

UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA

DIPARTIMENTO DI INGEGNERIA INDUSTRIALE

CORSO DI LAUREA MAGISTRALE IN  
INGEGNERIA MECCANICA

**Influenza dell'angolo di sformo sulle  
forze di estrazione per componenti  
micro-strutturati prodotti per micro  
stampaggio ad iniezione.**

*Relatore:*

PROF. SORGATO MARCO

*Laureando:*

MACIARIELLO FRANCESCO

2018686

Anno Accademico 2022/2023



## Abstract

Il micro stampaggio a iniezione è un processo produttivo comunemente usato per la realizzazione di componenti caratterizzati da dimensioni ridotte, elevati livelli di accuratezza e geometrie complesse. La fase di estrazione del componente dallo stampo rappresenta una criticità del processo dato che il posizionamento e il dimensionamento degli estrattori nella cavità è limitato dalle piccole dimensioni del componente e dalla funzionalità richiesta. La riduzione delle forze di estrazione è fondamentale per velocizzare il ciclo produttivo ed evitare l'insorgenza di difetti nei componenti stampati.

L'obiettivo di questo studio è determinare l'influenza di angolo di sforno, finitura superficiale, temperatura dello stampo e pressione di impaccamento, sulle forze di estrazione di un componente scatolare prodotto per micro stampaggio a iniezione. Questa ricerca espande quanto fin'ora reperibile in letteratura, andando a studiare oltre all'effetto dei singoli parametri, le loro possibili interazioni. Per eseguire l'analisi sperimentale, è stato progettato uno stampo modulare che consente la sostituzione rapida degli inserti aventi caratteristiche geometriche differenti. I due polimeri studiati sono polipropilene (PP) e copolimeri delle cicloolefine (COC).

I risultati mostrano come la scelta del polimero e la temperatura superficiale dello stampo siano i due fattori dominanti sul processo di estrazione. L'impatto della rugosità mostra un comportamento più complesso. Il PP presenta un comportamento coerente con gli studi precedenti e influenzato dalla temperatura dello stampo, con presenza di un minimo nella forza di estrazione per valori di rugosità  $S_a$  di circa  $150nm$ . Il COC presenta invece un comportamento non convenzionale, con una forza di estrazione che aumenta con l'aumentare della scabrezza dell'inserto, senza presenza di un minimo. Inoltre, l'effetto di queste variabili risulta più evidente per un basso valore dell'angolo di sforno.

Questi risultati possono aiutare l'ottimizzazione della geometria stampo per migliorare l'efficienza del processo di micro stampaggio ad iniezione, in particolare per la produzione di componenti micro-strutturati.



# Indice

<b>1</b>	<b>Stato dell'arte</b>	<b>1</b>
1.1	Proprietà meccaniche e reologia dei polimeri termoplastici . . . . .	1
1.2	Micro stampaggio ad iniezione . . . . .	4
1.3	Estrazione . . . . .	9
1.4	Attrito nei materiali polimerici . . . . .	11
1.5	Angolo di sformo e finitura superficiale . . . . .	14
1.6	Parametri di processo . . . . .	17
<b>2</b>	<b>Materiali e metodi</b>	<b>19</b>
2.1	Polimeri studiati . . . . .	19
2.2	Design del componente . . . . .	21
2.3	Simulazioni di processo . . . . .	23
2.4	Design dello stampo . . . . .	27
2.5	Generazione della superficie funzionalizzata . . . . .	31
2.6	Design degli esperimenti . . . . .	33
2.7	Setup sperimentale . . . . .	34
<b>3</b>	<b>Risultati</b>	<b>37</b>
3.1	Caratterizzazione del materiale . . . . .	37
3.2	Caratterizzazione inserti . . . . .	40
3.3	Forza di estrazione . . . . .	42
3.4	Lavoro di estrazione . . . . .	51
<b>4</b>	<b>Discussioni</b>	<b>57</b>
4.1	Temperatura stampo . . . . .	57
4.2	Pressione di impaccamento . . . . .	60
4.3	Angolo di sformo . . . . .	61
4.4	Finitura superficiale . . . . .	63

---

4.4.1	Polipropilene . . . . .	63
4.4.2	Copolimeri delle cicloolefine . . . . .	68
<b>5</b>	<b>Conclusioni</b>	<b>71</b>
	<b>Bibliografia</b>	<b>73</b>
<b>A</b>	<b>Disegni tecnici degli inserti</b>	<b>77</b>
<b>B</b>	<b>Risultati DoE</b>	<b>89</b>

