

Producción de micropellets para procesos de sinterizado

William Aquite^{1*}, Tim Osswald^{**}

¹ Polymer Engineering Center, University of Wisconsin-Madison. * aquite@wisc.edu

** osswald@engr.wisc.edu

Fecha de recepción del artículo: 1/6/2011 Fecha de aceptación del artículo: 1/7/2011

Resumen

Una nueva técnica permite la producción de pellets con forma esférica y tamaños en la escala micrométrica, convirtiéndose en una alternativa para la producción de polvos con propiedades físicas en demanda para procesos de prototipado, como el de sinterizado por laser. Con esta nueva técnica el polímero fundido es extruido por un capilar donde una hebra es continuamente deformada por una corriente de aire caliente que, gracias a la formación de perturbaciones de Rayleigh, se rompe en pellets esféricos con tamaños en la escala micrométrica. Este documento presenta la descripción del diseño de dicho sistema, una discusión de los fenómenos involucrados en la formación de pellets esféricos, así como los primeros resultados que validan cada uno de los fenómenos descritos.

Palabras clave

Procesos de peletizado (Pelletizing processes), Perturbaciones de Rayleigh (Rayleigh disturbances), Micropellets (Micropellets).

Introducción

Procesos especiales de prototipado como las técnicas de sinterizado por laser, y otros procesos de sinterizado de polvos requieren pequeños pellets con formas esféricas, alta relación de área a volumen, y cierta distribución de tamaños y fluibilidad para alcanzar la calidad requerida en el producto. Sin embargo los polvos de polímero que se usan en estos procesos son normalmente fabricados por costosos procesos de molido criogénico o alternativamente

con procesos de precipitación para ciertas resinas [1]. Considerando la importancia que estos procesos de prototipado han cobrado recientemente en la producción de piezas individuales con geometrías complejas, el objetivo de este trabajo está enfocado en solucionar uno de los principales problemas observados en este tipo de procesos.

Micropellets con formas cercanamente esféricas son producidos con procesos de extrusión de fibras y cortados en fluidos a bajas temperaturas. Debido a el encogimiento producido por el gradiente térmico al contacto con el fluido los pellets se deforman logrando formas cercanas a una esfera. En estos procesos el tamaño alcanzado es de alrededor 0.5 mm. [2][3].

Este trabajo se enfoca en el estudio de un proceso recientemente desarrollado en el Centro de Investigación de Polímeros en la Universidad de Wisconsin-Madison. Esta técnica permite la producción de pellets con forma esférica en la escala micrométrica a través de la deformación de un perfil de polímero fundido continuamente extruido.

Diseño experimental

El sistema de micropelletizado diseñado, construido y probado en el Centro de Ingeniería de Polímeros (Polymer Engineering Center) consiste de una extrusora, un dado de extrusión, y un equipo de recolección de producto.

La extrusora es una Brabender Modelo 2503 de 19 mm con una relación longitud-diametro L/D de 25 : 1. Está equipado con tres calentadores que

usan aire comprimido para controlar el aumento de temperatura. El tornillo gira gracias a la acción de un motor de 2 KW DC que permite la rotación del tornillo entre 0 y 150 min⁻¹.

El dado se encuentra dentro de una cámara por donde fluye aire caliente comprimido. El aire es calentado por medio de un calentador de aire en línea con capacitancia de 5 KW y es capaz de calentar hasta 730 cm³/s (6.5 SCFM) de aire hasta alrededor de 350°C.

Además existe un bloque que conecta la extrusora con el dado para redirigir el material fundido de una dirección horizontal a una vertical (giro de 90°). La boquilla consiste de dos partes; el mandril y el collar. El mandril tiene una punta en cónica a 45° en el exterior y un canal por el que fluye el material fundido con un diámetro de 1 mm. El collar tiene una punta cónica a 45° en el interior y una boca de 3 mm por la que fluye el aire. Las pérdidas de calor en el bloque y a través de la boquilla son controladas por medio de aislamiento con fibra de vidrio. Todas las partes están hechas de acero inoxidable AISI 304. La boquilla permite un flujo coaxial de polímero en el centro rodeado por aire caliente alrededor. El proceso de rotura sucede donde la dos fases (polímero y aire) se encuentran.

