



Preparazione di polvere di biopolimeri

Stampa 3D tramite Selective Laser Sintering

Giorgio De Trane

Politecnico di Torino

1. Introduzione
2. Produzione della polvere
3. Caratterizzazione della polvere
4. Stampa 3D
5. Conclusioni

Introduzione

Obiettivo

Qual è lo scopo di questa tesi?

Obiettivo

Qual è lo scopo di questa tesi?

- **Preparazione** di polvere di biopolimeri

Qual è lo scopo di questa tesi?

- **Preparazione** di polvere di biopolimeri
- **Stampa 3D** di biopolimeri

Qual è lo scopo di questa tesi?

- **Preparazione** di polvere di biopolimeri
- **Stampa 3D** di biopolimeri

Perchè utilizzare i **biopolimeri**?



Perchè biopolimeri?

- Biodegradabili

Possono essere smaltiti e degradati attraverso processi enzimatici, esattamente come sono stati prodotti

Perchè biopolimeri?

- Biodegradabili
- Biocompatibili

Sono compatibili con i tessuti umani e ampiamente utilizzati in campo biomedico

Perchè biopolimeri?

- Biodegradabili
- Biocompatibili
- Riciclabili

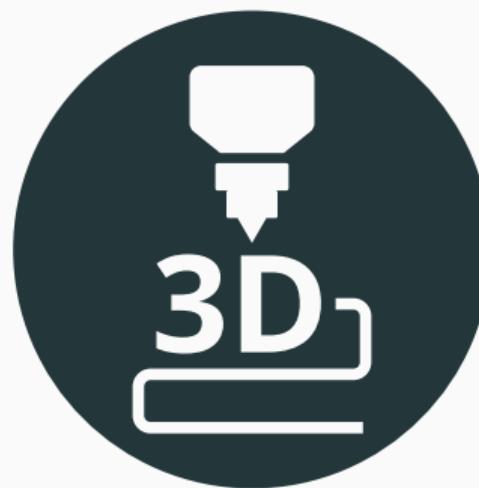
Possono essere rilavorati e riutilizzati per altri scopi

Perchè biopolimeri?

- Biodegradabili
- Biocompatibili
- Riciclabili
- Sostenibili

Dalla produzione allo smaltimento, in linea con le guidelines dell'UE per la sostenibilità

Perchè utilizzare la **stampo 3D?**



Perchè stampa 3D?

- **Libertà e flessibilità di design**

Ci si può svincolare dai workflow restrittivi del CAD e della produzione tradizionale

Perchè stampa 3D?

- **Libertà e flessibilità di design**
- **Geometrie complesse**

Si possono realizzare geometrie complesse e irraggiungibili con altri metodi di produzione

Perchè stampa 3D?

- **Libertà e flessibilità di design**
- **Geometrie complesse**
- **Minimo spreco di materiale**

Si minimizza l'utilizzo di materiale, riducendo potenzialmente i costi e l'impatto ambientale

Cosa dice la letteratura?

- Stato dell'arte dei **polimeri** nella **stampa 3D**

Ampiamente utilizzati, ma principalmente polimeri di origine petrolchimica

- Stato dell'arte dei **polimeri** nella **stampa 3D**
- **Biopolimeri** nella **stampa 3D**

Utilizzo in crescita, ma principalmente in Fused Deposition Modeling

- Stato dell'arte dei **polimeri** nella **stampa 3D**
- **Biopolimeri** nella **stampa 3D**
- Produzione di **polvere** per **Selective Laser Sintering**

Precipitazione chimica o macinatura meccanica criogenica

- Stato dell'arte dei **polimeri** nella **stampa 3D**
- **Biopolimeri** nella **stampa 3D**
- Produzione di **polvere** per **Selective Laser Sintering**

Pochissimi risultati in letteratura!

Selective Laser Sintering

Cosa è il Selective Laser Sintering?

Selective Laser Sintering

L'**SLS** è una tecnologia di produzione additiva che impiega un laser per sinterizzare delle particelle di polvere polimerica o composita

Selective Laser Sintering

L'**SLS** è una tecnologia di produzione additiva che impiega un laser per **sinterizzare** delle particelle di polvere polimerica o composita



Scelta del biopolimero

Quale biopolimero scegliere?

Scelta del biopolimero

Finestra di **sinterizzazione**

Scelta del biopolimero

Finestra di **sinterizzazione**

Range di temperatura tra la **cristallizzazione** e la **fusione** del polimero

Scelta del biopolimero

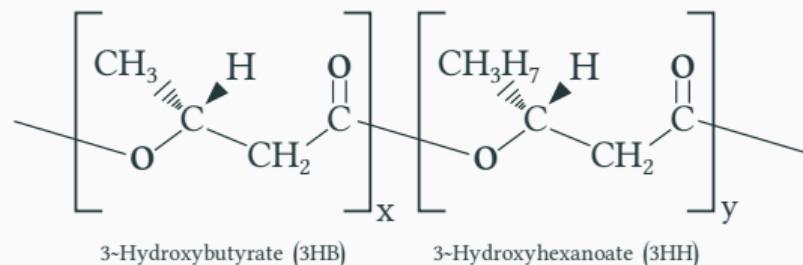
PHBH

(poly)-hydroxy-3-butyrate-3-hexanoate

Scelta del biopolimero

PHBH

(poly)-hydroxy-3-butyrate-3-hexanoate



Produzione della polvere

Produzione della polvere

Come si ottiene la polvere?

Precipitazione chimica

Precipitazione chimica



Produzione della polvere

- Rendimenti più alti rispetto alla macinatura criogenica

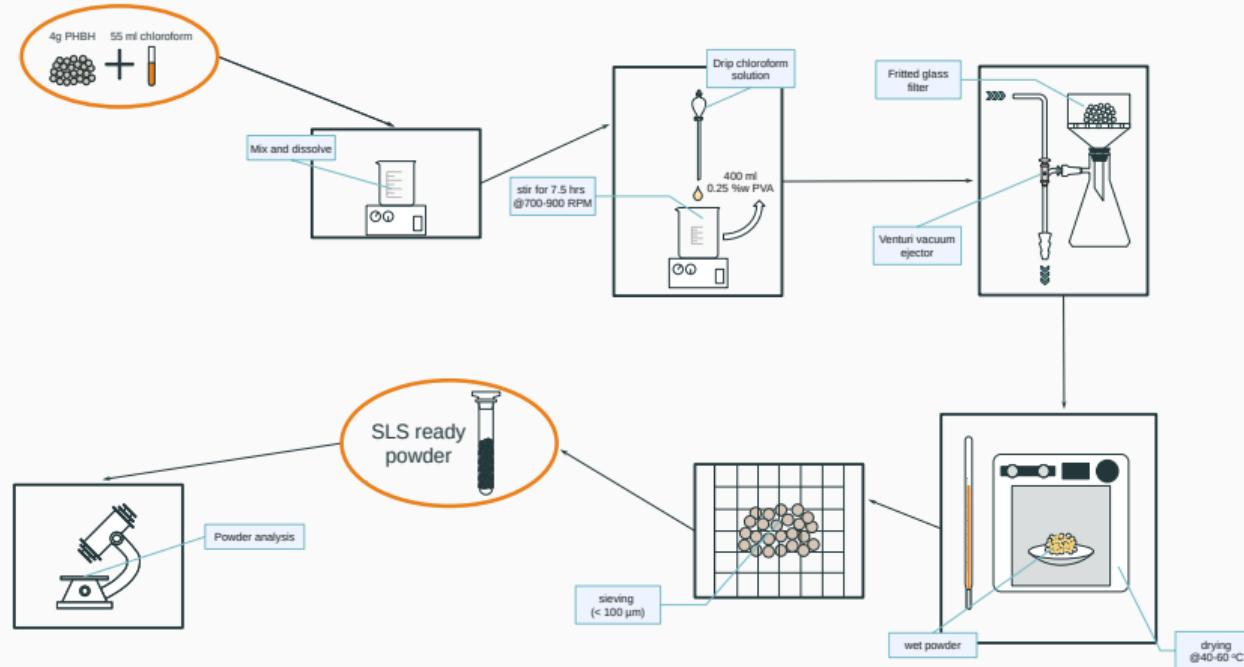
Produzione della polvere

- Rendimenti più alti rispetto alla macinatura criogenica
- Polveri con una distribuzione di dimensioni più uniforme

