

Università degli Studi di Padova
Dipartimento di Ingegneria Industriale

Corso di Laurea in Ingegneria Meccanica

Analisi dell'effetto di superfici nanostrutturate sulle forze di estrazione nel micro-stampaggio a iniezione.

Relatore: Prof. Marco Sorgato

Correlatore: Ing. Leonardo Piccolo

Laureando: Stefano Lopresti

Matricola: 1233427

SOMMARIO

1	INTRODUZIONE	1
2	MICROSTAMPAGGIO A INIEZIONE.....	3
2.1	Overview del processo produttivo	3
2.2	Parametri di processo	7
2.2.1	Pressione di impaccamento	7
2.2.2	Velocità di iniezione	8
2.2.3	Temperatura dello stampo	9
3	LASER INDUCED PERIODIC SURFACE STRUCTURES (LIPSS).....	11
4	MATERIALI E METODI.....	14
4.1	Macchina per lo stampaggio a iniezione	14
4.2	Sensoristica.....	15
4.3	Componente.....	17
4.4	Polimero	18
4.5	Parametri di processo	19
4.6	Realizzazione e caratterizzazione delle strutture nanometriche	20
4.6.1	Realizzazione delle LIPSS	20
4.6.2	Caratterizzazione al microscopio elettronico	24
4.6.3	Caratterizzazione al profilometro	27
4.7	Approccio sperimentale	28
4.8	Prova di controllo.....	33
5	RISULTATI DELLE MISURAZIONI E DISCUSSIONE.....	35
5.1	Parametri di processo	35
5.2	LIPSS	40
5.2.1	Caratterizzazione al microscopio elettronico	40
5.2.2	Caratterizzazione al profilometro	42
5.3	Forze di estrazione	43
5.3.1	Pin lucidato.....	44
5.3.2	Pin non lucidato.....	46
5.3.3	Pin 3	48
5.3.4	Pin 4	49
5.3.5	Pin 5	54
5.3.6	Pin 6	56
5.4	Prova di controllo.....	58

5.5	Analisi superficie interna	60
	CONCLUSIONI	63
	BIBLIOGRAFIA	64

1 INTRODUZIONE

L'industria della plastica è una tra le industrie che più è cresciuta nel XXI secolo con una richiesta di componenti prodotti tramite il processo di stampa a iniezione che è in continuo aumento, essendo questa la tecnologia la più efficiente per produrre articoli di diversa forma e complessità a costi contenuti. [1]

Negli ultimi anni si è assistito ad un innalzamento degli standard qualitativi richiesti a fronte di una necessità di componenti sempre più piccoli [2], ponendo nuove e complicate sfide tecnologiche.

In particolare, la miniaturizzazione della parte spesso porta all'acuirsi delle criticità che si riscontrano durante il processo di estrazione, a causa di forze più elevate che inducono indesiderate deformazioni sul componente [3]. L'eiezione della parte, nella maggior parte dei casi, è ancora affidata a dei semplici estrattori che, per limiti tecnologici o geometrici, spesso applicano la forza in posizioni non ottimali, favorendo la distorsione [4]. Inoltre, durante la fase di raffreddamento, la plastica stampata tende a ritirare (*shrinkage*) o, in alcuni casi, a deformare (*warpage*) contribuendo ad aumentare l'interferenza con lo stampo.

Secondo il modello proposto da Briscoe [5] in fase di estrazione la forza di attrito è dominata da due meccanismi tra loro indipendenti: all'interfaccia l'attrazione fisica tra polimero ed acciaio si manifesta tramite fenomeni di adesione dovuti a cause chimiche, elettrostatiche e di attrazione capillare. Nel substrato il lavoro della forza di attrito viene dissipato dalla deformazione del materiale plastico contro le asperità della superficie più dura dello stampo attraverso meccaniche di ploughing e di isteresi. Alcuni studi suggeriscono che il secondo meccanismo sia il principale responsabile del valore della forza di attrito. [6]

Per questo motivo la frizione tra due corpi è direttamente collegata alla rugosità della loro interfaccia e diminuisce tanto più la finitura superficiale migliora. Il principio è però valido solamente fino ad un certo livello di rugosità sotto al quale l'influenza delle forze di adesione inizia a crescere in modo esponenziale, richiedendo una sempre crescente forza per essere vinta ed estrarre il componente. Esiste quindi un valore di rugosità che minimizza il lavoro degli estrattori ma non è fissato e dipende dal materiale utilizzato e dai parametri di processo [7].

Per ridurre le forze di estrazione in letteratura sono state proposte diverse soluzioni come l'utilizzo di vibrazioni ultrasoniche [8] o di rivestimenti ceramici come carbonio amorfo (DLC - Diamond Like Carbon) o nitrato di niobio, cromo e titanio. [9]

Sono stati effettuati inoltre numerosi studi sull'influenza della rugosità superficiale dello stampo [10] e delle diverse strategie di lavorazione dello stesso [11] [12].

Questa ricerca si pone l'obiettivo di ridurre l'attrito dinamico creando un pattern nanometrico sulla superficie ad opera di specifici laser ultraveloci (LIPSS). È stato dimostrato che strutture di queste dimensioni sono difficili da replicare per la plastica [13], il loro impiego in cavità ridurrebbe quindi l'effettiva area di contatto tra stampo e componente.

L'interesse per lo studio di questa tecnologia e la valutazione di un suo eventuale utilizzo in ambito industriale sono sostenuti da due fattori chiave: in primo luogo la lavorazione è semplice e veloce, mantenendo bassi i costi di processo, inoltre l'utilizzo di LIPSS per l'ottimizzazione del micro-stampaggio ad iniezione è già stato indagato in ricerche passate ed è stato dimostrato come il loro impiego possa contribuire ad abbassare le pressioni di iniezione durante il processo, migliorando la fase di riempimento [14].

L'ottenimento di un effetto significativo anche sull'estrazione porterebbe le LIPSS a candidarsi come una tecnologia fondamentale da abbinare allo stampaggio a iniezione per la realizzazione di micro-componenti di altissima qualità.

In questo elaborato verranno dapprima presentati il processo di stampaggio ad iniezione ed i parametri da cui è dominato, successivamente verranno introdotte le LIPSS (*Laser Induced Periodic Surface Structure*) presentando brevemente il loro processo di produzione e riportando i principali campi di ricerca e di applicazione.

Saranno descritti dettagliatamente i macchinari utilizzati e tutte le procedure di misura e caratterizzazione sviluppate durante la campagna prove per ottenere output attendibili e riproducibili. Infine, verranno presentati i risultati più rilevanti ottenuti confrontando i dati raccolti per gli inserti lavorati al laser con un pin perfettamente lucidato ed uno non sottoposto ad alcun processo, mettendo così in evidenza pregi e criticità di questa tecnologia.

2 MICROSTAMPAGGIO A INIEZIONE

In questo capitolo verrà presentato il processo di stampaggio a iniezione e ne verrà brevemente descritto il funzionamento. Verrà inoltre introdotto il concetto di micro-stampaggio a iniezione e saranno riportate le sue principali applicazioni.

Nella seconda sezione sarà mostrato come i parametri di processo siano particolarmente impattanti sulla qualità del componente finale e verrà indicato nello specifico quanto la loro variazione incida sul processo produttivo. Verrà prestata particolare attenzione all'impatto del cambiamento di questi valori sulla forza necessaria per estrarre il componente.

2.1 Overview del processo produttivo

Lo stampaggio a iniezione è una delle più diffuse tecnologie per la produzione di oggetti a partire da termoplastici. Il vantaggio tecnologico è dato dalla possibilità di replicare un prodotto con geometria complessa e con strette tolleranze dimensionali senza il bisogno di un processo di finitura. Questa caratteristica, abbinata ad un costo abbastanza contenuto del processo, rende lo stampaggio a iniezione uno dei metodi più impiegati nella produzione di massa di articoli in materiale polimerico.

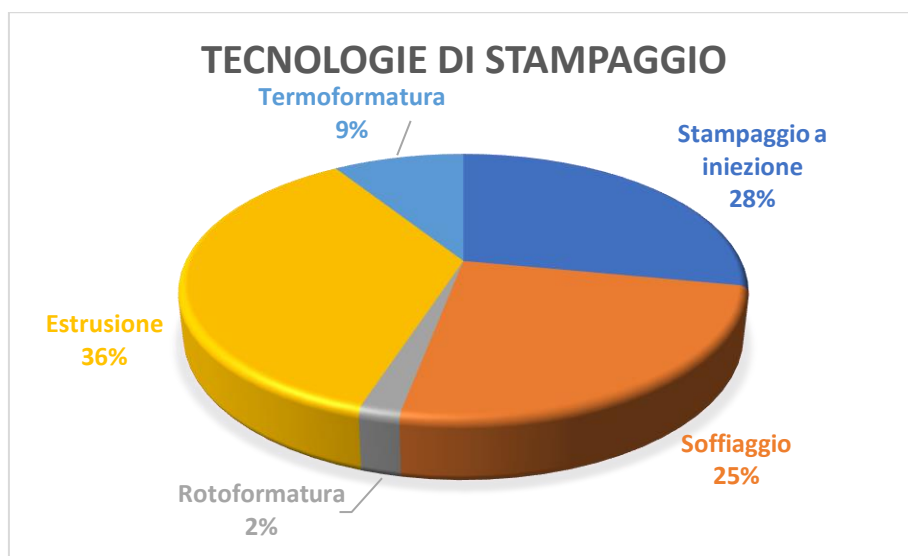


Figura 2.1: Principali tecnologie di stampaggio dei materiali polimerici.

L'idea alla base del processo è semplice e consiste nel pressofondere il materiale, disponibile sotto forma di piccoli grani, in modo da ottenere un fluido viscoso che viene iniettato all'interno di una cavità che ha il compito di definirne la forma, controllarne il raffreddamento e, una volta raggiunta la rigidità necessaria, eseguire l'estrazione.

Il macchinario che controlla il processo è la pressa per lo stampaggio a iniezione che si divide in tre zone principali.

La prima parte è costituita dall'unità di plastificazione, i cui elementi principali sono un cilindro riscaldato tramite resistenze dentro al quale gira una vite il cui corpo centrale ha diametro crescente. La zona centrale della macchina è lo stampo che ha il ruolo di distribuire il polimero attraverso le cavità, raffreddare il fuso e infine estrarre la parte.

La terza zona è formata dall'unità di chiusura che può essere azionata in modo elettrico o idraulico ed ha il compito di aprire e chiudere lo stampo e di mantenerlo sigillato durante il processo in modo da evitare la fuoriuscita di materiale.

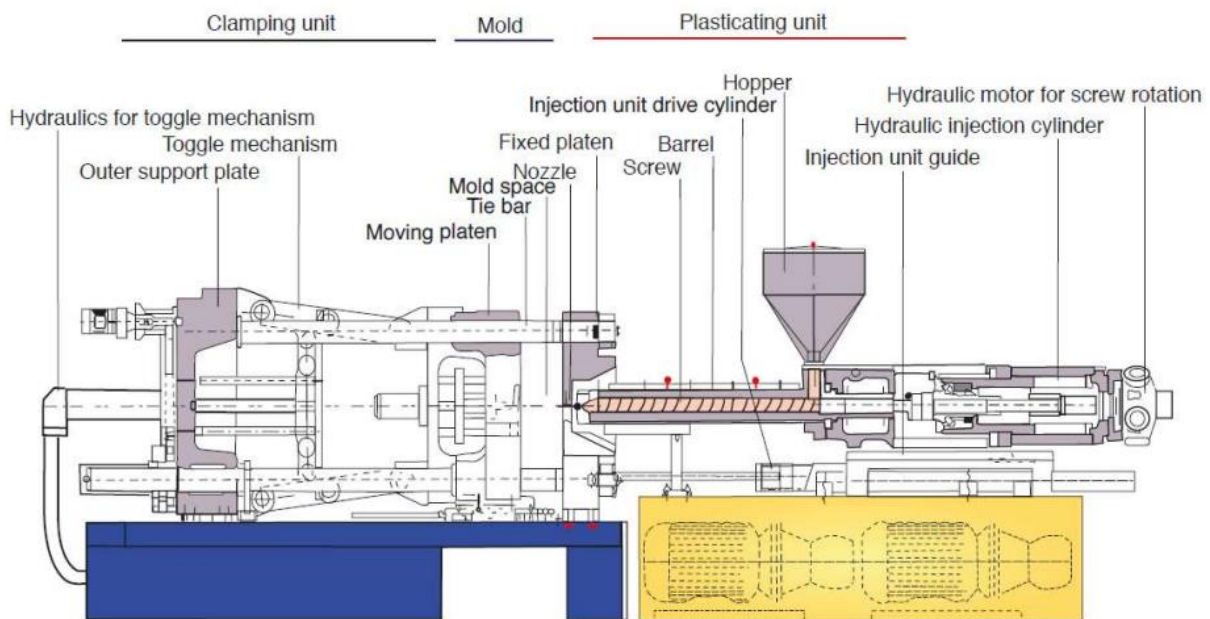


Figura 1.2: Componenti principali di una pressa per lo stampaggio a iniezione [15]

Ognuna di queste parti è fondamentale durante il processo di stampaggio che può essere diviso in quattro fasi.

In un primo momento lo stampo viene chiuso e la vite inizia ad iniettare il polimero fuso all'interno della cavità.

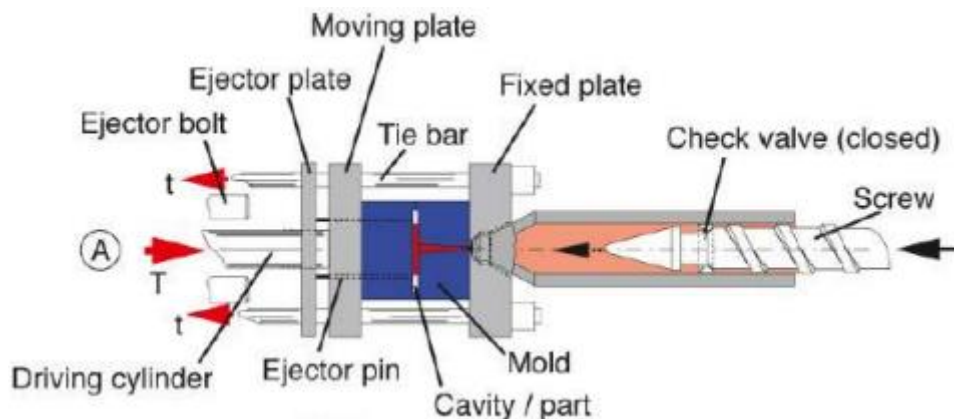


Figura 2.3: Fase di iniezione.

Quando la vite arriva a fine corsa inizia la fase di impaccamento durante la quale la pressione del materiale è mantenuta costante. Questo passaggio è fondamentale per ottenere una buona qualità dell'articolo finale in quanto compensa il ritiro della plastica dovuto al raffreddamento del materiale che inizia nel momento dell'iniezione ed è responsabile della maggior parte della durata del tempo ciclo.

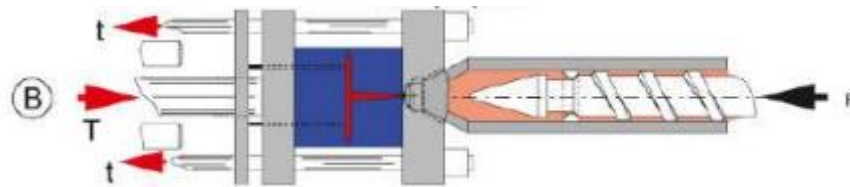


Figura 2.4: Fase di impaccamento.

La fase di impaccamento termina quando il gate congela completamente in quanto il fuso nel cilindro e il materiale in cavità vengono fisicamente separati da una zona di polimero completamente solidificato che non permette alla vite di trasmettere la pressione. Lo step successivo del processo è l'inizio della rotazione e dell'arretramento della vite per plastificare nuovi pellet in modo da preparare una carica di materiale da iniettare al ciclo successivo.

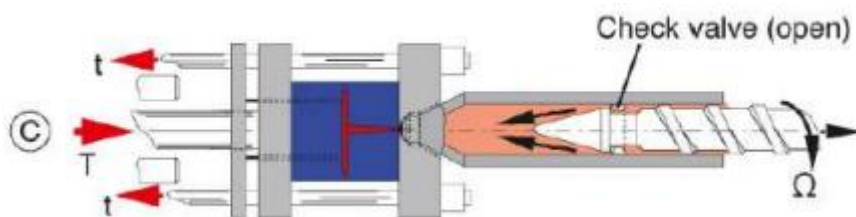


Figura 2.5: Fase di plastificazione.

Infine, quando il componente è completamente solidificato o, in alcuni casi, sufficientemente rigido da essere estratto, lo stampo si apre e gli estrattori esercitano una forza sul prodotto formato, espellendolo dalla cavità.

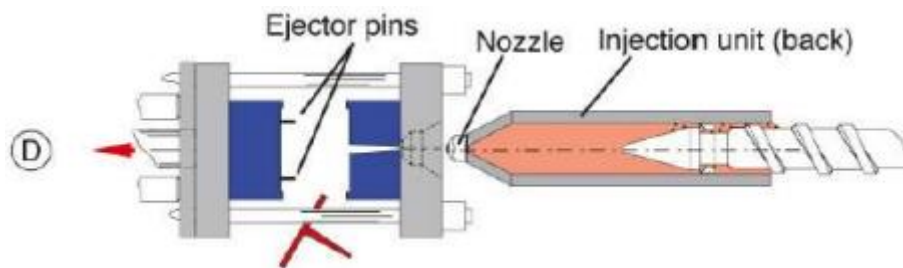


Figura 2.6: Fase di estrazione.

Nel processo appena descritto la vite ha il duplice scopo di plastificare nuovo materiale portandolo dalla tramoggia fino alla zona adiacente alla cavità ma ha anche il ruolo di pistone nel momento in cui inietta la carica e mantiene la pressione durante il processo. Queste due funzionalità sono in contrapposizione in quanto per la prima è necessario che il materiale viscoso possa trafilare dal corpo della vite alla testa mentre per il secondo è fondamentale che non ci sia un ritorno del fuso nel cilindro. Per risolvere questo problema il metodo più utilizzato è quello di posizionare un anello mobile sulla testa della vite, la cui posizione regola il passaggio del polimero tra le due zone della vite.

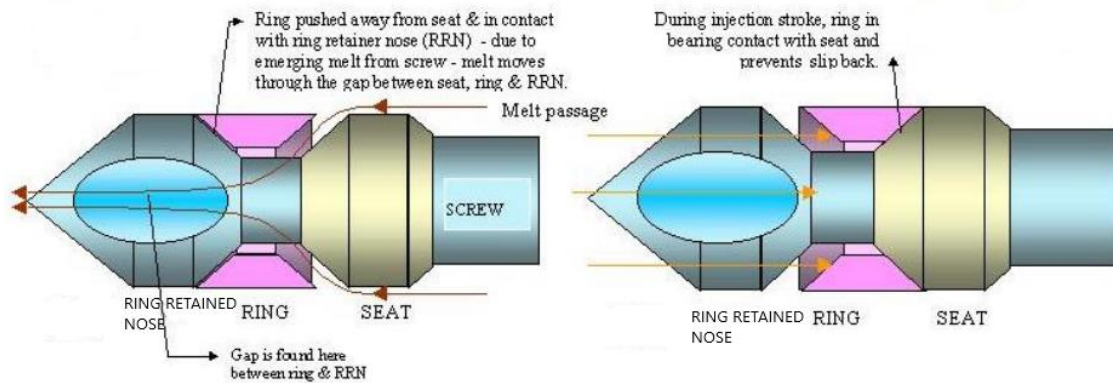


Figura 2.7. Soluzione adottata per regolare il trafilamento di polimero fuso dal cilindro alla testa della vite.

Ciò che è stato finora descritto è valido in generale per il processo di stampaggio a iniezione; esistono però alcuni campi in cui è richiesta la produzione di componenti estremamente piccoli e leggeri o che necessitano di replicare features micrometriche sulla superficie con elevata precisione.

Le dimensioni di una pressa a iniezione rappresentano un evidente limite tecnologico per queste applicazioni, principalmente per la gestione di una quantità di materiale molto piccola rispetto alla capacità massima del macchinario, per questo motivo sono state sviluppate delle apposite presse che tramite semplici accorgimenti, presentati nel capitolo 4.1, riescono a sfruttare il vantaggioso processo di stampaggio pur lavorando su un volume di materiale sensibilmente minore.

Nella seguente tabella sono riportati i principali impieghi di questa tecnologia [16]:

APPLICATION FIELDS	EXAMPLES
Micromechanical parts	<ul style="list-style-type: none"> • Locking lever for micro mechanical industry or micro switch; • Latch for the watch industry; • Catch wheel for micro switch; • Operating pin; • Gear plate for motive power engineering.
Micro gear wheel	<ul style="list-style-type: none"> • Dented wheel for watch industry; • Rotor with gear wheel for watch industry; • Gear wheel for micro gear; • Spur wheel in the field of electrical technology; • Spiral gear in the field of electrical technology/metrology; • Spline in the field of electrical technology/metrology.
Medical industry	<ul style="list-style-type: none"> • Micro filter for acoustics, hearing aid; • Implantable clip; • Bearing shell/bearing cap; • Sensor housing implantable; • Aseptic expendable precision blade.
Optical and Electronic industries	<ul style="list-style-type: none"> • Coax plug/ switch MID for mobile phone • SIM card connector for mobile phone; • Pin connector for mobile phone; • Single mode and multi mode ferrules.

Tabella 2.1: Impieghi più diffusi del micro-stampaggio a iniezione.

2.2 Parametri di processo

Sono molti i parametri che possono influenzare il processo produttivo, nel nostro caso però il materiale utilizzato permette una ridotta finestra di stampabilità e ha permesso la variazione solo di alcuni tra questi, per questo motivo verranno analizzati nel dettaglio solo quelli su cui più si è lavorato. Altri fattori, come temperatura del fuso o tempo di raffreddamento, non saranno inseriti in questa sezione ma verranno comunque discussi brevemente nel paragrafo 4.5 quando verranno descritti i parametri di processo utilizzati.

2.2.1 Pressione di impaccamento

La pressione di impaccamento è la pressione a cui è mantenuto il pezzo subito dopo l'iniezione. Il principale effetto di questo parametro è quello di compensare lo shrinkage del componente, inoltre è importante avere una corretta pressione di impaccamento per migliorare la qualità del prodotto, minimizzare la variabilità di massa tra diverse stampate e ridurre la deformazione dovuta a un raffreddamento non ottimale o alla presenza di tensioni residue dopo il processo (warpage) [10], [11], [17], [18], [19].

Generalmente questo valore è fissato a circa l'80% della pressione di iniezione mentre il tempo di mantenimento dovrebbe essere leggermente superiore al tempo di congelamento del gate. Una volta che il Gate è congelato, infatti, non è più possibile mantenere in pressione la cavità e da quell'istante le caratteristiche del pezzo finale sono indipendenti da questo parametro.

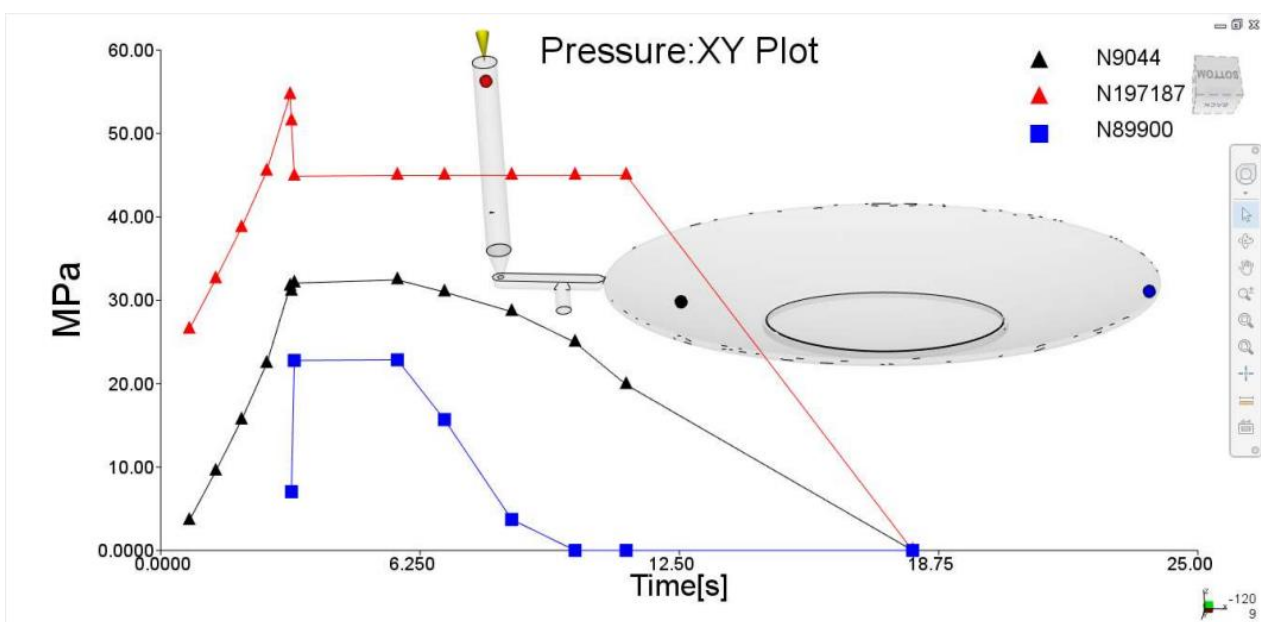


Figura 2.8: Pressione rilevata in un componente tramite sensori posti in tre diverse posizioni: adiacente al punto di iniezione, vicino all'ingresso in cavità e nell'ultimo punto raggiunto dal fuso. [20]

In figura 2.8 sono riportate le curve di pressione rilevate su un componente in tre diverse posizioni. Vicino all'iniettore viene registrata la curva rossa, in cui è evidente il picco di pressione durante la fase di iniezione e la pressione di impaccamento all'80% di quella di iniezione. Nella parte finale della curva, quando il gate sta congelando, si tende ad abbassare linearmente la pressione di mantenimento in modo da non avere pressioni residue nel componente.

Le curve variano nelle diverse zone del componente e, in particolare, spostandosi verso regioni in cui il riempimento avviene dopo, le pressioni massime rilevate sono inferiori e l'istante in cui si inizia a rilevare la pressione è ritardato. Prendendo a riferimento la curva nera, ossia la pressione rilevata dal componente in una zona vicina al punto di ingresso del fuso in cavità, in figura 2.9 è stato ricostruito qualitativamente l'andamento che avrebbe modificando i valori di pressione di impaccamento.

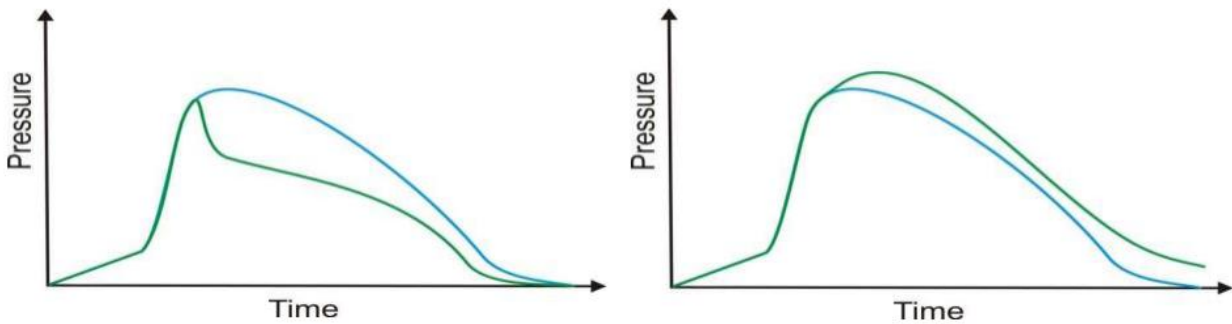


Figura 2.9: A sinistra, grafico di un processo con pressione di impaccamento troppo bassa, a destra, grafico di un processo con pressione di impaccamento troppo elevata [20]

Una troppo bassa pressione di mantenimento (la forma ideale della curva è riportata in azzurro) porta a ritiri, errori dimensionali e, in casi estremi, al ritorno del materiale nei canali di iniezione.

