

## UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI PADOVA

# Dipartimento di Ingegneria Industriale DII

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Meccanica

Tesi di Laurea Magistrale in Ingegneria Meccanica

# ANALISI DEL COMPORTAMENTO A FATICA DI PROVINI RICICLATI IN POLIPROPILENE RINFORZATO CON FIBRE CORTE DI VETRO PRODOTTI MEDIANTE STAMPAGGIO A INIEZIONE

Relatore: Prof. Mauro Ricotta

Relatore: Prof. Giovanni Lucchetta Correlatore: Ing. Marco Salvador

Laureando: Mattia Bottacin

Matricola: 1155604

ANNO ACCADEMICO 2018/2019

Alla mia famiglia.

Per avermi permesso di raggiungere questo traguardo.

# **INDICE**

INTI	RODUZIO	ONE	1
CAP	ITOLO 1 -	COS'È UN MATERIALE COMPOSITO?	3
1.1	Struttura	dei materiali compositi	3
1	1.1.1	Matrice	4
1	1.1.2	Rinforzo	7
1.2	Compos	iti particellari	7
1.3	Compos	iti rinforzati con fibre	8
1.4	Compos	iti strutturati	11
1.5	Vantagg	i dei materiali compositi	12
CAP	ITOLO 2 -	STAMPAGGIO AD INIEZIONE	15
2.1	Andame	nto della pressione all'interno dello stampo	23
2.2	Il flusso	a fontana e il raffreddamento	24
CAP	ITOLO 3 -	LA MECCANICA DEI MATERIALI COMPOSITI	27
3.1	Resisten	za a trazione nella direzione delle fibre	30
3.2	Il model	lo di Cox-Krenchel	34
3.3	Effetto d	el riciclo meccanico sulla resistenza dei materiali compositi	37
3.4	Le poros	sità nei materiali compositi	44
CAP	ITOLO 4 -	TROUBLESHOOTING NELLO STAMPAGGIO AD INIEZ	IONE
			47
4.1	Identific	azione del problema	47
4	1.1.1	Analisi delle materie prime	47
4	1.1.2	Analisi delle attrezzature	48
4	1.1.3	Analisi del processo	48
4	1.1.4	Analisi del prodotto	48
4	1.1.5	Analisi dell'ambiente	49
_	116	Analisi delle nersone e dell'oroanizzazione	49

4.2	Risoluzione dei problemi ed eliminazione dei difetti	49
4.3	Elaborazione della soluzione	49
4.4	Pianificazione delle azioni	50
4.5	Che cos'è un difetto	50
4.6	Che cos'è il troubleshooting	50
4.7	Attitudini per risolvere un problema	51
4.8	I difetti nello stampaggio ad iniezione	51
4.9	Stabilità del processo	53
CAPI	TOLO 5 - PROVINI DI KECIRA ANALIZZATI NELLA TESI ATTUAL	E.57
5.1	Calcolo della densità apparente attraverso l'esperimento di Archimede	61
5.2	Lucidatura meccanica dei provini	67
5.3	Osservazione delle immagini al microscopio ottico	68
5.4	Analisi delle immagini al profilometro	73
CAPI	TOLO 6 - PROVINI DELLA TESI ATTUALE	79
6.1	Procedura seguita per la loro realizzazione	80
6.2	Analisi delle superfici lucidate al profilometro	86
6.3	Analisi dei provini alla tomografia computerizzata	92
6.4	Caratterizzazione reologica del materiale vergine e riprocessato	96
6.5	Misura della distribuzione di lunghezza delle fibre di rinforzo	100
6.6	Confronto tra i precedenti e gli attuali provini	106
CAPI	TOLO 7 - PROVE MECCANICHE	111
7.1	Prove statiche	113
7.2	Prove a fatica	114
CAPI	TOLO 8 - ANALISI DEI RISULTATI DELLE PROVE MECCANICHE	117
8.1	Risultati delle prove statiche sui provini Vergini	117
8.2	Risultati delle prove statiche sui provini Ibridi	121
8.3	Risultati delle prove statiche sui provini Riciclati	124

8.4	Confronto dei risultati delle prove statiche	. 127
8.5	Risultati delle prove a fatica sui provini Vergini	. 131
8.6	Risultati delle prove a fatica sui provini Riciclati	. 136
8.7	Confronto dei risultati delle prove a fatica	. 141
8.8	Scansione della superficie del provino	. 144
CAPIT	TOLO 9 - LEGAME TRA RESISTENZA A TRAZIONE E	
	DISTRIBUZIONE DELLE LUNGHEZZE DELLE FIBRE	. 151
9.1	Risultati ottenuti	. 151
9.2	Correlazione tra la resistenza a fatica e statica	. 155
CAPIT	TOLO 10 - CONCLUSIONI	. 159
BIBLIC	OGRAFIA	. 163
APPEN	NDICE A: RISULTATI DELLE PROVE DI TRAZIONE STATICHE	. 167
A.1 l	Risultati prove provini Vergini	. 168
A.2 1	Risultati prove provini Ibridi	. 171
A.3 1	Risultati prove provini Riciclati	. 174
APPEN	NDICE B: RISULTATI DELLE PROVE DI TRAZIONE A FATICA	. 177
B.1 F	Risultati prove provini Vergini	. 178
B.2 F	Risultati prove provini Riciclati	. 198

#### **INTRODUZIONE**

L'utilizzo di materiali termoplastici rinforzati con fibra corta di vetro in applicazioni ingegneristiche sta crescendo e diversificandosi. I compositi rinforzati con fibra di vetro sono utilizzati nell'industria automobilistica da molti anni a causa della loro elevata resistenza meccanica e rigidità, peso ridotto, resistenza alla corrosione, libertà di progettazione, facilità di fabbricazione e assemblaggio semplificato.

Il riciclaggio di queste materie plastiche è ora una delle principali preoccupazioni nel settore automobilistico. L'aumento dei costi di gestione dei rifiuti e le normative ambientali sono forti forze trainanti verso un maggiore livello di riciclaggio. Il processo di riciclo meccanico di questi materiali compositi permette di recuperare sia materiale dismesso a fine vita sia gli scarti industriali di lavorazione. Esso consiste nella macinazione e successivo impiego del materiale macinato nel processo di stampaggio a iniezione.

L'effetto di questo tipo di riciclo sulle proprietà del composito è rappresentato essenzialmente dalla diminuzione della lunghezza delle fibre, con conseguente diminuzione della capacità di rinforzo.

Questo sarà evidente durante lo svolgimento del presente lavoro, nel quale verrà analizzato il comportamento a fatica di provini riciclati in polipropilene rinforzato con il 30% di fibre corte di vetro.

In questo lavoro di tesi si sono analizzati le tre tipologie di provino della tesi precedente (Vergine, Ibrido e Riciclato), sia al microscopio ottico, sia al profilometro per valutare la presenza di porosità al loro interno. Dopodiché sono stati stampati i nuovi provini, con la differenza che la fase di riciclaggio è stata eseguita con un estrusore bi-vite. Anch'essi sono stati analizzati al profilometro, e per avere più informazioni si sono compiute delle tomografie di tre provini (Vergine, Ibrido e Riciclato). Inoltre, sono state realizzate delle prove di viscosità ed esaminate le distribuzioni di lunghezza delle fibre. In seguito, si sono effettuati dei test di resistenza statica e a fatica, in quest'ultimo caso solo sui materiali vergine e riprocessato. Successivamente, si sono esaminate alcune superfici di frattura al microscopio elettronico e la rugosità della faccia posteriore di un provino, poiché influenza in parte i risultati delle prove a fatica. Infine, è stata studiata la relazione tra la distribuzione di lunghezza delle fibre e la resistenza del materiale.

Prima di introdurre il lavoro svolto in questa tesi, è utile capire che cosa sono i materiali compositi, quali sono le loro principali caratteristiche e come possono essere stimate le loro proprietà.

# CAPITOLO 1 - COS'È UN MATERIALE COMPOSITO?

Un materiale composito è un materiale eterogeneo, cioè costituito da due o più fasi con proprietà fisiche differenti, in quest'ultimo caso si parla di ibrido, le cui proprietà sono migliori di quelle delle fasi che lo costituiscono.

Di solito, le diverse fasi nel composto sono costituite da materiali diversi, come compositi in fibra di carbonio e resina epossidica. Esse sono distinguibili, ma intimamente legate fra loro.

I materiali compositi possono essere sia naturali, esempio il legno, in cui le fibre di cellulosa sono disperse in una fase di lignina, che artificiali.

Anche se vengono considerati dei materiali moderni, i compositi sono usati da molto tempo e sono stati il risultato di idee volte a fornire all'uomo il materiale adatto alla soluzione dei problemi che si trovava a risolvere; esempi tipici sono i mattoni in argilla e paglia, gli archi e le baliste in legno e tendini di animali, le katane giapponesi, ma anche le leghe come il bronzo.

## 1.1 Struttura dei materiali compositi

Le singole fasi che formano i materiali compositi sono chiamati costituenti, e in base alla loro funzione prendono il nome di:

- Matrice;
- Rinforzo (fibre, additivi o cariche).

L'insieme di queste due parti costituisce un prodotto in grado di garantire proprietà meccaniche elevatissime, sia in termini di resistenza che di rigidezza, (fondamentale è la cura dell'adesione interfacciale tra rinforzo e matrice) e massa volumica decisamente bassa.

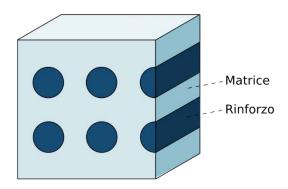


Figura 1.1. Semplificazione delle due fasi che compongono i materiali compositi

#### 1.1.1 Matrice

La matrice è una fase continua e omogenea, che ha il compito di racchiudere il rinforzo, garantendo la coesione del materiale composito e di garantire che le fibre di rinforzo (o particelle) presentino la giusta dispersione all'interno del composito. Inoltre, essa trasmette il carico esterno alle fibre; andando a realizzare il cosiddetto "Fail Safe", cioè la rottura di una fibra non comporta la rottura dell'intero composito. Infatti, le matrici hanno un allungamento a rottura più elevato delle fibre, perché in caso di rottura di queste ultime, esse devono essere in grado di rallentare la propagazione del difetto alle altre fibre, aumentando la tenacità del composito. Inoltre, le matrici, se sottoposte a variazioni di temperatura, durante il processo di produzione, non devono subire un ritiro troppo grande, per evitare l'insorgere di tensioni residue indesiderate.

A seconda della natura della matrice, i materiali compositi si suddividono in diverse categorie:

- Compositi a matrice polimerica, ad esempio termoplastici (ABS, Polipropilene, Poliammide) o termoindurenti (come le resine fenoliche, resine epossidiche, resine poliuretaniche);
- Compositi a matrice metallica, ad esempio alluminio, titanio e loro leghe, magnesio;
- *Compositi a matrice ceramica*, generalmente carburo di silicio o allumina;

- Compositi carbonio-carbonio, sia matrice che il rinforzo sono costituiti da carbonio;
- Compositi ibridi, costituiti da tre fasi.

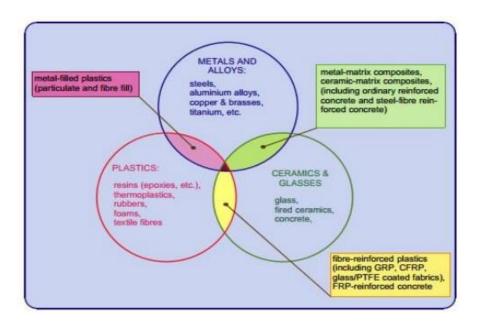


Figura 1.2. Suddivisione dei materiali compositi

Nella maggior parte delle volte le matrici più utilizzate sono quelle polimeriche, perché garantiscono una bassa densità a scapito di performance peggiori all'aumentare della temperatura, soprattutto utilizzando matrici termoplastiche, esse sono meno stabili chimicamente; si ha il rammollimento alle alte temperature. Il rammollimento della matrice termoplastica consiste nel passaggio da uno stato vetroso (solido), ad uno gommoso e infine a quello fluido, a causa della diminuzione della viscosità. Questo avviene poiché, i legami tra le varie molecole polimeriche sono dei legami deboli rispetto a quelli intermolecolari, e l'energia, sotto forma di calore, per rompere i primi è minore di quella necessaria per intaccare i secondi. Tra i vantaggi delle resine termoplastiche si ricordano la maggiore tenacità più elevata resistenza all'urto. Le matrici termoindurenti vengono perlopiù utilizzate quando si vogliono ottenere delle caratteristiche meccaniche molto elevate, infatti hanno una viscosità inferiore, una rigidezza maggiore e una porosità minore rispetto alle matrici termoplastiche. Sono, però, più costose, infatti si usano in ambiti particolari, come la realizzazione di hypercar, applicazioni nautiche, aeronautiche, aerospaziali

ed eoliche. Le resine termoindurenti, a differenza di quelle termoplastiche, per polimerizzare hanno la necessità di ricevere energia esterna (esempio calore), oppure deve essere utilizzato un catalizzatore. Durante il processo di polimerizzazione si formano legami chimici molto forti (legami covalenti) e a differenza di quelle termoplastiche, il processo è irreversibile.

Per quanto riguarda i compositi a matrice metallica (MMC), i vantaggi rispetto ai corrispondenti metalli non rinforzati risiedono soprattutto nella maggiore rigidezza specifica, migliori proprietà ad alta temperatura, minore dilatazione termica, maggiore resistenza ad usura e, spesso, maggiore resistenza specifica. Grazie a queste caratteristiche i MMC sono presi in considerazione per una serie di applicazioni aerospaziali. Per contro, presentano tenacità generalmente inferiore e costi sensibilmente superiori ai metalli non rinforzati. Rispetto ai compositi a matrice polimerica presentano, più elevate proprietà della matrice, e quindi, superiore resistenza e rigidezza trasversale, resistenza a taglio, a compressione e alle alte temperature. Inoltre, altri vantaggi significativi sono la resistenza al fuoco, la conducibilità termica ed elettrica, l'assorbimento di umidità nullo, la resistenza a radiazioni. [1] Compatibilmente con il tipo di fibra, la temperatura massima di impiego è di circa 700 °C.

Infine, si hanno i materiali compositi a matrice ceramica (CMC), nei quali il risultato principale dell'utilizzo del rinforzo consiste in un miglioramento della tenacità. Tali matrici sono prodotte da materie prime inorganiche non metalliche lavorate mediante processi tecnologici particolari: ne sono un esempio il Chemical Vapour Infiltration (CVI), le Tecniche Sol-Gel, il Matrix Transfer Moulding, la sinterizzazione e la compattazione di dispersioni liquide. Sono materiali molto resistenti a compressione (sebbene caratterizzati da rottura fragile) e particolarmente indicati per utilizzi in cui sono richieste prestazioni estremamente elevate grazie alle caratteristiche di elevata durezza ed elevata temperatura di fusione. Hanno anche caratteristiche isolanti, proprietà che le rende indicate per impieghi elettrici. [1]

Vengono impiegati per temperature dell'orine dei 1000 °C.

#### 1.1.2 Rinforzo

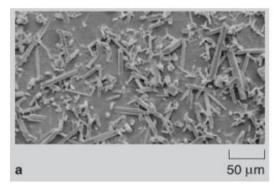
Il rinforzo è rappresentato da una fase dispersa, che viene appunto dispersa in varie modalità all'interno della matrice e ha il compito di assicurare rigidezza e resistenza meccanica, assumendo su di sé il carico esterno applicato.

A seconda del tipo di rinforzo, i materiali compositi si suddividono in:

- Compositi particellari, in cui il rinforzo è costituito da particelle;
- Compositi rinforzati con fibre, che possono a loro volta essere suddivisi in compositi a fibre continue (o lunghe), in questo caso le fibre sono disposte in modo ordinato e orientato nella matrice, compositi a fibre discontinue (o corte) allineate fra loro e compositi a fibre discontinue disposte random;
- Compositi strutturati, per esempio pannelli a sandwich, utilizzati per impieghi in flessione e laminati, ottenuti per sovrapposizione di lamine di fibra intrecciata in diversi modi e diversamente orientate.

## 1.2 Compositi particellari

Le particelle utilizzate in questi compositi hanno dimensioni e conformazioni diverse (forma arrotondata, a lamelle, forma aciculare), in base alle caratteristiche che si vogliono ottenere. Infatti, le proprietà chimico-fisiche dipendono dalla geometria delle stesse, cioè dalla loro forma e dimensioni, ma anche dalla loro concentrazione, distribuzione e orientamento all'interno della matrice. Esempi di particelle sono i whickers (Figura 1.3, a sinistra) e le scaglie, o flakes (Figura 1.3, a destra).



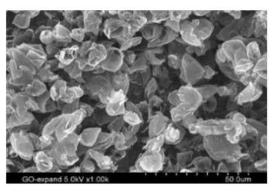


Figura 1.3. Esempi di particelle utilizzate all'interno dei materiali compositi; a sinistra si vedono whickers, a destra flakes

Quest'ultime sono particelle piatte, a forma di squama ottenute a basso costo ed utilizzate tipicamente nella metallurgia delle polveri. Principale vantaggio dell'utilizzo di particelle rispetto alle fibre è quello di avere il rinforzo distribuito all'interno della matrice in modo non controllato, ottenendo così dei compositi praticamente isotropi, per quanto riguarda le proprietà meccaniche. Con i flakes, inoltre, si possono ottenere anche particolari proprietà di ridotta trasmissione di liquidi, umidità e vapori, grazie alla loro geometria bidimensionale.

Le particelle presentano i seguenti vantaggi:

- Minori costi di produzione;
- Facilità dei processi di formatura anche di forme complesse;
- Comportamento costitutivo isotropo, come scritto poco sopra.

A seconda dello scopo per cui vengono aggiunti, le particelle si suddividono in:

- Riempitivi, presentano un basso costo e solitamente sono costituiti da polvere;
- Rinforzanti, i quali migliorano le caratteristiche meccaniche e termiche del composito;
- Diluenti, migliorano la lavorabilità del composito, sono rappresentati dai pigmenti.

Le cariche devono essere bagnate dal polimero e vengono trattate superficialmente con additivi bagnanti, come i silani. I fattori più importanti che influenzano l'interazione polimero-carica sono la dimensione delle particelle e la forma di queste ultime, ossia il rapporto superficie-volume. L'effetto rinforzante migliora diminuendo le dimensioni delle particelle, dipende dalla frazione volumetrica e dalla distribuzione delle dimensioni.

## 1.3 Compositi rinforzati con fibre

Questi compositi sono di gran lunga quelli più utilizzati nelle costruzioni meccaniche. Il loro successo è strettamente legato all'elevato rapporto resistenza/peso (resistenza specifica) ed all'elevato rapporto rigidezza/peso (modulo specifico) unito alla possibilità di variare a piacimento il grado di anisotropia intervenendo, per esempio, sulla concentrazione e sull'orientamento del rinforzo. L'elevata resistenza specifica dei compositi fibrosi è essenzialmente legata alla

elevata resistenza delle fibre ed al basso peso di fibre e matrice. Sperimentalmente si osserva che la resistenza di un dato materiale aumenta significativamente se esso viene prodotto in fibre sottili. Inoltre, la resistenza della fibra aumenta al diminuire delle dimensioni della sezione trasversale. [2]

L'anisotropia del materiale composito viene ottenuta in maniera controllata, andando a disporre le fibre di rinforzo nelle direzioni preferenziali, ossia in quelle direzioni in cui si sa verrà caricato e quindi le prestazioni vengono così "ottimizzate", è il caso dei compositi a fibre continue. Se, invece, la disposizione delle fibre è più difficilmente controllabile, come nel caso dei compositi a fibre corte, diventa più difficile orientarle nella direzione desiderata.

Le fibre, naturali ed artificiali, oltre ad essere prodotte per scopi essenzialmente tessili, sono anche prodotte per scopi di tipo ingegneristico come le fibre vetrose, metalliche, sintetiche (es. nylon). Alle fibre è affidato, nella maggior parte dei casi, il compito di fornire al composito le proprietà desiderate di resistenza e rigidezza. Le fibre, invece di essere trattate singolarmente, vengono concentrate in un fascio (roving) che ne contiene varie centinaia arrotolate con o senza twist su un cilindro; oppure vengono attorcigliate a trefolo ed avvolte (yarn). Successivamente possono essere intessute o usate per altri procedimenti di lavorazione. Le fibre sono utilizzate anche sotto forma di wiskers che sono singoli filamenti metallici con diametro di un micron e lunghezza di circa un millimetro, ognuno dei quali è realizzato da un singolo cristallo metallico; essi sono usati nei materiali compositi più leggeri ad alta resistenza e alta temperatura per scopi aerospaziali. [2]

Inoltre, le fibre devono essere trattate con dei compatibilizzanti, per aumentarne la bagnabilità e l'adesione con la matrice. Esse devono avere un diametro molto piccolo (intorno ai  $10~\mu m$ ), perché i difetti sulle fibre si riducono e aumenta la superficie di contatto con la matrice.

Le fibre di rinforzo più utilizzate nei compositi fibrosi sono:

- Fibre di vetro (tipo E, tipo S più resistente del primo);
- Fibre di carbonio e grafite;
- Fibre ceramiche (carburo di silicio e allumina);
- Fibre aramidiche (Nomex, Kevlar, Spectra, Dyneema) sono costituite da catene poliammidiche sintetiche;
- Fibre di boro, anche se non si può filare, per cui viene depositato sulle fibre di tungsteno.

Negli ultimi anni si sta facendo uso sempre maggiore, legato principalmente ai problemi ambientali, delle fibre di origine vegetale, come canapa e simili.

La Figura 1.4 confronta i tipici grafici sforzo-deformazione per le fibre di carbonio, aramidiche e di vetro. Le fibre di carbonio presentano la migliore combinazione tra elevata resistenza meccanica, elevato modulo elastico e bassa densità, ma presentano una bassa capacità di allungamento. La fibra aramidica (Kevlar 49) ha una buona combinazione tra elevata resistenza a trazione, modulo elevato, minore di quello delle fibre di carbonio, bassa densità ed elevato allungamento (resistenza all'urto). Le fibre di vetro, che presentano valori di densità più elevati, hanno resistenza a trazione e modulo elastico più bassi delle altre fibre. Però, queste ultime sono molto più economiche delle altre per cui risultano anche le più impiegate.

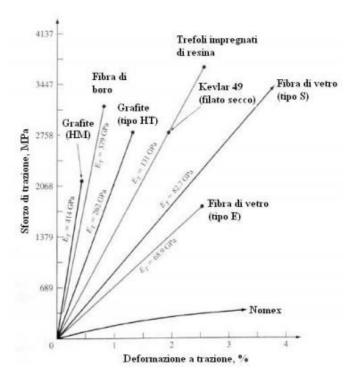


Figura 1.4. Diagramma sforzo – deformazione delle principali fibre usate come rinforzi nei compositi

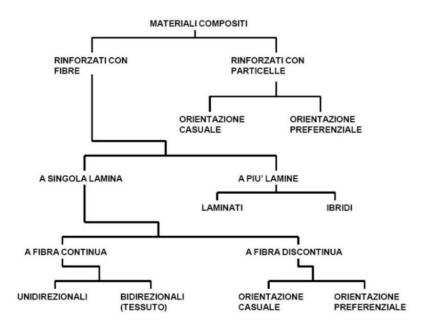


Figura 1.5. Schema riassuntivo dei materiali compositi

## 1.4 Compositi strutturati

I materiali compositi strutturati, come accennato in precedenza, si suddividono in *laminati*, ossia sequenze di strati sottili, chiamati lamine, realizzate dall'unione di fibre e matrice. In generale le orientazioni delle fibre da una lamina a quella adiacente possono variare. Un'altra categoria di compositi strutturati sono le *strutture a sandwich* (o *pannelli sandwich*) in Figura 1.6, vengono realizzati andando a interporre tra due lamine di materiale composito un cuore di materiale più leggero, ma meno resistente. Il riempitivo può essere costituito da materiali a bassa densità, come honeycomb di alluminio, Nomex, legno di balza o determinate schiume ad espansione.

La presenza del materiale al cuore ha il principale vantaggio di stabilizzare le lamine esterne, che resistono alle sollecitazioni di trazione, torsione e flessione, e al fenomeno del buckling; esso viene fissato alle superfici esterne attraverso un sottile strato adesivo o con la brasatura.

Un utilizzo particolare di queste strutture è, quello relativo alla realizzazione di elementi in cui si preveda di avere degli impatti: la presenza del nido d'ape, in

particolare se in alluminio, va ad assorbire l'energia di deformazione, ammortizzando l'evento.

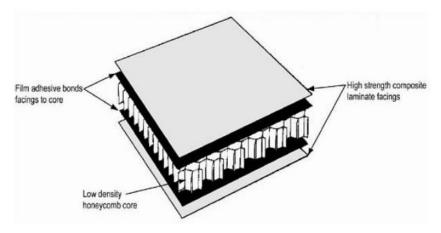


Figura 1.6. Composizione di un pannello sandwich

## 1.5 Vantaggi dei materiali compositi

I materiali compositi vengono utilizzati quando si vogliono avere delle ottime proprietà in determinate condizioni, come per esempio:

- Leggerezza;
- Resistenza;
- Rigidezza;
- Buon comportamento a fatica;
- Possibilità di progettare il materiale composito secondo le proprie esigenze (pannelli sandwich e laminati);
- Riduzione dei costi di fabbricazione;
- Riduzione del peso.

I principali parametri di valutazione delle prestazioni di un composito sono i rapporti  $E/\rho$  (modulo di Young/densità) e  $\sigma_{lim}/\rho$  (resistenza a trazione/densità). A titolo di esempio sono riportate nella Figura 1.7 le principali caratteristiche meccaniche, delle principali fibre utilizzate nei compositi insieme a quelle di alcuni materiali convenzionali al fine di poter effettuare un rapido confronto. Si nota come i più elevati valori di resistenza specifica sono relativi ai compositi, inoltre, si osserva

che la deformabilità flessionale dei compositi sia superiore a quella dei materiali convenzionali.

Material	Tensile modulus (E) (GN/m <sup>2</sup> )	Tensile strength ( $\sigma_{\rm u}$ ) (GN/m <sup>2</sup> )	Density (ρ) (g/cm³)	Specific modulus (E/ρ)	Specific strength $(\sigma_u/\rho)$
Fibers					-
E-Glass	72.4	3.54	2.54	28.5	1.38
S-Glass	85.5	4.64	2.48	34.5	1.85
Graphite (high					
modulus)	390.0	2.1	1.90	205.0	1.1
Graphite (high					
tensile strength)	240.0	2.5	1.90	126.0	1.3
Boron	385.0	2.8	2.63	146.0	1.1
Silica	72.4	5.8	2.19	33.0	2.65
Tungsten	414.0	4.2	19.30	21.0	0.22
Beryllium	240.0	1.3	1.83	131.0	0.71
Kevlar-49 (aramid					
polymer)	130.0	2.8	1.50	87.0	1.87
Conventional materials					
Steel	210.0	0.34-2.1	7.8	26.9	0.043-0.27
Aluminum alloys	70.0	0.14-0.62	2.7	25.9	0.052-0.23
Glass	70.0	0.7-2.1	2.5	28.0	0.28-0.84
Tungsten	350.0	1.1-4.1	19.30	18.1	0.057-0.21
Beryllium	300.0	0.7	1.83	164.0	0.38

Figura 1.7. Caratteristiche meccaniche delle fibre utilizzate nei compositi e di alcuni materiali convenzionali

#### **CAPITOLO 2 - STAMPAGGIO AD INIEZIONE**

Lo stampaggio ad iniezione è uno dei processi di produzione industriale con materiali termoplastici più diffusi e permette di avere elevate produttività, realizzare parti complesse con accuratezza dimensionale elevata, mantenendo i costi di esercizio bassi, purché la quantità prodotta riesca a giustificare l'investimento iniziale. Consente di produrre prodotti finiti, cioè prodotti che non hanno bisogno di lavorazioni aggiuntive.

La pressa per stampaggio ad iniezione è un sistema particolare, perché è completamente automatizzato. Rappresenta una cella di lavoro comandata da un computer che esegue tutte le operazioni autonomamente. Un'altra caratteristica importante di questo sistema è quella di produrre i particolari stampati molto velocemente, ha infatti un tempo ciclo di alcuni secondi per pezzi di piccole dimensioni, fino ad un massimo di 1-2 minuti per quelli più grandi e può produrre più pezzi contemporaneamente per ogni stampata. Il tempo di attraversamento del pezzo in questo processo è quindi molto breve.

Le presse per lo stampaggio ad iniezione sono di tre tipologie:

- Idrauliche;
- Elettriche;
- Ibride.

Le presse idrauliche utilizzano dei martinetti idraulici (quindi si usa l'olio) per eseguire le movimentazioni di tutti i componenti. Questa tipologia di presse garantisce una forza di chiusura dello stampo molto elevata, intorno alle 7000 tonnellate. Esse non possono essere utilizzate in molti campi, come quelli del *food* e del *biomedicale*, perché potrebbero perdere olio e contaminare l'ambiente lavorativo. Inoltre, l'olio è soggetto a variazioni di temperatura, e non permette una regolazione accurata dei movimenti della vite. Per cui negli ultimi anni si è visto un utilizzo sempre maggiore delle presse elettriche; l'unico problema che si riscontra è la potenza (e quindi la forza di chiusura) che riescono ad erogare. Infatti, esse riescono a raggiungere una forza di chiusura intorno alle 600 tonnellate, utilizzano dei motori elettrici (Brushless) per regolare i movimenti degli attuatori e la rotazione della vite. Presentano altri vantaggi come un miglior controllo dei movimenti e maggior precisione nel dosaggio del materiale, una maggiore silenziosità e soprattutto dei consumi ridotti (circa 1/10 delle presse idrauliche). Le presse ibride, invece,

utilizzano un motore elettrico per il gruppo di plastificazione, mentre la parte idraulica è dedicata al gruppo di chiusura. Sono presse di media potenza, infatti si collocano a metà fra le due presse elencate prima.

Una pressa per iniezione è costituita da:

## • Unità di plastificazione

È strutturata come un estrusore, la cui vite può però traslare avanti e indietro per poter spingere il materiale nello stampo. L'intero carro dove è alloggiato il gruppo di plastificazione è mobile, per potersi avvicinare/allontanare dallo stampo, e può ruotare, per permettere l'estrazione della vite. La forma della vite è standard perché si vuole poter processare materiali diversi, in certi casi si installano viti con forme specifiche se si assume di lavorare solo con un materiale specifico. La vite normalmente è quadra, ossia l'inclinazione del filetto è tale che per ogni rotazione la vite avanza di un diametro (il dimensionamento della vite avviene in funzione del suo diametro esterno). La testa delle viti per stampaggio a iniezione è diversa da quelle usate in estrusione, infatti presentano un puntale, dotato di una valvola di non ritorno (*check-valve*), Figura 2.1. Essa permette al materiale plastificato di accumularsi in punta alla vite, ma deve impedire il trafilamento del materiale durante l'iniezione.

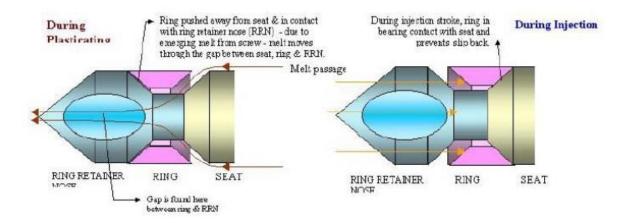


Figura 2.1. Puntale con valvola di non ritorno (check-valve)

Quando il polimero viene fuso e la vite arretra, l'anello si sposta in posizione avanzata così che il materiale possa passare sotto di esso e attraversando le cave del

puntale (i puntali hanno delle scanalature separate da delle razze che hanno il compito di fermare l'anello, permettono al materiale di passare sotto l'anello della valvola e superare la punta della vite), andare ad accumularsi oltre la punta della vite. L'avanzamento dell'anello è causato dalla pressione esercitata dal materiale che tenta di avanzare e dall'arretramento della vite stessa. Quando invece si inietta, l'anello viene spinto indietro, dalla pressione creata dall'avanzamento della vite, così che la valvola impedisca al materiale fuso di risalire verso monte. I puntali sono intercambiabili in quanto sono soggetti a una forte usura.

Il movimento della vite deve essere estremamente rapido, per assicurarsi che l'attrito tra il polimero e le pareti della cavità, nella quale scorre, lo mantengano a una temperatura tale da non solidificare, prima di aver riempito completamente lo stampo;

#### • Gruppo di chiusura

Deve aprire e chiudere lo stampo, più velocemente possibile. Si trova in posizione opposta allo stampo rispetto alla vite di plastificazione. Il tempo di apertura e chiusura dello stampo deve essere minimo sia per via del tempo ciclo sia perché nell'apertura si raffredda. Deve anche essere in grado di esercitare una forza elevata per mantenere chiuso lo stampo quando è in posizione di chiusura. La forza deve essere molto elevata perché la pressione di iniezione moltiplicata per l'area proiettata del pezzo stampato deve essere vinta dalla forza di chiusura. Il tonnellaggio può andare da 10 tonnellate a 7000 tonnellate a catalogo, ne esistono di più grandi fatte su commessa. Durante apertura, chiusura e serraggio si deve mantenere l'allineamento e il parallelismo tra le due metà stampo, questo viene eseguito solitamente con un sistema a colonne, i due piani degli stampi sono mantenuti paralleli grazie a quattro colonne lungo le quali la piastra mobile può scorrere. Esistono anche presse senza colonne se vi sono bassi tonnellaggi e si usano sistemi alternativi di allineamento. Anche lo stampo stesso ha delle piccole colonne che servono solo a eseguire un centraggio di fino. Sempre al sistema di chiusura è attribuito il compito di far funzionare il sistema di estrazione, movimentato da una piastra detta tavolino di estrazione, la quale spingendo sugli estrattori da dietro vengono fatti avanzare e a loro volta spingono il pezzo. Il movimento degli estrattori avviene a stampo aperto.

Lo stampo (in acciaio o in alluminio) è generalmente composto da due piastre, una fissa, da cui viene iniettato il materiale ed è quindi dal lato della vite di plastificazione e una mobile, che alloggia le parti convesse dello stampo, detto maschio. Il pezzo, raffreddando ritira, staccandosi dallo stampo femmina e si aggrappa al maschio e alla fine viene estratto con la parte mobile dello stampo. Nel caso in cui il pezzo abbia il lato estetico concavo, si costruisce uno stampo rovescio, cioè con i maschi e gli estrattori sulla parte fissa. Questi stampi presentano però difficoltà maggiori. Inoltre, sono presenti canali di iniezione freddi, generalmente a sezione circolare, ma possono essere anche di sezione trapezoidale, soprattutto se per motivi economici si preferisce scavare il canale solo su metà dello stampo, ottenuti direttamente in esso. Per ottenere i canali caldi si utilizza una piastra molto più grande, perché si realizzano delle vere e proprie cave in cui viene inserito l'intero sistema, che compone questi canali. Questo sistema infatti, possiede dei distanziali, in materiale ceramico, che non trasmettono calore (agiscono da isolanti), chiamati contrasti (mantengono il canale caldo separato dallo stampo). I sistemi di iniezione a canali caldi sono composti da uno sprue riscaldato, da un manifold riscaldato, il quale è un canale orizzontale e distribuisce il fuso dall'ugello fino agli iniettori e infine gli *iniettori*, anch'essi riscaldati, i quali permettono al polimero di raggiungere qualsiasi punto della cavità ancora fuso. Gli iniettori sono riscaldati esternamente da resistenze corazzate. Lo stampo deve essere anche termoregolato, perché si vuole che il materiale si raffreddi in maniera uniforme. La termoregolazione si esegue facendo scorrere un fluido, che può essere acqua o olio, all'interno di altri canali scavati nello stampo e alimentati dal chiller. In generale nello stampaggio di termoplastici si usa raffreddare lo stampo per ridurre i tempi di raffreddamento del pezzo;

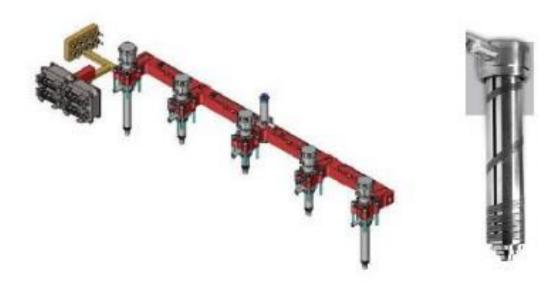


Figura 2.2. Sistema di iniezione a canali caldi

## • Cavità dello stampo

Unità intercambiabile che rappresenta il negativo del pezzo che si vuole ottenere. Questa unità rende la pressa ad iniezione un sistema molto versatile;



Figura 2.3. Cavità dello stampo

#### • Unita a microprocessore

È il sistema che comanda tutto, dalla plastificazione, all'apertura agli ausiliari.

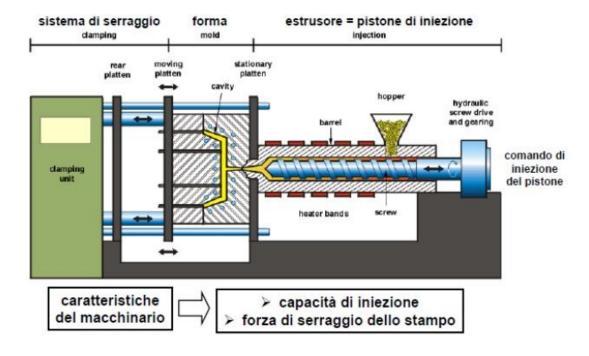


Figura 2.4. Unità a microprocessore dello stampaggio a iniezione

Si è appena data una descrizione di massima di una pressa per stampaggio ad iniezione, ma ora si vuole descrivere quali sono le fasi di funzionamento della stessa. Si possono suddividere in:

#### Iniezione

La vite in posizione arretrata spinge il materiale all'interno dello stampo per effetto del suo avanzamento. In questa fase parte del materiale viene mantenuto all'interno della camera calda, questa quota è detta cuscino. Tale materiale serve per permettere di imprimere una forza di compressione sufficiente al polimero durante la successiva fase di impaccamento del processo, viene quindi utilizzata per contrastare il ritiro. Per alcuni polimeri la quota cuscino può essere nulla;

#### Impaccamento

La durata di questa fase è intorno ai 5-7 secondi, la vite spinge sul materiale residuo nella camera (quota cuscino) per imporre una pressione di impaccamento all'interno dello stampo;

#### Raffreddamento

Il materiale viene lasciato raffreddare nello stampo mentre la vite procede a plastificare quello necessario alla stampata successiva. Il materiale quindi, percorre la vite, plastificando come nell'estrusore, accumulandosi in punta, dove però lo spazio è già occupato dal cuscino, aumentando la pressione nella camera. La pressione aumenta fino al valore impostato di contropressione, misurata alla base della vite. Quando si supera questo valore di pressione, alla vite è permesso di arretrare per fare posto a nuovo polimero plastificato, mantenendo sempre la pressione impostata. La contropressione è necessaria per garantire una corretta plastificazione. La velocità di arretramento della vite è tanto maggiore quanto più piccola è la contropressione impostata. Quindi una maggiore contropressione comporta un maggiore stress sul materiale, maggiore riscaldamento e una miscelazione migliore, ma aumentano i tempi di permanenza del materiale all'interno del cilindro di iniezione, quindi si aumenta la possibilità di degradazione del materiale. Inoltre, la contropressione non può mai essere nulla, altrimenti non si riuscirebbero ad espellere i gas (vengono espulsi per differenza di pressione) presenti all'interno del cilindro di iniezione. La vite arretra solo nel momento in cui il componente è sufficientemente rigido, ossia esso non deve afflosciarsi dopo aver tolto la pressione di impaccamento. Per sapere il momento in cui si può far arretrare la vite, ci si basa sul tempo di raffreddamento, quest'ultimo è un parametro che varia con il quadrato dello spessore del pezzo, cioè uno spessore maggiore comporta un tempo di raffreddamento più grande. Molto importante è anche la quota di iniezione, cioè quella lunghezza di cilindro che deve occupare il materiale plastificato dalla vite, prima che essa possa smettere di arretrare. Quindi deve essere presente una certa lunghezza della vite che non influisca sulla plastificazione del materiale. Infatti, si vuole che un granulo che entra all'inizio della fase di plastificazione subisca lo stesso processo di miscelazione di quello che entra alla fine. Per cui si utilizza una zona di alimentazione della vite molto maggiore di quella che

si ha in estrusione. Infatti, essa non influisce sulla fusione del materiale, ma solo sul suo accumulo. È evidente che vi sarà un limite sull'arretramento della vite dato dalla lunghezza di questa zona. Esagerare nell'arretramento può portare nel peggiore dei casi a degli infusi, e nel migliore dei casi una disomogeneità nella temperatura del fuso. Risulta quindi buona norma sfruttare fino al 75% della capacità di plastificazione dichiarata della macchina;

#### Estrazione

Quando il componente è sufficientemente rigido, ossia si è raffreddato, si apre lo stampo e avviene la sua estrazione. In seguito, lo stampo si richiude e avviene la successiva stampata. Nell'apertura, il polimero fuso presente all'interno della camera cercherà di uscire, a causa della differenza di pressione. Per cui si può risolvere il problema o effettuando un risucchio, vale a dire che prima dell'apertura dello stampo viene fatta arretrare la vite di qualche millimetro per annullare la contropressione, oppure, se la macchina è dotata di ugello valvolato, si può chiudere semplicemente l'ugello e mantenere la contropressione.

