

**NETZSCH**

Proven Excellence.■

Analyzing & Testing

**NETZSCH**

Proven Excellence.

Modellazione Cinetica  
e Ottimizzazione del Processo di Firing,  
da Misure di Analisi Termica (TGA e DIL)

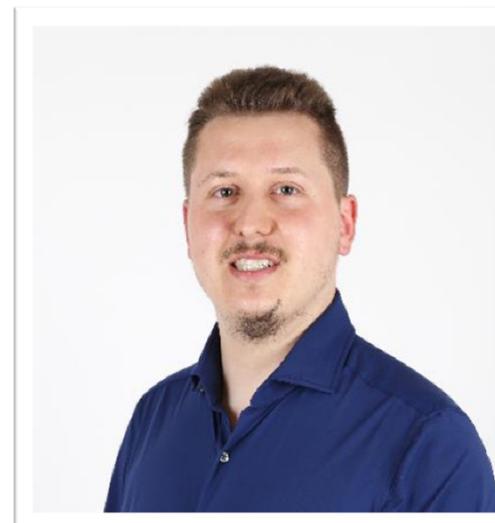
Dr. Michele Garavini – Sales & Application Specialist  
NETZSCH Gerätebau - Italia

### **Michele Garavini**

2019 – Laurea in Chimica e tecnologie  
per l'ambiente e i materiali  
Università di Bologna

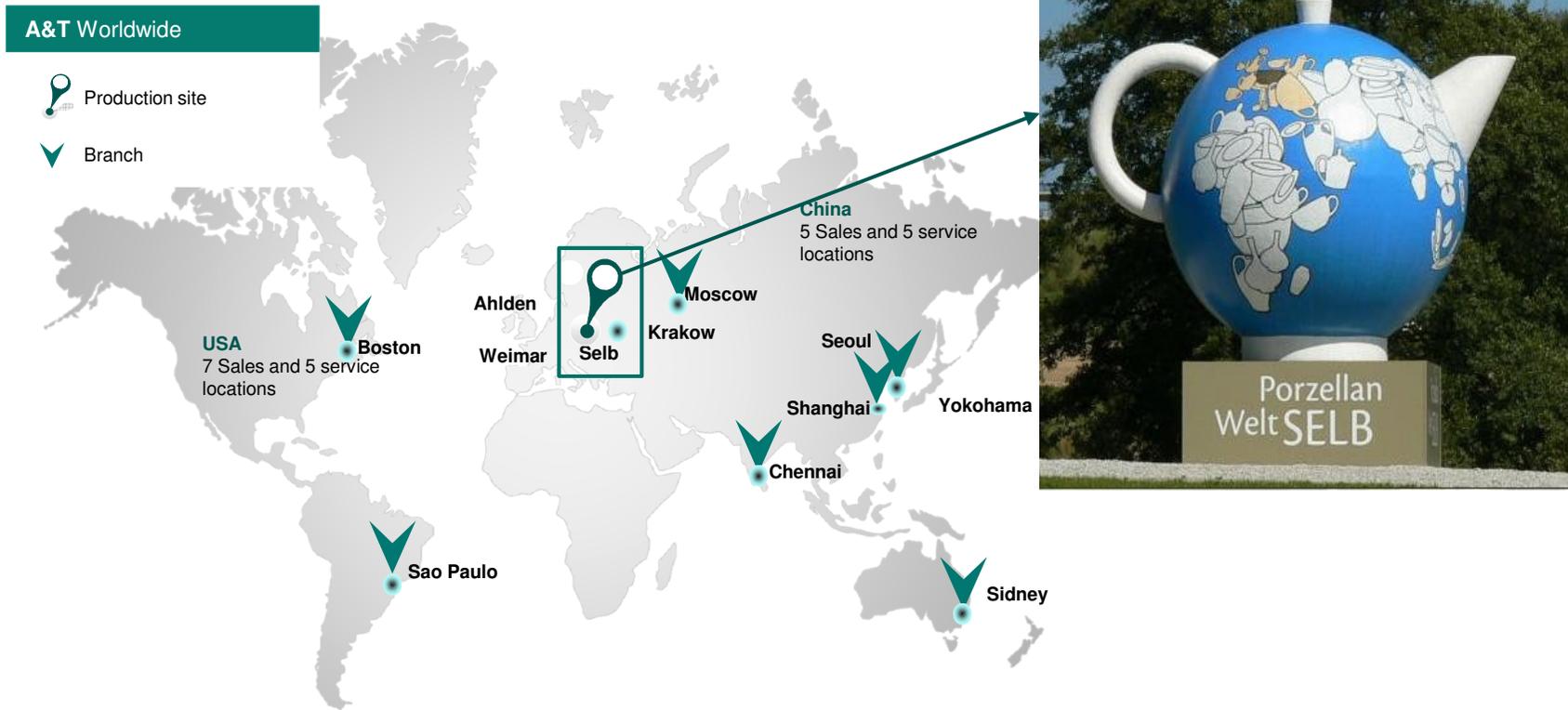
2017 – CertiMac, Laboratorio certificazione materiali