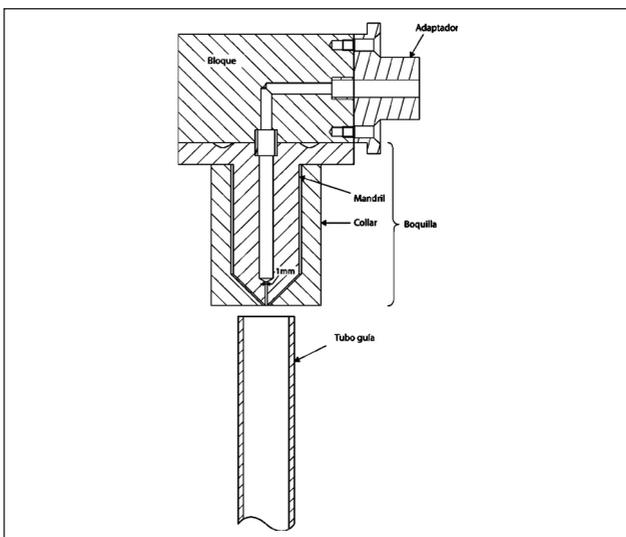


Figura 1. Diseño del dado de extrusión para micropelletizado.

Un tubo que es sostenido bajo el dado conduce el producto obtenido hacia el sistema de colección, haciendo uso del efecto Venturi por el cual la corriente de aire se alinea y previene la dispersión y acumulación de partículas de polímero a la salida del dado fundido debido a vórtices que pueden formarse en la corriente de aire.

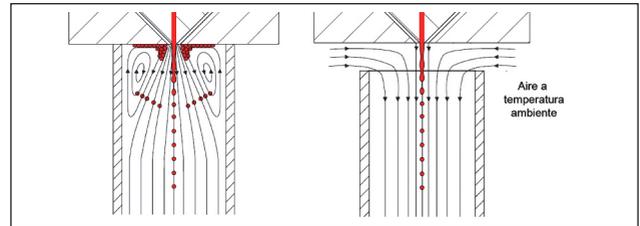


Figura 2. Esquemas de la boquilla y el flujo del aire con respecto a la posición del tubo hacia el sistema de colección de partículas.

El polímero fundido que es extruido por el capilar es continuamente deformado y halado hacia abajo por la corriente de aire caliente. De esta forma el proceso de estiramiento y ruptura del hilo de polímero comienza seguido por el enfriamiento de la superficie de los pellets para prevenir que se adhieran entre ellos o contra las paredes y para mantener la forma que se alcanza luego de la ruptura. Dos sistemas han sido utilizados, con iguales resultados. El primero consiste en la colección de pellets en un baño de agua a temperatura moderada y el segundo por medio de un sistema de separación ciclónica. El segundo con la ventaja que evita el proceso de secado post-enfriamiento.

La velocidad del aire y el polímero fundido son variables de proceso independiente, mientras que la temperatura del aire y el polímero fundido no son completamente independientes debido a la falta de aislamiento entre el aire y el canal que conduce el polímero.

El objetivo final de esta porción del proyecto consiste en la determinación de los efectos de la variación de propiedades en el flujo y en el material mismo en la formación y dispersión de gotas para este proceso, prestando mayor atención a la

morfología y tamaño de la gota para varias resinas incluyendo aquellas usadas en procesos especiales de sinterizado.

Materiales y caracterización

Polietileno de alta densidad (Dow Plastics, 0.952 g/cm³, MFI = 31.5 g/10min), polietileno de baja densidad (Dow Plastics, 0.921 g/cm³, MFI = 0.7 g/10min) y ácido poliláctico (NatureWorks, diferentes tipos) han sido estudiados en el sistema construido.

Fotografía microscópica y digital (Phantom v7.1 High-Speed Camera, Vision Research) ha sido utilizada para capturar el proceso que ocurre a la salida del dado. La caracterización del producto obtenido se ha hecho inicialmente con microscópicos ópticos.

Formación de gotas

Diferentes regímenes de ruptura pueden identificarse en la Figura 2, para diferentes números de Reynolds y Weber. El número de Reynolds representa la relación entre fuerzas de inercia y fuerzas viscosas, mientras que el número de Weber representa la relación entre fuerzas de inercia y fuerzas de tensión superficial.