Una pressione di impaccamento troppo elevata, invece, può favorire la presenza di pressioni residue dopo la lavorazione e alla formazione di bave.

Un ulteriore effetto della pressione di impaccamento è quello di favorire la replicazione da parte del materiale delle microfeatures presenti sullo stampo, questo porta ad un aumento delle forze necessarie per l'estrazione del pezzo.

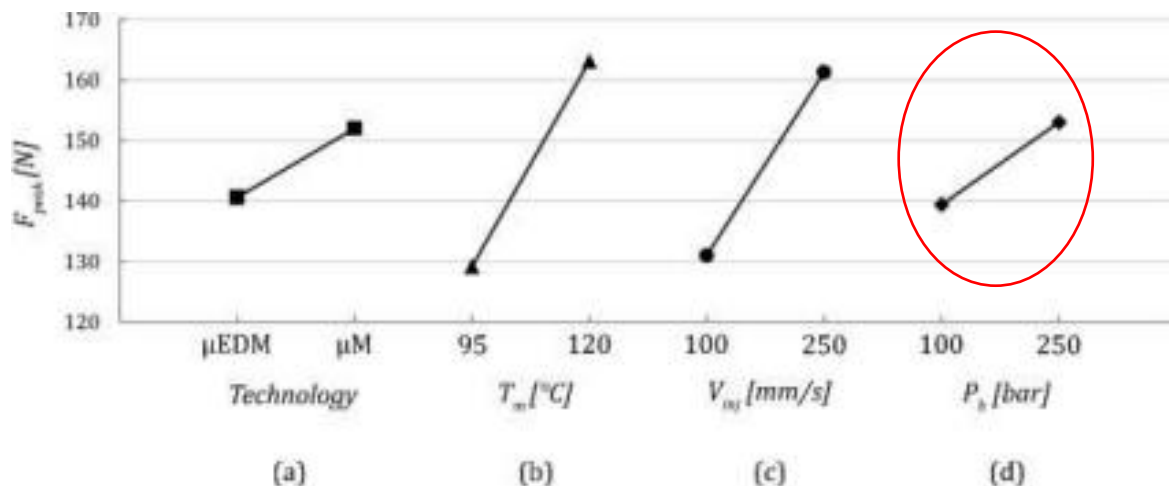


Figura 2.10: Influenza della pressione di impaccamento sulla forza di estrazione [10]

2.2.2 Velocità di iniezione

La velocità di iniezione, dopo la pressione di impaccamento, è il parametro che maggiormente influenza il processo di micro-stampaggio a iniezione.

Alcune ricerche hanno dimostrato che la riduzione della velocità di iniezione è correlata ad una miglior qualità nel riempimento di componenti complessi. Al contrario l'aumento di questa velocità riduce la variabilità della massa, nel caso di più stampate in sequenza. [17], [18].

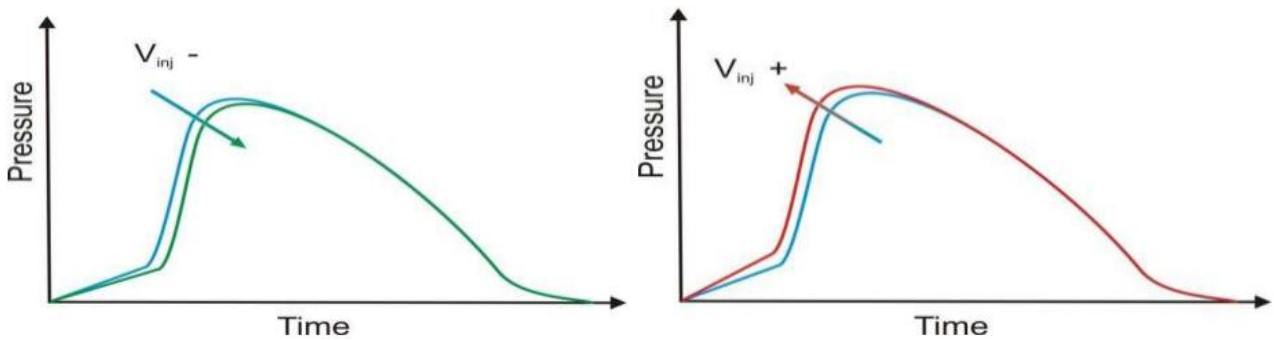


Figura 2.11: influenza della velocità di iniezione sulla curva di pressione.

Infine, anche l'aumento della velocità di iniezione aumenta la capacità di replicazione dello stampo e, di conseguenza, le forze necessarie ad estrarre il componente. [10], [11].

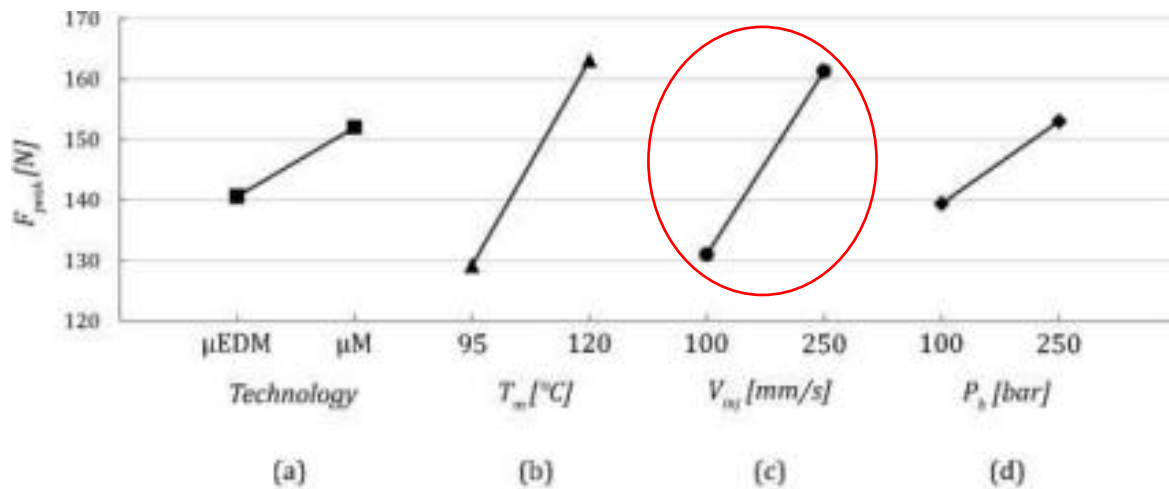


Figura 2.12: Influenza della velocità di iniezione sulle forze di estrazione [10]

2.2.3 Temperatura dello stampo

Il comportamento di un polimero è fortemente influenzato dalla temperatura a cui questo opera, in particolare, durante la fase di riempimento la viscosità del polimero è un parametro determinante per il processo. Aumentando la temperatura dello stampo si aumenta la temperatura del polimero all'interfaccia e quindi si diminuisce localmente la viscosità. Una maggiore temperatura dello stampo è in genere una strategia utilizzata nella realizzazione di componenti complessi in quanto consente un miglior riempimento della parte. [17], [21].

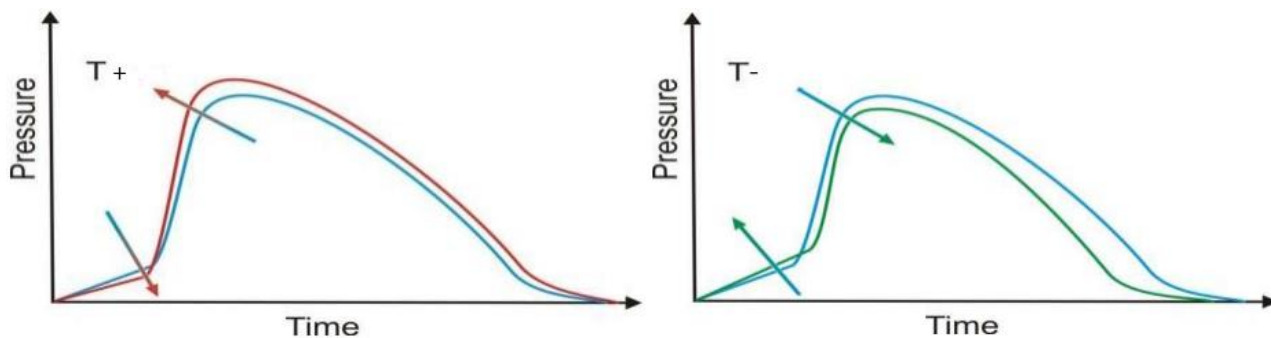


Figura 2.13: influenza della temperatura dello stampo sulla pressione [20]

Questo parametro è stato identificato in letteratura come quello il più importante per la replicazione delle micro-features [22]. In analogia a quanto già visto in precedenza, aumentare la temperatura dello stampo porta ad un aumento delle forze di estrazione del componente.

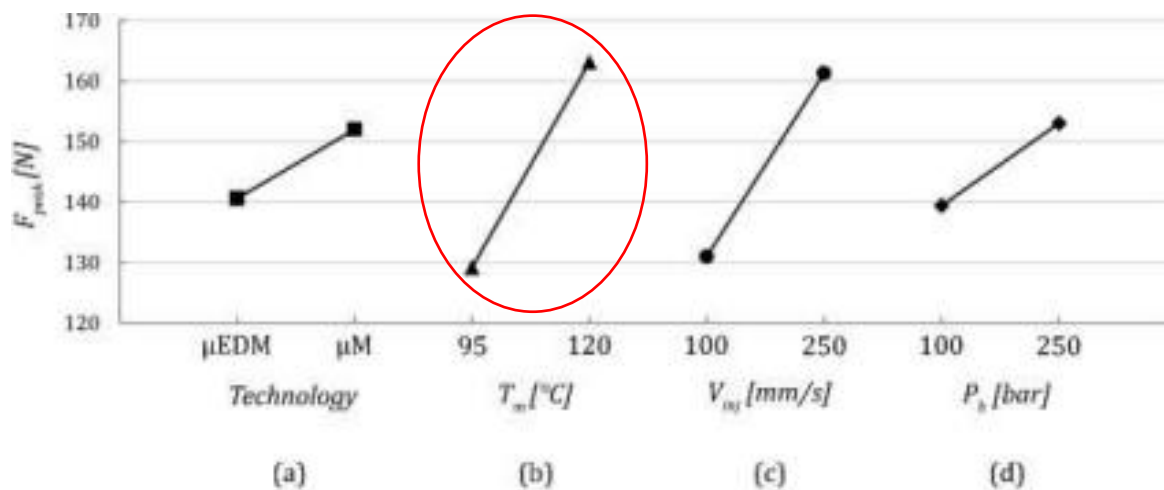


Figura 2.14: influenza della temperatura dello stampo sulle forze di estrazione [10]

3 LASER INDUCED PERIODIC SURFACE STRUCTURES (LIPSS)

Ulteriore elemento fondamentale da introdurre per la comprensione di questo elaborato è quello di LIPSS, acronimo di Laser-Induced Periodic Surface Structures. Le LIPSS sono delle scanalature parallele prodotte da un laser impulsante a impulsi ultracorti contro una superficie. È necessario sottolineare che lo spot con cui il laser irraggia la superficie è più grande dei singoli solchi che si formano durante la lavorazione, questo perché il meccanismo di formazione delle strutture periodiche non è quello di asportazione diretta del materiale da parte del raggio laser ma è il risultato di fenomeni di interferenza che si generano nell'area irradiata, che portano alla formazione delle scanalature.

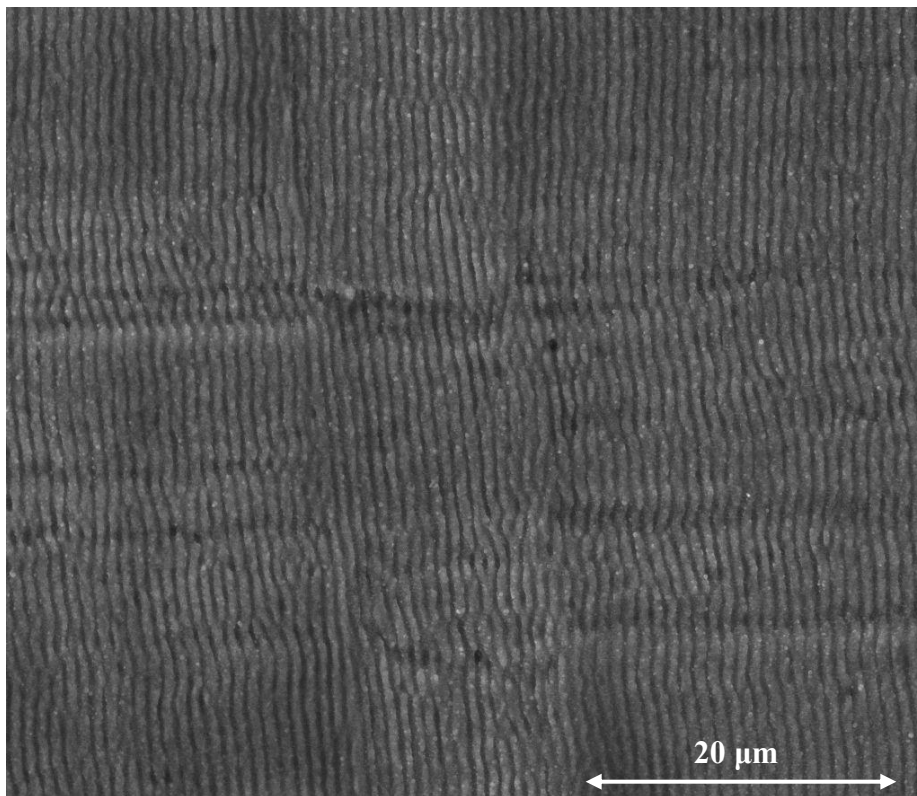


Figura 3.1: Ingrandimento al microscopio elettronico di una superficie su cui sono state eseguite delle LIPSS (LSFL)

La formazione delle LIPSS dipende dal tipo di materiale che viene irradiato. Per materiali che riescono ad assorbire la radiazione del laser si nota la formazione di quelle che vengono definite in letteratura *low spatial frequency LIPSS (LSFL)* che hanno periodicità simile alla lunghezza d'onda del laser e sono orientate in modo perpendicolare rispetto alla polarizzazione del raggio.

Nei materiali dielettrici, invece, vengono spesso a formarsi delle strutture denominate *high spatial frequency LIPSS (HSFL)* con periodo sensibilmente più piccolo rispetto alla lunghezza d'onda. Le HSFL possono essere orientate sia parallelamente che perpendicolarmente rispetto alla polarizzazione del raggio.

Il processo di formazione delle LIPSS non è ancora stato compreso appieno ed è tutt'ora in fase di studio, anche se la spiegazione più accettata combina dispersione elettromagnetica e fenomeni di interferenza.

Uno dei modelli proposti, per quanto riguarda le LSFL (strutture ottenute in questo elaborato), suggerisce che la realizzazione abbia inizio con un laser che impatta dall'alto la superficie che si intende lavorare. Fondamentale è la rugosità del materiale per la formazione della dispersione iniziale (a) che può portare alla formazione di onde elettromagnetiche che viaggiano lungo l'interfaccia metallo-aria, chiamate polaritoni plasmonici di superficie (b). La presenza di queste onde, interferendo con la luce incidente, modulerebbe l'energia assorbita regolando l'asportazione selettiva del materiale, formando le strutture periodiche (c). [23]

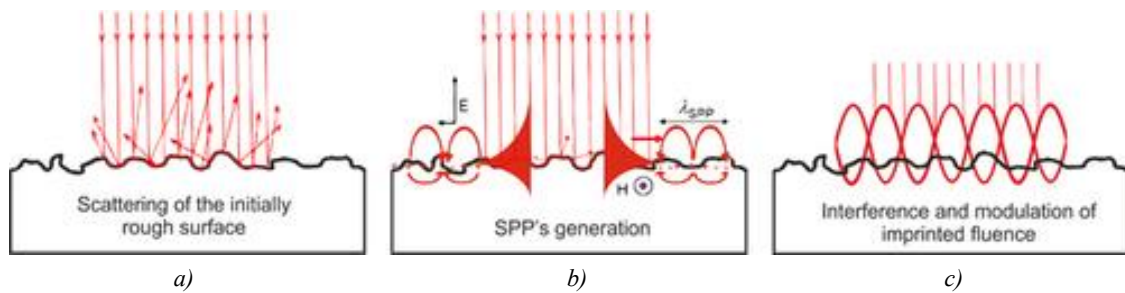


Figura 3.2: Processo di formazione delle LSFL.

Negli ultimi anni la ricerca scientifica sulle LIPSS e sulle loro possibili applicazioni è cresciuta in maniera esponenziale e si è focalizzata principalmente su applicazioni ottiche, tribologiche, biologiche e di bagnabilità delle superfici, anche se non mancano applicazioni tecniche in altri campi. Facendo una ricerca nell' ISI Web of science database e inserendo nella stringa di ricerca "Laser-induced periodic surface structure" si può notare come il numero di articoli pubblicati all'anno sull'argomento sia salito dai circa 10 di inizio secolo fino agli oltre 130 degli ultimi anni [24].

Come anticipato, le più immediate applicazioni sono nel campo dell'ottica, sfruttando la capacità delle nanostrutture di interagire con la luce. Questa proprietà è stata utilizzata per conferire delle specifiche colorazioni alla superficie di un metallo senza utilizzare coloranti o rivestimenti ma modificandone solo la morfologia [25].

Sfruttando questo concetto e utilizzando strumenti allo stato dell'arte, un team di ricerca è riuscito a riprodurre un autoritratto di Vincent van Gogh prima identificando il colore derivante da ogni orientazione possibile di LIPSS e successivamente, partendo dall'immagine originale, associando ad ogni pixel una corrispondente direzione di polarizzazione da riprodurre sull'acciaio. [26].

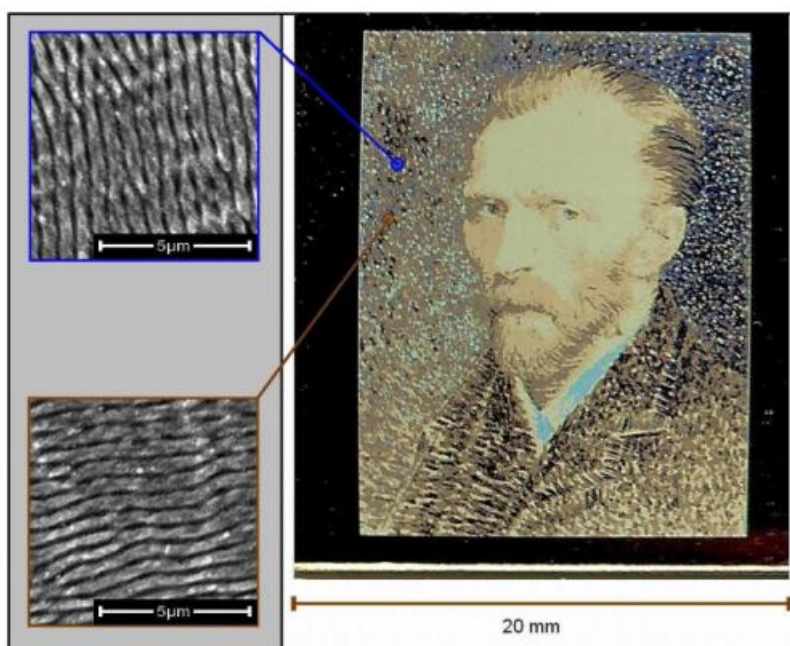


Figura 3.3: Autoritratto di Van Gogh riprodotto tramite l'utilizzo di LIPSS

Restando nel campo dell'ottica è possibile utilizzare le LIPSS per creare superfici capaci di assorbire la luce in modo più efficiente rispetto alle corrispettive non trattate dello stesso materiale. Questa proprietà può essere sfruttata per creare pannelli solari più efficienti [27] o superfici antiriflesso [28]. Un secondo e interessante filone riguarda la bagnabilità dei materiali, è stato infatti dimostrato che è possibile creare superfici super-idrofobiche, ossia con angolo di contatto tra una goccia d'acqua e la superficie maggiore di 150° [29]. Anche in questo caso le applicazioni sono molteplici, particolarmente interessante è l'idea di poter creare su un solido delle direzioni di scorrimento preferenziali [30].

In ambito biologico è stata scoperta una correlazione tra presenza di LIPSS e crescita cellulare [31] ed è inoltre stato possibile realizzare delle particolari superfici antibatteriche. [32]

Ulteriore area di ricerca, sulla quale si basa questo elaborato, è quella tribologica. La tribologia è definita come la scienza che studia l'attrito, la lubrificazione e l'usura, ovvero tutti i fenomeni che si presentano durante un moto relativo tra superfici sottoposte ad un carico. Nel nostro caso, come già anticipato nel paragrafo introduttivo, si sfrutterà la scarsa capacità della plastica di replicare le nanostrutture per ridurre l'effettiva area di contatto tra stampo e materiale ed abbassare le forze di estrazione del componente.

4 MATERIALI E METODI

In questo capitolo sono introdotti i macchinari ed i sensori impiegati per il raccoglimento dei dati campionati, sarà descritto il processo di realizzazione e caratterizzazione delle LIPSS e verrà presentata la procedura di raccoglimento dati ed il formato in cui questi verranno presentati in modo da rendere più immediata la comprensione dell'analisi dei risultati proposta nel capitolo 5.

4.1 Macchina per lo stampaggio a iniezione

Per il processo produttivo è stata utilizzato il modello "Micropower 15" della *Wittmann Battenfend* [33].

La principale differenza con il funzionamento descritto nel paragrafo 2.1 è la modalità di iniezione. Infatti, in questo caso, la vite (etichettata come "A" nello schema sottostante) non ha più il duplice ruolo di plastificare e di iniettare ma è incaricata solo della prima mansione, in quanto l'iniezione e il mantenimento del materiale sono svolti da un apposito pistoncino ("B").

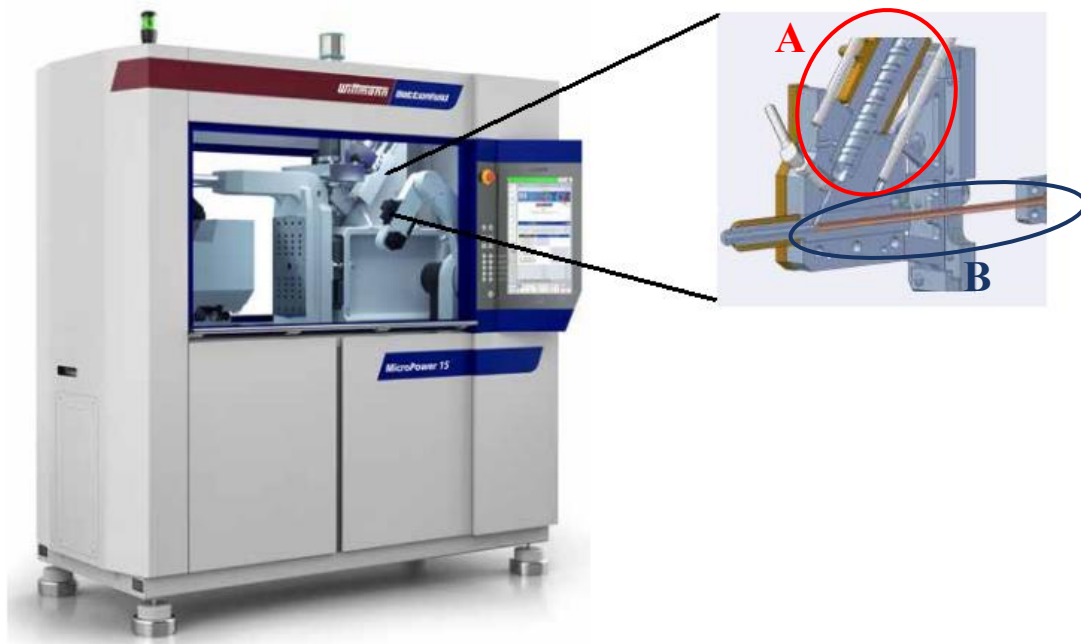


Figura 4.1: Modello Micropower 15t prodotto dalla Wittmann Battenfend utilizzato per stampare i componenti

Sul macchinario è stato montato uno stampo cilindrico in acciaio, fissabile alla pressa tramite tre viti e prodotto dall'azienda tedesca *Hasco* [34], sullo stampo è stata prevista la presenza di una sola cavità.

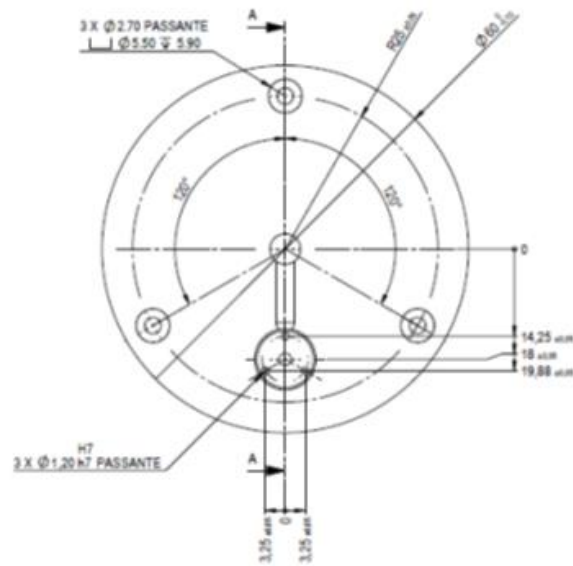


Figura 4.2: Vista in sezione dello stampo utilizzato

4.2 Sensoristica

Tutti i parametri di processo sono direttamente controllati dalla pressa a iniezione, tranne la temperatura del refrigerante che è gestita da un *chiller* esterno alla macchina.

L'output principale delle prove è la forza di estrazione che viene acquisita da un sensore di forza, nello specifico il Kistler 9223a [35], posizionato in un'apposita cavità tra le piastre localizzata esattamente dietro gli estrattori.

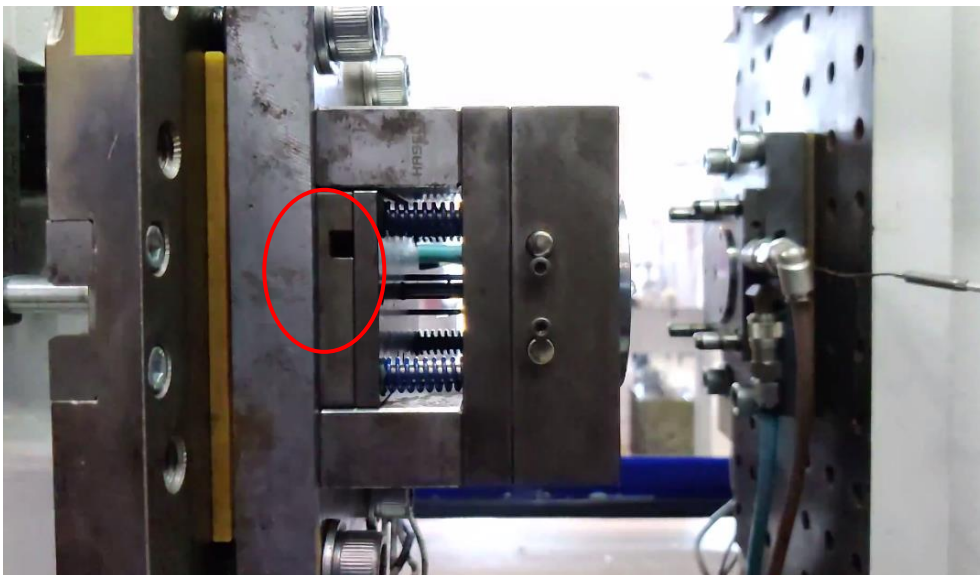


Figura 4.3: Posizione in cui viene inserito il sensore di forza.

La pressione rilevata è trasmessa tramite un perno alla faccia convessa del sensore, la quale è sensibile alla forza. Un elemento al quarzo produce una carica elettrica che è proporzionale alla forza che si vuole misurare. Il dato di output è restituito sottoforma di 1000 punti (massimo disponibile con questo strumento) in un intervallo di tempo di 0.5 secondi. I punti possono quindi essere riportati in un

grafico ed interpolati per formare una linea continua. Di seguito vengono riportati uno schema del sensore e la tabella contenente i dati tecnici:



Figura 4.4: Specifiche tecniche del sensore di forza utilizzato.