2022 – NETZSCH Gerätebau GmbH



### Sales and Application Specialist

- Definizione tipo di tecnica, modello strumentale e configurazione in base alle esigenze
- Assistenza post vendita: interpretazione risultati, ottimizzazione metodo di misura
- Analisi dimostrative
- Parte educativa: seminari, conferenze e webinar





Se un prodotto finale presenta difetti:

- Ridurre la velocità di riscaldamento
- Prolungare il trattamento isotermico (stasi)



Processi molto più lunghi e conseguente aumento dei costi

Se la qualità finale è buona:

- I parametri di processo sono considerati validi
- Non seguono valutazioni per ottimizzare il processo



- Processi non ottimizzati
- Costi maggiori e elevato impatto ambientale



**Come ridurre i tempi e quindi i costi di processo, pur mantenendo alta la qualità del prodotto?**

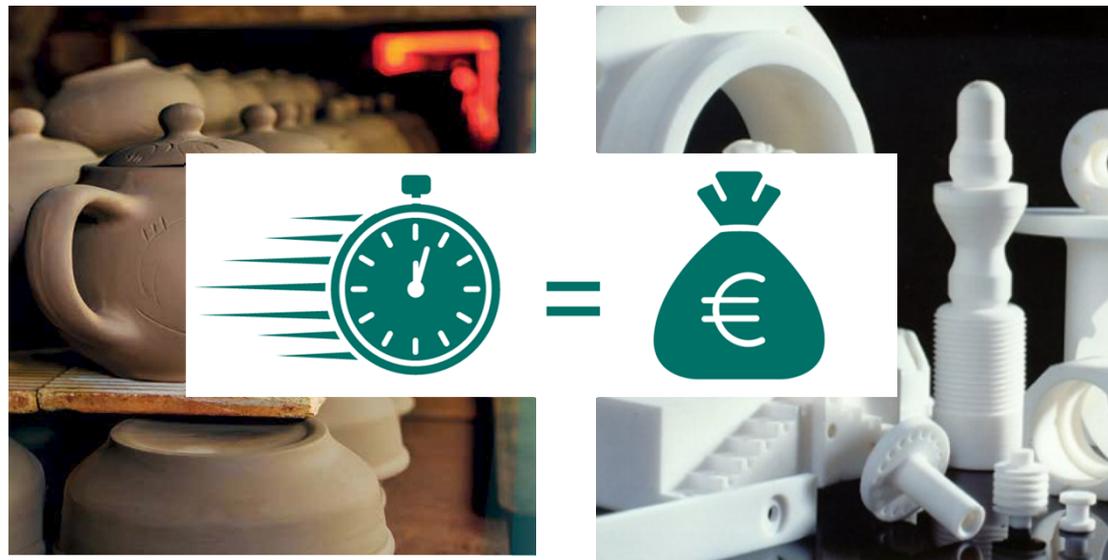


Photo <https://precision-ceramics.com/>

- 1. La Storia:**  
una Nuova Prospettiva per i Refrattari.  
Il caso «Halofoam Alumina™»
- 2. L'Analisi Cinetica, dalla Teoria alla Pratica:**  
Ottimizzare il Processo da Misure TGA e DIL
- 3. Conclusioni:**  
i Nostri Servizi per Voi.

**1**

**Il caso «Halofoam Alumina<sup>TM</sup>»**



Scarsa resistenza alla corrosione



Frequente necessità di manutenzione



**HALFOAM ALUMINA™**

by



# Processo di Firing: Debinding e Sinterizzazione

---

**NETZSCH**

Ottimizzazione delle due reazioni sulle base di due dati:

TGA → variazioni di massa  
sotto i 700 °C



DIL → variazione dimensionale  
sopra i 700 °C



**2**

**Analisi Cinetica dalla Teoria alla Pratica.  
Ottimizzare il Processo da Misure TGA e DIL**

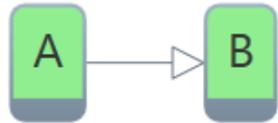
## 5 Step di Analisi: Dalle Misure di Laboratorio alla Modellazione Software

---

**NETZSCH**



- 1. Analisi in Laboratorio:**
  - TGA, variazione di massa → Debinding
  - DIL, variazione dimensionale → Sinterizzazione
- 2. Analisi cinetica:** valutare come le reazioni variano in funzione delle condizioni di reazione
- 3. Simulazione/Previsione:** valutazione del decorso di reazione per il programma di temperatura originario (usato dal cliente)
- 4. Ottimizzazione:** variazione del programma di temperatura per raggiungere un processo più efficiente ed efficace: alta qualità in minor tempo.
- 5. Validazione:** Controllo del processo ottimizzato



$$\frac{da}{dt} = -A f(a, b) \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right)$$

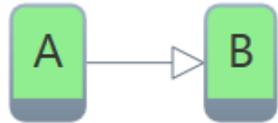
Dato misurato (TGA o DIL):