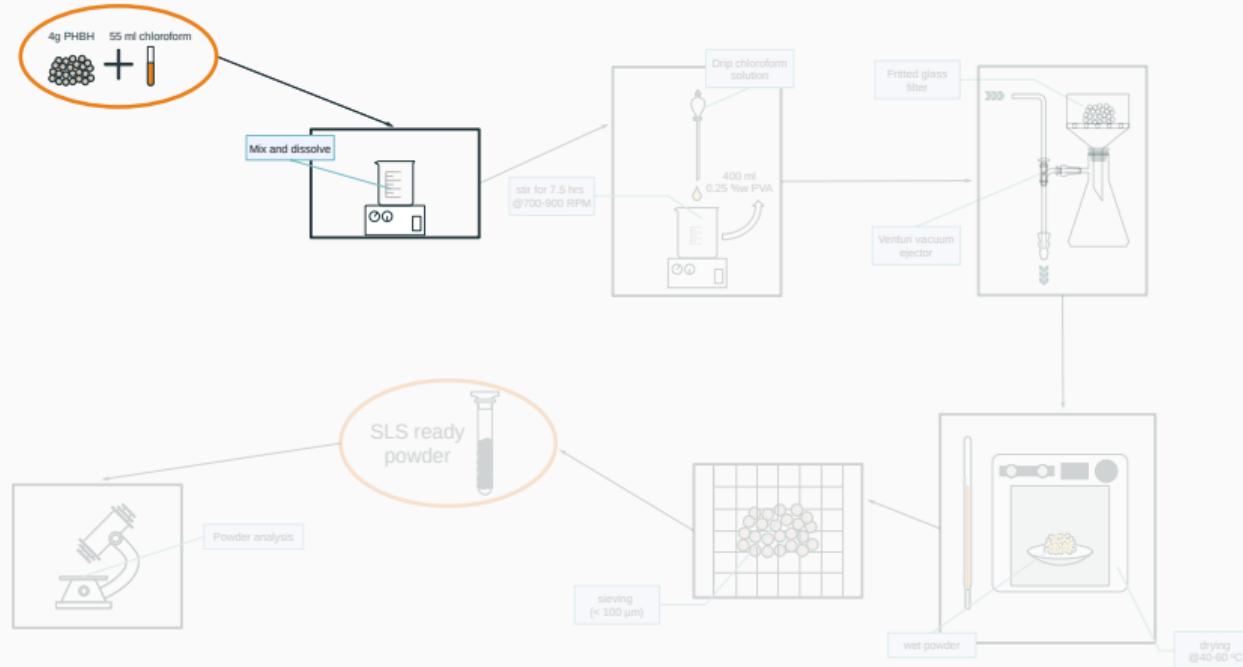
Produzione della polvere

- Rendimenti più alti rispetto alla macinatura criogenica
- Polveri con una distribuzione di dimensioni più uniforme
- Polveri con morfologia adeguata per l'SLS