Technical data

Measuring range	N	0 ... 2 500
Calibrated partial range	N	0 ... 250
Overload	N	0/3 000
Threshold	N	0.01
Sensitivity	pC/N	-4.5
Linearity, also for partial ranges	%/FSO	≤±1
Hysteresis	%/FSO	≤1
Rigidity, mean value	N/μm	≈460
Natural frequency	kHz	≈200
Operating temperature range	°C	-50 ... 150
Temperature coefficient of sensitivity	%/°C	-0.02
Temperature error	N/°C	<±0.9
Capacitance (with cable Type 1645C0,4)	pF	13
Insulation resistance		
at 20°C	TΩ	≥10
at 120°C	TΩ	≥1
Weight (without cable)	g	7

1 N (Newton) = 1 kg · m · s⁻² = 0.1019... kp = 0.2248... lbf; 1 kgf = 9.80665 N;
1 inch = 25.4 mm; 1 kg = 2.2046... lb; 1 Nm = 0.73756... lbft

Tabella 4.1: Dati tecnici del sensore di forza utilizzato.

L'istante iniziale dell'acquisizione dei dati è controllato da un apposito sensore di movimento posizionato in corrispondenza dell'attuatore del carrello di estrazione. Quando la tavola rotante raggiunge la posizione finale e gli estrattori cominciano la loro corsa, il sensore di movimento si attiva ed invia al sistema di monitoraggio l'input per iniziare la misurazione.



Figura 4.5: Posizione del sensore di movimento

4.3 Componente

I componenti microfluidici sono spesso formati da svariati scompartimenti tra loro posti in comunicazione, per simulare questa situazione è stato progettato il componente riportato in figura 4.6. La sua particolare forma, oltre a ricreare delle condizioni industriali standard, è anche funzionale in quanto la creazione del foro centrale è subordinata alla presenza di un inserto nello stampo. Un'adeguata progettazione ha garantito all'inserto la possibilità di essere intercambiato. Questo ha fornito l'opportunità di riprodurre le strutture con il laser su una serie di pin identici, riuscendo così a studiare differenti tipologie di LIPSS mantenendo invariati stampo e set-up sperimentale.

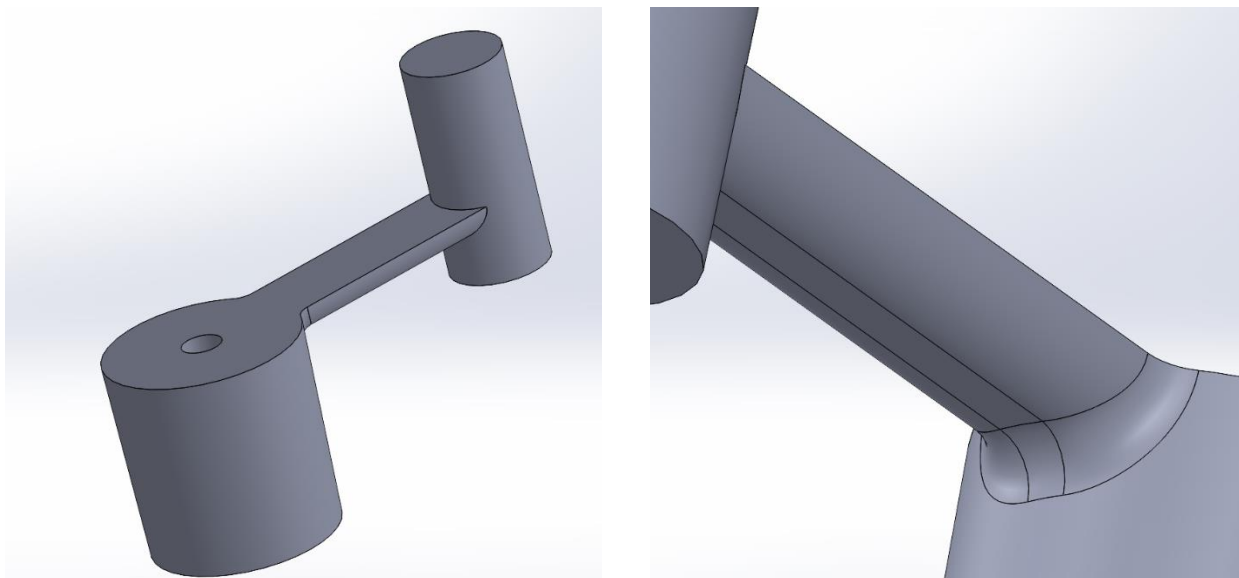


Figura 4.6: A sinistra: vista componente. A destra: particolare runner

Il cilindro ha diametro esterno di 9.8mm e un angolo di sforno di 2°, questo porta il diametro nella parte inferiore del componente a 9.3mm. Il foro centrale è perfettamente cilindrico con un diametro di 2mm e l'altezza della parte è di 10mm

La carota ha diametro 5mm, essa sfora sotto al runner di 4mm, la parte superiore invece è a diretto contatto con il pistone di iniezione e la sua lunghezza dipende quindi dalle condizioni di processo. Carota e cilindro cavo hanno gli assi distanti 18.2mm e sono collegati tramite un runner che inizialmente aveva forma semicilindrica ma, per i motivi che verranno presentati nel capitolo 4.5, è stato leggermente allargato fino ad arrivare alla configurazione attuale.

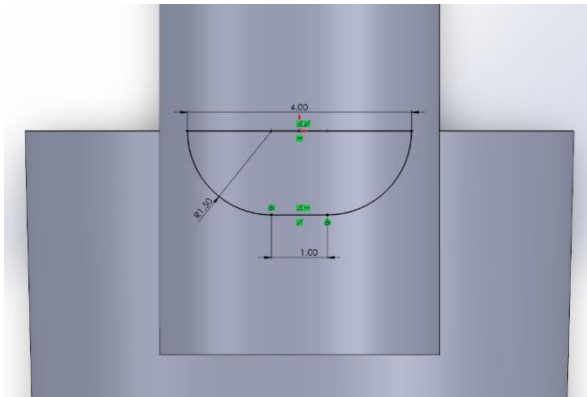


Figura 4.7: confronto tra la geometria del runner iniziale con quella attuale.

4.4 Polimero

Il materiale utilizzato è il NEOPET80 prodotto da *Neogroup*, un PET con basso livello di acetaldeide progettato inizialmente per essere impiegato come contenitore di bevande ma, viste le sue buone proprietà meccaniche e di barriera è consigliato anche per un'ampia gamma di applicazioni, dalla produzione di fogli termoformabili all'utilizzo come imballaggio per prodotti domestici e cosmetici. Il materiale è consegnato sottoforma di pellet sferici che sono stati posti in un essiccatore a 180° per almeno 8 ore prima di ogni utilizzo, in modo da rimuovere tutta l'umidità presente.

Product Properties		
Property	Value	Test method
Intrinsic Viscosity (IV)*	0.80 ± 0.02 dl/g	WN-B010-7040 D (Capillary visc.)
Melting Temperature (T _m)	248 ± 4 °C	WN-B010-7089 D (DSC)
Acetaldehyde content (AA)	≤ 1 ppm	WN-B010-9013 D (GC)
Color b	≤ 1	WN-B010-7136 D (HUNTER Lab)
Fines	≤ 50 ppm	WN-B010-9031 D
Water content	≤ 0.2 %	WN-B010-7159 D
Pellets weight	1.7 ± 0.1 g/100 pellets	WN-B010-9038 D
Pellets shape	Spherical granules	-

*Ph/DCB 2 : 3 (w/w), 25°C

Tabella 4.2: proprietà del materiale dichiarate dal produttore.

Come già accennato nei precedenti paragrafi questo polimero ha una ridotta finestra di stampabilità che limita la possibilità di variare alcuni parametri in fase di ottimizzazione del processo produttivo. Per materiali con queste caratteristiche lo studio delle superfici nanometriche è particolarmente interessante perché permette migliorare la qualità del risultato finale, agendo sullo stampo, piuttosto che sul processo.

Inoltre, questo PET ha caratteristiche molto simili a quello impiegato nel già citato studio sull'impiego di LIPSS in cavità per l'abbassamento della pressione di iniezione, rendendo i risultati delle due ricerche complementari. [14]

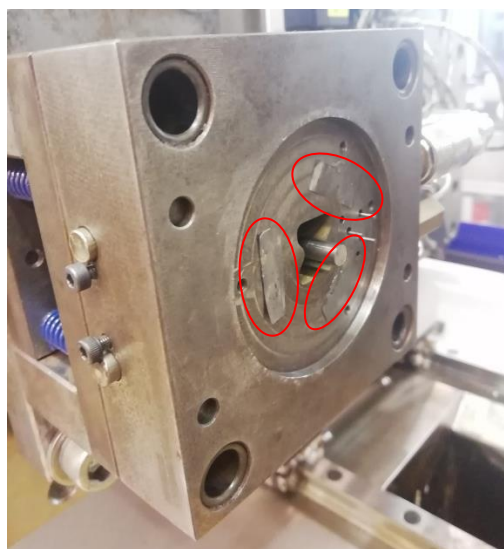
4.5 Parametri di processo

La ricerca dei parametri di processo ottimali è stata divisa in due fasi principali. In un primo momento si è voluto ricercare un set di parametri che portasse ad avere un componente esteticamente ottimo. Questa operazione ha richiesto un po' di attenzione, infatti durante le prime stampe sono emerse diverse criticità ed il fatto che dipendessero da fattori differenti ha reso più complesso l'individuare e il correggerle. Nella seconda parte, invece, si sono cercati dei parametri che portassero il processo ad essere il più ripetibile possibile, compatibilmente con il fatto che l'estrazione in sé tende a non esserlo.

Dopo aver svolto l'analisi che sarà descritta nel paragrafo 5.1 sono stati selezionati i seguenti parametri:

- Pressione di iniezione: 1350 bar;
- Pressione di mantenimento: 1080 bar;
- Tempo di impaccamento: 3s;
- Velocità di iniezione: 100mm/s;
- Temperatura dello stampo: 40°C;
- Temperatura del fuso 300°C;
- Tempo di raffreddamento: 40s;

Un'ultima accortezza presa è stata posizionare e fissare dietro allo stampo tre sottili spessori costituiti da un foglio di acciaio. Si è notato che il diametro dei pin non è sempre uguale e mentre in alcuni casi restava del gioco dopo l'inserimento nello stampo, in altri era presente una piccola interferenza. Temendo che questa differenza potesse influire sul risultato finale penalizzando i pin più grandi, che non avrebbero avuto un corretto sfiato dell'aria, si è optato per questa alternativa per equiparare il venting tra tutti gli inserti.



▪ *Figura 4.8: Posizione degli spessori dietro allo stampo*

4.6 Realizzazione e caratterizzazione delle strutture nanometriche

4.6.1 Realizzazione delle LIPSS

Le LIPSS sono state eseguite su dei pin di diametro 2mm e altezza 10mm, che, prima di essere sottoposti alla lavorazione, hanno subito un accurato processo di lucidatura. Il procedimento inizia con una lavorazione tramite un set di carte abrasive con dimensione della grana sempre più fine a partire dalla 400 e arrivando fino alla 2500. Si procede mettendo in rapida rotazione gli inserti e passandoli con dei batufoli di cotone imbevuti di sospensioni policristalline diamantate con particelle di dimensione 9, 6, 3 e infine 1 μ m.

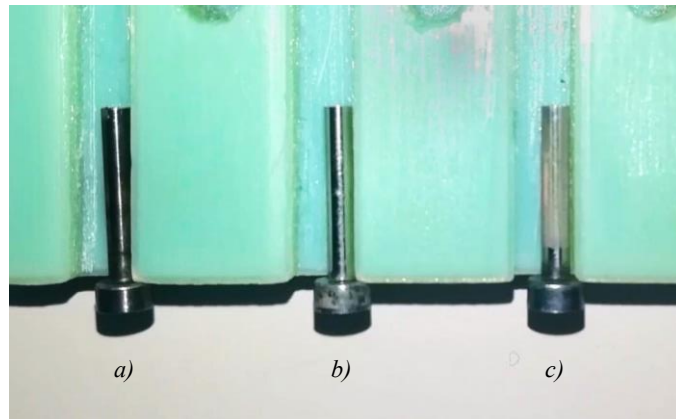


Figura.4.9: Pin prima della lucidatura (a), pin dopo la lucidatura (b) e pin su cui è stata eseguita la lavorazione al laser (c)

Per essere sottoposti alla lavorazione laser la testa dei pin viene agganciata ad un mandrino che ha il compito di mantenere il componente in rotazione costante mentre il laser pulsa. Questa procedura è particolarmente delicata in quanto, nonostante il mandrino sia autocentrante, la dimensione della testa del pin è particolarmente piccola ed è quindi molto complesso eseguire un allineamento preciso tra gli assi di pin e mandrino. Questo allineamento è però fondamentale per garantire che fonte del laser e superficie siano equidistanti in ogni momento del processo per la realizzazione di LIPSS omogenee sul componente. Per facilitare questa operazione è stato appositamente progettato e stampato in 3D un supporto di plastica.

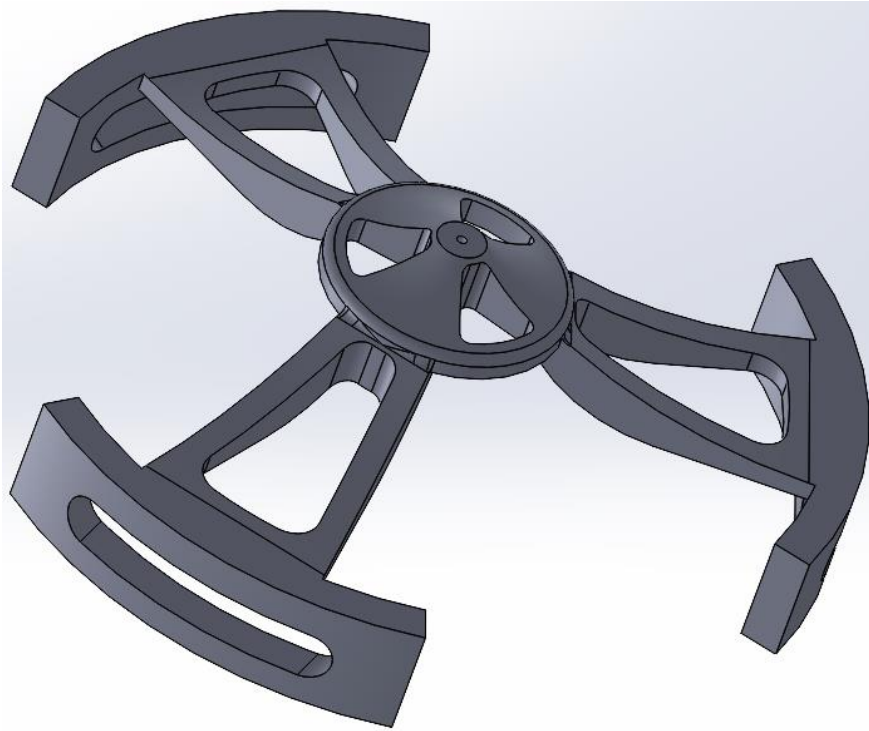


Figura 4.10: Supporto in plastica per garantire il perfetto allineamento tra pin e mandrino

Questo oggetto permette di posizionare il pin nel foro centrale, l'inserimento avviene nella parte inferiore tutto il corpo del pin viene inserito, lasciando spuntare solo la testa. Successivamente è possibile incastrare le alette laterali sulla circonferenza esterna del mandrino inserendo il supporto fino a che le superfici piatte dei raggi e del volume centrale non arrivano in battuta. In questo momento l'asse dell'inserto si trova perfettamente allineato con quello del mandrino garantendo l'allineamento anche durante il serraggio. Una volta fissato il pin è possibile sfilare il supporto di plastica.

Non essendo la stampante 3d a disposizione ad elevata precisione e volendo evitare possibili giochi che ne avrebbero compromesso la funzionalità, il foro centrale è stato disegnato di 1.9mm in modo da poter essere ripreso in post-produzione e calibrato perfettamente sulla dimensione del pin. Per le alette laterali non sono stati previsti giochi rispetto alla dimensione del diametro esterno del mandrino con l'idea di sfruttare l'elasticità del materiale per l'inserimento del supporto e limitare il più possibile movimenti relativi durante la fase di chiusura.

Risolto il problema del posizionamento è iniziata la ricerca di un processo che portasse alla formazione di LIPSS accettabili utilizzando un pin di prova sul quale sono state testate diverse alternative.

Il modello di laser utilizzato è l'Atlantic IR5-GR2-UV1 prodotto da EKSPLA.

Il primo fattore da tenere in conto è la sincronizzazione di laser e mandrino, uno sfasamento tra i loro periodi porta all'irraggiamento di solo alcune bande del pin, lasciando le altre zone lisce.

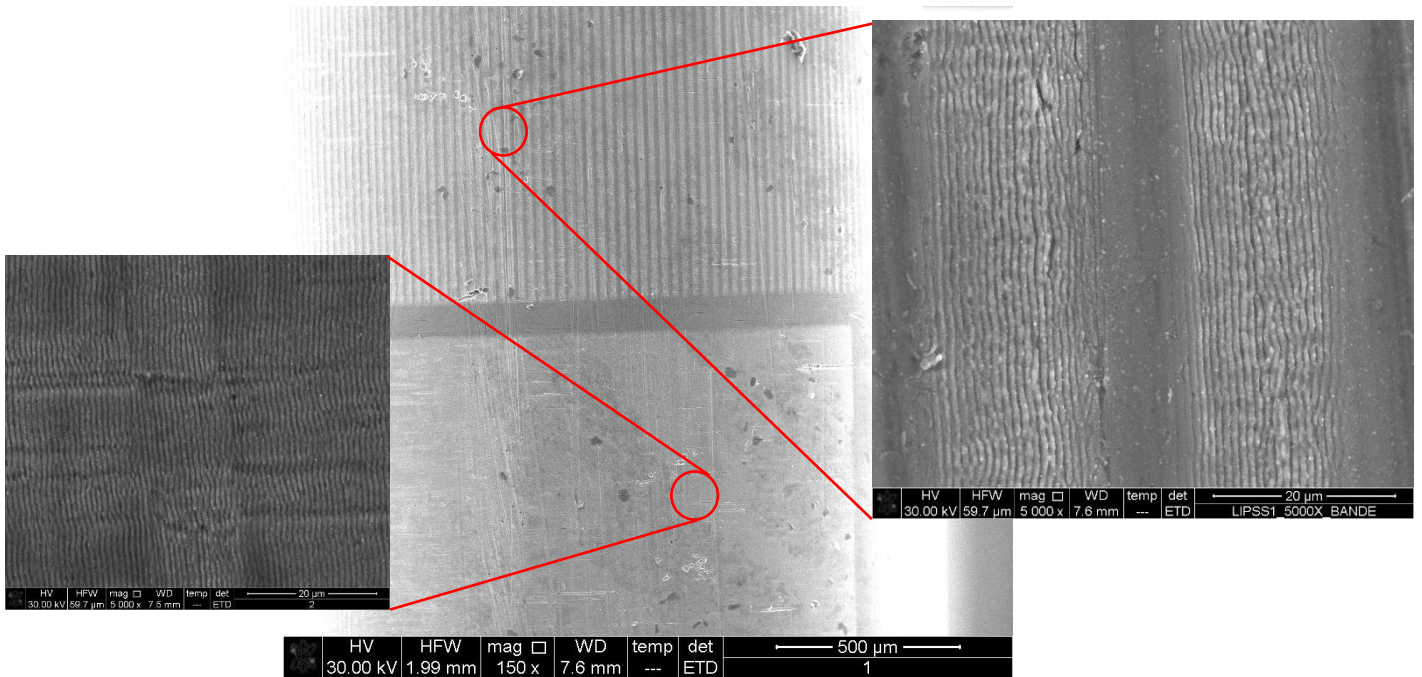


Figura 4.11: Confronto al SEM di una superficie trattata con laser e mandrino non coordinati (sopra) e una in cui sono coordinati (sotto).

Si è inoltre provato a realizzare le LIPSS variando i parametri di Fluenza (energia per unità di superficie) e la lunghezza degli step compiuti dal laser tra gli impulsi al fine di trovare un set che garantisca la formazione di strutture omogenee su tutta la superficie disponibile.

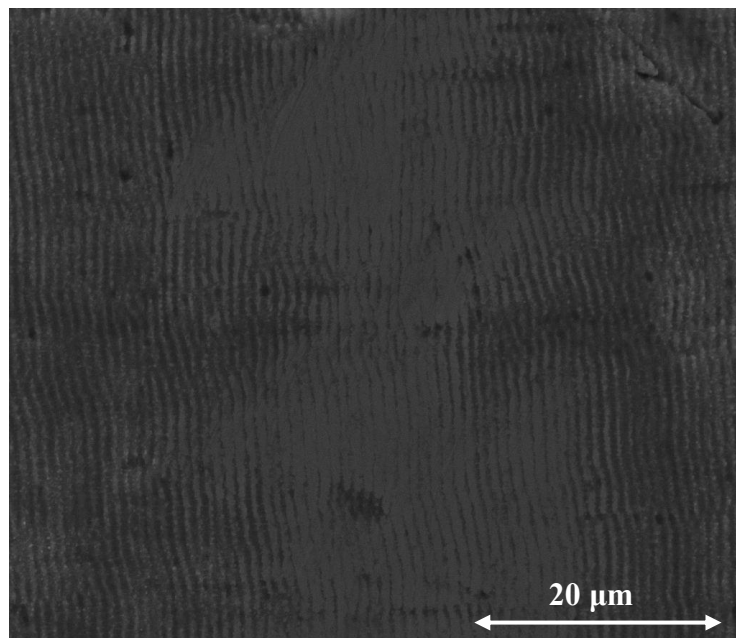


Figura 4.12: Ingrandimento al microscopio elettronico di una lavorazione eseguita con parametri non ottimali

Dopo alcune iterazioni tra i test sul pin di prova e l'analisi qualitativa al microscopio elettronico si è giunti ai seguenti parametri:

- Repetition Rate: 0.1 MHz
- Attenuation: 2.9%
- Pulse step: 4 μm
- Lateral step size: 4 μm
- Speed: 400mm/s
- Laser power: 0.057 W
- Fluence: 0.5 J/cm²
- Pulse energy 0.57 μJ

Il parametro “Repetition rate” indica la frequenza con cui vengono inviati gli impulsi laser. Si è deciso, per favorire l’omogeneità delle strutture, di eseguire degli step di 4 micrometri sia per i movimenti laterali del laser, sia per il passaggio tra una riga e l’altra.

Il dato di velocità si ricava dal prodotto tra lo spostamento laterale e la frequenza di pulsazione, moltiplicato per un fattore 10³ per adeguare le unità di misura.

L’energia erogata per ogni pulsazione (pulse energy) è calcolata come il prodotto tra la fluena e l’area irradiata (nel nostro caso una circonferenza di diametro 12 micron), moltiplicato per 10⁶, ancora una volta per adeguare l’unità di misura.

La potenza del laser viene ricavata dal prodotto tra Pulse energy e Repetition Rate.

Un ulteriore parametro che è stato variato è la defocalizzazione. Questo perché nonostante l’accorgimento del supporto, alcuni pin potrebbero non essere allineati perfettamente o potrebbero essere leggermente incurvati. Per questo motivo si è provato ad eseguire la lavorazione più volte, concentrando il fuoco alcuni step sopra e sotto alla superficie in modo da attenuare il problema.

Si è deciso di seguire tre diverse strategie di orientamento delle LIPSS: la prima allineando le strutture parallele lungo l’asse del pin (a), la seconda formando strutture lungo la circonferenza (b) e la terza utilizzando una polarizzazione circolare del fascio e provando a replicare quelle che in letteratura sono definite “ripples”, ossia LIPSS incrociate.

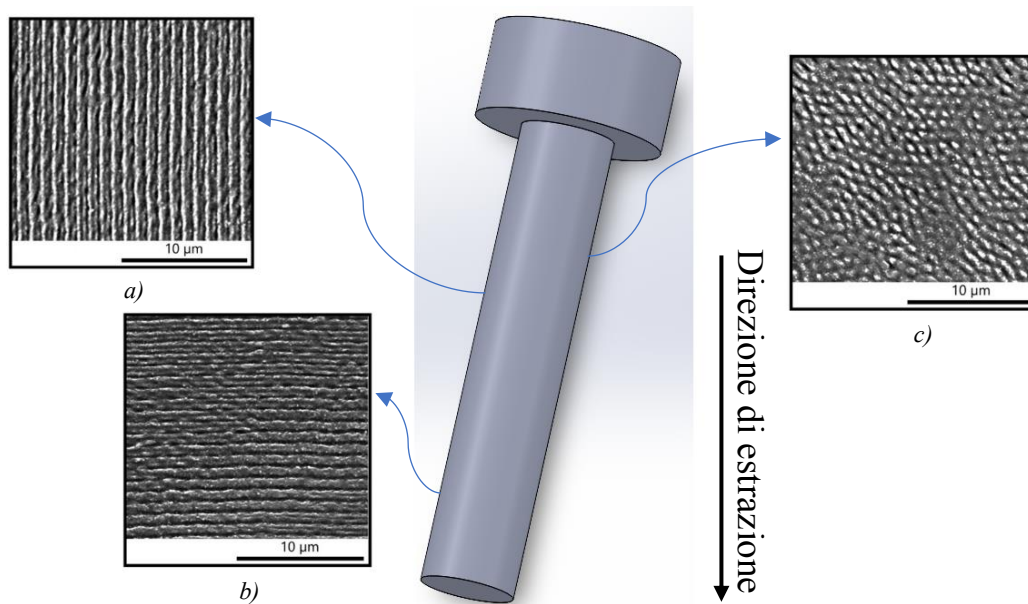


Figura 4.13: Variando di polarizzazione è possibile ottenere LIPSS orientate parallelamente all'asse del pin (a), allineate lungo la circonferenza (b) oppure strutture incrociate (c). [36]

Nello specifico sono stati prodotti e testati 6 diversi pin che, per comodità e immediatezza, verranno da qui in avanti identificati con numeri dall'1 al 6.

Nello specifico i pin 1 e 2 hanno LIPSS a polarizzazione circolare, il 3 ha LIPSS allineate con la circonferenza e i restanti hanno le strutture allineate con l'asse del pin.

I pin processati con la polarizzazione circolare sono stati eseguiti utilizzando due diverse potenze: sul secondo è stato mantenuto il valore scelto anche per le altre lavorazioni (0,057 W) mentre per il primo è stata settata una potenza circa 6 volte maggiore (0,345 W).

I pin 4 e 5 sono stati eseguiti in 3 passate, con una defocalizzazione di 0.2µm sopra e sotto alla lavorazione iniziale, tra un pin e l'altro è stata però variata la velocità del mandrino. Il pin 6, invece, è stato ottenuto con una defocalizzazione di 0.1µm.

4.6.2 Caratterizzazione al microscopio elettronico

Come introdotto nel paragrafo precedente, prima di arrivare alla scelta finale, sono state eseguite alcune prove con diversi parametri di processo. Un primo metodo per analizzare il risultato ottenuto è quello di osservare i pin con un microscopio elettronico a scansione. Per questa esperienza è stato utilizzato il modello FEI Quanta 400 SEM.

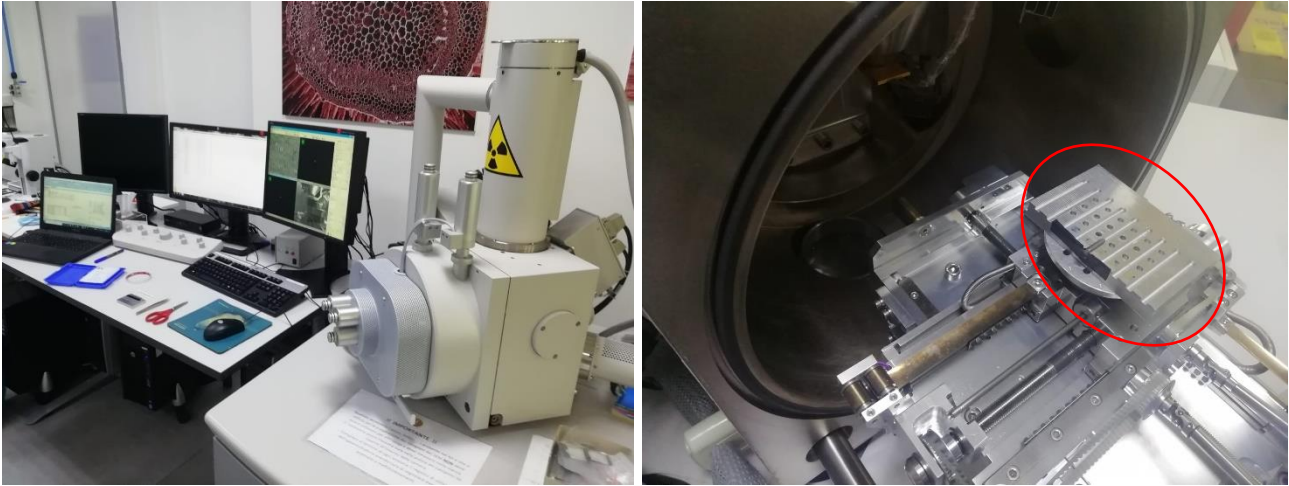


Figura 4.14: Postazione di lavoro al microscopio elettronico.