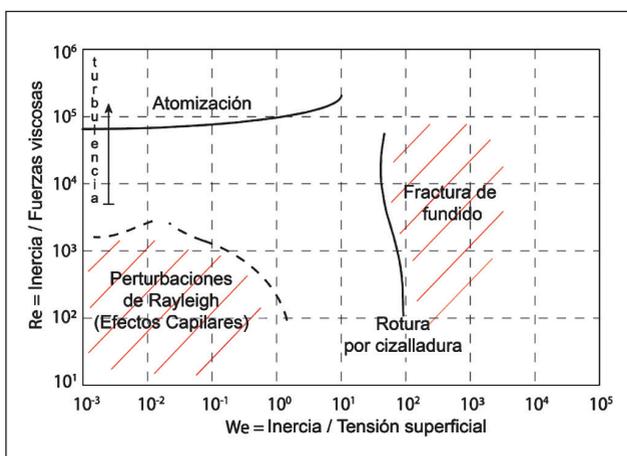


Figura 3. Regímenes de ruptura.[2]

La región superior de este diagrama representa los casos en donde bajos efectos capilares

son superiores por altos valores de inercia del fluido. Estos casos son típicos de procesos de atomización. Valores en la región inferior izquierda son característicos de casos donde la tensión superficial y esfuerzos deviatoricos gobiernan el proceso y permiten la ruptura en gotas cuando la tensión superficial supera los esfuerzos deviatoricos. Estos casos son normalmente referidos como perturbaciones de Rayleigh o efectos capilares. En la medida en que el número de Weber incrementa, los esfuerzos dentro del fluido dominan las fuerzas y llevan a la ruptura donde se evidencia fractura del fundido. La formación de gotas y la ruptura en este proceso ocurre en esta última región.

Perturbaciones de Rayleigh

La deformación de la hebra de polímero fundido y la ruptura de la misma dependen de las propiedades reológicas de las dos fases y de las propiedades de la interface. En el experimento descrito, fuerzas aerodinámicas, responsables por la continua extensión de la hebra, causan perturbaciones en la interface del polímero fundido con el aire debido a variaciones en la presión y la velocidad interfacial así como cambios en las propiedades del fluido. Dichas perturbaciones, llamadas Perturbaciones de Rayleigh, crean variaciones locales de presión a lo largo de la interface y la tensión interfacial reduce el tamaño de la interface entre las dos fases así como la relación superficie-volumen [3].

Aquellas perturbaciones que resultan con una longitud de onda mayor a la de la circunferencia inicial de la hebra incrementan hasta que reducen el diámetro de la hebra de polímero debido a las fuerzas de tensión superficial. Con la disminución local del diámetro de la hebra (formación del cuello), el valor de las fuerzas capilares incrementa y conducen a la ruptura en gotas [4]-[5]-[6].

Ruptura primaria

Fractura del fundido

Para fundidos de polímeros, donde el comportamiento viscoelástico es asociado con el comportamiento esfuerzo-deformación, una deformación rápida de una hebra de polímero puede llevar a la acumulación de esfuerzos hasta tal punto que el fundido se fractura.

Pinch off (Adelgazamiento)

En caso de que la longitud de onda sea mayor que la circunferencia de la hebra, una reducción monótonica del área interfacial ocurre causando la inestabilidad del cuello. En tal punto, efectos de tensión superficial separan la hebra en trozos que por los mismos efectos toman una forma esférica.

End-pinching (Pellizco)

Un efecto similar que también puede contribuir a la formación de gotas es el desprendimiento de una de las hendiduras en la hebra (formadas por las perturbaciones de Rayleigh). Este mecanismo de ruptura sucede debido a los efectos opuestos de tensión superficial en la superficie y esfuerzos deviatóricos.

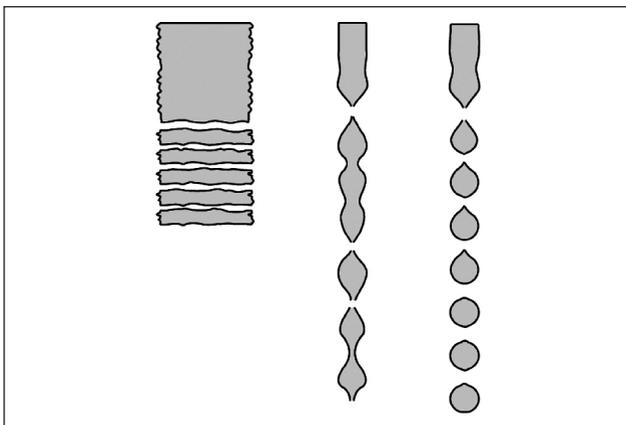


Figura 4. Efecto de la viscosidad de la ruptura observada. A bajos valores de viscosidad, es más probable que ocurra la fractura del fundido (a la izquierda). Para viscosidades más altas, efectos terminales se observan.

