

MODELLAZIONE DEL PROCESSO DI MACINAZIONE AD ALTA ENERGIA TRAMITE MULINO A BIGLIE PLANETARIO

M. Broseghini^a, L. Gelisio^a, M. D’Incau^a, C.L. Azanza Ricardo^a, N.M. Pugno^{b,c,d}, P. Scardi^a

1. INTRODUZIONE

La riduzione di una o più dimensioni della materia (*comminuzione*) alla scala nanometrica induce la comparsa di peculiari proprietà, spesso inesprese alla scala macroscopica. Ad esempio, l’incremento del rapporto superficie/volume e, frequentemente, della densità di difetti, implica una aumentata reattività nei confronti dell’ambiente circostante.

Tra le tecniche più utilizzate per la *comminuzione* vi è la macinazione ad alta energia tramite mulino a biglie (*ball milling* [1,2]), apparato estremamente versatile con cui possono essere processati i più disparati materiali; metalli, ceramici, sostanze organiche ed anche farmaceutiche. Per citare alcuni esempi, il *ball milling* è impiegato per incrementare l’attività chimica (*attivazione meccano-chimica*), promuovere trasformazioni strutturali, alligare materiali metallici e sintetizzare – direttamente o indirettamente – materiali ceramici. In campo farmaceutico, inoltre, interessanti applicazioni di questa tecnica sono connesse alla necessità di aumentare la biodisponibilità di farmaci poco solubili [5], ovvero incrementarne la dissoluzione alterandone le caratteristiche fisiche (densità di difetti, microstruttura) ma non la composizione chimica.

Fra le numerose tipologie di mulini a biglie presenti sul mercato, il planetario (*planetary ball mill*) spicca per efficienza, semplicità d’uso e pulizia oltre che per limitato dispendio energetico e ridotti tempi di macinazione. Esso prende il nome dal moto dei suoi componenti, mol-

to simile a quello dei pianeti, ed è utilizzato da più di cent’anni. È costituito da due o più giare, poste in rotazione attorno al proprio asse (velocità angolare ω) installate su un disco, anch’esso rotante, in direzione generalmente opposta (velocità Ω), come illustrato in Figura 1. All’interno delle giare, la comminuzione è provocata dagli impatti ad alta energia tra le sfere (il cui movimento è dovuto alle forze centrifughe e di Coriolis), le pareti della giara e le particelle di polvere da macinare che, tipicamente, ricoprono le superfici di biglie e giara.

L’energia disponibile per la macinazione e, di conseguenza, le caratteristiche del prodotto finale dipendono strettamente da molti parametri, relativi sia alla geometria che alle proprietà fisiche delle parti costituenti il mulino. Tra questi possono essere certamente inclusi la dimensione e la forma di sfere e giare, le proprietà elasto-plastiche dei materiali, gli attriti presenti, le velocità angolari delle parti rotanti, il tempo di macinazione ed, infine, la quantità di materiale introdotto.

Dato l’elevato numero di variabili che ne determinano il buon esito, il processo di macinazione tramite mulino a biglie planetario è quindi lungi dall’essere completamente compreso ed ottimizzato. Difficoltà insorgono a causa della complessità e della non linearità dei fenomeni fisici e dinamici che si instaurano nel sistema e dalla loro evoluzione a seconda dei parametri operativi scelti. A riguardo, numerosi studi sono proposti nella letteratura scientifica principalmente allo scopo di individuare relazioni tra caratteristiche del processo e prodotto ottenuto.

La strada più semplice per correlare parametri di macinazione e risultato finale è quella di eseguire prove sperimentali in condizioni operative diverse. L’alternativa a tale approccio, che richiede notevole impiego di tempo e risorse, è la modellazione del processo per via numerica. Oltre alla possibilità di testare un numero infinito di combinazioni di variabili, il maggior vantaggio che la modellazione offre rispetto all’ap-

a. Dipartimento di Ingegneria Civile, Ambientale e Meccanica, Università degli studi di Trento

b. Dipartimento di Ingegneria Civile, Ambientale e Meccanica, Laboratory of Bio-Inspired and Graphene Nanomechanics, Università degli Studi di Trento

c. Center for Materials and Microsystems, Fondazione Bruno Kessler, Trento

d. School of Engineering and Materials Science, Queen Mary University of London, United Kingdom