I pin vengono posizionati su un supporto e vengono inseriti nel microscopio dove viene creato il vuoto per minimizzare le interferenze. Un fascio elettronico, estratto da un filamento di tungsteno, attraversa la camera e colpisce i provini, gli elettroni riflessi vengono raccolti e l'immagine viene elaborata e mandata al computer. Lo strumento è in grado di osservare solamente campioni di materiale conduttore, in caso di osservazioni su tutti gli altri materiali è necessario eseguire la deposizione di un sottile strato di oro-palladio attraverso un apposito macchinario. I pin utilizzati sono in acciaio, non è stato quindi necessario eseguire il processo di rivestimento.

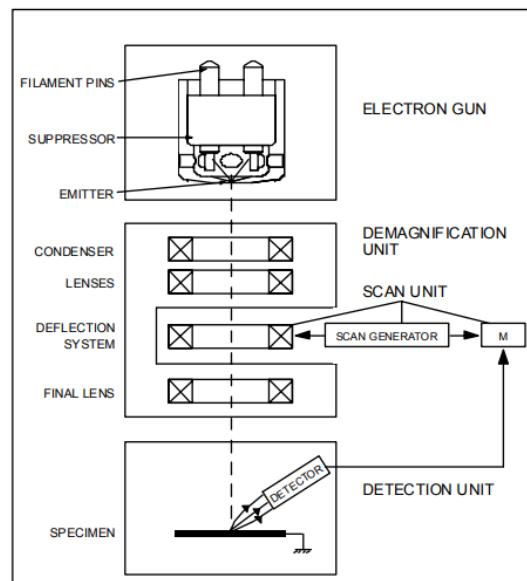


Figura 4.15: Schema di funzionamento del microscopio FEI Quanta 400 SEM [37]

L'utilizzo di questo strumento è fondamentale in quanto consente di avere un feedback immediato sulla bontà della lavorazione effettuata e sullo stato della superficie.

Al fine di avere una panoramica completa sulla lavorazione effettuata, ogni pin è stato inserito 3 volte all'interno del microscopio, ruotandolo ogni volta di 120° rispetto all'osservazione precedente. Per ogni orientazione sono state acquisite 2 immagini: una con un ingrandimento 5000x, in modo da avere

un quadro più completo della superficie e una a 20000x, in modo da poter osservare nel dettaglio le LIPSS.

Per osservare l'interno dei componenti stampati, come già anticipato, è necessaria una deposizione di materiale conduttore sulla superficie che si vuole osservare (*sputtering*).

Il processo inizia con il sezionamento di alcuni componenti lungo diversi piani. Per evitare di rovinare le superfici da studiare il taglio viene effettuato tangente esternamente rispetto al foro centrale, la superficie interna del foro viene esposta attraverso l'asportazione del materiale prima tramite carta vetro e successivamente svasando le pareti laterali servendosi di un bisturi.



Figura 4.16: Componenti stampati sezionati lungo diversi piani.

I provini ottenuti vengono puliti e sottoposti ad un getto d'aria per eliminare eventuali residui di polvere derivati dal taglio, quindi vengono fissati su dei supporti e posizionati all'interno di un apposito macchinario che, dopo aver creato il vuoto, procede con la deposizione del sottile strato di oro-palladio. Terminato il processo è possibile osservare i campioni.



Figura 4.17: Componente sezionato che ha subito il processo di sputtering.

4.6.3 Caratterizzazione al profilometro

Una volta ottenute le immagini al microscopio elettronico i pin sono stati studiati anche attraverso un profilometro, questo per poter avere dei dati quantitativi, oltre che qualitativi, degli inserti che saranno inseriti nello stampo. Per eseguire questa operazione è stato utilizzato lo strumento S-Iinx prodotto da Sensofar.



Figura 4.18: Profilometro S-Iinx prodotto da Sensofar

Tramite questo strumento si riesce a costruire un'immagine in 3D della superficie dell'oggetto posto sotto la lente rendendo possibile definirne la rugosità superficiale. Anche con questo macchinario si è deciso di studiare i pin su tre orientazioni, in modo da avere un maggior numero di dati ed evitare che difetti locali potessero influenzare il risultato finale.

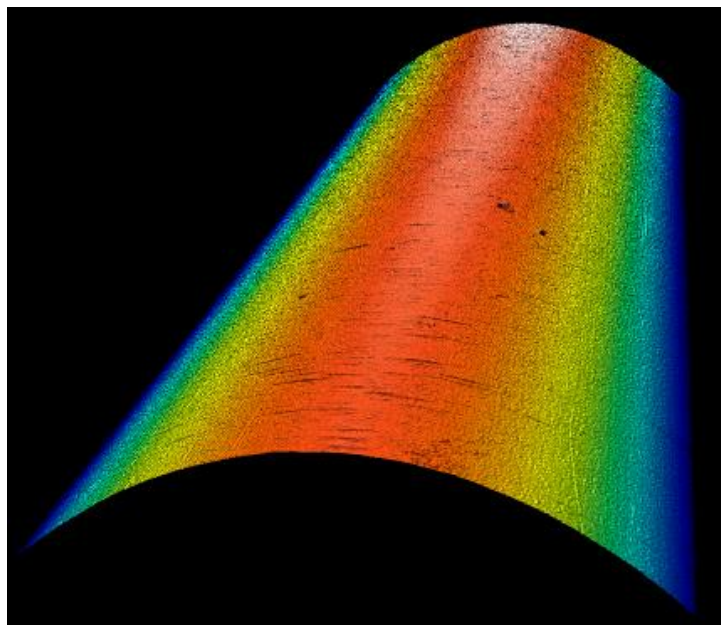


Figura 4.19: Ricostruzione 3D di una porzione della superficie di un pin.

È interessante notare che il profilometro non sia in grado di leggere le LIPSS sulla superficie del componente. Questo è dovuto al fatto che la dimensione delle nanostrutture ha lo stesso ordine di grandezza della sensibilità dello strumento, rendendo estremamente complesso il loro rilevamento.

Per ognuna delle 3 inclinazioni sono stati calcolati il valore di Ra, seguendo le istruzioni della normativa ISO 4287 e il valore di Sa, regolato dalla normativa ISO 25178.

Per Ra si intende la media aritmetico degli scostamenti presi in valore assoluto del profilo reale della superficie rispetto alla linea media. Il parametro Sa, invece, non misura la rugosità lungo una linea ma quella di una superficie ed è la media delle differenze di altezza rispetto ad un piano medio.

Questa analisi è possibile grazie al programma *SensoVIEW*, che permette l'elaborazione dell'immagine digitale (a), prima rimuovendo la forma convessa della superficie (b) e poi creandone un profilo (c).

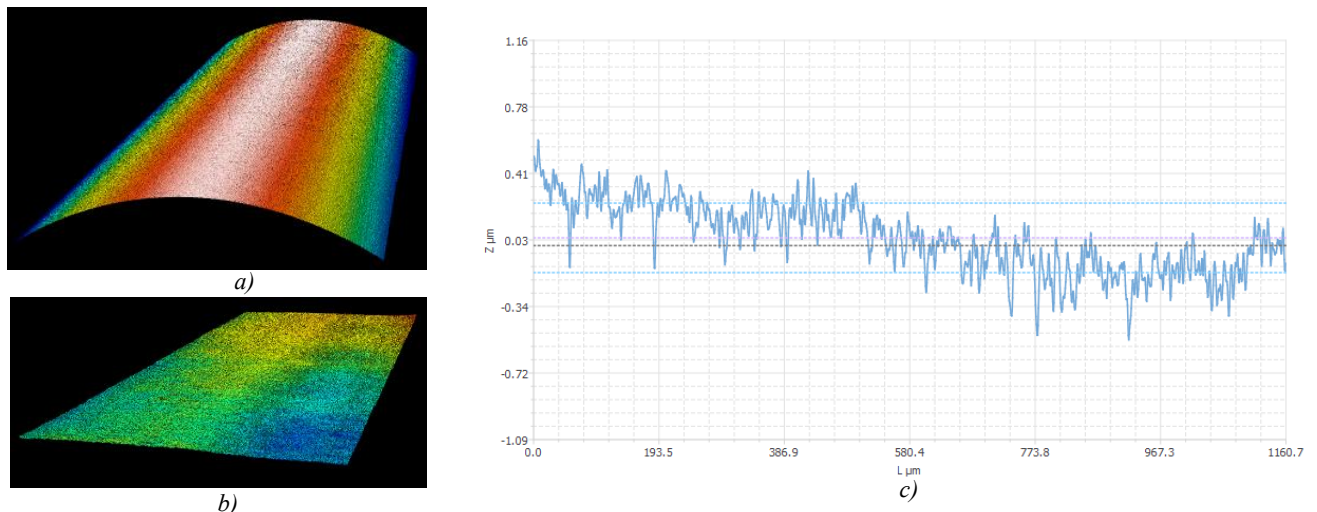


Figura 4.20: Tramite il software *SensoVIEW* è possibile visualizzare la ricostruzione 3D della superficie (a), eliminare la convessità (b) e tracciare una linea media rispetto alla quale calcolare il valore di rugosità (c).

Come metro di paragone anche il pin lucidato e il pin non lucidato vengono analizzati con la stessa metodologia.

4.7 Approccio sperimentale

Per l'esecuzione dell'esperimento è stata ideata una rigida procedura sperimentale con l'obiettivo di regolare sia la raccolta dei dati che la loro elaborazione. Lo scopo è di rendere le prove ripetibili e i dati ottenuti tra di loro confrontabili, minimizzando le variabili esterne che potrebbero influire. Verranno presentati la procedura ed il modo in cui i dati sono stati processati, così da rendere più immediata la comprensione dei prossimi capitoli e la lettura dei grafici.

L'analisi che verrà presentata nel capitolo 5 sarà di tipo comparativo e per valutare la bontà delle lavorazioni effettuate sono stati presi a confronto un pin che ha subito solo il processo di lucidatura e un pin che non ha subito nessun processo.

Prima di iniziare ogni misurazione vengono eseguite una o più prove a vuoto. Questo procedimento serve a garantire che gli estrattori siano posizionati correttamente e che non ci siano attriti o interferenze meccaniche che possano falsare il processo.



Figura 4.21: Forma tipica del grafico risultante di una prova a vuoto.

Una volta caricato il materiale e spurgato il cilindro è possibile iniziare ad eseguire le prove. Durante ogni stampata il sensore raccoglie dati in migliaia di istanti in un intervallo di tempo impostato di 0.5 secondi. Il software è in grado di analizzare e trasferire solo 1000 punti che vengono restituiti sottoforma di tabella Excel. L'enorme perdita di dati durante questo trasferimento (che si aggira intorno al 95%) non è un problema particolarmente grave in quanto i punti a disposizione sono sufficienti ad interpolare una curva in modo preciso essendo comunque presente un valore di forza ogni 0,0005 secondi. L'unica criticità riscontrata è nel calcolo del valore di picco, in quanto è improbabile che il punto di massimo rilevato dal sensore non venga scartato. Un'apposita analisi ha dimostrato che la differenza tra picco assoluto rilevato dallo strumento e picco riportato dal software sono molto simili, anche se esiste un errore sistematico in media di 5N tra i due. Dato che in questa analisi il punto centrale è la comparazione delle forze di estrazione ottenute utilizzando i diversi pin, essendo l'errore presente su tutte le misurazioni in modo sistematico, questo non verrà considerato in fase di discussione.

I dati vengono tabulati aggiungendo un asse dei tempi, si procede posizionando l'istante "0" nel momento in cui il sensore rileva una forza di almeno 1N. Questo serve ad allineare tutte le curve e rendere più immediato il confronto visivo tra diverse prove.

Infine, si è deciso di pulire i dati ottenuti applicando un filtro "media" in cui ogni risultato viene sostituito dalla media aritmetica del dato stesso con i due valori immediatamente precedenti e successivi. Questo procedimento abbassa di qualche Newton il valore di forza di picco rilevata. Ancora una volta la correzione non verrà considerata nella discussione comparativa, essendo l'errore sistematico e presente in tutte le curve.

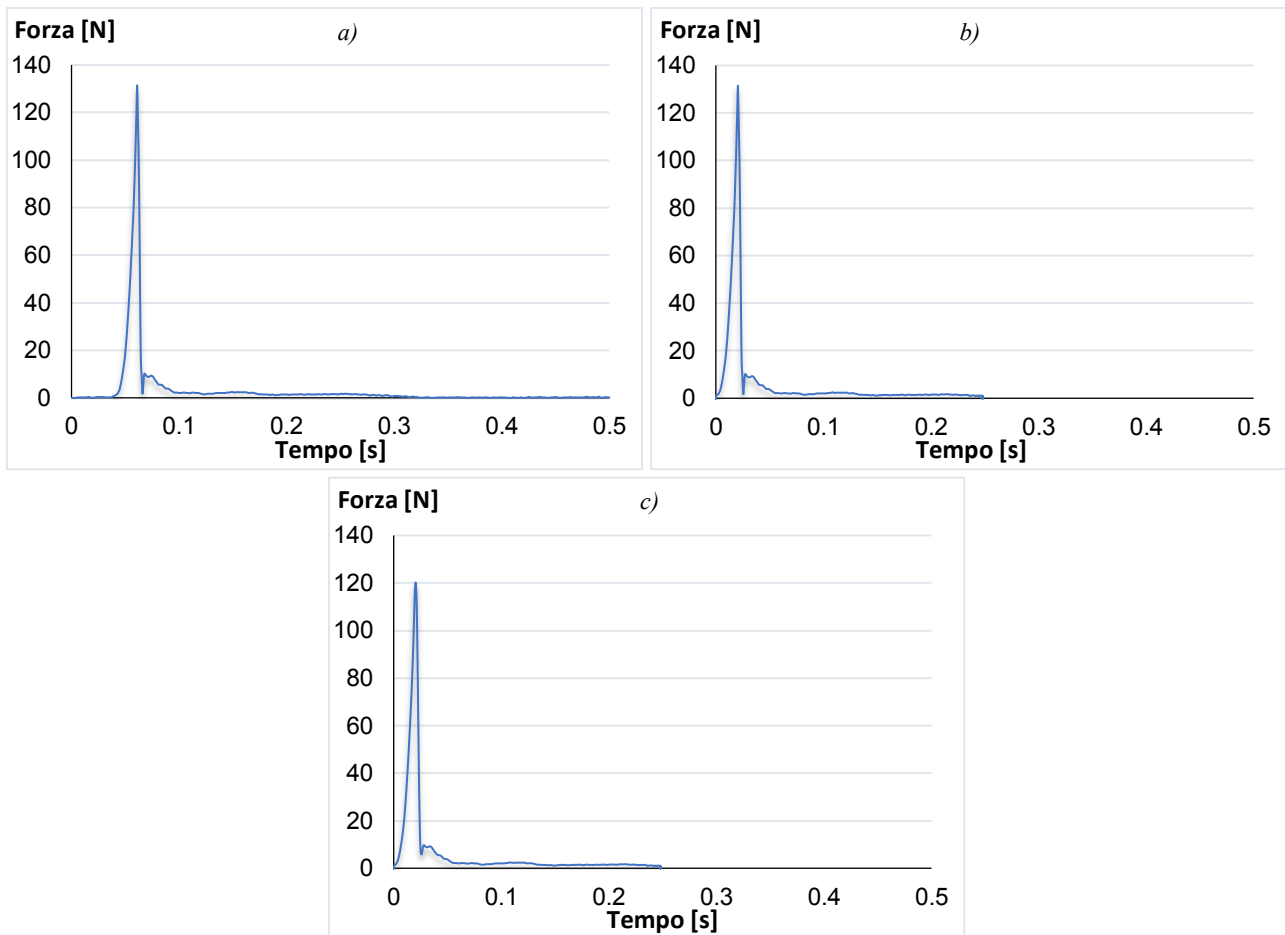


Figura 4.22: I dati bruti (a) vengono prima allineati (b) e poi puliti tramite un filtro media (c). RIFAI IMMAGINI

Dopo aver scelto i parametri di processo da utilizzare durante la prova, vengono eseguiti almeno 20 cicli in modo da portare la pressa a regime.

Nel caso particolare che un pin sia utilizzato per la prima volta il numero di cicli da eseguire è maggiore poiché le forze di estrazione faticano a stabilizzarsi. Probabilmente questo è dovuto a microcambiamenti che avvengono sul pin durante i primi processi a cui sono sottoposti. L'andamento tipico del processo di stabilizzazione è quello di alcune prove iniziali con forze di estrazione molto basse, questa fase è presente sempre e dipende dal materiale che non si trova ancora a regime. Superata la prima fase ne segue una in cui le forze di picco si alzano fino a valori molto alti, successivamente inizia una serie di prove in cui le forze oscillano ma tendono ad abbassarsi fino ad arrivare a un valore di equilibrio. Questo processo richiede circa 60 cicli per arrivare a stabilizzazione.

Prova	F _{picco} [N]	Area [N*s]	Prova	F _{picco} [N]	Area [N*s]	Prova	F _{picco} [N]	Area [N*s]	Prova	F _{picco} [N]	Area [N*s]
1	31.26	0.26	16	556.76	8.39	31	77.77	3.61	46	91.64	3.11
2	49.59	0.39	17	421.85	6.00	32	86.10	3.90	47	63.02	2.18
3	290.63	2.93	18	361.12	5.01	33	69.04	3.70	48	68.00	2.28
4	371.57	4.62	19	111.24	2.59	34	52.68	2.39	49	68.40	2.27
5	637.76	11.79	20	611.50	9.77	35	70.75	2.66	50	78.97	2.24
6	745.59	17.18	21	477.97	7.06	36	76.60	3.31	51	102.38	3.35
7	634.36	9.79	22	541.04	8.49	37	56.69	2.90	52	80.66	2.34
8	733.75	15.94	23	500.67	7.89	38	66.77	3.61	53	67.21	2.32
9	663.01	12.50	24	450.13	6.55	39	85.96	2.70	54	70.79	2.37
10	544.03	7.79	25	106.22	3.68	40	66.89	2.24	55	77.33	2.33
11	544.56	8.11	26	110.68	4.02	41	79.92	2.51	56	63.59	2.30
12	428.72	6.05	27	160.26	4.22	42	80.75	3.16	57	73.33	2.42
13	418.42	5.98	28	64.63	2.54	43	71.80	2.41	58	74.38	2.34
14	423.41	5.96	29	60.60	2.29	44	59.86	2.48	59	66.17	2.32
15	163.22	3.40	30	82.38	3.44	45	75.90	2.45	60	74.10	2.32

Tabella 4.3: Dati relativi alla forza di picco rilevata e all'area sottesa alla curva durante le prime 60 stampate di un pin durante il suo primo utilizzo.

Raggiunto un processo stabile è possibile iniziare il campionamento dei dati. Vengono registrate 10 curve per le prove di ricerca della ripetibilità e 15 curve per le prove finali, durante la misurazione la macchina non viene mai fermata. In caso fosse necessario interrompere la misurazione, se il fermo macchina ha un tempo breve vengono eseguite alcune stampate per ritornare a una condizione di regime e vengono registrate le prove mancanti, in caso di interruzioni più lunghe i dati raccolti vengono cancellati e il processo di acquisizione viene rieseguito dall'inizio. Questo perché, nonostante gli accorgimenti presi per garantire la ripetibilità, ci sono alcune variabili che non possono essere controllate come l'evoluzione del materiale all'interno della tramoggia oppure la variazione delle temperature del corpo centrale della macchina. Questo comporta che durante una giornata di funzionamento ci siano delle piccole variazioni delle condizioni al contorno e dati raccolti in momenti distanti tra loro potrebbero portare a curve non completamente confrontabili.

Per ogni curva vengono registrati la forza di picco e l'area sottesa al grafico. Questo secondo dato è particolarmente interessante in quanto, essendo la velocità di estrazione costante e pari a 25mm/s, è direttamente collegato all'impulso necessario per estrarre il componente. Valori molto alti o molto bassi di area sono spesso indice che qualche fattore esterno ha inciso durante l'estrazione e che la prova probabilmente non è valida.

Per verificare che la velocità con cui viene espulso il componente si conservasse costante durante tutta la fase di estrazione è stata posizionata una fotocamera allineata con il cassetto degli estrattori ed è stato registrato un video in slow-mode a 60fps di una estrazione.

Il video è stato poi scomposto in fotogrammi, è stata calibrata la dimensione dei pixel dell'immagine confrontando la misurazione in pixel e in millimetri della lunghezza dello stampo. È stato quindi possibile, misurando lo spostamento del cassetto degli estrattori tra un frame e il successivo e conoscendo l'intervallo temporale tra di essi, calcolare la velocità istantanea degli estrattori e verificare che questa si sia mantenuta costante nonostante le forti variazioni della forza di attrito nell'intervallo di misurazione.



Figura 4.23: Alcuni dei fotogrammi analizzati per il calcolo della velocità di estrazione istantanea.

Raccolti tutti i valori viene applicata una procedura statistica normata per eliminare eventuali outlier. Per esporla bisogna prima definire il “percentile” come una variabile aleatoria sotto la quale si verifica una certa percentuale dell’osservazione.

Nell’applicare la procedura sono stati utilizzati dei particolari percentili, denominati quartili. Essi rappresentano rispettivamente il valore sotto al quali sono contenuti il 25% (quartile25) il 50% (quartile 50) e il 75% (quartile 75) dei dati. Ultimo valore fondamentale da calcolare è l’intervallo di quartile, definito come:

$$\text{Intervallo di quartile} = \text{Quartile75} - \text{Quartile25}$$

È infine possibile calcolare l’intervallo di accettabilità del set di dati:

$$\text{Limite inferiore} = Q25 - 1.5 * \text{Int. quartile}$$

$$\text{Limite superiore} = Q75 + 1.5 * \text{Int. quartile}$$

Questa procedura viene applicata sia sui valori di picco, sia su quelli di area, questo perché, nonostante il valore dell’area non si è dimostrato un buon indice per confrontare tra loro diversi pin, come verrà spiegato nel capitolo 5, durante una stessa prova è un valore che si conserva in modo costante e grosse differenze all’interno della stessa misurazione possono indicare diverse forme della curva e sono spesso sintomo che qualche instabilità è avvenuta durante il processo.

Scartati eventuali valori di outlier si calcolano media e deviazione standard di ogni set, questi valori sono quelli che verranno presentati in tabella e utilizzati per confrontare i risultati ottenuti.

A livello grafico il confronto tra le curve viene effettuato prima sovrapponendole e poi calcolandone una curva media. Infine, affiancata alla curva media, viene riportata una seconda curva che indica la deviazione standard percentuale.

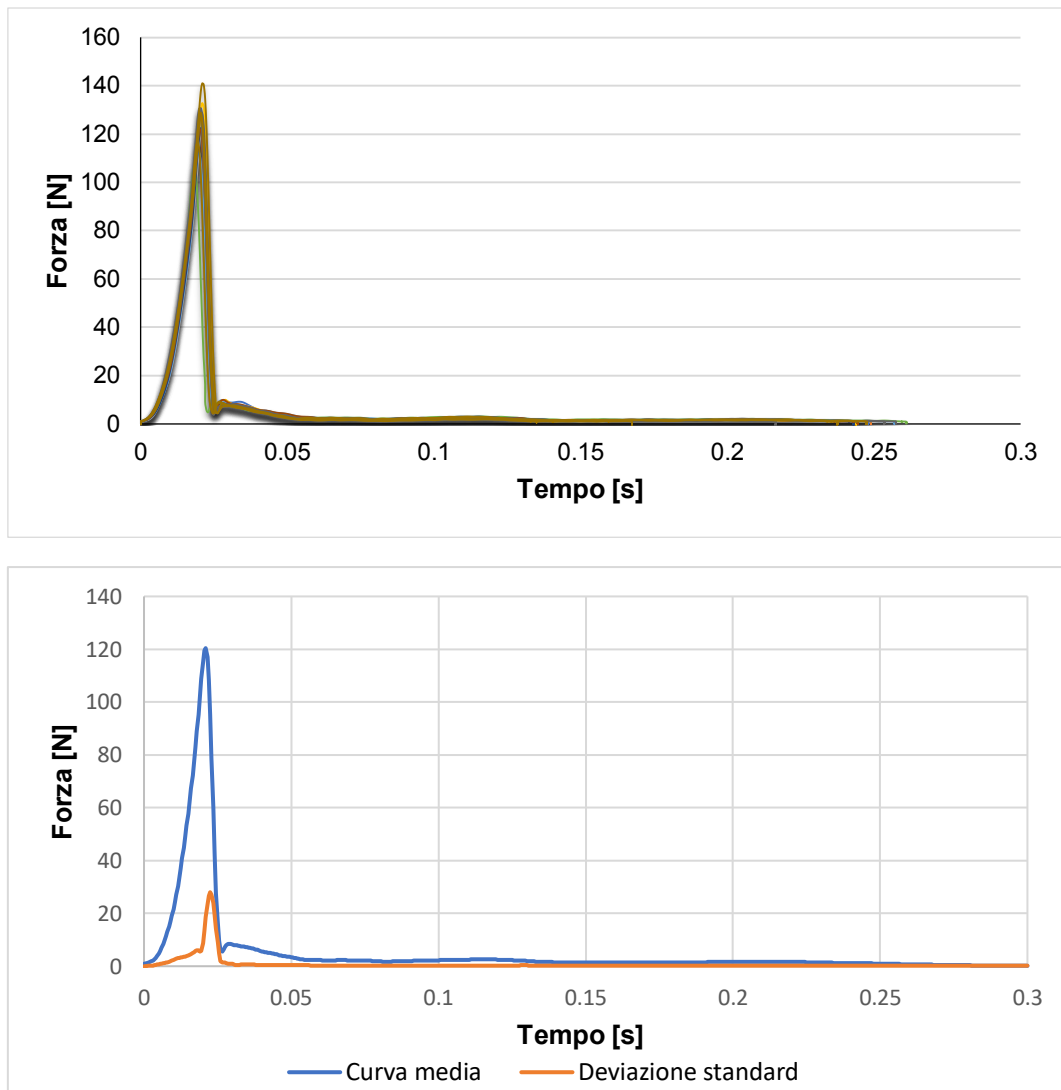


Figura 4.24: Sovrapposizione delle curve di una prova e realizzazione della curva media e della deviazione standard.

4.8 Prova di controllo

Durante lo svolgimento della campagna prove si è notata un'influenza dei parametri esterni sui valori di forza e di area. Alcuni fattori come l'umidità dell'aria o la sua temperatura possono portare a differenze nei valori registrati anche all'interno della stessa giornata.

Inoltre, in letteratura è stato registrato che le superfici trattate al laser subiscono un'evoluzione chimica nel tempo. Questo può portare a diverse conseguenze, ad esempio è stata registrata la particolare tendenza delle superfici metalliche a presentare un elevato grado di idrofilia se analizzate subito dopo il processo di lavorazione ma di diventare super idrofobiche trascorsi alcuni giorni o settimane. [38].

Questo è probabilmente dovuto al fatto che l'energia del laser innesca una reazione dell'anidride carbonica che si scompone in monossido di carbonio, carbonio non polare e anioni di ossigeno.

L'anione di ossigeno tende a reagire con il ferro presente all'interno del reticolo cristallino dell'acciaio formando ossido ferroso-ferrico altamente polare ed idrofilo (conosciuto anche come magnetite attiva $\text{Fe}^{2+}\text{Fe}^{3+}_2\text{O}_4$). Con il passare del tempo la reazione di decomposizione procede e il

carbonio non polare si accumula sulla superficie ruvida creata dal laser rendendola super idrofobica. [39].