Si riporta nella seguente Figura 2.5, in modo qualitativo, la suddivisione del tempo ciclo del processo di stampaggio ad iniezione.

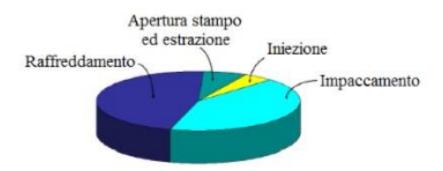


Figura 2.5. Suddivisione tempo ciclo del processo di stampaggio ad iniezione

Si può notare come il raffreddamento e l'impaccamento risultano essere le due fasi più lunghe nel processo, ma anche le più importanti.

Le fasi di apertura e chiusura stampo sono regolate da controlli di velocità, mentre alle altre fasi vengono assegnati dei tempi. Nel tempo di iniezione il parametro di controllo è la velocità di avanzamento della vite (che equivale al controllo della portata di massa da iniettare); per quanto riguarda il mantenimento (fase di impaccamento) si ha il controllo della pressione che è di fondamentale importanza sulla qualità e riproducibilità del ciclo di stampaggio.

Il passaggio dal controllo di velocità al controllo di pressione, viene definito anche *switchover*, cioè la quota in cui si effettua la commutazione. Essa incide sulla qualità della stampata e spesso porta ad errori. La regolazione avviene tramite un microprocessore con sistema di controllo ad anello aperto o ad anello chiuso, inoltre i dati del processo vengono registrati per verificare che non siano presenti troppe oscillazioni tra i vari cicli. In caso di scostamenti elevati la macchina arresta la produzione.

## 2.1 Andamento della pressione all'interno dello stampo

È già stato anticipato come il controllo della pressione sia fondamentale per ottenere delle condizioni di massima produttività del macchinario, le quali si ottengono solo seguendo l'evoluzione della pressione durante tutte le fasi del ciclo di stampaggio. In Figura 2.6 è riportato il grafico dell'andamento della pressione entro le cavità dello stampo durate l'intero processo produttivo.

# variazione della pressione nel tempo

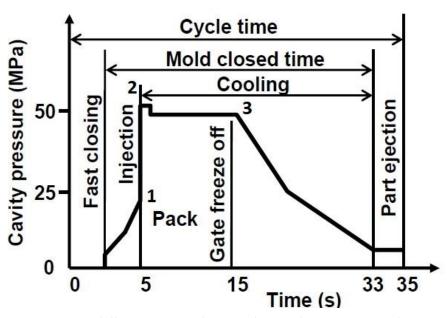


Figura 2.6. Variazione della pressione nel tempo durante lo stampaggio ad iniezione

Fino al punto 1 si ha il riempimento della cavità con il polimero fuso, in questa fase a controllo volumetrico si ha un graduale aumento della pressione che raggiunge circa il 50% del picco massimo di pressione. La vite invece, ha compiuto il 95% della sua corsa ed ha iniettato la stessa percentuale di volume. Nella seconda fase di impaccamento viene introdotto nello stampo il 5% del volume di fuso restante sfruttando la comprimibilità del materiale, con una conseguente riduzione del volume. Per compensare al ritiro volumetrico del materiale (quindi per non creare difetti nel manufatto), si agisce comprimendo il materiale fino ad arrivare alla pressione massima nel punto 2. Nella camera di iniezione rimane sempre una piccola quantità di polimero, in modo da sfruttare "l'effetto cuscino", che ha il compito di trasmettere con continuità la pressione della vite al polimero nello stampo. Il volume che rimane in camera di plastificazione deve essere tale da non originare difetti sul pezzo (se è troppo piccolo), e non avviare una solidificazione precoce nella camera (se è troppo grande).

Nel punto di picco della pressione inizia il raffreddamento con deflusso del polimero. Durante questa fase il materiale comincia a ritirarsi per la diminuzione della temperatura, però lo stampo è ancora in comunicazione con la camera di iniezione la quale provvede ad iniettare nuovo polimero per compensare il ritiro. La pressione durante il mantenimento diminuisce.

Nel punto 3 il polimero inizia la solidificazione a partire dal punto di iniezione, bloccando ulteriori scambi di massa tra la vite e lo stampo. Da questo punto in poi ulteriori ritiri del materiale non vengono compensati. Segue un'ulteriore riduzione della pressione fino al raggiungimento di quella atmosferica. Una volta azzerato il valore di pressione lo stampo viene aperto per estrarre il pezzo.

È facile intuire che la pressione assume valori diversi in base alla posizione all'interno dello stampo.

#### 2.2 Il flusso a fontana e il raffreddamento

Si considera per l'analisi del bilancio termico un fluido non-newtoniano, che corrisponde alle caratteristiche del polimero allo stato fuso. Il processo di scambio di calore avviene in maniera non isoterma, cioè con scambio di calore tra fluido e lo stampo, che corrisponde ad un sistema di alimentazione a canali freddi.

Il polimero allo stato fuso scorre dalla zona di iniezione verso le cavità dello stampo passando per il sistema di alimentazione costituito dalla carota e dai canali. La parte di fuso che entra in contatto con lo stampo a temperatura ambiente solidifica istantaneamente creando un sottile strato di polimero, detto *shell layer*, che definisce il nuovo perimetro della cavità. Lo strato solidificato funge da isolante tra lo stampo freddo e il polimero, e riduce la sezione della cavità con conseguente aumento della velocità del flusso. Al centro il materiale rimane allo stato fuso a bassa viscosità ed è libero di scorrere entro lo stampo, chiamato *core layer*. Nella zona in testa, il fluido ha ancora a disposizione tutta la sezione della cavità, quindi la velocità in testa è minore della velocità del fluido al centro. Questa differenza tra le velocità di scorrimento provoca il comportamento di flusso a fontana, tipico di fluidi nonnewtoniani.

Man mano che entra polimero fuso, per effetto dell'attrito, si scalda il shell layer, che successivamente cede calore allo stampo freddo.

Inizialmente lo strato solido è molto sottile, quindi cede calore all'esterno rapidamente; con il fluire del polimero fuso, associato ad un rapido raffreddamento, aumenta lo strato superficiale e quindi aumenta il tempo di raffreddamento.

Dopo un certo intervallo di tempo, lo strato solido avrà uno spessore tale che il calore ceduto allo stampo per conduzione eguaglierà quello introdotto dal flusso di polimero in ingresso e quello generato per attrito sullo strato congelato. Viene così raggiunta una condizione di equilibrio termico.

Gli scambi di calore in fase di riempimento avvengono a velocità elevata, quindi anche l'equilibrio termico viene raggiunto dopo pochi istanti. Durante lo scorrimento dentro i canali il polimero ha delle specifiche proprietà fisiche, di moto e di strato limite che influiscono sullo scambio termico. Il polimero fuso è soggetto ad uno sforzo di taglio che ordina le molecole lungo la direzione principale del flusso; all'interno dello stampo il gradiente di velocità non è costante ed infatti è massimo in corrispondenza dello strato solido (velocità nulla) e cade a zero al centro (velocità del fluido indisturbato, fuori dallo strato limite).

Terminata la fase di riempimento la situazione cambia, il flusso si arresta e inizia il raffreddamento che, a differenza di quanto avviene nello strato esterno è molto lento.

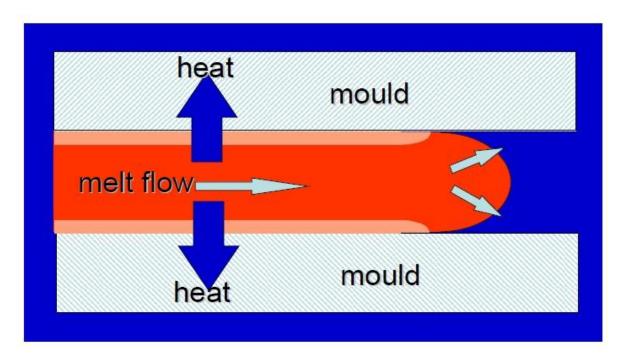


Figura 2.7. Flusso a fontana

#### CAPITOLO 3 - LA MECCANICA DEI MATERIALI COMPOSITI

I materiali compositi hanno caratteristiche peculiari che li distinguono in modo netto dai tradizionali materiali per l'ingegneria, pertanto necessitano di nuovi modelli analitici di descrizione del comportamento strutturale e appropriate procedure di analisi sperimentale.

La maggior parte dei materiali tradizionali possono essere descritti come materiali omogenei (con proprietà uniformi, non funzione della posizione), ed isotropi (con proprietà costanti in ogni direzione e in ogni punto, non funzione dell'orientazione). I materiali compositi sono, invece, spesso eterogenei ed anisotropi, ed il loro studio può essere intrapreso attraverso due punti di vista: la micromeccanica e la macromeccanica. [2]

La prima è lo studio del comportamento del materiale composito in termini di moduli elastici partendo da quelli dei singoli costituenti. Oggetto complementare dell'analisi micromeccanica è la valutazione delle capacità di resistenza in termini di sollecitazione di rottura. La seconda è lo studio del comportamento del laminato, valutato come composizione del comportamento macroscopico delle singole lamine costituenti (teoria della laminazione).

Si vuole ora riportare la teoria delle proprietà elastiche di una lamina.

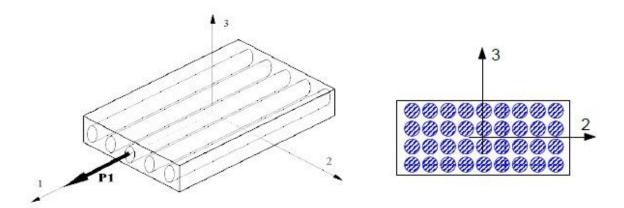


Figura 3.1. Lamina di materiale composito, i cilindri all'interno corrispondono alle fibre. Gli assi 1, 2, 3 sono quelli principali

## <u>CAPITOLO 3 – La meccanica dei materiali compositi</u>

Le ipotesi utilizzate sono le seguenti:

- Fibre continue, omogenee, isotrope e linearmente elastiche;
- Fibre perfettamente allineate nella direzione 1 e distribuite in modo regolare;
- Matrice omogenea, isotropa e linearmente elastica;
- Perfetta adesione tra fibra e matrice (quindi  $\varepsilon_1 = \varepsilon_f = \varepsilon_m^1$ );
- Lamina omogenea, ortotropa e linearmente elastica.

Per determinare il modulo elastico longitudinale (direzione 1), si considera un carico  $P_1$  applicato alla lamina in direzione parallela all' asse 1.

$$P_1 = \sigma_1 \cdot A_{lamina} \tag{3.1}$$

 $A_{lamina}$  è la sezione trasversale della lamina.

Il carico  $P_1$  si distribuisce in parte sulla matrice e in parte sulle fibre, quindi l'eq. ?? si può riscrivere

$$P_1 = \sigma_1 \cdot A_{lamina} = P_f + P_m = \sigma_f \cdot A_f + \sigma_m \cdot A_m \tag{3.2}$$

dove  $A_f$  è la sezione occupata dalle fibre, mentre  $A_m$  è la sezione riferita alla matrice. Se ora si divide entrambi i membri per  $A_{lamina}$  si ottiene:

$$\sigma_1 = \sigma_f \cdot A_f + \sigma_m \cdot V_m \tag{3.3}$$

differenziando rispetto a  $\varepsilon$ , e ricordando l'ipotesi di perfetta adesione tra fibra e matrice, si può riscrivere

$$\frac{\partial \sigma_1}{\partial \varepsilon} = \frac{\partial \sigma_f}{\partial \varepsilon} \cdot V_f + \frac{\partial \sigma_m}{\partial \varepsilon} \cdot V_m \tag{3.4}$$

e quindi

$$E_1 = E_f \cdot V_f + E_m \cdot V_m = E_f \cdot V_f + E_m (1 - V_f)$$
 (3.5)

la relazione è nota come Rule of mixture (Regola delle mescolanze). [3]

 $<sup>^{1}</sup>$   $\varepsilon_{1}$  corrisponde alla deformazione in direzione 1,  $\varepsilon_{f}$  è la deformazione della fibra,  $\varepsilon_{m}$  è la deformazione della matrice.

Nella pratica il massimo contenuto volumetrico di fibra non supera quasi mai il  $65 \div 70 \%$ , in questo modo si riesce a bagnare completamente le fibre con la matrice.

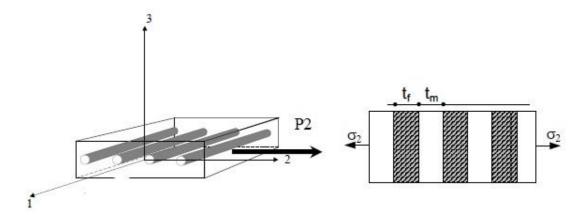


Figura 3.2. Rappresentazione per il calcolo del modulo elastico trasversale della lamina (direzione 2)

Per la determinazione del modulo trasversale (in direzione 2) della lamina, si ipotizza si eseguire una sezione con un piano parallelo al piano di simmetria 1-2 e passante per il piano mediano delle fibre. Si pensa, ora, di "estrudere" la sezione appena trovata in direzione 3 di utilizzarla per determinare il modulo  $E_2$ . La schematizzazione effettuata rappresenta, una pesante semplificazione della geometria reale della lamina e questo va considerato nell'interpretazione dei risultati.

Come si può vedere in Figura 3.2, gli strati di fibra e matrice sono in serie rispetto alla direzione di applicazione della tensione, per cui l'allungamento complessivo in direzione 2,  $\delta_2$ , è la somma dell'allungamento dello strato corrispondente alle fibre  $\delta_f$  e di quello riferito allo strato di matrice  $\delta_m$ :

$$\delta_2 = \delta_f + \delta_m \tag{3.6}$$

Ipotizzando, poi, un comportamento lineare elastico del materiale si arriva alla seguente relazione

$$\frac{\sigma_2}{E_2} = \frac{\sigma_f}{E_f} \cdot V_f + \frac{\sigma_m}{E_m} \cdot V_m \tag{3.7}$$

e ricordando che per lo schema adottato la tensione applicata in direzione 2 si trasmette inalterata agli strati di fibra e matrice ( $\sigma_2 = \sigma_f = \sigma_m$ ) si ottiene la formulazione di Reuss o Voigt:

$$E_2 = \frac{E_f \cdot E_m}{E_m \cdot V_f + E_f \cdot (1 - V_f)}$$
 (3.8)

La relazione appena ricavata non fornisce indicazioni aderenti alla realtà sperimentale, a causa delle ipotesi effettuate all'inizio. Infatti, le ipotesi critiche sono relative alla distribuzione del rinforzo nella matrice, in realtà le fibre sono di sezione circolare e distribuite casualmente sullo spessore e non a strati e all'uniformità della distribuzione di tensione in direzione 2.

Per migliorare la descrizione delle proprietà trasversali, John Halpin e Steve Tsai misero a punto una formulazione empirica, ottenuta come sintesi di diverse ed accurate analisi micromeccaniche effettuate per via numerica.

La relazione ottenuta, nota come relazione di Halpin-Tsai (3.9), consente di stimare il modulo elastico trasversale come segue:

$$\frac{E_2}{E_m} = \frac{1 + \eta \cdot \xi \cdot V_f}{1 - \eta \cdot V_f} \tag{3.9}$$

dove:

$$\eta = \frac{\frac{E_f}{E_m} - 1}{\frac{E_f}{E_m} + \xi} \tag{3.10}$$

 $\xi$  è un parametro che tiene conto della forma delle fibre (vale 2 se fibre tonde); se  $\xi=0$  allora si ottiene nuovamente la formula di Reuss. [3]

#### 3.1 Resistenza a trazione nella direzione delle fibre

Nel caso più generale, un composito unidirezionale si deforma all'aumentare del carico secondo quattro fasi, in funzione delle relative fragilità e duttilità di fibre e matrice:

- 1) fibre e matrice si deformano elasticamente;
- 2) le fibre si deformano ancora elasticamente ma la matrice comincia a deformarsi plasticamente;
- 3) fibre e matrice si deformano plasticamente;
- 4) si verifica la rottura delle fibre, seguita dal cedimento di tutto il composito.

Nel caso di comportamento fragile delle fibre, la fase 3) non si verifica, mentre se è la matrice ad essere fragile non avvengono la fase 2) e la 3). È bene evitare, in fase di scelta dei costituenti, questa evenienza, per sfruttare in pieno le proprietà delle fibre di rinforzo. La rottura del composito avviene, quindi, alla rottura delle fibre o della matrice in dipendenza della relativa duttilità.

Considerando il caso di fibre che hanno tutte uguale resistenza a trazione e sono relativamente fragili rispetto alla matrice. Se il composito ha più di un certo valore percentuale in volume di fibre, tale che queste risultino di effettivo rinforzo alla matrice, il carico ultimo è determinato dal carico ultimo delle fibre.

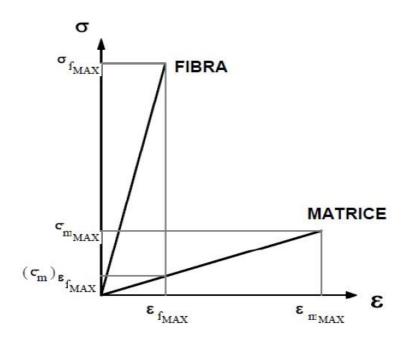


Figura 3.3. Esempio di diagramma tensione – deformazione di una fibra e matrice

Si può quindi desumere che se:

$$\varepsilon_{1MAX} = \varepsilon_{cMAX} = \varepsilon_{fMAX}^2 \tag{3.11}$$

per cui la resistenza del composito, nella direzione delle fibre, è data dalla seguente relazione:

$$\sigma_{cMAX} = \sigma_{fMAX} \cdot V_f + \sigma_{m_{\varepsilon_{fMAX}}} \cdot (1 - V_f)^3$$
(3.12)

È ovvio che l'effetto del rinforzo vale se:

$$\sigma_{cMAX} > \sigma_{mMAX} \tag{3.13}$$

Risolvendo la (3.13) insieme alla (3.12) si può determinare il  $V_{f\ critico}$  che deve essere superato per ottenere un effettivo rinforzo della matrice:

$$V_{fcr} = \frac{\sigma_{m_{MAX}} - \sigma_{m_{\varepsilon_{fMAX}}}}{\sigma_{f_{MAX}} - \sigma_{m_{\varepsilon_{fMAX}}}}$$
(3.14)

Per valori più piccoli di  $V_f$ , il comportamento del composito può non essere quello dettato dalla (3.12) perché le fibre sarebbero soggette ad alte deformazioni e quindi il composito si romperebbe. Se le fibre cedessero tutte insieme il composito si romperebbe a meno che l'intero carico non fosse sopportato dalla matrice, ovvero:

$$\sigma_{cMAX} < \sigma_{mMAX} \cdot V_m \tag{3.15}$$

Per cui il composito si rompe a causa della frattura delle fibre se:

$$\sigma_{cMAX} = \sigma_{fMAX} \cdot V_f + \sigma_{m_{\varepsilon_{fMAX}}} \cdot (1 - V_f) \ge \sigma_{mMAX} \cdot (1 - V_f)$$
(3.16)

dalla quale si ottiene il valore minimo di  $V_f$ :

 $<sup>^{2}</sup>$   $\varepsilon_{cMAX}$  corrisponde alla deformazione massima del composito nella stessa direzione delle fibre.

 $<sup>^3</sup>$   $\sigma_{cMAX}$  corrisponde alla tensione di resistenza massima a trazione del composito, nella stessa direzione delle fibre;  $\sigma_{m_{\varepsilon_{fMAX}}}$ è la tensione presente nella matrice nel momento in cui si rompono le fibre e avviene il cedimento del materiale composito.  $\sigma_{fMAX}$  è la massima sollecitazione della fibra.

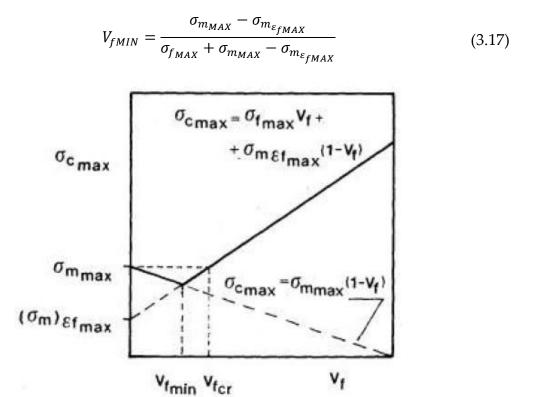


Figura 3.4. Tensione di rottura del composito in funzione del volume di fibre.

Quando  $V_f$  è minore di  $V_{fMIN}$ , la resistenza del composito è controllata dalla deformazione della matrice ed è minore della resistenza della matrice. Se  $V_f$  è più grande di  $V_{fMIN}$ , ma minore di  $V_{fcr}$ , la resistenza del composito è controllata dalla deformazione della fibra pur rimanendo più bassa di quella della sola matrice. Solo se  $V_f$  è più grande di  $V_{fcr}$  si ha un effettivo rinforzo della matrice.

La forma delle curve di Figura 3.4 dipende dal  $V_{fcr}$ ; tale percentuale in volume di fibre è piccola se:

$$\sigma_{m_{MAX}} \cong \sigma_{m_{\varepsilon_{fMAX}}} \tag{3.18}$$

ed in questo caso le fibre risultano sempre di rinforzo per la matrice dato che:

$$V_{fMIN} < V_{fcr} \tag{3.19}$$

#### <u>CAPITOLO 3 – La meccanica dei materiali compositi</u>

L'analisi micromeccanica ha però delle limitazioni, basti pensare che, presupposto per l'analisi, è l'ipotesi per cui fibra e matrice abbiano perfetta adesione, cosa non completamente realizzabile nei compositi. Una unione imperfetta porta ad un materiale le cui proprietà sono inferiori rispetto a quelle previste dell'analisi micromeccanica.

Il divario tra i valori calcolati in base a questo tipo di analisi e i dati sperimentali ottenuti diventa più ampio se si trattano compositi rinforzati con fibre naturali di origine vegetali. Esse infatti, rispetto alle fibre sintetiche, presentano una minore aderenza tra fibra e matrice dovuta alla natura idrofila delle fibre e alla natura idrofoba delle matrici. Inoltre, le fibre sintetiche sono lunghe e hanno un diametro controllato, mentre le fibre naturali sono generalmente corte, hanno un diametro variabile e non hanno un comportamento isotropo. Infine, l'utilizzo di un rinforzo di origine vegetale determina inevitabilmente la presenza di un certo quantitativo di vuoti non eliminabili perché intrinseci nel materiale.

Un altro limite dell'analisi micromeccanica è che si è in grado di prevedere solo il comportamento di materiali rinforzati con fibre unidirezionali e parallele. Per ovviare a questi, ed altri, inconvenienti sono stati introdotti diversi metodi previsionali, sicuramente di maggiore complessità della semplice *Rule of Mixture*, in quanto cercano di considerare i parametri che fanno deviare il comportamento di un composito rinforzato con fibre vegetali da uno con fibre sintetiche ad orientazione preferenziale. [4-5]

Nel seguito viene riportato un modello previsionale che costituisce l'evoluzione nella predizione delle proprietà dei compositi: il modello di Cox-Krenchel. Esso trae spunto dalla regola delle mescolanze e ne propone una versione "modificata" con lo scopo di ridurre la sovrastima generata dal calcolo tradizionale.

#### 3.2 Il modello di Cox-Krenchel

Questo modello [6-7] permette di calcolare rigidezza e resistenza di compositi rinforzati con fibre di diverse lunghezze e con una disposizione spaziale qualunque. Il modulo del composito E è correlato al modulo delle fibre  $E_f$  e della matrice  $E_m$  e alla percentuale in volume di fibra  $V_f$  da una regola delle mescolanze del tipo:

$$E = \eta_0 \cdot \eta_l \cdot E_f \cdot V_f + (1 - V_f) \cdot E_m^4 \tag{3.20}$$

Per il calcolo del fattore  $\eta_0$  Cox propone la seguente espressione:

$$\eta_0 = \sum_n a_n \cdot \cos^4 \vartheta_n \tag{3.21}$$

dove  $a_n$  rappresenta la frazione di fibra ad ogni specifica orientazione,  $\vartheta_n$  è l'angolo di orientazione dell'n-esima fibra.

Nella Tabella 3.1 sono riportati alcuni valori di  $\eta_0$  per i più comuni impaccamenti delle fibre.

Tabella 3.1. Valori di  $\eta_0$  per diversi impaccamenti delle fibre

IMPACCAMENTO	$\eta_0$
Random 2D (tessuti Mat)	3/8
Random 3D	1/5
Unidirezionale	1
Bidirezionale 0°÷ 90°	1/2

Per fibre di lunghezza *l* il fattore di efficienza di lunghezza delle fibre vale:

$$\eta_l = 1 - \frac{\tanh(\beta \cdot l/2)}{\beta \cdot l/2} \tag{3.22}$$

dove

$$\beta = \frac{1}{r_f} \sqrt{\frac{2G_m}{E_f \cdot \ln(R/r_f)}}$$
 (3.23)

 $<sup>^4</sup>$   $\eta_o$  è il fattore di orientazione delle fibre,  $\eta_l$  è il fattore di efficienza di lunghezza delle fibre.

in cui

- $G_m$  è il modulo di taglio della matrice;
- $r_f$  è il raggio della fibra;
- *R* si riferisce alla spaziatura tra le fibre.

Il rapporto  $R/r_f$  può essere espresso come:

$$\frac{R}{r_f} = \sqrt{\frac{K_r}{V_f}} \tag{3.24}$$

Il fattore numerico  $K_r$  nel caso di impaccamento spaziale piano è pari a  $\pi/4$ . Se la lunghezza delle fibre di rinforzo non è costante, ma variabile con la distribuzione della densità data da h(l) allora:

$$\eta_l = \frac{1}{l} \int_0^\infty \left( 1 - \frac{\tanh(\beta \cdot l/2)}{\beta \cdot l/2} \right) \cdot l \cdot h(l) \, dl \tag{3.25}$$

Per valutare la resistenza a trazione di un composito  $\sigma_{uc}$ , anche in questo caso si parte dalla regola delle mescolanze e si ottiene la seguente relazione:

$$\sigma_{uc} = \eta_s \cdot \sigma_{uf} \cdot V_f + (1 - V_f)\sigma_m \tag{3.26}$$

dove

- $\sigma_{uf}$  è la tensione "ultima" delle fibre, ossia quella massima che possono sopportare le fibre;
- $\sigma_m$  è lo sforzo registrato nella matrice alla massima deformazione delle fibre.

Quest'ultimo valore, nel caso di matrici lineari elastiche, può essere calcolato come

$$\sigma_m = \frac{\sigma_{uf} \cdot E_m}{E_f} \tag{3.27}$$

 $\eta_{\mathcal{S}}$  è detto invece 'fattore di efficienza delle fibre'; esso può essere scomposto in:

$$\eta_S = \eta_l \cdot \eta_0 \tag{3.28}$$

in cui

- $\eta_0$  è il fattore di orientazione delle fibre e può avere una interpretazione simile a quella utilizzata per il calcolo del modulo elastico;
- $\eta_l$  è il fattore di efficienza di lunghezza delle fibre che può in questo caso essere calcolato nel seguente modo:

$$\eta_{l} = \begin{cases} 1 - l_{c}/2l & l \ge l_{c} \\ l/2l_{c} & l \le l_{c} \end{cases}$$
 (3.29)

La lunghezza critica delle fibre  $l_c$  può essere calcolata dalla espressione che segue:

$$l_c = \frac{\sigma_{uf} \cdot r_f}{\tau} \tag{3.30}$$

in cui  $\tau$  è lo sforzo di taglio all'interfaccia fibra-matrice.

Se si utilizzano fibre troppo corte, si peggiora la qualità del composito rispetto alla sola matrice, quindi esse non costituiscono un effettivo rinforzo.

# 3.3 Effetto del riciclo meccanico sulla resistenza dei materiali compositi

Come noto dalla letteratura, l'effetto principale del riciclaggio meccanico (mediante triturazione in mulino macinatore e ulteriore processo di stampaggio

ad iniezione del materiale) è la frantumazione delle fibre di rinforzo, con conseguente decadimento del contributo delle stesse alla resistenza del materiale e quindi del componente.

La determinazione delle proprietà di un materiale per stampaggio ad iniezione riciclato sono uno strumento indispensabile per la progettazione eco-compatibile: il decadimento delle proprietà del materiale riciclato rispetto al vergine fornisce al progettista dati necessari per la progettazione di componenti concepiti per il riciclaggio a fine vita oppure da realizzare con materiale riciclato. Si deve sapere che nel settore automobilistico ed in quello delle apparecchiature elettriche ed

#### <u>CAPITOLO 3 – La meccanica dei materiali compositi</u>

elettroniche ci sono precise direttive emanate dall'Unione Europea, che impongono la necessità di riciclare, riutilizzare o recuperare percentuali sempre crescenti di materiale, includendo così anche le materie plastiche oltre ai metalli. Nell'analisi d'impatto ambientale, o *Life Cycle Analysis* (LCA), di componenti realizzati in materiale riciclabile, è richiesta la conoscenza dell'effetto del processo di riciclo sulle caratteristiche meccaniche del materiale recuperato. La caratterizzazione meccanica di materiali riciclati è volta alla determinazione del "substitution factor", ovvero una grandezza che identifica la percentuale di plastica riciclata che può essere impiegata in un componente in modo efficiente sia da un punto di vista tecnologico, sia da un punto di vista economico che ecologico. [8]

In letteratura è nota la correlazione esistente tra la resistenza del termoplastico rinforzato e la lunghezza media delle fibre: P.-A. Eriksson et al. [9] nelle loro sperimentazioni hanno determinato le caratteristiche meccaniche di provini in poliammide 66 rinforzati con il 30% in peso di fibre di vetro corte riprocessati più volte. Questi campioni sono stati confrontati con quelli vergini, ossia che non hanno subito processi di macinazione. Il processo di stampaggio e riciclo, mediante triturazione in mulino macinatore, si è ripetuto per un massimo di 7 volte. Dopodiché sono stati eseguiti dei test di trazione sui provini secchi *as molded*, e prove di impatto sia su campioni *as molded*, sia su quelli condizionati.

Le distribuzioni di lunghezza di fibra sono state ottenute andando ad utilizzare un analizzatore di immagini connesso ad un microscopio e bruciando la matrice del campione. Sono state studiate fibre più lunghe di 0,025 mm e, per ciascun campione, sono state valutate ~600 fibre. La distribuzione della lunghezza e la lunghezza media delle fibre sono state utilizzate per caratterizzare i campioni. Sono state utilizzate due formulazioni per il calcolo della lunghezza delle fibre, la lunghezza media numerale (3.31) e la lunghezza media ponderale (3.32):

$$\bar{l_n} = \frac{\sum_{i=1}^{n} n_i l_i}{\sum_{i=1}^{n} n_i} \tag{3.31}$$

$$\overline{l_w} = \frac{\sum_{i}^{n} n_i {l_i}^2}{\sum_{i}^{n} n_i l_i} \tag{3.32}$$

#### <u>CAPITOLO 3 – La meccanica dei materiali compositi</u>

in cui  $n_i$  è il numero di fibre all'interno di un certo range di lunghezza (in questo caso 0,025 mm) centrato in  $l_i$ . I risultati di questi due valori sono stati riassunti in Tabella 3.2 in funzione del numero di volte in cui il materiale è stato processato tramite stampaggio ad iniezione.

Tabella 3.2. Lunghezza media numerale e lunghezza media pesata delle fibre in funzione del numero di operazioni di stampaggio a iniezione [9]

Number of Injection Molding Operations	<b>—</b>	Weight Average Fiber Length (mm)
1	0.247	0.341
2	0.206	0.276
3	0.179	0.240
4	0.159	0.220
5	0.144	0.204
6	0.126	0.187
7	0.114	0.168
8	0.107	0.150

Si può notare che i ripetuti processi di stampaggio e riciclo portano ad una riduzione della lunghezza delle fibre.

Altri studi riportano la distribuzione di lunghezza delle fibre di rinforzo del singolo campione in materiale composito [8]. Questa distribuzione può essere descritta molto bene secondo la funzione di densità di probabilità di Weibull espressa dalla (3.33) in cui f ed s rappresentano rispettivamente i fattori di forma e di scala; la (3.34) rappresenta invece la funzione di probabilità cumulata.

$$f(l|s,f) = \frac{f}{s} \left(\frac{l}{s}\right)^{f-1} e^{-(l/s)f} \qquad (l > 0; \ s > 0; \ f > 0)$$
 (3.33)

$$F(l|s,f) = 1 - e^{-(l/s)^f} (l > 0; s > 0; f > 0) (3.34)$$

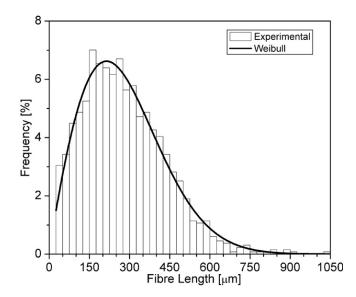


Figura 3.5. Tipica distribuzione di lunghezza delle fibre per una poliammide rinforza con fibre di vetro corte

In letteratura si è visto che la forma delle distribuzioni cambia ad ogni passo del processo tecnologico [10], ossia si ha una diminuzione delle lunghezze delle fibre.

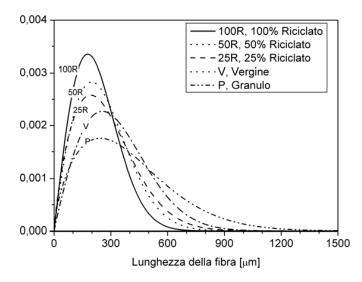


Figura 3.6. Distribuzioni di Weibull delle lunghezze delle fibre ottenute da campioni di PA66GF35 contenenti percentuali diverse di materiale riciclato [10]

In particolare, in Figura 3.6, la prima iniezione (da granulo a vergine) e l'ulteriore stampaggio (da vergine a 100% riciclato) comportano uno spostamento delle

#### <u>CAPITOLO 3 – La meccanica dei materiali compositi</u>

distribuzioni verso frequenze sempre più alte per fibre di lunghezza sempre minore. I materiali ottenuti come miscele di materiale vergine e materiale riciclato al 100% presentano distribuzioni intermedie coerenti.

La riduzione della lunghezza delle fibre si riflette però, sulle caratteristiche meccaniche dei campioni, come è stato detto al § 3. Per studiare la resistenza a trazione di un materiale composito rinforzato con fibre continue e allineate, ben aderenti alla matrice, può essere utilizzata la (3.12). Tuttavia, quest'ultima non è applicabile a causa di una tensione non uniforme lungo le fibre. Il problema è stato risolto con la relazione di Kelly-Tyson, la quale considera l'effetto delle fibre, più lunghe e più corte rispetto alla lunghezza critica della fibra  $l_c$ , nonché l'interfaccia fibra-matrice. La resistenza del composito quando le fibre sono più lunghe di quella critica è data dalla seguente formulazione:

$$\sigma_{uc} = K\sigma_{uf}\nu_f \left(1 - \frac{l_c}{2l}\right) + \left(1 - \nu_f\right)\sigma_m' \tag{3.35}$$

dove l è la lunghezza della fibra e K è un fattore di orientazione delle fibre, lo stesso utilizzato nella (3.21).

Invece, con fibre più corte della lunghezza critica la resistenza del composito è data da:

$$\sigma_{uc} = K\nu_f \left(\frac{\tau l}{d}\right) + \left(1 - \nu_f\right)\sigma_m' \tag{3.36}$$

dove d è il diametro della fibra e  $\tau$  è la tensione d'interfaccia. La relazione tra la lunghezza critica della fibra e la tensione all'interfaccia è data dalla (3.30). La loro lunghezza, in un materiale composito, dovrebbe superare il più possibile il valore critico, così da aumentare la resistenza del materiale stesso, ma allo stesso tempo non essere troppo grande da interferire con la processabilità.

Dopo il processo di stampaggio, la lunghezza delle fibre non è uniforme. Per considerare anche la distribuzione di lunghezza delle fibre, è necessario sommare i contributi derivanti dalle (3.35) e (3.36). Nel caso di fibre corte disallineate, il modello di *Bowyer and Bader*, variante del modello di *Kelly-Tyson* è dato da:

$$\sigma_{uc} = K \left\{ \sum_{l_i=0}^{l_i=l_c} \left( \frac{\nu_i \tau l_i}{d} \right) + \sum_{l_j=l_c}^{l_j=\infty} \sigma_{uf} \nu_j \left( 1 - \frac{l_c}{2l_j} \right) \right\} + \left( 1 - \nu_f \right) \sigma_m'$$
 (3.37)

dove  $v_i$  è la frazione volumetrica delle fibre che sono al di sotto della lunghezza critica,  $v_j$  è la frazione volumetrica delle fibre che sono al di sopra della lunghezza critica e  $v_f$  è la frazione volumetrica totale di fibra. Il primo termine della equazione è il contributo delle fibre sub-critiche, il secondo termine è il contributo delle fibre super-critiche, mentre l'ultimo termine è il contributo della matrice.

La resistenza teorica dei provini è stata calcolata con la (3.37) e confrontata con i valori misurati dalle prove di trazione dei campioni secchi *as molded*. Per il calcolo della resistenza teorica sono stati usati i seguenti valori:  $K=0,68, \tau=60$  MPa, d=0,01 mm,  $l_c=0,18$  mm,  $\sigma_{uf}=2200$  MPa,  $v_f=0,16$  e  $\sigma_m'=28,1$  MPa; i valori di resistenza sono stati, infine, inseriti in Tabella 3.3.

Tabella 3.3. Confronto tra la resistenza calcolata e quella misurata dei provini in funzione dell'aumento delle operazioni di stampaggio ad iniezione [9].

	Number of Injection Molding Operations							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Strength contribution of fibers (MPa)								
>Lc ` ´	219	187	163	143	121	113	96	76
<lc< td=""><td>15</td><td>26</td><td>35</td><td>41</td><td>53</td><td>50</td><td>54</td><td>63</td></lc<>	15	26	35	41	53	50	54	63
Calculated composite strength (MPa) (K = 0.68)	183	168	158	149	142	134	126	118
Measured strength (MPa)	192	180	168	153	151	141	136	132
Ratio (%) (Measured/Calculated)	1.05	1.07	1.06	1.03	1.06	1.05	1.08	1.12
Calculated relative decrease (%)		8	14	19	22	27	31	36
Measured relative decrease (%)	_	6	12	20	21	27	29	31

Si nota come i due valori di resistenza sono molto simili tra loro, infatti il rapporto è molto vicino all'unità. Pertanto, si può dedurre che la diminuzione della resistenza a trazione in funzione del riciclo, è dovuta quasi completamente all'accorciamento delle fibre durante il processo.

Altri articoli riportano delle considerazioni analoghe a quelle appena enunciate [10]. Si può intuire che con l'aumentare del contenuto di riciclato diminuisce la resistenza del campione e il suo modulo elastico, ma al contempo aumenta la deformazione alla rottura; conseguenza della riduzione della lunghezza delle fibre, Tabella 3.4.

Tabella 3.4. Risultati delle	prove di trazione sui diversi lotti di PA66 GF 35 [10]
------------------------------	--

26.11	Modulo	Resistenza a	Deformazione
Materiale	elastico [GPa]	trazione [MPa]	alla rottura [%]
Vergine	10,84 (±0,14)	187,9 (±2,4)	2,87 (±0,13)
25% Riciclato	10,75 (±0,13)	185,9 (±0,5)	2,85 (±0,06)
50% Riciclato	10,73 (±0,09)	181,6 (±0,7)	3,00 (±0,06)
100% Riciclato	10,27 (±0,12)	167,3 (±1,6)	3,04 (±0,09)

Riferendosi alle prove di fatica, sempre su materiali termoplastici caricati con fibre corte, si prende come riferimento l'articolo di A. Bernasconi et al. [10], in cui viene studiato il comportamento di una poliammide 6,6 rinforzata con fibre di vetro. Le prove sono state effettuate applicando cicli di carico sinusoidali di ampiezza costante, in controllo di forza. Il rapporto tra valore minimo e massimo della forza applicata  $R = F_{min}/F_{max}$  è stato posto uguale a 0,1 per tutte le prove e per ridurre l'effetto di auto-riscaldamento la frequenza è stata limitata a 2 Hz. Infine, il criterio di interruzione della prova è stata la completa separazione del provino in due parti. I risultati di queste prove sono stati riassunti in Tabella 3.5 e in Figura 3.7.

Tabella 3.5. Valori di  $\sigma_f$ , b e  $\sigma_w$  per i quattro lotti di materiale di PA66 GF 35 [10]

Materiale	$\sigma_f [MPa]$	b [-]	$\sigma_w  (N=10^6)  [MPa]$
Vergine	240,5	-0,0666	95,8
25% Riciclato	2427	-0,0686	94,1
50% Riciclato	219,4	-0,0623	92,8
100% Riciclato	213,6	-0,0683	83,1

Nella Tabella 3.5 sono indicati i valori di resistenza a fatica a  $10^6$  cicli, indicati con  $\sigma_w$  e ricavati applicando la relazione  $\sigma_{max} = \sigma_f N^b$ . I valori di  $\sigma_f$  diminuiscono all'aumentare del contenuto di materiale riciclato, mentre le pendenze delle curve si mantengono costanti, come confermato dai valori dell'esponente b. La riduzione della resistenza a fatica è del 11% quando si confronta il materiale vergine con quello contenente il 100% di materiale riciclato. In Figura 3.7 sono stati riportati i punti sperimentali ottenuti per i quattro lotti di PA66GF35 e le corrispondenti curve di Wöhler.