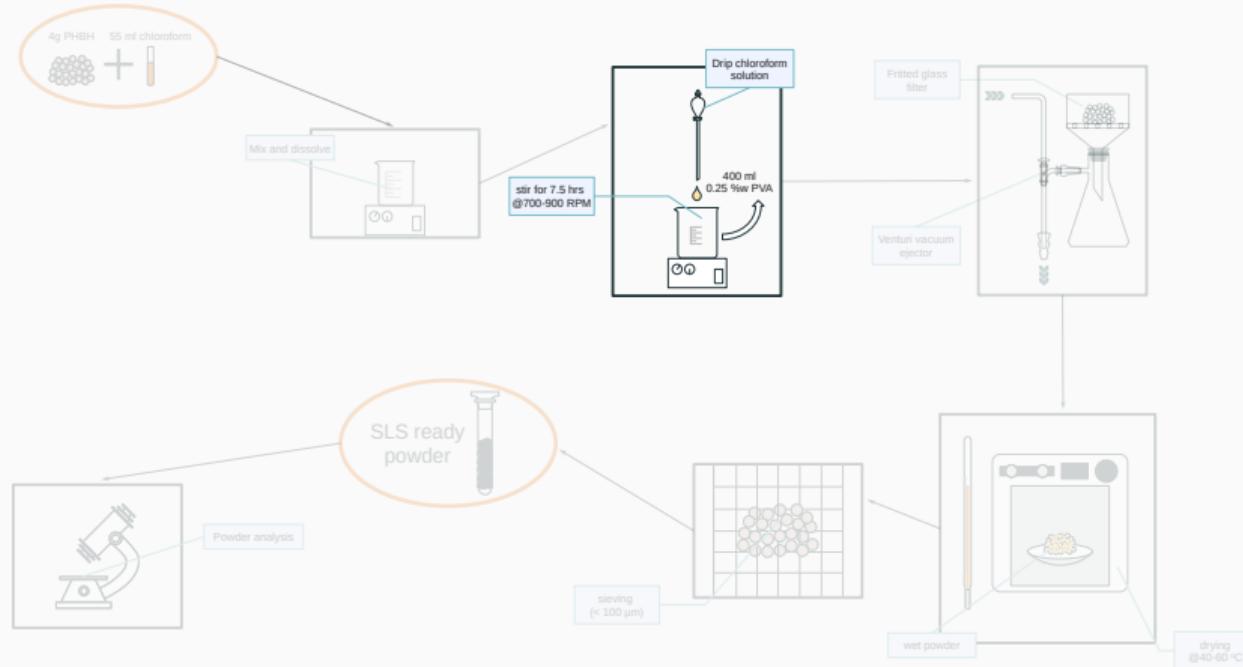
Precipitazione chimica



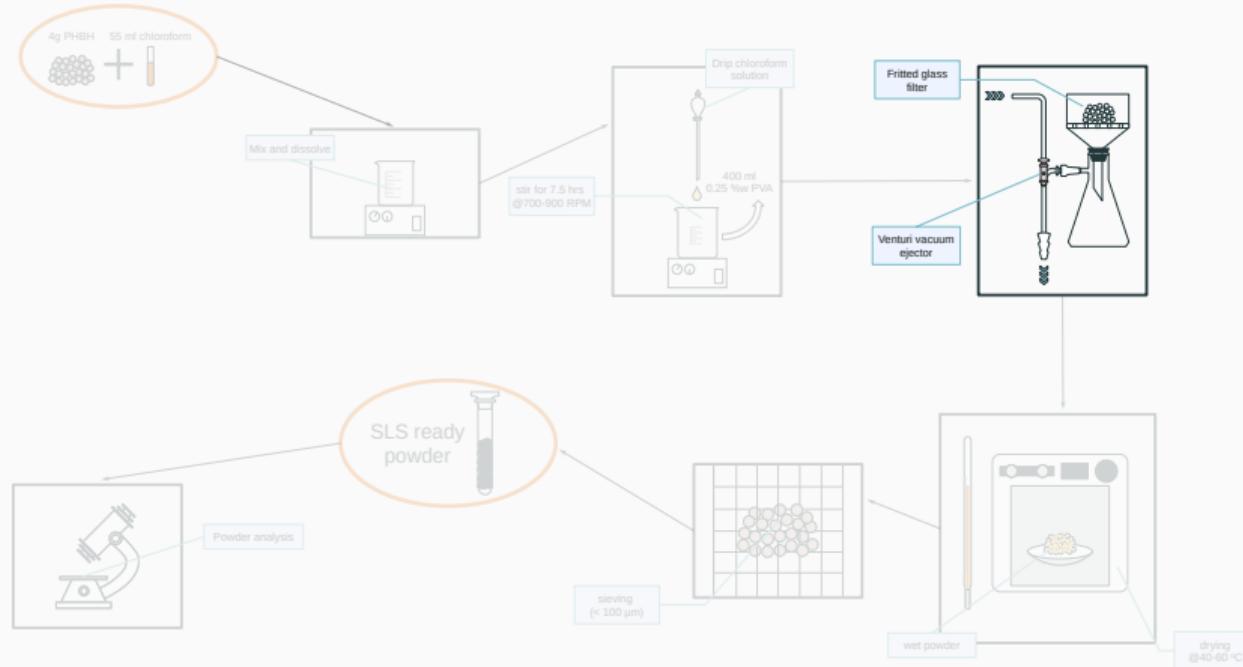
Precipitazione chimica



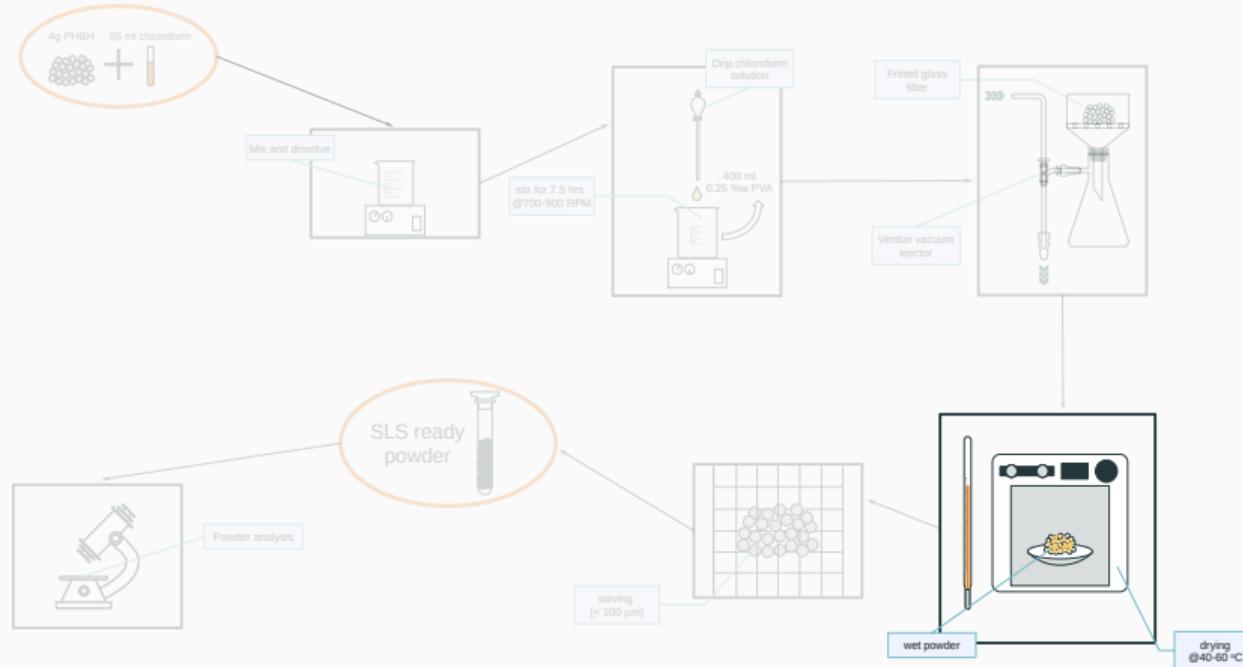
Precipitazione chimica



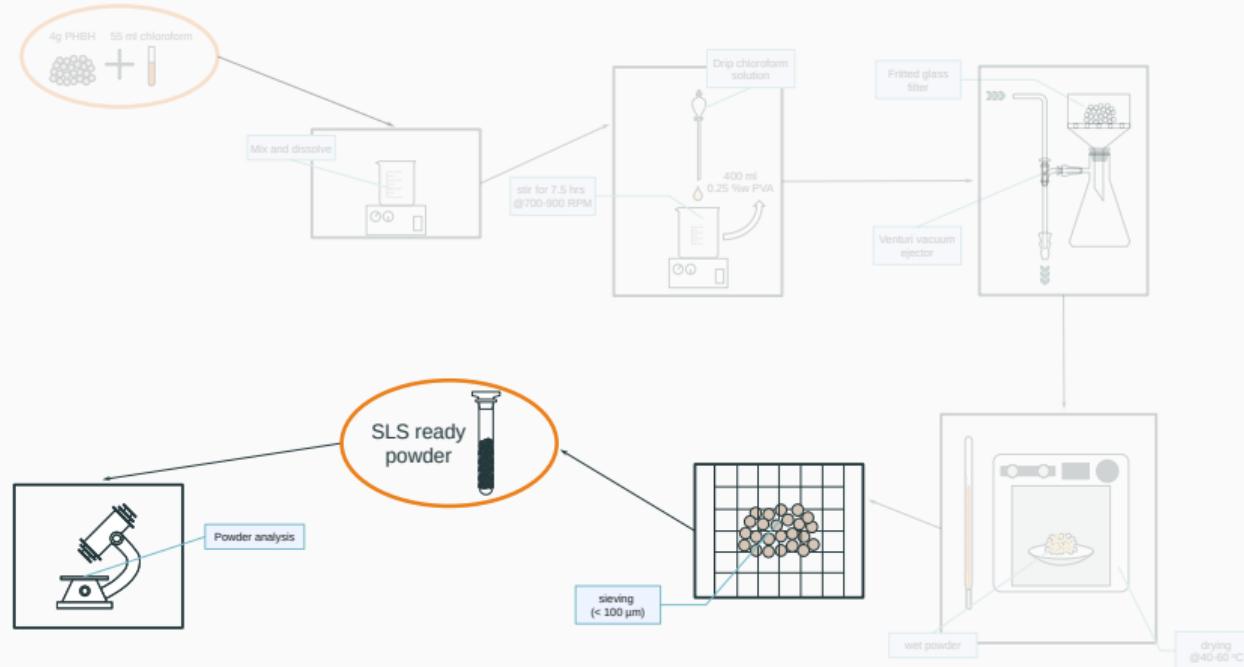
Precipitazione chimica



Precipitazione chimica



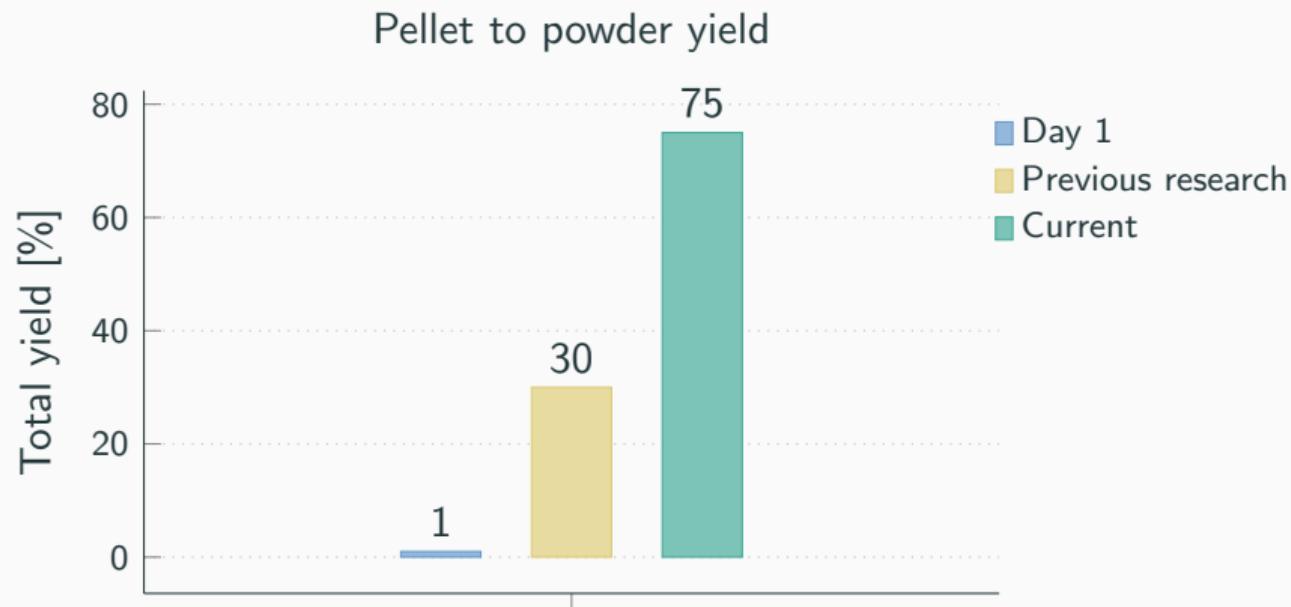
Precipitazione chimica



Precipitazione chimica

Qual è la **resa** del processo di precipitazione?

Precipitazione chimica



Caratterizzazione della polvere

Requisiti della polvere

Quali sono i **requisiti** fondamentali per una polvere SLS ready?

Requisiti della polvere

- Granulometria

La polvere deve avere una distribuzione media tra 20 e 80 μm

Requisiti della polvere

- Granulometria
- Morfologia

Le particelle devono essere sferiche, non vuote, per consentire la formazione efficace di colli di sinterizzazione