Un'ulteriore problematica che è stata considerata riguarda la possibilità che, una volta raggiunta una nuova stabilità della superficie, l'azione di estrazione del componente possa erodere lo strato superficiale, modificando nuovamente la chimica della superficie.

Scopo di questa ulteriore prova è quindi quello di verificare che l'eventuale evoluzione chimica dell'acciaio o la variazione dei parametri ambientali non influenzino il risultato finale e di valutare quindi la bontà di questa tecnologia durante le diverse fasi del suo impiego.

Per questo motivo è stato effettuato un set di misurazioni di controllo a distanza di alcune settimane rispetto alle prove presentate nel capitolo 4.7, scegliendo una giornata in cui la temperatura dell'aria è stata minore e l'umidità sensibilmente maggiore.

Per le misurazioni si è scelto di campionare il pin lucidato, il pin non lucidato e il pin 5 seguendo le stesse modalità fino ad ora descritte.

I parametri di processo ottimali selezionati per la prima campagna prove si sono rivelati non più validi, e hanno portato ad un componente esteticamente non accettabile. Sono stati quindi modificati, in particolare la temperatura di raffreddamento è stata abbassata a 30°C e la velocità di iniezione è stata portata a 90mm/s.

Per questo motivo i risultati ottenuti non sono direttamente confrontabili con quelli registrati nelle precedenti prove ma sono ugualmente interessanti perché servono a verificare la validità dei risultati al variare delle condizioni al contorno.

5 RISULTATI DELLE MISURAZIONI E DISCUSSIONE

5.1 Parametri di processo

Nella scelta dei parametri da utilizzare per il processo produttivo sono stati identificati due fattori chiave su cui soffermarsi: la qualità del componente e la ripetibilità del processo produttivo.

Per il primo l'analisi è più qualitativa e comprende la ricerca di un range di parametri utilizzabili per ottenere un componente otticamente perfetto. Identificati questi valori viene svolta una campagna prove per identificare la combinazione di questi che porta al processo con la minore variabilità.

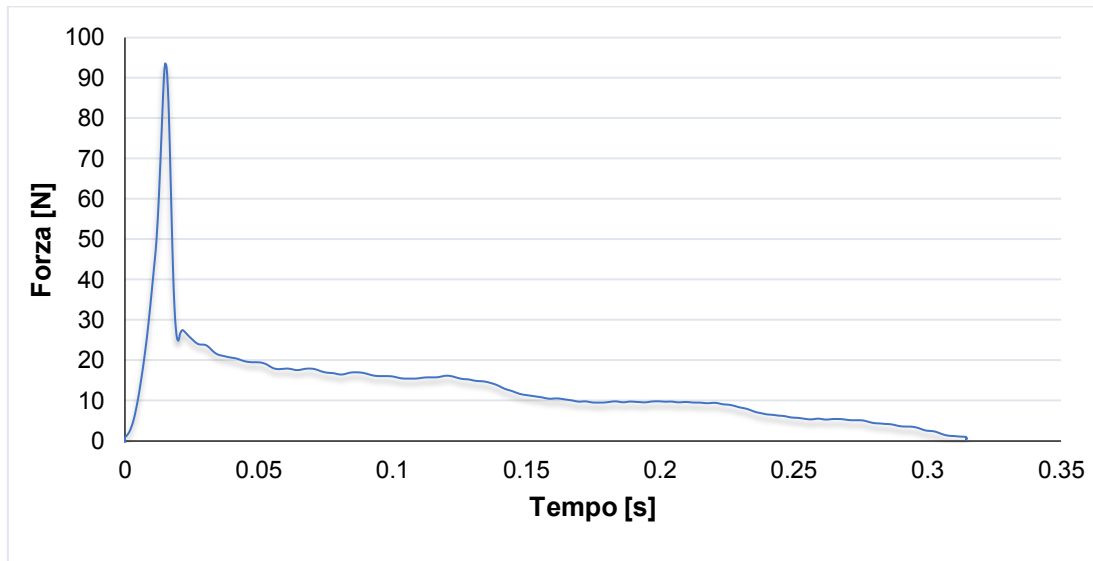


Figura 5.1: La curva di estrazione attesa ha una forma di questo tipo: un picco iniziale seguito da una zona in cui la forza di estrazione diminuisce linearmente con l'area di contatto tra polimero e stampo.

Una prima scelta si è dovuta fare sulla temperatura del refrigerante e sul tempo di raffreddamento. Una non completa solidificazione del componente, infatti, porta a curve di forza molto diverse da quelle aspettate. Il cassetto estrattori, dopo aver vinto l'inerzia del componente, oltre al lavoro necessario per compiere l'estrazione deve spendere energia anche per deformarlo, come reso evidente dalle curve sottostanti dove, dopo un picco iniziale, si forma anche un picco secondario, talvolta maggiore del picco principale stesso.

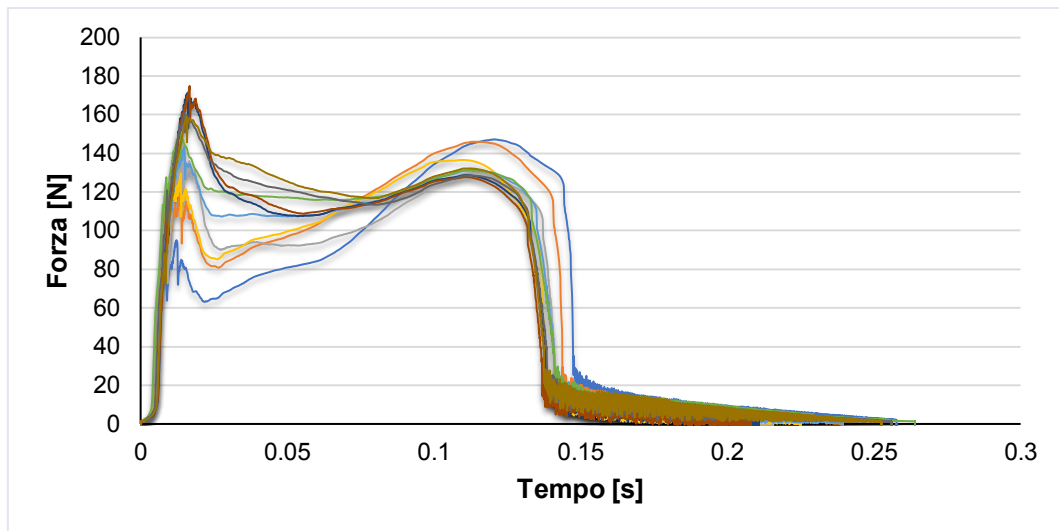


Figura 5.2: Set di curve ottenuto con un non adeguato tempo di raffreddamento.

Il processo richiederebbe di minimizzare il tempo di raffreddamento, che, come visto nel paragrafo 2.1, è la fase del processo che maggiormente influenza il tempo ciclo. Vari studi [40] hanno però dimostrato come i parametri che garantiscono il minor tempo di raffreddamento, non sempre siano quelli che assicurano la qualità del componente in quanto non è detto che possano portare ad avere una distribuzione di temperatura uniforme con conseguenti problemi di shrinkage differenziale, stress residuo e altri difetti. Per le misurazioni è stato inizialmente impostato un tempo di raffreddamento di 30 secondi con una temperatura del fluido refrigerante di 30°C. Questo però, nonostante migliorasse sensibilmente le curve di estrazione, ha portato ad un evidente difetto ottico e la zona centrale del componente è risultata opacizzata.

In letteratura viene generalmente suggerito di modificare il layout del sistema di raffreddamento [40], [41] in modo da ottimizzare sia il tempo ciclo che la qualità del componente. Questo però non è stato possibile, né è interesse di questo elaborato studiare lo stato dell'arte del parametro, si è quindi deciso di risolvere il problema portando la temperatura del refrigerante a 40° e conseguentemente aumentando il tempo di raffreddamento a 40 secondi.

Durante le prove preliminari i parametri che più si sono dimostrati impattanti sulla qualità del componente sono stati la velocità di iniezione e la pressione di impaccamento. Per questo motivo, dopo un iniziale momento in cui si sono fissati gli estremi superiori e inferiori di stampabilità, sono state provate diverse combinazioni chiave, riassunte nella seguente tabella:

	Forza estrazione [N]		Area [N*s]		P _{iniezione} [bar]	P _{mantenimento} [bar]	V _{iniezione} [mm/s]
	Media	Err%	Media	Err%			
Set 1	84.72	13.4%	2.24	9.3%	1000	800	150
Set 2	86.23	13.5%	1.94	7.6%	1000	800	120
Set 3	86.15	12.2%	1.94	6.4%	1000	800	100
Set 4	85.78	15.2%	1.95	9.1%	1000	800	80
Set 5	97.36	10.8%	2.05	7.8%	1000	800	65
Set 6	152.73	6.8%	2.35	10.1%	1100	880	150
Set 7	128.07	10.4%	2.34	7.4%	1100	880	120
Set 8	102.72	6.1%	2.09	4.0%	1100	880	100
Set 9	136.13	17.0%	2.71	13.8%	1100	880	80
Set 10	116.74	16.1%	2.45	11.3%	1100	880	65
Set 11	136.77	6.5%	1.49	11.2%	1200	960	150
Set 12	156.58	20.6%	1.91	33.3%	1200	960	120
Set 13	150.49	8.4%	2.18	15.6%	1200	960	100
Set 14	128.68	16.5%	2.04	19.5%	1200	960	80
Set 15	124.92	14.2%	2.03	12.3%	1200	960	65

Tabella 5.1: Ricerca di un set di parametri che ottimizzano la resa estetica del componente e garantiscano una buona ripetibilità del processo produttivo

La pressione di iniezione e di mantenimento sono espresse in bar e la seconda è sempre settata come l'80% della prima. La velocità di iniezione Q è espressa in mm/s.

Come riportato nel paragrafo 4.7 le forze sono misurate in Newton mentre per "Area" si indica la curva sottesa al grafico ricavato dai punti.

Il processo risulta abbastanza ripetibile e in accordo con quanto visto nel paragrafo 2.2.1 e 2.2.2 la forza di estrazione tende a salire con la pressione di impaccamento mentre la qualità del pezzo aumenta scendendo con la velocità di iniezione. Questo secondo punto però è valido solo fino alle velocità di 80-100mm/s, sotto alle quali il gate inizia a congelare prima che tutto il polimero sia stato iniettato in cavità, portando a componenti non ottimali. Per quanto riguarda lo shrinkage, invece, pressioni di iniezione e impaccamento troppo basse portano a un leggero, ma chiaramente percepibile al tatto, ritiro allo sbocco del runner.

Per questo motivo, a seguito dei risultati ottenuti, vengono scelte una pressione di iniezione di 1350 bar e conseguentemente una pressione di mantenimento di 1080 bar, la velocità di iniezione è fissata a 100mm/s.

Il tempo di impaccamento scelto è di 3 secondi, questo per tenere un margine di sicurezza rispetto alle simulazioni, che stimano il completo congelamento del gate dopo 2.32 secondi.

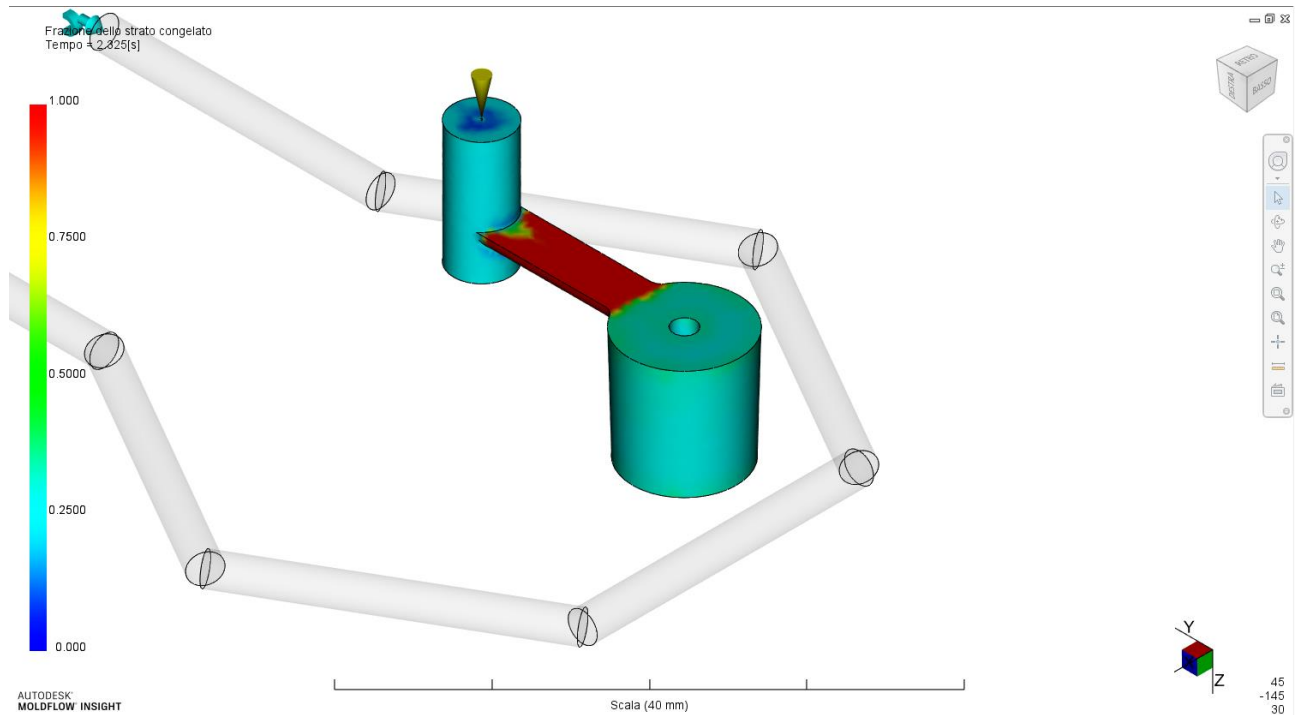


Figura 5.3: Dalla simulazione risulta che il runner congela completamente dopo 2.325 secondi.

La temperatura del fuso è stata settata a 300°, la scelta è forzata dal PET che a più alte temperature non consentirebbe un processo ripetibile. Un'ulteriore azione eseguita è stata quella di ritardare il più possibile il momento della plastificazione di una nuova carica di materiale. Si è infatti notato come il cilindro non fosse efficiente nel mantenere in temperatura il polimero che, se plastificato all'inizio della fase di raffreddamento, portava a stampate con difetti ottici evidenti.

Nonostante gli accorgimenti presi non si è riusciti ad ottenere un componente visivamente perfetto, il motivo è stato individuato nella dimensione del runner che, essendo molto sottile, aveva la tendenza a congelare velocemente. Il risultato erano alte forze di shear durante la fase di riempimento che si manifestavano con zone opacizzate del componente stampato. Ciò accade perché forti tensioni in una direzione tendono ad allineare le macromolecole del polimero e lo portano più facilmente a cristallizzare.

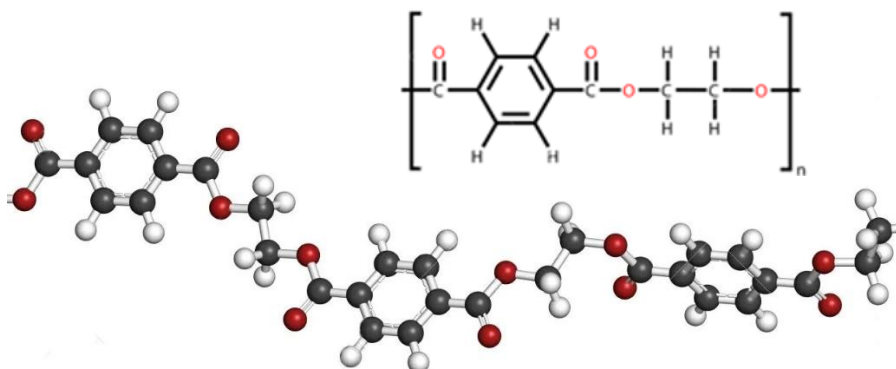


Figura 5.4: Il PET [42] è formato da catene polimeriche a base di carbonio che, se sollecitate, tendono ad allinearsi

La soluzione adottata per risolvere questo problema è stata quella di allargare il runner agendo direttamente con una lavorazione di asportazione sullo stampo, passando da una sezione semicilindrica a quella presentata in figura.

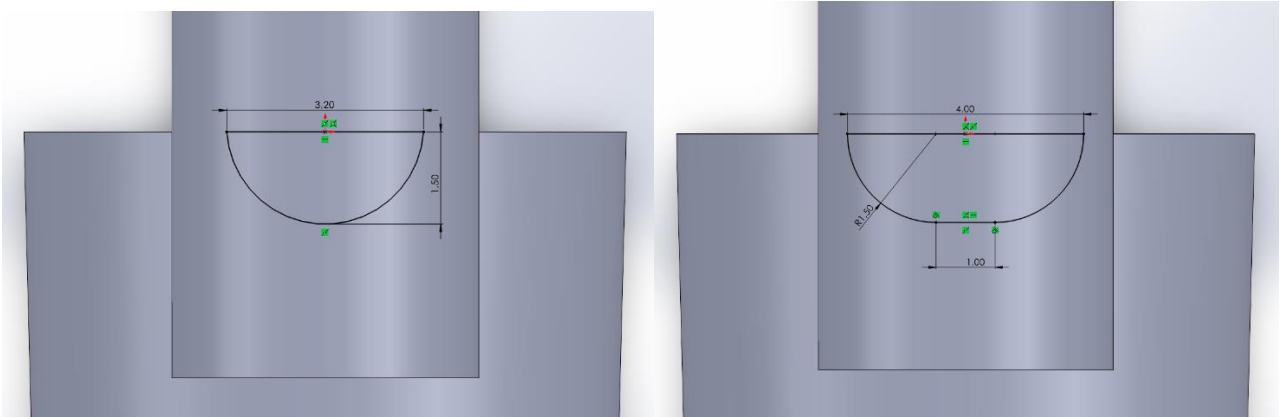


Figura 5.5: confronto tra la geometria del runner iniziale con quella attuale.

Per comparare tra loro le due geometrie è utile calcolarne l'efficienza tramite la formula:

$$\varepsilon = \frac{\left(\frac{\pi * D_h}{4}\right)}{A_{sez}}$$

Dove D_h sta per "diametro idraulico e si calcola eseguendo il rapporto tra il quadruplo dell'area della sezione e il perimetro bagnato:

$$D_h = \frac{4 * A_{sez}}{P_{bagnato}}$$

Grazie ad alcuni semplici calcoli trigonometrici è possibile definire la geometria originale come un segmento circolare avente angolo al centro di 173° di una circonferenza di raggio 1.603mm. Da questi dati si possono facilmente ricavare la lunghezza dell'arco $l = \frac{2 * \pi * r * \alpha}{360} = 4.84mm$ e l'area del segmento circolare dall'equazione: $A = \frac{\pi * r^2 * \alpha}{360} - \frac{3.2 * 0.103}{2} = 3.71mm^2$. Il primo termine di quest'ultima formula è l'area del settore circolare con angolo al centro α e il secondo è l'area del triangolo che ha come vertici il centro e le intersezioni della corda con la circonferenza.

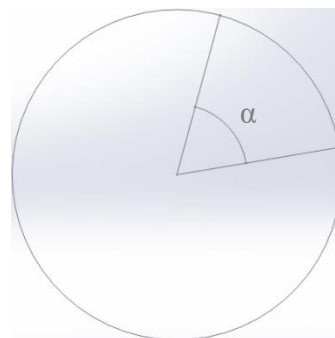
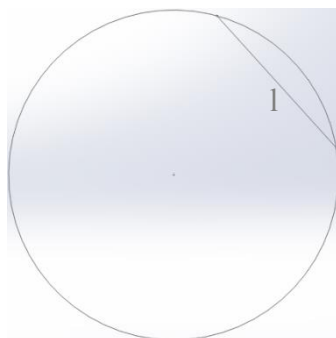


Figura 5.6: A sinistra un segmento circolare delimitato da una corda di lunghezza l , a destra un settore circolare con angolo al centro α

È quindi possibile calcolare il diametro idraulico:

$$D_{h1} = \frac{4 * 3.71}{(4.84 + 3.2)} = 1.85mm$$

E l'efficienza della sezione:

$$\varepsilon_1 = \frac{\left(\frac{\pi * 1.85^2}{4}\right)}{3.71} = 0,724 \cong 72\%$$

Analogamente, per la nuova geometria adottata si può calcolare:

$$D_{h2} = \frac{4 * \left(\left(\frac{\pi * 1.5^2}{2}\right) + 1.5 * 1\right)}{4 + 1 + \pi * 1.5} = 2.07mm$$

Per un'efficienza di:

$$\varepsilon_2 = \frac{\left(\frac{\pi * 2.07^2}{4}\right)}{5.03} = 0.669 \cong 67\%$$

La lavorazione ha portato ad un peggioramento di alcuni punti percentuali dell'efficienza del canale. Un migliore risultato si sarebbe potuto ottenere modellando un runner di forma trapezoidale con gli spigoli smussati, tesi supportata da risultati teorici e da simulazioni eseguite su Moldflow. I limiti tecnologici dei macchinari a disposizione e l'esigenza di aumentare la dimensione del runner hanno portato alla scelta forzata di questa geometria che, come verrà presentato, ha comunque ottenuto degli ottimi risultati.

5.2 LIPSS

5.2.1 Caratterizzazione al microscopio elettronico

Il trattamento al laser è riuscito a replicare le strutture periodiche sugli inserti di acciaio. Sui pin 1 e 2, realizzati con una polarizzazione circolare il pattern ottenuto è differente rispetto a quello atteso, le LIPSS sono posizionate obliquamente rispetto alla direzione di estrazione e le ripples sono presenti solamente in alcune zone della superficie.

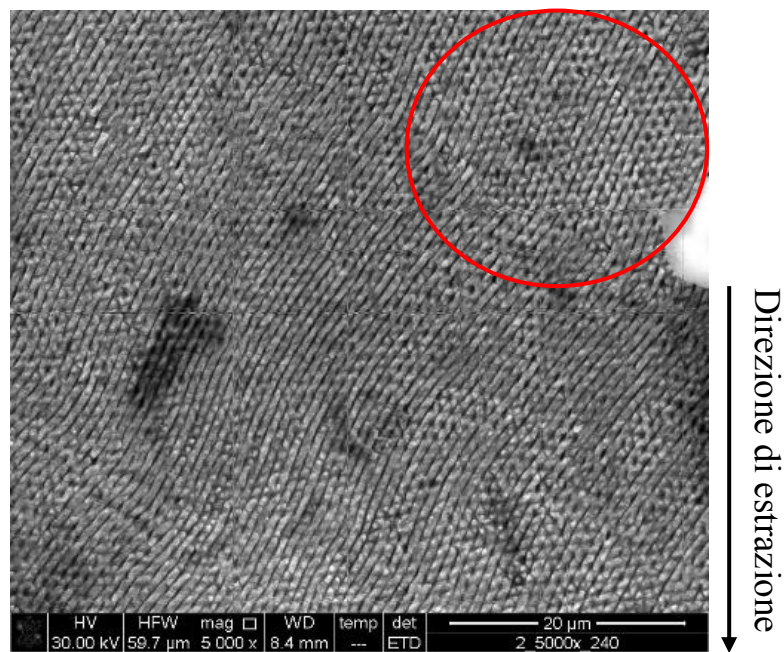


Figura 5.7: Le ripples sono localizzate solamente in alcune zone dei pin 1 e 2.

Il pin 3 è stato realizzato con LIPSS orientate con la circonferenza

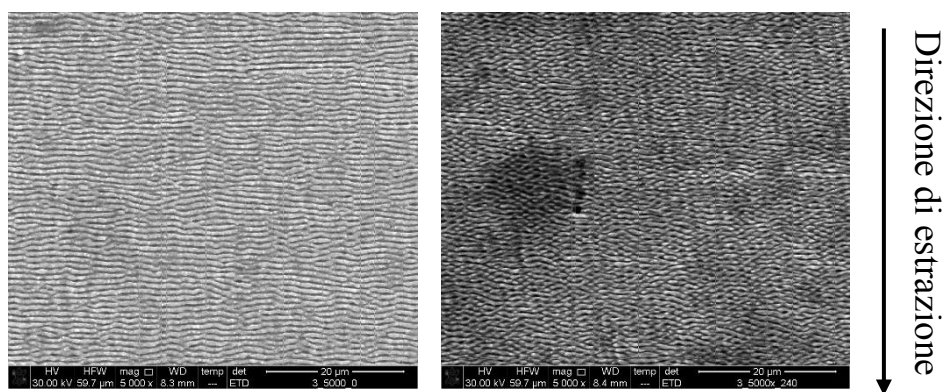


Figura 5.8: Le LIPSS sul pin 3 sono orientate lungo la circonferenza.

Sui pin 4, 5 e 6 sono state realizzate delle LIPSS orientate con la direzione di estrazione. Nonostante siano state effettuate con diversi parametri di processo il risultato finale in termini di qualità e omogeneità delle strutture periodiche è comparabile e non è possibile identificare dei parametri di lavorazione migliori di altri.

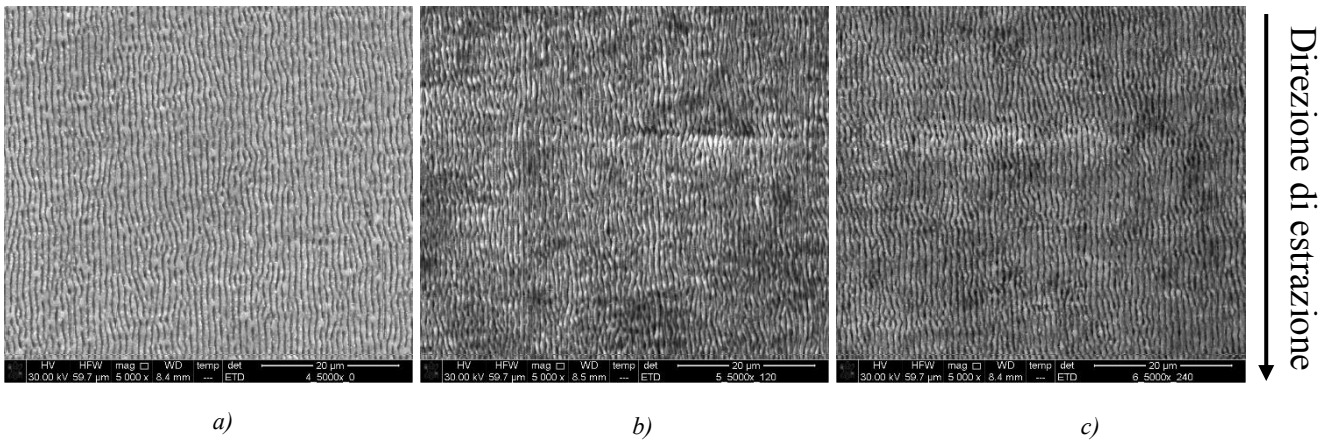


Figura 5.9: Il pin 4 (a), 5 (b) e 6 (c) hanno le LIPSS orientate lungo la circonferenza.

5.2.2 Caratterizzazione al profilometro

I pin vengono inseriti nel profilometro e si posiziona lo strumento in una zona in cui la superficie non presenta difetti evidenti. Si esegue la profilazione su una porzione di inserto più lunga di quella minima richiesta dalla normativa in modo da avere la libertà di selezionare manualmente un'area rappresentativa delle caratteristiche medie per eseguire la profilazione. Di seguito viene riportata una tabella con i valori medi registrati:

	Ra [nm]	Sa [μm]
Non lucidato	106.7	98.12
Lucidato	32.0	18.00
1	67.2	45.02
2	76.2	51.03
3	78.8	53.26
4	65.9	67.05
5	66.4	31.99
6	66.5	43.92

Tabella 5.2: Parametri Ra ed Sa relativi ai pin a cui sono state applicate le LIPSS, confrontati con un pin a cui non è stata eseguita nessuna lavorazione e un pin che è stato lucidato.