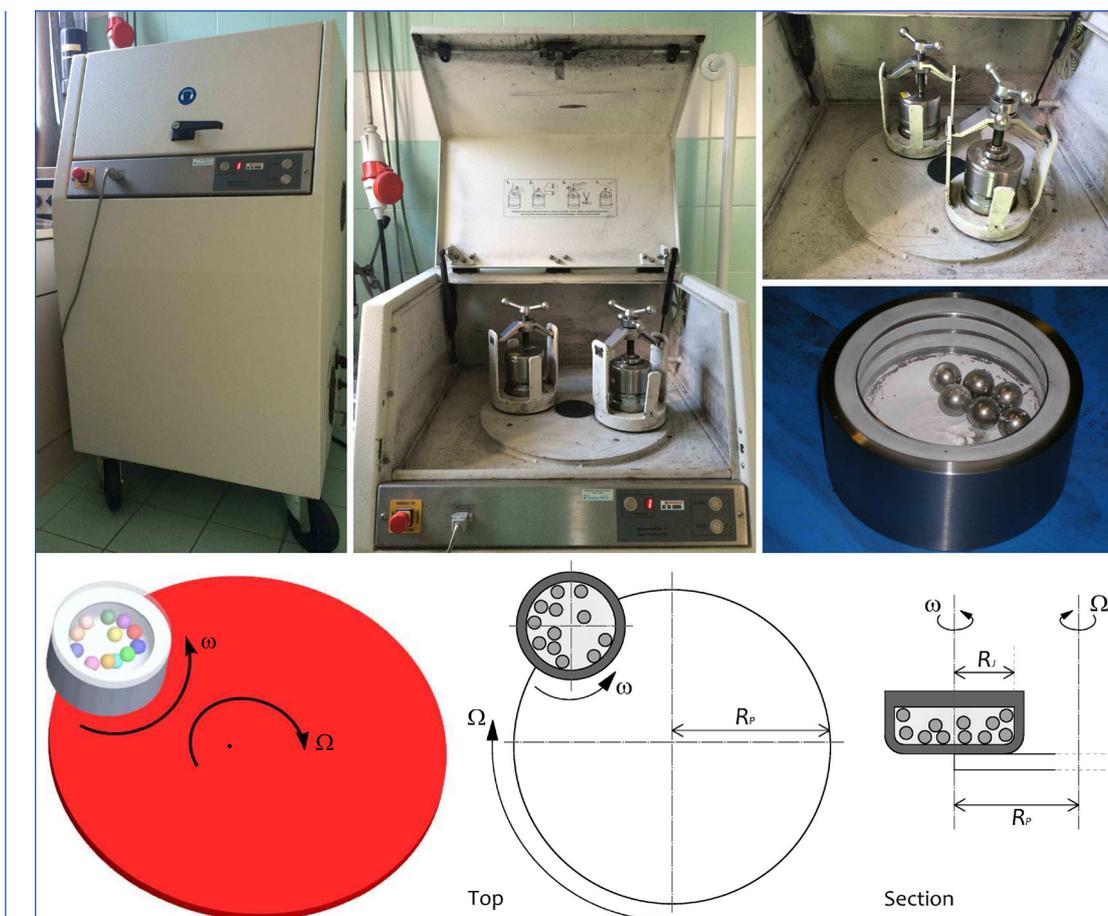


Figura 1: Fotografie e rappresentazioni schematiche 3D e 2D del mulino a biglie planetario. Nelle viste 2D vengono definiti il raggio della giara, R_j , e la distanza tra gli assi di rotazione (velocità angolare ω) e rivoluzione (velocità angolare Ω), R_p (coincidente anche con il raggio del piatto). Questa Figura è un parziale riadattamento di Fig.1 in [9].

proccio sperimentale è l'accesso alle quantità cinematiche e dinamiche, come ad esempio traiettoria ed energia cinetica delle sfere, fondamentali nella comprensione del processo e dei suoi effetti in termini, ad esempio, di energia disponibile per la macinazione.

Sulla base di queste considerazioni, viene di seguito presentato un modello numerico del mulino a biglie planetario implementato a mezzo del software per la dinamica multibody MSC.Adams [7]. La validità dei risultati ottenuti è verificata attraverso il confronto con dati sperimentali ottenuti dalla macinazione e successiva analisi tramite raggi X di polvere di fluoruro di calcio (fluorite).

2. MODELLAZIONE DEL MULINO A BIGLIE PLANETARIO

Il mulino a biglie planetario a cui si fa riferimento in questo lavoro è il Fritsch Pulverisette 4 (P4, [8]). Il software MSC.Adams ha consentito di gestire la cinematica e la dinamica di tale sistema meccanico con estrema facilità grazie alla possibilità di introdurre e ridefinire, a seconda delle specifiche esigenze, qualsiasi tipo di giunto, vincolo e forza.

La soluzione delle equazioni del moto dei componenti del mulino, completata implementando modelli di contatto opportuni, è stata determinata impiegando l'integratore Hilber-Hughes-Taylor (HHT) con errore numerico massimo pari a 10^{-8} . È importante sottolineare che, per via della presenza limitata in termini di volume, il materiale da macinare non è stato modellato esplicitamente ma preso in considerazione attraverso la scelta appropriata dei parametri che caratterizzano il contatto tra i mezzi macinanti, come più dettagliatamente descritto in seguito.

2.1 Geometria e dinamica del sistema

Il mulino a biglie planetario P4 è costituito da un disco principale in acciaio avente diametro pari a 125 mm sul quale possono essere installate fino a quattro giare. Nel modello qui descritto, per semplicità, è stata introdotta una sola giara cilindrica in acciaio, con volume interno pari ad 80 cm^3 .

