO₃>98% a 120°C) seguito da sintering a doppio step 600°C per 1h e 1380°C 3h; la BASF mette a disposizione un service a pagamento per ottenere prodotti densificati. La Nanoe indica invece un debinding chimico in acetone a 40 °C per 6h seguito poi debinding termico in aria in un intervallo di temperatura 20-510 °C seguendo una scansione data dalla ditta; per il sintering la NANOE suggerisce un ciclo a 1550°C per 120 min con una velocità di riscaldamento di 50°C/min. con dei cicli. La VirtualFoundry consiglia di effettuare il debinding a 430°C per 2h ed il sintering a 1270°C per 2h coprendo il pezzo in un letto di polvere refrattaria. Il filamento Ultrafuse si presenta flessibile e facile da maneggiare, mentre sia ZETAMIX che FilaMet sono rigidi e più difficili da

maneggiare. Per Filamet la flessibilità migliora notevolmente dopo riscaldamento del filamento a 60°C per 15 –20 min. Per il filamento Ultrafuse, non essendo attrezzati per il debinding catalitico è stato condotto unicamente il debinding termico. I test condotti hanno dimostrato che i materiali commerciali sono processabili utilizzando le apparecchiature da laboratorio in dotazione. È possibile sinterizzare i manufatti stampati, ma è richiesta un'ulteriore ottimizzazione nella fase di sintering, soprattutto per l'ottenimento di oggetti monolitici (non porosi).

8 Contributo delle eventuali consulenze alle attività sopra descritte

8.1

Non sono state utilizzate consulenze all'interno della LA per l'esecuzione delle attività di ricerca e l'ottenimento dei risultati.

9 Pubblicazioni scientifiche

9.1

È stato sottomesso un articolo dal titolo “Thermal Plasma Spheroidization and Characterization of Stainless Steel Powders Using DC Plasma Technology” al giornale peer reviewed “Plasma” edito da MDPI; il lavoro è stato pubblicato con la Special Issue Feature Papers in Plasma Sciences 2023 (doi: 10.3390/plasma7010006).

10 Eventi di disseminazione

Lista degli eventi di disseminazione eventualmente scaturiti dall'attività svolta

10.1

E' stato presentato un contributo a "Nanoinnovation 2022 conference& exhibition" dal titolo "Plasma Spheroidization of SS316L: Preliminary Experimental Results"

Inoltre è stata rilasciata una news sul processo al plasma sviluppato dal titolo **Tecnologia: stampa 3D, da ENEA innovativo processo al plasma.** (<https://www.media.enea.it/comunicati-e-news/archivio-anni/anno-2022/tecnologia-stampa-3d-da-enea-innovativo-processo-al-plasma.html>)

La news è stata rilanciata da diversi media tra cui ilsole24ore con un articolo dedicato (https://www.ilsole24ore.com/art/stampa-3d-le-polveri-allumina-e-acciaio-trattate-plasma-AEdZKKVC?refresh_ce=1).