Una criticità di questa operazione nasce dal fatto che l'analisi viene svolta su porzioni relativamente piccole del pin e questo comporta che un'eventuale imperfezione locale può distorcere di molto il dato finale. Per questo motivo il parametro più interessante per confrontare tra loro le differenti rugosità dei pin è quello di Ra in quanto, all'interno della ricostruzione digitale è più semplice modellizzare una zona priva di difetti. Infatti i risultati per questo parametro coincidono con quelli aspettati: il pin lucidato è quello che presenta la superficie con rugosità minore, tutti i pin su cui sono state applicate le LIPSS dopo l'operazione di lucidatura hanno una rugosità maggiore e sono tra loro confrontabili. Il pin non lucidato è quello che presenta la peggiore finitura superficiale.

Bisogna infine evidenziare come su tutti i pin sia inciso un codice alfanumerico identificativo, in parte rimosso durante l'operazione di lucidatura ma comunque visibile al profilometro. Essendo l'incisione

molto piccola e presente in tutti i casi, può essere considerata un errore sistematico e la sua presenza non verrà discussa durante l'analisi dei risultati.

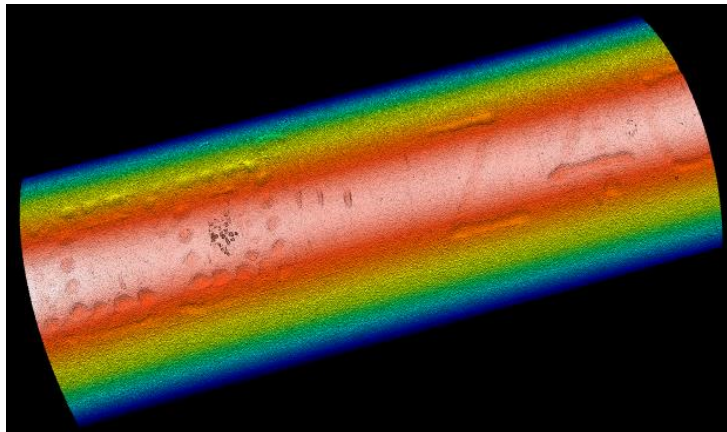
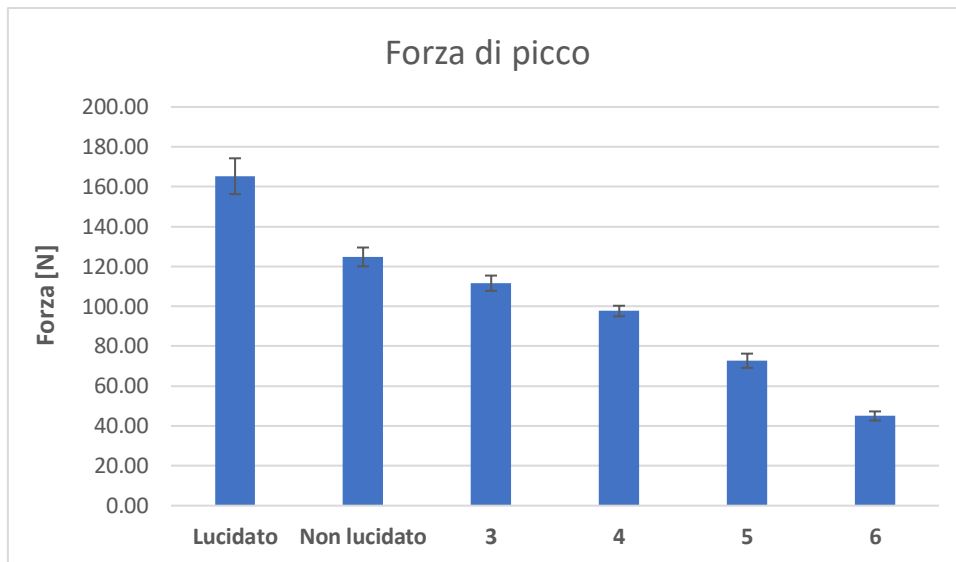


Figura 5.10: Codice alfanumerico presente su tutti i pin

5.3 Forze di estrazione

Inizia ora l'analisi delle forze di estrazione registrate variando gli inserti. Come evidenziato nel paragrafo precedente, seppur si sia riusciti ad ottenere delle strutture periodiche nei pin 1 e 2, queste non hanno una chiara orientazione e la presenza di ripples è circoscritta solo ad alcune zone. Per questo motivo, nonostante siano state eseguite le prove e raccolti i dati su tutti i pin, si è scelto di analizzare solamente quelli sui quali sono state ottenute delle LIPSS ben definite, quindi quelli dal 3 al 6.

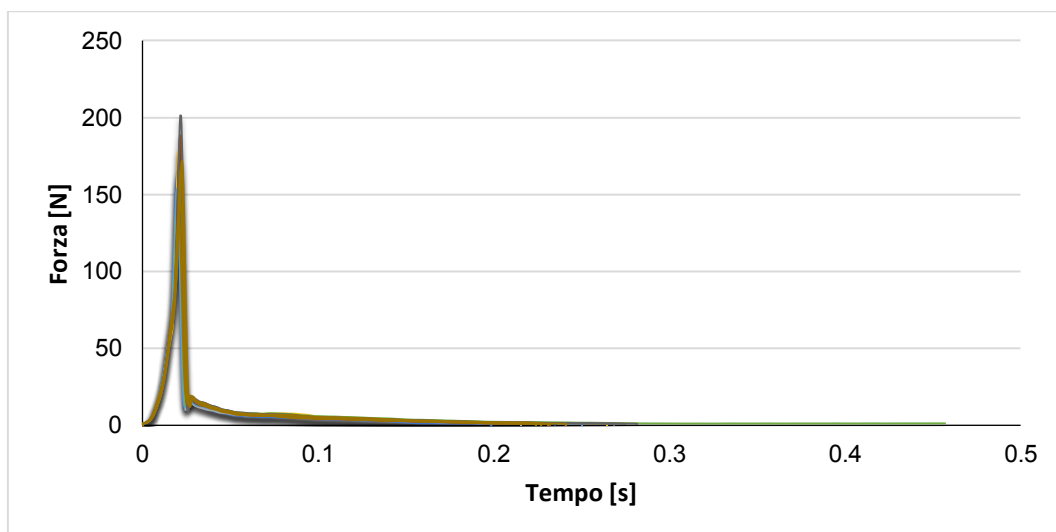
	Forza di picco [N]		Area [N*s]	
	Media	Err%	Media	Err%
Lucidato	165.26	10.9%	2.19	9.3%
Non lucidato	124.79	7.5%	6.33	2.3%
3	111.59	6.9%	1.50	8.6%
4	97.65	5.4%	4.85	5.7%
5	72.69	9.8%	1.36	7.8%
6	44.99	10.2%	1.66	12.3%
7	70.91	^{a)} 6.0%	2.31	3.7%



b)
 Tabella 5.3. Risultati sperimentali ottenuti (a) e loro trasposizione grafica (b)

5.3.1 Pin lucidato

Un primo risultato interessante da notare è che il pin lucidato sia quello per cui è necessaria la maggiore forza per estrarre il componente. Questo indica che la finitura ottenuta è già sufficiente per innescare i fenomeni adesivi presentati nell'introduzione. Da sottolineare che in ambito industriale, soprattutto relativamente ai microcomponenti, sono richieste tolleranze dimensionali molto stringenti, per questo motivo la soluzione del pin lucidato è stata individuata come principale metro di paragone per valutare la riduzione di forza.



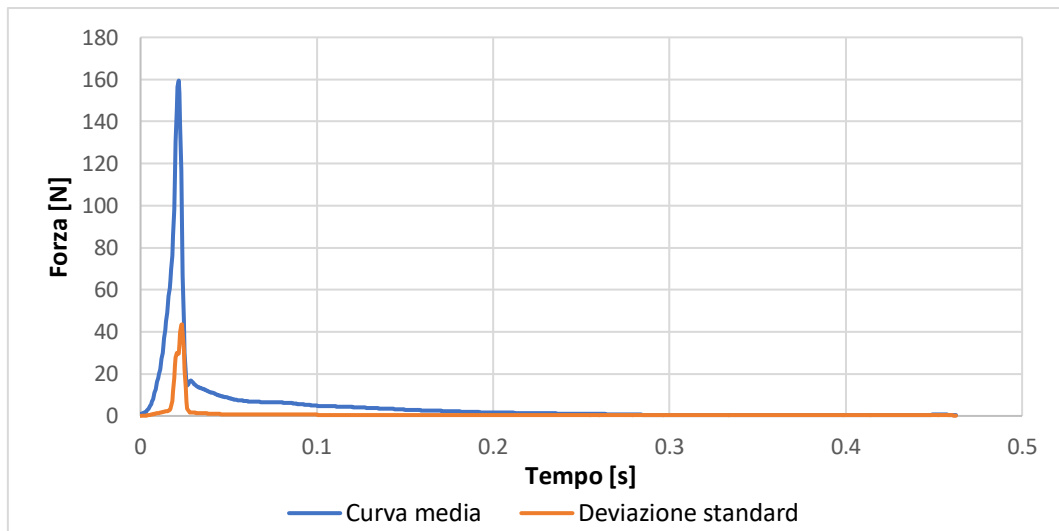


Figura 5.11: Sovrapposizione delle curve ottenute dal pin lucidato e creazione di una curva media con relativo dato di deviazione standard.

Questo pin presenta curve estremamente sovrapponibili in tutti gli istanti del processo, tranne chiaramente nella zona del picco, dove il dato di deviazione standard aumenta.

Test #	Forza [N]	Area [N*s]
Test 1	165.43	1.833
Test 2	245.76	2.377
Test 3	162.25	1.990
Test 4	177.76	2.259
Test 5	153.34	2.072
Test 6	159.32	2.540
Test 7	180.34	2.239
Test 8	188.43	2.197
Test 9	143.62	2.220
Test 10	201.24	2.453
Test 11	162.91	2.277
Test 12	166.14	2.221
Test 13	144.84	1.991
Test 14	136.13	1.975
Test 15	171.94	2.451

a)

	Forza [N]	Area [N*s]
Quartile 1	156.33	2.032
Quartile 2	165.43	2.221
Quartile 3	179.05	2.327
Quartile 4	245.76	2.540
Intervallo Q	22.72	0.295
Limite inf	122.25	1.589
Limite sup	213.13	2.769

b)

Avg. Val.	165.26	2.194
Std. Dev.	17.94	0.204
Err%	10.9%	9.3%

c)

Tabella 5.4: Risultati ottenuti per il pin lucidato (a) calcolo dell'intervallo di accettabilità (b) e valore medio di forza di estrazione registrato (c).

In tabella (a) sono riportati nel dettaglio i dati ottenuti nelle prove effettuate, eseguendo la procedura statistica (b) è possibile eliminare il *test 2* in quanto outlier. Con gli altri dati è possibile calcolare e tabulare i valori di forza media ed errore percentuale (c).

5.3.2 Pin non lucidato

Analizzando il secondo pin il risultato ottenuto è in accordo con ciò che suggerisce la letteratura e le forze di estrazione registrate sono minori del 24% rispetto al caso precedente. Si è deciso di inserire anche questo pin come confronto in quanto in ambito industriale anche una soluzione con una superficie non lucidata potrebbe essere percorribile in alcune situazioni, ad esempio su volumi che non devono essere accoppiati oppure per superfici non funzionali.

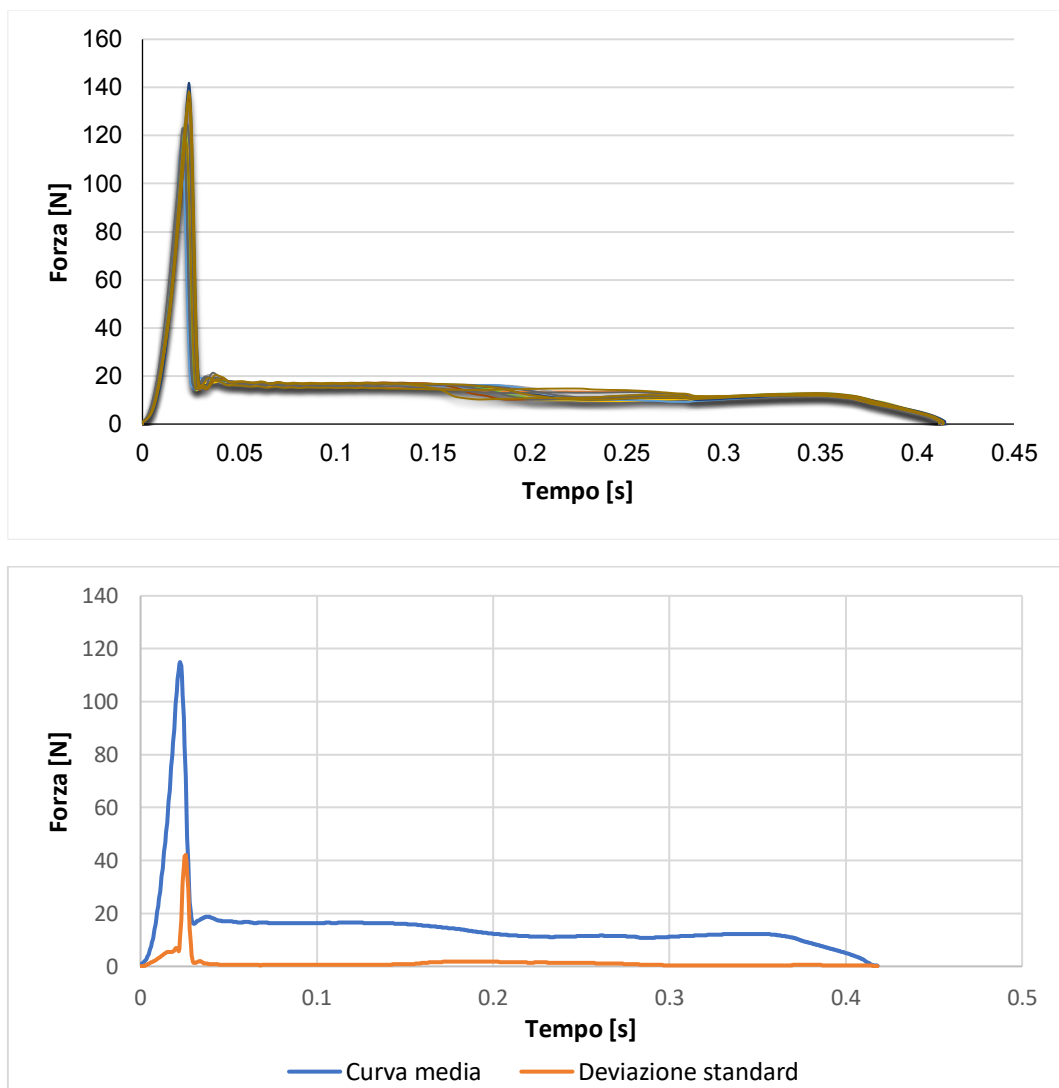


Figura 5.12: Sovrapposizione delle curve ottenute dal pin non lucidato e creazione di una curva media con relativo dato di deviazione standard.

In questo caso si può notare che la prova 13 è stata scartata in quanto il risultato rappresentava un outlier.

Test #	Forza [N]	Area [N*s]
Test 1	112.56	6.088
Test 2	120.20	6.248
Test 3	125.31	6.430
Test 4	119.08	6.184
Test 5	115.92	6.186
Test 6	124.73	6.333
Test 7	141.98	6.473
Test 8	136.11	6.412
Test 9	124.96	6.382
Test 10	113.49	6.160
Test 11	123.09	6.449
Test 12	117.50	6.265
Test 13	159.09	7.127
Test 14	133.75	6.386
Test 15	138.31	6.592

	Forza [N]	Area [N*s]
Quartile 1	118.29	6.217
Quartile 2	124.73	6.382
Quartile 3	134.93	6.439
Quartile 4	159.09	7.127
Intervallo Q	16.64	0.222
Limite inf	93.34	5.883
Limite sup	159.88	6.773

b)

Avg. Val.	124.79	6.328
Std. Dev.	9.42	0.143
Err%	7.5%	2.3%

a)

Tabella 5.5: Risultati ottenuti per il pin non lucidato (a) calcolo dell'intervallo di accettabilità (b) e valore medio di forza di estrazione registrato (c).

La forma della curva nella zona successiva al picco è particolare. È lecito aspettarsi, come trovato nelle curve relative al pin lucidato, una forza che scende con linearità verso lo zero, dovuta alla progressiva diminuzione della zona di contatto tra polimero e metallo dovuta all'avanzare dell'estrazione.

In questo caso, al contrario, la forza richiesta si mantiene circa costante fino agli ultimi istanti, al netto di una oscillazione di circa 4N nella zona centrale.

Per spiegare questo fenomeno il pin è stato osservato al microscopio elettronico ed è stato trovato un evidente difetto superficiale in corrispondenza della punta. Questo è sufficiente per l'andamento registrato in quanto, per come è posizionata, questa imperfezione resta a contatto con il componente da estrarre fino all'ultimo momento e domina la forza necessaria a vincere l'attrito dinamico.

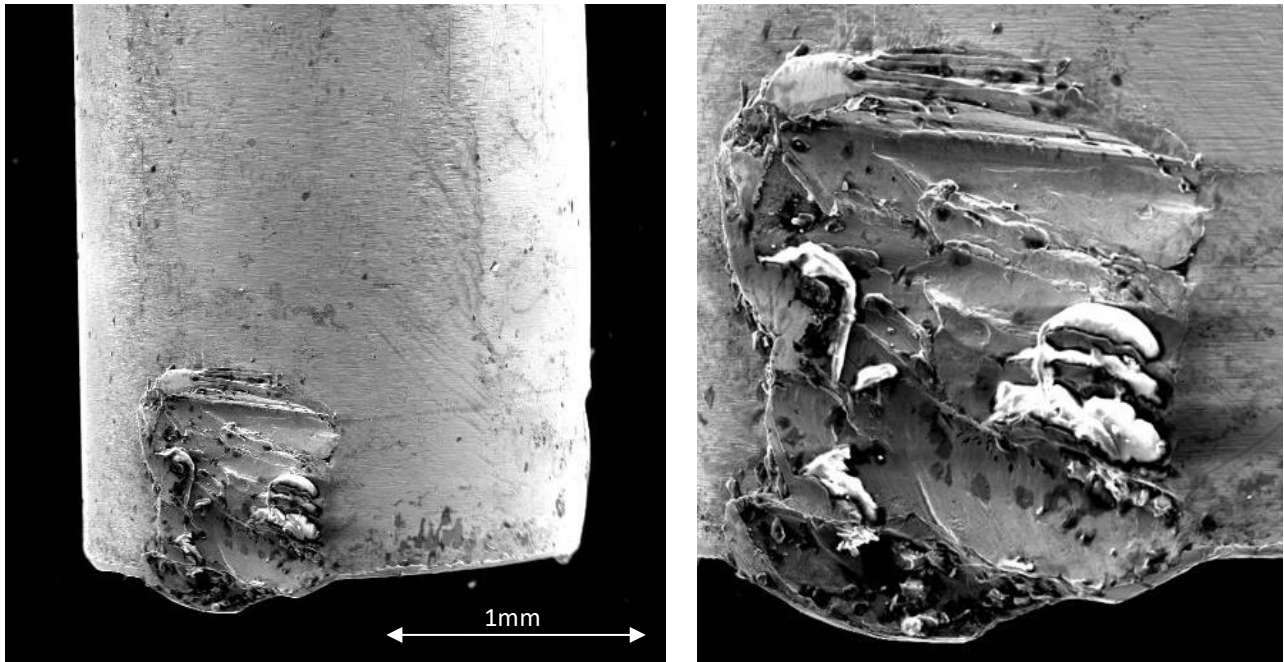
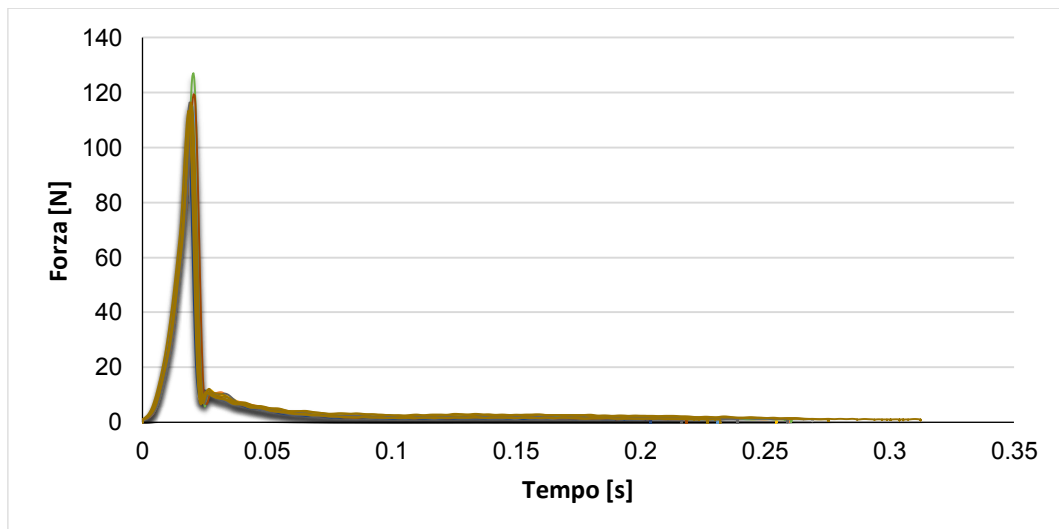


Figura 5.13 Difetto presente sulla punta del pin non lucidato.

5.3.3 Pin 3

Iniziando l'analisi dei pin con le LIPSS il primo da considerare è quello con strutture allineate lungo la circonferenza. Questa soluzione riesce a diminuire le forze di estrazione del 32% e porta un miglioramento anche rispetto al pin non lucidato pur collocandosi molto vicina ad essa. Bisogna considerare che gli inserti sono eseguiti con una strategia di fresatura, lavorazione che lascia sulla superficie alcune tracce del processo sottoforma di solchi in direzione circonferenziale. Il pin 3 e il pin non lucidato, quindi, presentano un pattern superficiale simile, nonostante varino profondità e frequenza dei solchi e questo porta ad avere risultati confrontabili tra loro.



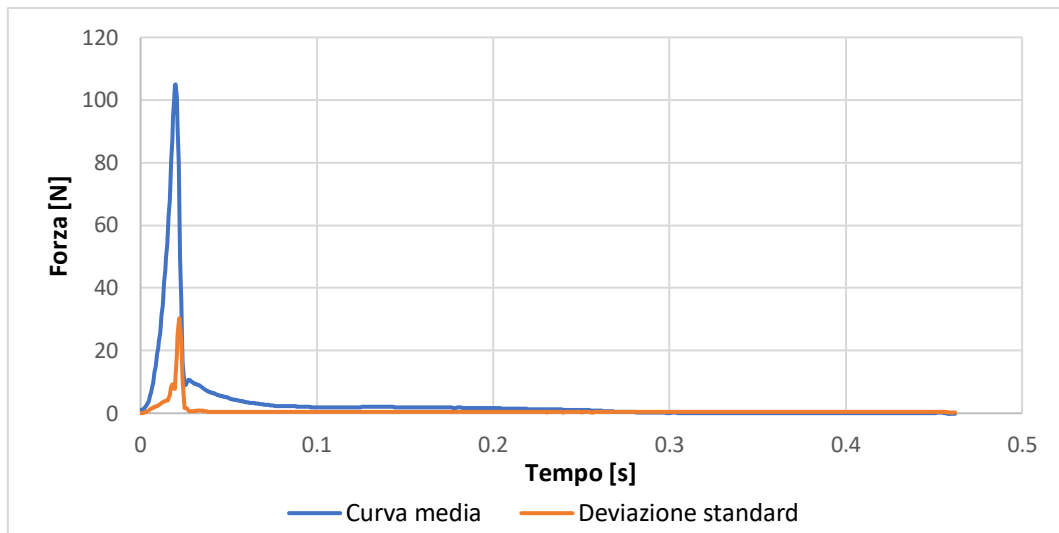


Figura 5.14: Sovrapposizione delle curve ottenute dal pin 3 e creazione di una curva media con relativo dato di deviazione standard.

In questo set di prove è stato eliminato il primo risultato in quanto il valore dell'area è esterno all'intervallo di accettabilità.

Test #	Forza [N]	Area [N*s]
Test 1	119.62	1.898
Test 2	100.29	1.464
Test 3	98.94	1.493
Test 4	110.87	1.560
Test 5	114.85	1.492
Test 6	126.97	1.645
Test 7	104.03	1.232
Test 8	119.35	1.469
Test 9	116.39	1.386
Test 10	105.54	1.513
Test 11	108.37	1.413
Test 12	115.02	1.502
Test 13	112.00	1.739
Test 14	116.33	1.416
Test 15	113.34	1.681

a)

Tabella 5.6: Risultati ottenuti per il pin 3 (a) calcolo dell'intervallo di accettabilità (b) e valore medio di forza di estrazione registrato (c).

	Forza [N]	Area [N*s]
Quartile 1	106.96	1.440
Quartile 2	113.34	1.493
Quartile 3	116.36	1.602
Quartile 4	126.97	1.898
Intervallo Q	9.40	0.162
Limite inf	92.85	1.197
Limite sup	130.46	1.846

b)

Avg. Val.	111.59	1.500
Std. Dev.	7.65	0.129
Err%	6.9%	8.6%

c)

5.3.4 Pin 4

Vengono ora analizzati i risultati ottenuti sugli inserti con LIPSS parallele all'asse del pin. Questa geometria sembra essere la più promettente ed in linea teorica è migliore rispetto alla precedente per due aspetti. Il primo è legato all'orientamento delle strutture ottenute che sono allineate alla direzione di estrazione del componente. Questa geometria consente di ridurre le possibili interferenze meccaniche rispetto al pin 3 in quanto, sebbene la plastica non riesca a replicare completamente le

features nanometriche, potrebbe comunque farlo in modo parziale creando dei micro-sottosquadri che richiederebbero forza per essere rotti o almeno deformati per essere estratti.

Il secondo invece è dato dalla fisica del riempimento dello stampo: è stata dimostrata una correlazione tra la capacità di un materiale di replicare una microfeatures e l'orientazione di questa rispetto al fronte di flusso [43]. Questa tendenza, che solitamente viene sfruttata per migliorare la replicabilità della features, viene qui sfruttata in modo contrario con l'obiettivo di minimizzare l'area di contatto. È possibile capire la direzione di riempimento del componente simulando il processo su Autodesk Moldflow®.