Per ciò che riguarda la modellazione delle parti componenti il sistema meccanico, MSC.Adams consente l'utilizzo di geometrie native, e cioè costruite all'interno dell'interfaccia grafica del software, oppure importate da qualsiasi softwa-

re CAD (nei formati STEP, IGES, e CAD-native) e poi convertite in formato *parasolid*. In questo caso, la giara è stata modellata all'interno di un software CAD mentre per disco e biglie si è fatto uso di geometrie native. Le connessioni tra piatto e giara e tra piatto e *ground* sono state realizzate attraverso *giunti a cerniera cilindrica* (1 grado di libertà rotazionale) sui quali, successivamente, sono state imposte le leggi del moto di giara e piatto (velocità angolari). Per riprodurre più fedelmente le reali condizioni di funzionamento del mulino è stato introdotto un transiente, della durata di un secondo, da zero alle massime velocità di rotazione impostate (ω ed Ω) attraverso una funzione *STEP* del terzo ordine (secondo la formulazione predefinita nel software MSC.Adams). Queste sono state poi mantenute costanti per il restante tempo di simulazione. Le rotazioni di giara e piatto avvengono in direzione opposta, essendo tale configurazione quella che garantisce maggiore scambio di energia e, di conseguenza, migliori risultati in termini di comminazione.

Nelle simulazioni in seguito presentate, i mezzi macinanti scelti constano di 12 sfere in acciaio di diametro pari a 12 mm, inizialmente poste casualmente all'interno della giara. Il tempo totale di simulazione impostato è pari a 24 secondi.

Le caratteristiche geometriche e le proprietà dei materiali costituenti sfere e giara sono riassunte in Tabella 1.

Giara (AISI 304)	
raggio	32.5 mm
volume	80 cm ³
densità	8.03 g/cm ³
modulo di Young	193 GPa
coefficiente di Poisson	0.29
Sfere (AISI C1020)	
numero	12
raggio	6 mm
densità	7.85 g/cm ³
modulo di Young	200 GPa
coefficiente di Poisson	0.29

2.2 Modelli di contatto

Il punto cruciale nella modellazione di un sistema come il mulino a biglie planetario, in cui la dinamica è dominata dagli impatti, è la definizione delle leggi con cui interagiscono i corpi in contatto. A riguardo, la letteratura scientifica suggerisce due approcci: quello discreto e quello continuo [10]. Mentre il primo fa riferimento ai concetti di impulso ed equilibrio dei momenti, il secondo prevede l'aggiunta alle equazioni del moto dei corpi di una legge forza-spostamento rappresentata da un modello molla-smorzatore.

All'interno dell'approccio continuo, in questo studio, i contatti sono stati modellati tramite la funzione *CONTACT* [11], implementata nel software MSC.Adams. Tale funzione permette di definire il contatto tra due o più geometrie solide o piane qualsiasi in modo che il codice calcoli automaticamente punti di minima distanza tra le geometrie stesse ed applichi, in corrispondenza di queste, forze di impatto basate sulla formulazione di Hertz (o su qualsiasi altra legge implementata dall'utente) e forze di contatto di tipo Coulombiano (o anche in questo caso definite appositamente dall'utente). Opportuni parametri, riferiti sia alla routine di contatto che all'integrazione, devono essere settati in modo da garantire eccellente accuratezza dei risultati combinata all'efficienza computazionale, la quale risulta naturalmente dalla tipologia e dalla forma degli oggetti in contatto, dal loro numero, dalle condizioni dinamiche al contorno e dai tempi richiesti alla manovra. Per ogni punto di contatto, dinamicamente ricavato dal codice, vengono calcolate inoltre la posizione e la velocità relativa tra le parti in modo da applicare, localmente, le forze di contatto ed attrito definite attraverso le funzioni *IMPACT* e di attrito.

La funzione *IMPACT* [7] si basa su uno schema in cui la forza di contatto è calcolata come somma di una componente elastica (F_k , molla non lineare) ed una viscosa (F_d , smorzatore)

$$F_c = F_k + F_d = \kappa \delta^n + c \dot{\delta}$$

dove δ e $\dot{\delta}$ sono, rispettivamente, lo spostamento e la velocità relativi dei corpi in contatto mentre κ e c rappresentano la rigidità generalizzata della molla ed il coefficiente di smorzamento.

Tabella 1: Proprietà geometriche e fisiche di giara e biglie per il caso studio presentato.

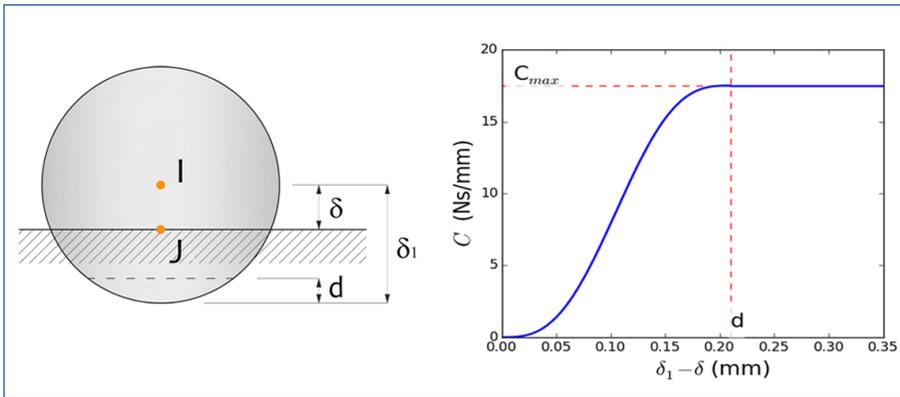


Figura 2:
A sinistra, parametri che definiscono la funzione *IMPACT*.
A destra, andamento del coefficiente di smorzamento, *c*.