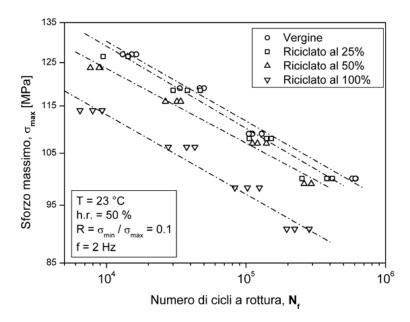


Figura 3.7. Prove di fatica: punti sperimentali e curve di Wöhler per i quattro lotti di PA66 GF 35 [10]

## 3.4 Le porosità nei materiali compositi

Nella tesi precedente, svolta da Xhenario Kecira, sono stati individuati, prima al tomografo e in seguito con delle immagini della superficie di frattura (ottenute da prove meccaniche a fatica) dei vuoti/porosità all'interno di tutte le tipologie di provini presi in esame.

In alcuni articoli scientifici sono presenti alcune osservazioni, che però, non permettono di risolvere il problema della formazione dei vuoti all'interno dei provini. R.M. Bajracharya et al. [11] individuarono delle porosità all'interno di campioni ottenuti per stampaggio ad iniezione. Essi erano composti da un mix di plastica riciclata (HDPE, LDPE e PP) contenenti il 10, 20 e 30 % di fibre di vetro. I provini sono stati sezionati su due piani ortogonali fra loro e le superfici sono, poi, state osservate al SEM, il quale ha permesso di rilevare dei vuoti nel cuore, ossia lo strato più interno del campione. Porosità che nei compositi polimerici possono derivare dall'aria intrappolata e dall'umidità all'interno del materiale macinato, oppure possono anche formarsi come conseguenza del ritiro del polimero all'interno dello stampo. Infatti, durante la solidificazione del materiale fuso, lo strato esterno

si solidifica per primo, limitando così la successiva contrazione dello strato interno, formando, in questo modo, dei vuoti.

Diversamente nell'articolo di I.G. Lee et al. [12], il problema della formazione delle porosità viene associato alla velocità di raffreddamento del fuso polimerico all'interno dello stampo.

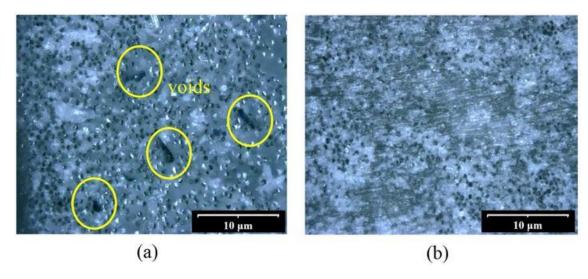


Figura 3.8. Osservazione ottica della sezione trasversale di un provino in GFPP, short beam shear test: (a) 1 °*C*/min di raffreddamento; (b) 20 °*C*/min di raffreddamento.

Erano stati riscontrati dei vuoti all'interno del materiale (polipropilene caricato con fibra di vetro - GFPP) durante l'utilizzo di una bassa velocità di raffreddamento (1 °*C*/min), a causa delle sferuliti ampiamente sviluppate come mostrato in Figura 3.8. Utilizzando invece, un'elevata velocità di raffreddamento non si sono riscontrate porosità, poiché le dimensioni ridotte delle sferuliti nella matrice di polipropilene risultavano uniformemente distribuite con le fibre.

La presenza di vuoti all'interno della matrice ha comportato l'indebolimento della stessa e una riduzione del valore della IFSS (tensione interfacciale), viceversa c'è stato un miglioramento di quest'ultima con un'elevata velocità di raffreddamento (la tensione interfacciale potrebbe dipendere in gran parte dalle proprietà della matrice in polipropilene).

Invece nell'articolo di A. Vaxman et al. [13] viene presa in considerazione la formazione di bolle all'interno di materiale termoplastico caricato fibra di vetro corta, realizzato per estrusione e per stampaggio ad iniezione. La presenza delle

## <u>CAPITOLO 3 – La meccanica dei materiali compositi</u>

porosità può derivare da varie fonti come aria intrappolata all'interno del pellet, umidità o solventi residui. Dall'esame ottico delle sezioni longitudinali degli estrusi (è stata usata la tecnica standard di lucidatura metallografica e microscopia a luce riflessa) si è visto che la nucleazione delle bolle avveniva alle estremità delle fibre e il loro contenuto in volume dipendeva dalle condizioni di lavorazione, dalla concentrazione di fibra e dalla loro lunghezza. Nei provini realizzati con il processo di stampaggio ad iniezione il contenuto di vuoti era inferiore all'1% in volume, poiché il raffreddamento avviene sotto pressione, mentre nell'estrusione questa fase è a pressione atmosferica, quindi le bolle possono formarsi e crescere. Inoltre, si è visto che alti shear rate e temperature comportano livelli di vuoto maggiori. Infine, è stato constatato che la tensione interfacciale nei compositi si riduce del 7% all'aumentare dell'1% del contenuto di vuoti, fino ad un massimo di circa il 4% in volume.

## CAPITOLO 4 - TROUBLESHOOTING NELLO STAMPAGGIO AD INIEZIONE

Nella lavorazione delle materie plastiche per mezzo dello stampaggio ad iniezione, un problema è una difficoltà dovuta ad un qualunque componente dell'unità produttiva (materiale, stampo, pressa, processo) che impedisce la produzione di porti o la conduzione del processo secondo quanto fissato nelle specifiche tecniche.

La difficoltà di risoluzione del problema scaturisce dall'esistenza del dubbio sulle vere cause che lo determinano e dall'esistenza di numerose possibili soluzioni.

## 4.1 Identificazione del problema

Il primo passo verso la risoluzione del problema è la sua ricerca.

Spesso i problemi non si riescono a risolvere solo perché non li si conosce o non si è quantificato il loro impatto negativo sul prodotto, il processo, i profitti ecc.

La ricerca del problema nasce dal monitoraggio continuo e dall'analisi:

- delle materie prime;
- delle attrezzature (pressa e apparecchiature ausiliarie);
- del processo;
- del prodotto;
- dell'ambiente;
- delle persone e dell'organizzazione.

#### 4.1.1 Analisi delle materie prime

Le materie prime devono essere analizzate per accertare che sono sempre conformi alle specifiche tecniche fissate per la realizzazione della parte. Il monitoraggio delle stesse deve avvenire prendendo in considerazione alcuni parametri chimici o fisici del materiale che possono mettere in evidenza problemi poi riscontrabili durante la trasformazione o sulla parte finita.

Ad esempio, due lotti dello stesso materiale possono avere lo stesso peso molecolare medio, ma diversa distribuzione. Se la curva di distribuzione del peso molecolare è asimmetrica verso destra (pesi molecolari più elevati) il materiale avrà una viscosità

#### <u>CAPITOLO 4 – Troubleshooting nello stampaggio ad iniezione</u>

maggiore e quindi potrebbero verificarsi delle stampate incomplete, a parità di condizioni di processo.

#### 4.1.2 Analisi delle attrezzature

Tutte le attrezzature devono essere sottoposte alla manutenzione preventiva appropriata per evitare delle deviazioni nel loro comportamento. Con gli opportuni controlli di manutenzione preventiva è possibile intervenire sulle parti usurate o danneggiate prima che si manifestino dei problemi sul prodotto finito.

#### 4.1.3 Analisi del processo

Nello stampaggio ad iniezione la parte è formata in un processo dominato da moltissime variabili, alcune delle quali indipendenti, mentre altre dipendenti fra loro. Durante la produzione tali parametri subiscono una variabilità naturale o occasionale. Le variazioni naturali sono intrinseche al livello di precisione della macchina e possono essere più o meno ampie a seconda del tipo di macchina o del suo stato di manutenzione. La variabilità occasionale è, invece, determinata da variazioni indotte dal materiale, dall'operatore o dall'ambiente esterno e non possono essere sufficientemente compensate dall'autoregolazione della macchina. Si dice allora che ogni unità produttiva (materiale, stampo, pressa, processo) si può definire una finestra operativa all'interno della quale si ottengono dei prodotti di buona qualità.

#### 4.1.4 Analisi del prodotto

I prodotti devono essere periodicamente analizzati con riferimento alle caratteristiche descritte nelle specifiche tecniche.

Spesso per evidenziare i prodotti difettosi bisogna dare all'operatore informazioni adeguate sulla qualità accettabile e fornirlo di strumenti di misura, o campioni di riferimento.

#### 4.1.5 Analisi dell'ambiente

Per alcune produzioni è necessario tenere sotto controllo i parametri ambientali: temperatura esterna, umidità, temperatura e portata d'acqua di raffreddamento, che possono essere la causa principale di alcuni difetti riscontrati sul prodotto.

#### 4.1.6 Analisi delle persone e dell'organizzazione

Per trovare i problemi bisogna studiare l'organizzazione nella sua interezza per scoprire tutte quelle condizioni che se ottimizzate possono eliminare alla fonte danni maggiori. Per esempio, nello stampaggio ad iniezione, si indicano: la formazione degli operatori, un sistema per la raccolta dei dati di qualità, la manutenzione programmata delle attrezzature, la gestione delle materie prime e del magazzino, ecc.

## 4.2 Risoluzione dei problemi ed eliminazione dei difetti

Innanzitutto, bisogna definire nei dettagli il problema. In molti casi questa è la fase più difficile del processo risolutivo.

Si può rispondere alle seguenti domande per definire al meglio il problema:

- Perché è un problema;
- Per chi è un problema;
- Quanto spesso si presenta il problema;
- Quanto grave è il problema;
- Qual è l'impatto del problema sui costi o tempi di produzione;
- Qual è l'impatto del problema sulla qualità del prodotto;
- Quali sono i metodi o gli strumenti per individuare il problema;
- In quali circostanze si presenta il problema.

#### 4.3 Elaborazione della soluzione

Per l'elaborazione delle soluzioni possibili si deve identificare la vera causa del problema e si deve poi formulare delle ipotesi, cercando conferma attraverso un piano di esperimenti programmati.

#### 4.4 Pianificazione delle azioni

Particolare cura deve essere posta nella programmazione degli esperimenti per poter fare un numero minimo di prove, ottenere il massimo delle informazioni, raccogliere le esperienze fatte e conservarle per risolvere in futuro problemi simili.

#### 4.5 Che cos'è un difetto

Il difetto è una condizione di inadeguatezza del prodotto all'uso per cui è stato progettato o, il mancato rispetto delle specifiche.

Accade spesso che la difettosità sia indicata solo in termini di impressione soggettiva. Questo è molto pericoloso, poiché si potrebbe essere tentati di cercare di risolvere un problema senza che esso sia un problema.

Un aspetto molto importante è la differenza tra difetto ed errore, essi stanno in un rapporto di causa-effetto. Infatti, solo quando si verifica un errore nel processo, il prodotto sarà difettoso.

Per eliminare i difetti bisogna risalire alle vere cause che li producono, cioè bisogna trovare quell'errore che determina il difetto stesso.

## 4.6 Che cos'è il troubleshooting

Il termine inglese troubleshooting indica l'attività di eliminare un difetto o un errore sporadico del processo e/o del prodotto

Nello stampaggio ad iniezione si possono avere tre tipi di difetti:

- 1. Casuali
- 2. Occasionali
- 3. Cronici

Sono *casuali* tutti quei difetti che si presentano improvvisamente sul prodotto e poi spariscono velocemente. Poiché si presentano poche volte, è difficile individuarne le cause.

Sono *occasionali* i difetti che accadono in conseguenza di cambi improvvisi ed avversi, si presentano per un certo periodo e permangono finché non si eliminano le cause che li determinano.

Sono *cronici* tutti quei difetti (casuali e/o occasionali) che non sono stati eliminati e che si accettano come inevitabili. Il fatto che non siano stati eliminati, però non significa che non possono essere eliminati.

## 4.7 Attitudini per risolvere un problema

Per studiare un problema in modo efficace è necessario sviluppare delle abilità di base:

- Sapersi immergere concretamente nella realtà dei fatti per raccogliere le informazioni necessarie alla comprensione del problema bisogna parlare e ascoltare tutti, in particolare le persone coinvolte.
- Pensare in modo sistemico e globale per vedere un problema nel suo insieme può essere utile rispondere alle domande "Chi ha causato il problema?; Che cosa induce il problema?; Quando si presenta il problema?; Dove si presenta il problema?; Perché si presenta il problema?; Come si presenta il problema?".
- Progettare le soluzioni in prima istanza senza tenere conto dei vincoli quando si presenta un problema, in prima istanza esso appare irrisolvibile a causa di numerosi vincoli esterni. In realtà, i vincoli non sono mai né fissi né irremovibili.
- Coltivare e utilizzare il proprio intuito a supporto della propria razionalità Bisogna pensare al problema con calma e rilassatezza. [14]

## 4.8 I difetti nello stampaggio ad iniezione

Generalmente nello stampaggio ad iniezione i difetti si verificano in una delle seguenti fasi di lavoro:

o Pre-stampaggio

In questa fase i problemi che si verificano sono riconducibili a:

- Contaminazione della materia prima;
- Errata essicazione del materiale;
- Materiale non compatibile con il resto dei componenti dell'unità produttiva.

#### <u>CAPITOLO 4 – Troubleshooting nello stampaggio ad iniezione</u>

#### o Stampaggio

I problemi che si verificano nella fase dello stampaggio sono causati da:

- Materiale;
- Pressa;
- Parametri di processo (tempo, temperatura; pressione);
- Stampo;
- Progetto della parte;
- Gestione del processo;
- Ambiente;

I difetti che si ottengono in questa fase possono essere risolti agendo sui parametri che influenzano il trattamento subito dal polimero:

- Tempo di mantenimento;
- Tempo di riempimento;
- Tempo di raffreddamento;
- Tempo di apertura dello stampo;
- Temperatura dello stampo;
- Temperatura delle diverse zone del cilindro di plastificazione;
- Posizione e dimensione dei punti di iniezione;
- Pressione di mantenimento;
- Contropressione;
- Quota di dosaggio e scelta del punto di switchover;
- Spessore della parte.

#### Operatore

Con il termine operatore si indica sia colui che fisicamente regola la macchina sia tutti coloro che hanno la responsabilità della produzione e della qualità.

I difetti attribuibili direttamente all'operatore sono per esempio quelli dovuti alla sua disattenzione, a manovre errate, all'insufficiente conoscenza delle procedure operative o del materiale o del processo.

#### Ambiente

I parametri ambientali che influenzano la qualità del prodotto e l'eventuale comparsa dei difetti possono essere:

- La temperatura esterna;
- L'umidità dell'aria;
- La temperatura e la portata dell'acqua di raffreddamento.
- o Post-stampaggio

I problemi che occorrono di solito nella fase successiva a quella di stampaggio sono:

- Variazione di colore;
- Deposito di polvere;
- Variazione nella finitura superficiale;
- Deformazione;
- Ritiro eccessivo.

## 4.9 Stabilità del processo

Il processo di stampaggio deve essere continuamente monitorato e regolato per compensare le variazioni dovute a cause casuali ed occasionali.

Il diagramma a spina di pesce o diagramma di Ishikawa riportato nel seguito raggruppa molte delle possibili cause di variazione del processo suddivise in sottoclassi:

- 1. Materiale;
- 2. Macchina;
- 3. Operatore;
- 4. Ambiente;
- 5. Processo.

Il problema che si vuole risolvere è lo scattering dei dati nella prova di fatica, quando si utilizzano i provini con materiale 100% riciclato, Figura 4.1.

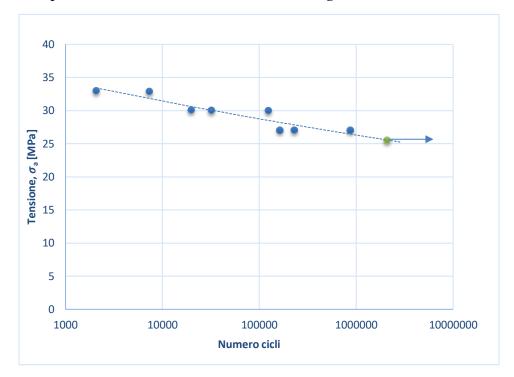


Figura 4.1. Curva di Wöhler materiale Riciclato. Risultati ottenuti da X. Kecira

Si nota nella Figura. 4.1 che la dispersione dei risultati, cioè il numero di cicli a rottura, per ogni prova di fatica ad un carico prefissato, è molto elevata. Per cui si vuole ridurre questo problema e al massimo eliminarlo, andando a valutare, attraverso il diagramma di Ishikawa, le possibili cause di variazione dei dati.

Come scritto poco fa il diagramma è stato suddiviso in cinque sottoclassi, e per ognuna di loro si sono valutate le possibili ragioni che potrebbero influire sul risultato, cioè lo scattering dei dati.

In prima analisi si potrebbe dire che quelle più probabili sono dovute al processo, come la pressione di iniezione, la pressione di mantenimento, la contropressione, il tempo di mantenimento, la velocità di iniezione, la dimensione della carica. Però se fossero realmente queste le cause, si dovrebbe avere lo stesso problema anche nel materiale Vergine e nell'Ibrido, ma solo con il materiale Riciclato si nota il problema dello scattering dei dati. Un altro aspetto molto importante, che verrà trattato in seguito, è la presenza di vuoti all'interno di ogni provino. Se si ragiona credendo di ridurre

#### <u>CAPITOLO 4 – Troubleshooting nello stampaggio ad iniezione</u>

o eliminare le porosità si va a modificare il problema, perché non c'è, al momento, alcuna correlazione tra vuoti e scattering dei dati nelle prove di fatica. Infatti, essi sono presenti in tutte e tre le tipologie di provino, ma solo in quello Riciclato si nota il vero problema. Per cui si intraprenderà un'altra via, ossia si può pensare che nella fase di macinazione dei provini Vergini, il materiale riciclato che si otteneva non era propriamente "puro", ma fosse presente della sporcizia dovuta ad altri materiali. Infatti, la macinatrice veniva utilizzata per triturare diversi polimeri e benché essa era stata pulita prima di eseguire la macinazione del materiale in esame, le impurità non sono state eliminate totalmente e questo aspetto può aver influito sul risultato. Pertanto, i provini stampati da materiale 100% riciclato si può pensare che non siano composti da solo polipropilene caricato fibra vetro corta. Quindi non verrà più utilizzata la macinatrice, ma si andranno ad estrudere i pellet Vergini, prima in un filo, poi esso verrà tagliato, con una pellettatrice, e si otterranno altri pellet, i quali saranno chiaramente in materiale 100% riciclato. Infine, essi verranno utilizzati per la realizzazione dei provini Riciclati e Ibridi (questi ultimi saranno un mix di pellet vergini e riciclati, rispettivamente 75% e 25%) usando la pressa ad iniezione.

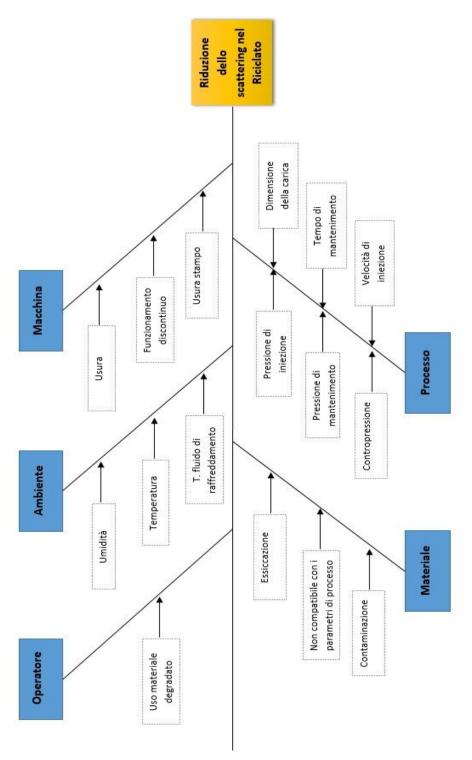


Figura 4.2. Diagramma di Ishikawa

## CAPITOLO 5 - PROVINI DI KECIRA ANALIZZATI NELLA TESI ATTUALE

I parametri di processo usati nella realizzazione di questi provini sono:

Tabella 5.1. Parametri di processo dello stampaggio ad iniezione utilizzati da Kecira

Velocità periferica della vite	40 mm/s
Portata	30 mm/s
Forza di chiusura	800 <i>kN</i>
Volume di dosaggio	21 mm
Commutazione	4 mm
Contropressione	50 <i>bar</i>
Pressione di mantenimento	500 <i>bar</i>
Tempo di mantenimento	7 s
Tempo di raffreddamento	30 s

mentre per quanto riguarda le temperature del cilindro in corrispondenza della tramoggia, del fuso, delle varie zone del cilindro di iniezione (1,2,3) e dello stampo:

Tabella 5.2. Temperature delle varie zone del cilindro di iniezione, del fuso e dello stampo

Temperatura del cilindro in corrispondenza della tramoggia	55 ° <i>C</i>
Temperatura 1 del cilindro	200 <i>°C</i>
Temperatura 2 del cilindro	250° <i>C</i>
Temperatura 3 del cilindro	260 °C
Temperatura del fuso	270° <i>C</i>
Temperatura dello stampo	40 ° <i>C</i>

La tomografia è stata eseguita nel tratto calibrato dei provini, ossia nella zona avente larghezza 15 mm, e le immagini rappresentano la faccia frontale dei campioni. La preparazione dei provini consisteva nel loro fissaggio su una base. La base poteva essere ruotata, così venivano eseguite rilevazioni a 360° e si ottenevano delle immagini 3D della parte in esame.

#### <u>CAPITOLO 5 – Provini di Kecira analizzati nella tesi attuale</u>



Figura 5.1. Faccia frontale del provino, preparazione per la scansione al tomografo

Ora si riportano le immagini, della tesi precedente, ottenute al tomografo, delle tre tipologie di provini, Vergine, Ibrido e Riciclato in sequenza, Figura 5.2, Figura 5.3, Figura 5.4, così da mettere in evidenza la presenza di questi vuoti (le parti colorate rappresentano proprio i vuoti).

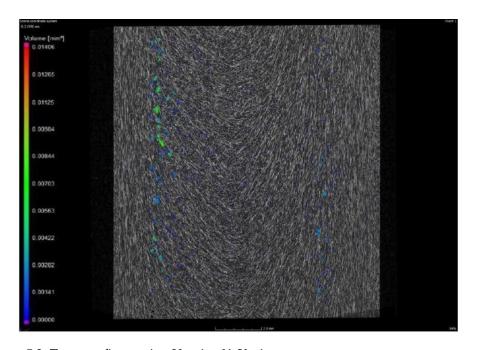


Figura 5.2. Tomografia provino Vergine X. Kecira

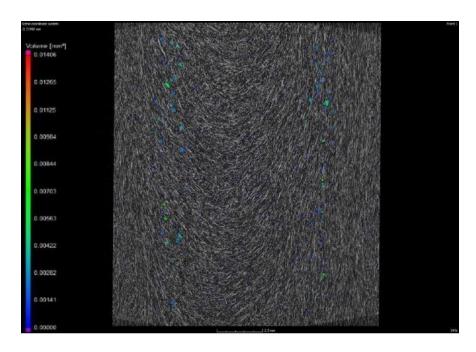


Figura 5.3. Tomografia provino Ibrido X. Kecira

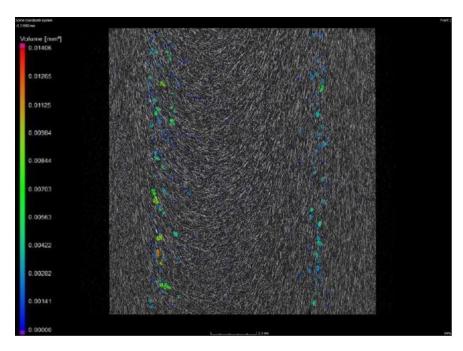


Figura 5.4. Tomografia provino Riciclato X. Kecira

Si può notare come le porosità tendano ad aumentare con il contenuto di materiale riciclato all'interno del provino e la zona in cui si formano sia sempre la stessa. [15] Analizzando meglio le immagini, si osserva che i vuoti sono presenti in tutte e tre le tipologie di provini, quindi si potrebbe supporre che la loro presenza è indipendente dal contenuto di riciclato, ma la quantità di porosità cresce con il contenuto di materiale riciclato, molto probabilmente, perché la sua presenza influenza l'omogeneità del provino. Questo aspetto verrà studiato più attentamente in seguito. Un aspetto molto importante è la posizione dei vuoti all'interno dei provini, dalle Figura 5.2, Figura 5.3, Figura 5.4 si osserva che essi si posizionano fra lo strato di pelle, ossia la parte più esterna del campione, e il cuore, cioè la parte centrale, dove le fibre iniziano a cambiare direzione. Infatti, l'orientazione di queste ultime è diversa, se si guarda la faccia frontale del provino, perché si dispongono parallele alla direzione del flusso di iniezione nel *shell layer*, e poi tendono ad orientarsi ortogonalmente alla direzione del flusso nel *core layer*; come messo in evidenza nelle Figura 5.2, Figura 5.3, Figura 5.4.

Si ricorda che, nello stampaggio a iniezione, in prossimità della parete dello stampo, lo *shear rate* assume il valore massimo, le fibre sono, quindi, molto orientate. Al centro lo *shear rate* è nullo ed esse sono disposte random, e per effetto del flusso a fontana tendono a disporsi perpendicolarmente alle fibre presenti nello strato più esterno, Figura 5.5. L'andamento dello *shear rate*, all'interno dello stampo, permette di capire la distribuzione delle fibre e delle particelle di polimero nel caso di un materiale non rinforzato.

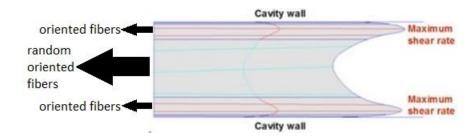


Figura 5.5. Andamento dello shear rate all'interno dello stampo

La presenza dei vuoti in quella determinata zona non è del tutto chiara. Come è stato rappresentato nel diagramma di Ishikawa, si può ipotizzare che si siano formati a causa di una scarsa deumidificazione del materiale, anche se si tratta di

polipropilene caricato con fibre di vetro corte, ed esso non tende ad assorbire l'umidità. Un'altra ipotesi potrebbe essere la presenza di aria intrappolata all'interno del fuso, la possibilità di trovare gas può verificarsi anche vicino alle pareti, come si evince dalla letteratura. Oppure si possono formare delle cavità di ritiro, conseguenza molto più probabile, dentro il componente, perché non è stato iniettato sufficiente polimero all'interno dello stampo (la fase di impaccamento non è stata eseguita in modo corretto). O ancora, il polimero, come scritto nel § 4.9 completata la fase di macinatura, non risulta più omogeneo e nella successiva operazione, quella di stampaggio ad iniezione, il fuso presenta tracce di altre impurità.

Per capire al meglio la formazione di questi vuoti si eseguiranno varie prove. Nella prima si seguirà, il metodo di calcolo della densità dei campioni di provino, stampati con le stesse condizioni di processo di quelli ottenuti da Xhenario Kecira. Si farà riferimento all'esperimento di Archimede, e si vedrà, infine, che questa strada non sarà percorribile. Successivamente si procederà con una lucidatura meccanica dei provini e si andranno ad ottenere, prima al microscopio ottico e poi al profilometro, delle immagini contenenti i vuoti nei diversi piani di sezione.

## 5.1 Calcolo della densità apparente attraverso l'esperimento di Archimede

Si è voluto determinare la variazione di densità dei provini Vergine e Riciclato, stampati con i medesimi parametri di processo della tesi precedente, e valutare, se possibile, eventuali variazioni in questo valore.

Sono state tagliate con un seghetto le teste dei provini e mantenute solo le zone calibrate, cioè la zona avente larghezza 15 mm, questa operazione è stata eseguita in modo da averne tre per i provini Vergini e tre per quelli Riciclati. In seguito, questa porzione è stata suddivisa in altri tre pezzi più piccoli, aventi circa la stessa lunghezza. Alla fine, si sono ottenuti nove campioni di materiale Vergine e nove di Riciclato pronti per essere pesati.

Gli strumenti utilizzati per questa prova sono:

- Bilancia elettronica avente sensibilità di 0,0001 g;
- Becher riempito con acqua distillata;
- Pinzetta per afferrare i campioni;

### <u>CAPITOLO 5 – Provini di Kecira analizzati nella tesi attuale</u>

 Semisfera forata che permette di contenere i campioni, immersa completamente in acqua distillata e agganciata ad un supporto montato sulla bilancia.

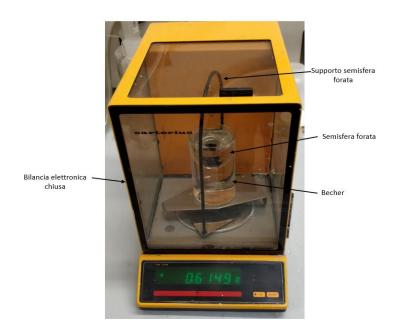


Figura 5.6. Apparato usato per il calcolo della densità dei campioni

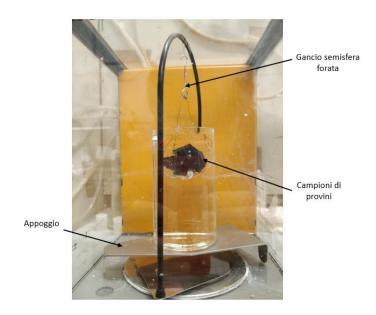


Figura 5.7. Sistema di aggancio della semisfera forata

### <u>CAPITOLO 5 – Provini di Kecira analizzati nella tesi attuale</u>

È stato replicato l'esperimento di Archimede andando a riempire il becher con acqua distillata (densità pari a  $1 g/cm^3$ ) e poi posizionandolo sopra la bilancia. All'interno di questo contenitore è stata inserita la semisfera forata e collegata con un piccolo gancio ad un supporto, come mostrato in Figura 5.7. Dopodiché si è preso un campione di materiale Vergine con la pinzetta e lo si è posto sopra il piatto della bilancia, in questo modo si è misurata la massa esterna, ossia in aria. Prima di inserire lo stesso campione in acqua sulla semisfera forata, ottenendo così la massa misurata interna al recipiente, si è atteso qualche secondo che il valore espresso dalla bilancia fosse zero con accanto la lettera g. Quando si pesava il campione successivo è stato premuto il pulsante "tara", in questo modo si azzerava la bilancia e si ripartiva con la prova, senza togliere il pezzo già presente all'interno della semisfera forata. La procedura è stata seguita con tutti i campioni dei provini Vergini, facendo attenzione che la semisfera forata non toccasse le pareti del becher. Poi sono stati tolti questi campioni e si sono pesati quelli dei provini Riciclati, sempre seguendo lo stesso procedimento. Alla fine della prova si era in possesso di due parametri, la massa esterna e quella interna al recipiente che indicherò rispettivamente con m e m'; si riportano quindi, i valori per i campioni delle due tipologie di provini.

Tabella 5.3. Massa rilevata in aria e in acqua dei vari campioni di materiale vergine

	VERGINE	
Campioni	m [g]	m' [g]
Campione 1	0,5727	0,0681
Campione 2	0,7424	0,0797
Campione 3	0,6596	0,0722
Campione 4	0,6149	0,0728
Campione 5	0,8284	0,0948
Campione 6	0,4792	0,057
Campione 7	0,5839	0,0659
Campione 8	0,7116	0,0821
Campione 9	0,7379	0,0848

	RICICLATO	
Campioni	m [g]	m' [g]
Campione 1	0,5777	0,0664
Campione 2	0,6129	0,0678
Campione 3	0,6517	0,0757
Campione 4	0,5363	0,065
Campione 5	0,6304	0,0735
Campione 6	0,6295	0,0742
Campione 7	0,7486	0,0874
Campione 8	0,6255	0,0779
I		

Tabella 5.4. Massa rilevata in aria e in acqua dei vari campioni di materiale 100% riciclato

Per il calcolo della densità è stata usata la seguente relazione:

0,6313

$$\rho_{app} = \rho_{fluido} \cdot \frac{m}{m - m'} \tag{5.1}$$

0,0754

in cui  $\rho_{fluido}$  è la densità del fluido in cui è immerso il campione, mentre  $\rho_{app}$  corrisponde alla densità apparente, la quale si ricava a partire dalla seguente formula:

$$\rho_{app} = \frac{m}{V_{app}} \tag{5.2}$$

 $V_{app}$  è il volume apparente pari a:

Campione 9

$$V_{app} = V_{geometrico} - V_{porosità\ aperte}$$
 (5.3)

il  $V_{geometrico}$  è il volume del campione privo di vuoti, mentre  $V_{porosità\ aperte}$  è quello, sempre del campione, considerando anche i vuoti sulla superficie esterna, che si ottiene quando un fluido bagna il pezzo.

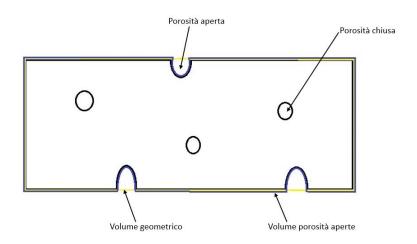


Figura 5.8. Schematizzazione di un campione di provino in cui si evidenzia la differenza fra volume geometrico e volume con le porosità aperte

Si riportano i valori della densità apparente per ogni campione e in seguito il valor medio, prima del provino Vergine e poi di quello Riciclato. Si evidenzierà che la prova seguita per la determinazione della massa dei campioni e poi il calcolo della densità non è sufficiente per capire il problema dei vuoti, poiché non si hanno variazioni apprezzabili di tale valore tra i provini Vergini e quelli Riciclati.

Tabella 5.5. Valore della densità apparente nel caso dei provini Vergini

Campioni	Densità apparente provino VERGINE [g/cm³]
Campione 1	1,1350
Campione 2	1,1203
Campione 3	1,1229
Campione 4	1,1343
Campione 5	1,1292
Campione 6	1,1350
Campione 7	1,1272
Campione 8	1,1304
Campione 9	1,1298

Il valor medio della densità nel caso dei provini Vergini è:

$$\rho_{app\_valor\ medio} = 1,1293\ g/cm^3 \tag{5.3}$$

## CAPITOLO 5 – Provini di Kecira analizzati nella tesi attuale

Tabella 5.6. Valore della densità apparente nel caso dei provini Riciclati

Campioni	Densità apparente provino RICICLATO [g/cm³]
Campione 1	1,1299
Campione 2	1,1244
Campione 3	1,1314
Campione 4	1,1379
Campione 5	1,1320
Campione 6	1,1336
Campione 7	1,1322
Campione 8	1,1423
Campione 9	1,1356

Il valor medio della densità nel caso dei provini Riciclati è:

$$\rho_{app\_valor\ medio} = 1{,}1332\ g/cm^3 \tag{5.4}$$

Si nota che nel caso dei provini Riciclati la densità apparente è maggiore di quella determinata con i provini Vergini. Per cui si procederà con la lucidatura meccanica degli stessi campioni utilizzati nella prova di Archimede.

## 5.2 Lucidatura meccanica dei provini

Alcuni campioni dei provini Vergine e Riciclato, i quali sono stati impiegati nel calcolo della densità apparente, sono stati lucidati meccanicamente con una pulitrice e levigatrice, una FORCIPOL 1V, presente in laboratorio TE.SI. a Rovigo. La macchina presenta un piatto rotante magnetico su cui andranno posizionati dei dischi in acciaio, e su di essi vengono incollate, prima, delle carte abrasive con grana p180, utilizzata principalmente per la sgrossatura, p600, p800 e infine p1000 per la finitura.



Figura 5.9. Pulitrice e levigatrice FORCIPOL 1V

Questi campioni sono stati lucidati su diversi piani di sezione, quello ortogonale alla lunghezza del provino Figura 5.10, parallelo alla lunghezza del provino a circa 2 mm dal bordo esterno Figura 5.11a e a metà provino Figura 5.11b, in corrispondenza della zona calibrata (a larghezza costante e pari a circa 15 mm), così da evidenziare al meglio i vuoti all'interno dei campioni in esame. Infatti, nelle immagini ricavate al tomografo, la maggior presenza di porosità si riscontra vicino alle due facce laterali del provino, quindi eseguendo una sezione come in Figura 5.11a si dovrebbero rilevare numerosi vuoti. È stata eseguita anche una sezione a metà, Figura 5.11b, per avere una comparazione con le immagini al tomografo, in questa zona non si dovrebbero vedere le porosità e infine una ortogonale alla lunghezza del provino, in modo da osservare l'andamento dei vuoti da una faccia all'altra della zona calibrata.

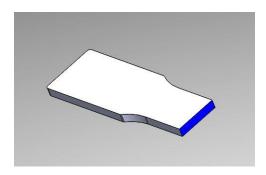


Figura 5.11. Sezione ortogonale alla lunghezza del provino

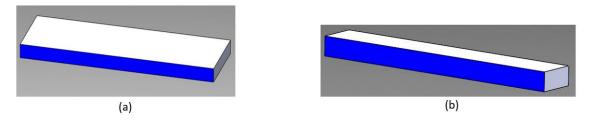


Figura 5.10. Sezione parallela alla lunghezza del provino a 2 mm dal bordo esterno (a), Sezione parallela alla lunghezza del provino a metà (b)

Il piatto della levigatrice viene fatto ruotare ad un numero di giri pari a 150 giri/min, inoltre si utilizza anche dell'acqua, uscente dal rubinetto della macchina, come lubrificante. Per compiere la prova nel miglior modo possibile si dovrebbe inglobare ogni campione, in questo modo si riuscirebbe a facilitare la presa e si limiterebbero gli effetti di bordo. Non è stato però possibile utilizzarla, poiché si innalzava troppo la temperatura sulla faccia da lavorare, rischiando di arrivare molto prossimi, se non superare, la temperatura di transizione vetrosa del materiale, si ricorda che la matrice è di polipropilene. Per cui i provini, durante la lucidatura, sono stati bloccati manualmente e si è cercato di mantenere la faccia in lavorazione parallela al disco.

# 5.3 Osservazione delle immagini al microscopio ottico

Dopo aver eseguito la lucidatura dei campioni di provino Vergine e Riciclato in tutte e tre le sezioni, si procede con l'osservazione delle facce lavorate al microscopio ottico.

## CAPITOLO 5 – Provini di Kecira analizzati nella tesi attuale

Innanzitutto, viene esaminata la sezione ortogonale di ogni campione Vergine e poi Riciclato. Si riportano delle porzioni di immagini della faccia di riferimento, in cui si evidenziano delle incongruenze nella matrice. Ogni figura è stata ottenuta, andando ad impostare sul microscopio un ingrandimento pari a x4.

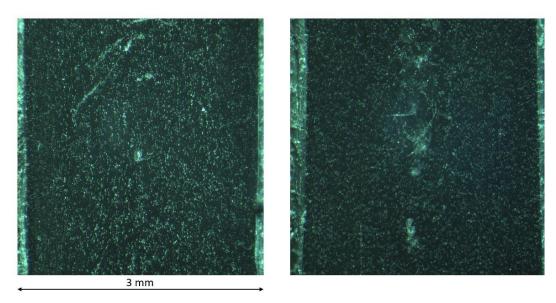


Figura 5.12. Campione di provino Vergine, sezione ortogonale alla lunghezza del provino

Si nota in Figura 5.12 che la matrice tende a sbiancarsi verso la metà dello spessore del provino, cioè a metà di 3 mm, e la presenza di punti bianchi, molto più grandi del diametro delle fibre di vetro. Lo schiarimento della matrice non è chiaro, potrebbe essere dovuto, in prima approssimazione, ad una riduzione dell'aderenza all'interfaccia tra fibra e matrice; mentre i punti bianchi potrebbero corrispondere a dei vuoti.

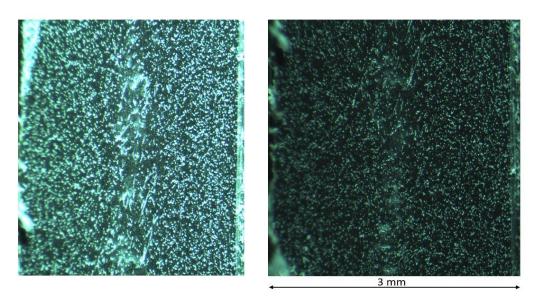


Figura 5.13. Campione di provino Riciclato, sezione ortogonale alla lunghezza del provino

La stessa cosa viene riscontrata anche nei campioni di provino Riciclato, ossia schiarimento della matrice a metà dello spessore e presenza di punti bianchi. Come detto poco fa, non si può ancora dire nulla riguardo questo problema, si osserveranno, perciò, le altre due sezioni parallele alla lunghezza del provino, per i campioni di materiale Vergine e Riciclato.

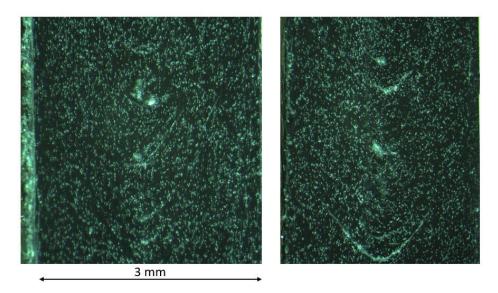


Figura 5.14. Campione di provino Vergine, sezione parallela alla lunghezza del provino e a metà provino

Dalla Figura 5.14 si vede che i punti bianchi sono presenti anche a metà provino, però non si riescono ancora identificare.

