


Batch variability in spray coating applications

Variabilità del batch nelle applicazioni dei rivestimenti con tecnica a spruzzo

Jamie Clayton - FREEMAN TECHNOLOGY




J. Clayton

 In spray coating applications, a fine powder, typically a polymer, is drawn from a storage device before being fluidised and ejected through a charged nozzle onto a substrate. It is essential that the powder can be effectively and consistently fluidised, without the formation of agglomerates that may block the nozzle and affect the charging of the individual particles, leading to poor adhesion or the formation of agglomerates on the substrate. It is also essential to establish a smooth flow from the storage device, as erratic flow into the fluidisation chamber will lead to a poorly fluidised bulk. Identifying and quantifying which powder properties correlate with the most efficient performance in a process allows new formulations to be optimised without the significant cost of running samples through the process to assess suitability, making considerable savings in terms of time and raw materials, and minimising wastage due to rejected products.

VARIATIONS IN PROCESS PERFORMANCE AND PRODUCT QUALITY

Three samples of a polymer powder were used in a spray coating application using a corona charging system. Sample A exhibited good performance in terms of flowing through the nozzle and adhering to the substrate, and Sample B showed acceptable behaviour, but Sample C was poor in both aspects; causing blockages in the nozzle and subsequently falling away from the substrate during transportation to the kiln. Particle size analysis concluded that all three powders had the same D_{50} (diameter of the particle with the average mass within a sample) and size distribution. Samples from

 Nelle applicazioni dei rivestimenti con tecnica a spruzzatura, una polvere fine, tipicamente a base di polimeri, viene estratta da un dispositivo di stoccaggio prima di essere fluidificata e applicata su un substrato attraverso un ugello. È molto importante che la polvere sia fluidificata in modo efficace e adeguato evitando che si formino agglomerati che potrebbero otturare l'ugello e influenzare il carico delle singole particelle causando un'adesione non soddisfacente o la formazione di coaguli sul substrato. È altresì essenziale determinare uno scorrimento lineare dal dispositivo di stoccaggio poiché un flusso poco regolato in fase di fluidificazione darebbe volumi di prodotto sfuso scarsamente fluidificati.

Individuare e quantificare le proprietà della polvere che accompagnano la prestazione più efficace in un processo consente di ottimizzare le nuove formulazioni risparmiando sugli alti costi degli accurati test dei campioni per valutarne l'adeguatezza, tempo e materie prime riducendo al minimo gli scarti di produzione.