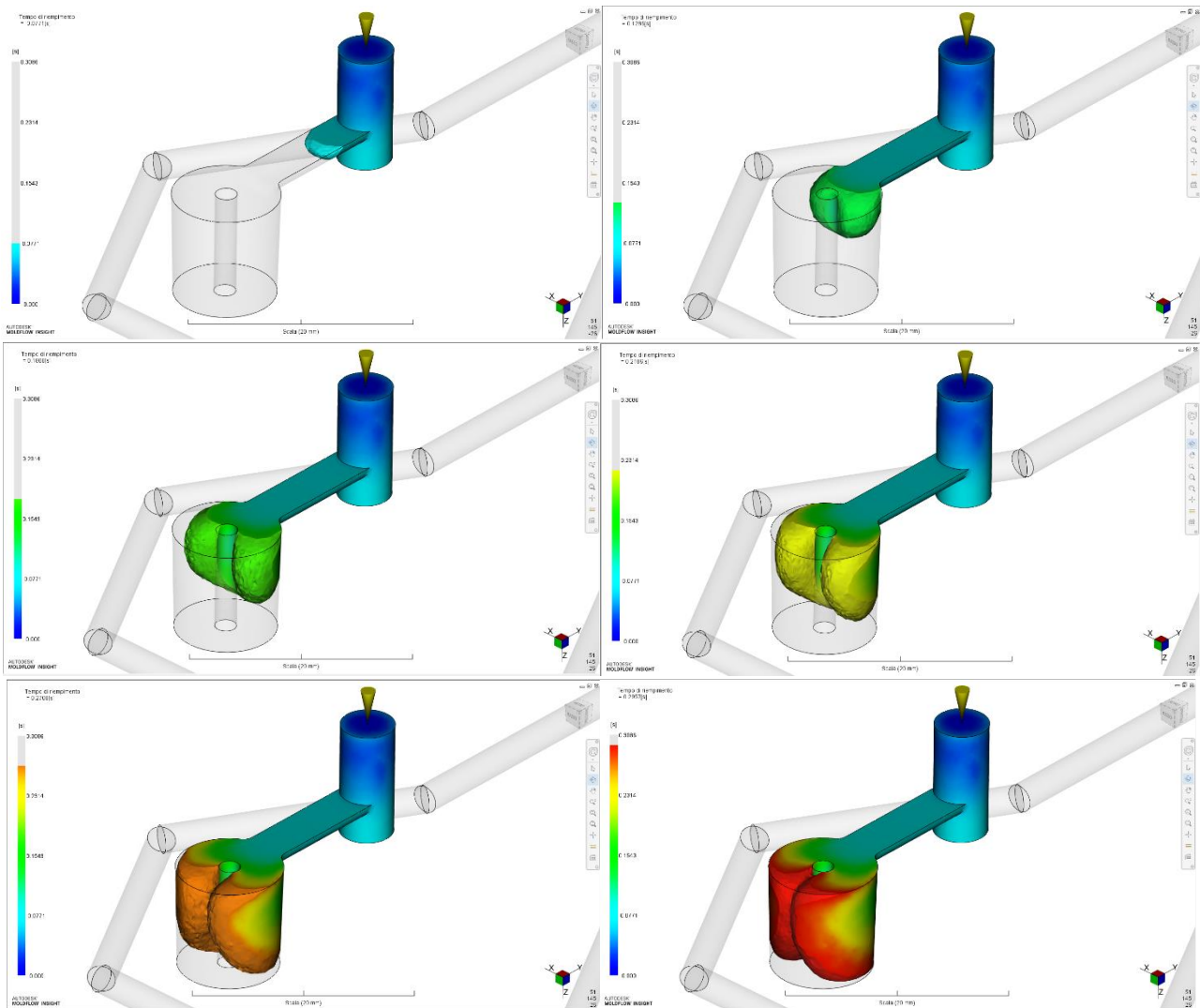


Figura 5.15: Simulazione numerica del processo di riempimento del componente.

Come si può notare dalle schermate acquisite, quando entra in cavità il fuso si espande in diverse direzioni ma globalmente la tendenza del fronte di flusso è quella di avvolgere l'inserto centrale, investendo le LIPSS in modo perpendicolare rispetto alla loro direzione.

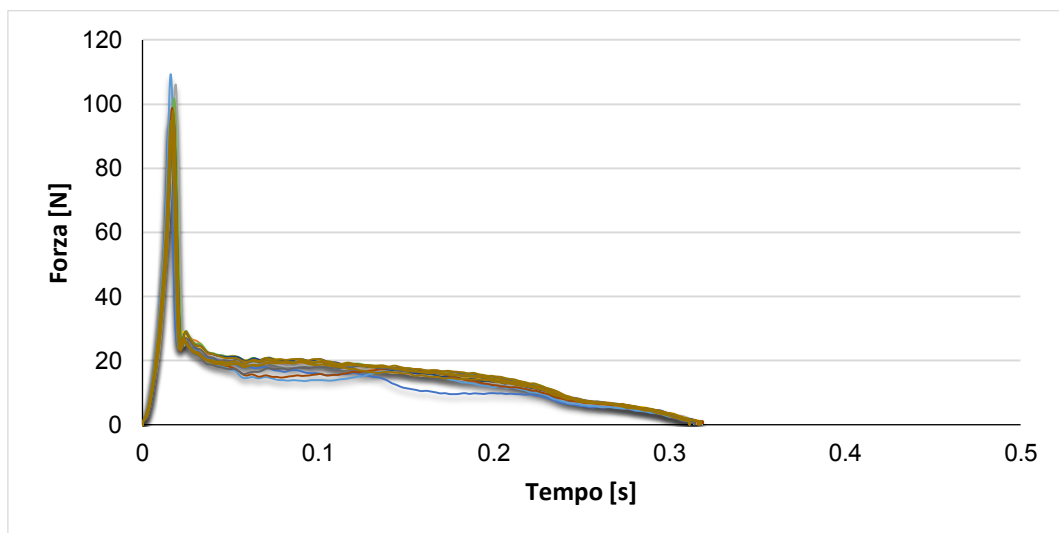
È possibile verificare l'accuratezza della simulazione eseguendo degli short shot, ossia delle stampe eseguite con gli stessi parametri di processo impostati per le altre prove ma iniettando una quantità di materiale non sufficiente a riempire l'intera cavità. Aumentando in modo progressivo il materiale è

possibile ricostruire la reale sequenza di riempimento del componente validando i risultati della simulazione numerica.



Figura 5.16: Short shot stampati per verificare la validità della simulazione numerica

Analizzando i risultati ottenuti con il pin 4 la tesi formulata viene confermata da un'effettiva diminuzione della forza registrata del 41% rispetto al pin lucidato e quasi del 22% rispetto al non lucidato.



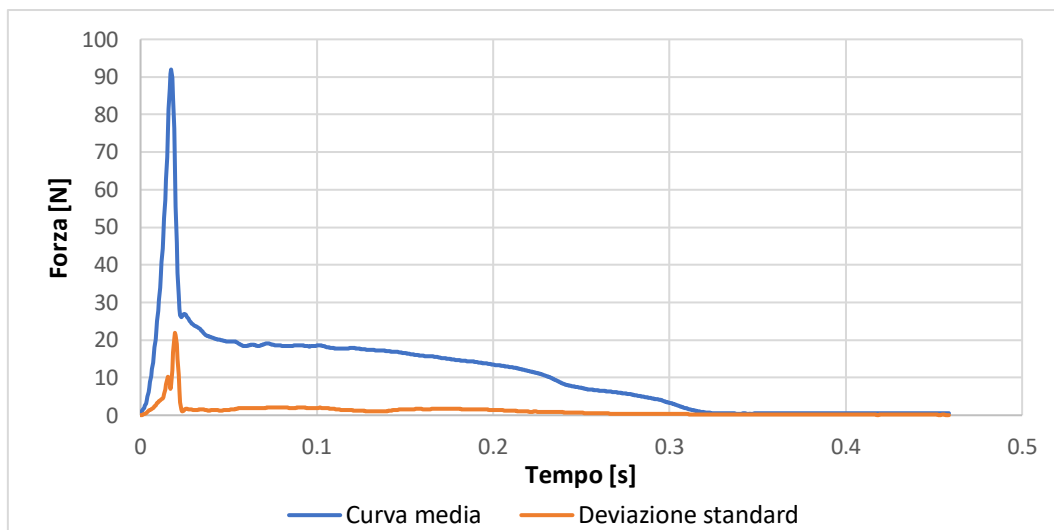


Figura 5.17: Sovrapposizione delle curve ottenute dal pin 4 e creazione di una curva media con relativo dato di deviazione standard.

Per questo pin viene eliminato solamente il *test 11* ma anche in questo caso si nota una forma della zona successiva al picco diversa da quella delle curve fin qui osservate.

Test #	Forza [N]	Area [N*s]
Test 1	93.54	4.182
Test 2	99.57	4.949
Test 3	106.04	4.874
Test 4	93.67	5.031
Test 5	109.34	4.404
Test 6	101.83	5.187
Test 7	95.07	5.013
Test 8	98.79	4.581
Test 9	90.06	4.827
Test 10	97.29	5.018
Test 11	110.72	5.261
Test 12	97.91	5.020
Test 13	96.69	4.935
Test 14	92.55	4.930
Test 15	94.74	4.981

a)

	Forza [N]	Area [N*s]
Quartile 1	94.20	4.651
Quartile 2	97.29	4.949
Quartile 3	100.70	5.019
Quartile 4	110.72	5.261
Intervallo Q	6.50	0.368
Limite inf	84.46	4.099
Limite sup	110.44	5.571

b)

Avg. Val.	97.65	4.852
Std. Dev.	5.28	0.276
Err%	5.4%	5.7%

c)

Tabella 5.7: Risultati ottenuti per il pin 4 (a) calcolo dell'intervallo di accettabilità (b) e valore medio di forza di estrazione registrato (c).

È possibile spiegare questo comportamento smontando il pin dal macchinario dopo la stampa e osservandolo al microscopio elettronico. Sulla superficie si nota della plastica adesiva residua dalla lavorazione.

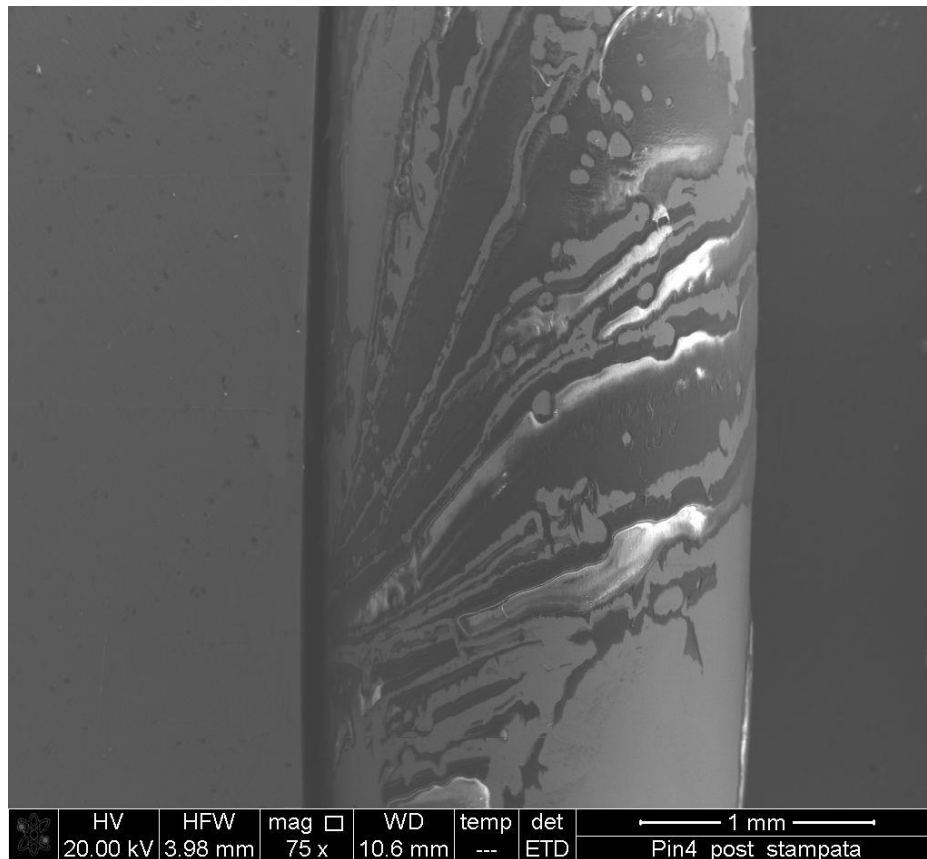
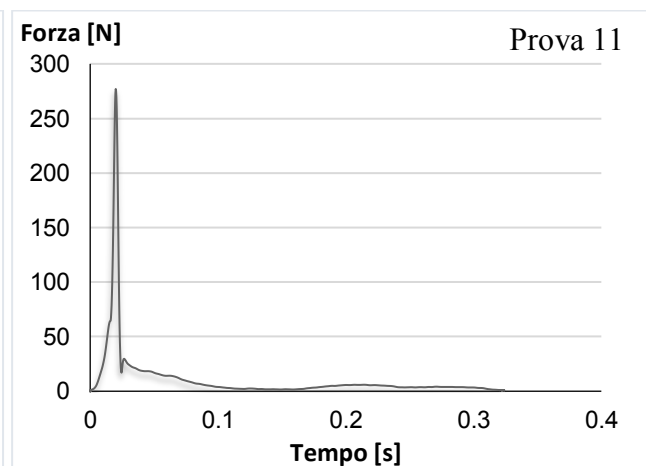
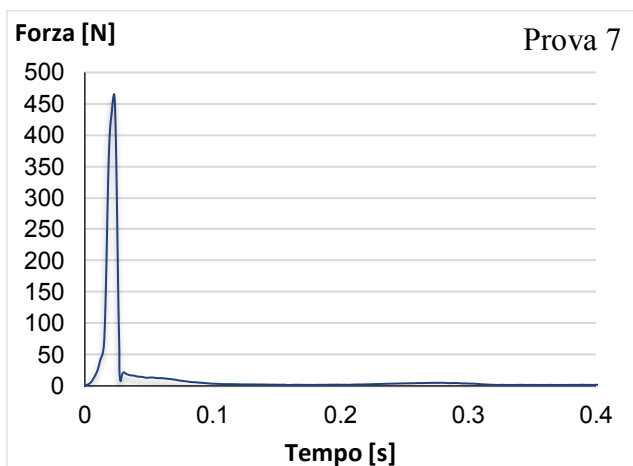


Figura 5.18: Plastica adesiva rilevata sul pin 4 dopo il processo di stampa.

Questo sottile strato di plastica è ipotizzabile si depositi durante la fase di stabilizzazione del processo descritto al capitolo 4.7 quando il pin viene per la prima volta inserito nella macchina e portato a regime. Registrando le curve ottenute dalle prime stampe del pin vergine si nota un inspessimento della coda della curva dovuto probabilmente all'accumulo di una sempre maggiore quantità di plastica sulla superficie. Di seguito vengono riportate alcune curve del processo di stabilizzazione del pin 4.



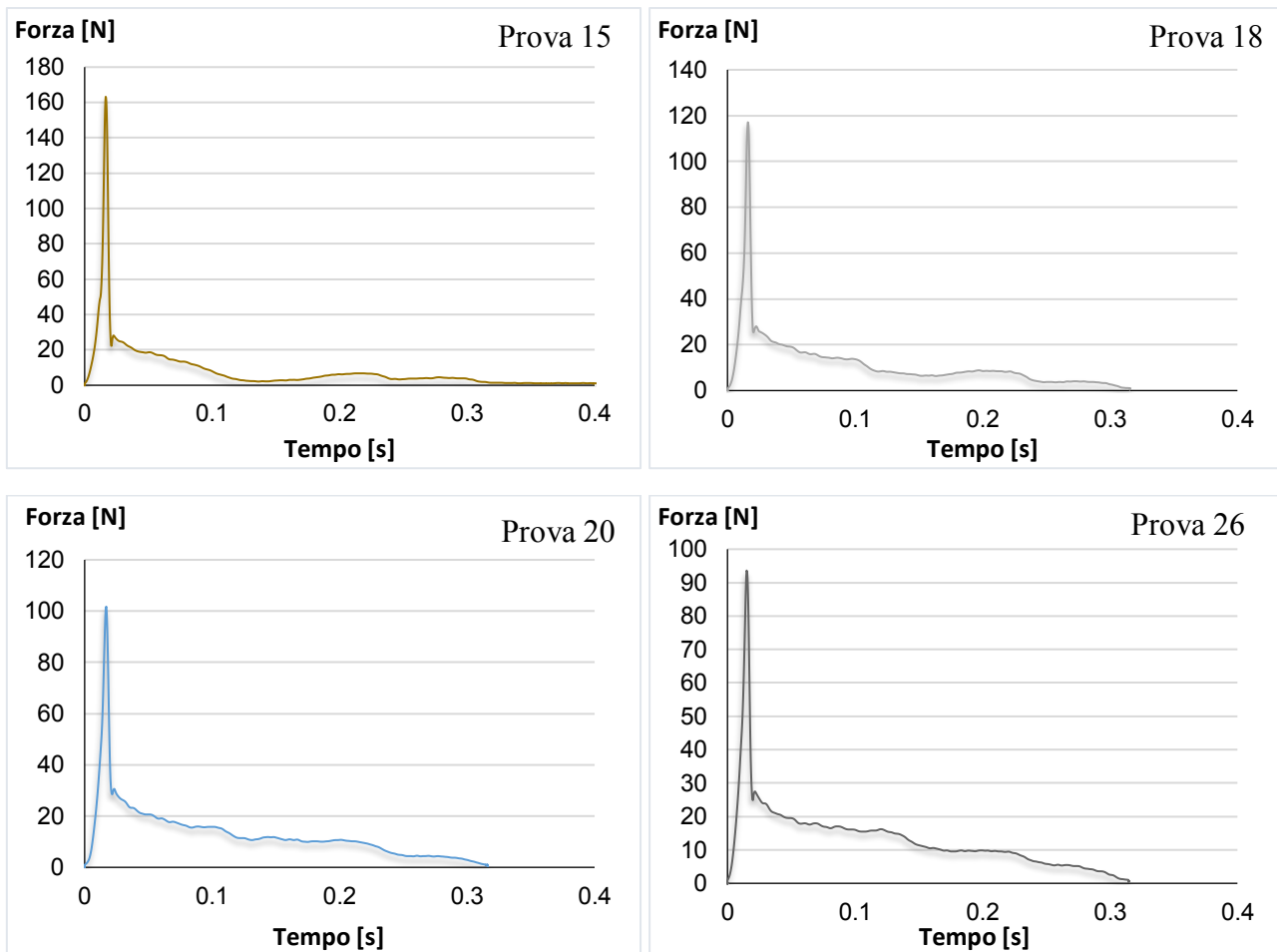


Figura 5.19: Durante il processo di stabilizzazione un sottile strato di plastica si deposita sulla superficie del pin4.

In queste prove c'è una grande variabilità sul valore massimo dei picchi perché questi non si sono ancora stabilizzati ma l'adesione della plastica non sembra avere influenza su quella zona della curva. Da notare che sono state rilevate delle piccole porzioni di plastica adesa anche sul pin lucidato e sul pin numero 3, nel pin non lucidato, invece, il fenomeno non si è presentato.

5.3.5 Pin 5

Analizzando il pin 5 si ritrova una forma della curva più standard e si registra un'ulteriore diminuzione della forza del 56% rispetto al pin lucidato e del 42% rispetto al caso non lucidato.

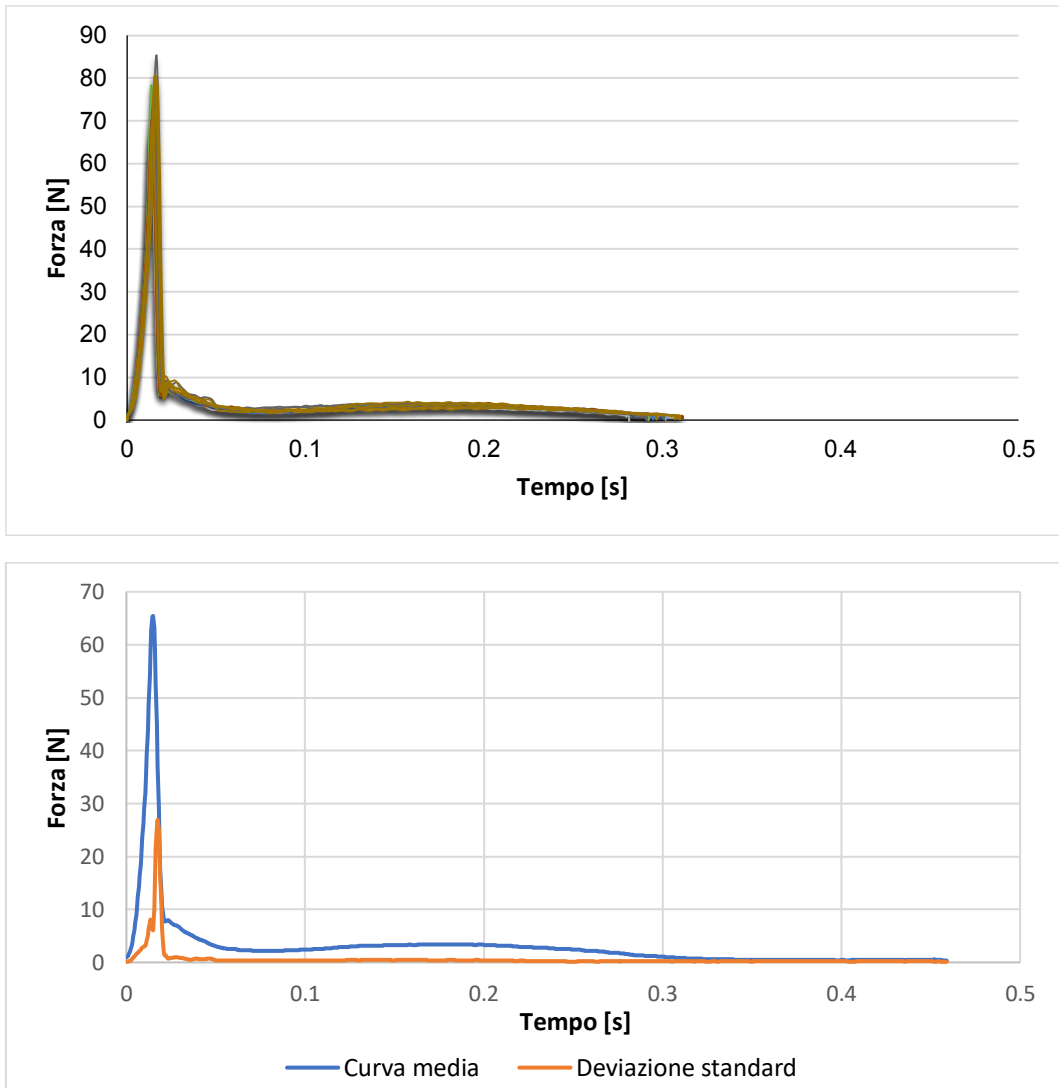


Figura 5.20: Sovrapposizione delle curve ottenute dal pin 5 e creazione di una curva media con relativo dato di deviazione standard.

Per questa serie di dati non è presente nessun outlier e tutti i dati sono risultati accettabili dopo l'analisi statistica:

Test #	Forza [N]	Area [N*s]
Test 1	67.58	1.258
Test 2	61.74	1.227
Test 3	65.40	1.188
Test 4	68.65	1.402
Test 5	65.35	1.310
Test 6	78.31	1.279
Test 7	66.19	1.264
Test 8	70.16	1.423
Test 9	85.27	1.392
Test 10	73.54	1.466
Test 11	77.47	1.547
Test 12	79.57	1.419
Test 13	80.63	1.353
Test 14	69.78	1.458
Test 15	80.67	1.483

	Forza [N]	Area [N*s]
Quartile 1	66.88	1.271
Quartile 2	70.16	1.392
Quartile 3	78.94	1.441
Quartile 4	85.27	1.547
Intervallo Q	12.05	0.169
Limite inf	48.80	1.017
Limite sup	97.02	1.695

b)

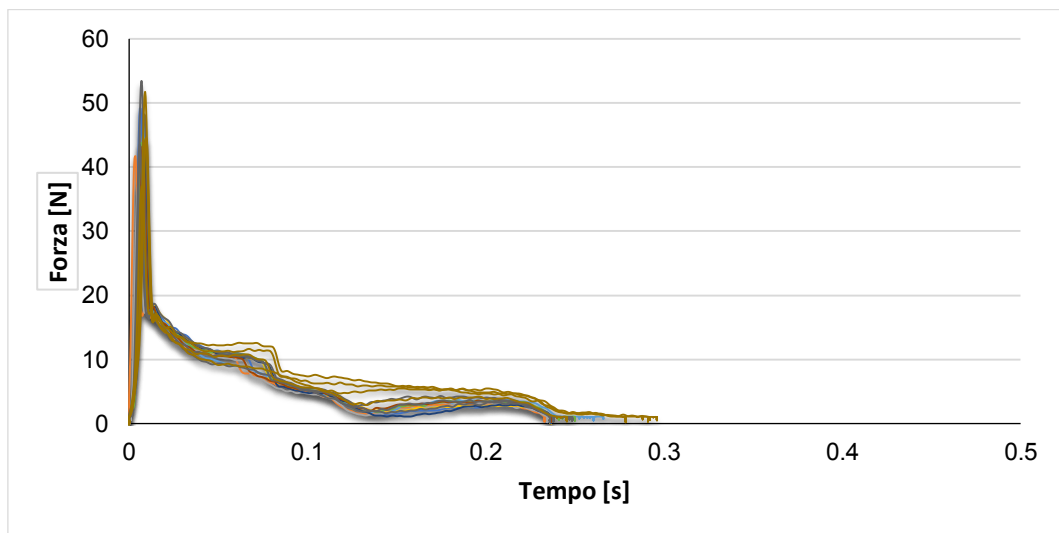
Avg. Val.	72.69	1.365
Std. Dev.	7.14	0.106
Err%	9.8%	7.8%

c)

Tabella 5.8: Risultati ottenuti per il pin 5 (a) calcolo dell'intervallo di accettabilità (b) e valore medio di forza di estrazione registrato (c).

5.3.6 Pin 6

Il pin che ha portato ai migliori risultati è il numero 6 con il quale si è riusciti ad ottenere una riduzione del 64% rispetto al pin non lucidato e quasi del 73% rispetto al caso lucidato.



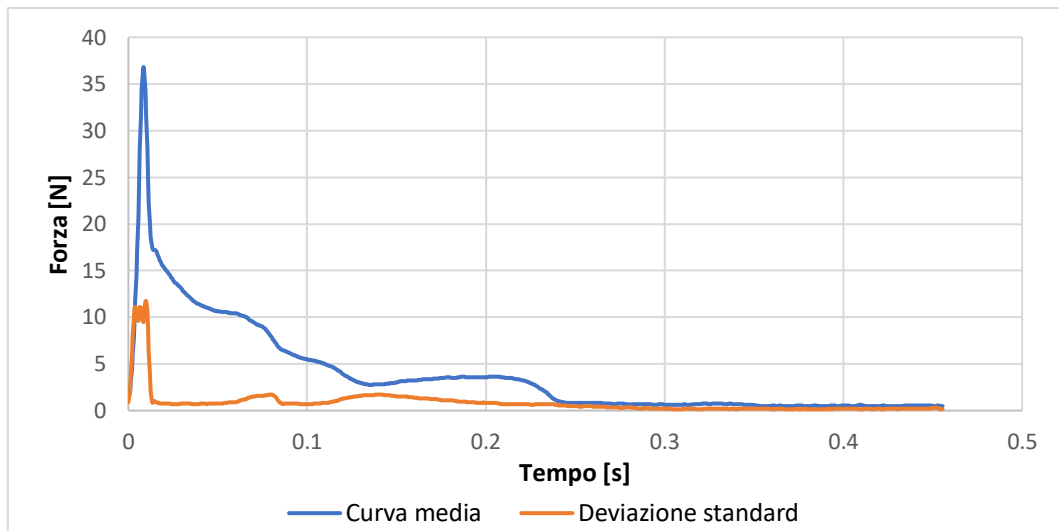


Figura 5.21: Sovrapposizione delle curve ottenute dal pin 6 e creazione di una curva media con relativo dato di deviazione standard.

È doveroso notare come questo set di curve, seppur abbia dato il miglior risultato, sia anche il più instabile e con la zona finale della curva meno ripetibile in assoluto rispetto alle altre prove fin qui effettuate. Questo, come accaduto per il pin 4, è dovuto alla presenza di blocchi spessi di plastica che restano aggrappati alla superficie del pin dopo il processo di stampaggio

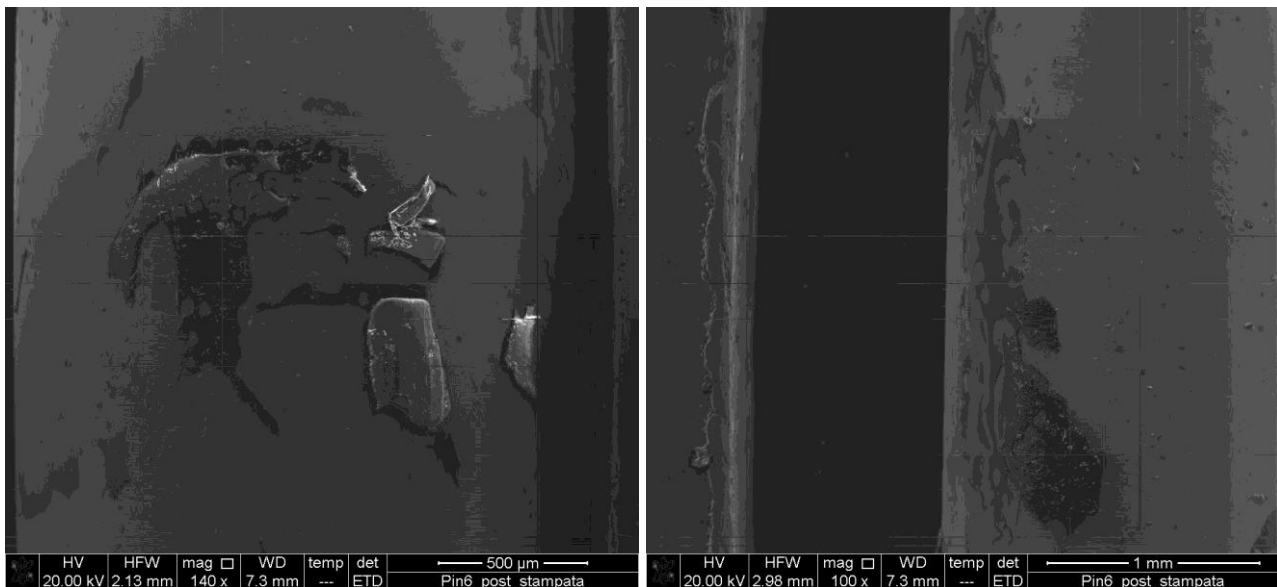


Figura 5.22: Alcune delle chiazze di plastica adesiva rilevata sul pin 4 dopo il processo di stampata

Da questo set di dati alcuni dovrebbero essere eliminati in quanto dei valori di aera sono esterni all'intervallo di accettabilità ma, visto che la forma delle curve è chiaramente dominata dall'adesione della plastica, in questo caso si decide applicare la procedura statistica solamente ai dati relativi alle forze di picco non scartando nessuna prova. A riprova dell'influenza minima dei valori non considerati sul dato di forza di picco, la loro eliminazione porterebbe una differenza rispetto al dato riportato inferiore a 0,5N.