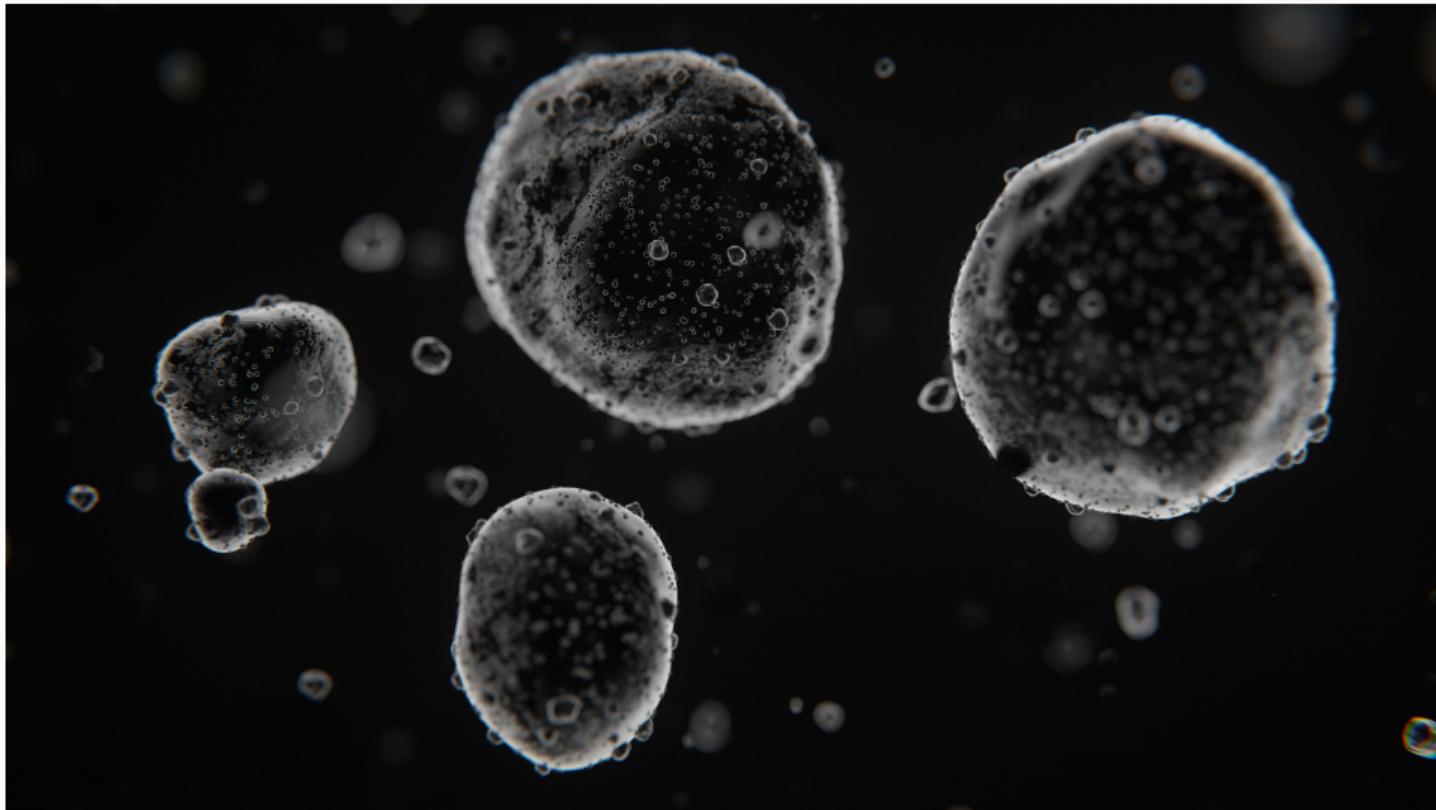
Requisiti della polvere

- Granulometria
- Morfologia
- Stabilità termica

La polvere deve rimanere termicamente inalterata durante la stampa

La microscopia a scansione elettronica (**SEM**) è un metodo di analisi che permette di ricostruire la morfologia di una superficie in 3D, sfruttando l'emissione di **elettroni secondari** da un campione sottoposto ad un fascio di elettroni.

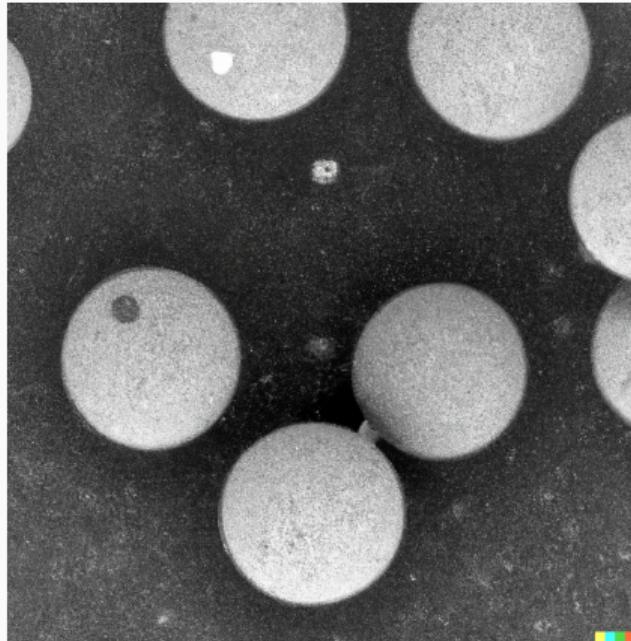
Microscopia a Scansione Elettronica



Come dovrebbe apparire una polvere SLS ideale?