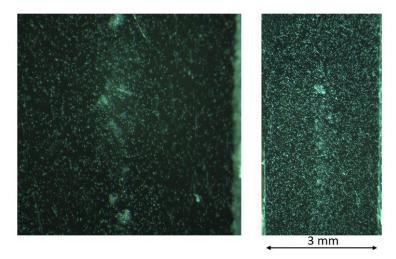


Figura 5.15. Campione di provino Riciclato, sezione parallela alla lunghezza del provino e a metà provino

Nella Figura 5.15, in cui si mostra la sezione di provino Riciclato, si nota come i punti bianchi non sembrano aumentare rispetto alla Figura 5.14, riferita al provino Vergine. Si osserverà che lungo la sezione mediana, per entrambi i provini, le zone chiare sono in minore quantità in confronto al piano di piano di sezione parallelo al primo.

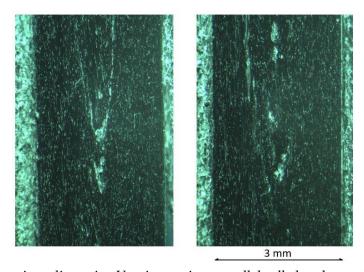


Figura 5.16. Campione di provino Vergine, sezione parallela alla lunghezza del provino e a 2 mm dal bordo esterno

Invece lungo il piano di sezione vicino al bordo esterno, Figura 5.16, è maggiore la numerosità di punti bianchi, come ci si aspettava dalle immagini ricavate al tomografo della tesi precedente. Comunque, la loro formazione e presenza all'interno dei provini risulta ancora ignota.

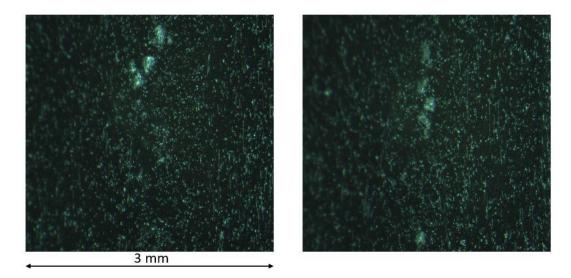


Figura 5.17. Campione di provino Riciclato, sezione parallela alla lunghezza del provino e a 2 mm dal bordo esterno

Infine, in Figura 5.17, sono ancora presenti le zone bianche. Si potrebbe pensare, semplicemente confrontando le ultime due immagini, che in quest'ultimo caso la loro quantità sia minore, in realtà non è così, si è solo fatto un ingrandimento nella porzione di faccia in cui si vedevano le macchie chiare.

Purtroppo, queste figure non riescono a spiegare per bene se i punti bianchi siano effettivamente delle porosità o altre cose, come la presenza di altro materiale all'interno del provino (ipotesi che potrebbe essere valida solo nel caso dei provini Riciclati e Ibridi, perché contengono materiale riciclato da una macinatrice, ed essa potrebbe non essere stata pulita a sufficienza, invece si vedono anche nei provini Vergini, i quali sono ottenuti direttamente da pellet vergine). Per cui si utilizzerà il profilometro presente in laboratorio TE.SI. a Rovigo.

## 5.4 Analisi delle immagini al profilometro

Il profilometro utilizzato è il modello SENSOFAR S NEOX, un profilometro ottico 3D con obiettivi Nikon, in grado di acquisire il profilo 3D della superficie in esame senza il contatto tra lo strumento e il campione, Figura 5.18.



Figura 5.18. Profilometro ottico 3D SENSOFAR S NEOX

La profilometria ottica 3D è una tecnica consolidata per la metrologia a non contatto delle superfici. Grazie alla velocità di acquisizione delle immagini, la semplicità di utilizzo, l'ampio campo di visione, il profilometro ottico 3D è lo strumento ideale per l'analisi veloce e ad alta risoluzione della topografia di ottiche, rivestimenti, componenti meccanici, wafer di silicio, ceramiche, celle solari, MEMS e altro ancora. Le misure tipiche che un profilometro ottico 3D può eseguire sono rugosità superficiale, forma, gradini, profili, dimensioni critiche, spessore, volume e in genere qualsiasi misura dimensionale.

Con questo strumento è possibile ottenere una risoluzione verticale su scala nanometrica o sub-nanometrica e una risoluzione laterale (dipendente dall'obiettivo) sub-micrometrica.

Utilizzare la modalità confocale e quella interferometrica amplia ancor più il campo di applicazioni, consentendo per esempio l'analisi su superfici piatte (interferometria VSI e PSI), su superfici rugose (confocale) con possibilità di misurare gradini e pareti con inclinazione prossima ai 70°. L'utilizzo di una tavola motorizzata unita al software di stitching, consente l'ottenimento di immagini a mosaico in modo totalmente automatico con range di scansione finale molto più grande di quella del campo visivo del singolo obiettivo. [16]

Attraverso questo strumento sono state analizzate le superfici precedentemente osservate al microscopio ottico, così da capire meglio se i punti bianchi fossero effettivamente dei vuoti. Le figure con le sezioni ortogonali alla lunghezza del provino non vengono inserite, perché non è stata individuata alcuna porosità. Si riportano qui sotto le immagini delle superfici dei provini Vergine e Riciclato in cui erano presenti alcuni vuoti.

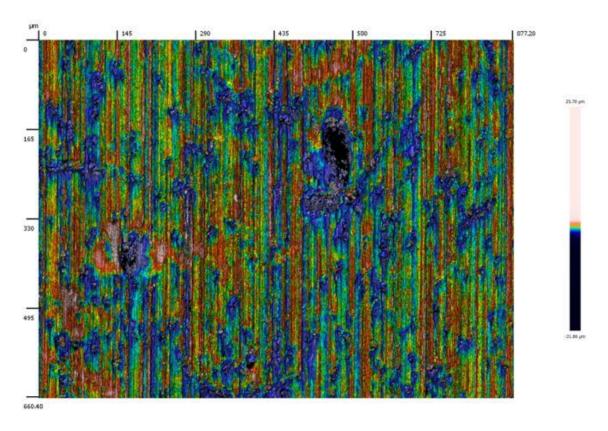


Figura 5.19. Immagine al profilometro. Presenza di vuoto su campione di provino Vergine, sezione parallela alla lunghezza del provino e a metà provino

In Figura 5.19 si vedono due macchie nere di dimensioni diverse, che possono essere associate a due vuoti, poiché il profilometro rileva una parete con pendenza quasi verticale e una profondità di circa  $22 \mu m$ . Si deve sapere che in corrispondenza della sezione a metà provino si osservano poche porosità, molto meno dei punti bianchi che erano stati notati al microscopio ottico. Quindi, probabilmente, solo alcuni di questi punti coincidono con dei vuoti.

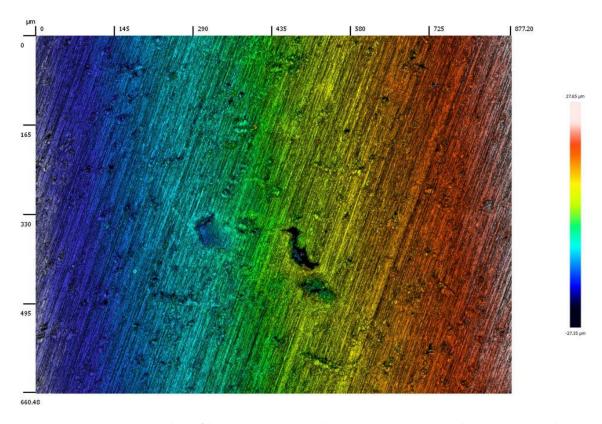


Figura 5.20. Immagine al profilometro. Presenza di vuoto su campione di provino Riciclato, sezione parallela alla lunghezza del provino e a metà provino

In Figura 5.20 si osservano due vuoti, anche se uno di essi è meno chiaro, poiché presenta una profondità minore. In corrispondenza della zona nera dell'immagine, ossia proprio all'interno della porosità, la profondità rilevata è di circa  $27 \, \mu m$ , mentre la dimensione è inferiore rispetto ai vuoti analizzati nella Figura 5.19, che rappresenta una porzione di sezione di provino Vergine. Anche in questo caso il numero di porosità osservate al profilometro sono inferiori ai punti bianchi visti al microscopio.

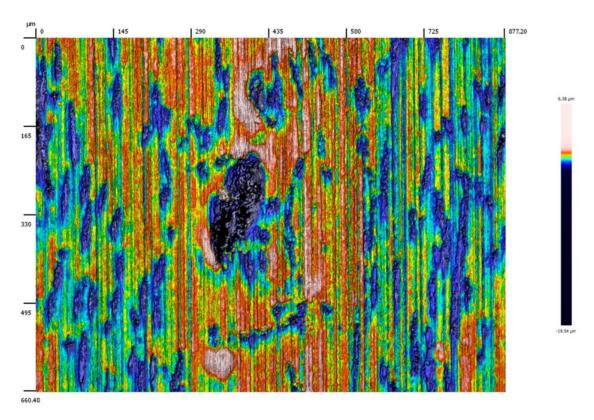


Figura 5.21. Immagine al profilometro. Presenza di vuoto su campione di provino Vergine, sezione parallela alla lunghezza del provino e a 2 mm dal bordo esterno

In Figura 5.21 viene raffigurata una porzione di sezione di provino Vergine a circa 2 mm dal bordo esterno; si vede come la dimensione del vuoto sia notevolmente superiore a quelli presenti nelle immagini precedenti. Infatti, anche nella Figura 5.2 la maggior parte delle porosità e di dimensioni maggiori si evidenziavano vicino al bordo esterno dei provini e in modo simmetrico. La profondità rilevata dal profilometro è pari a circa  $19 \, \mu m$ , questo parametro non può essere confrontato con i valori di profondità degli altri vuoti presenti in altre sezioni, ma è utile per capire se si tratta realmente di un poro o di qualcos'altro. Come per le sezioni precedenti, anche in questo caso il numero di vuoti trovati è inferiore alla quantità di punti e macchie bianche osservati al microscopio e minore alle porosità presenti in Figura 5.2.

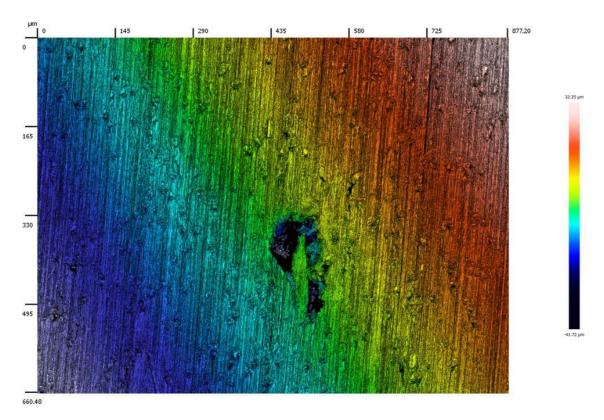


Figura 5.22. Immagine al profilometro. Presenza di vuoto su campione di provino Riciclato, sezione parallela alla lunghezza del provino e a 2 mm dal bordo esterno

Infine, nella Figura 5.22 si osserva un vuoto presente in una porzione di sezione, distante circa 2 mm dal bordo esterno, di un provino Riciclato. Il numero di porosità osservate in questa sezione è superiore rispetto al caso del provino Vergine, la cui porzione di sezione è mostrata in Figura 5.21. La profondità del vuoto è di circa  $41 \,\mu m$ , però anche in questo caso la loro numerosità è minore rispetto ai punti bianchi presenti nella Figura 5.17.

Quindi si può dedurre che non c'è una perfetta corrispondenza tra punti e macchie bianche viste al microscopio e vuoti rilevati al profilometro. Inoltre, ogni sezione analizzata era presente un numero di porosità inferiore alle immagini ottenute al tomografo. In quest'ultimo caso la presenza di meno pori è dovuta al fatto che essi sono disposti su piani di sezioni differenti, in media a 2 mm dal bordo esterno di ogni provino; si dovrebbero eseguire sezioni a distanza diversa per trovare molti più vuoti. Inoltre, la lucidatura può aver alterato la sezione oggetto di analisi per l'effetto

# <u>CAPITOLO 5 – Provini di Kecira analizzati nella tesi attuale</u>

abrasivo della carta, anche se l'acqua, usata come lubrificante, dovrebbe aver ridotto se non eliminato questo possibile problema.

## CAPITOLO 6 - PROVINI DELLA TESI ATTUALE

Nel § 4.9 è stato presentato il problema che si vuole ridurre e al limite eliminare, ossia lo scattering dei dati nella prova di fatica nel caso dei provini di materiale 100% riciclato. Si è visto nel § 5 che sono presenti delle porosità in tutte le tipologie di provini, ma anche se sono presenti vuoti all'interno dei provini Vergini, ci si concentrerà principalmente su quelli Riciclati, cercando di capire quali sono le cause che inducono il problema dello scattering. Infatti, non si ha alcuna correlazione tra vuoti e la variazione del numero di cicli a rottura a parità di carico che si nota nella Figura 4.1, poiché questo problema non è presente con i provini Vergini ed Ibridi. Si procede quindi, con l'eliminazione della fase di macinatura, che permetteva di ottenere pezzatura di materiale vergine pronto per essere stampato in provini Riciclati. Questa fase viene tolta, perché si pensa che venga macinato anche dello sporco, dal momento che la macchina veniva usata per tritare diversi materiali, perdendo, così, l'omogeneità del materiale una volta stampato in provini. Per cui si procede per un'altra via per ricavare la pezzatura di materiale vergine, cioè si decide di estrudere i pellet Vergini in un filo, attraverso un estrusore bi-vite co-rotante, successivamente verrà tagliato e si otterranno nuovamente dei pellet con una pellettatrice. Infine, essi verranno stampati e si produrranno i provini in materiale riciclato, in questo modo si cerca di migliorare l'omogeneità del materiale. I parametri di processo dello stampaggio ad iniezione, che inizialmente erano stati presi in causa, poiché si pensava fossero da modificare, alla fine vengono ritenuti coerenti e all'interno della finestra di stampaggio; quindi rimangono gli stessi, come è stato annunciato nel § 4.9. Andando ad inserire i pellet di materiale vergine nell'estrusore bi-vite co-rotante, si andrà inevitabilmente a ridurre la lunghezza della fibra presente all'interno della matrice polimerica. In questo modo si ridurrà anche la resistenza del materiale composito, ma alla fine si potrà confermare di aver escluso la presenza di sporco all'interno dei provini. In seguito, la loro resistenza verrà valutata con delle prove statiche.

È stato utilizzato un estrusore bi-vite co-rotante, ossia le due viti ruotano nello stesso verso, perché ha una elevata capacità di mescolamento ed è presente un ridotto contro-flusso, infatti viene usato come miscelatore, Figura 6.1. Il polimero passa da una vite ad un'altra seguendo una traiettoria a spirale (percorso tipo 8), così viene favorito il trafilamento, il quale induce degli sforzi elongazionali. [17]

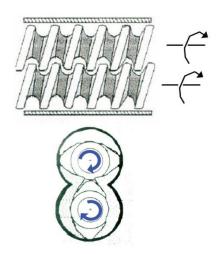


Figura 6.1. Estrusore bi-vite co-rotante

# 6.1 Procedura seguita per la loro realizzazione

Per ottenere i nuovi provini Riciclati e Ibridi si procede, innanzitutto, con l'estrusione dei pellet forniti dal produttore (LyondellBasell – il materiale è un Hostacom G3 R05, i dati tecnici sono illustrati in Figura 6.2) in un filo di polimero.

Caratteristiche Fisiche	Valore	Unitá	Norma del test
ISO Data			
Indice di fusione di volume, MVR	4	cm²/10min	ISO 1133
Temperatura	230	°C	
Carico	2.16	kg	-
Indice di Fluidità, MFI	4	g/10min	ISO 1133
Temperatura	230	°C	-
Carico	2.16	kg	
Proprietà Meccaniche	Valore	Unitá	Norma del test
ISO Data			
Modulo a trazione	7000	MPa	ISO 527
Carico unitario a rottura	98	MPa	ISO 527
Deformazione a rottura	3	%	ISO 527
Modulo a flessione, 23°C	7200	MPa	ISO 178
Resistenza all'urto Charpy, +23°C	50	kJ/m²	ISO 179/1eU
Resist. urto Charpy con intaglio, +23°C	11	kJ/m²	ISO 179/1eA
Resist. urto Charpy con intaglio, -30°C	8	kJ/m²	ISO 179/1eA
Proprietà Termiche	Valore	Unitá	Norma del test
ISO Data			
Temp.di inflessione sotto carico, 1.80 MPa	145	°C	ISO 75-1/-2
Temp.di inflessione sotto carico, 0.45 MPa	160	°C	ISO 75-1/-2
Temp.di rammollimento Vicat, B	138	°C	ISO 306
Altre Proprietà	Valore	Unitá	Norma del test
Massa volumica	1140	kg/m <sup>a</sup>	ISO 1183
Caratteristiche			
Processabilità e Forma di Forni Stampaggio ad Iniezione			
Forma fisica disponibile Pellet, Nero			
Caratteristiche Resistenza al scorrimento, Omopolimero			

Figura 6.2. Dati tecnici Hostacom G3 R05 105555 – PPGF30 [18]

Il processo di estrusione è avvenuto in un estrusore bi-vite, presente in laboratorio dell'Università di Padova, TE.SI., a Rovigo. Come è stato scritto nel § 6 si utilizza la macchina ponendo in rotazione le due viti nello stesso senso, ossia co-rotante, così viene facilitata la miscelazione del fuso polimerico, però si riduce allo stesso tempo la lunghezza della fibra. L'estrusore utilizzato è il *Thermo Scientific*<sup>TM</sup> HAAKE *Rheomex PTW 16 OS*, con diametro esterno delle viti di 16 mm e rapporto L/D = 40, le altre caratteristiche tecniche sono:

Tabella 6.1. Principali caratteristiche estrusore

Massima velocità della vite	1100 giri/min
Temperatura massima	450 °C
Pressione massima	100 bar
Coppia massima	130 Nm
Numero di resistenze sul cilindro	7

Dopodiché sono state collegate le termocoppie e il sensore di pressione sulla testa della macchina, in corrispondenza della matrice e la tramoggia. Prima di avviare l'estrusore è stata posizionata di fronte ad esso la vasca, riempita con dell'acqua, usata per raffreddare il filo di polimero estruso. In serie alla vasca è stata collocata la pellettatrice (una macchina con una ruota con dei denti affilati e rotante, in grado di tagliare in pezzi il filo uscente dall'estrusore) Figura 6.3.

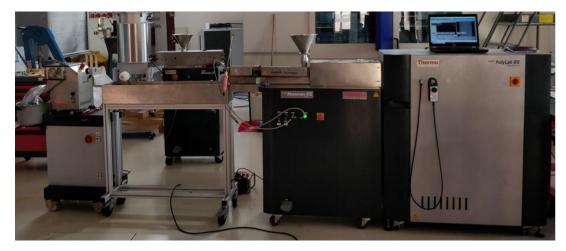


Figura 6.3. Sistema: pc (in alto a destra) – estrusore – vasca di raffreddamento – pellettatrice (a sinistra)

Con questo apparecchio si è in grado di ottenere pellet di lunghezze diverse, andando ad agire sulla rotella accanto; per la prova è stato deciso di avere pellet con lunghezza pari a quella massima consentita dalla macchina. L'altra manopola presente, era quella con cui si poteva variare la portata di pellet. L'obiettivo era di usare questo dispositivo in serie e in contemporanea con l'estrusore, così da realizzare un ciclo continuo, ma non è stato possibile, per cui è stato impiegato solo dopo aver ottenuto la quantità di filo desiderata. Poi è stato collegato il computer con all'interno il software *HAAKE PolySoft OS* per comandare l'estrusore e sono state imposte le temperature alle varie regioni del cilindro. Si riportano i valori in ordine dalla tramoggia alla testa dell'estrusore:

Tabella 6.2. Temperature delle varie zone dell'estrusore

TS1	100 °C
TS2	200 °C
TS3	200 °C
TS4	200 °C
TS5	220 °C
TS6	230 °C
TS7	250 °C
TS8	260 °C
TS9	270 °C
TS10	270 ° <i>C</i>

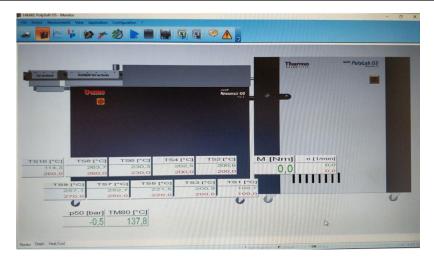


Figura 6.4. Software HAAKE PolySoft OS

La Figura 6.4 rappresenta la condizione in cui tutte le zone dell'estrusore hanno raggiunto le temperature desiderate tranne la TS10, poiché era rotta. Quindi sono state alzate le temperature delle ultime zone, in modo da compensare la perdita di una resistenza e avere una temperatura all'interno della matrice non troppo bassa. Dopo aver osservato che le temperature rimanessero stabili intorno ai valori stabiliti e dopo aver azzerato il sensore di pressione, con l'apposito comando sull'interfaccia software, si è immesso del pellet Vergine in tramoggia e si è avviata l'estrusore, applicando gradualmente un numero di giri crescente. In questo modo si è potuto mantenere la coppia al di sotto del valore limite. È stato possibile raggiungere una velocità di rotazione delle viti di circa 20 giri/min, sopra tale valore la coppia si avvicinava troppo al valore massimo e alle volte lo superava, facendo fermare l'estrusore. Il filo è stato fatto passare per qualche secondo in acqua, nella vasca di raffreddamento, e poi raccolto a lato della pellettatrice. La prima porzione di filo che usciva dall'estrusore è stata tagliata e poi scartata; la prova è iniziata qualche secondo dopo aver visto uscire dalla matrice il filo di colore nero. Dopo aver ottenuto una quantità sufficiente di filo è stata utilizzata la pellettatrice, come descritto poc'anzi, e si sono ottenuti i pellet; essi verranno utilizzati per ricavare i provini di materiale riciclato e ibrido. Prima di inserire i pellet nella tramoggia della pressa ad iniezione, sono stati deumidificati in un essiccatore per qualche ora, in modo da eliminare eventuali gocce d'acqua presenti, per via del raffreddamento del filo effettuato subito dopo l'estrusione. Successivamente è stata utilizzata la macchina di stampaggio ad iniezione, la Battenfeld® HM 110/525H/210S, presente in laboratorio TE.SI. a Rovigo ed utilizzata anche nella tesi di Xhenario Kecira, Figura 6.5.



Figura 6.5. Pressa di stampaggio ad iniezione Battenfeld® HM 110/525H/210S

La pressa è comandata da un impianto idraulico che permette di movimentare tutti gli organi: dai pistoni che aprono e chiudono le piastre dello stampo, al pistone che movimenta il carrello estrattori. L'unità di iniezione utilizzata, la 525, è composta da due estrusori, essa presenta cinque zone di riscaldamento del cilindro e la velocità di iniezione può essere incrementata mediante l'utilizzo di accumulatori idraulici. Il sistema di chiusura è interamente idraulico (sono presenti due cilindri idraulici connessi alla parte mobile) e dotato di colonne.

Prima di avviare il processo viene montato lo stesso stampo, a canali freddi (nella parte fissa è presente un circuito in cui scorre acqua, che ha la funzione di mantenere lo stampo alla temperatura desiderata, pari a 40 °C, e fissata dal termoregolatore), usato e progettato da X. Kecira e avente una singola cavità.

Dall'unità di controllo viene richimiato il programma, in cui sono presenti i parametri di processo utilizzati anche nella tesi precedente e prima di poter usare la macchina si aspetta che le temperature raggiungano quelle impostate. Dopodichè si inserisce il pellet di materiale riciclato all'interno della tramoggia e si eseguono 3 iniezioni a vuoto, allontanando l'ugello dallo stampo, cioè si spurga la vite da eventuali residui di polimero rimasti all'interno. Successivamente viene ravvicinato l'ugello allo stampo e si procede con la realizzazione dei provini; si impiega il setup di ciclo semiautomatico, cioè la macchina esegue in automatico le operazioni di chiusura stampo, iniezione del fuso all'interno della cavità, apertura stampo ed estrazione del pezzo. Per poter compiere la stampata successiva si deve premere nuovamente il pulsante di ciclo semiautomatico. I primi 10 provini stampati sono stati scartati, in questo modo si è cercato di ridurre ed eliminare qualsiasi fluttuazione che potrebbe esserci stata nel processo di stampaggio.



Figura 6.6. Provino ottenuto tramite stampaggio ad iniezione. Sono presenti anche lo sprue e il runner

In seguito sono stati realizzati 40 provini in materiale riciclato, ognuno di essi è stato catalogato con un numero che identifica la sequenza di uscita dei provini dalla pressa (numero 1 significa che è stato il primo provino ad essere stampato) e una lettera, R, che corrisponde alla tipologia di campione, ossia riciclato, Figura 6.7. La stessa procedura è stata seguita anche per le altre due tipologie di provini, quelli Ibridi e Vergini.

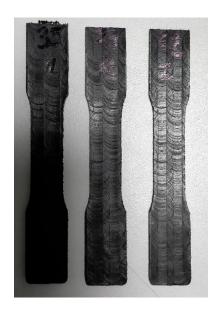


Figura 6.7. Provini Vergine n. 35 (a sinistra), Riciclato n. 27 e Ibrido n. 12 (a destra) catalogati con numero e lettera

Finito di stampare i 40 provini in materiale riciclato, è stato tolto il pellet residuo presente ancora nella tramoggia ed è stata spurgata la vite. Dopodiché sono stati versati i pellet '*Ibridi'* (sono stati mescolati i pellet di materiale vergine e quelli di materiale riciclato in quantità 75% e 25% rispettivamente, replicando il materiale ibrido della tesi precedente, per far questo è stata utilizzata una bilancia) in tramoggia e si è seguita la medesima procedura descritta in precedenza. Le stesse operazioni sono state svolte anche per il materiale vergine. Alla fine, sono stati prodotti 40 provini delle tre varietà di materiale.

# 6.2 Analisi delle superfici lucidate al profilometro

Dopo aver concluso lo stampaggio dei provini, due di essi sono stati analizzati al profilometro, uno Ibrido ed uno Riciclato. Non è stato studiato un provino Vergine, perché non sono state apportate delle modifiche al processo, e il pellet utilizzato è stato il medesimo della tesi precedente. Ai due campioni in esame quindi, sono state eliminate le teste e mantenuta solo la zona calibrata (di larghezza minore e a sezione costante). È stata eseguita la lucidatura meccanica, con la levigatrice FORCIPOL 1V, su un solo piano di sezione, quello parallelo alla lunghezza del provino a circa 2 mm dal bordo esterno, come in Figura 5.10a, perché risultano essere le più esaustive. Inoltre, è stata applicata la stessa procedura di lucidatura descritta nel § 5.2. Si riportano qui sotto le immagini ricavate delle superfici lucidate dei provini Ibrido

Si riportano qui sotto le immagini ricavate delle superfici lucidate dei provini Ibrido e Riciclato, ottenute al profilometro SENSOFAR S NEOX, in cui sono stati notati alcuni vuoti (le macchie nere presenti nelle figure). Si è eseguito uno stitching di larghezza pari alla dimensione del sensore e di lunghezza uguale alla dimensione del tratto calibrato dei provini. Il sensore del profilometro è stato posizionato a metà dello spessore dei campioni, come era stato fatto con i vecchi provini.

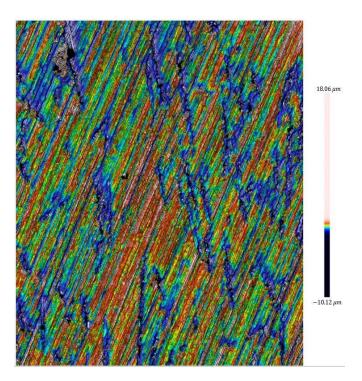


Figura 6.8. Immagine al profilometro. Presenza di piccoli vuoti su provino Ibrido, porzione della sezione parallela alla lunghezza del provino e a 2 mm dal bordo esterno

Nella Figura 6.8 si vedono delle macchie nere con dimensioni diverse fra loro. Vengono trascurate quelle che si trovano all'interno delle impronte prodotte dalle fibre di vetro, perché sono state prodotte nella fase di lucidatura della sezione in esame, ossia si sono generate con il distacco delle fibre. Le altre macchie nere possono essere considerate delle porosità. La massima profondità rilevata dal profilometro è di circa  $10 \ \mu m$ . Si nota come le zone nere siano di piccola estensione; solo una è più grande delle altre.

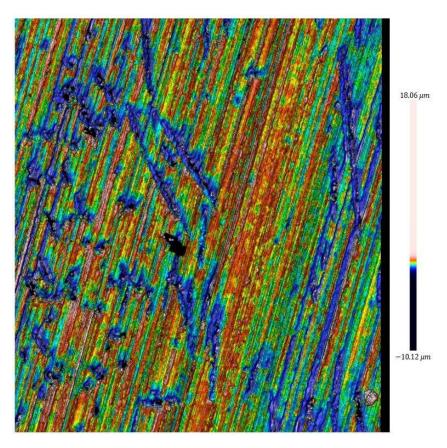


Figura 6.9. Immagine al profilometro. Presenza di vuoto su provino Ibrido, porzione della sezione parallela alla lunghezza del provino e a 2 mm dal bordo esterno

Nella Figura 6.9, che rappresenta un'altra porzione della sezione lucidata del provino Ibrido in esame, si notano delle zone nere simili alla Figura 6.8, con delle dimensioni analoghe, le quali possono essere associate a dei vuoti. Come nel caso precedente si ignorano le macchie nere sopra le impronte delle fibre, perché sono difetti prodotti dalla fase di lucidatura. Inoltre, al centro dell'immagine si vede

chiaramente una porosità più grande delle altre, la cui profondità è sempre pari a circa  $10 \ \mu m$ .

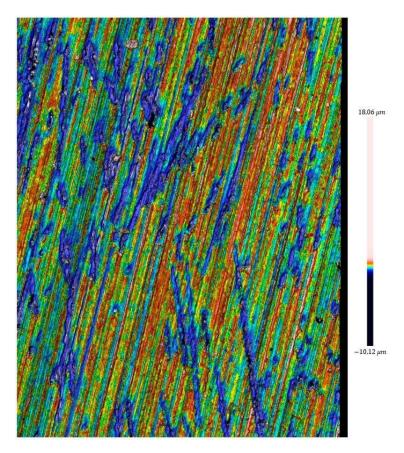


Figura 6.10. Immagine al profilometro. Presenza di vuoti su provino Ibrido, porzione della sezione parallela alla lunghezza del provino e a 2 mm dal bordo esterno

Mentre in Figura 6.10 si osserva come le macchie nere siano di dimensioni minori rispetto alle altre due immagini precedenti. Molto probabilmente il provino doveva essere scartavetrato di più, così da evidenziare maggiormente i vuoti. Si possono vedere, però, dei punti neri sparsi nell'immagine, assimilabili a delle porosità. Si ricorda che, dalla tomografia, la maggior parte dei vuoti si trovavano a circa 2 *mm* dal bordo esterno del provino, tuttavia nella fase di lucidatura c'è una notevole incertezza nel raggiungimento della quota di riferimento, poiché la lavorazione viene eseguita a mano.

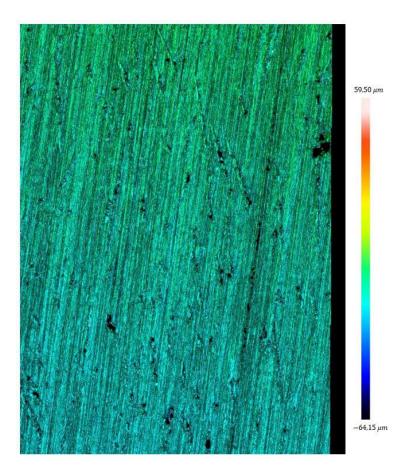


Figura 6.11. Immagine al profilometro. Presenza di piccoli vuoti su provino Riciclato, porzione della sezione parallela alla lunghezza del provino e a 2 mm dal bordo esterno

In Figura 6.11 viene riportata una porzione di stitching ottenuta da un provino Riciclato lucidato, la cui superficie analizzata si trova sempre a circa 2 mm dal bordo esterno. Dall'immagine si riescono ad evidenziare numerose macchie nere di piccole dimensioni, con profondità massima di circa 64  $\mu m$ . Si suppone che la maggior parte di loro corrispondano a delle porosità, infatti ce ne sono diverse, lontane dalle impronte delle fibre, che possono ritenersi tali, come il vuoto in alto a destra.

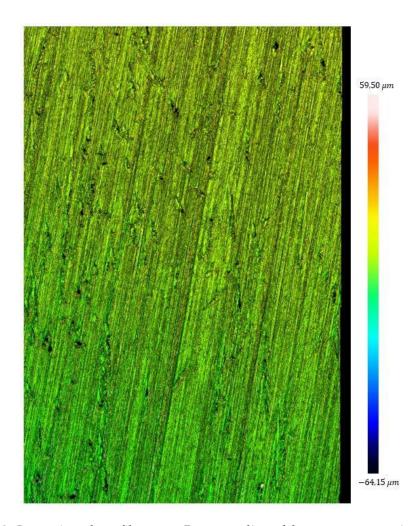


Figura 6.12. Immagine al profilometro. Presenza di qualche vuoto su provino Riciclato, porzione della sezione parallela alla lunghezza del provino e a 2 mm dal bordo esterno

La Figura 6.12 rappresenta la medesima superficie lucidata a cui appartiene anche la Figura 6.11 del provino Riciclato in prova. Si vedono alcune macchie molto piccole, che vengono associate a delle porzioni di porosità, e in numero minore rispetto alla Figura 6.11. Quindi si può dire che la quantità di vuoti lungo la superficie lucidata del provino non è uniforme, ma casuale. La profondità delle porosità rilevata dal profilometro rimane uguale a quella acquisita nella Figura 6.11.

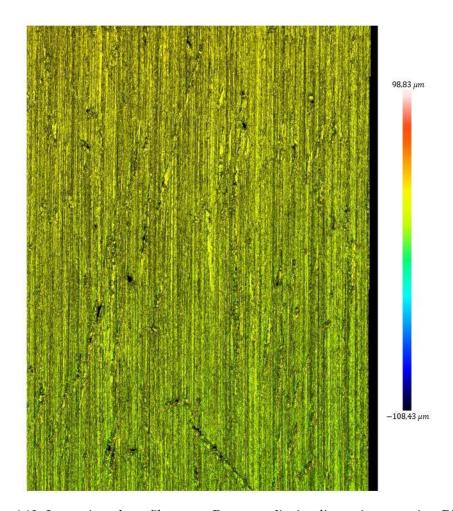


Figura 6.13. Immagine al profilometro. Presenza di piccoli vuoti su provino Riciclato, porzione della sezione parallela alla lunghezza del provino e a 2 mm dal bordo esterno

Infine, in Figura 6.13 si riporta un'altra porzione del provino Riciclato, in cui sono stati osservate altre macchie nere, simili alle immagini precedenti e che si ritiene siano dei vuoti. Come si è visto nelle Figura 6.11, Figura 6.12, anche in questa immagine le porosità sono di piccole dimensioni; l'unica differenza che si riscontra e la loro minore numerosità.

Osservando attentamente le figure in cui si mostrano delle porzioni di superficie del provino Riciclato, si può intuire che non si sono trovate porosità di grandi dimensioni, anzi il contrario. Si discuterà in modo più approfondito nel capitolo dedicato al confronto tra i vecchi e i nuovi provini.

## 6.3 Analisi dei provini alla tomografia computerizzata

La tecnica della tomografia computerizzata (TC) permette di dare un risultato a tre dimensioni, cioè informazioni di tipo volumetrico, dell'oggetto in prova. Questa tecnica di scansione è stata introdotta a partire dal 1971 dagli inglesi Godfrey Hounsfield e Allan MacLeod Cormack, in ambito prima medico e poi industriale. Essa consente di visualizzare sezioni del corpo in esame su piani paralleli alla direzione di propagazione della radiazione. Componendo le immagini tomografiche prese su piani diversi, posti a predefinite distanze, è possibile tramite particolari processi ricostruire un'immagine tridimensionale. La Tomografia Computerizzata rappresenta il risultato degli sviluppi innovativi della tecnologia di visualizzazione radiografica a raggi X. Il suo funzionamento si basa sul principio secondo il quale una radiazione, nell'attraversare un mezzo, subisce un'attenuazione della sua intensità proporzionale alla densità del materiale attraversato. I dati sono acquisiti attraverso una serie di scansioni eseguite a differenti inclinazioni e l'immagine finale è ricostruita con l'ausilio di un calcolatore. Pertanto, utilizzando tale tecnologia è possibile ottenere immagini delle sezioni interne di un corpo, esaminarne le caratteristiche, condurre ispezioni e identificare qualsiasi anomalia del materiale. Come qualsiasi altro sistema di ricostruzione d'immagine, essa non è in grado di duplicare perfettamente l'oggetto sottoposto alla scansione, per una serie di limiti dovuti alla risoluzione spaziale, alla presenza di rumore e alla possibile comparsa di artefatti, definiti come regioni in cui l'immagine è compromessa e non rispecchia pienamente l'aspetto reale. Tali inconvenienti, intrinseci nella tecnologia e rimovibili solo in parte tramite un adeguato post-processing, possono condurre a errate valutazioni durante l'analisi dei dati e vanno pertanto evitati, per quanto possibile. [19]

La tecnica di tomografia computerizzata è stata utilizzata per avere delle informazioni complete sulla presenza delle porosità all'interno dei provini (Vergine, Ibrido e Riciclato) e per confermare o smentire quanto osservato dalle immagini al profilometro. Inoltre, si potranno confrontare i nuovi dati acquisiti con quelli ricavati dalle scansioni ottenute durante il lavoro di tesi di X. Kecira. La macchina che ha eseguito le analisi sui provini è la Nikon Metrology X-Tek MCT225, presente nel laboratorio TE.SI. di Rovigo. Sono stati esaminati le 3 tipologie di campioni, per la precisione il provino n. 25 (per la classificazione dei provini si rimanda al § 6.1). Si

riportano le immagini della vista frontale dei provini Vergine, Ibrido, Riciclato, nelle Figura 6.14, Figura 6.15 e Figura 6.16 rispettivamente, in cui vengono evidenziate le porosità.

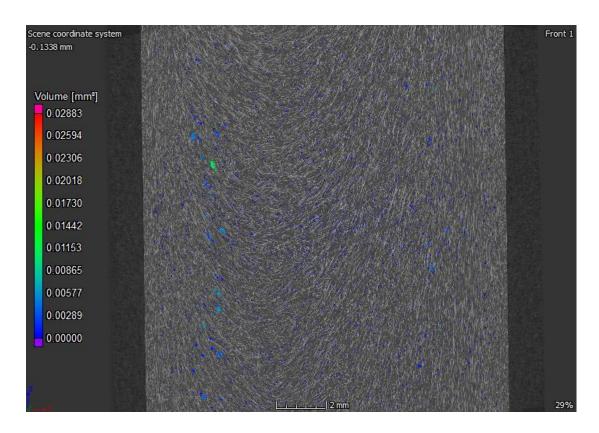


Figura 6.14. Tomografia provino Vergine n. 25. Le parti colorate corrispondono alle porosità

Si può vedere in Figura 6.14 che i vuoti di dimensioni maggiori, nel campione Vergine, sono presenti nella parte sinistra dell'immagine, sempre nella zona intermedia tra la pelle (skin layer) e il cuore (core layer). Quindi, dalla figura si può confermare quanto analizzato con il profilometro. Inoltre, ora è possibile passare da un'indagine qualitativa ad una quantitativa, poiché oltre alle immagini è disponibile il valore del volume occupato dai vuoti. Si riporteranno tali valori nel capitolo dedicato al confronto dei provini.

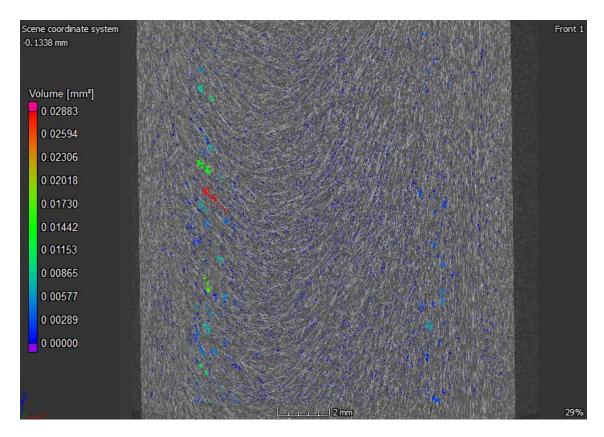


Figura 6.15. Tomografia provino Ibrido n. 25. Le parti colorate corrispondono alle porosità

L'analisi tomografica eseguita sul provino Ibrido, Figura 6.15, evidenzia una quantità di vuoti maggiore rispetto al Vergine, molto probabilmente a causa della presenza di materiale 'diverso' (Vergine e Riciclato) e di fibre con lunghezza molto differente tra loro. Si osserva che le porosità più rilevanti si sono formate sempre tra la pelle e il cuore del campione e lungo la stessa zona, ossia nella parte sinistra dell'immagine, dove il flusso è più sbilanciato.