Rispetto a tale formulazione però, per evitare discontinuità, in *IMPACT*, il coefficiente di smorzamento non è costante ma assume valori diversi a seconda della compenetrazione tra i corpi impattanti, definita come la differenza tra una distanza di riferimento, δ_r , e lo spostamento relativo effettivo δ (Figura 2). Il coefficiente di smorzamento varia quindi tra zero (nessuna compenetrazione) e un valore massimo, c_{max} , introdotto dall'utente (con andamento regolato da una funzione *STEP* di terzo ordine della compenetrazione). Il massimo smorzamento è applicato quando la compenetrazione eguaglia o supera il valore d , anch'esso definito dall'utente.

La funzione *IMPACT*, che si attiva quando la distanza tra due corpi diventa inferiore a quella di riferimento (condizione per cui due corpi sono in contatto), è formulata come

$$IMPACT = \begin{cases} \text{Max}(0, k(\delta_r - \delta)^n) \cdot \text{STEP}(\delta, \delta_r - d, c_{max}, \delta_r, 0) \delta, & \text{if } \delta < \delta_r \\ 0, & \text{if } \delta > \delta_r \end{cases} \quad [2]$$

Fissato l'esponente $n = 3/2$, una stima di k può essere derivata dalla teoria del contatto hertziano [12],

$$k = \frac{4}{3\pi} \left(\frac{1}{\eta_i + \eta_j} \right) \sqrt{\frac{R_i R_j}{R_i + R_j}}, \quad [3]$$

per impatti tra sfere i e j , di raggio R , e

$$k = \frac{4}{3\pi} \left(\frac{1}{\eta_i + \eta_j} \right) \sqrt{R_i}, \quad [4]$$

per il contatto tra sfera e piano (utilizzata per i contatti sfera-giara essendo $R_{sfera} \ll R_{giara}$). Il parametro $\eta_i = (1 - \nu_i^2) / (\pi E_i)$, dipendente dal modulo di Young, E , e dal coefficiente di Poisson, ν , tiene conto delle proprietà elastiche dei materiali.

Una stima del massimo valore del coefficiente di smorzamento, c_{max} , è deducibile invece dalla soluzione classica del problema dello smorza-

mento delle vibrazioni di un sistema massa-molla-smorzatore.

Se il calcolo fornisce una prima valutazione approssimata dei coefficienti, questa può successivamente essere migliorata e validata attraverso prove sperimentali che, spesso, a differenza della teoria, permettono di evitare l'introduzione di alcune ipotesi semplificative. A tale scopo, in questo caso, sono state prima eseguite e poi simulate, prove di caduta di una sfera contro un piano. Durante l'esperimento è stata misurata l'altezza di primo rimbalzo della sfera, h^* , e questa è stata poi riprodotta nel test simulato, facendo variare il parametro d (si veda Figura 3), scelto come variabile di fit sulla base di una analisi parametrica che ha mostrato come i coefficienti relativi alla parte viscosa della forza di contatto abbiano una maggiore influenza sulla variazione dell'altezza di primo rimbalzo (come illustrato in Figura 3).

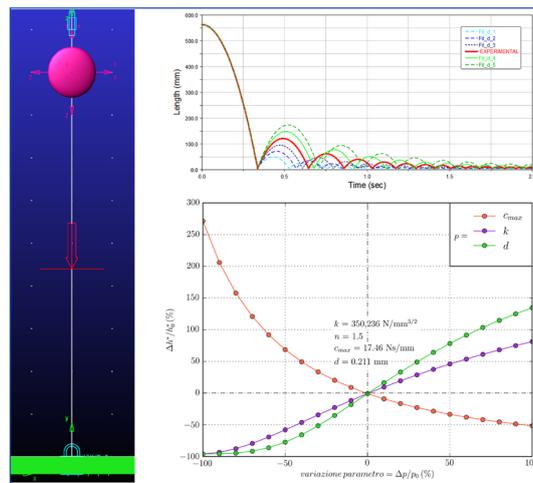


Figura 3: A sinistra, modello per le simulazioni della prova di caduta di una sfera contro un piano. In basso a destra, analisi parametrica eseguita facendo variare del $\pm 50\%$, rispetto ai valori stimati, i coefficienti da inserire nel modello di contatto e misurando la corrispondente altezza di primo rimbalzo, h^* , della sfera che impatta contro al piano. Si nota che i parametri che provocano una maggiore variazione di h^* sono d e c_{max} (parte viscosa della forza di contatto). In alto a destra, fit con d della traiettoria sperimentale della sfera.