Test #	Forza [N]	Area [N*s]
Test 1	49.14	1.553
Test 2	41.69	1.479
Test 3	37.18	1.422
Test 4	46.40	1.573
Test 5	46.59	1.602
Test 6	43.76	1.612
Test 7	44.02	1.498
Test 8	43.23	1.553
Test 9	53.43	1.623
Test 10	43.50	1.572
Test 11	48.20	1.633
Test 12	37.01	1.658
Test 13	44.53	2.039
Test 14	51.73	1.903
Test 15	44.50	2.124

	Forza [N]	Area [N*s]
Quartile 1	43.21	1.553
Quartile 2	44.50	1.602
Quartile 3	47.39	1.645
Quartile 4	53.43	2.124
Intervallo Q	4.18	0.093
Limite inf	36.94	1.414
Limite sup	53.67	1.784

b)

Avg. Val.	44.99	1.656
Std. Dev.	4.57	0.203
Err%	10.2%	12.3%

c)

Tabella 5.8: Risultati ottenuti per il pin 5 (a) calcolo dell'intervallo di accettabilità (b) e valore medio di forza di estrazione registrato (c).

5.4 Prova di controllo

Per la prova di controllo si è scelto di analizzare il pin lucidato, il pin non lucidato e il pin 5. In particolare, ci si è concentrati su quest'ultimo perché tra quelli con le LIPSS prodotte con direzione parallela rispetto alla direzione, dopo al pin 6 che però ha presentato una forma della curva di estrazione meno ripetibile, è quello che ha registrato i risultati migliori.

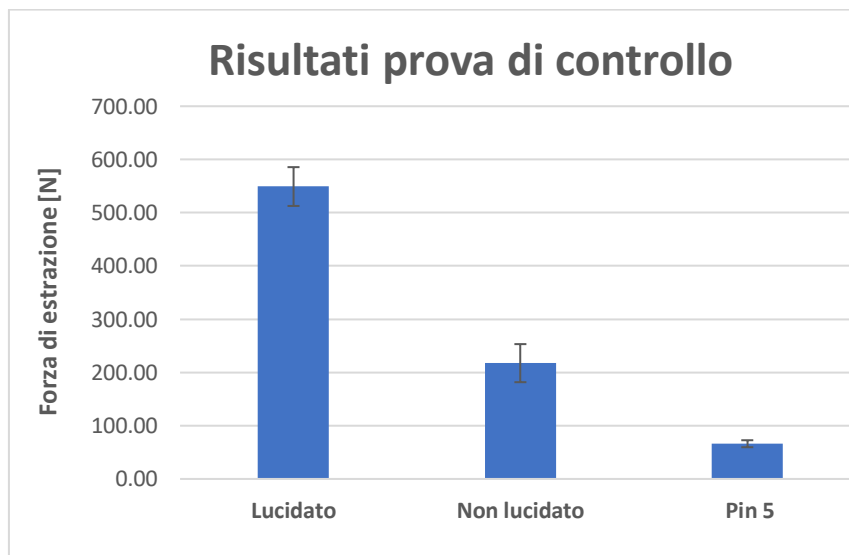


Tabella: 5.9: Risultati sperimentali tabulati della prova di controllo.

Le prove sono state eseguite in una giornata molto fredda ed umida, condizioni che hanno influito negativamente sul processo di stampaggio rendendolo le prove più instabili rispetto a quelle riportate nel paragrafo precedente, condotte in giornate più secche.

Pin lucidato		Pin non lucidato		Pin 5	
Test #	Forza [N]	Test #	Forza [N]	Test #	Forza [N]
Test 1	521.91	Test 1	315.29	Test 1	53.83
Test 2	497.49	Test 2	225.80	Test 2	72.35
Test 3	448.34	Test 3	148.41	Test 3	65.67
Test 4	672.67	Test 4	225.90	Test 4	58.42
Test 5	537.41	Test 5	212.93	Test 5	39.31
Test 6	572.95	Test 6	261.13	Test 6	78.84
Test 7	478.08	Test 7	156.55	Test 7	76.01
Test 8	474.74	Test 8	129.22	Test 8	70.15
Test 9	572.21	Test 9	285.84	Test 9	137.95
Test 10	653.64	Test 10	287.63	Test 10	71.06
Test 11	473.19	Test 11	132.19	Test 11	61.43
Test 12	535.00	Test 12	156.28	Test 12	118.29
Test 13	603.98	Test 13	285.72	Test 13	52.22
Test 14	530.40	Test 14	315.29	Test 14	70.27
Test 15	665.21	Test 15	123.75	Test 15	90.03
Limite inf	336.77	Limite inf	-47.80	Limite inf	33.68
Limite sup	739.49	Limite sup	485.93	Limite sup	103.67
Avg. Val.	549.15	Avg. Val.	217.46	Avg. Val.	66.12
Std. Dev.	72.88	Std. Dev.	71.48	Std. Dev.	13.14
Err%	13.3%	Err%	32.9%	Err%	19.9%

Tabella 5.10: Risultati ottenuti dalla prova di controllo per il pin lucidato (a), non lucidato (b) e pin 5 (c).

La prima considerazione da fare è che i valori di picco sono di molto variati: il pin lucidato ha restituito forze tre volte maggiori rispetto al primo set di prove, il pin non lucidato ha registrato valori quasi doppi mentre per il pin 3 i risultati sono confrontabili. Bisogna però ricordare che oltre alle condizioni ambientali sono cambiati anche alcuni parametri di processo, per questo motivo i risultati non sono direttamente confrontabili. È però interessante notare come anche in condizioni peggiori il pin lucidato sia sempre quello che richiede una maggiore forza di estrazione mentre la soluzione con le LIPSS si rivela migliorativa sia rispetto all'inserto lucidato che a quello non lucidato. Le curve registrate, al netto del valore massimo, hanno forme confrontabili con quelle fin qui ottenute pur presentando una maggior variabilità concentrata in particolare nella zona del picco. Ad esempio, in figura 5.23 vengono riportati i punti interpolati del pin 5, si può notare come l'andamento sia molto simile a quello atteso, nonostante ci siano alcuni picchi in leggero anticipo o ritardo rispetto alla media.

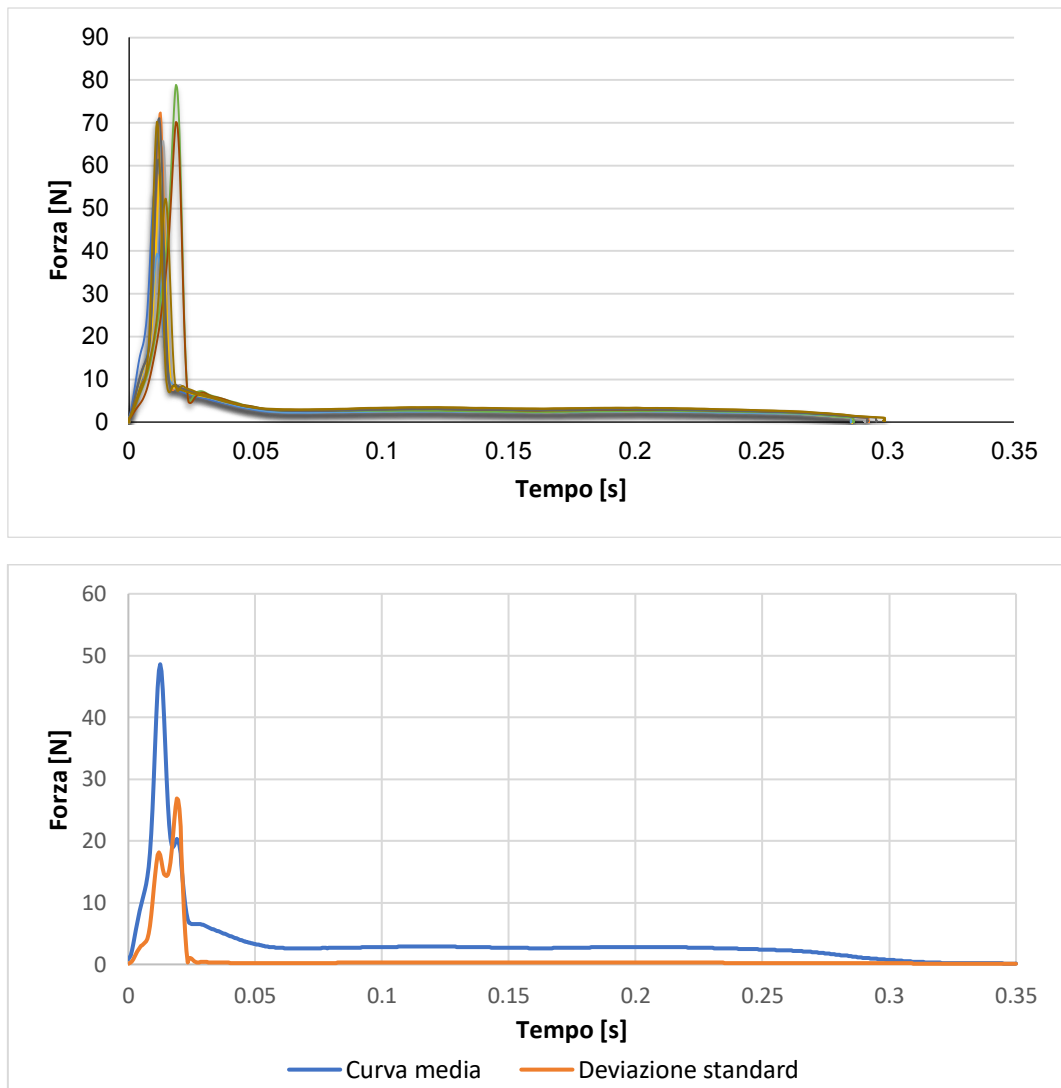


Figura 5.23: Sovrapposizione delle curve ottenute dal pin 5 durante la prova di controllo e creazione di una curva media con relativo dato di deviazione standard.

La variabilità delle curve è maggiore, questo porta ad avere intervalli di accettabilità molto ampi per la procedura statistica. Per questo motivo tra tutti i pin gli unici valori scartati sono stati quelli di *prova 9* e *prova 12* relative al pin 5.

L'ordine di acquisizione dei dati è stato il seguente: prove con pin lucidato, prove con pin 5 e prove con pin non lucidato. È significativo che l'errore percentuale calcolato tenda a crescere tra le prove, a conferma del fatto che il materiale in tramoggia ha risentito fortemente del grado di umidità dell'aria.

5.5 Analisi superficie interna

Un'ultima analisi fondamentale per valutare l'applicabilità della tecnologia in ambito industriale riguarda lo stato della superficie a contatto con l'inserito centrale. La valutazione viene effettuata in modo qualitativo confrontando un provino ottenuto da una lavorazione con pin lucidato con uno ottenuto da un pin con LIPSS parallele all'asse. I campioni, dopo essere stati preparati come descritto nel paragrafo 4.6.2, vengono inseriti all'interno del SEM.

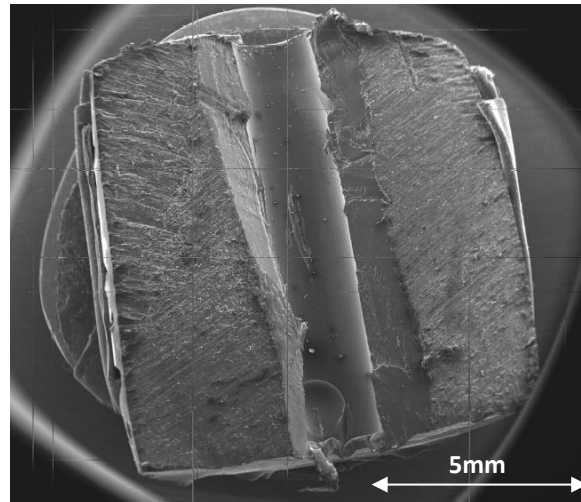


Figura 5.24: Vista completa al SEM di un campione sezionato.

Dalle immagini ottenute si nota che il pin lucidato presenta una superficie abbastanza regolare, al centro della quale è visibile un sottile strato di plastica con un pattern che sembra essere allineato alla direzione di estrazione. Questo effetto potrebbe nascere dalle alte forze di adesione che si sviluppano durante la fase di compattamento e che porterebbero l'anima interna a subire una piccola deformazione durante l'espulsione del componente

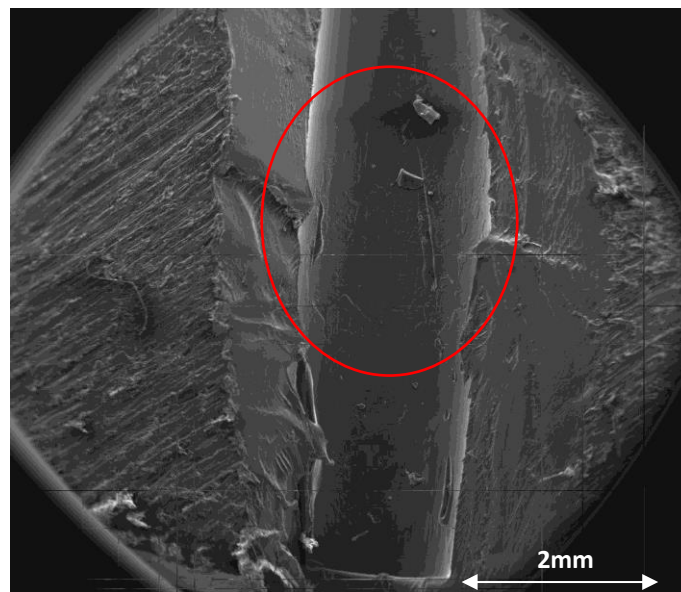


Figura 5.25: vista di un campione ricavato da un componente stampato con pin lucidato.

Il provino formato con le LIPSS, invece, non presenta alcun pattern superficiale. Le LIPSS non solo non vengono replicate dalla plastica ma la riduzione dell'area di contatto e l'abbassamento delle forze portano ad una superficie più liscia. Sono però state rilevate alcune microparticelle di plastica residua. La loro presenza può essere correlata al fenomeno di adesione della plastica che nel caso di superfici trattate al laser è più rilevante.

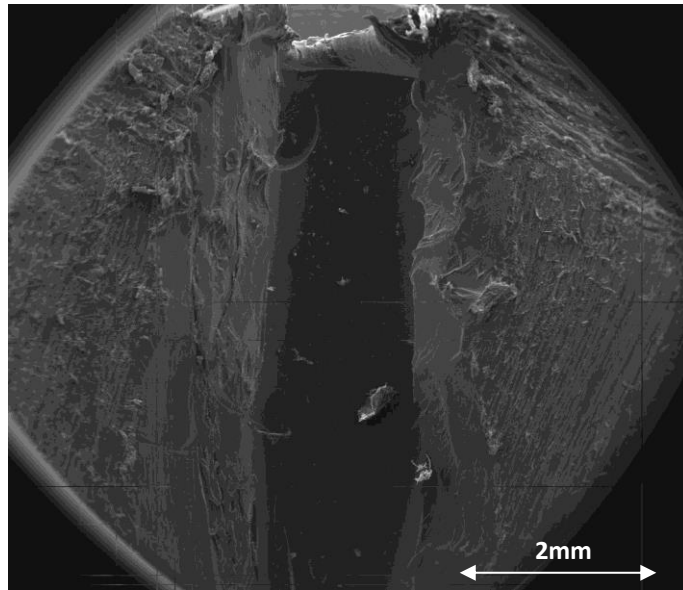


Figura 5.26: vista di un campione ricavato da un componente stampato con LIPSS parallele all'asse.

Non sono state notate particolari differenze sullo stato della superficie interna tra i provini sezionati a diverse angolazioni.

CONCLUSIONI

L'impiego di *Laser Induced Periodic Surface Structures* in cavità con l'obiettivo di minimizzare le forze di estrazione per il micro-stampaggio a iniezione ha avuto dei riscontri positivi.

Lo scopo di questo studio è stato quello di utilizzare le LIPSS per diminuire l'effettiva area di contatto tra polimero e stampo, sfruttando la scarsa capacità della plastica di riprodurre le nanostrutture, riducendo così il valore di forza di picco registrato durante la fase di eiezione.

Lo studio si è in un primo momento occupato di realizzare e caratterizzare le strutture seguendo tre diverse strategie di lavorazione: strutture disposte in direzione circonferenziale, strutture parallele all'asse del pin e *ripples*.

Successivamente sono stati individuati dei parametri che hanno garantito la realizzazione di componenti esteticamente ottimi tramite un processo ripetibile.

Le prime due orientazioni presentate si sono dimostrate migliorative rispetto ai casi di confronto costituiti da un pin lucidato e da uno non lucidato. I migliori risultati sono stati ottenuti dai pin 4, 5 e 6 con strutture orientate lungo l'asse con i quali si è riusciti ad ottenere riduzioni della forza di picco fino al 73%. Questo risultato è frutto di due fenomeni simultanei dovuti alla disposizione delle LIPSS: il primo è una riduzione delle interferenze meccaniche rispetto ai casi precedentemente testati e il secondo è un'ulteriore riduzione dell'effettiva area di contatto tra polimero e stampo dovuta alla perpendicolarità tra il verso di avanzamento del fronte di flusso e le LIPSS.

Una prova di controllo progettata ed eseguita sotto diverse condizioni sperimentali ha rafforzato i dati raccolti durante la prima campagna prove confermando l'influenza positiva di questa tecnologia sul processo produttivo anche in condizioni di lavorazione non ottimali.

Infine, un ultimo studio ha dimostrato che le superfici a diretto contatto con l'anima centrale non hanno risentito della presenza delle nanofeatures e hanno presentato una resa esteticamente accettabile.

Il costo ridotto della lavorazione al laser e la sua rapidità, uniti ai risultati raccolti in questo elaborato e supportati dai precedenti studi sull'impiego di LIPSS in cavità per l'ottimizzazione del micro-stampaggio ad iniezione, rendono questa tecnologia estremamente interessante in ambito industriale e la indicano come candidato ideale come lavorazione di supporto della produzione di componenti microfluidici ad alta precisione.

BIBLIOGRAFIA

- [1] S. H. Tang, Y. M. Kong, S. Sapuan e M, «Design and thermal Analysis of plastic injection mould,» *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 171, pp. 259-267, 2006.
- [2] V. Piotter, J. Prokop, H. J. Ritzhaupt-Kleissl, A. Ruh e J. Hausselet, «Multi-component microinjection moulding-trends and developments,» *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 47, pp. 63-71, 2010.
- [3] S. Marson, U. M. Attia, G. Lucchetta, A. Wilson, J. R. Alcock e D. M. Allen, «Flatness optimization of micro-injection moulded parts: the case of a PMMA microfluidic component,» *Journal of Micromechanics and Microengineering*, n. 21, 2011.
- [4] B. Araújo e A. S. Pouzada, «Design of ejection systems for in-,» *O Molde*, vol. 54, pp. 36-41, 2002.
- [5] B. J. Briscoe, Friction of Organic Polymers. Fundamentals of Friction: Macroscopic and Microscopic Processes, Dordrecht, The Netherlands: Kluwer Academic Publishers, 1992, pp. 167-182.
- [6] D. E. Kim e N. P. Suh, «On microscopic mechanisms of friction and wear,» *Wear*, vol. 149, pp. 199-208, 1991.
- [7] T. Sasaki, N. Koga, K. Shirai, Y. Kobayashi e Toyoshima, «An experimental study on ejection forces of injection molding,» *Precision Engineering*, vol. 24, p. 270–273, 2000.
- [8] D. Masato, M. Sorgato e G. Lucchetta, «Effect of ultrasound vibration on the ejection friction in microinjection molding,» *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 96, n. 1, pp. 345-358, 2018.
- [9] M. Sorgato, D. Masato e G. Lucchetta, «Tribological effects of mold surface coatings during ejection in micro injection molding,» *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 36, pp. 51-59, 2018.
- [10] M. Sorgato, D. Masato e G. Lucchetta, «Effects of machined cavity texture on ejection force in micro injection molding,» *Precision Engineering*, vol. 50, pp. 440-448, 2017.
- [11] D. Masato, M. Sorgato, P. Parenti, M. Annoni e G. Lucchetta, «Impact of deep cores surface topography generated by micro milling on the demolding force in micro injection molding,» *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 246, pp. 211-223, 2017.
- [12] P. Parenti, D. Masato, M. Sorgato, G. Lucchetta e M. Annoni, «Surface footprint in molds micromilling and effect on part demoldability in micro injection molding,» *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 29, pp. 160-174, 2017.

- [13] B. Zappone, K. J. Rosenberg e J. Israelachvili, «Role of nanometer roughness on the adhesion and friction of a rough polymer surface and a molecularly smooth mica surface,» *Tribology Letters*, vol. 26, pp. 191-201, 2007.
- [14] M. Sorgato, D. Masato, G. Lucchetta e L. Orazi, «Effect of different laser-induced periodic surface structures on polymer slip in PET injection moulding,» *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 2018.
- [15] M. Sorgato, Slide del corso "Laboratory of advanced product and process engineering", 2020-2021.
- [16] R. Surace, G. Trotta, V. Bellantone e I. Fassi, «The Micro Injection Moulding Process for Polymeric Components Manufacturing,» *New Technologies-trends, innovation and research*, 2012.
- [17] A. Usama, M. Attia e R. Jeffrey, «An evaluation of process-parameter and part-geometry effects on the quality of filling in micro-injection moulding,» *Journal Microsystem Technologies*, vol. 15, n. 12, pp. 1861-1872, 2009.
- [18] U. M. Attia e J. R. Alcock, «Optimising process conditions for multiple quality criteria in micro-injection moulding,» *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 50, p. 533–542, 2010.
- [19] K. Delaney, G. Bissacco e D. Kennedy, «A structured review and classification of demolding issues and proven solutions,» *International Polymer Processing*, vol. 27, pp. 77-90, 2012.
- [20] Kistler, «Process Monitoring,» www.kistler.com.
- [21] A. Pouzada, E. C. Ferreira e A. Pontes, «Friction properties of moulding thermoplastics,» *Polymer Test*, vol. 25, n. 8, pp. 1017-1023, 2006.
- [22] D. Masato, M. Sorgato e G. Lucchetta, «Analysis of the influence of part thickness on the replication of micro-structured surfaces by injection molding,» *Materials & Design*, vol. 95, pp. 219-224, 2016.
- [23] C. Florian, S. V. Kirner, J. Krüger e J. Bonse, «Surface functionalization by laser-induced periodic surface structures,» *Journal of Laser Applications*, vol. 32, 2020.
- [24] J. Bonse, S. V. Kirner, S. Höhm, N. Epperlein, D. Spaltmann, A. Rosenfeld e J. Krüger, «Applications of laser-induced periodic surface structures,» *Society of Photo-Optical Instrumentation Engineers (SPIE) Conference Series*, vol. 10092, p. 100920N, 2017.
- [25] C. Guo e A. Y. Vorobyev, «Colorizing metals with femtosecond laser pulses,» *Applied Physics Letters*, vol. 92, 2008.
- [26] B. Dusser, Z. Sagan, H. Soder, N. Faure, J. P. Colombier, M. Jourlin e E. Audouard, «Controlled nanostructures formation by ultra fast laser pulses for color marking,» *Optics Express*, vol. 18, pp. 2913-2924, 2010.

- [27] T. Knüttel, S. Bergfeld e S. Haas, «Laser Texturing of Surfaces in Thin-Film Silicon Photovoltaics - A Comparison of Potential Processes,» *Journal of Laser Micro/Nanoengineering*, vol. 8, n. 3, pp. 222-229, 2013.
- [28] F. A. Müller, C. Kunz e S. Gräf, «Bio-Inspired Functional Surfaces Based on Laser-Induced Periodic Surface Structures,» *Materials*, 2016.
- [29] A. M. Kietzig, S. G. Hatzikiriakos e P. Englezos, «Patterned Superhydrophobic Metallic Surfaces,» *Langmuir*, vol. 25, n. 8, p. 4821–4827, 2009.
- [30] A. Y. Vorobyev e C. Guo, «Direct femtosecond laser surface nano/microstructuring and its applications,» *Laser & Photonics Review*, vol. 7, pp. 385-407, 2013.
- [31] E. Rebollar, I. Frischauf, M. Olbrich, T. Peterbauer, S. Hering, J. Preiner, P. Hinterdorfer, C. Romanin e J. Heitz, «Proliferation of aligned mammalian cells on laser-nanostructured polystyrene,» *Biomaterials*, vol. 29, pp. 1796-1806, 2008.
- [32] N. Epperlein, F. Menzel, K. Schwibbert, R. Koter, J. Bonse, J. Sameith, J. Krüger e J. Toepel, «Influence of femtosecond laser produced nanostructures on biofilm growth on steel,» *Applied Surface Science*, vol. 418, pp. 420-424, 2017.
- [33] [Online]. Available: <https://www.wittmann-group.com/it/micropower-15-t>.
- [34] [Online]. Available: <https://www.hasco.com/it/hasco>.
- [35] [Online]. Available: <https://www.kistler.com/en/product/type-9223a/>.
- [36] D. Masato, M. Sorgato, A. Batal, S. Dimov e G. Lucchetta, «Thin-Wall Injection Molding of Polypropylene Using Molds with Different Laser-Induced Periodic Surface Structures,» *Polymer Engineering & Science*, vol. 59, pp. 1889-1896, 2019.
- [37] [Online]. Available: <https://engineering.unl.edu/downloads/files/UserManual-Quanta200SEM-sm.pdf>.
- [38] H. Exir e A. Wech, «Mechanism of superhydrophilic to superhydrophobic transition of femtosecond laser-induced periodic surface structures on titanium,» *Surface & Coatings Technology*, vol. 378, 2019.
- [39] A. M. Kietzig, S. G. Hatzikiriakos e P. Englezos, «Patterned Superhydrophobic Metallic Surfaces,» *Langmuir*, vol. 25, n. 8, pp. 4821-4827, 2009.
- [40] H. Hassan, N. Regnier, C. Lebot, C. Pujos e G. Defaye, «Effect of cooling system on the polymer temperature and solidification during injection molding,» *Applied Thermal Engineering*, vol. 29, n. 8-9, pp. 1786-1791, 2009.
- [41] F. H. Hsu, K. Wang, C. T. Huang e R. Y. Chang, «Investigation on conformal cooling system design in injection molding,» *Advances in Production Engineering & Management*, vol. 8, n. 2, pp. 107-115, 2013.
- [42] [Online]. Available: <https://www.jbc-tech.com/>.

[43] G. Lucchetta, M. Sorgato, S. Carmignato e E. Savio, «Investigating the Technological Limits of Micro-injection Molding in Replicating High Aspect Ratio Micro-structured Surfaces,» *Manufacturing Technology*, vol. 63, n. 1, pp. 521-524, 2014.