- a,b: concentrazione di A e B
- da/dt: velocità di reazione
- T: temperatura

Sconosciuti:

- $E_a$ : energia di attivazione
- A: fattore pre-esponenziale
- f(a,b): tipo di reazione

Analisi dati sperimentali per definire il **modello cinetico** ( $E_a$ , A, f(a,b))



$$\frac{da}{dt} = -A f(a, b, T) \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right)$$

Dato misurato (TGA o DIL):

- a,b: concentrazione di A e B
- da/dt: velocità di reazione
- T: temperatura

Noti dall'analisi:

- $E_a$ : energia di attivazione
- A: fattore pre-esponenziale
- f(a,b): tipo di reazione

Simulazione:

- T: temperatura data dall'utente
- Sconosciuta: da/dt: velocità di reazione
- Sconosciute: a,b: concentrazioni di A e B

Modello cinetico definito dai dati sperimentali =  $E_a, A, f(a,b)$

Simulare = calcolare da/dt, a,b per una data temperatura definita dall'utente T(t)



$$\frac{da}{dt} = -A f(a, b) \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right)$$

Dato misurato (TGA o DIL):

- a,b: concentrazione di A e B
- da/dt: velocità di reazione
- T: temperatura

Noti dall'analisi:

- $E_a$ : energia di attivazione
- A: fattore pre-esponenziale
- f(a,b): tipo di reazione

Simulazione:

- da/dt nota (velocità di reazione)
- Sconosciuta: T del processo

Modello cinetico definito dai dati sperimentali =  $E_a$  , A, f(a,b)

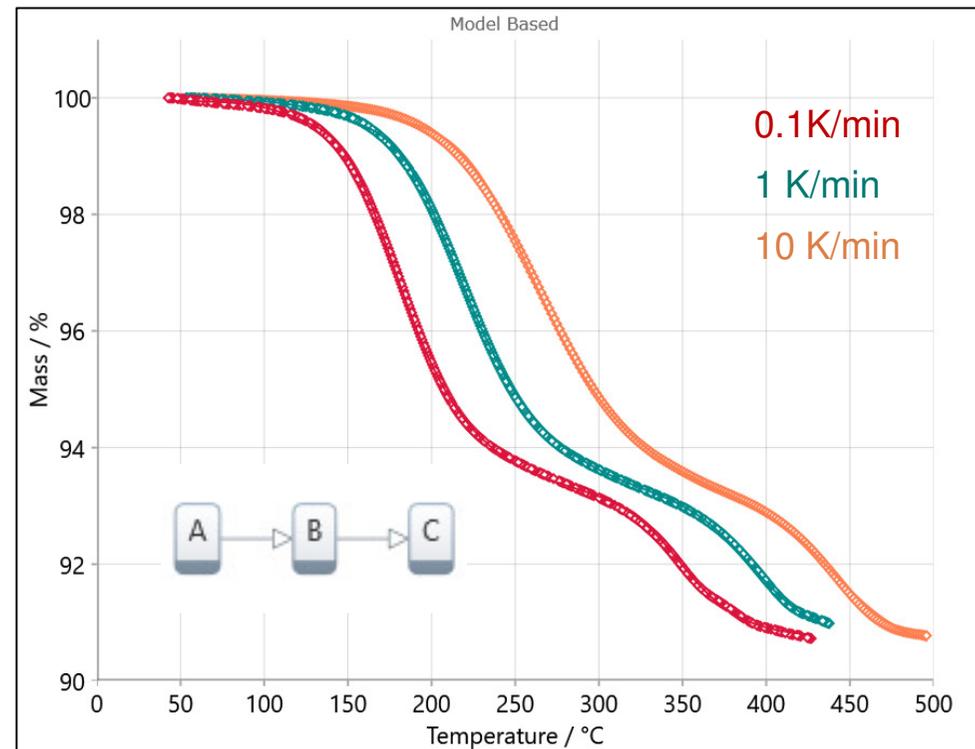
Ottimizzare = trovare  $T(t)$  per una data velocità di reazione definite dall'utente (da/dt)