Tabella 2: Valori utilizzati nei modelli di contatto relativi agli impatti sfera-sfera e sfera-piano e metodi con cui sono stati calcolati.

rigidezza generalizzata molla contatto sfera-sfera, k_{ss}	252,146 N/mm ^{3/2}	eq. [3]
rigidezza generalizzata molla contatto sfera-piano, k_{sp}	350,236 N/mm ^{3/2}	eq. [4]
smorzamento contatto sfera-sfera, c_{mss}	10.1 kg/s	soluzione smorzamento vibrazioni sistema massa-molla
smorzamento contatto sfera-piano, c_{msp}	17.5 kg/s	soluzione smorzamento vibrazioni sistema massa-molla
compenetrazione, d	0.211 mm	fit dei risultati test di caduta sfera contro piano

	Acciaio-Acciaio	Acciaio-Fluorite	
μ_s	1.0	0.25	letteratura
μ_d	0.8	0.2	test tribologico
v_s	1 mm/s	1 mm/s	analisi statistica velocità
v_d	10 mm/s	10 mm/s	analisi statistica velocità

Tabella 3: Coefficienti introdotti nel modello di attrito di Coulomb relativi alle interazioni tra i materiali acciaio-acciaio e acciaio-fluorite.

scientifico, si fa riferimento al modello di Coulomb (implementato in MSC.Adams) che richiede di fissare i coefficienti di attrito statico, μ_s e dinamico, μ_d , stimabili attraverso prove tribologiche (pin-on-disc tests, tribometro CSM [13]), e le velocità tangenziali di transizione tra di essi, v_s e v_d [7].

I parametri inseriti nei modelli di contatto ed attrito impiegati in questo lavoro sono riassunti nelle Tabelle 2 e 3.

3. RISULTATI

Tra tutti i possibili parametri che influenzano la macinazione tramite mulino a biglie planetario, in questo studio, si analizza l'effetto delle velocità di rotazione di giara e piatto sull'efficienza del processo. Il materiale che si assume essere introdotto nella camera di macinazione è la fluorite. Come anticipato, nelle simulazioni la polvere non viene modellata esplicitamente ma considerata modificando i soli coefficienti del modello di attrito μ_s e μ_d . Questo approccio deriva dall'osservazione di come, durante il reale processo di macinazione, si abbia la formazione di un sottile strato di polvere che copre le superfici di sfera e giara modificando

fortemente le condizioni di attrito [6]. Inoltre, generalmente, il volume occupato dalla polvere è molto minore rispetto a quello di sfere e giara e, di conseguenza non ha effetto rilevante sullo smorzamento degli urti (il coefficiente di smorzamento da introdurre nei modelli di contatto è quindi quello dovuto all'interazione tra i materiali costituenti giara e sfere). Sulla base di queste considerazioni, sono state simulate le due condizioni più estreme che si possono verificare, cioè (i) la sola interazione tra corpi macinanti e giara, rappresentata dai coefficienti di contatto e attrito del materiale acciaio di cui entrambi sono costituiti, (ii) l'interazione tra acciaio e fluorite, definita dai coefficienti di contatto relativi al caso acciaio-acciaio e dai coefficienti di attrito misurati per acciaio-fluorite.

Le reali condizioni di macinazione sono assimilabili a una situazione intermedia a queste. Allo scopo di validare il modello attraverso una comparazione con dati derivanti dal processo, le condizioni di macinazione della fluorite simulate nel caso (ii) sono state riprodotte sperimentalmente e l'effetto del trattamento è stato valutato analizzando il prodotto ottenuto con la tecnica della *diffrazione da raggi X*.

3.1 Simulazioni ed analisi dei risultati

L'analisi dell'effetto delle velocità di rotazione di piatto (Ω) e giara (ω) sul processo di macinazione è stata condotta eseguendo simulazioni ad Ω fissa ed ω crescente, al fine di indagare diversi rapporti, espressi come $\omega/\Omega+1$ fra tali grandezze. Osservando le traiettorie delle sfere si nota che, al crescere di $\omega/\Omega+1$, il moto, inizialmente a *cascata*, diventa via via più complesso (movimento a *cataratta*) fino a raggiungere un massimo di disordine, seguito da una condizione in cui le sfere aderiscono alle pareti della giara (Figura 5). Oltre alla tipologia del moto variano anche il numero e l'intensità degli impatti e, di conseguenza, l'energia coinvolta nel processo. Per quantificare tali osservazioni, si introduce il parametro ener-