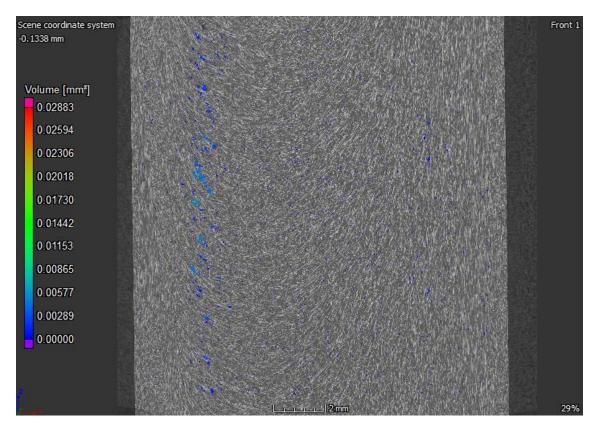


Figura 6.16. Tomografia provino Riciclato n. 25. Le parti colorate corrispondono alle porosità

In quest'ultima figura (Figura 6.16) è stata riportata la faccia frontale del provino Riciclato, da cui si evince che il numero di vuoti e la loro dimensione è notevolmente minore ai due campioni precedenti (Vergine ed Ibrido). La disposizione delle porosità è la medesima che si è visto nelle Figura 6.14 e Figura 6.15, cioè nella zona sinistra dell'immagine e tra lo skin layer e il core layer. Inoltre, si osserva che la lunghezza delle fibre è minore del provino Vergine, poiché il processo di estrusione, eseguito prima dello stampaggio ad iniezione, ha rotto le fibre.

In tutte e tre le immagini è possibile vedere con molta chiarezza il flusso a fontana, grazie alla disposizione delle fibre e uno sbilanciamento dello stesso verso sinistra (lo spessore dello skin layer è maggiore a destra delle Figura 6.14, Figura 6.15 e Figura 6.16). Si nota che la maggior parte dei vuoti, in tutti i provini esaminati, sono disposti nella parte sinistra delle immagini, più precisamente dove lo spessore dello skin layer è minore.

## 6.4 Caratterizzazione reologica del materiale vergine e riprocessato

Per comprendere al meglio quanto visto finora nelle immagini alla tomografia computerizzata del paragrafo precedente, vengono eseguite delle prove di caratterizzazione reologica dei materiali vergine e riprocessato. Prima di descrivere come si è eseguita la prova e di analizzare i dati, si introdurrà il concetto di reologia. La reologia è la scienza che studia gli equilibri raggiunti nella materia che fluisce o si deforma per effetto di uno stato di sollecitazione. Oggi, la reologia si interessa del comportamento di fluidi complessi di ogni tipo. Per chiarire il ruolo e il campo di azione della reologia è bene riferirsi alle sue due principali applicazioni. La prima, tipicamente ingegneristica e tecnologica ruota intorno alle problematiche produttive: i fluidi complessi vanno "fabbricati" e le loro proprietà reologiche (viscosità, elasticità, effetti tempo dipendenti) sono centrali nella ingegnerizzazione del processo stesso. Uno degli obiettivi fondamentali della reologia dei polimeri è quello di misurare, modellare e prevedere la processabilità dei materiali complessi. Una seconda, più avanzata e recente applicazione della reologia è legata alla possibilità di utilizzarla, spesso in sinergia con altre metodologie sperimentali, per lo studio e la determinazione della microstruttura dei fluidi complessi. [20]

Scopo della reologia è quello di individuare e studiare il legame, determinato dalla microstruttura del materiale, tra le grandezze dinamiche (forze applicate) e quelle cinematiche (il moto o la deformazione) che esse determinano. Uno dei concetti fondamentali di questa scienza è quello di *deformazione*. I materiali reali, sottoposti all'azione di forze esterne, vengono deformati. Il tipo di deformazione e la sua entità dipendono (oltre che dalle forze applicate) dalla geometria, dalle dimensioni e dai confini dello spazio occupato dal materiale.

Il comportamento dei materiali risulta difficile da studiare nelle reali applicazioni. Proprio per questo motivo si cerca di ricreare in laboratorio situazioni di flusso cinematicamente semplici, che possano essere determinate con precisione e che siano facilmente controllabili. Quindi ci si riduce sempre a due condizioni di flusso fondamentali: quelle di *scorrimento* (due superfici di materiale che si muovono scorrendo le une rispetto alle altre) e quelle *elongazionali* (un elemento di fluido è sottoposto ad un allungamento o ad una contrazione). I flussi di scorrimento più utilizzati sono quelli nei quali le superfici di scorrimento sono costituite da piani paralleli traslanti, rotanti o da cilindri concentrici.

Un parametro molto importante, che sarà oggetto di analisi in questo paragrafo è la viscosità ( $\eta$  rappresenta la resistenza al moto di un fluido), definita come il rapporto tra le grandezze dinamiche (sforzo tangenziale  $\tau$ ) e le grandezze cinematiche (gradiente di scorrimento  $\dot{\gamma}$ ). I fluidi Newtoniani sono rappresentati dalla seguente equazione:

$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma} \tag{6.1}$$

La rappresentazione grafica della (6.1), ossia il diagramma sforzo in funzione del gradiente di velocità, prende il nome di *curva di flusso*, ed è una linea retta, la viscosità dipende solo dalla temperatura. Invece, negli altri casi il fluido viene detto *non Newtoniano*. Questo accade quando il legame tra sforzo di taglio e gradiente di scorrimento non è più lineare, per cui il viene scritto come:

$$\tau = \eta(\dot{\gamma}) \cdot \dot{\gamma} \tag{6.2}$$

la viscosità non è più costante, ma funzione del gradiente di velocità. I comportamenti non Newtoniani fondamentali possono essere ricondotti a due tipologie diverse. La prima categoria è quella dei fluidi *pseudo-plastici* (in inglese *shear thinning* – hanno questo comportamento i materiali polimerici), la seconda è quella dei fluidi *dilatanti* (in inglese *shear thickenig*).

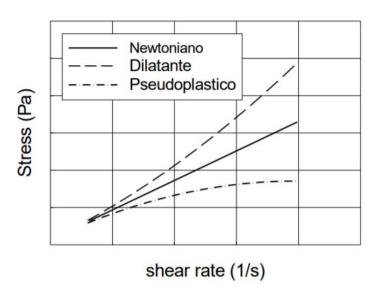


Figura 6.17. Fluidi Newtoniano, Dilatante e Pseudoplastico

Come scritto all'inizio del paragrafo, si eseguono delle prove di viscosità, a partire dai pellets dei due materiali (vergine e riciclato). Lo scopo è quello di capire se effettivamente il materiale riprocessato presenta una viscosità minore, rispetto a quello vergine e quindi riesce a riempire in modo migliore la cavità dello stampo. Infatti, si è visto nella Figura 6.16 che la quantità di porosità è minore di quella presente nella Figura 6.14. Si utilizza il reometro rotazionale TA Instruments ARES presente in laboratorio TE.SI. a Rovigo e viene impiegata la geometria a piatti paralleli rotanti, poiché si sta analizzando un polimero caricato con fibre. Prima di cominciare la prova, si porta in temperatura la camera stagna e si inseriscono i pellets sopra un piatto, utilizzando anche un anello contenitore. Dopodiché si abbassa il piatto superiore fino a raggiungere la posizione prefissata (gap), che nel caso di materiali caricati fibra è di 1 mm. Poi si toglie l'anello, si elimina il materiale in eccesso, fuoriuscito dai due piatti e si aspetta che la temperatura all'interno della camera ritorni al valore preimpostato. Infine, si avvia la prova. Va ricordato che l'impiego del reometro rotazionale permette di esaminare la viscosità del polimero a bassi shear rate, mentre all'interno della cavità dello stampo (nello stampaggio ad iniezione) si hanno elevati shear rate. Comunque si può capire, anche solo con una porzione di curva, l'andamento della viscosità dei due materiali.

Le analisi sono state effettuate a due temperature diverse, la prima a 240 °C, mentre la seconda a 260 °C.

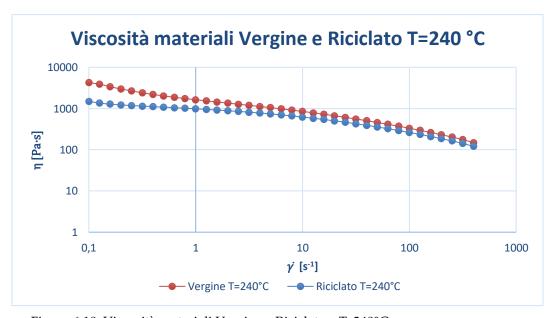


Figura 6.18. Viscosità materiali Vergine e Riciclato a T=240°C

Si osserva già da subito che la viscosità a  $T = 240 \, ^{\circ}C$  è più bassa nel caso del materiale riprocessato, soprattutto a bassissimi shear rate, mentre se questi ultimi aumentano le due curve risultano più vicine.

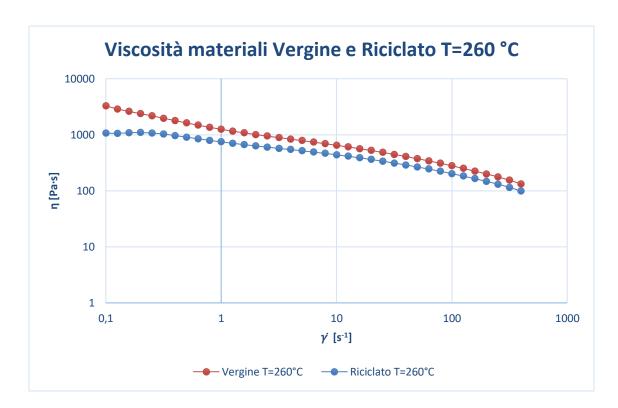


Figura 6.19. Viscosità materiali Vergine e Riciclato a T=260°C

Si nota che aumentando la temperatura la differenza di viscosità tra i due materiali aumenta. Nel caso del materiale riciclato scompare il picco ad inizio curva, tipico dei polimeri caricati fibra.

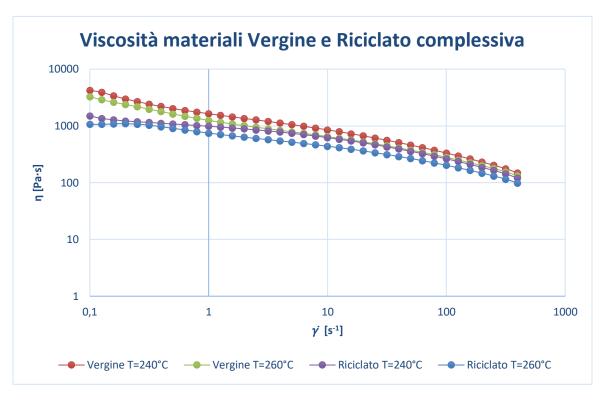


Figura 6.20. Viscosità materiali Vergine e Riciclato complessiva

Quindi si può concludere dicendo che il materiale riprocessato ha una viscosità minore di quello vergine. Questa diminuzione è imputabile alla riduzione della lunghezza delle fibre di vetro e all'abbassamento del peso molecolare (le macromolecole del materiale riciclato hanno subito un ulteriore accorciamento a causa del processo di estrusione). Pertanto, la minore viscosità permette di comprendere molto meglio la riduzione del numero e grandezza delle porosità nei provini Riciclati.

# 6.5 Misura della distribuzione di lunghezza delle fibre di rinforzo

Dalle immagini della porzione della superficie frontale dei provini, ottenute con la tecnica della tomografia computerizzata, si osserva una differente lunghezza tra le fibre del campione Vergine e quelle del provino riprocessato, mentre con quello Ibrido non si riesce a percepire questa diminuzione di lunghezza. Quindi si decide di effettuare la misura di lunghezza delle fibre di rinforzo per questi tre campioni. Per poterle misurare si è prima di tutto tagliata con il seghetto una porzione di

provino in corrispondenza del tratto calibrato. In seguito, si è bruciata la matrice, inserendo la porzione di provino all'interno di un forno, alla temperatura di 600 °C per circa 90 min, presente nel laboratorio TE.SI. di Rovigo. Dopodiché alcune fibre sono state poste, con una pinzetta, all'interno di un contenitore trasparente, che era stato precedentemente bagnato con un po' di etilene. Altro liquido è stato usato con una siringa per dividere nel miglior modo possibile le fibre tra di loro. Prima di poter eseguire le misurazioni delle lunghezze, si è dovuto aspettare che l'etilene evaporasse; per accelerare questa fase si è adoperato un piccolo fornello, impostato alla temperatura di circa 55 °C. Questa procedura è stata seguita per tutti i campioni di provino, Figura 6.21.

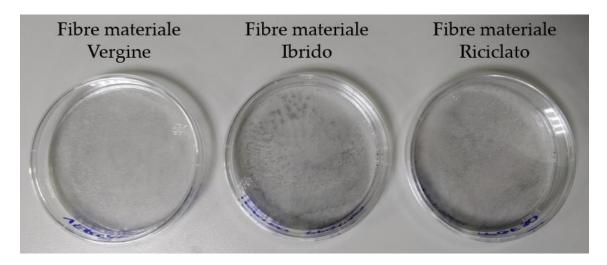


Figura 6.21. Contenitori con fibre di materiale Vergine a sinistra e Riciclato a destra

In seguito, si sono misurate le lunghezze delle fibre del materiale vergine, ibrido e poi di quello riprocessato, utilizzando la macchina di misura a coordinate per controlli dimensionali flessibili in produzione e sala metrologica presente in laboratorio di Rovigo, la *Werth VIDEOCHECK® S* Figura 6.22.



Figura 6.22. Macchina di misura a coordinate a collo di cigno, a sensore multiplo, da tavolo. Werth VIDEOCHECK® S

Per poter misurare correttamente la lunghezza delle fibre e il diametro di alcune di esse è stato utilizzato un ingrandimento di 10x. Si sono determinate le dimensioni di 600 fibre. Si ritiene che il numero di fibre valutate sia sufficiente per un'analisi statistica accurata. Poi si è determinata la distribuzione di lunghezza delle fibre (FLD) per ogni materiale Figura 6.23, Figura 6.24 e Figura 6.25, utilizzando un numero di classi pari a 24. La FLD può essere descritta da una funzione di distribuzione di probabilità di Weibull (3.33):

$$f(l|s,f) = \frac{f}{s} \left(\frac{l}{s}\right)^{f-1} e^{-(l/s)^f} \qquad (l > 0; \ s > 0; \ f > 0)$$
 (3.33)

in cui i parametri di scala e di forma sono rispettivamente s e f, si sono determinati tali coefficienti, mentre l corrisponde alla lunghezza di ogni fibra misurata.

Per riassumere le proprietà della FLD per ogni tipologia di materiale, si sono calcolati i valori di lunghezza media numerale e ponderale delle fibre. La lunghezza media numerale delle fibre è espressa dalla relazione (3.31), mentre la lunghezza media ponderale delle fibre è determinata con l'equazione (3.32), in quest'ultimo caso l'espressione è valida se le fibre hanno lo stesso diametro.

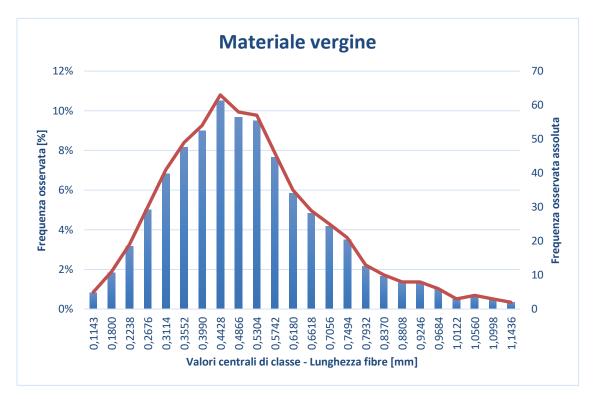


Figura 6.23. Distribuzione di lunghezza delle fibre materiale vergine

Adattando la funzione di distribuzione di probabilità di Weibull ai dati sperimentali del materiale vergine e utilizzando come riferimento la lunghezza media numerica si ottengono:

- s = 0.57069;
- f = 2,88349.



Figura 6.24. Distribuzione di lunghezza delle fibre materiale ibrido

Si adatta la funzione di distribuzione di probabilità di Weibull ai dati sperimentali del materiale ibrido (come si è fatto per il materiale vergine) e utilizzando come riferimento la lunghezza media numerica si ottengono:

- s = 0,55379;
- f = 2,63184.

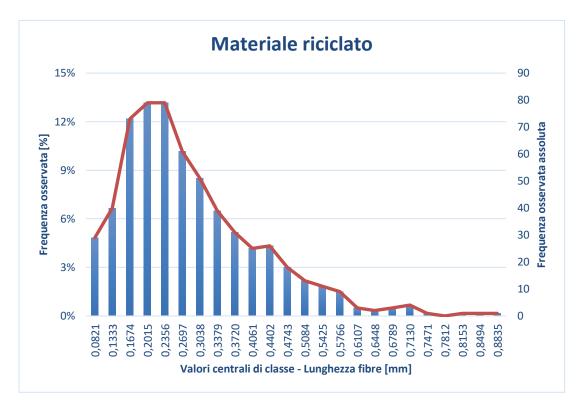


Figura 6.25. Distribuzione di lunghezza delle fibre materiale riciclato

Vengono calcolati i parametri *s* e *f* della densità di probabilità di Weibull anche per i dati sperimentali del materiale Riciclato (si utilizza come lunghezza media delle fibre quella numerale):

- s = 0.32163;
- f = 2,23238.

Infine, si determinano le lunghezze medie numerica e ponderale di tutti e tre i materiali, Tabella 6.3, Tabella 6.4 e Tabella 6.5.

Tabella 6.3. Lunghezze media numerica e ponderale del materiale vergine

#### MATERIALE VERGINE

Lunghezza media numerale [mm]	Lunghezza media ponderale [mm]
0,5088	0,5805

Tabella 6.4. Lunghezze media numerica e ponderale del materiale Ibrido

#### MATERIALE IBRIDO

Lunghezza media numerale [mm]	Lunghezza media ponderale [mm]
0,4921	0,5745

Tabella 6.5. Lunghezze media numerica e ponderale del materiale riciclato

#### MATERIALE RICICLATO

Lunghezza media numerale [mm]	Lunghezza media ponderale [mm]
0,2849	0,3484

Si può osservare dai dati presenti nelle tre tabelle che il materiale riprocessato ha una lunghezza media di fibra molto inferiore agli altri due materiali, mentre non si nota una sostanziale diminuzione della lunghezza media di fibra nell'ibrido. Questi dati rispecchiano quanto si è visto nelle immagini dei provini alla tomografia computerizzata.

# 6.6 Confronto tra i precedenti e gli attuali provini

In questo paragrafo si metteranno a confronto le immagini e i dati ottenuti al tomografo dei vecchi e nuovi provini, focalizzandosi in particolare sulle porosità e sul tensore di orientazione delle fibre lungo l'asse Z normalizzato sullo spessore del provino.

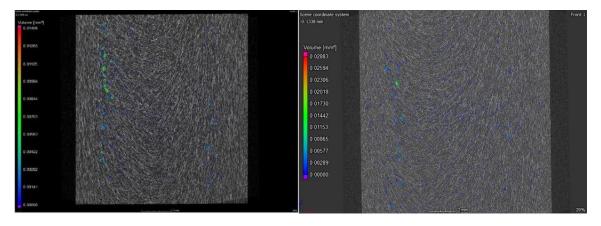


Figura 6.26. Confronto provini Vergini. A sinistra provino Vergine vecchio, a destra uno nuovo

In Figura 6.26 si mettono a confronto due immagini della vista frontale di provini Vergini; a sinistra un campione analizzato nella tesi precedente, mentre a destra uno esaminato in questo lavoro di tesi. Si può osservare che le porosità nel provino a destra sono ancora presenti e addirittura aumentate di numero/volume. Per un confronto più accurato si riporterà qui di seguito una tabella con i valori del volume di porosità rilevato alla tomografia computerizzata relativo a questi due campioni.

Tabella 6.6. Volume di porosità rilevata con il tomografo, materiale vergine

	Provino Vergine vecchio	Provino Vergine nuovo
Volume porosità	0,1181 %	0,4618 %

È stato calcolato il volume di porosità in percentuale rispetto al volume di provino analizzato in macchina, in questo modo si possono avere due dati confrontabili. Sono stati considerati solo i volumi di vuoto con valore superiore o uguale a 27 *voxels*, poiché al di sotto le porosità più piccole si confondono con il rumore della scansione. Un *voxel* (volumetric picture element) è un'unità di misura del volume, ed è la controparte tridimensionale del pixel (che rappresenta l'unità dell'area). Dal rapporto tra 0,4618/0,1181 si ottiene 3,91, cioè il volume di porosità presente nel provino Vergine nuovo è superiore di circa 4 volte a quello della controparte.

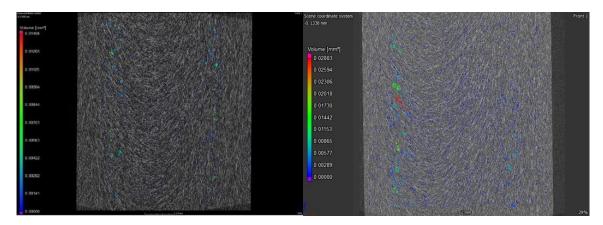


Figura 6.27. Confronto provini Ibridi. A sinistra provino Ibrido vecchio, a destra uno nuovo

Anche in Figura 6.27 si osserva un aumento delle porosità e del loro volume tra il vecchio e il nuovo provino Ibrido. Nell'immagine di destra si nota come la

grandezza dei vuoti sia superiore nella parte di sinistra. Si inseriscono nella seguente tabella i dati in percentuale del volume totale delle porosità dei campioni Ibridi.

Tabella 6.7. Volume di porosità rilevata con il tomografo, materiale ibrido

	Provino Ibrido vecchio	Provino Ibrido nuovo
Volume porosità	0,2435 %	0,9481 %

I dati sono stati analizzati in modo analogo ai provini Vergini, ossia si sono considerati i volumi di vuoto superiori o uguali a 27 *voxels*. I valori in Tabella 6.7 confermano ciò che si vede nella Figura 6.27, cioè che il campione nuovo presenta più porosità o porosità di dimensioni maggiori o entrambe. Eseguendo il rapporto tra 0,9481/0,2435 si ricava un valore pari a 3,89, quindi molto simile a quello ottenuto con i provini Vergini.

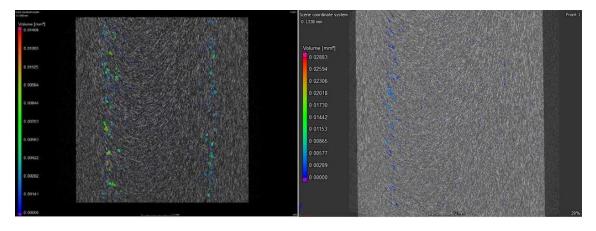


Figura 6.28. Confronto provini Riciclati. A sinistra provino Riciclato vecchio, a destra uno nuovo

Invece in Figura 6.28 si osserva una situazione differente dai due casi precedenti. Nell'immagine di destra, che rappresenta la vista frontale di una porzione di provino Riciclato ottenuto dai pellet estrusi, la quantità e la dimensione dei vuoti è inferiore all'immagine di sinistra, che è un provino Riciclato ottenuto tramite macinatura (tesi di X. Kecira). La tabella che segue permette di comprendere al meglio questa differenza.

Tabella 6.8. Volume di porosità rilevata con il tomografo, materiale riciclato

	Provino Riciclato vecchio	Provino Riciclato nuovo
Volume porosità	0,1408 %	0,0633 %

La procedura di determinazione del volume di porosità è analoga ai provini Vergini e Ibridi. Dal rapporto tra 0,0633/0,1408 si ottiene 0,45. Questo significa che il provino Riciclato nuovo analizzato ha un volume di vuoto pari a meno della metà di quello presente nel provino Riciclato vecchio. Quindi il processo di estrusione prima dello stampaggio ad iniezione ha ridotto la presenza delle porosità all'interno del provino, a scapito della lunghezza delle fibre di rinforzo e quindi delle caratteristiche meccaniche del materiale (nel § 6.4 si è visto che il materiale riprocessato ha una viscosità più bassa del vergine, quindi a parità di condizioni di stampaggio, il primo riempie meglio la cavità dello stampo). Tuttavia, si osserva che i vuoti, seppur più piccoli, continuano a formarsi nella zona compresa tra lo skin layer e il core layer.

Inoltre, dall'analisi alla tomografia computerizzata viene estrapolato l'orientamento delle fibre all'interno dei provini. Si rappresenta il loro orientamento attraverso i tensori lungo l'asse Z illustrato in Figura 6.29, mentre la Figura 6.30 riporta lo stesso diagramma attribuito ai provini della tesi precedente.

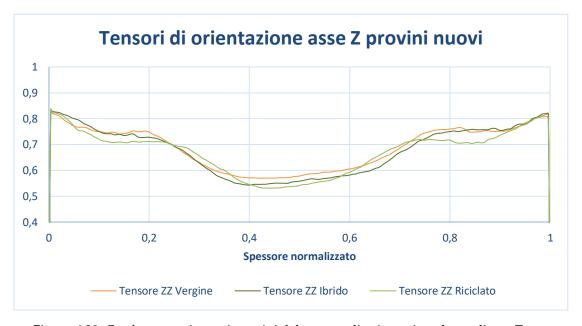


Figura 6.29. Confronto tra i nuovi provini del tensore di orientazione lungo l'asse Z

Nell'asse x della Figura 6.29 è stato inserito lo spessore normalizzato dei campioni, così da rendere confrontabile i risultati. Si nota come nella zona centrale dei provini (core layer), per effetto del flusso a fontana, le fibre sono molto meno orientante rispetto alla zona superficiale (skin layer). I tre provini analizzati non presentano sostanziali differenze, anzi si può dire che essi mostrano un'orientazione delle fibre molto simile.

Infine, come altro parametro di confronto si utilizza la Figura 6.30. Si può dire che il tensore di orientazione lungo l'asse Z dei provini vecchi è similare a quello presente in Figura 6.29, poiché i parametri dello stampaggio a iniezione non sono cambiati e nemmeno la cavità dello stampo.

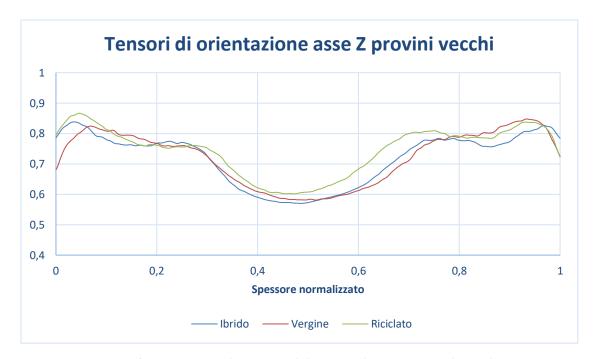


Figura 6.30. Confronto tra i vecchi provini del tensore di orientazione lungo l'asse Z

#### **CAPITOLO 7 - PROVE MECCANICHE**

Dopo aver stampato i provini Vergini, Ibridi, Riciclati e analizzati, prima al profilometro e poi al tomografo, sono state eseguite le prove meccaniche di trazione statiche e a fatica presso l'azienda *Step Engineering Srl* situata a Resana in provincia di Treviso. Si sono compiute delle prove statiche di trazione sulle tre tipologie di campioni, utilizzando gli stessi parametri adottati nella tesi precedente. Invece le prove di fatica sono state eseguite solo sui provini Vergini e Riciclati.



Figura 7.1. Laboratorio di Step Engineering

La macchina utilizzata per tutte le prove effettuate è rappresentata in Figura 7.1 (nella sinistra dell'immagine). Si tratta di una macchina di prova composta da tre attuatori elettromeccanici indipendenti per applicazioni di media dinamica e adatti a test sia in controllo di forza che di posizione. L'asse utilizzato, fra i tre a disposizione, è quello denominato asse 2 (EA010). Essa presenta le seguenti caratteristiche tecniche:

• EA010 - asse 2 (a sinistra di Figura 7.2):

Forza massima nelle prove statiche =  $10 \ kN$  sia in trazione che in compressione. Forza massima nelle prove dinamiche =  $4 \ kN$  sia in trazione che in compressione. Corsa totale =  $300 \ mm$ .

Velocità massima =  $500 \, mm/s$ .

• EA015 - asse 1 (al centro di Figura 7.2):

Forza massima nelle prove statiche =  $15 \, kN$  sia in trazione che in compressione. Forza massima nelle prove dinamiche =  $10 \, kN$  sia in trazione che in compressione. Corsa totale =  $300 \, mm$ .

Velocità massima =  $150 \, mm/s$ .

• EA05 - asse 3 (a destra in Figura 7.2):

Forza massima nelle prove statiche = 5 kN sia in trazione che in compressione. Forza massima nelle prove dinamiche = 5 kN sia in trazione che in compressione. Corsa totale = 300 mm.

Velocità massima =  $800 \, mm/s$ .



Figura 7.2. Macchina utilizzata per le prove di trazione

Inoltre, viene data la possibilità alla macchina di acquisire le deformazioni e la temperatura del provino in esame rispettivamente con un estensometro e con delle termocoppie, utilizzando dei moduli esterni. È anche possibile integrare una cella climatica per prove in controllo di temperatura, ma non è stata usata durante il lavoro di tesi.

## 7.1 Prove statiche

La prima parte delle prove meccaniche consiste nell'esecuzione di alcuni test di trazione statica sulle tre varietà di provini.

Si ricorda che la prova di trazione (o prova di trazione uniassiale) è un test di caratterizzazione dei materiali che consiste nel sottoporre un campione di un materiale in esame ad un carico *F* monoassiale inizialmente nullo, il quale viene incrementato fino a un valore massimo che determina la rottura del materiale. La prova di trazione serve a determinare diverse caratteristiche del materiale in esame, tra cui la resistenza meccanica, il modulo di Young o modulo di elasticità, il carico unitario di snervamento, l'allungamento percentuale, la strizione percentuale.

Sono stati sottoposti al test 3 provini per ogni tipologia di materiale, per un totale di 9 prove. Si sono ricavate le curve sforzo – deformazione e il modulo elastico, quest'ultimo ottenuto secondo la formula data dalla normativa:

$$E = \frac{\sigma_{0,25} - \sigma_{0,05}}{\varepsilon_{0,25} - \varepsilon_{0,05}} \tag{7.1}$$

dove  $\varepsilon_{0,25}$  è la deformazione del materiale pari allo 0,25 % di quella totale, estrapolata dai dati della prova di trazione statica. Da questo valore si ricava la tensione  $\sigma_{0,25}$  corrispettiva (tale valore è presente nella serie di dati ottenuti dalla prova di trazione appena compiuta). Allo stesso modo si acquisisce il dato relativo ad  $\varepsilon_{0,05}$ , ossia la deformazione del materiale pari allo 0,05 % di quella totale e infine si ricava  $\sigma_{0,05}$  [21].

Per rilevare la deformazione di ogni provino si è utilizzato un estensometro, il modello *Epsilon 3542-025M-100-ST*, avente distanza tra i due contatti di 25 *mm*, lo stesso usato da X. Kecira. Per quanto riguarda la procedura seguita, lato software, per avviare le prove di trazione si fa riferimento alla tesi precedente nella quale è presente una descrizione dettagliata di tutte le fasi.

Particolare attenzione è stata data alla misura della sezione resistente di ogni provino. La sezione di ogni campione è stata assunta rettangolare, anche se nella zona centrale si vedeva un leggero avvallamento. È stato utilizzato un calibro analogico ventesimale per la determinazione della larghezza e dello spessore di ogni provino. Le misurazioni sono state eseguite su tre posizioni differenti della zona calibrata. Dopodiché è stata considerata, come sezione resistente del campione, la coppia di valori più piccola.

Un'altra fase molto importante è stata il posizionamento del provino in macchina. Esso, perché la prova fosse ritenuta valida, doveva essere agganciato, tra le griffe, in verticale e in asse con lo stelo; per questo centraggio è stata utilizzata una squadretta. La velocità con cui sono stati tirati tutti i campioni è 2 *mm/min*, la stessa utilizzata nella tesi precedente.

Infine, dopo aver concluso le prove di trazione statiche, si è fatto uso di un microscopio ottico, per andare a vedere ed acquisire le immagini delle superfici di frattura.

#### 7.2 Prove a fatica

La seconda parte delle prove meccaniche consiste invece, nell'esecuzione di test a fatica in controllo di tensione sui provini Vergini e Riciclati.

Esse rientrano nella categoria delle prove di durata, in cui i carichi vengono applicati per tempi prolungati dell'ordine di ore – mesi. I test di fatica si suddividono in:

- Fatica per flessione rotante;
- Fatica a trazione alternata;
- Prove di propagazione della frattura.

Il carico viene fatto variare ciclicamente, cioè in modo che la funzione temporale che lo descrive F(t) presenti una successione di massimi (picchi) e minimi (valli) alternati.

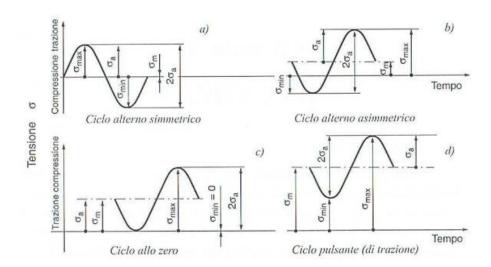


Figura 7.3. Esempi di cicli di sollecitazione

Il singolo ciclo è costituito dalla storia di carico compresa tra due minimi o due massimi consecutivi ed è caratterizzato dalla semi-ampiezza e dal valor medio definiti rispettivamente:

$$\sigma_a = \frac{\sigma_{max} - \sigma_{min}}{2} \tag{7.2}$$

$$\sigma_m = \frac{\sigma_{max} + \sigma_{min}}{2} \tag{7.3}$$

Il valore degli estremi è tale che le tensioni corrispondenti sono sempre inferiori al valore di rottura del materiale e il numero di cicli applicato è dell'ordine delle decine – centinaia di migliaia. I cicli vengono ripetuti a frequenze medie dell'ordine dei 5 ÷ 10 Hz per i compositi, valori scelti per minimizzare il tempo di prova, ma limitare il riscaldamento dei provini. Infatti, i materiali polimerici e compositi possono cedere per surriscaldamento 'thermal failure', dovuto al solo contributo viscoelastico (questi materiali formano sempre dei cicli di isteresi, anche per bassi carichi, cioè sotto il limite di fatica). In quest'ultimo caso si deve monitorare la temperatura del provino, utilizzando una termocoppia o una termocamera.

Come per i test di trazione statica anche in questo caso la sezione resistente di ogni campione è stata misurata con un calibro analogico ventesimale, seguendo lo stesso procedimento descritto nel paragrafo precedente. Dopodiché essi sono stati posizionati in macchina, in verticale e in asse con lo stelo, aiutandosi con una squadretta. È stata usata anche una termocoppia per rilevare la temperatura di ogni provino, facendo uso del nastro adesivo. Successivamente si è montato sui diversi campioni il medesimo estensometro usato anche nelle prove statiche per rilevare le deformazioni. I test sono stati eseguiti con un rapporto di tensione, definito come il rapporto tra il valore minimo e il valore massimo di tensione durante i cicli analizzati (Figura 7.3 a):

$$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}} = -1 \tag{7.4}$$

Si è utilizzato R = -1 perchè si vuole annullare l'effetto del creep sui campioni durante le prove, replicando le stesse condizioni della tesi precedente. Inoltre, la frequenza, durante ogni test, è rimasta costante, cercando di mantenere la temperatura al di sotto dei 30 °C. Si sono analizzati dei provini non levigati e altri

carteggiati, con carta abrasiva p180, sulla faccia posteriore e senza residui di bava, cioè sono stati eliminati i segni della lavorazione di fresatura che si vedevano sui campioni. I risultati delle prove a fatica di ogni campione si inseriscono alla fine nel diagramma  $\sigma-N$ , 'Stress – Life curve' (si utilizza una scala semi-logaritmica  $\sigma_a$  in funzione di  $\log_{10}N$ , poiché la curva risulterà molto piatta. Infatti, per piccole variazioni dell'ampiezza di tensione imposta si hanno variazioni significative del numero di cicli a rottura). Comunque ci si avvale dell'equazione derivante dalla curva di Wöhler per interpolare i dati sperimentali:

$$\sigma_a^k \cdot N = cost \tag{7.5}$$

# CAPITOLO 8 - ANALISI DEI RISULTATI DELLE PROVE MECCANICHE

In questo capitolo verranno inseriti e analizzati i risultati ottenuti nelle varie prove statiche e a fatica svolte durante il lavoro di questa tesi. Più precisamente si esamineranno i diagrammi sforzo – deformazione e del modulo elastico delle prove di trazione statiche. Infine, si analizzeranno i risultati ottenuti con le prove a fatica, mostrando la differenza tra i provini levigati e non, confrontandoli anche con quelli della tesi precedente.

## 8.1 Risultati delle prove statiche sui provini Vergini

Si rappresentano i grafici sforzo – deformazione e del modulo elastico dei provini in materiale vergine esaminati.

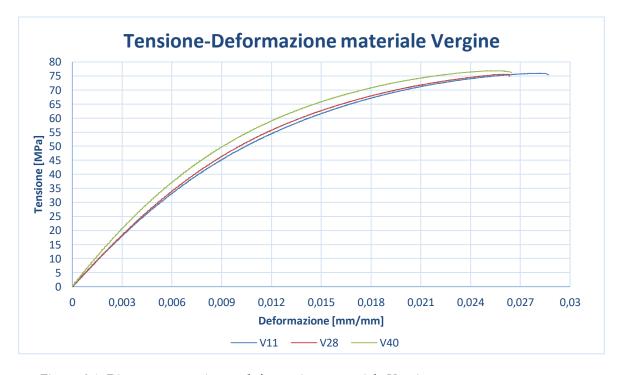


Figura 8.1. Diagramma tensione – deformazione materiale Vergine

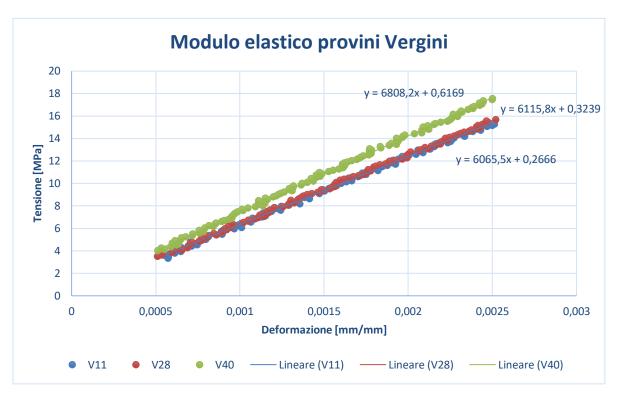


Figura 8.2. Stima modulo elastico dei 3 provini Vergini

Il modulo elastico medio risulta:

$$E_{V\_medio} = \frac{6808,2 + 6115,8 + 6065,5}{3} = 6329,8 MPa$$
 (8.1)

Si nota dalla Figura 8.1 che la tensione di rottura è circa uguale a 76 *MPa* per tutti e tre i provini esaminati, mentre la deformazione varia da 0,026 *mm/mm* per i campioni V28 e V40 a 0,028 *mm/mm* per il V11.

Inoltre, dalle immagini delle superfici di frattura analizzate al microscopio ottico, Figura 8.3, si è visto che sono presenti zone di colore chiaro (zone bianche) e aree di che rimangono nere. Questa differenza di colore fra le diverse regioni della superficie di frattura si pensa sia associabile ad un diverso danneggiamento del materiale composito (dipendente dalla velocità di deformazione del materiale). Si sostiene che le zone bianche siano collegate alla formazione dei *crazes*, le quali, poi, si possono trasformare in cricche e portare ad una frattura fragile del provino, cioè le regioni nere (quelle non interessate dal fenomeno del *crazing*). Andando ad analizzare al SEM la superficie di frattura del provino V28, Figura 8.4, si può confermare ciò che è stato appena detto. In letteratura si parla di comportamento

#### <u>CAPITOLO 8 – Analisi dei risultati delle prove meccaniche</u>

cedevole localizzato, tipico di molti polimeri, come il polistirene, con il risultato di uno sbiancamento nella regione di massima deformazione. Questo evento forma delle micro-cricche, le cui due estremità di ognuna di esse sono tenute assieme da fibrille di polimero. [22] Il crazing è un fenomeno "dilatativo", ci si aspetta che si verifichi in regioni con elevato stress (con aumento di volume), come all'interno di provini spessi, o sui bordi laterali di un foro realizzato sul campione. Quindi si parla di sbiancamento da stress, a causa della concentrazione di tensione dello strato interfacciale attorno al rinforzo (particella di vetro) sotto l'azione di una forza esterna. [23]



Figura 8.3. Superficie di frattura provino Vergine – V28

L'introduzione delle fibre, come rinforzo, nella matrice, modifica il meccanismo di rottura del materiale. La formazione delle crazes e poi delle cricche si verifica alle estremità delle fibre, in direzione perpendicolare all'applicazione del carico, a causa delle concentrazioni di tensione in queste regioni (è sempre presente all'inizio una deformazione plastica della matrice). Aumentando la frazione in volume delle fibre si riduce la velocità con cui possono formarsi queste "fessurazioni". [24]

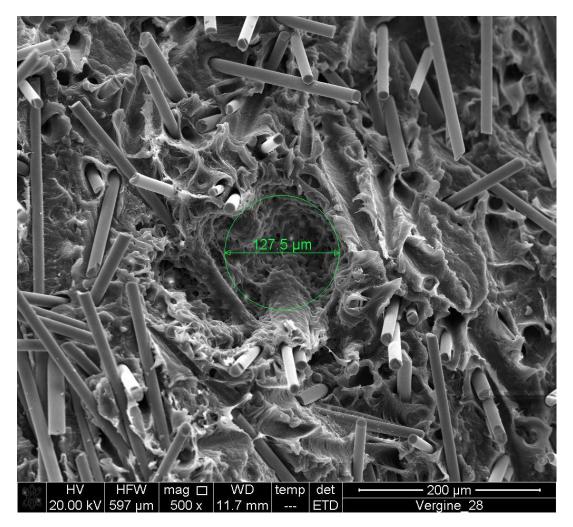


Figura 8.4. Porzione della superficie di frattura del provino V28 analizzata al SEM. Si nota anche, la presenza di una porosità interna al provino

Nella Figura 8.4 si osserva che le fibre esterne alla matrice presentano una superficie liscia e pulita, anziché ruvida, come ci si aspettava. Tale aspetto potrebbe indicare che l'interfaccia fibra – matrice è debole oppure le fibre hanno una lunghezza che è inferiore a quella critica. In seguito, si effettueranno degli studi più accurati che chiariranno quanto si è visto in questa immagine.