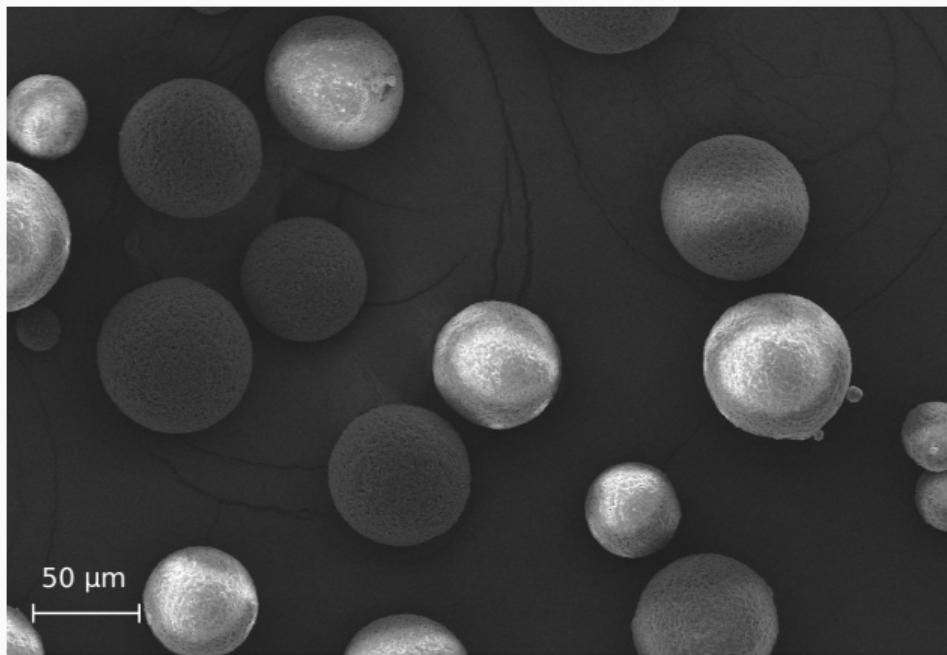
Microscopia a Scansione Elettronica

DALLE-2 Prompt: *Round particles seen through a SEM microscope*



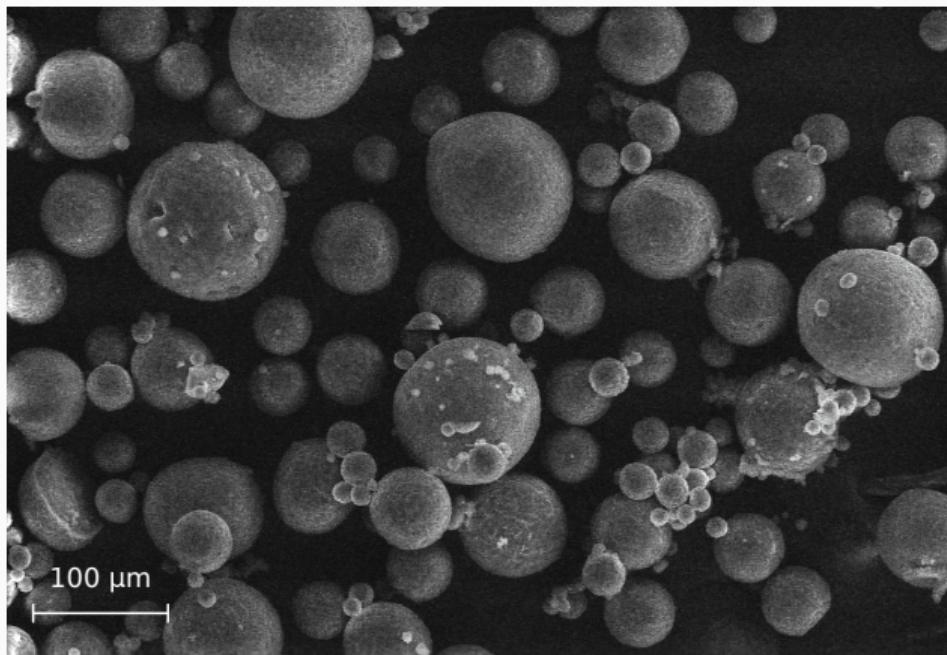
Microscopia a Scansione Elettronica

MAG: 461X



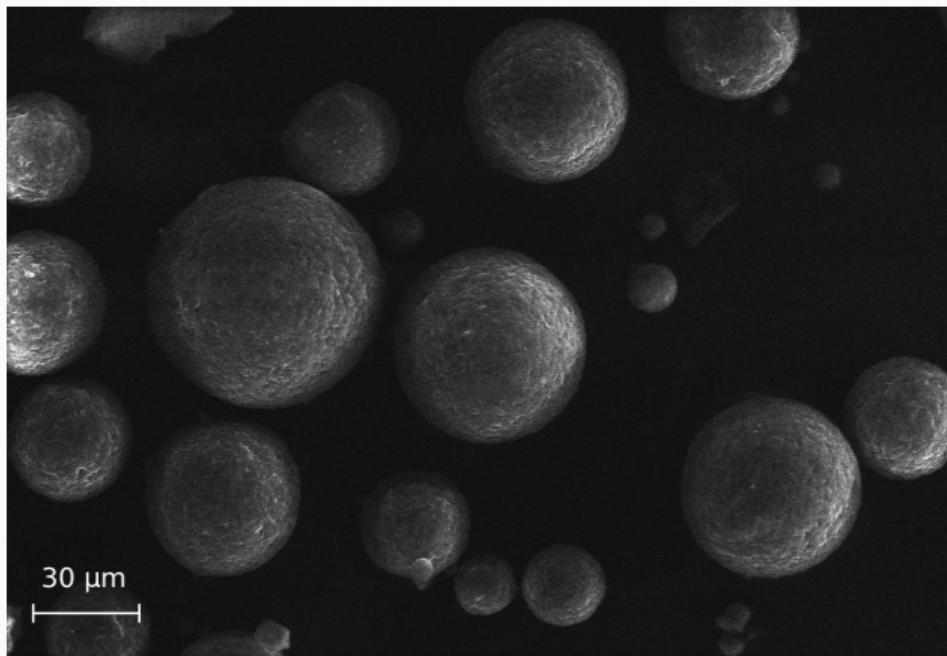
Microscopia a Scansione Elettronica

MAG: 400X



Microscopia a Scansione Elettronica

MAG: 800X



Distribuzione granulometrica

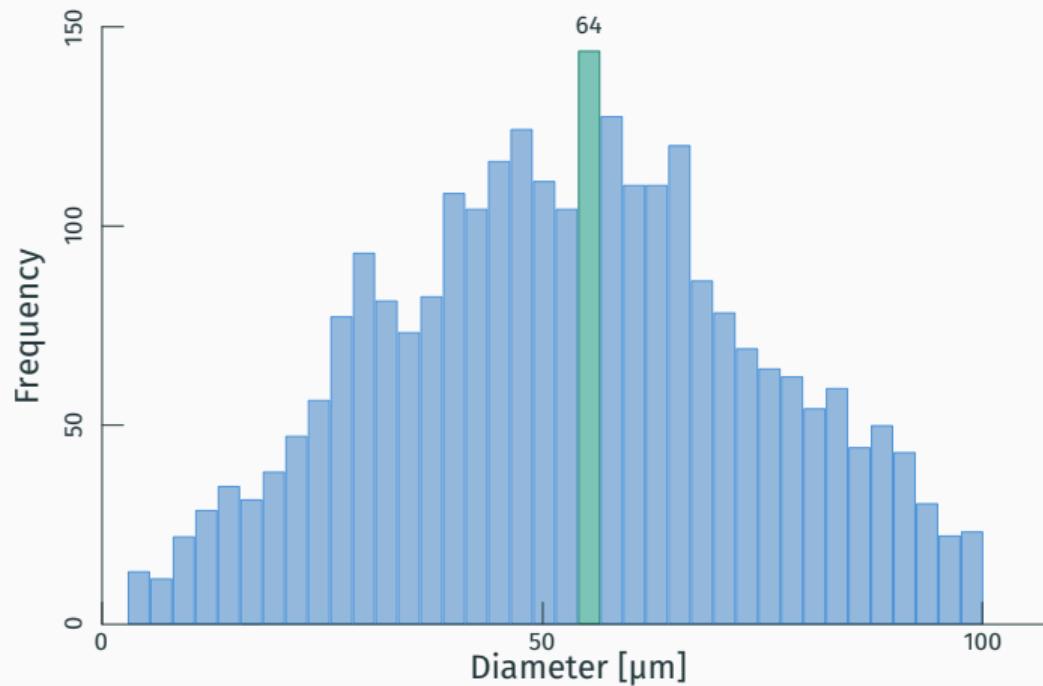
La distribuzione ideale descritta in letteratura per la polvere SLS è tra **20 e 80 μm**

Distribuzione granulometrica

I risultati ottenuti per **z-stack defocusing** di immagini in microscopia ottica (10X) confermano quanto già osservato con la microscopia a scansione elettronica

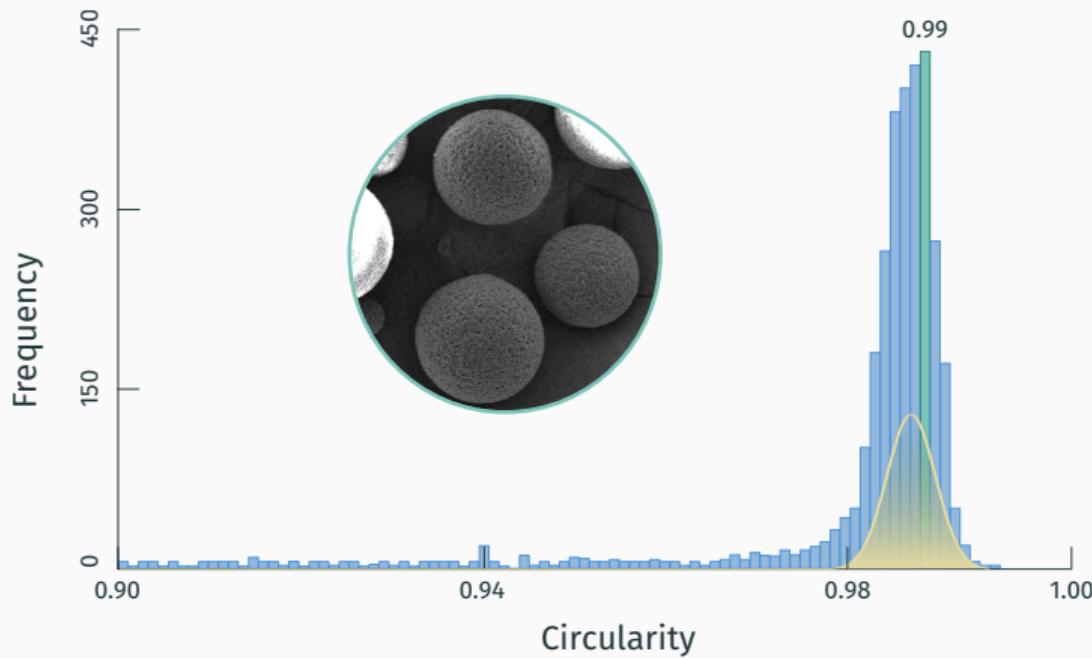
Distribuzione granulometrica

Particle size distribution



Distribuzione granulometrica

Particle circularity



Calorimetria Differenziale a Scansione

La calorimetria differenziale a scansione (**DSC**) è un metodo di analisi che permette di studiare la variazione di energia di un campione sottoposto ad un aumento graduale di temperatura.

Cosa permette di individuare nei **polimeri**?

Cosa permette di individuare nei **polimeri**?

- Temperature di fusione

Cosa permette di individuare nei **polimeri**?

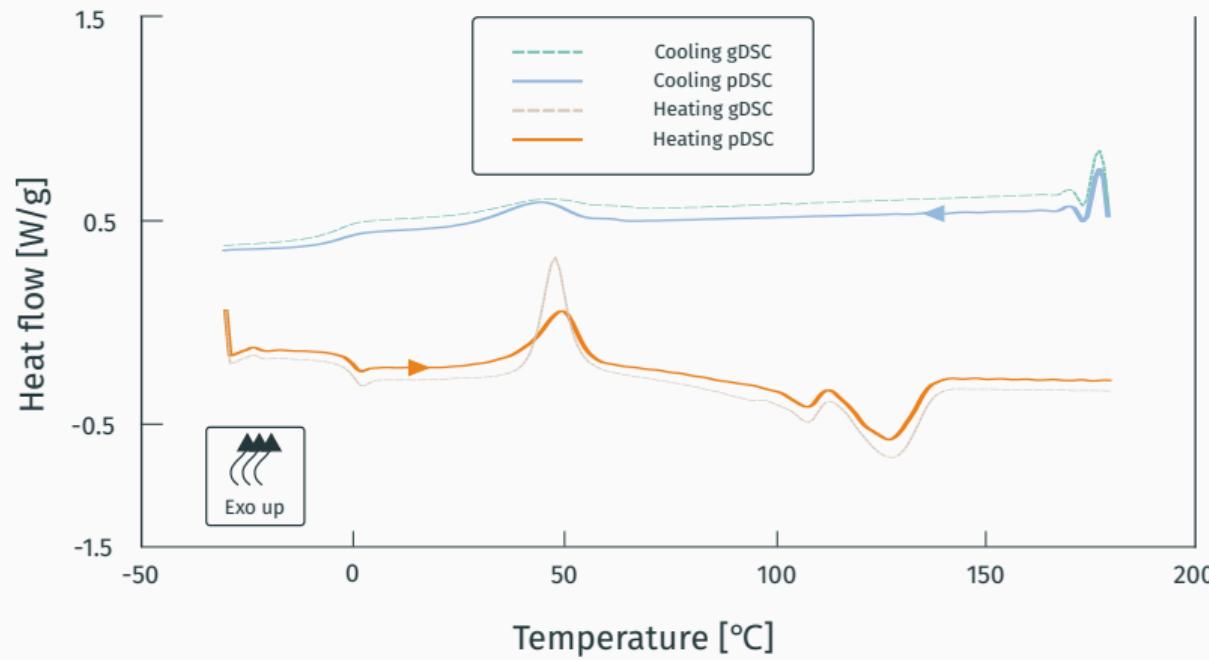
- Temperature di fusione
- Temperature di cristallizzazione

Cosa permette di individuare nei **polimeri**?