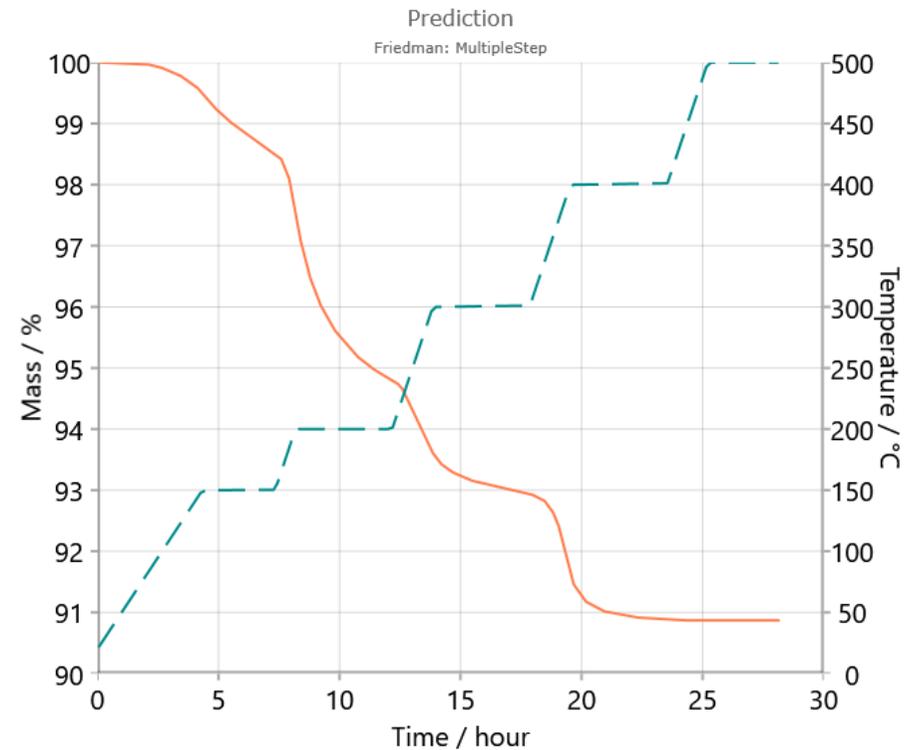
# Ottimizzazione del Debinding:

TGA +  KINETICS  
NEO

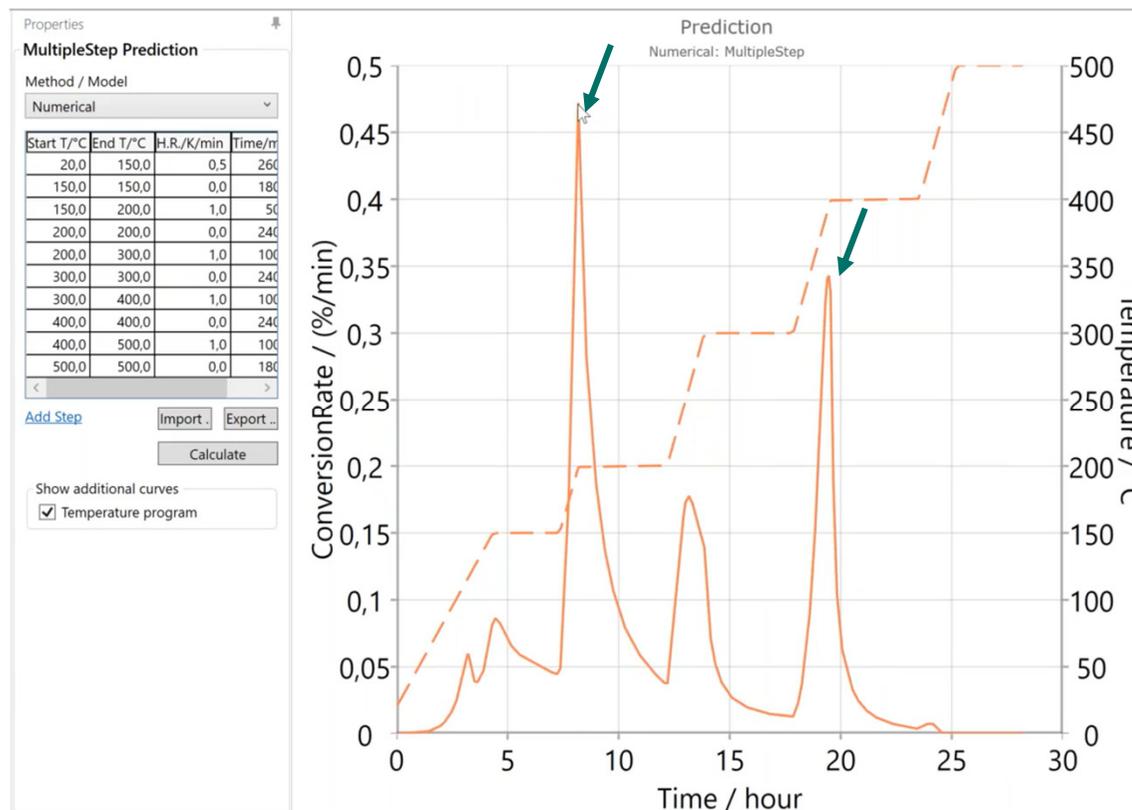
- Acquisizione delle curve TGA a 3 diverse HR
- Importazione delle curve in Kinetics NEO
- Analisi delle curve e ottenimento dei parametri cinetici
- Valutazione della qualità del fit tra i dati del modello e quelli sperimentali
- Il modello di reazione a due step.  
Ottimo fitting: il modello è valido e può essere ora usato per simulare il decorso del debinding per qualsiasi profilo di temperatura.