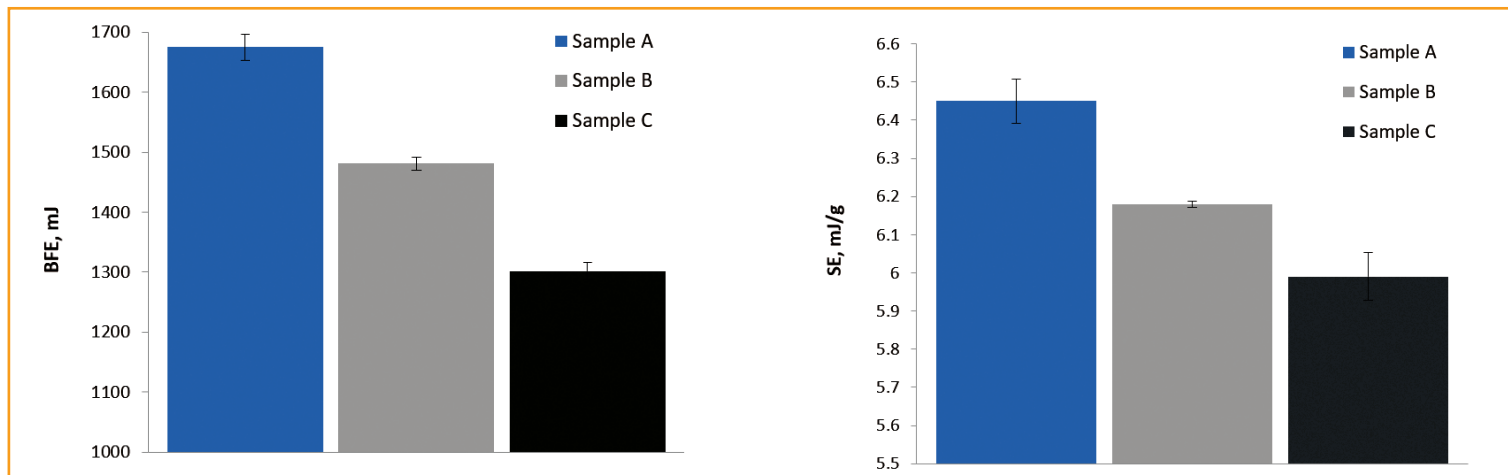
VARIAZIONI DELLE PRESTAZIONI DI PROCESSO E DELLA QUALITÀ DEL PRODOTTO

In un'applicazione di rivestimento applicato con la tecnica della spruzzatura sono stati utilizzati tre campioni di polvere polimerica con il sistema di carico corona: il campione A ha fornito una prestazione soddisfacente in termini di scorrimento attraverso l'ugello e di adesione al substrato e il campione B ha dato prova di un comportamento accettabile al contrario del campione C che si è rivelato carente in entrambi gli aspetti causando



the three batches were analysed using an FT4 Powder Rheometer®. Clear and repeatable differences were observed between the samples in multiple tests, rationalising the variation in performance and allowing future batches to be screened prior to introduction to the process.

Graph. 1-2



Graf. 1-2

TEST RESULTS

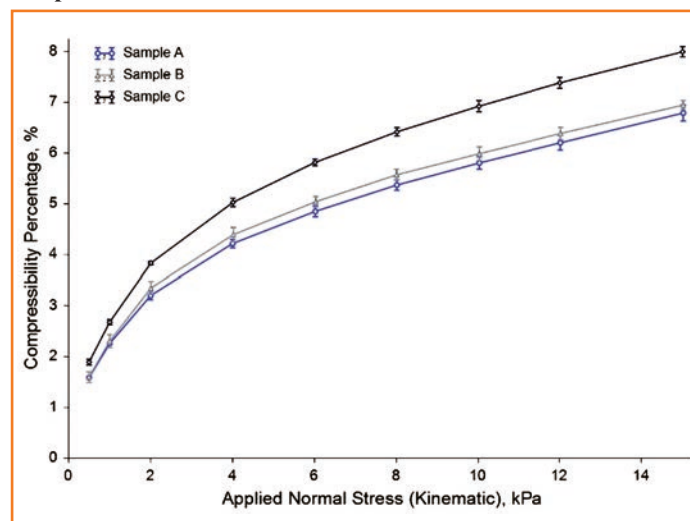
Dynamic Testing

Sample A generated the highest Basic Flowability Energy (BFE) and Specific Energy (SE) of the three samples, which together indicate greater cohesion and particle-particle interlocking. Sample C generated the lowest BFE and SE, suggesting that a degree of interparticle cohesion is required to form a uniform coating on the substrate, and that Sample C does not meet this criterion.

Bulk Testing: Compressibility

Sample C was the most compressible of the samples, indicating a greater propensity to compact under forced flow conditions, such as when drawing the powder from the storage vessel into the fluidisation chamber. The greater propensity to compact will promote the formation of agglomerates, inhibiting both the spraying and charging operations in the nozzle.

Graph. 3



Graf. 3



otturazione dell'ugello e conseguente distacco dal substrato durante il trasporto nel forno. L'analisi granulometrica ha dimostrato che tutte e tre le polveri avevano la stessa distribuzione e D_{50} (diametro della particella con massa media all'interno di un

campione). I campioni dei tre lotti sono stati analizzati utilizzando l'FT4 Powder Rheometer®. Eseguendo i test multipli, fra i campioni sono state osservate differenze chiare e ripetibili, sono state normate le varianti prestazionali creando le condizioni per selezionare i lotti successivi prima dell'avvio del processo.