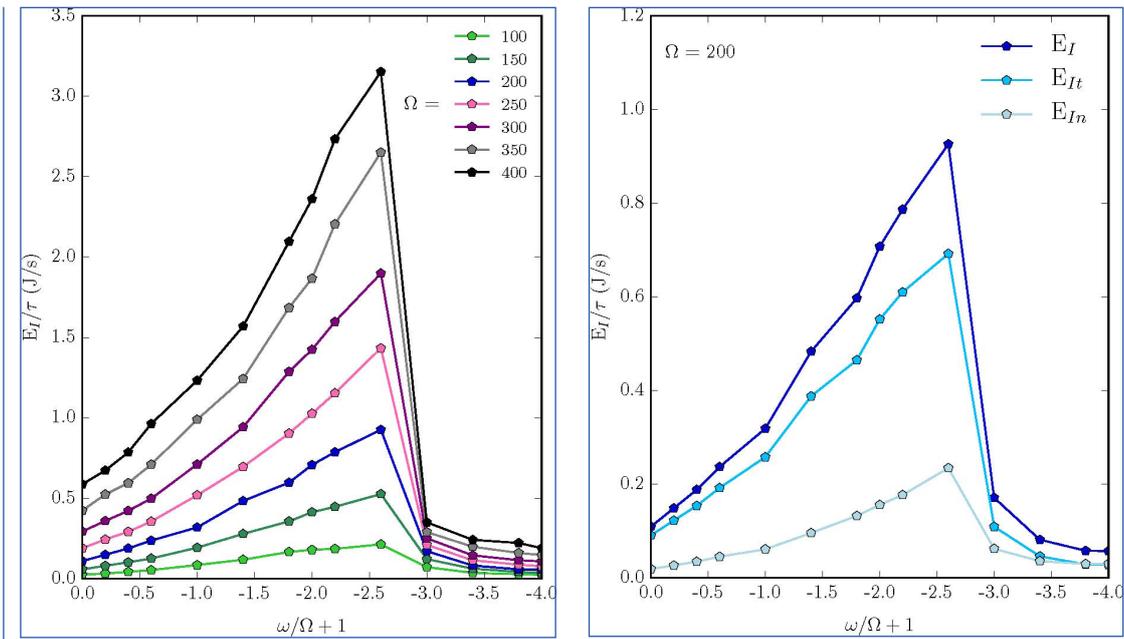


Figura 4: Energia cinetica specifica di impatto per il caso acciaio-acciaio in funzione del rapporto di velocità di rotazione di giara e piatto. A sinistra, l'effetto dell'incremento della velocità angolare del piatto Ω : l'energia cresce in valore assoluto ma la posizione del massimo rimane pressochè invariata. A destra, l'energia cinetica specifica calcolata per $\Omega=200$ rpm è suddivisa nelle componenti normale (E_{In}) e tangenziale (E_{It}), rispetto al sistema di riferimento dell'urto. Questa Figura è un riadattamento di Fig.4 in [11].

gia *cinetica relativa (specific)*[6,15] che, calcolato per ogni simulazione rispetto al sistema di riferimento degli urti, fornisce una stima della massima quantità di energia disponibile per la macinazione. Tale parametro è espresso come

$$\frac{E_I}{\tau} = \frac{1}{2\tau} \sum_{j=1}^C \frac{m_{1j}m_{2j}}{m_{1j} + m_{2j}} \dot{\delta}_j^2, \quad [5]$$

dove m_i è la massa dell'*i*-esimo corpo coinvolto nella collisione, C è il numero di impatti nel tempo di simulazione, τ , e $\dot{\delta}$ è la velocità relativa (nel sistema di riferimento dell'urto).

I risultati ottenuti, per tutte le velocità del piatto Ω indagate sono riportati in Figura 4a per l'interazione acciaio-acciaio. È interessante notare che Ω influenza la quantità di energia cinetica disponibile ma non ha alcun effetto sulla determinazione della condizione di macinazione più efficiente in quanto, al variare di Ω , la posizione, in termini di $\omega/\Omega+1$, della massima energia scambiata è stabile a ≈ -2.6 . Questo suggerisce che, definiti due materiali, è la geometria del sistema che determina la condizione di massima efficienza della macinazione.

Comparando poi, come mostrato in Figura 5, energia cinetica e traiettorie delle sfere per tre casi particolarmente significativi in quanto rappresentativi dei tre possibili regimi di

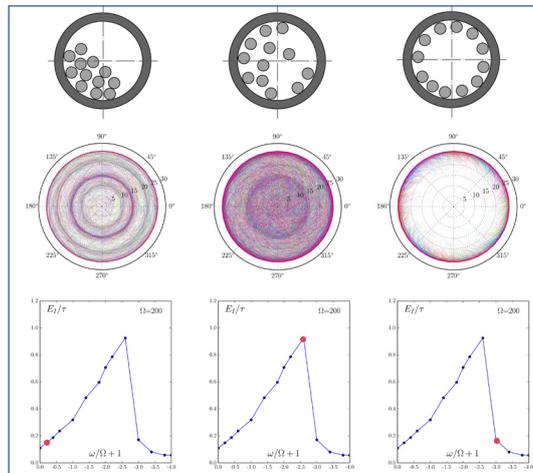


Figura 5: Prima riga, schemi dei tre tipici regimi di moto; da sinistra verso destra: (i) a cascata, (ii) a cataratta e (iii) rotolamento. Seconda riga, traiettorie delle sfere all'interno della giara in coordinate polari. Terza riga, energia cinetica specifica. Le quantità riportate sono relative alle simulazioni, da sinistra verso destra, $\omega = -320$ rpm, $\Omega = 200$ rpm; $\omega = -600$ rpm, $\Omega = 200$ rpm; $\omega = -800$ rpm, $\Omega = 200$ rpm. Questa Figura è un parziale riadattamento di Fig. 3 in [11].

moto delle sfere, si osserva che, maggiore è la complessità del moto, maggiore è l'energia scambiata e, di conseguenza, l'efficienza del processo. Questo conferma lo stretto legame tra tipologia del moto delle sfere ed efficienza della macinazione.