- Per ottimizzare il processo si osserva il decorso della reazione e il programma di temperatura utilizzato in origine
- Per questo tipo di programma di temperatura, il processo debinding risulta troppo rapido: possibile formazione di difetti, per via della rapida evoluzione di gas (bolle, pressione interna).
- In altri punti la velocità di reazione invece può essere ottimizzata



- Il primo passo è cambiare il programma di temperatura per ridurre la CR dove serve  
→ abbassare la HR
- Step 3: da 1 a 0.2 K/min
- Step 7: da 1 a 0.5 K/min



## TGA – Ottimizzazione: Riduzione del Tempo

- Il secondo passo è velocizzare il processo (durata attuale, c.a. 30 ore)  
→ velocizzare le fasi di riscaldamento, dove la reazione è troppo lenta  
→ eliminare step non utili

Properties

MultipleStep Prediction

Method / Model

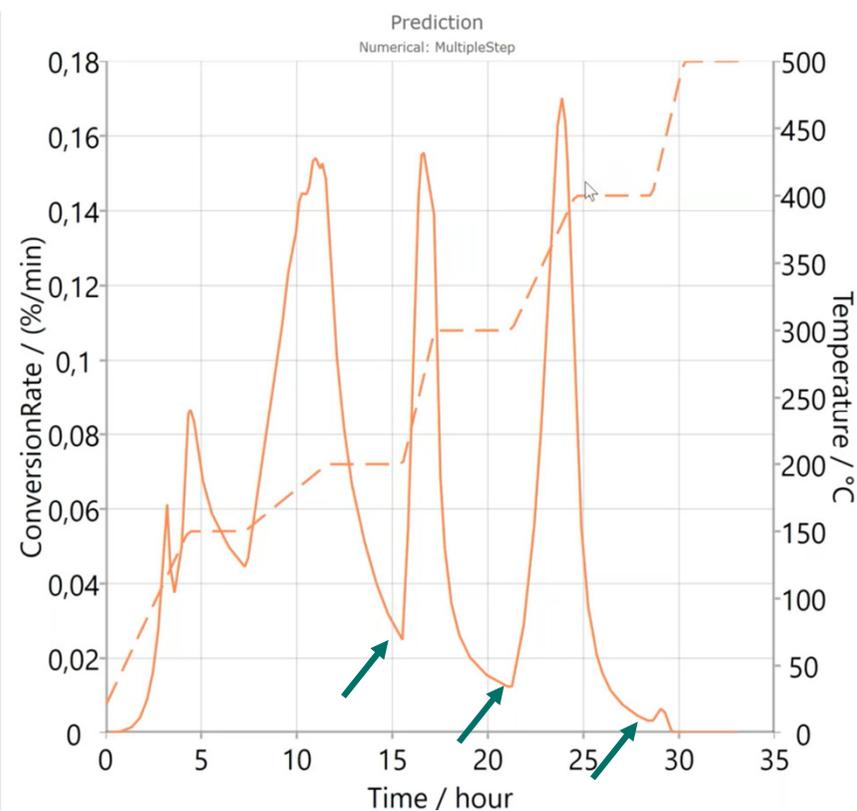
Numerical

Start T/°C	End T/°C	H.R./K/min	Time/hr
20,0	150,0	0,5	26,0
150,0	150,0	0,0	18,0
150,0	200,0	0,2	25,0
200,0	200,0	0,0	24,0
200,0	300,0	1,0	10,0
300,0	300,0	0,0	24,0
300,0	400,0	0,5	20,0
400,0	400,0	0,0	24,0
400,0	500,0	1,0	10,0
500,0	500,0	0,0	18,0