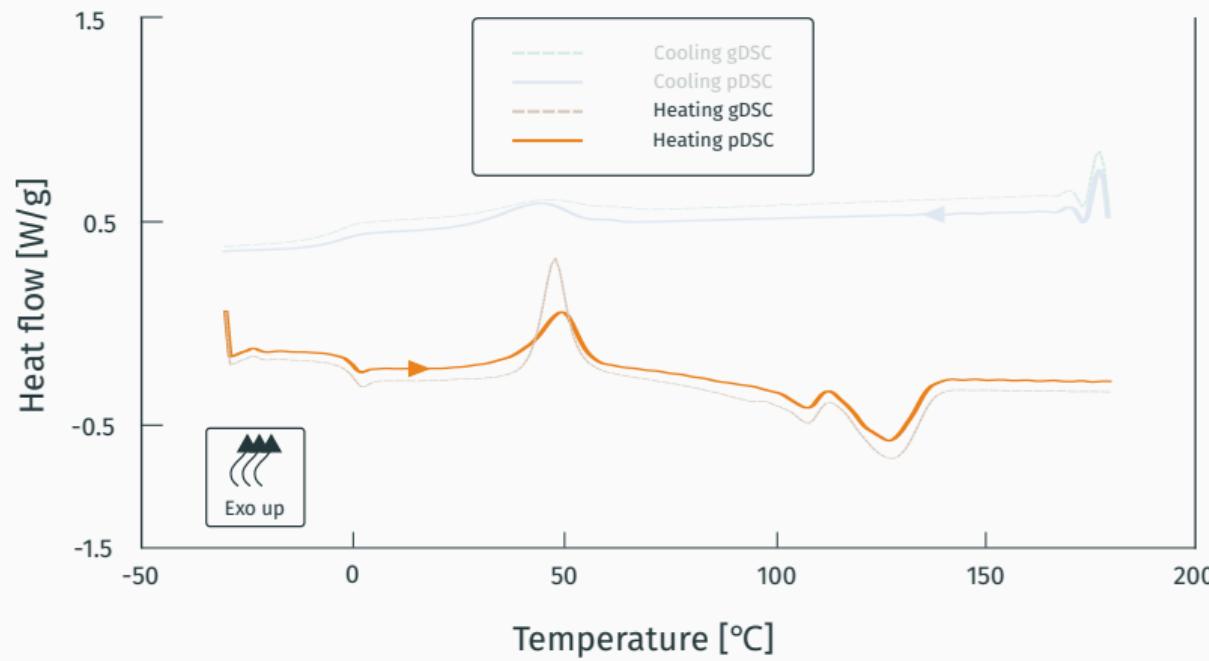
- Temperature di fusione
- Temperature di cristallizzazione
- Finestra di sinterizzazione

La prova è stata svolta in *aria* in un intervallo di temperatura da -50 a 180 °C, su campioni di **polvere e pellet**.