Ruptura secundaria

Bajo ciertas condiciones de proceso ruptura secundaria puede ocurrir luego de la boquilla. La respuesta viscoelástica del polímero provoca cambios en la posición del hilo extruido con respecto a el eje horizontal como se observa en la Figura 3. Además debido la inercia inducida por el flujo de aire en las gotas o segmentos de hebra con disturbios de Rayleigh que han abandonado la hebra principal puede causar una ruptura en gotas o segmentos más pequeños.

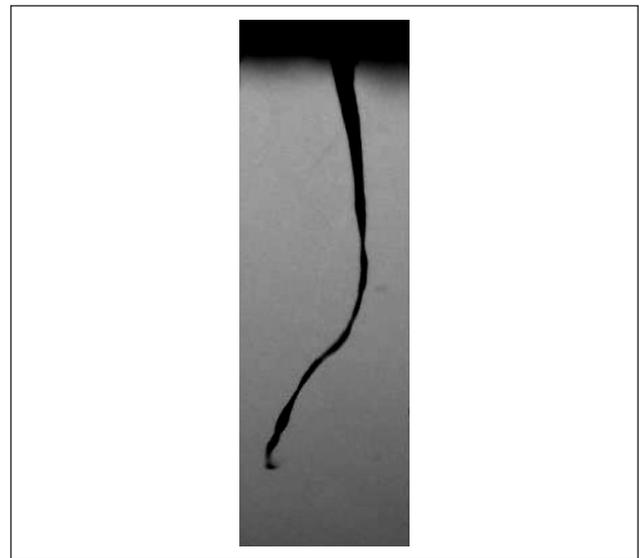


Figura 5. Resultados experimentales de la extrusión de polietileno de alta densidad capturados con una cámara de alta velocidad (68.000 fotogramas por segundo).

Tensión superficial

Efectos de tensión superficial son responsables de la forma dada a la hebra por las perturbaciones de Rayleigh como se explica en la sección anterior. Tras la ruptura, esta fuerza permite mantener la forma esférica debido a la tendencia natural del polímero para mantener una baja relación superficie-volumen. El enfriamiento es necesario para evitar que los pellets sufran de subsecuentes deformaciones.

Teniendo en cuenta el gradiente de temperatura al que el material fundido es sometido después de ser

extruido y estar en contacto con el aire precalentado a enfriarse a temperatura ambiente, diferentes morfologías se observan a diferentes condiciones de proceso y diferentes resinas, como es de esperar. La condición de proceso ideal tendría lugar donde el enfriamiento ocurre uniformemente tras el rompimiento y la formación de gotas.

Resultados

En estos experimentos preliminares conducidos, una gran variedad de condiciones de proceso fueron evaluadas para observar los fenómenos esperados y demostrar que la fabricación de micropellets gracias a perturbaciones de Rayleigh es factible. Evidencia de la ocurrencia de dichas perturbaciones se ha observado en polietileno de alta densidad y en ácido poliláctico. En la Figura 6 es posible apreciar los picos y valles en las secciones de latirá de polímero. Además, es posible ver la forma de limón en los extremos de las partículas por la ocurrencia de pinch-off.

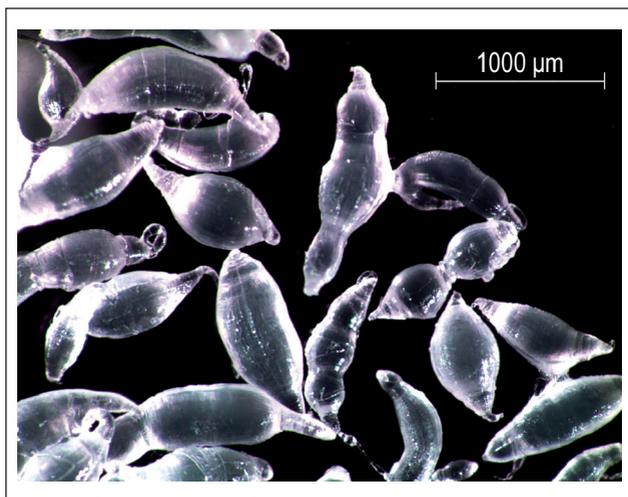


Figura 6. Perturbaciones de Rayleigh y la forma de limón en las partículas de Polietileno de alta densidad.