RISULTATI DEL TEST

Test dinamici

Il campione A ha generato i valori massimi del Flusso di Energia Basico (BFE) e di Energia Specifica (SE) dei tre campioni, i quali indicano la superiore coesione e interconnessione particella/particella.

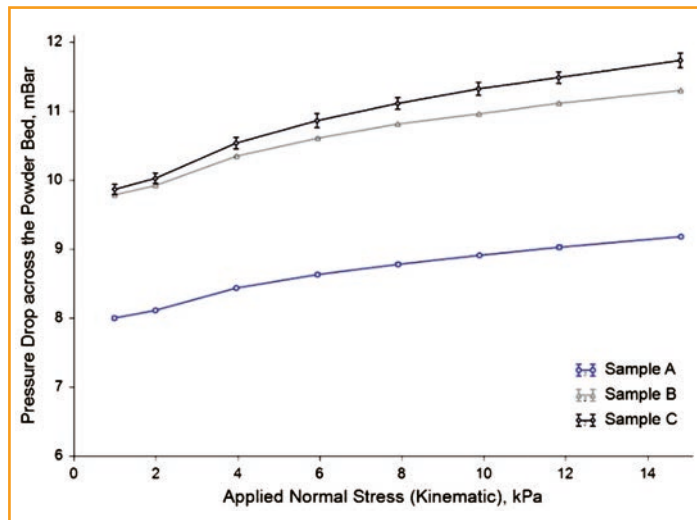
Il campione C ha generato invece valori minimi BFE ed SE, a conferma della necessità di una connessione interparticella per formare un rivestimento uniforme sul substrato e il campione C non ha soddisfatto questo criterio.



Bulk testing: permeability

Sample A generated the lowest pressure drop across

Graph. 4



Graf. 4

the powder bed indicating that it is the most permeable. This suggests that it will be the most free-flowing under conveyance, and that once fluidised, is likely to flow more readily within an air stream. Sample C was least permeable, generating the highest pressure drop across the powder bed, which is likely to cause more erratic, pulsatile flow into the fluidisation chamber, and unstable flow of the fluidised mass.

Shear cell testing

No differentiation was observed during shear cell testing, with the measured shear stress values of the three samples identical to within an RSD of 2.5%. The lack of correlation with the process performance indicates that the highly consolidated, low-flow environment of the Shear Cell test is not indicative of behaviour in the dynamic, aerated environment of a fluidisation operation.

CONCLUSIONS

The FT4's multivariate approach has identified clear and repeatable differences between the three powder samples in



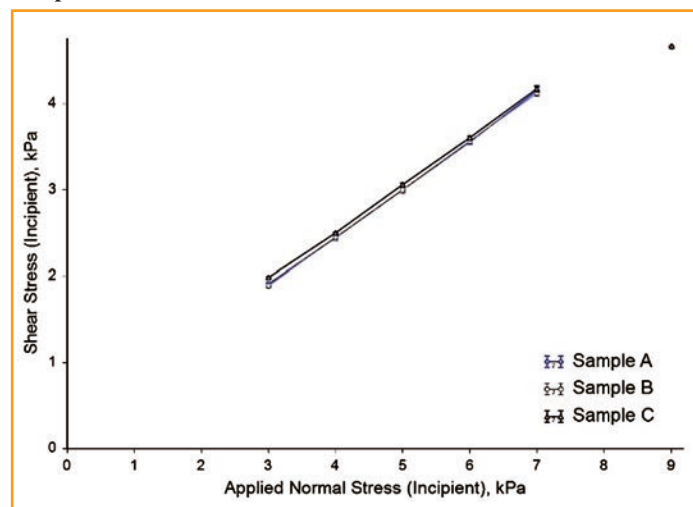
Test del volume: comprimibilità

Il campione C è il più comprimibile dei campioni, a conferma della superiore predisposizione a compattarsi in condizioni di scorrimento forzato, come ad esempio quando si estrae la polvere dalla tanica di stoccaggio nella camera di fluidificazione. La superiore predisposizione a compattarsi dà luogo ad agglomerati, impedendo così le operazioni di spruzzatura e di carico nell'ugello.