Facendo riferimento alle informazioni sulla ve-

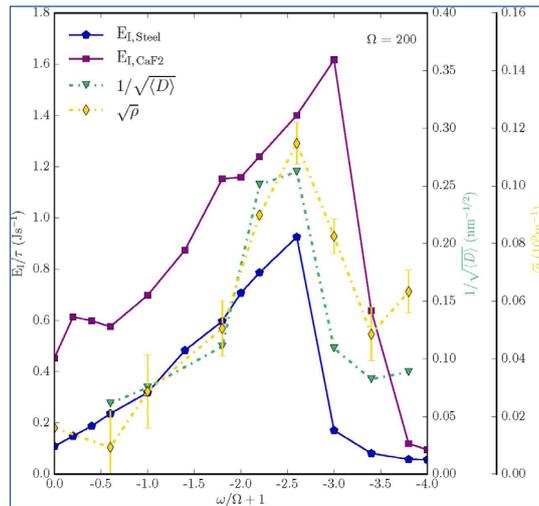


Figura 6: Energia cinetica specifica per $\Omega = 200$ rpm per i coefficienti relativi ai casi di interazione acciaio-acciaio (blu) e acciaio-fluorite (viola). Contemporaneamente sono riportati anche i dati sperimentali dell'analisi tramite raggi X di campioni di fluorite macinata nelle stesse condizioni delle simulazioni. In particolare, sono rappresentati il reciproco della radice quadrata della dimensione media dei domini cristallini (verde) e la radice della densità di dislocazioni (giallo), rispettivamente proporzionali all'andamento delle leggi di Hall-Petch e Taylor. Questa Figura è un riadattamento di Fig.6 in [9].

locità relativa fornite dalle simulazioni, l'energia cinetica specifica può essere inoltre scomposta in componente tangenziale e normale rispetto al sistema di riferimento dell'urto. Come evidenziato in Figura 4b, l'energia cinetica in direzione tangenziale ha contribuito maggiore ma l'andamento delle due componenti è molto simile ed il massimo si trova per entrambe in corrispondenza di $\omega/\Omega + 1 \approx 2.6$. L'accesso a informazioni di questo tipo è molto importante in quanto consente di definire le condizioni di macinazione di maggiore efficienza in base alla direzione per cui è richiesto il massimo scambio di energia.

I risultati mostrati fino ad ora sono relativi all'interazione acciaio-acciaio (solo mezzi macinanti) ma, al fine di validare il modello tramite confronto con i dati sperimentali, anche il caso della macinazione di polvere di fluorite è stato simulato variando i soli parametri del modello di attrito di Coulomb.

Per la velocità $\Omega = 200$ rpm, in Figura 6 sono rappresentati i risultati ottenuti, per entrambi i casi analizzati, in termini di energia cinetica. Confrontando le due curve, si osserva che la presenza della fluorite provoca uno spostamento della condizione di massima efficienza da $\omega/\Omega + 1 \approx 2.6$ a ≈ 3.0 associato a un aumento del

valore assoluto di energia scambiata.

La stessa figura mostra anche alcuni interessanti risultati sperimentali derivanti dall'analisi tramite diffrazione da raggi X di fluorite macinata nelle stesse condizioni operative adottate nelle simulazioni. I parametri riportati, frequentemente utilizzati per descrivere la microstruttura dei materiali nanocristallini [14], descrivono la dimensione media dei domini cristallini ($\langle D \rangle$) e il numero di difetti presenti (ρ) nella polvere risultante. Espresi in relazione alle leggi di Hall-Petch ($1/\sqrt{\langle D \rangle}$) e Taylor ($\sqrt{\rho}$), questi sono rappresentativi, oltre che della comminazione, anche delle caratteristiche meccaniche del materiale ottenuto. Si nota infine come l'andamento dell'energia cinetica calcolata con le simulazioni e quello dei dati sperimentali siano ben comparabili e, in particolare, come i dati sperimentali si posizionino tra le due curve associate ai due casi estremi simulati (interazione acciaio-acciaio e acciaio-fluorite, rispettivamente), come atteso a causa della limitata quantità di fluorite tra i mezzi macinanti. Tale risultato costituisce quindi una validazione dell'approccio proposto per la modellazione del processo di macinazione tramite mulino a biglie planetario e apre nuovi interessanti scenari.

4. CONCLUSIONI

In questo studio, è stato presentato un modello per il mulino a biglie planetario P4 e sono stati analizzati gli effetti delle velocità di rotazione di piatto e giara sull'efficienza del processo di macinazione. I risultati, espressi in termini di traiettorie delle sfere ed energia cinetica relativa scambiata, hanno mostrato come questi parametri siano strettamente correlati. In particolare, maggiore è la complessità del moto e maggiore è l'energia disponibile per la comminazione. Si è visto inoltre che l'incremento della velocità angolare del piatto, Ω , influenza solo la quantità di energia scambiata ma non altera la posizione, in termini di rapporto di velocità $\omega/\Omega + 1$, della condizione di maggiore efficienza del processo. Questa si sposta solo a seconda del materiale che si assume essere inserito nella camera di macinazione evidenziando come, al ridursi dell'attrito tra le parti, siano necessarie velocità di rotazione maggiori per raggiungere la condizione di massima efficienza. I risultati delle simulazioni sono stati poi confrontati con dati sperimentali, ottenuti dall'analisi attraverso diffrazione da raggi X della fluorite macina-