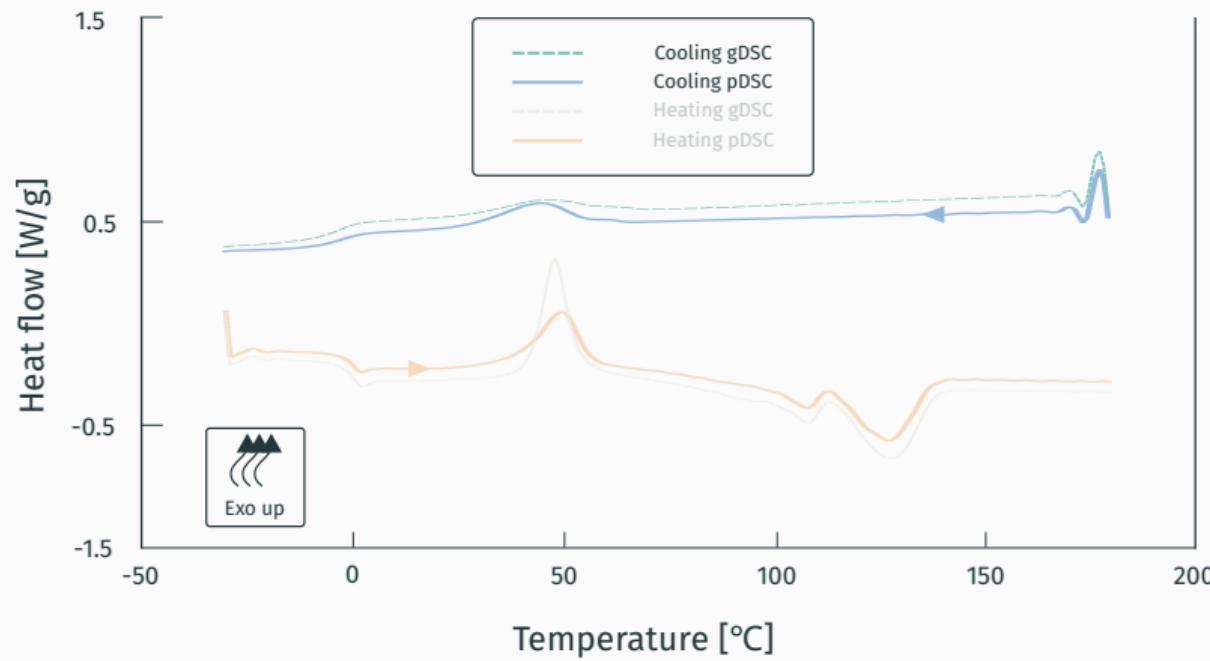
DSC of a pellet and a powder sample



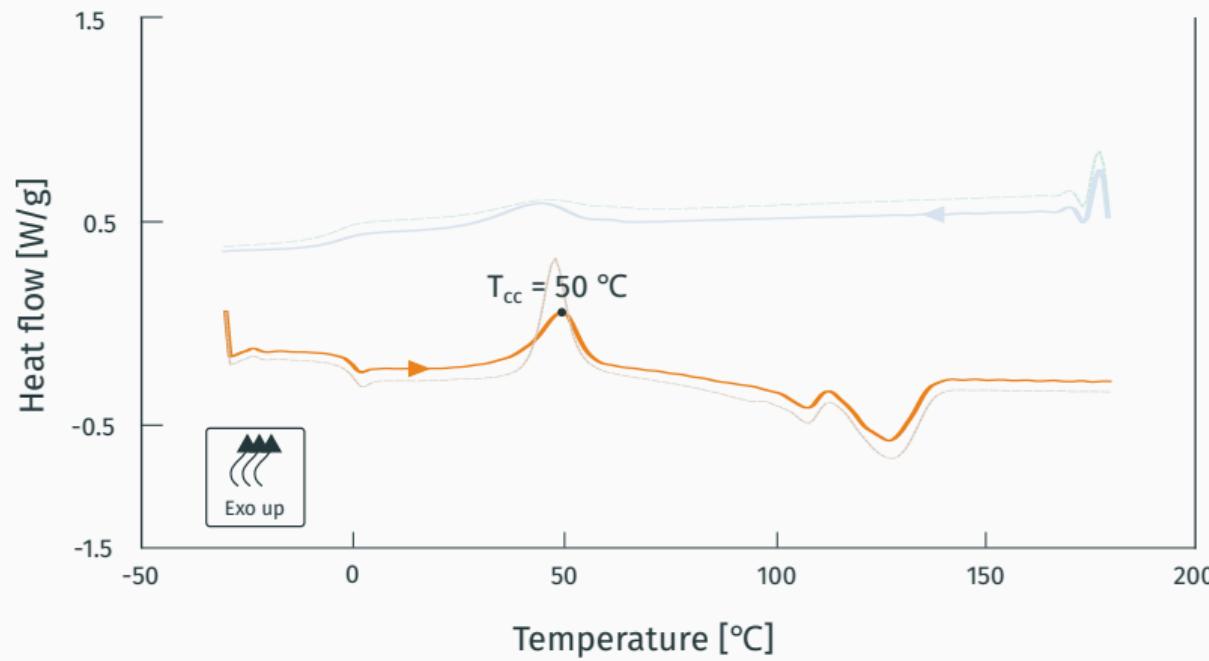
Heating phase



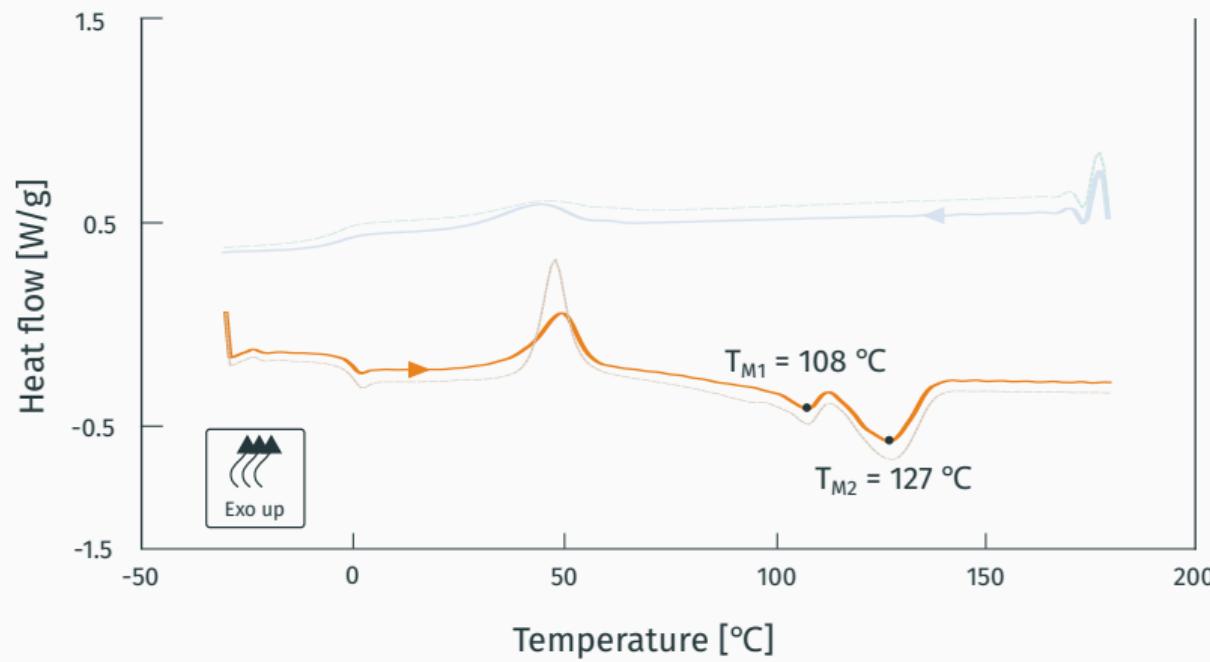
Cooling phase



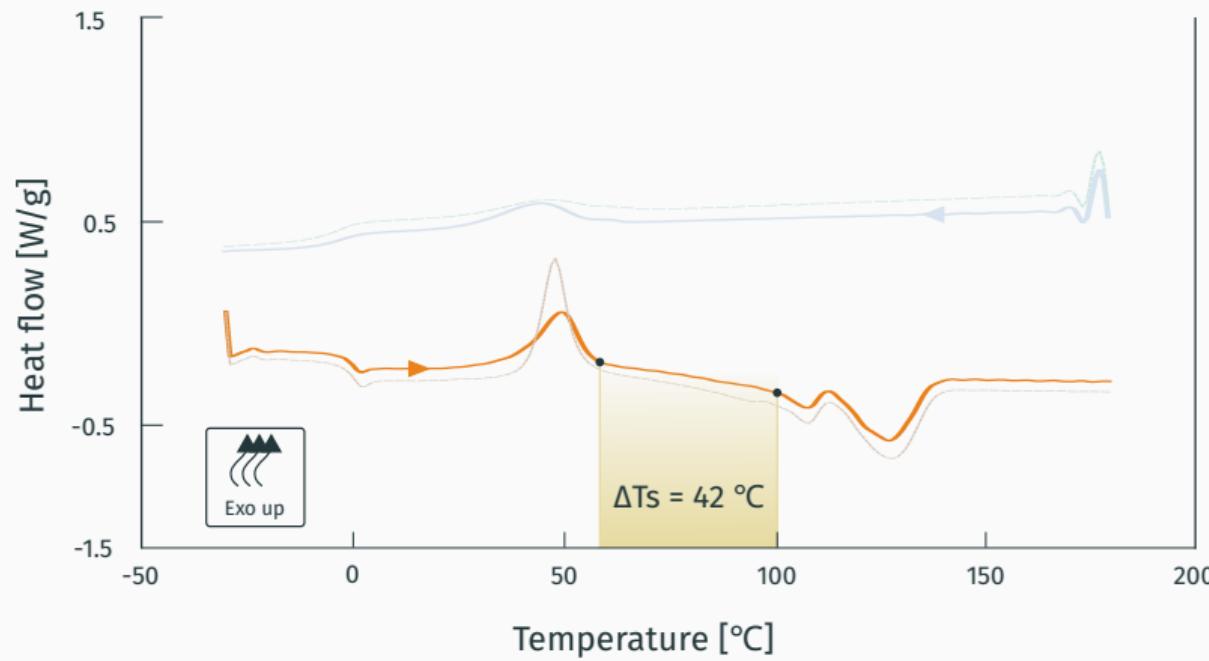
Cold crystallization



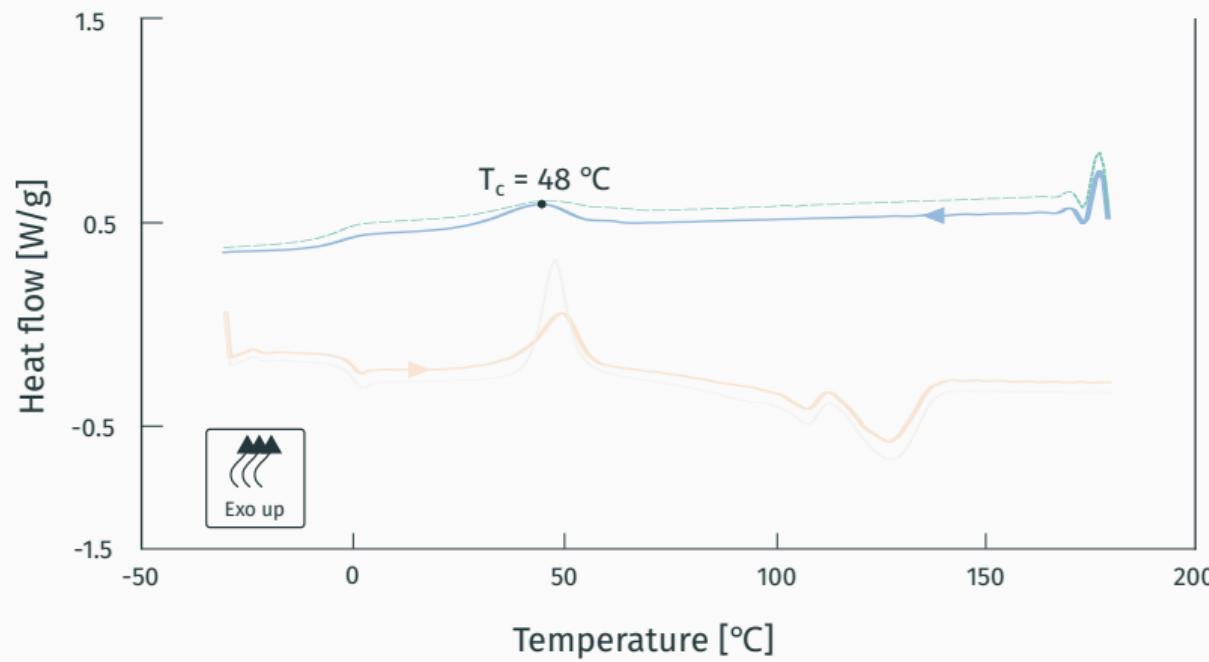
Melting points



Sintering window



Crystallization



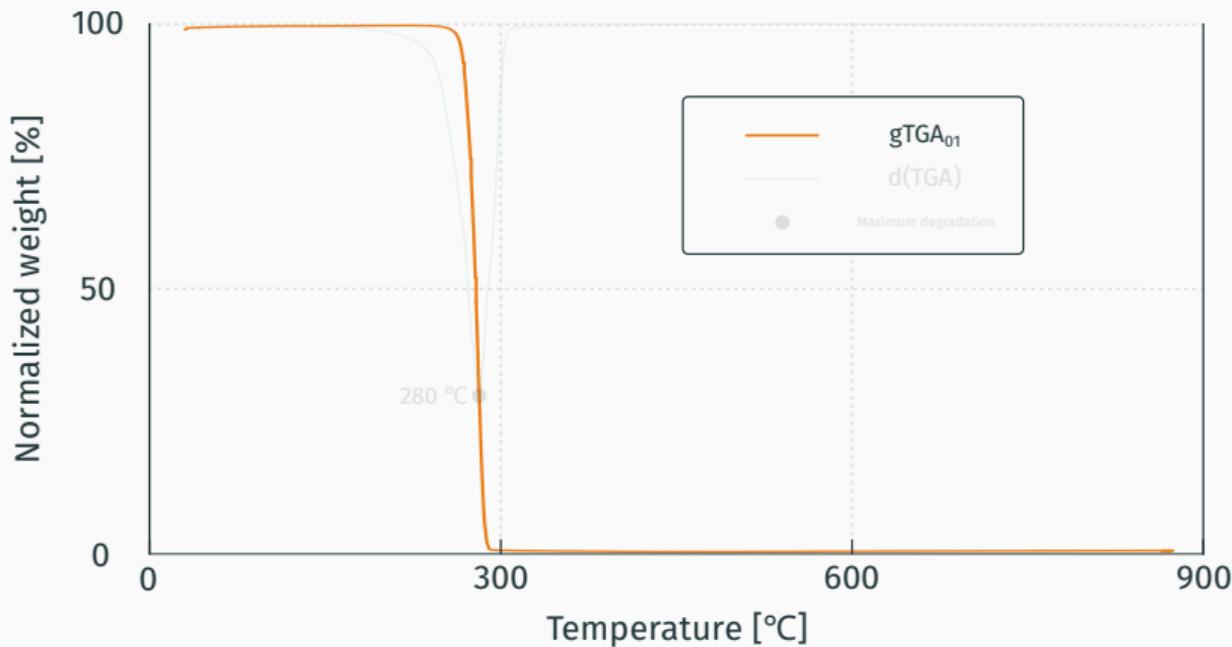
L'analisi termogravimetrica (**TGA**) permette di studiare la degradazione di un campione sottoposto ad un aumento graduale di temperatura.