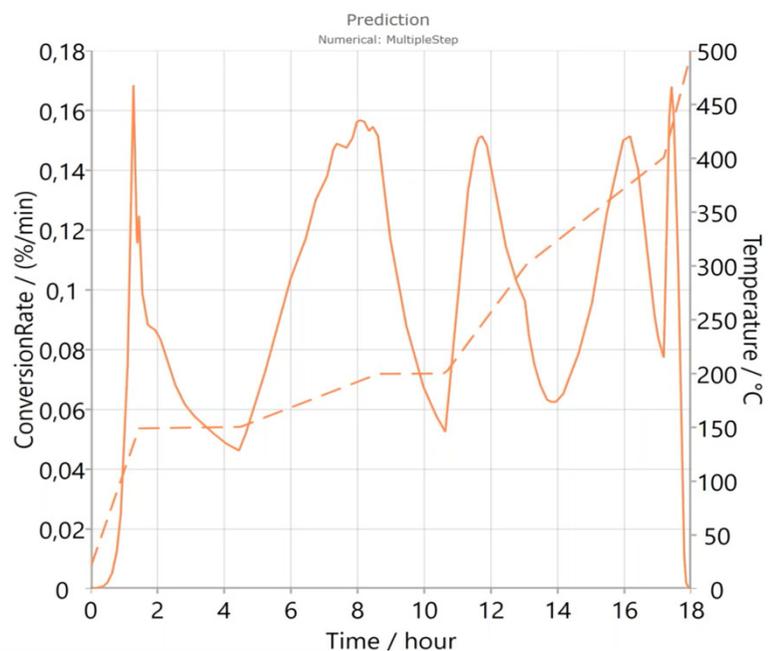
Add Step Import Export Calculate

Show additional curves

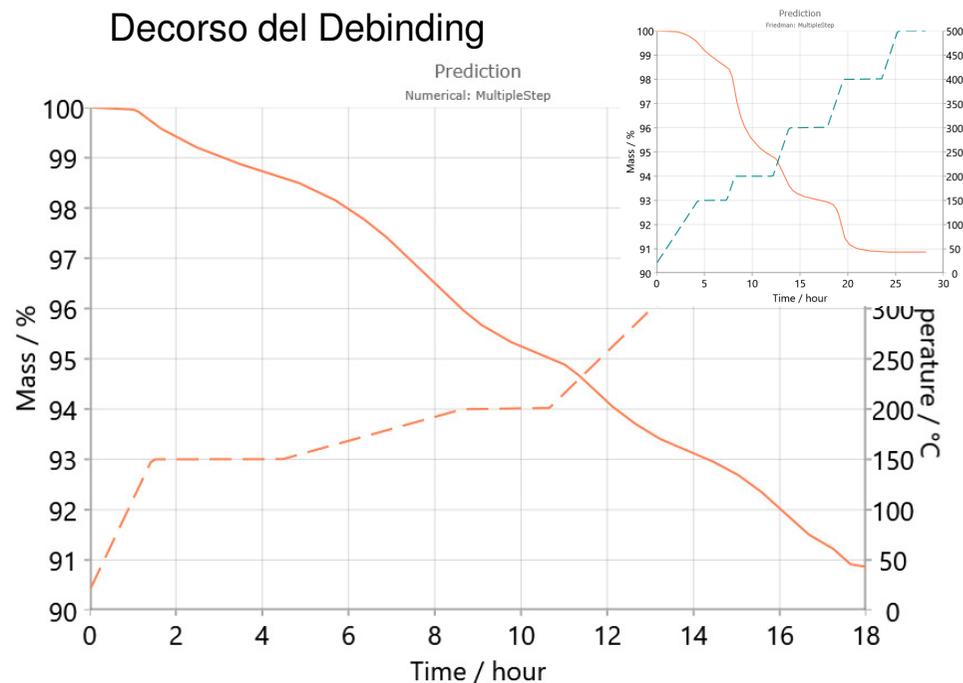
Temperature program



Velocità di Conversione inferiore a 0,18 %/min



Decorso del Debinding



→ Riduzione del tempo di processo da 29 a 18 ore



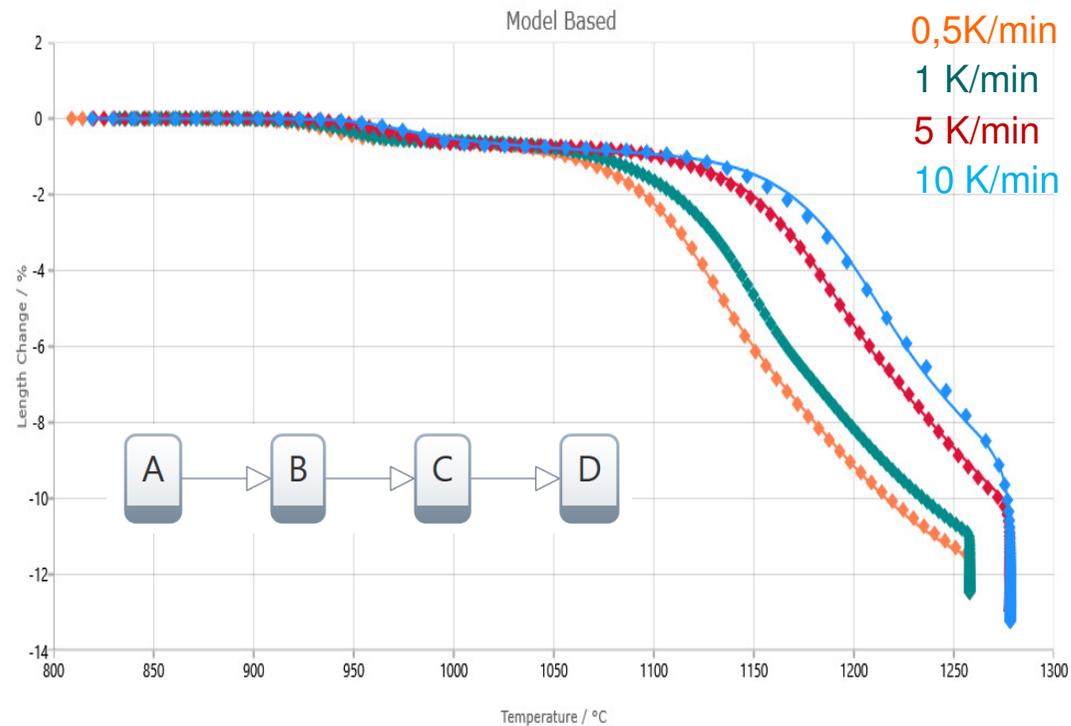
## Ottimizzazione della Sinterizzazione:

DIL +  **KINETICS**  
NEO

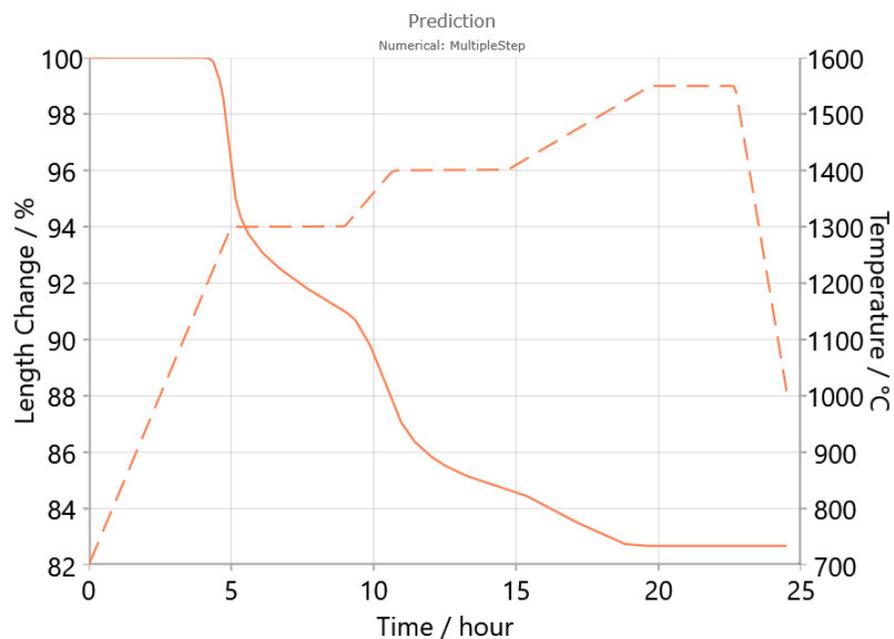
The logo for KINETICS NEO consists of a grey arrow pointing left, with a red square above it, a blue square to its right, and an orange square below it.

- Acquisizione delle curve DIL a 4 diverse HR
- Importazione delle curve in Kinetics NEO
- Analisi delle curve e ottenimento dei parametri cinetici
- Definizione del Modello di Reazione: 3 step.

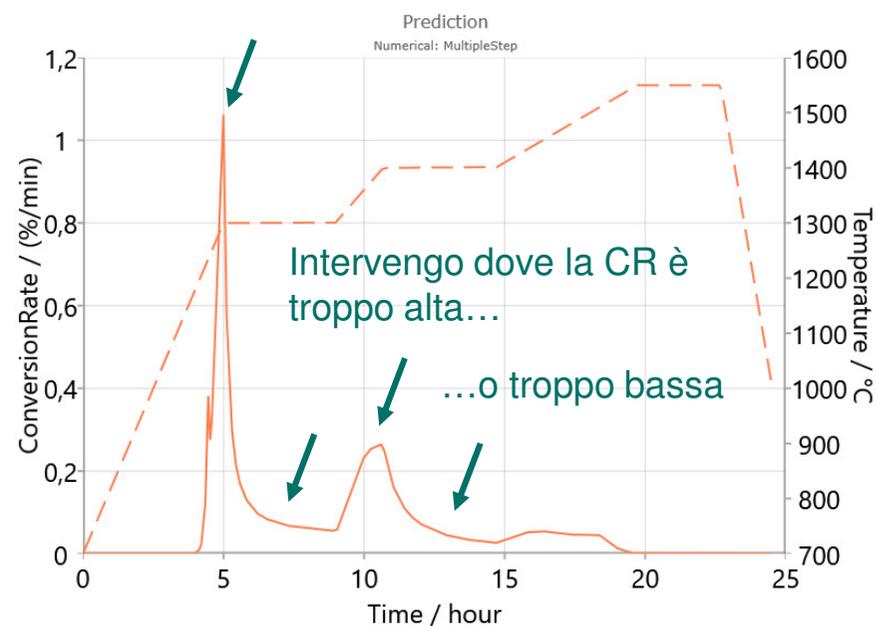
→ Modello valido per simulare la sinterizzazione per qualsiasi profilo di temperatura.