# 8.2 Risultati delle prove statiche sui provini Ibridi

Si rappresentano i grafici sforzo – deformazione e del modulo elastico dei provini Ibridi esaminati.

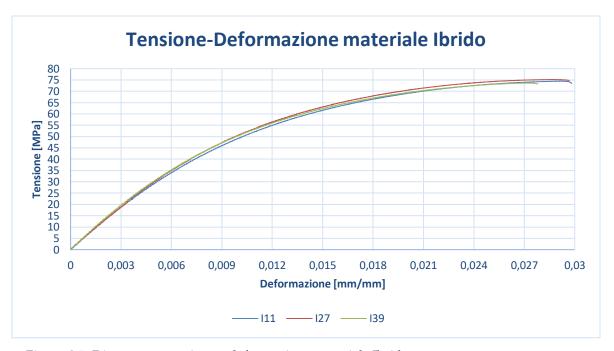


Figura 8.5. Diagramma tensione – deformazione materiale Ibrido

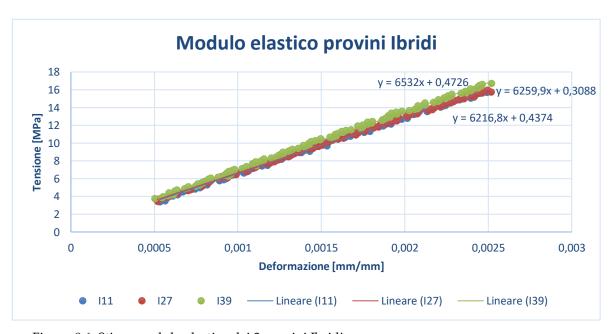


Figura 8.6. Stima modulo elastico dei 3 provini Ibridi

Il modulo elastico medio risulta:

$$E_{I\_medio} = \frac{6532 + 6259,9 + 6216,8}{3} = 6336,2 MPa$$
 (8.2)

Si può osservare dalla Figura 8.5 che la tensione di rottura è all'incirca pari a 74 *MPa* per tutti e tre i provini esaminati, invece la deformazione varia da 0,0278 *mm/mm* per il campione V39 a 0,0297 *mm/mm* per V11 e V27.

Lo stesso fenomeno descritto nell'immagine della superficie di frattura dei provini Vergini si ripresenta anche con le superfici di frattura dei campioni Ibridi, Figura 8.7. Nell'immagine presente qui sotto si osserva ancora la differenza di colore (regione bianca e regione nera), il fenomeno di danneggiamento del materiale è quindi il medesimo. Inoltre, si può ipotizzare che il fenomeno del *crazing* si possa sviluppare in corrispondenza di un difetto presente all'interno del provino, come le porosità interne, poiché zona di concentrazione delle tensioni.



Figura 8.7. Superficie di frattura provino Ibrido – I27

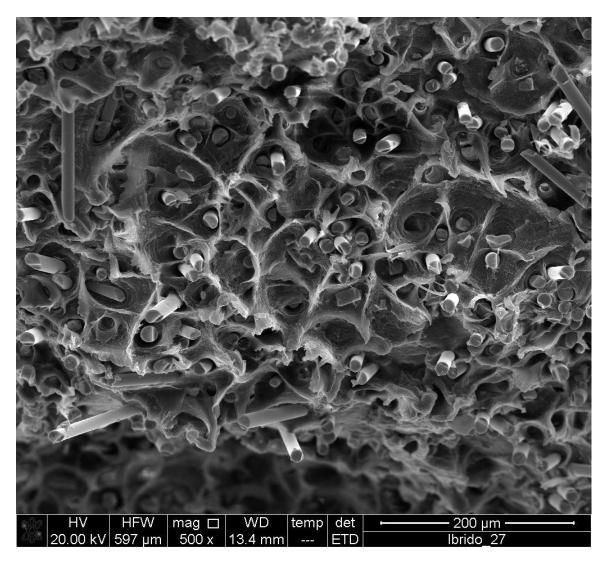


Figura 8.8. Porzione della superficie di frattura del provino I27 analizzata al SEM

Nella Figura 8.8 si raffigura una porzione di superficie di frattura del provino I27. L'immagine è stata acquisita in corrispondenza della regione più chiara, dove la matrice è sbiancata.

# 8.3 Risultati delle prove statiche sui provini Riciclati

Si rappresentano i grafici sforzo – deformazione e del modulo elastico dei provini in materiale riprocessato esaminati.

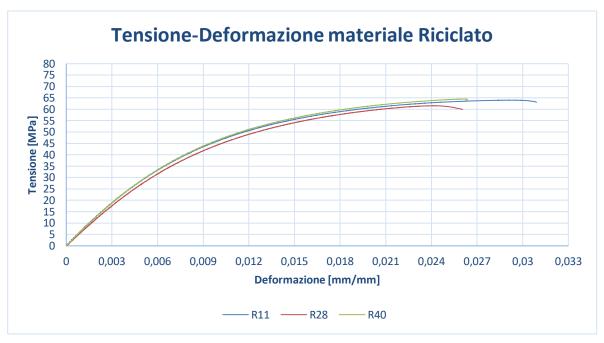


Figura 8.9. Diagramma tensione – deformazione materiale Riciclato

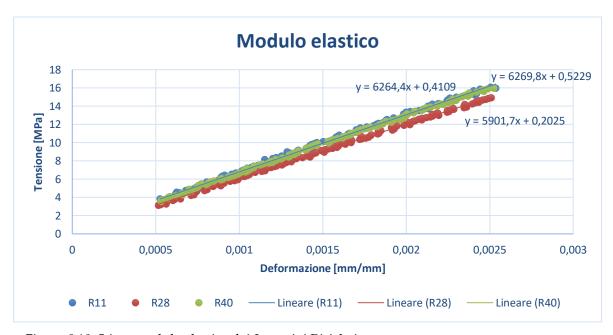


Figura 8.10. Stima modulo elastico dei 3 provini Riciclati

Il modulo elastico medio risulta:

$$E_{R\_medio} = \frac{6269,8 + 6264,4 + 5901,7}{3} = 6145,3 MPa$$
 (8.3)

Per quanto riguarda la Figura 8.9, la tensione di rottura è di 63 *MPa* per il provino R11, 60 *MPa* per R28 e 64 *MPa* per R40. La deformazione varia anch'essa da 0,026 *mm/mm* per i campioni V28 e V40 a 0,0309 *mm/mm* per V11.

Nella Figura 8.11, che rappresenta una porzione di superficie di frattura di un provino Riciclato, si notano sempre delle aree più chiare (biancastre) e altre che rimangono nere, sintomo che il fenomeno di danneggiamento delle tre tipologie di materiale è il medesimo (crazing e successiva formazione di cricche nelle aree bianche e rottura di schianto legato alla regione nera).

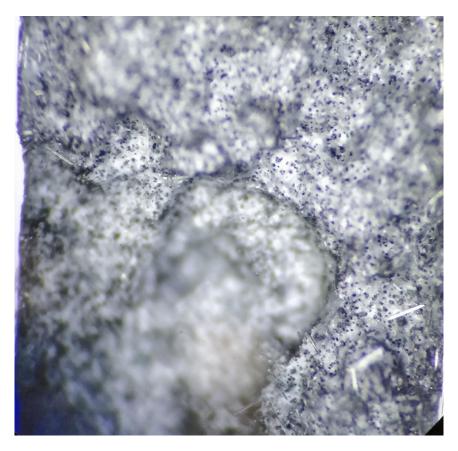


Figura 8.11. Superficie di frattura provino Riciclato – R40

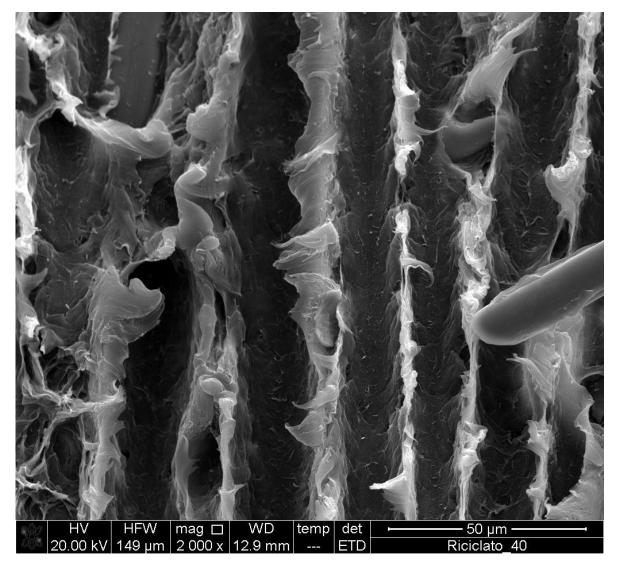


Figura 8.12: Porzione della superficie di frattura del provino R40 analizzata al SEM

In Figura 8.12 si può vedere il fenomeno del crazing in una porzione della superficie di frattura del provino in materiale riciclato esaminato. L'immagine è stata catturata in un'area bianca del campione, come per le Figura 8.4 e Figura 8.8. Si osserva uno "sfilacciamento" della matrice in corrispondenza delle fibre, molto probabilmente causato da una velocità di deformazione più lenta.

# 8.4 Confronto dei risultati delle prove statiche

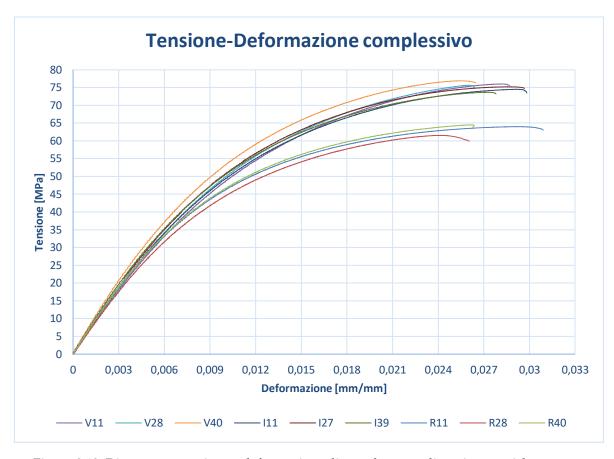


Figura 8.13. Diagramma tensione – deformazione di tutte le prove di trazione statiche

In Figura 8.13 si sono inserite tutte le prove statiche effettuate sui provini in esame. Si nota che non c'è una vera distinzione tra le curve di trazione dei campioni Vergini e di quelli Ibridi. Si osserva invece una diminuzione delle caratteristiche meccaniche nei provini Riciclati (come ci si aspettava, poiché essi contengono materiale che è stato prima estruso dai pellet vergini, con una conseguente riduzione della lunghezza delle fibre e poi stampato in provini). Le deformazioni dei campioni Riciclati si possono considerare comparabili con quelle dei provini Vergini e Ibridi.

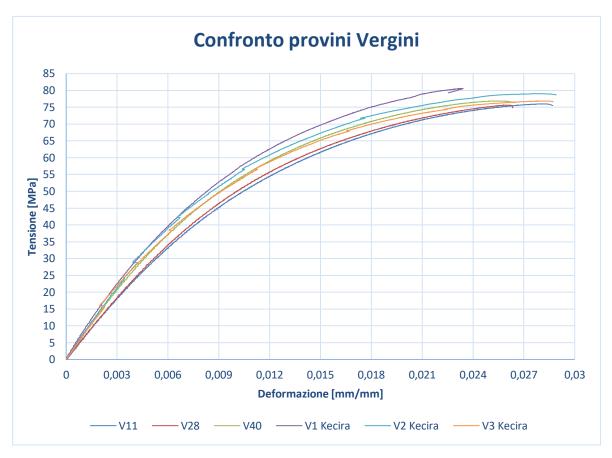


Figura 8.14. Diagramma tensione – deformazione provini Vergini. Confronto tra gli attuali e i provini di Kecira

In Figura 8.14 si confrontano le curve tensione – deformazione delle prove di trazione statiche dei provini Vergini della tesi attuale con quelli di Kecira. Si osserva che i vecchi campioni presentano una tensione di rottura molto simile a quella dei provini attuali, infatti varia dai 78 *MPa* agli 80 *MPa*. Stessa cosa si può dire per le deformazioni, ossia i risultati sono similari.

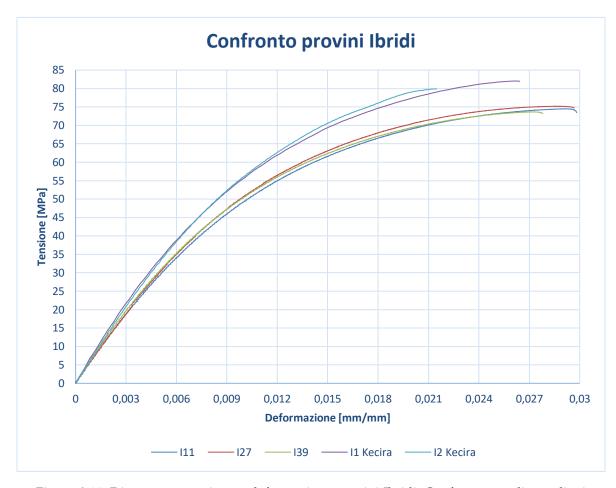


Figura 8.15. Diagramma tensione – deformazione provini Ibridi. Confronto tra gli attuali e i provini di Kecira

Nella Figura 8.15 si vede una maggior differenza nelle curve di trazione tra i provini Ibridi vecchi (di Kecira) e quelli attuali. In quelli di Kecira la tensione di rottura statica è superiore ai campioni Ibridi realizzati in questo lavoro di tesi. Ci si aspettava questa risposta, poiché questi ultimi hanno all'interno il 25 % di materiale Riciclato che è stato precedentemente estruso. Materiale Riciclato che ha caratteristiche inferiori a quello della tesi precedente (utilizzato da Kecira). La tensione di rottura si è abbassata da  $80 \div 81$  MPa a  $73 \div 74$  MPa. Le deformazioni dei provini Ibridi esaminati in questo lavoro di tesi sembrano essere leggermente aumentate.

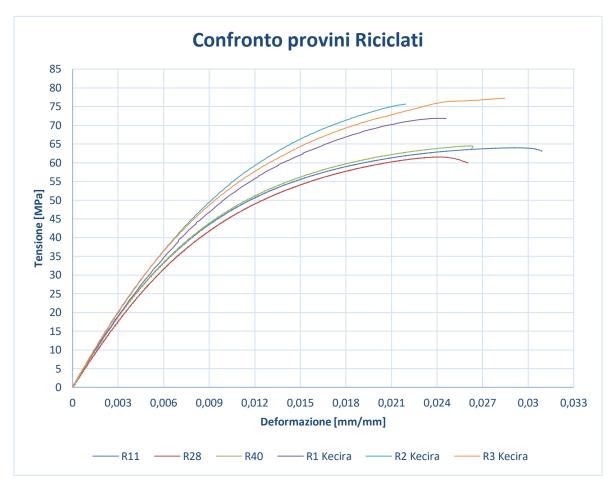


Figura 8.16. Diagramma tensione – deformazione provini Riciclati. Confronto tra gli attuali e i provini di Kecira

Infine, la Figura 8.16 raffigura le curve di trazione dei campioni della tesi precedente e attuale in materiale riciclato. Si vede subito una diminuzione della tensione di rottura dei nuovi provini rispetto a quelli vecchi, sintomo che il processo di estrusione ha effettivamente ridotto la lunghezza delle fibre e quindi ridotto le prestazioni del materiale in prova. Si passa da circa  $72 \div 77$  MPa per i campioni di Kecira a  $60 \div 63$  MPa per quelli attuali; quindi una diminuzione della tensione di rottura di oltre 10 MPa. Invece le deformazioni, anche in questo caso, non sembrano essere variate.

# 8.5 Risultati delle prove a fatica sui provini Vergini

Le prove a fatica sui provini Vergini sono state eseguite alle tensioni di 30 *MPa*, 28 *MPa*, 27 *MPa*, 26 *MPa*, 25.5 *MPa* e 24 *MPa*. Quest'ultima è stata replicata una sola volta, poiché il provino non si è rotto (ha raggiunto il numero massimo di cicli preimpostato in macchina, ossia 2 · 10<sup>6</sup> cicli), quindi si è deciso di alzare la tensione a 25.5 *MPa*. Si sono eseguiti dei test a fatica anche su provini carteggiati (V7, V32, V10, V35), con della carta abrasiva p180, sulla faccia posteriore (dove si vedevano i segni di fresatura della cavità dello stampo che erano stati assunti da ogni provino nella fase di stampaggio ad iniezione). Inoltre, si sono eliminati i residui di bava su tutto il contorno dei campioni.

Ora si riportano i diagrammi  $\sigma - N$ , 'Stress – Life curve' dei provini esaminati.

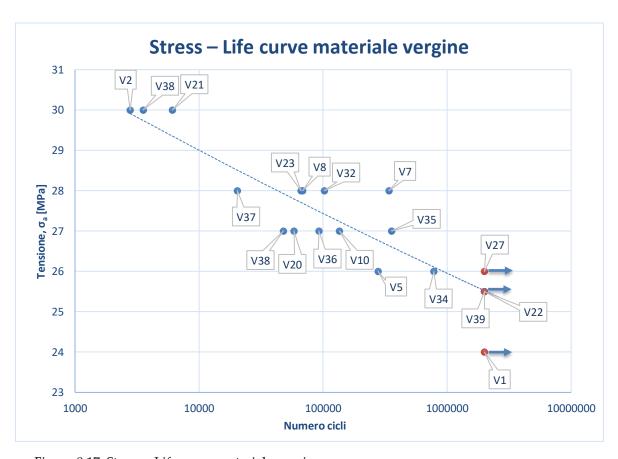


Figura 8.17. Stress – Life curve materiale vergine

Si osserva in Figura 8.17 che è presente uno scattering elevato alle tensioni di 28 *MPa*, 27 *MPa* e 26 *MPa* (rottura dei provini a dei valori di numero di cicli molto diversi fra loro, a parità di tensione applicata), mentre a 30 *MPa* non si nota questo problema.

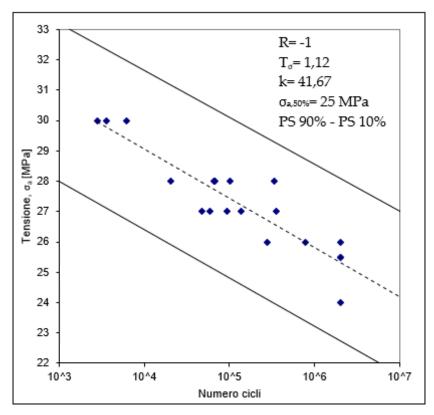


Figura 8.18. Stress – Life curve materiale vergine con bande probabilità di sopravvivenza. Livello di confidenza 95%

La Figura 8.18 rappresenta la stessa curva di fatica che si è vista nella Figura 8.17, con la differenza che si sono introdotte due bande di probabilità di sopravvivenza, quella al 10% e al 90%. Si considera che la dispersione dei risultati avvenga secondo una distribuzione normale. Inoltre, si può vedere che l'inverso della pendenza della curva, espressa da k, è uguale a 41,67, ossia è praticamente piatta. È presente anche il valore medio della tensione  $\sigma_{a,50\%}$  per il limite a fatica di riferimento N=2 milioni di cicli. Infine, si può confermare che il materiale sembra poco sensibile al fenomeno della fatica.

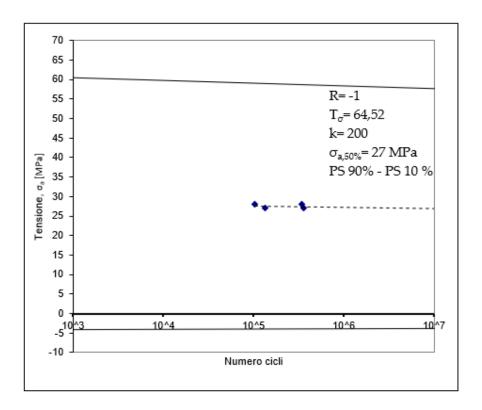


Figura 8.19. Stress – Life curve materiale vergine (provini carteggiati) con bande probabilità di sopravvivenza. Livello di confidenza 95%

Invece in Figura 8.19 si è studiato il comportamento a fatica di quattro provini carteggiati sulla faccia posteriore (V7, V32, V10, V35), sempre in materiale vergine. Si sono applicati due valori di tensione (28 MPa e 27 MPa) già utilizzate per esaminare il comportamento dei provini non carteggiati.

Si osserva che le due bande di sopravvivenza sono molto distanti fra loro ( $T_{\sigma}$  = 64,52), poiché sono presenti solo quattro prove e i punti sono vicini, cioè non si nota la diminuzione di tensione, che effettivamente c'è stata.

La pendenza della curva è diminuita ancora rispetto alla Figura 8.18, k = 200,. Si evince che carteggiando i provini non si ottiene alcun miglioramento.

Inoltre, si rappresentano i risultati dei test a fatica sui provini Vergini utilizzando anziché la tensione  $\sigma_a$ , l'energia dissipata  $W_a$  al 50% della vita di ogni campione vs il numero di cicli, Figura 8.20, Figura 8.21, Figura 8.22. Le curve seguono la relazione:

$$W^k \cdot N = cost \tag{8.4}$$

Si suppone, anche in questo caso, che la distribuzione dei risultati avvenga secondo una distribuzione normale.

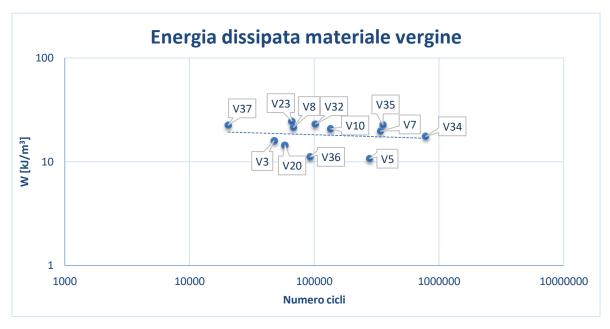


Figura 8.20. Curva di fatica del materiale vergine espressa in termini di energia dissipata al 50% della vita di ogni provino

Si osserva in Figura 8.20 che l'energia dissipata dai provini tende a decrescere con l'aumentare del valore del numero di cicli, anche se sono presenti alcuni dati che non rispettano questa tendenza. Ciò è confermato nella Figura 8.21, in cui si sono messe in evidenza le bande di probabilità di sopravvivenza del 10% e del 90%. In quest'ultima immagine si riporta anche la pendenza inversa k della curva, il valore medio dell'energia  $W_{a,50\%}$  per il limite a fatica di riferimento N=2 milioni di cicli e l'indice di dispersione  $T_W$ , definito come rapporto tra  $W_{a,10\%}/W_{a,90\%}$ .

Si afferma che utilizzare l'energia dissipata per il confronto e l'analisi dei campioni è abbastanza esaustiva, anche se la pendenza della curva è molto piatta.

Le medesime osservazioni vengono fatte nella Figura 8.22, la quale riporta i dati dei provini carteggiati. La situazione in quest'ultimo caso peggiora, molto probabilmente per un'insufficienza di dati

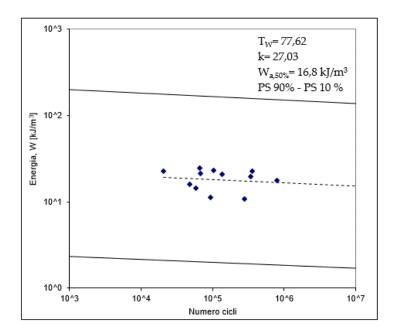


Figura 8.21. Curva di fatica del materiale vergine espressa in termini di energia dissipata al 50% della vita di ogni provino con bande di probabilità di sopravvivenza. Livello di confidenza 95%

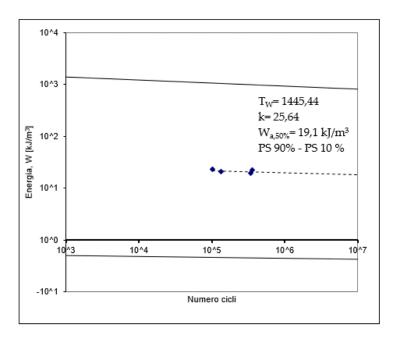


Figura 8.22. Curva di fatica del materiale vergine (provini carteggiati) espressa in termini di energia dissipata al 50% della vita di ogni provino con bande di probabilità di sopravvivenza. Livello di confidenza 95%

# 8.6 Risultati delle prove a fatica sui provini Riciclati

Le prove a fatica sui provini Riciclati sono state eseguite alle tensioni di 26 *MPa*, 25 *MPa*, 23 *MPa* e 21,5 *MPa*. Si sono compiuti dei test anche con campioni carteggiati sulla faccia posteriore (R9, R19, R32, R10, R23 e R33) e sui bordi, come nel caso del materiale vergine.

Ora si riportano i diagrammi  $\sigma - N$ , 'Stress – Life curve' dei provini esaminati.

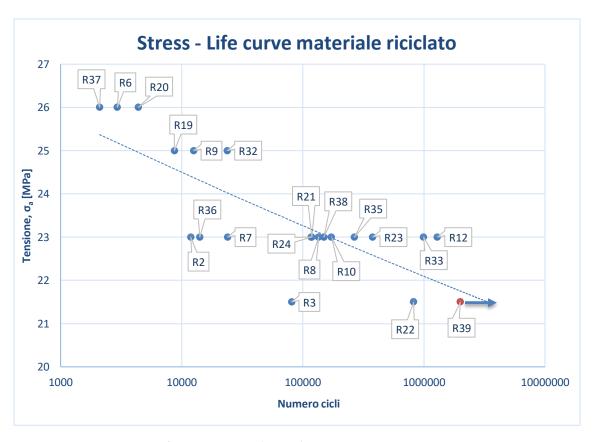


Figura 8.23. Stress – Life curve materiale riciclato

Anche in Figura 8.23 si nota uno scattering tra le diverse prove alla stessa tensione  $\sigma_a$  (questa variazione è più accentuata alle tensioni più basse). Inoltre, si osserva che in poco più di 4 MPa si passa da una rottura dei provini intorno ai 2000 cicli, fino ad una possibile vita infinita del materiale. Si reputa che anche i campioni riprocessati siano poco sensibili al fenomeno della fatica.

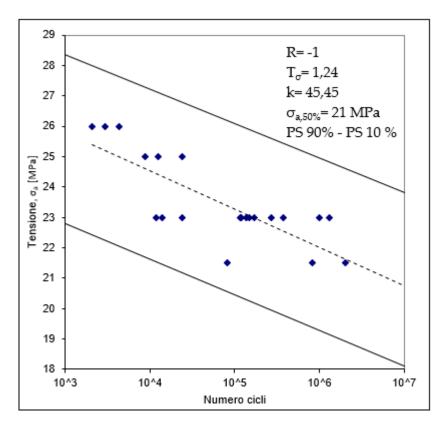


Figura 8.24. Stress – Life curve materiale riciclato con bande probabilità di sopravvivenza. Livello di confidenza 95%

In Figura 8.24 si rappresenta la medesima Stress – Life curve vista in Figura 8.23, con la differenza di aver introdotto le bande di probabilità di sopravvivenza, quella al 10% e al 90%., considerando un livello di confidenza del 95%. Come si è scritto in precedenza la dispersione dei risultati avviene secondo una distribuzione normale. Inoltre, l'inverso della pendenza della curva, espresso da k, è pari a 45,45, molto simile al valore registrato con il materiale vergine. È presente anche il valore medio della tensione  $\sigma_{a,50\%}$  per il limite a fatica di riferimento N=2 milioni di cicli, che è  $21\,MPa$ .

Si può vedere che la dispersione dei risultati, soprattutto a 23 *MPa* è enorme.

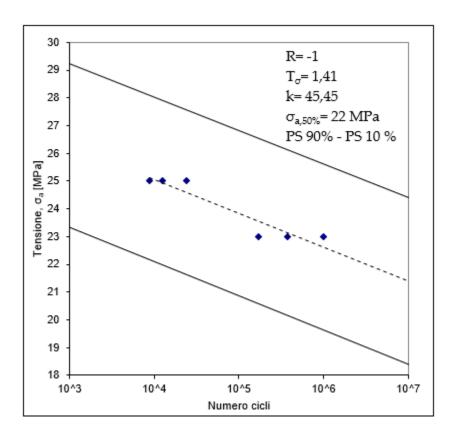


Figura 8.25. Stress – Life curve materiale riciclato (provini carteggiati) con bande probabilità di sopravvivenza. Livello di confidenza 95%

La situazione di dispersione dei risultati sembra migliorare nella Figura 8.25, in cui si rappresentano i provini carteggiati, sempre sottoposti a test di fatica. Un aspetto molto importante è l'inverso della pendenza della curva k, che è rimasto uguale alla Figura 8.24. Invece il valore medio della tensione  $\sigma_{a,50\%}$  per il limite a fatica di riferimento N=2 milioni di cicli è aumentato a 22 MPa.

Si presume che, almeno con il materiale riprocessato, l'eliminazione dell'elevata rugosità superficiale, causata da una pessima lavorazione della cavità dello stampo, determini un miglioramento nella ripetibilità dei test a fatica. Invece non si osserva una cosa simile nella Figura 8.19, poiché all'interno dei provini Vergini è presente un volume totale di porosità interne molto maggiore, Figura 6.14 e Figura 6.16.

Infine, si rappresentano i risultati dei test a fatica sui provini riprocessati utilizzando l'energia dissipata  $W_a$  al 50% della vita di ogni campione vs il numero di cicli, Figura 8.26, Figura 8.27, Figura 8.28.



Figura 8.26. Curva di fatica del materiale riciclato espressa in termini di energia dissipata al 50% della vita di ogni provino

Nella Figura 8.26 si riscontra che l'energia dissipata dai provini tende a diminuire (la curva è quasi piatta) con l'aumentare del valore del numero di cicli, anche se sono presenti alcuni dati che non rispettano questa tendenza. Questo aspetto è confermato nella Figura 8.27, in cui si vengono rappresentate le bande di probabilità di sopravvivenza del 10% e 90%. In quest'ultima figura si evidenziano anche la pendenza inversa k della curva, il valore medio dell'energia  $W_{a,50\%}$  per il limite a fatica di riferimento N=2 milioni di cicli e l'indice di dispersione  $T_W$ , definito come rapporto tra  $W_{a,10\%}/W_{a,90\%}$ .

Si ribadisce che l'utilizzo dell'energia dissipata per il confronto e lo studio dei provini riprocessati, ma anche Vergini è abbastanza esaustiva.

Analoghe osservazioni vengono fatte nella Figura 8.28, la quale riporta i dati dei provini Riciclati carteggiati. Si rileva che la curva è molto più piatta di quella presente in Figura 8.27, per cui si possono ottenere delle informazioni utili, con un certo margine di errore, studiando l'energia dissipata dai campioni.

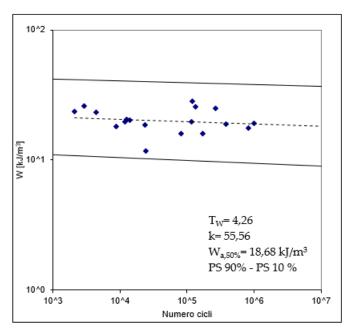


Figura 8.27. Curva di fatica del materiale riciclato espressa in termini di energia dissipata al 50% della vita di ogni provino con bande di probabilità di sopravvivenza. Livello di confidenza 95%

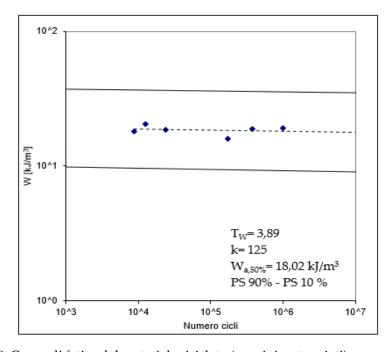


Figura 8.28. Curva di fatica del materiale riciclato (provini carteggiati) espressa in termini di energia dissipata al 50% della vita di ogni provino con bande di probabilità di sopravvivenza. Livello di confidenza 95%

### 8.7 Confronto dei risultati delle prove a fatica

Ora si vogliono confrontare i risultati ottenuti nelle prove a fatica delle due tipologie di provini (Vergine e Riciclato), sia in termini di tensione, che in termini di energia dissipata al 50% della vita di ogni campione.

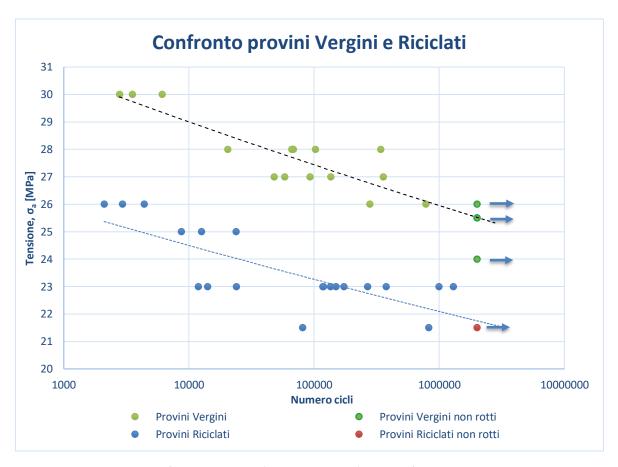


Figura 8.29. Stress – Life curve materiali vergine e riciclato. Confronto

Nelle Figura 8.29 e Figura 8.30 si comparano i dati ottenuti dai test a fatica considerando nella prima immagine tutti i campioni, mentre nella seconda solo quelli carteggiati. Si osserva una netta diminuzione delle prestazioni tra le due tipologie di materiale, come era accaduto nelle prove statiche. Invece la pendenza delle due curve rimane pressoché invariata. Si mette in evidenza che lo scattering dei dati nel caso dei soli provini Riciclati carteggiati si è ridotto. Quindi si può supporre che la rugosità superficiale della faccia posteriore (dove si vedono le linee

di fresatura presenti sulla cavità dello stampo) influisce sulle prove. Si discuterà analizzerà meglio quest'aspetto al §8.8.

Inoltre, si sono riscontrati dei problemi nello studio delle superfici di frattura dei provini, poiché ogni test si concludeva senza che il campione si fosse rotto in due metà (la macchina rilevava una riduzione dell'80%, tra due punti consecutivi, di rigidezza del provino e considerava conclusa la prova), ma cedeva nella fase finale del test per compressione. Per romperli si faceva ripartire la prova fino a che non si verificava la rottura, sempre per inflessione (passavano all'incirca una decina di cicli tra la vera fine della prova e la rottura del provino). Quindi si può dire che le superfici di frattura non possono essere utili per un'analisi più accurata del meccanismo di danneggiamento dei campioni.

Nel caso dei provini V7, V34, V32 e V10 la rottura è stata eseguita in modo diverso, ossia a fine test essi sono stati tirati (come una semplice prova di trazione). In questo modo le superfici di rottura sono simili a quelle viste nei test di trazione statica.

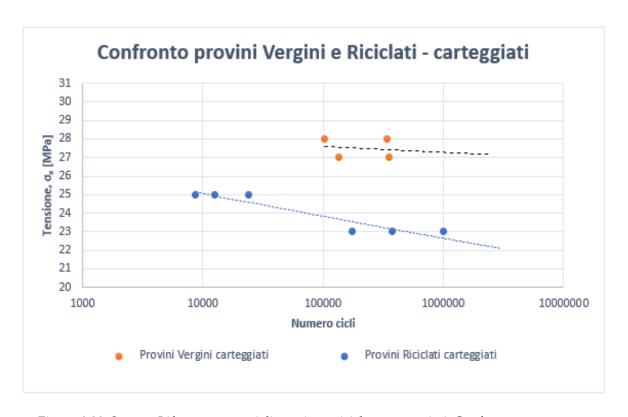


Figura 8.30. Stress – Life curve materiali vergine e riciclato carteggiati. Confronto

Infine, si confrontano i risultati delle prove a fatica in termini di energia dissipata, inserendoli in un unico diagramma. Si osserva che l'inverso della pendenza della curva, k, è uguale a 35,71, ossia un valore intermedio a quelli che si erano ottenuti con le curve delle Figura 8.22 e Figura 8.27. Si ribadisce ulteriormente che esprimere questi dati in termini di energia permette di dare una risposta esauriente, come si era già visto nelle rispettive immagini dei provini Vergini e Riciclati.

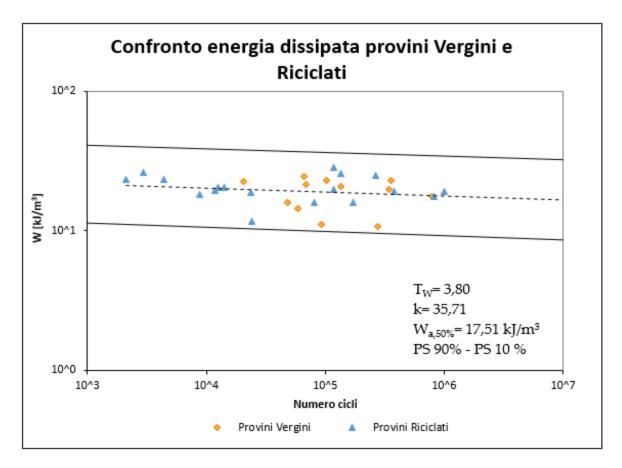


Figura 8.31. Curva di fatica dei materiali vergine e riciclato espressa in termini di energia dissipata al 50% della vita di ogni provino con bande di probabilità di sopravvivenza. Livello di confidenza 95%

## 8.8 Scansione della superficie del provino

Si è visto al §8.6 che lo scattering dei risultati delle prove a fatica dei provini Riciclati carteggiati è diminuito rispetto a quelli non levigati. Al §8.7 si è ipotizzato che la finitura superficiale della faccia posteriore ha influenzato in buona parte nei risultati ottenuti. Non si nota però, una riduzione dello scattering nei provini Vergini carteggiati, molto probabilmente perché in questo genere di campioni entrano in gioco altri fenomeni, come la presenza delle porosità interne, che come si è visto nel §6.3 sono in volume molto maggiori di quelle presenti nei provini riprocessati.

Perciò ora si andrà ad esaminare la faccia posteriore di un qualunque campione (si è preso un campione in materiale riciclato), poiché si presuppone che la finitura superficiale sia la medesima per tutte le tipologie di campioni stampati, infatti lo stampo è lo stesso. L'indagine verrà eseguita con uno strumento già utilizzato in precedenza, ossia il profilometro. Si effettuano due scansioni su una porzione del tratto calibrato del provino (all'incirca a metà, nella zona dove, durante i test, tutti i campioni si sono rotti), di dimensioni all'incirca di 4 x 5 mm, Figura 8.32.



Figura 8.32. Regioni della faccia posteriore del provino esaminate al profilometro

Dopo aver ottenuto le scansioni, Figura 8.33 e Figura 8.34 si misurano le distanze tra i picchi e le valli consecutive, avendo tracciato in precedenza tre piani di sezione YZ (uno ad inizio - 1, uno al centro - 2 e uno a fine scansione - 3) sulle regioni acquisite.

## <u>CAPITOLO 8 – Analisi dei risultati delle prove meccaniche</u>

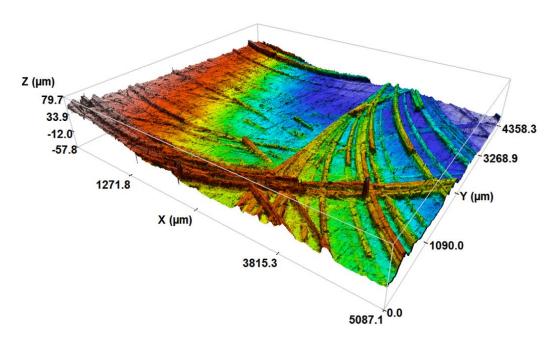


Figura 8.33. Prima scansione ottenuta con il profilometro

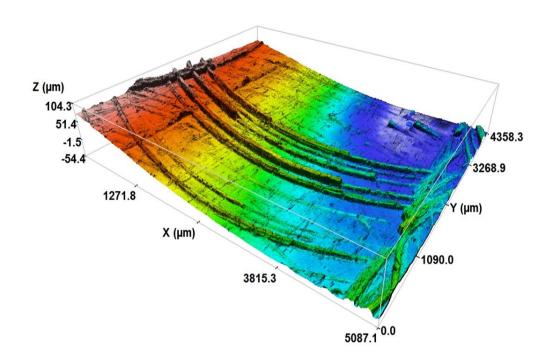


Figura 8.34. Seconda scansione ottenuta con il profilometro

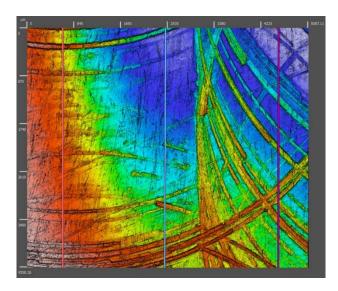


Figura 8.35. I tre piani di sezione YZ tracciati sulla prima scansione

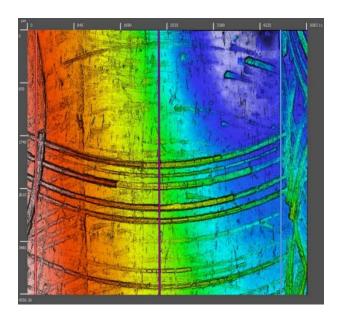


Figura 8.36. I tre piani di sezione YZ tracciati sulla seconda scansione

In Figura 8.35 si sono tracciati i tre piani di sezione (Piano 1, Piano 2 e Piano 3) per valutare la distanza tra un picco e una valle consecutivi. Successivamente i profili di rugosità di ogni piano vengono introdotti nella Figura 8.37.