Campioni di **pellet** e **polvere** di PHBH sono stati analizzati per verificare che il processo di precipitazione non alterasse il materiale.

La prova è stata svolta in *aria* con una rampa di riscaldamento da 25 a 900 °C, con **massa normalizzata** su quella iniziale del campione.

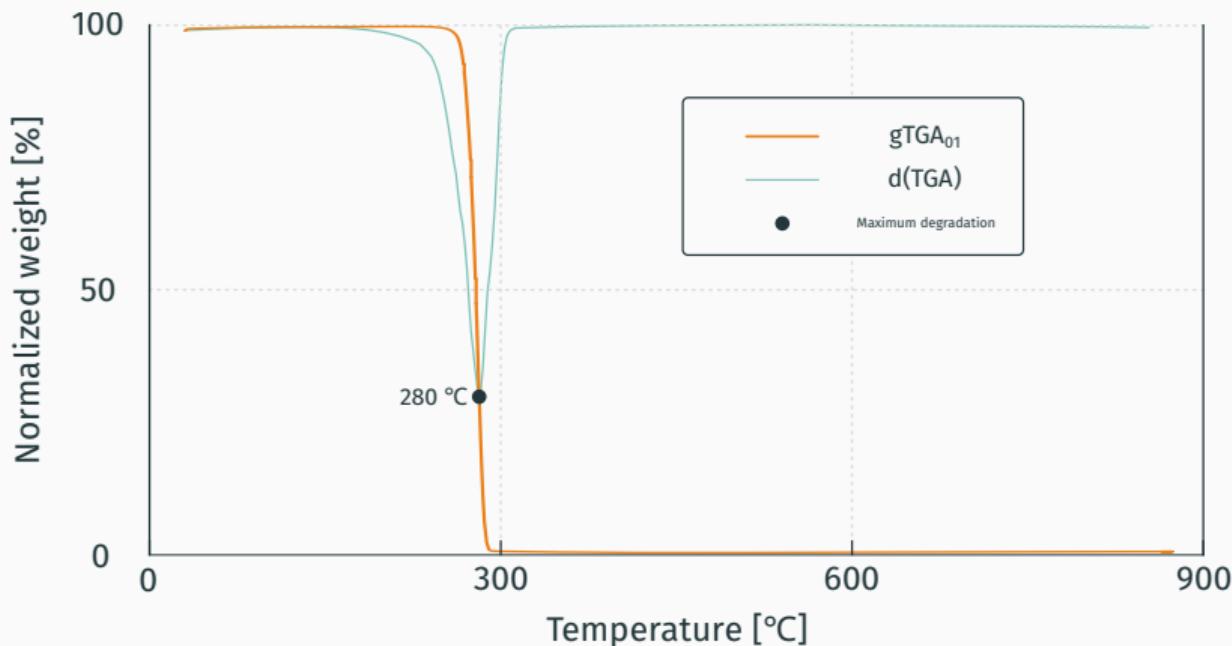
Analisi termogravimetrica

TGA pellet



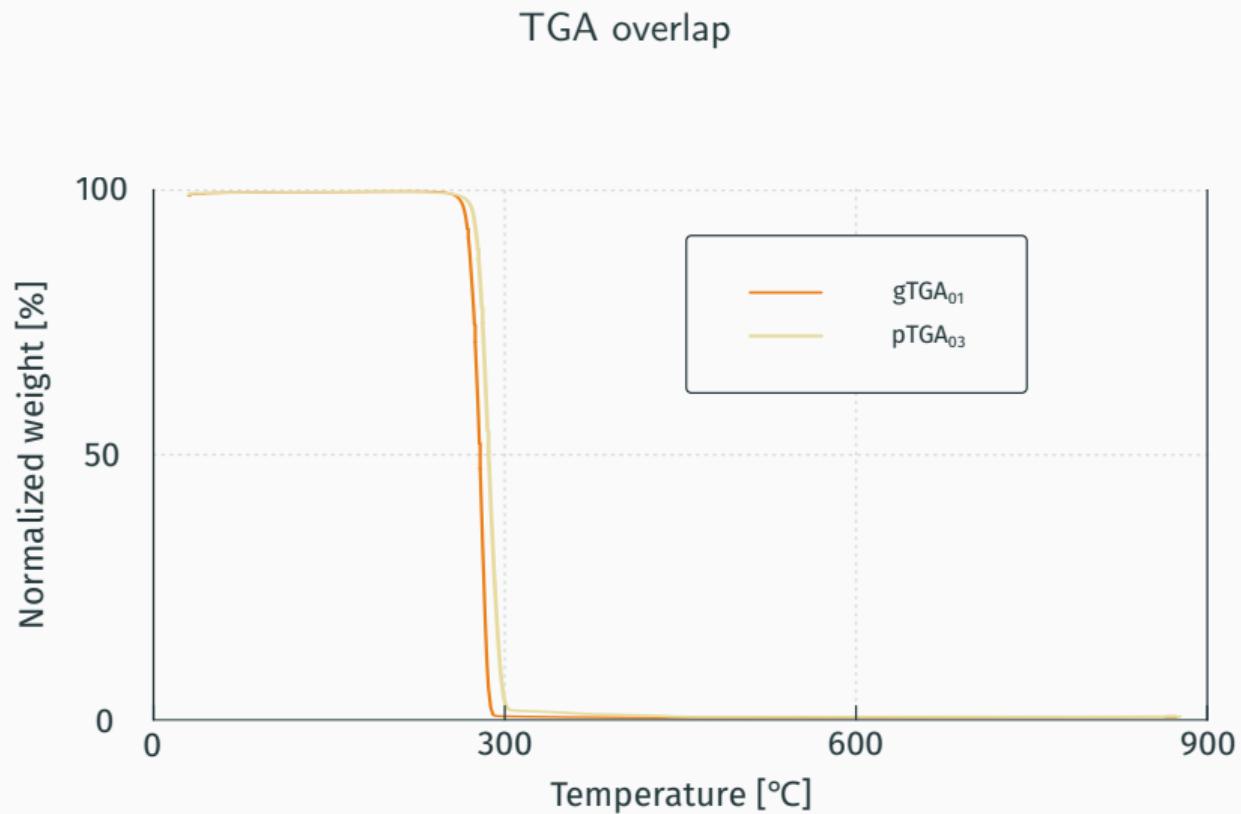
Analisi termogravimetrica

TGA pellet



Come si comporta la **polvere** rispetto al **pellet** di materiale iniziale?

Analisi termogravimetrica



Stampa 3D

Setup

Conclusioni