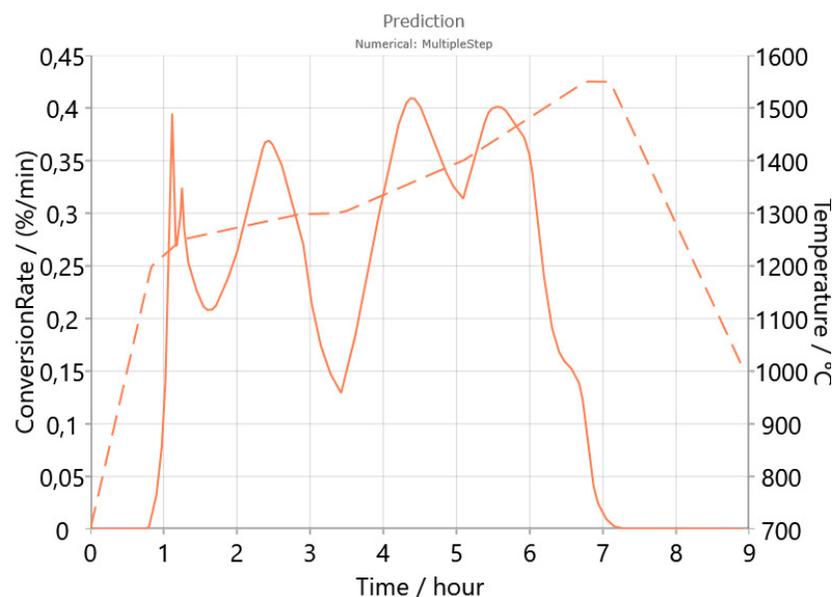
### Decorso di sinterizzazione per il programma usato dal cliente



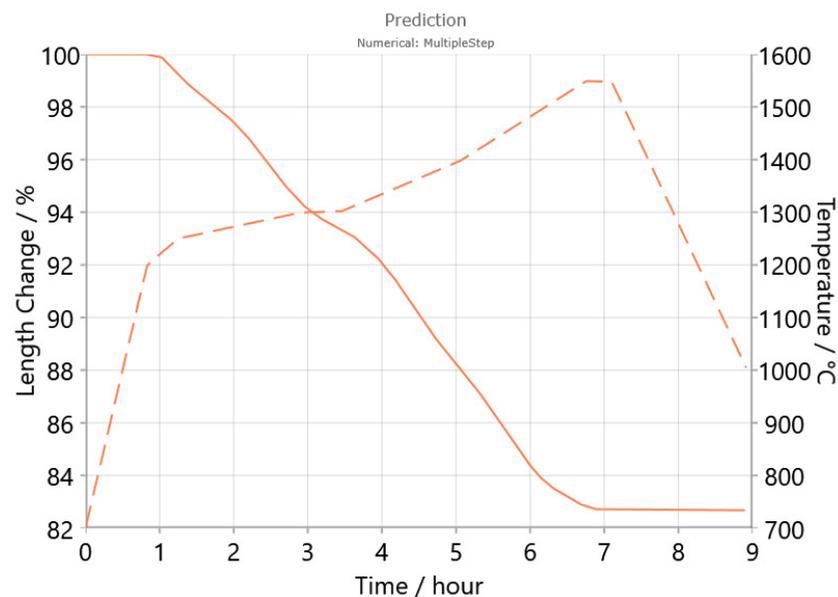
### Velocità di sinterizzazione (CR) per il programma usato dal cliente



CR per il programma di temperatura ottimizzato  
(CR sempre sotto il 0.5%)



Decorso di sinterizzazione per il programma  
di temperatura ottimizzato



**→ Sinterizzazione più lenta e controllata su tutto il trattamento termico**

**3**

Conclusioni:  
i nostri servizi per Voi



**Il processo produttivo è stato velocizzato di oltre il 50%**



## ANALISI TERMICA

DIL, TGA, STA e Tecniche Iferate, DSC, TMA, DMA

- transizioni di fase (Tg, curing, fusione/cristallizzazione)
- stabilità termica e ossidativa, analisi di composizione
- variazioni dimensionali e di densità, CTE
- proprietà visco-elastiche

## PROPRIETÀ TERMOFISICHE

HFM, GHP, LFA, RUL

- Conducibilità Termica
  - Diffusività Termica
- Analisi dei Refrattari



## REOMETRIA

Viscosità, yield stress, e altre proprietà reologiche dei materiali, liquidi, semi-solidi, solidi.

- **Rotazionale**
- **Capillare**



**CALORIMETRIA DI REAZIONE**

ARC, MMC (Multi Modular Calorimeter)

Energie di reazione in funzione di temperature e pressione

**FIRE TESTING**

Comportamento al fuoco dei materiali destinati a vari settori:  
automotive, edilizia, elettronica, R&D di polimeri e compositi





■ **Amministrazione e Service**  
VERONA - MILANO



■ **Demo Lab**  
- Verona, Milano, Roma  
- Analisi con i clienti e approfondimenti (uso SW ed elaborazione risultati)



■ **Online Demo e Lab in Germania**  
- Virtual Lab  
- «Kinetics as a Service»



You can rely on NETZSCH.

**NETZSCH**

Proven Excellence.

**Dr. Michele Garavini**

Sales & Application Specialist

E-mail: [michele.garavini@netsch.com](mailto:michele.garavini@netsch.com)

LinkedIn: [linkedin.com/in/michele-garavini-648a1a4b](https://www.linkedin.com/in/michele-garavini-648a1a4b)

**GRAZIE  
PER LA VOSTRA ATTENZIONE!**