Infine, si misurano le distanze che costituiscono un'irregolarità locale, cioè lo spazio che intercorre tra un picco locale e la sua valle adiacente.

Da questa analisi si deduce che il valore massimo delle irregolarità è pari 25  $\mu m$ .

Inoltre, si nota che la superficie scansionata non è perfettamente piana, sia lungo l'asse X, sia lungo l'asse Y, poiché il materiale ha subito un ritiro durante il raffreddamento.

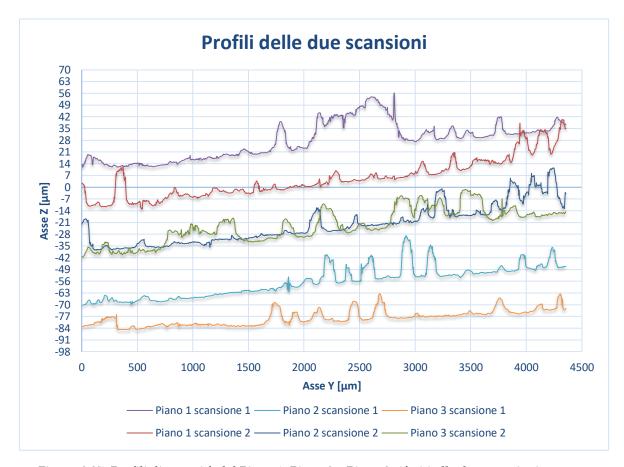


Figura 8.37. Profili di rugosità del Piano 1, Piano 2 e Piano 3 riferiti alle due scansioni

Anche in Figura 8.36 si è seguito lo stesso procedimento di quanto fatto nella Figura 8.35. In seguito, le sezioni della superficie ottenute da ogni piano si sono raggruppate in Figura 8.37.

Nuovamente si misurano le distanze tra un picco locale e la sua valle adiacente.

Dall'analisi si ricava che il valore massimo delle irregolarità è pari 26  $\mu m$ .

Si nota ancora che la superficie scansionata non è perfettamente piana, sia lungo l'asse X, sia lungo l'asse Y, il problema riguarda sempre il ritiro del materiale durante il raffreddamento.

Il valore massimo assoluto dell'irregolarità misurato è di 26  $\mu m$ .

#### <u>CAPITOLO 8 – Analisi dei risultati delle prove meccaniche</u>

Quindi la finitura superficiale della faccia posteriore influenza parzialmente la vita a fatica del materiale riprocessato, perché possono generarsi dei punti di concentrazione delle tensioni, invece non si può dire la stessa cosa con il materiale vergine. Inoltre, come è stato detto in precedenza, la presenza delle porosità influisce in modo più o meno marcato, a seconda della loro grandezza, sulla vita a fatica del materiale, Figura 8.38. Nei provini Vergini si è visto che la loro grandezza e presenza in volume è superiore ai campioni Riciclati, quindi la rugosità della superficie ha una minore incidenza sulla dispersione dei dati.

L'analisi alla tomografia computerizzata delle porzioni dei provini eseguita al §6.3 è molto utile in questo caso, perché si ha a disposizione un numero elevato di informazioni, come il volume occupato di ogni poro.

Infatti, in Figura 8.39 (si è eseguita un'analisi dei dati ricavati dalla tomografia) si evidenzia che il numero di porosità è notevolmente superiore nel materiale vergine, ma anche la quantità di vuoti a parità di dimensioni. Per poter comparare la grandezza dei pori dei due materiali si è ipotizzato che il volume di ogni porosità fosse assimilabile ad una sfera, e si è poi calcolato il diametro.

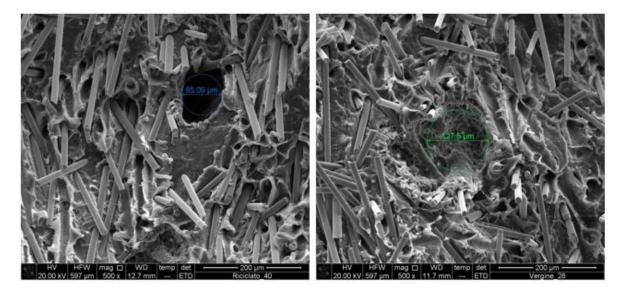


Figura 8.38. Immagini al SEM. A sinistra vuoto in un provino Riciclato, a destra vuoto in un provino Vergine. Nelle immagini sono state inserite le dimensioni di massima delle porosità

#### <u>CAPITOLO 8 – Analisi dei risultati delle prove meccaniche</u>

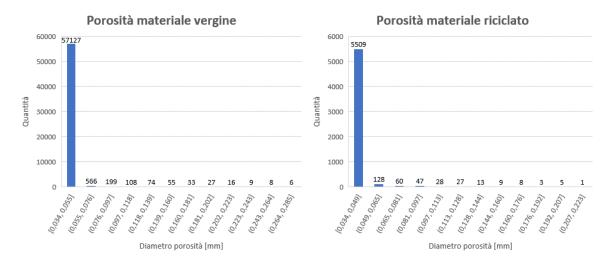


Figura 8.39. Diametro delle porosità, sinistra il materiale vergine, a destra quello riciclato. Si è ipotizzato che le porosità abbiano una forma sferica.

Inoltre, si è travato un comportamento simile, ossia una dispersione dei dati nelle prove di fatica per un materiale con all'interno dei vuoti, anche in letteratura. D. Hoey e D. Taylor hanno eseguito delle prove a fatica sul PMMA in forma porosa e hanno evidenziato che la presenza di vuoti all'interno del materiale aumenta lo scattering dei dati, soprattutto ad alto numero di cicli. Hanno rilevato che la rottura dei provini inizia dai pori, mentre per i campioni aventi degli intagli, la rottura iniziava in corrispondenza dell'intaglio stesso. [25]

## CAPITOLO 9 - LEGAME TRA RESISTENZA A TRAZIONE E DISTRIBUZIONE DELLE LUNGHEZZE DELLE FIBRE

Gli studi effettuati da Bernasconi et al. [10] ed Eriksson et al. [26] hanno evidenziato, nel caso del riciclo di una poliammide rinforzata con fibre di vetro, una relazione tra la resistenza a trazione in funzione del contenuto di materiale riciclato. Inoltre, hanno dimostrato come la diminuzione di resistenza sia essenzialmente legata alla riduzione di lunghezza delle fibre. In questi articoli [10], [26] questo effetto è stato studiato anche dal punto di vista dei modelli micromeccanici, con risultati incoraggianti, andando ad applicare il metodo proposto da Bowyer and Bader [27]. La relazione utilizzata è una variante del modello di Kelly-Tyson (3.37), che, sulla base delle distribuzioni di lunghezza delle fibre consente di prevedere la resistenza a trazione di un composito a fibra corta.

Quindi, in questo capitolo si vuole replicare la stessa procedura adottata negli articoli citati in precedenza, per caratterizzare il materiale oggetto di studio, ossia un polipropilene rinforzato con fibre di vetro con una diversa percentuale di riciclato al suo interno.

#### 9.1 Risultati ottenuti

È stato detto che per un materiale composito rinforzato con fibre corte, la resistenza a trazione è dipendente dalla lunghezza delle fibre e dalla loro orientazione, in funzione alla direzione del carico applicato. Per cui si vuole studiare il comportamento delle tre tipologie di materiale (Vergine, Ibrido e Riciclato), andando ad applicare il modello di Bowyer and Bader.

Innanzitutto, è stata usata la relazione (3.37) con il materiale vergine per poter ricavare la tensione di interfaccia (IFSS), tra fibra e matrice, eguagliando la tensione di rottura media sperimentale pari a  $\sigma_{uc\_media\_sperimentale} = 75,56~MPa$  con quella del modello  $\sigma_{uc\_modello}$ . Sono stati usati i parametri presenti nell'articolo di Crema et al. [28] per quanto riguarda la tensione di rottura delle fibre di vetro  $\sigma_{uf} = 2000~MPa$  e la tensione registrata nella matrice durante la rottura delle fibre  $\sigma'_m = 40~MPa$ .

Invece il diametro delle fibre è stato misurato con la *Werth VIDEOCHECK*® S, il valore  $d = 0.0150 \, mm$  è uguale per tutte e tre le tipologie di provino.

Inoltre, il fattore di orientazione delle fibre ( $\eta_0$ ) è stato calcolato con l'equazione di Krenchel (3.21), utilizzando i dati delle scansioni alla tomografia computerizzata. Per il provino Vergine  $\eta_0 = 0.68$ , per quello Ibrido  $\eta_0 = 0.67$ , mentre per quello Riciclato  $\eta_0 = 0.67$ , valori comparabili con quelli trovati in letteratura [10], [29].

L'espressione della lunghezza critica delle fibre è espressa nella (3.30), i risultati ottenuti sono identici per tutte e tre le tipologie di provino e valgono  $l_c$  = 1,9789 mm. Infine, la frazione volumetrica di fibra è stata ricavata dalla tomografia dei provini,  $V_{f\_VERGINE}$  = 0,2624,  $V_{f\_IBRIDO}$  = 0,2932,  $V_{f\_RICICLATO}$  = 0,2783.

Il valore risultante della tensione di interfaccia (IFSS) è di 7,58 *MPa*, confrontabile con quello ottenuto nell'articolo di Thomason [29]; poi questo dato è stato tenuto constante anche per gli altri due tipi di provino.

Dopodiché si sono calcolate le tensioni di rottura dei campioni Ibrido e Riciclato, rispettivamente di 77,14 *MPa* e 55,75 *MPa*, i cui valori sono stati confrontati con le tensioni di rottura medie sperimentali di 73,85 *MPa* per l'Ibrido e 62,4 *MPa* per il Riciclato, Figura 9.1.

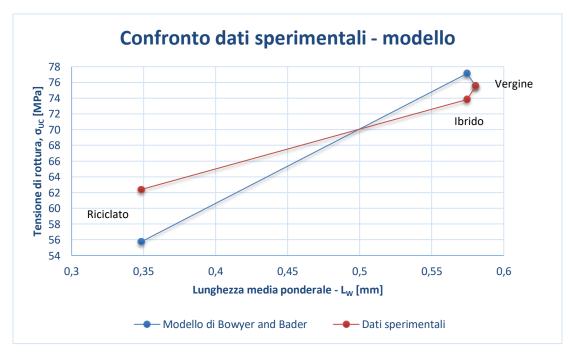


Figura 9.1. Confronto del modello di Bowyer and Bader – dati sperimentali. Grafico della tensione di rottura del materiale in funzione della lunghezza di fibra.

Il modello consente di prevedere con discreta precisione la riduzione di resistenza che si osserva quando si utilizza un materiale riciclato al 100% al posto del materiale vergine. Purtroppo, non si osserva una riduzione nel campione contenente il 25% di materiale riprocessato (Ibrido), come accade nella realtà. Molto probabilmente perché non c'è una netta variazione di la lunghezza media ponderale di fibra tra quest'ultimo e quello vergine. Invece la previsione con il materiale riciclato è a favore di sicurezza.

Inoltre, si intuisce che la lunghezza critica delle fibre è superiore a qualsiasi valore di lunghezza misurato con la *Werth VIDEOCHECK® S*, per cui il secondo termine della equazione di Bowyer and Bader (3.37), che si indicherà con Y:

$$Y = \sum_{l_j = l_c}^{l_j = \infty} \sigma_{uf} \nu_j \left( 1 - \frac{l_c}{2l_j} \right)$$

$$\tag{9.1}$$

è sempre nullo. Tutto il carico è ripartito dal contributo della matrice Z:

$$Z = (1 - \nu_f)\sigma_m' \tag{9.2}$$

e dalle fibre subcritiche X, poiché non ci sono fibre che superano la lunghezza critica:

$$X = \sum_{l_i=0}^{l_i=l_c} \left(\frac{\nu_i \tau l_i}{d}\right) \tag{9.3}$$

Questo fenomeno è accertato dalle immagini eseguite al SEM, delle superfici di frattura dei provini sottoposti alle prove di trazione statiche, Figura 9.2, Figura 9.3 e Figura 9.4.

Si osserva come le fibre siano state estratte dalla matrice polimerica (pull-out) e abbiano una superficie pulita, priva di residui di matrice. Infatti, la frattura del materiale composito avviene con scollamento e scorrimento tra matrice e fibre. Questo può essere attribuito alla scarsa adesione interfacciale, che dai risultati ottenuti dal modello di Bowyer and Bader è di 7,58 *MPa*. Un comportamento simile si è riscontrato anche in letteratura con una poliammide rinforzata con fibre corte di carbonio [30].

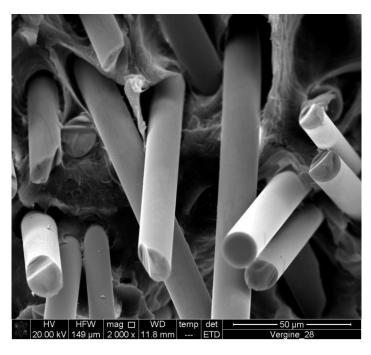


Figura 9.2. Immagine al SEM di una porzione di superficie di frattura di un provino Vergine – V28. Fibre non ricoperte da matrice

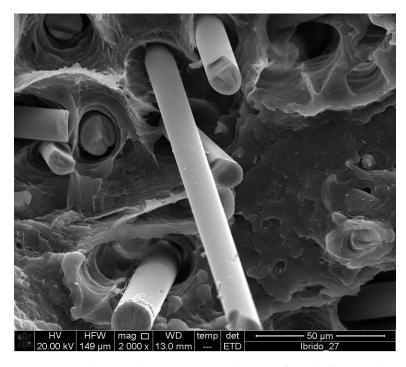


Figura 9.3. Immagine al SEM di una porzione di superficie di frattura di un provino Ibrido – I27. Fibre non ricoperte da matrice

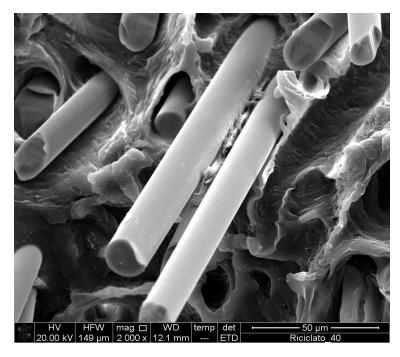


Figura 9.4. Immagine al SEM di una porzione di superficie di frattura di un provino Riciclato – R40. Fibre non ricoperte da matrice

## 9.2 Correlazione tra la resistenza a fatica e statica

Se si osserva la relazione tra la resistenza a fatica a  $10^6$  cicli e la lunghezza media ponderale  $\overline{l_w}$  delle fibre riportata in Figura 9.5, si può capire che esiste un collegamento tra resistenza a fatica e distribuzione delle lunghezze delle fibre analoga a quella trovata per la resistenza a trazione.

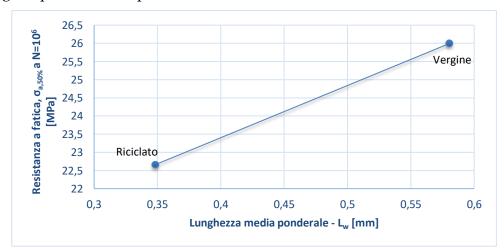


Figura 9.5. Relazione tra la resistenza a fatica a  $10^6$  cicli e la lunghezza media ponderale  $L_W$ 

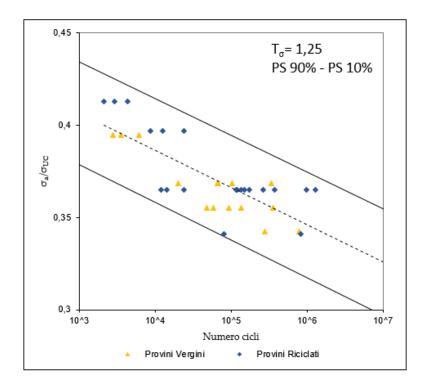


Figura 9.6. Stress – Life curve normalizzata con tutti i provini esaminati a fatica (Vergini e Riciclati)

Questa ipotesi trova ulteriore conferma dall'osservazione della Figura 9.6, in cui si rappresenta una Stress – Life curve con tutti i provini studiati a fatica, ottenuta sulla base dei risultati sperimentali. Nell'asse delle ordinate sono presenti dei valori normalizzati, dividendo la tensione  $\sigma_a$  con lo sforzo massimo applicato al provino durante la prova di resistenza a trazione del rispettivo materiale. Tutti i valori sperimentali cadono nella banda 10% - 90%. Ciò significa che la resistenza a fatica è proporzionale alla resistenza a trazione, come si osserva di solito nei materiali termoplastici rinforzati con fibre corte. Quest'aspetto trova conferma nei risultati dell'articolo di Bernasconi et al. [10]. Si vede lo stesso comportamento nelle Figura 9.7 e Figura 9.8, in cui sono rappresentate altre Stress – Life curve rispettivamente per i soli provini non carteggiati e quelli levigati.

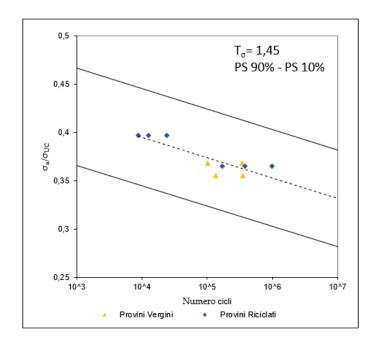


Figura 9.8. Stress – Life curve normalizzata con i soli provini carteggiati esaminati a fatica (Vergini e Riciclati)

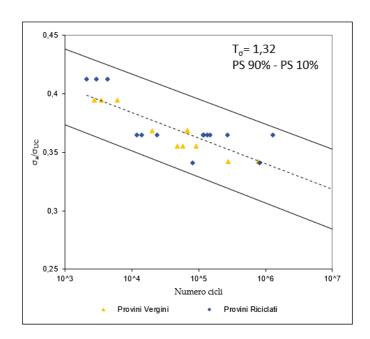


Figura 9.7. Stress – Life curve normalizzata con i soli provini non carteggiati esaminati a fatica (Vergini e Riciclati)

Concludendo, per il caso oggetto di studio, ossia per il materiale riciclato, ma anche più in generale per materiali che abbiano la stessa composizione, ma differenti distribuzioni di lunghezza delle fibre, se è disponibile una diagramma come nelle Figura 9.6, Figura 9.7 e Figura 9.8, oppure è noto il rapporto tra la tensione  $\sigma_a$  e la resistenza a trazione per almeno un materiale, sulla base dei valori di resistenza a trazione forniti dal modello di Bowyer and Bader è possibile stimare la resistenza a fatica, con un certo margine d'incertezza.

#### CAPITOLO 10 - CONCLUSIONI

Lo scopo di questo lavoro di tesi era di analizzare il comportamento a fatica di provini vergini e riciclati in polipropilene rinforzato con il 30% di fibre corte di vetro, analizzando e cercando di risolvere i problemi di scattering riscontrati nelle prove a fatica sul materiale riprocessato della precedente tesi.

All'inizio per valutare la maggior presenza di vuoti nel materiale riciclato, sono state calcolate le densità di campioni Vergini e Riprocessato appartenenti a provini stampati con il materiale avanzato e con gli stessi parametri di processo dalla tesi precedente. È stato applicato l'esperimento di Archimede, senza però ottenere delle informazioni utili. Per cui si è deciso di levigare e poi lucidare le superfici delle tre tipologie di provino oggetto di studio per esaminarle, prima al microscopio ottico, senza riuscire a vedere le porosità, e poi al profilometro, ottenendo delle indicazioni di massima sul problema.

Dopodiché sono stati stampati i nuovi provini. Il processo di riciclaggio è stato eseguito con un estrusore bi-vite, in questo modo si è eliminato l'eventuale presenza di impurità all'interno dei provini Riciclati ed Ibridi che, invece potevano esserci in quelli della tesi precedente. L'impiego dell'estrusore ha ridotto le prestazioni dei campioni contenenti materiale riprocessato.

Successivamente sono stati analizzati alcuni provini direttamente al profilometro, per avere un confronto con gli altri esaminati in precedenza. Inoltre, sono state compiute anche delle tomografie ai tre tipi di provino. In quest'ultimo caso si sono ottenute delle informazioni esaustive delle porosità interne e sono state confrontate con quelle presenti nella tesi di X. Kecira. Dalle analisi si è riscontrato che il provino Vergine ed Ibrido avevano un contenuto di vuoti maggiore di quelli all'interno dei campioni della tesi precedente, mentre nel provino Riciclato questa tendenza si invertiva. Per cui la fase di riciclaggio in estrusore e successivo stampaggio ha migliorato il contenuto del materiale riprocessato, poiché ha ridotto la lunghezza di fibra e abbassato il peso molecolare della matrice, ossia è diminuita la viscosità del fluido all'interno dello stampo. Queste informazioni sono state ottenute da delle analisi di viscosità eseguite sul pellet di materiale Vergine e Riciclato. Inoltre, sono state osservate e misurate le lunghezze di fibra di tutte e tre le tipologie di campioni, per eseguire un'analisi statistica della loro distribuzione. Dalla forma delle distribuzioni si è rilevato come ad ogni passo del processo tecnologico corrisponda

#### CAPITOLO 10 – Conclusioni

una diminuzione delle lunghezze. In particolare, nello stampaggio (da vergine a 100% riciclato) si ha uno spostamento delle distribuzioni verso frequenze sempre più alte per fibre di lunghezza sempre minore. Invece non si osservano particolari variazioni tra il Vergine e l'Ibrido (il materiale contenente il 25% di riciclato).

In seguito, si sono compiute le prove di resistenza a trazione statica, in cui si sono evidenziate le minori prestazioni del materiale riprocessato e le prove di resistenza a fatica sui provini Vergini e Riciclati. Si è osservato che entrambi i materiali nelle prove a fatica presentavano dello scatter, soprattutto agli alti numero di cicli. Per cui è stato deciso di levigare la faccia posteriore di alcuni campioni ed effettuare altre prove. I provini Vergini non hanno avuto dei miglioramenti, cosa che invece è accaduta, in parte, con quelli Riciclati. Si può sostenere che la finitura superficiale abbia influenzato parzialmente le prove. Questo aspetto si è visto maggiormente con il materiale riprocessato, poiché aveva un volume di vuoti minore rispetto a quelli presenti nel materiale vergine. Lo studio dei provini a fatica espressa in termini di energia ha permesso di racchiudere i risultati all'interno delle due bande di probabilità di sopravvivenza, anche quando la finitura superficiale (carteggiando la faccia posteriore) è stata migliorata. Si può dire che l'energia dissipata dai provini al 50% della vita è un buon parametro di sintesi, come è anche dimostrato in letteratura nell'articolo di Meneghetti et al. [31].

In seguito, è stato studiato il legame tra la resistenza a trazione e la distribuzione di lunghezza delle fibre, applicando il modello di Bowyer and Bader. Si è osservato come effettivamente c'è una relazione tra i due parametri, e il modello ha permesso di replicare in buona parte i risultati sperimentali. L'unico problema è stato notato con il materiale contenente il 25% di riciclato (Ibrido). Problema che è certamente dovuto alla distribuzione di lunghezza delle fibre, molto simile a quella del vergine. Dal modello si è osservato che tutte le fibre hanno una lunghezza inferiore a quella critica, infatti la tensione interfacciale è molto bassa. Dalle immagini ottenute con il microscopio elettronico si è visto che le fibre sono "pulite" e siano state estratte completamente dalla matrice polimerica (pull-out), confermando la debole adesione all'interfaccia tra fibra e matrice. Quindi le fibre svolgono la funzione principalmente di incremento del modulo elastico della matrice.

I risultati delle prove di fatica condotte sui due lotti di materiale hanno mostrato che per effetto della presenza del materiale riciclato la resistenza a fatica diminuisce della stessa misura della resistenza a trazione. Ciò ha permesso di ricavare delle

#### <u>CAPITOLO 10 – Conclusioni</u>

Stress – Life curve (per tutti i provini, per i soli carteggiati e per quelli non carteggiati) normalizzate.

Quindi l'effetto del riciclo può essere previsto sulla base della curva normalizzata e delle distribuzioni di lunghezza delle fibre così ottenute, applicando il modello di Bowyer and Bader e identificando i parametri micromeccanici che intervengono nella formulazione del modello.

#### **BIBLIOGRAFIA**

- [1] G. Sala, L. Di Landro, A. Airoldi, P. Bettini, "Tecnologie delle Costruzioni Aeronautiche", Ingegneria Aerospaziale, Politecnico di Milano.
- [2] F. Grasso, C. Calabretta, "I materiali compositi nei mezzi di trasporto", Università degli studi di Catania.
- [3] G. Meneghetti, M. Quaresimin, M. Ricotta, M. Zappalorto, "Introduzione al calcolo tensionale su un laminato in composito", Corso di Costruzione di Macchine 2, Università degli Studi di Padova.
- [4] Valery V. Vasiliev, Evgeny I. Morozov, "Mechanics and Analysis of Composite Materials", Elsevier, 2001.
- [5] Laslo P. Kollar, George S. Springer, "Mechanics of composites structures", Cambridge University Press, 2003.
- [6] A. El-Sabbagh, I. Taha, L. Steuernagel, G. Ziegmann, "Stiffness and Strength of Thermoplastic Composites Reinforced with Natural Fibers: Modelling and Experimentation of PP/Flax", Institute for Polymer Materials and Plastic Processing, Agricolastrasse 6, 38678 Clausthal-Zellerfeld, Germany.
- [7] A. El- Sabbagh, L. Steuernagel, G. Ziegmann, "Processing and Modeling of the Mechanical Behavior of Natural Fiber Thermoplastic Composite: Flax/Polypropylene", Polymer Composites 2009.
- [8] A. Allevi, A. Bernasconi, P. Davoli, D. Rossin, C. Armanni, A. Filippi, "Effetto del riciclo meccanico sulla resistenza a trazione di una poliammide 6,6 rinforzata con fibre di vetro", XXXIV convegno nazionale AIAS Milano, 14-17 settembre 2005.
- [9] P. A. Eriksson, A. C. Albertsson, P. Boydell, G. Prautzsch, J. A. E. Månson, "Prediction of Mechanical Properties of Recycled Fiberglass Reinforced Polyamide 66", Polimer Composites, Vol. 17, 1996, pp. 830-839.

- [10] A. Bernasconi, P. Davoli, D. Rossin, C. Armanni, "Effect of reprocessing on the fatigue strength of a fibreglass reinforced polyamide" XXXV convegno nazionale AIAS Ancona, 13-16 settembre 2006.
- [11] Rohan Muni Bajracharya, Allan C. Manalo, Warna Karunasena, Kin-tak Lau, "Experimental and theoretical studies on the properties of injection moulded glass fibre reinforced mixed plastics composites", Composites: Part A (2016) 393-405.
- [12] In-Gyu Lee, Do-Hyoung Kim, Ku-Hyun Jung, Hee-June Kim, Hak-Sung Kim, "Effect of the cooling rate on the mechanical properties of glass fiber reinforced thermoplastic composites", Composite Structures 177 (2017) 28–37.
- [13] A. Vaxman, M. Narkis, A. Siegmann, S. Kenig, "Void Formation in Short-Fiber Thermoplastic Composites", Polymer Composites, dicembre 1989, Vol. 10, No. 6.
- [14] F. Cangialosi, "Caccia al difetto nello stampaggio ad iniezione", pp. 14-28.
- [15] Xhenario Kecira, "Analisi dell'effetto del riciclaggio sul comportamento a fatica di un polipropilene rinforzato con fibre corte prodotto mediante stampaggio a iniezione", Università degli studi Padova, 2018.
- [16] https://www.dora-tec.com.
- [17] G. Lucchetta, "Appunti del corso di Tecnologie di lavorazione di materiali polimerici e compositi", Università degli studi Padova, 2018.
- [18] https://www.materialdatacenter.com
- [19] U. Guzzetti, "Progettazione di prove per l'indagine della delaminazione e dell'interazione con il danno intralaminare nei materiali compositi", Politecnico di Milano, 2011.
- [20] "Note di reologia", per il corso di reologia Collegio di Ingegneria Università degli Studi di Napoli Federico II.
- [21] M. Ricotta, "Appunti del corso di Progetto del prodotto in materiale polimerico e composito", Università degli studi Padova, 2018.
- [22] I. M. Ward, "Mechanical Properties of Solid Polymers, 2'nd Ed.", Wiley, NY, 1983.

- [23] J. Z. Liang, R. K. Y. Li, "Effect of filler content and surface treatment on the tensile properties of glass-bead-filled polypropylene composites", Polymer International, 2000.
- [24] J. Kerger-Kocis, K. Friedrich, R. S. Bailey, "Fatigue crack propagation in short and long glass fiber reinforced injection-molded polypropylene composites", Advanced Composite Materials, 1991.
- [25] D. Hoey, D. Taylor, "Fatigue in porous PMMA: The effect of stress concentrations", International Journal of Fatigue 30 (2008), pp. 989–995.
- [26] P. A. Eriksson, A. C. Albertsson, P. Boydell, K. Eriksson, J. A. E. Månson, "Reprocessing of Fiberglass Reinforced Polyamide 66: Influence on Short Term Properties", Polymer Composites, Vol. 17 (6), 1996, pp. 823-829.
- [27] W. H. Bowyer, M. G. Bader, "On the re-inforcement of thermoplastics by imperfectly aligned discontinuous fibres", Journal of Materials Science, 7, 1972, pp. 1315-1321.
- [28] L. Crema, M. Sorgato, F. Zanini, S. Carmignato, G. Lucchetta, "Experimental analysis of mechanical properties and microstructure of long glass fiber reinforced polypropylene processed by rapid heat cycle injection molding", Composites Part A 107, 2018, pp. 366-373.
- [29] J.L. Thomason, "Interfacial strength in thermoplastic composites at last an industry friendly measurement method?", Composites: Part A 33, 2002, pp. 1283-1288.
- [30] N. G. Karsli, A. Aytac, "Tensile and thermomechanical properties of short carbon fiber reinforced polyamide 6 composites", Composites Part B 51, 2013, pp. 270-275.
- [31] G. Meneghetti, M. Ricotta, G. Lucchetta, S. Carmignato, "An hysteresis energy-based synthesis of fully reversed axial fatigue behaviour of different polypropylene composites", Composites: Part B, 2014.

# APPENDICE A: RISULTATI DELLE PROVE DI TRAZIONE STATICHE

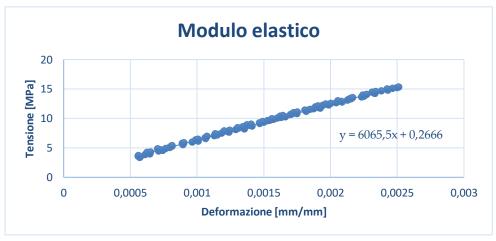
Vengono riportati i risultati e i parametri di esecuzione delle prove di trazione statiche dei provini Vergini, Ibridi e Riciclati. Per ogni provino verrà riportata una tabella con i dati di svolgimento della prova, il grafico sforzo – deformazione, il diagramma del modulo elastico calcolato con la (7.1) e le immagini delle superfici di frattura acquisite al microscopio.

# A.1 Risultati prove provini Vergini

Provino Vergine 11

NOME	TRATTO UTILE	LARGHEZZA	SPESSORE	AREA
PROVA	[mm]	[mm]	[mm]	[mm <sup>2</sup> ]
V11	30	14,60	3,20	46,72
V. PROVA	$\sigma_{MAX}$	F <sub>MAX</sub>	$\varepsilon_{MAX}$	Е
[mm/min]	[MPa]	[N]	[mm/mm]	[MPa]
2	75,98	3550	0,0281149	6065,5





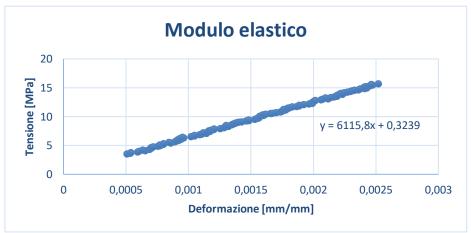




Provino Vergine 28

NOME	TRATTO UTILE	LARGHEZZA	SPESSORE	AREA
PROVA	[mm]	[mm]	[mm]	[mm <sup>2</sup> ]
V28	30	14,60	3,20	46,72
V. PROVA	$\sigma_{MAX}$	$F_{MAX}$	$\varepsilon_{MAX}$	E
[mm/min]	[MPa]	[N]	[mm/mm]	[MPa]
2	75,62	3533,16	0,0259910	6115,8





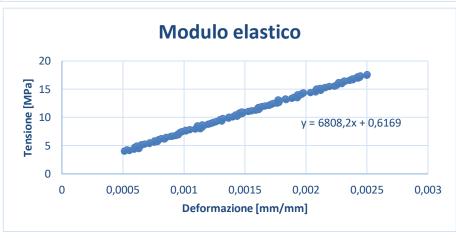




## Provino Vergine 40

NOME	TRATTO UTILE	LARGHEZZA	SPESSORE	AREA
PROVA	[mm]	[mm]	[mm]	[mm²]
V40	30	14,60	3,20	46,72
V. PROVA	$\sigma_{MAX}$	$F_{MAX}$	$arepsilon_{MAX}$	E
[mm/min]	[MPa]	[N]	[mm/mm]	[MPa]
2	76,88	3591,62	0,0255085	6808,2









# A.2 Risultati prove provini Ibridi

## Provino Ibrido 11

NOME	TRATTO UTILE	LARGHEZZA	SPESSORE	AREA
PROVA	[mm]	[mm]	[mm]	[mm <sup>2</sup> ]
I11	30	14,60	3,20	46,72
V. PROVA	$\sigma_{MAX}$	$F_{MAX}$	$\varepsilon_{MAX}$	E
[mm/min]	[MPa]	[N]	[mm/mm]	[MPa]
2	74,49	3480,53	0,0292003	6259,9





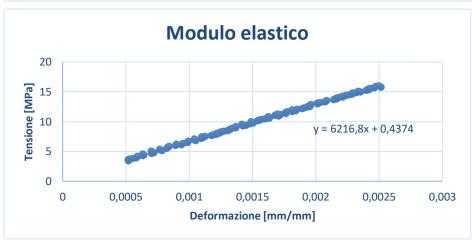




Provino Ibrido 27

NOME	TRATTO UTILE	LARGHEZZA	SPESSORE	AREA
PROVA	[mm]	[mm]	[mm]	[mm <sup>2</sup> ]
I27	30	14,60	3,20	46,72
V. PROVA	$\sigma_{MAX}$	$F_{MAX}$	$\varepsilon_{MAX}$	Е
[mm/min]	[MPa]	[N]	[mm/mm]	[MPa]
2	75,19	3513,02	0,0285092	6216,8





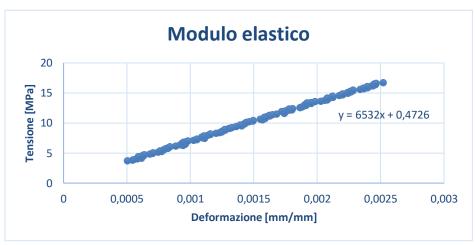




Provino Ibrido 39

NOME	TRATTO UTILE	LARGHEZZA	SPESSORE	AREA
PROVA	[mm]	[mm]	[mm]	[mm <sup>2</sup> ]
I39	30	14,60	3,20	46,72
V. PROVA	$\sigma_{MAX}$	$F_{MAX}$	$\varepsilon_{MAX}$	Е
[mm/min]	[MPa]	[N]	[mm/mm]	[MPa]
2	73,67	3441,69	0,0272437	6532





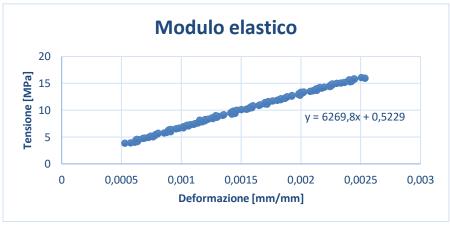




# A.3 Risultati prove provini Riciclati

NOME	TRATTO UTILE	LARGHEZZA	SPESSORE	AREA
PROVA	[mm]	[mm]	[mm]	[mm <sup>2</sup> ]
R11	30	14,60	3,20	46,72
V. PROVA	$\sigma_{MAX}$	$F_{MAX}$	$\varepsilon_{MAX}$	E
[mm/min]	[MPa]	[N]	[mm/mm]	[MPa]
2	63,98	2989,15	0,0290224	6269,8





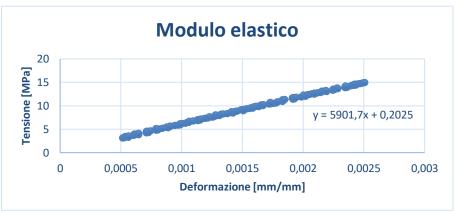




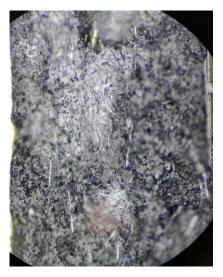
Provino Riciclato 28

NOME	TRATTO UTILE	LARGHEZZA	SPESSORE	AREA
PROVA	[mm]	[mm]	[mm]	[mm <sup>2</sup> ]
R28	30	14,60	3,20	46,72
V. PROVA	$\sigma_{MAX}$	$F_{MAX}$	$\varepsilon_{MAX}$	E
[mm/min]	[MPa]	[N]	[mm/mm]	[MPa]
2	61,53	2874,63	0,0241677	5901,7



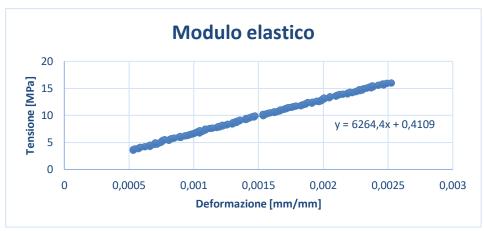


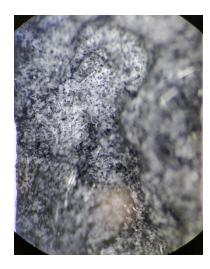


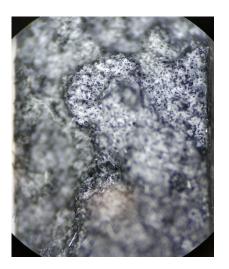


NOME	TRATTO UTILE	LARGHEZZA	SPESSORE	AREA
PROVA	[mm]	[mm]	[mm]	[mm <sup>2</sup> ]
R40	30	14,60	3,20	46,72
V. PROVA	$\sigma_{MAX}$	$F_{MAX}$	$\varepsilon_{MAX}$	E
[mm/min]	[MPa]	[N]	[mm/mm]	[MPa]
2	64,47	3012,27	0,0261885	6264,4









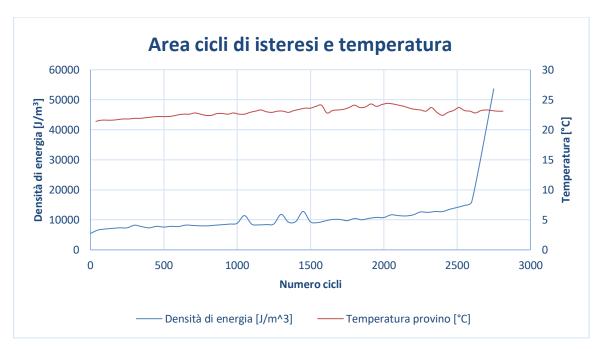
# APPENDICE B: RISULTATI DELLE PROVE DI TRAZIONE A FATICA

Si riporteranno i risultati e i parametri di esecuzione delle prove di trazione a fatica dei provini Vergini e Riciclati. Per ogni provino verrà riportata una tabella con i dati di svolgimento della prova, il grafico energia meccanica dissipata – numero di cicli alla rottura, l'andamento della temperatura durante la prova e le immagini delle superfici di frattura acquisite al microscopio.