ta, rappresentativi del grado di comminuzione raggiunto ($1/\sqrt{\langle D \rangle}$) e dell'introduzione di difetti ($\sqrt{\rho}$) oltre che delle proprietà meccaniche del materiale. Nonostante la semplicità del modello utilizzato per descrivere l'interazione tra i corpi in contatto, dati sperimentali ed energia cinetica calcolata nelle simulazioni sono in notevole accordo. La scelta di uno schema semplice per la definizione dei contatti è dovuta alle difficoltà che spesso insorgono nella scelta dei parametri da introdurre, che sono la chiave per ottenere simulazioni affidabili. I modelli che dipendono da pochi parametri, stimabili attraverso semplici esperimenti, permettono di prevedere rapidamente le migliori condizioni per la macinazione riducendo così il numero di tentativi sperimentali.

Questo articolo trae spunto da:

M. Broseghini, L. Gelisio, M. D'Incau, C.L. Azanza Ricardo, N.M. Pugno and P. Scardi, Modeling of the Planetary Ball-Milling process: the case study of Ceramic Powders, Journal of the European Ceramic Society, In stampa.

RINGRAZIAMENTI

Il presente lavoro è stato parzialmente finanziato dalla Fondazione Caritro, progetto No 2013-0247 "Mechanical activation to improve bioavailability and reduce adverse effects of drugs in the therapy of chronic diseases". N.M.P. è finanziato da European Research Council (ERC StG Ideas 2011 BIH-SNAM no.279985 on "Bio-inspired hierarchical supernanomaterials", ERC PoC 2013-1 REPLICIA2 no. 619448 on "Large-area replication of biological anti-adhesive nanosurfaces", ERC PoC 2013-2 KNOTTOUGH no. 632277 on "Super-tough knotted fibres"), da European Commission (Graphene Flagship-WP10 "Nanocomposites", no. 604391) e dalla Provincia Autonoma di Trento ("Graphene nanocomposites", no. S116/2012-242637 and reg. delib. no.2266). Gli autori sono particolarmente grati all'Ing. D. Catelani (MSC.Software) e al Prof. S. Siboni per la preziosa collaborazione ed il continuo supporto alla ricerca.

RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI

- [1] C. Suryanarayana. "Mechanical alloying and milling". Progress in Materials Science 46 (2001), pp. 1-184. doi: 10.1016/S0079-6425-(99)00010-9.
- [2] C.F. Burmeister and A. Kwade. "Process engineering with planetary ball mills". Chemical Society Reviews 42 (2013), pp. 7660-7667. doi: 10.1039/C3CS35455E.
- [3] M. D'Incau, M. Leoni, and P. Scardi. "High-energy grinding of FeMo powders". Journal of Materials Research 22 (2007), pp. 1744-1753. doi: 10.1557/JMR.2007.0224.
- [4] V. Šepelák, S. Bégin-Colin, and G. Le Caër. "Transformations in oxides induced by high-energy ball-milling". Dalton Transactions 41 (2012), pp. 11927-11948. doi: 10.1039/C2DT30349C.
- [5] E.L. Parrott. "Milling of pharmaceutical solids". Journal of Pharmaceutical Sciences 63 (1974), pp. 813-829. doi: 10.1002/jps.2600630603.
- [6] S. Rosenkranz, S. Breitung-Faes, and A. Kwade. "Experimental investigations and modeling of the ball motion in planetary ball mills". Powder Technology 212 (2011), pp. 224-230. doi: 10.1016/j.powtec.2011.05.021.12.
- [7] MSC Adams. <http://www.mscsoftware.com/it/product/adams>.
- [8] Fritsch Vario-Planetary Mill PULVERISETTE 4. <http://www.fritsch-milling.com/products/milling/planetary-mills/pulverisette-4-classic-line/description/>.
- [9] M. Broseghini, L. Gelisio, M. D'Incau, C.A. Ricardo, N. Pugno, and P. Scardi. "Modeling of the planetary ball-milling process: The case study of ceramic powders". Journal of the European Ceramic Society (2015). In press.
- [10] G. Gilardi and I. Sharf. "Literature survey of contact dynamics modelling". Mechanism and Machine Theory 37 (2002), pp. 1213-1239. doi: [http://10.1016/S0094-114X\(02\)00045-9](http://10.1016/S0094-114X(02)00045-9).
- [11] Adams/Solver. <http://www.mscsoftware.com/it/product/adams>.
- [12] W. Goldsmith. Impact: the theory and physical behaviour of colliding solids. Dover Publications, 2001.
- [13] CSM Instruments - Pin-on-Disk Tribometer(TRB). <http://www.csm-instruments.com/en/Pin-on-Disk-Tribometer>.
- [14] VV.AA. Diffraction Analysis of the Microstructure of Materials. Ed. by E. Mittemeijer and P. Scardi. Springer, 2004.
- [15] J. Kano, H. Mio, and F. Saito. "Correlation of Size Reduction Rate of Inorganic Materials with Impact Energy of Balls in Planetary Ball Milling". Journal of Chemical Engineering of Japan 32 (1999), pp. 445-448. doi: 10.1252/jcej.32.445.