Test dei volumi: Permeabilità

Il campione A ha generato il minimo decremento di pressione per tutto il letto di polvere a conferma della sua massima permeabilità. Ciò suggerisce anche che esso presenta massimo scorrimento libero nel trasporto e che, una volta fluidificato, esso scorre più facilmente nella corrente d'aria. Il campione C si è rivelato invece il meno permeabile dando luogo al massimo decremento della pressione per tutto il letto di polvere, e a uno scorrimento meno regolare e intermittente nella camera di fluidificazione oltre a un flusso instabile della massa fluidificata.

Graph. 5



Graf. 5

Test delle forze di taglio

Nel test delle forze di taglio non si è osservata nessuna differenziazione insieme ai valori delle sollecitazioni da taglio dei tre campioni identici entro un RSD del 2,5%. L'assenza di correlazione con la prestazione di processo indica che l'ambiente a scorrimento ridotto, molto consolidato del test delle forze di taglio non indica sufficientemente la risposta in un ambiente dinamico ed aerato di un'operazione di fluidificazione.

CONCLUSIONI

L'approccio multivariato FT4 ha individuato differenze chiare e ripetibili fra i tre campioni di polvere in termini di proprietà dinamiche e di volume che sono correlate alla prestazione durante il processo.

Inoltre, i risultati dimostrano che il test delle forze di taglio da solo non fornisce una rappresentazione affidabile della risposta della polvere in questo processo, a causa delle differenti sollecitazioni e regimi di scorrimento presenti. Il campione A mostra i valori BFE, SE e di permeabilità più



terms of dynamic and bulk properties, which correlate well with in-process performance. Furthermore, the results demonstrate that shear cell testing alone does not provide a reliable representation of powder behaviour in this process, due to the differing stress and flow regimes present. Sample A has the highest BFE, SE and permeability, and the lowest compressibility, of the three samples. This suggests that a degree of cohesion is required to form a uniform coating but susceptibility to agglomeration and erratic flow is problematic to the process.

Sample C, with the lowest BFE and Permeability, and the highest compressibility, is most sensitive to compaction during conveyance to the fluidisation chamber, forming agglomerates that can block the nozzle and cause inconsistent charging. Powder flowability is not an inherent material property, but is more about the ability of powder to flow in a desired manner in a specific piece of equipment. Successful processing demands that the powder and the process are well-matched and it is not uncommon for the same powder to perform well in one process but poorly in another. This means that several characterisation methodologies are required to fully characterise powder behaviour in a range of operations, and rather than relying on single number characterisation to attempt this, the FT4's multivariate approach simulates a range of unit operations, allowing for the direct investigation of a powder's response to various process and environmental conditions.



alti e valori minimi di comprimibilità fra tutti e tre i campioni.

Tutto questo comprova l'esigenza di creare coesione per realizzare un rivestimento uniforme, ma la suscettibilità alla formazione di agglomerati e uno scorrimento irregolare costituiscono un problema per il processo. Il campione C con valori minimi BFE e di permeabilità e valori massimi di comprimibilità è più sensibile alla compattazione durante il trasporto verso la camera di fluidificazione e determina la formazione di agglomerati che possono bloccare l'ugello e causare un carico inadeguato.

La fluidità della polvere non è una proprietà intrinseca del materiale, ma è più che altro dovuta all'abilità della polvere di scorrere nel modo desiderato in un componente specifico dell'attrezzatura. Un trattamento appropriato richiede che la polvere e il processo siano ben correlati e non è inusuale che la stessa polvere offra una buona prestazione in un determinato processo e un'altra non altrettanto soddisfacente in un altro processo.

Ciò significa che varie tecniche di caratterizzazione sono indispensabili per determinare con esattezza la risposta della polvere in una serie di operazioni e piuttosto che affidarsi alla singola caratterizzazione numerica per raggiungere questo obiettivo, l'approccio multivariato FT4 simula un range di operazioni unitarie consentendo di studiare la risposta della polvere a varie condizioni di processo e ambientali.