# B.1 Risultati prove provini Vergini

Provino Vergine 2

NOME	TRATTO UTILE	LARGHEZZA	SPESSORE	AREA
PROVA	[mm]	[mm]	[mm]	[mm <sup>2</sup> ]
V2	30	14,55	3,20	46,56
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	<i>F<sub>MIN</sub></i> [N]
30	-30	30	1396,8	-1396,8
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
2784	-1	SI	< 30 °C	11

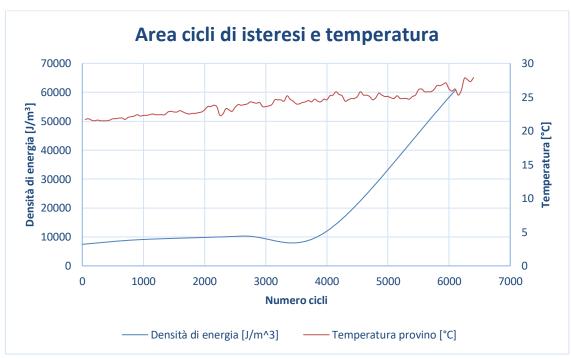






Provino Vergine 21

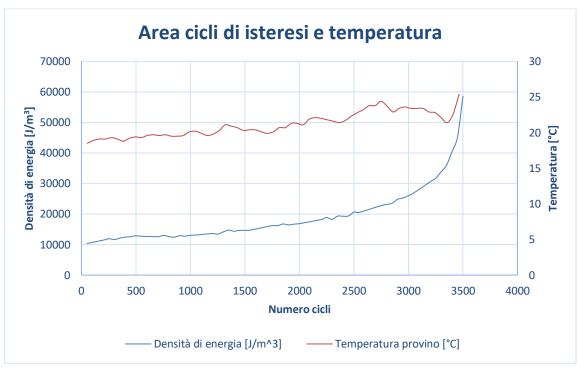
NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
V21	30	14,55	3,20	46,56
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
30	-30	30	1396,8	-1396,8
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
6102	-1	SI	< 30 °C	11





Provino Vergine 38

NOME PROVA V38	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm] 14,60	SPESSORE [mm] 3,20	AREA [mm²] 46,72
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
30	-30	30	1401,6	-1401,6
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
3540	-1	SI	< 30 °C	11

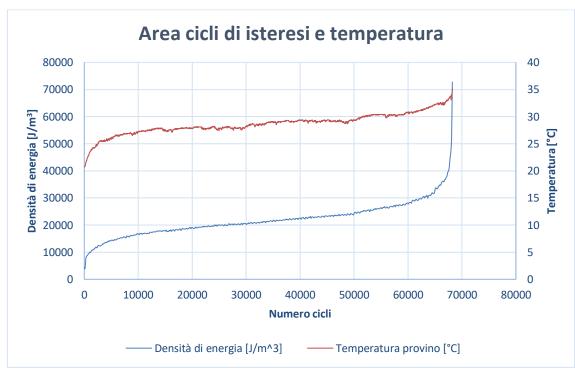






# Provino Vergine 8

NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
V8	30	14,55	3,20	46,56
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	<i>F<sub>MAX</sub></i> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
28	-28	28	1303,68	-1303,68
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
68321	-1	SI	< 30 °C	6

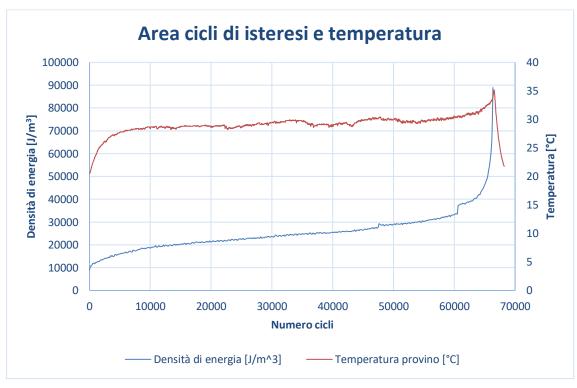






Provino Vergine 23

NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
V23	30	14,55	3,20	46,56
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
28	-28	28	1303,68	-1303,68
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
66433	-1	SI	< 30 °C	6

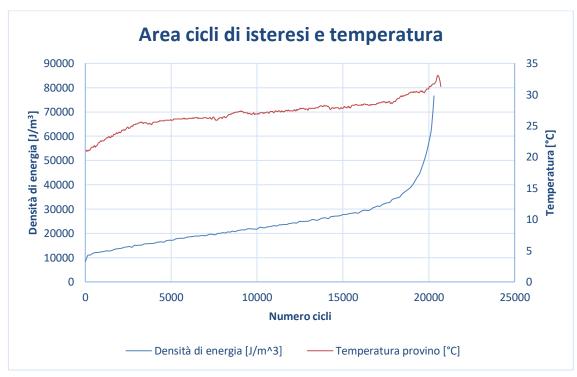






Provino Vergine 37

NOME PROVA V37	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
$\sigma_{MAX}$ [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	14,55 σ <sub>a</sub> [MPa]	3,20 F <sub>MAX</sub> [N]	46,56 <b>F</b> <sub>MIN</sub> [N]
28	-28	28	1303,68	-1303,68
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
20419	-1	SI	< 30 °C	6

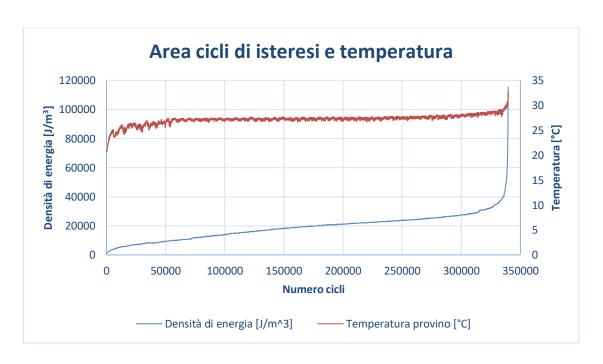






Provino Vergine 7

NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
V7	30	14,55	3,10	45,105
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
28	-28	28	1262,94	-1262,94
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
339705	-1	SI	< 30 °C	6

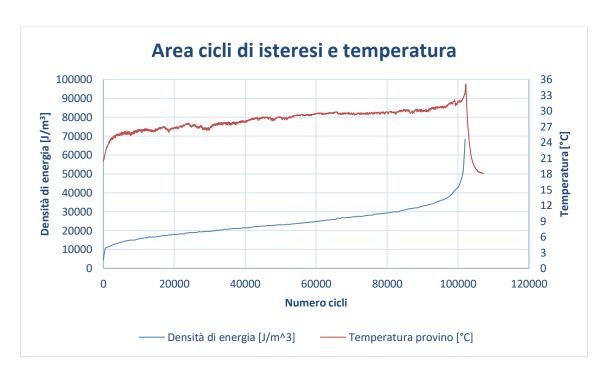






Provino Vergine 32

NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
V32	30	14,55	3,10	45,105
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
28	-28	28	1262,94	-1262,94
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
102202	-1	SI	< 30 °C	6

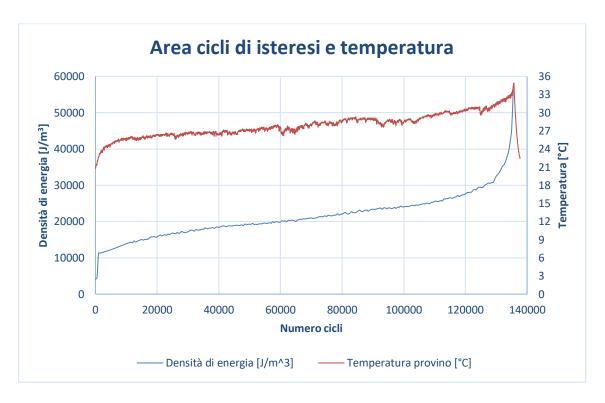


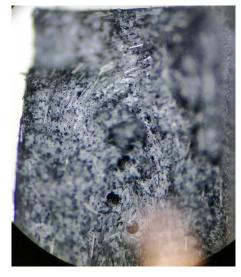




Provino Vergine 10

NOME PROVA V10	TRATTO UTILE [mm] 30	LARGHEZZA [mm] 14,55	SPESSORE [mm] 3,10	AREA [mm²] 45,105
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
27	-27	27	1217,835	-1217,835
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
135766	-1	SI	< 30 °C	7

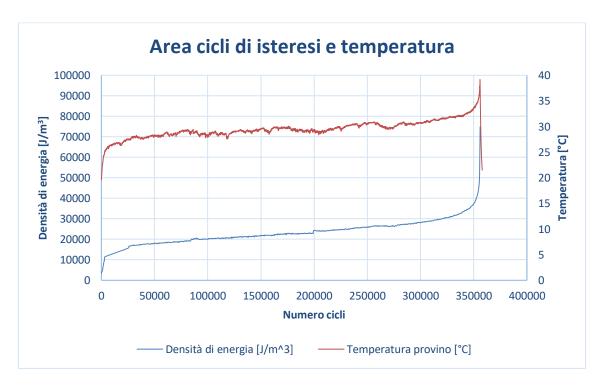






Provino Vergine 35

NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
V35	30	14,55	3,10	45,105
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
27	-27	27	1217,835	-1217,835
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
356121	-1	SI	< 30 °C	7

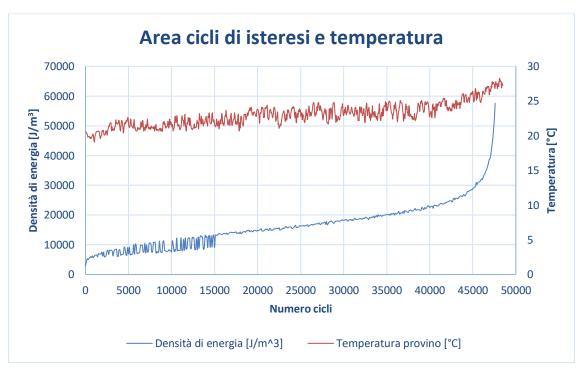






Provino Vergine 3

NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
V3	30	14,55	3,20	46,56
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	<i>F<sub>MIN</sub></i> [N]
27	-27	27	1257,12	-1257,12
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
47806	-1	SI	< 30 °C	11

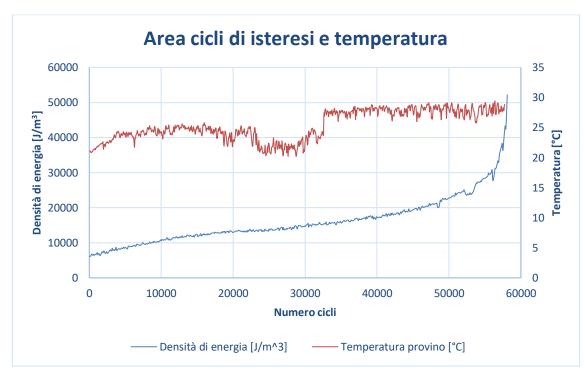


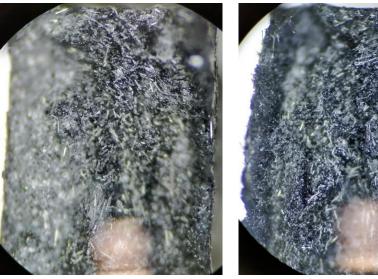


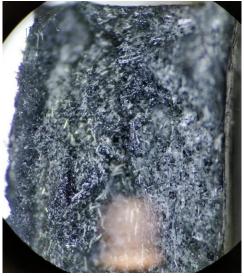


# Provino Vergine 20

NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
V20	30	14,55	3,20	46,56
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	<i>F<sub>MIN</sub></i> [N]
27	-27	27	1257,12	-1257,12
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
58269	-1	SI	< 30 °C	11

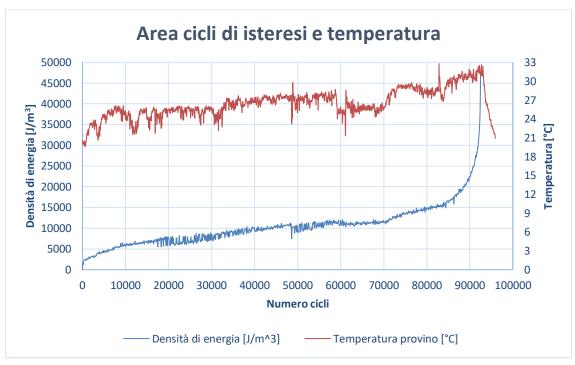






# Provino Vergine 36

NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
V36	30	14,60	3,20	46,72
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
27	-27	27	1261,44	-1261,44
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
92599	-1	SI	< 30 °C	10

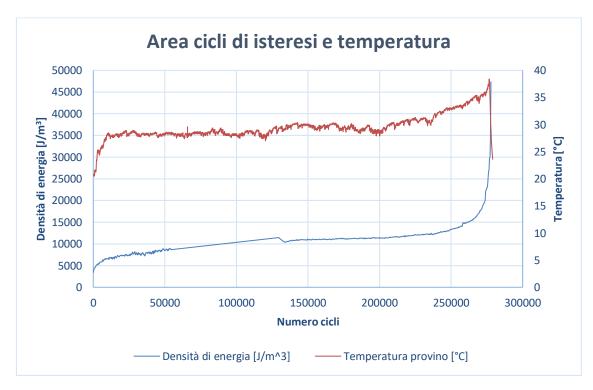






Provino Vergine 5

NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
V5	30	14,55	3,20	46,56
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	σ <sub>a</sub> [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
26	-26	26	1210,56	-1210,56
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
277951	-1	SI	< 30 °C	8

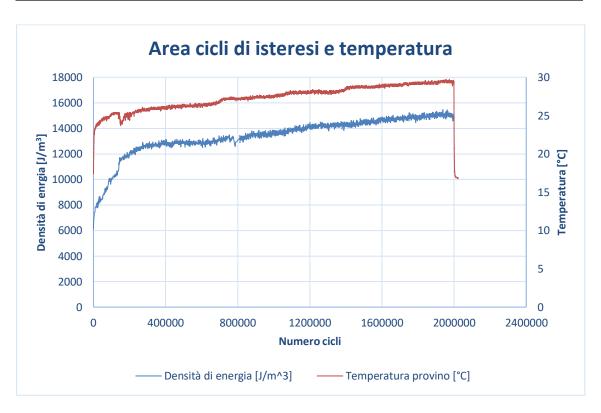






Provino Vergine 27

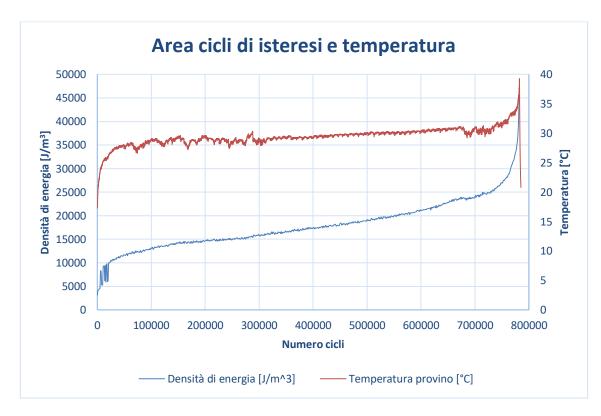
NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
V27	30	14,55	3,20	46,56
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
26	-26	26	1210,56	-1210,56
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
2000000	-1	NO	< 30 °C	8



Non sono presenti le immagini delle superfici di frattura, poiché il provino ha raggiunto il numero di cicli limite impostato all'inizio della prova  $(2 \cdot 10^6 \text{ cicli})$  senza rompersi.

Provino Vergine 34

NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
V34	30	14,55	3,20	46,56
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
26	-26	26	1210,56	-1210,56
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
782729	-1	SI	< 30 °C	8

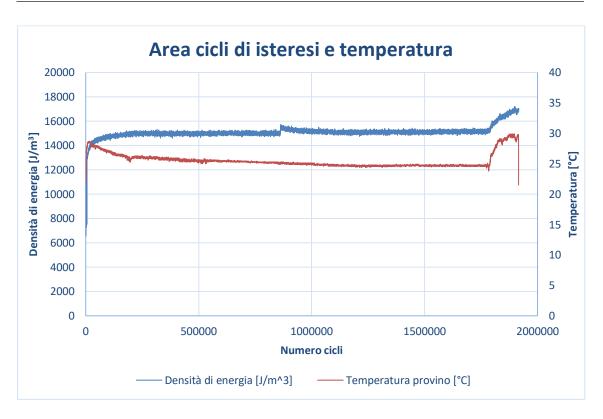






Provino Vergine 1

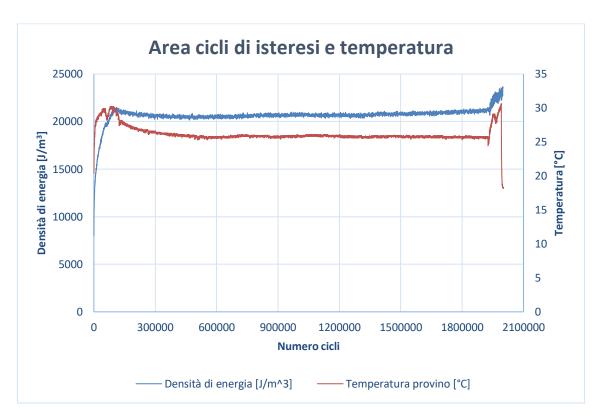
NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
V1	30	14,60	3,20	46,72
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
24	-24	24	1121,28	-1121,28
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
2000000	-1	NO	< 30 °C	8



Non sono presenti le immagini delle superfici di frattura, poiché il provino ha raggiunto il numero di cicli limite impostato all'inizio della prova  $(2 \cdot 10^6 \text{ cicli})$  senza rompersi.

Provino Vergine 22

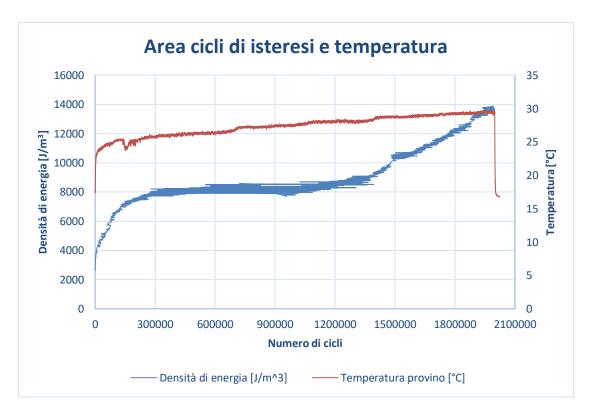
NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
V22	30	14,60	3,20	46,72
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	σ <sub>a</sub> [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
25,5	-25,5	25,5	1191,36	-1191,36
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
2000000	-1	NO	< 30 °C	8



Non sono presenti le immagini delle superfici di frattura, poiché il provino ha raggiunto il numero di cicli limite impostato all'inizio della prova  $(2\cdot 10^6$  cicli) senza rompersi.

Provino Vergine 39

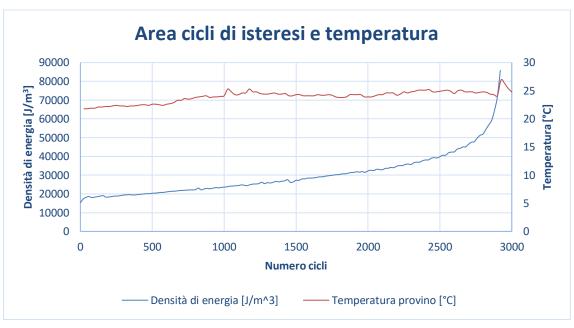
NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
V39	30	14,60	3,20	46,72
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
25,5	-25,5	25,5	1191,36	-1191,36
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
2000000	-1	NO	< 30 °C	8



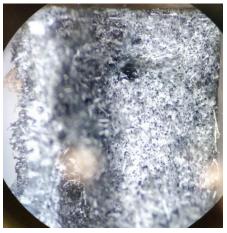
Non sono presenti le immagini delle superfici di frattura, poiché il provino ha raggiunto il numero di cicli limite impostato all'inizio della prova ( $2\cdot 10^6$  cicli) senza rompersi.

# B.2 Risultati prove provini Riciclati

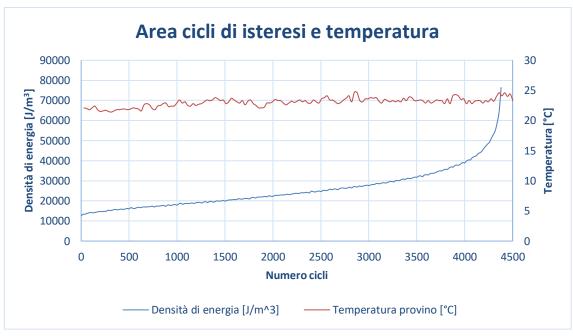
NOME PROVA R6	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm] 14,60	SPESSORE [mm] 3,20	AREA [mm²] 46,72
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	<i>F<sub>MAX</sub></i> [N]	<i>F<sub>MIN</sub></i> [N]
26	-26	26	1214,72	-1214,72
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
2940	-1	SI	< 30 °C	6

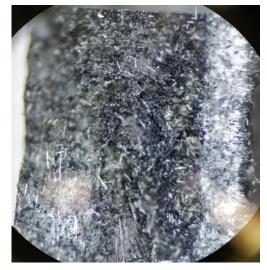






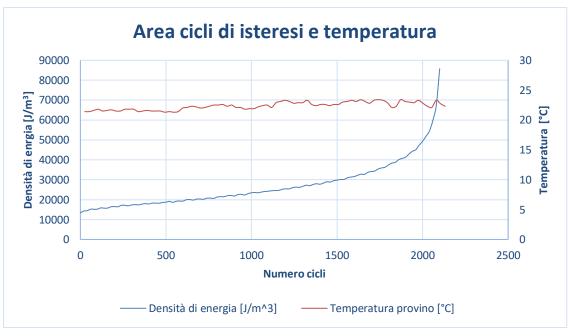
NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
R20	30	14,60	3,20	46,72
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
26	-26	26	1214,72	-1214,72
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
4380	-1	SI	< 30 °C	6

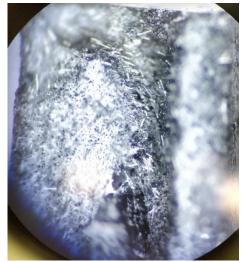






NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
R37	30	14,60	3,20	46,72
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
26	-26	26	1214,72	-1214,72
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
2100	-1	SI	< 30 °C	6

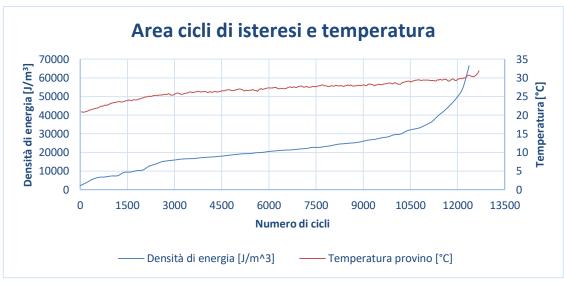






D .	TO: 1 (	$\sim$
Provino	Riciclato	9
1 10 1110	Ideletate	_

NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
R9	30	14,55	3,10	45,105
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	σ <sub>a</sub> [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
25	-25	25	1127,625	-1127,625
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
12578	-1	SI	< 30 °C	8

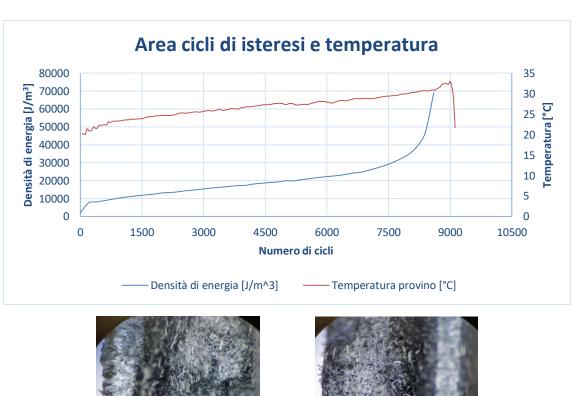






T	•	T) · · 1 ·	10
-1	rounn	Riciclato	19
1	101110	Miciciato	エノ

NOME	TRATTO UTILE	LARGHEZZA	SPESSORE	AREA
PROVA	[mm]	[mm]	[mm]	[mm <sup>2</sup> ]
R19	30	14,55	3,10	45,105
$\sigma_{MAX}$	$\sigma_{MIN}$	$\sigma_a$	$F_{MAX}$	$F_{MIN}$
[MPa]	[MPa]	[MPa]	[N]	[N]
25	-25	25	1127,625	-1127,625
NUMERO	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA
CICLI	K	KOTTUKA	IEWIFEKATUKA	[Hz]
8709	-1	SI	< 30 °C	8

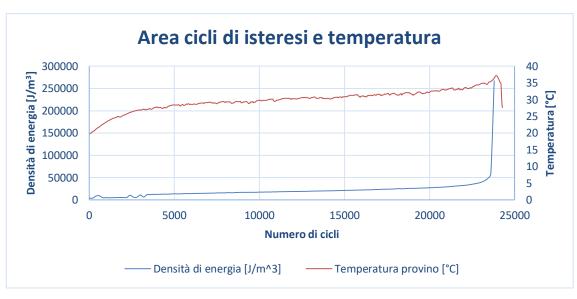






n .	т.		1 .	$\sim$
Provi	no k	(1010	lat∩	コンフ
1 10 11	110 1	VICIC.	ıaıv	$\mathcal{I}$

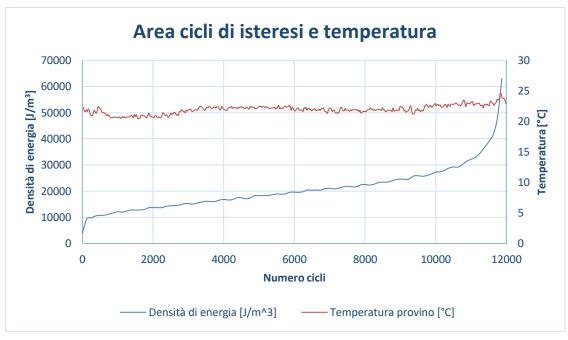
NOME	TRATTO UTILE	LARGHEZZA	SPESSORE	AREA
PROVA	[mm]	[mm]	[mm]	[mm <sup>2</sup> ]
R32	30	14,55	3,10	45,105
$\sigma_{MAX}$	$\sigma_{MIN}$	$\sigma_a$	$F_{MAX}$	$F_{MIN}$
[MPa]	[MPa]	[MPa]	[N]	[N]
25	-25	25	1127,625	-1127,625
NUMERO	D	DOTTI ID A	TEMPERATURA	FREQUENZA
CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	[Hz]
23801	-1	SI	< 30 °C	8

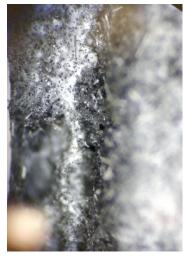






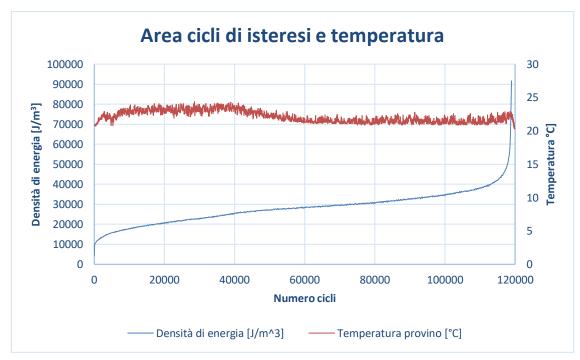
NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
R2	30	14,60	3,20	46,72
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
23	-23	23	1074,56	-1074,56
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
11875	-1	SI	< 30 °C	6







NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
R21	30	14,60	3,20	46,72
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
23	-23	23	1074,56	-1074,56
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
118750	-1	SI	< 30 °C	6

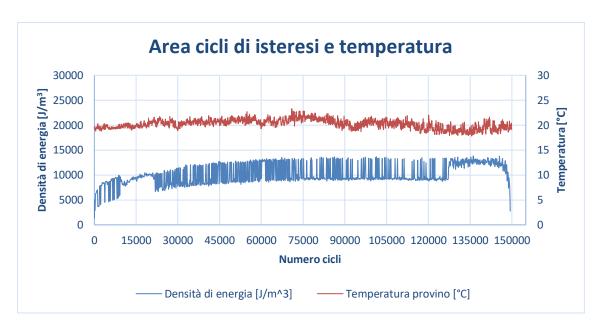






D .	D: 1 1	$\alpha$
Provino	Riciclato	38
110 / 1110	INCICIALO	$\mathcal{O}$

NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
R38	30	14,60	3,20	46,72
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
23	-23	23	1074,56	-1074,56
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
149557	-1	SI	< 30 °C	10

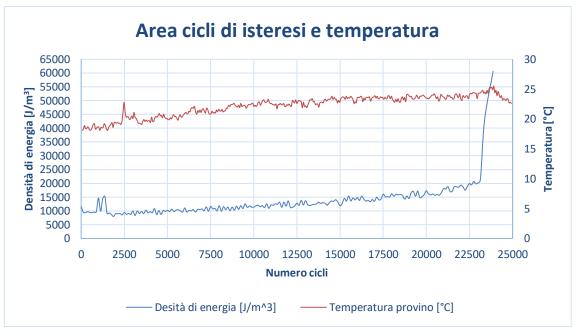


L'andamento dell'energia meccanica dissipata non viene considerato, perché ci sono stati problemi di acquisizione.





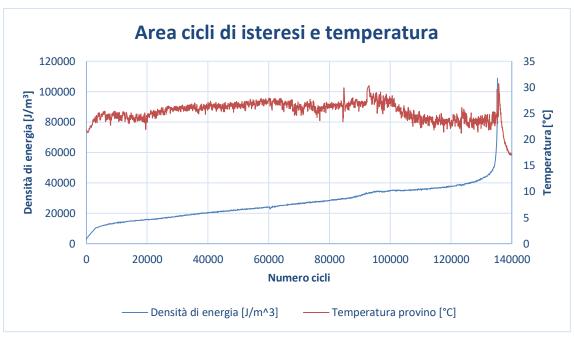
NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
R7	30	14,60	3,20	46,72
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$oldsymbol{\sigma}_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
23	-23	23	1074,56	-1074,56
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
24000	-1	SI	< 30 °C	13







NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
R8	30	14,55	3,20	46,56
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
23	-23	23	1070,88	-1070,88
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
135342	-1	SI	< 30 °C	10

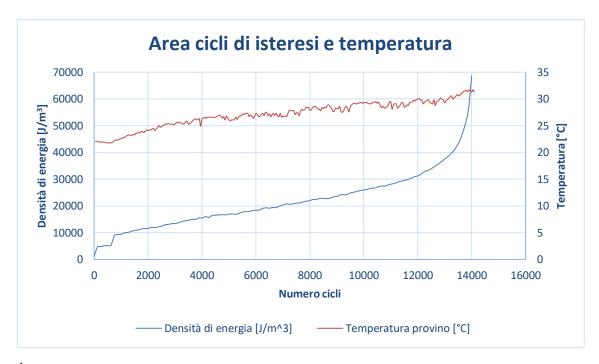






Provino Riciclato 36

NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
R36	30	14,55	3,20	46,56
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
23	-23	23	1070,88	-1070,88
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
14112	-1	SI	< 30 °C	10



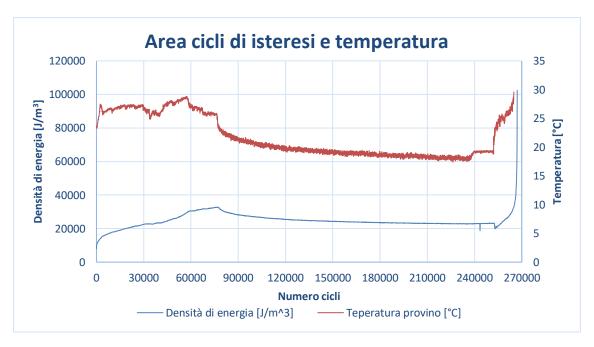
È stata tolta la bava lungo gli spigoli del provino con la carta vetrata.





Provino Riciclato 35

NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
R35	30	14,55	3,20	46,56
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
23	-23	23	1070,88	-1070,88
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
267121	-1	SI	< 30 °C	5



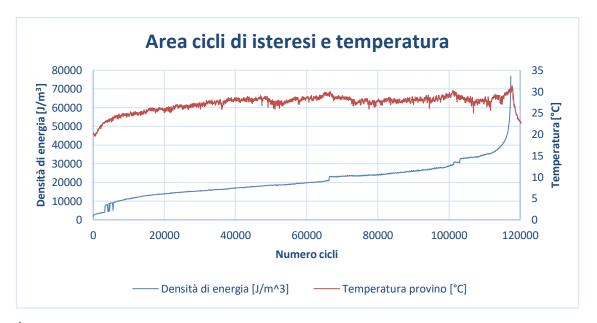
È stata tolta la bava lungo gli spigoli del provino con la carta vetrata.





Provino Riciclato 24

NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
R24	30	14,55	3,20	46,56
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
23	-23	23	1070,88	-1070,88
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
117491	-1	SI	< 30 °C	7



È stata tolta la bava lungo gli spigoli del provino con la carta vetrata.





Provino Riciclato 12

NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
R12	30	14,55	3,20	46,56
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	<i>F<sub>MAX</sub></i> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
23	-23	23	1070,88	-1070,88
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
1293511	-1	SI	< 30 °C	7

È stata tolta la bava lungo gli spigoli del provino con la carta vetrata.

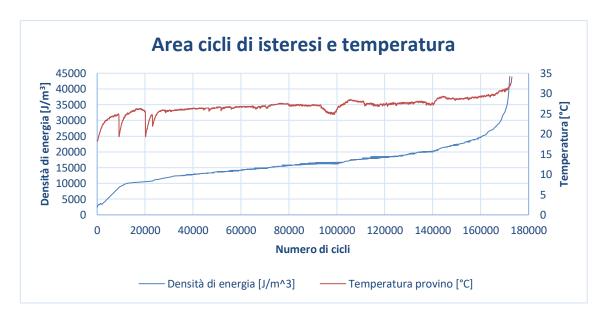
Non è presente l'andamento dell'energia meccanica dissipata e della temperatura del provino misurata dalla termocoppia, perché ci sono stati problemi di acquisizione.

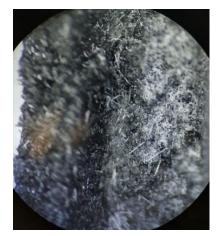


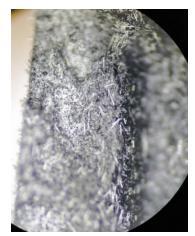


D .	D: 1 1	10
Promino	Riciclato	111
1101110	Miciciato	10

NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
R10	30	14,55	3,10	45,105
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
23	-23	23	1037,415	-1037,415
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
172627	-1	SI	< 30 °C	8

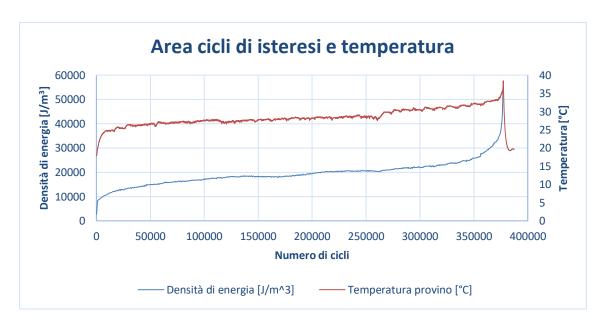


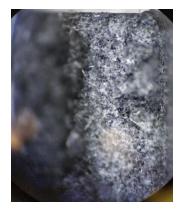


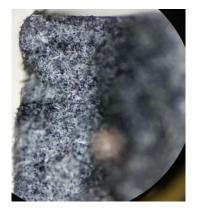


D .	$\mathbf{D} \cdot \cdot 1$	
Provino	Kicicla	to フィ
1101110	INICICIA	10 20

NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
R23	30	14,55	3,10	45,105
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	σ <sub>a</sub> [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
23	-23	23	1037,415	-1037,415
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
377273	-1	SI	< 30 °C	8

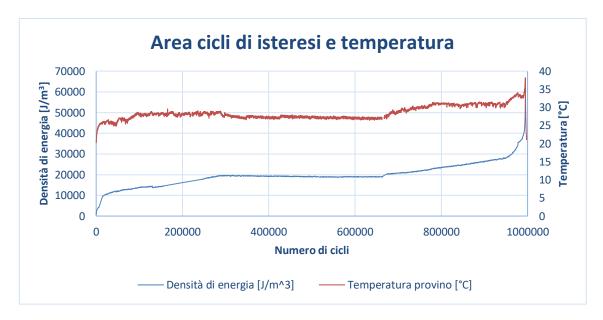






D .	D · · 1 ·	$\alpha$
Promino	Riciclato	77
1101110	Miciciato	$\mathcal{I}$

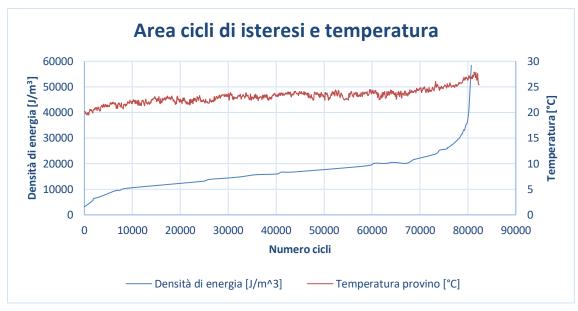
NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
R33	30	14,55	3,10	45,105
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
23	-23	23	1037,415	-1037,415
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
995204	-1	SI	< 30 °C	8







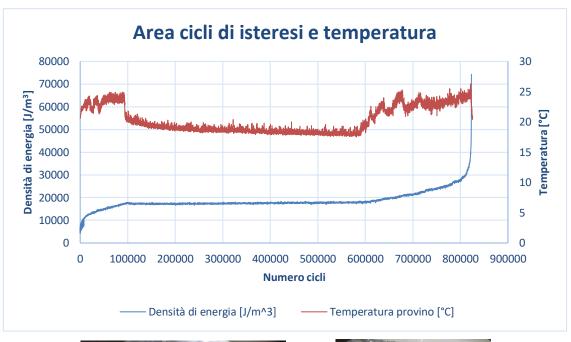
NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
R3	30	14,60	3,20	46,72
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
21,5	-21,5	21,5	1004,48	- 1004,48
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
80845	-1	SI	< 30 °C	13







NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
R22	30	14,60	3,20	46,72
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
21,5	-21,5	21,5	1004,48	- 1004,48
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
823195	-1	SI	< 30 °C	11

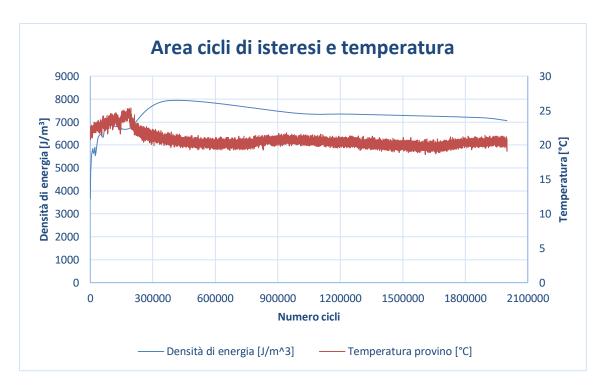






Provino Riciclato 39

NOME PROVA	TRATTO UTILE [mm]	LARGHEZZA [mm]	SPESSORE [mm]	AREA [mm²]
R39	30	14,60	3,20	46,72
σ <sub>MAX</sub> [MPa]	σ <sub>MIN</sub> [MPa]	$\sigma_a$ [MPa]	F <sub>MAX</sub> [N]	F <sub>MIN</sub> [N]
21,5	-21,5	21,5	1004,48	- 1004,48
NUMERO CICLI	R	ROTTURA	TEMPERATURA	FREQUENZA [Hz]
2000000	-1	NO	< 30 °C	11



Non sono presenti le immagini delle superfici di frattura, poiché il provino ha raggiunto il numero di cicli limite impostato all'inizio della prova ( $2\cdot 10^6$  cicli) senza rompersi.

#### RINGRAZIAMENTI

Ed eccomi qua giunto alla fine di questo lavoro, così si conclude una parte della mia vita suddivisa tra lo studio, molto, ma giusto, e il divertimento. Mi ricordo come se fosse ieri, quando ho intrapreso la vita universitaria, ero un ragazzo un po' insicuro, ma con l'obiettivo già fisso nella mente, diventare ingegnere.

Invece fra dieci giorni esatti tutto sarà finito, ancora non mi capacito.

L'Università di Padova mi ha insegnato molto, diciamo che mi ha forgiato e fortificato, soprattutto nei momenti più difficili. Qui ho conosciuto tante persone, tra cui i miei amici più fidati. Vorrei infatti partire da loro, un sentito grazie per i bei momenti passati assieme, sia dentro che fuori l'ambiente universitario. In particolare, ringrazio Maverick e Gabriele per i viaggi infiniti verso il laboratorio di Rovigo. Ringrazio anche Francesco, Nicolò e Davide.

Ringrazio soprattutto la mia famiglia, mamma e papà, per avermi permesso di raggiungere questo grande traguardo. Avete fatto degli enormi sacrifici per me. Un ringraziamento anche a Deborah, mia sorella, il più delle volte bisticciamo, ma sai che ti voglio bene.

Un ringraziamento a colei che è arrivata dal nulla, tutto ad un tratto e che ha cambiato la mia vita, grazie Giulia. Basta che io chiuda gli occhi per averti al mio fianco, con il tuo sorriso, senza di te oramai niente è più la stessa cosa.

Vorrei ringraziare anche i miei zii e le mie nonne, Rosa e Liliana che mi hanno sempre sostenuto, in particolare mio zio Renato per la felicità e spensieratezza che mi ha trasmesso.

Un particolare ringraziamento ai ragazzi del laboratorio Te.Si. di Rovigo, per essere stati sempre disponibili e ai proff. Mauro Ricotta e Giovanni Lucchetta per avermi dato la possibilità di realizzare questo lavoro.

Infine, vorrei ringraziare Marco, Ruggero e i ragazzi di Step Engineering per avermi dato la possibilità di usare la loro macchina, per lo svolgimento delle prove meccaniche, senza di loro non avrei completato la tesi.

Sono stati anni belli e difficili, sono volati, ma hanno lasciato un segno indelebile nella mia memoria. Ora mi aspetta un nuovo mondo, da me inesplorato, darò il meglio di me, anche perché sarà il momento di "portarsi a casa la pagnotta".

Grazie a tutti.