La Figura 7 muestra resultados para diferentes condiciones de proceso donde se obtienen pellets más pequeños y con valores más altos de circularidad. Estos resultados se presentan en más detalle en [7].



Figura 7. Perturbaciones de Rayleigh y la forma de cebolla en las partículas de polietileno de alta densidad.

Fractura del fundido se observó en experimentos con polietileno de baja densidad. Figura 9 y Figura 8 muestra resultados obtenidos con Polietileno de baja densidad, donde debido a sus altos valores de viscosidad, una fractura intensa del fundido y a bajas velocidades de aire y rompe en pellets con forma de lentejas de aproximadamente 1 mm de diámetro.



Figura 8. Fractura del fundido de una hebra de 1 mm de diámetro.

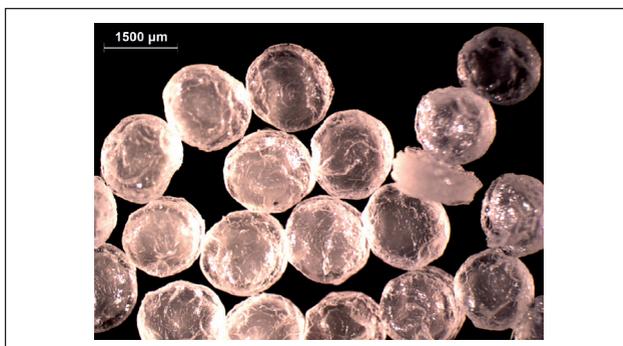


Figura 9. Pellets de polietileno de baja densidad con forma de lenteja y de aproximadamente 1 mm de diámetro.

Perspectiva

Para ampliar la ventana de proceso en la que la producción de micropellets es factible, el control independiente de las variables es deseable. Por ejemplo, el diseño de la boquilla actual limita el control independiente de temperatura del flujo de material fundido con respecto a la de la corriente de aire. El cambio de la temperatura del aire provoca una variación de la temperatura de la boquilla y por ende del material fundido debido a la alta conductividad térmica de la boquilla. Por esta razón, la viscosidad del polímero fundido es dependiente de esta diferencia de temperatura. Tal diferencia podría ajustarse mediante el uso de un sistema de canal caliente alrededor del canal que conduce el polímero con suficiente aislamiento de la corriente de aire que lo rodea. Esto permitiría la fabricación de micropellets con perturbaciones de Rayleigh para resinas que no pueden ser procesados con el actual diseño de la boquilla.

Es conveniente estudiar más a fondo las dependencias entre las condiciones de proceso y los cambios de las propiedades del material durante el proceso con el fin de contar con mayor control del proceso y la comprensión de los fenómenos. El modelado y simulación del proceso de ruptura observado experimentalmente también permite la obtención de información para el estudio del sistema [8].

Referencias

1. D. Rietzel, F. Kühnlein, and D. Drummer, "Characterization of New Thermoplastics for Additive Manufacturing by Selective Laser Sintering," SPE Proceedings ANTEC, 2010.
2. J.C. Lasheras and E.J. Hopfinger, "Liquid Jet Instability and Atomization in a Coaxial Gas Stream," Annual Review of Fluid Mechanics, vol. 32, Jan. 2000, pp. 275-308.
3. I. Manas-Zloczower, *Mixing and Compounding of Polymers: Theory and Practice*, Hanser Verlag, 2009.
4. T. Funada and D.D. Joseph, "Viscous potential flow analysis of capillary instability," International Journal of Multiphase Flow, vol. 28, Sep. 2002, pp. 1459-1478.
5. N. Ashgriz and F. Mashayek, "Temporal analysis of capillary jet breakup," Journal of Fluid Mechanics, 1995, pp. 163-190.0
6. I. Manas-Zloczower, *Mixing and Compounding of Polymers: Theory and Practice*, Hanser Verlag, 2009.
7. Martin Launhardt, "Manufacturing of Micropellets using Rayleigh Disturbances," University of Wisconsin, 2011.
8. W. Aquite, M. Engerer, M. Launhardt, N. Rudolph, and T. Osswald, "Simulation of Micropelletizing Mechanisms," ANTEC, Annual Technical Conference Proceedings, 2011.