# Elenco delle figure

1.1	Confronto tra comportamento elastico, viscoelastico lineare e viscoelastico non lineare [2]. . . . .	2
1.2	Confronto tra comportamento newtoniano e <i>shear thinning</i> [2]. . . . .	3
1.3	Modello di Cross . . . . .	4
1.4	Schematizzazione del processo di hot embossing [5]. . . . .	5
1.5	Schematizzazione del processo di stampaggio ad iniezione [5]. . . . .	6
1.6	Fasi del processo di micro-IM . . . . .	7
1.7	Sistema di alimentazione tipico di macchine per il micro-IM . . . . .	8
1.8	Forze agenti sul componente durante la fase di estrazione [8] . . . . .	10
1.9	Tipico posizionamento degli estrattori in un componente scatolato [9] . . . . .	11
1.10	Distribuzione delle tensioni in fase di estrazione per un componente stampato in PE con estrattori perimetrali [10] . . . . .	11
1.11	Migliore replicazione delle feature come conseguenza della riduzione dell'energia di legame all'interfaccia polimero-stampo [13] . . . . .	12
1.12	Differente replicazione della feature come conseguenza dell'utilizzo di polimeri diversi, aventi una differente affinità chimica allo stampo in <i>Ni</i> [14] . . . . .	12
1.13	Esempio di inserto per produrre superfici funzionalizzate . . . . .	13
1.14	Aumento della forza di estrazione al crescere dell'aspect ratio di una feature cilindrica [15] . . . . .	13
1.15	Rappresentazione grafica dell'effetto dell'angolo di sforno sull'interlocking meccanico tra pezzo e stampo [17]. . . . .	14
1.16	Intrappolamenti d'aria tra superficie dello stampo e polimero . . . . .	15
1.17	Relazione tra finitura superficiale dello stampo e forze di estrazione per componente cilindrico in PP [18] . . . . .	15
1.18	Relazione tra finitura superficiale dello stampo e forze di estrazione per componente cilindrico in PET [18] . . . . .	16

1.19	Relazione tra finitura superficiale dello stampo e forze di estrazione per componente cilindrico in PMMA [18] . . . . .	16
1.20	Parametri di rugosità per inserti prodotti tramite micro EDM e micro milling [12] . . . . .	17
1.21	Effetto di vari parametri di processo sulla massima forza di estrazione per COC [12]. . . . .	17
1.22	Effetto della temperatura superficiale sulla forza di estrazione per PP [19]. . . . .	18
1.23	Influenza della pressione di impaccamento sulle forze di estrazione: (a) PS, (b) PP [19]. . . . .	18
2.1	Messa in tavola del componente con angolo di sformo di 0.25°. . . . .	21
2.2	Superficie interna del componente (a) e superficie strutturata (b). . . . .	22
2.3	Risultati dell'analisi di <i>Gate location</i> : parametro <i>Gate suitability</i> . . . . .	23
2.4	Componente studiato nella simulazione di processo, evidenziato in blu il testimone lasciato durante l'iniezione. . . . .	24
2.5	Vista parziale della mesh usata nella simulazione di processo completa. . . . .	25
2.6	Gradiente di pressione interno al componente durante la fase di impaccamento: (a) PP a temperatura T1 e pressione P1; (b) PP a temperatura T2 e pressione P2; (c) COC a temperatura T1 e pressione P1; (d) COC a temperatura T2 e pressione P2. . . . .	26
2.7	Deformazione del componente: (a) PP a temperatura T1 e pressione P1; (b) COC a temperatura T1 e pressione P1. . . . .	27
2.8	Pacco stampo completo in configurazione aperta . . . . .	27
2.9	Vista in sezione del sistema di termoregolazione: passaggio da piastra stampo a piastra porta inserto. . . . .	29
2.10	Vista in sezione del sistema di termoregolazione: flusso all'interno della piastra porta inserto. . . . .	30
2.11	Disposizione degli estrattori rispetto al componente stampato. . . . .	30
2.12	Meccanismo di redistribuzione e misura delle forze: in rosso i 6 estrattori, in verde il piattino di distribuzione, in viola il sensore di pressione piezoelettrico. . . . .	31
2.13	Vista in sezione del meccanismo di redistribuzione e misura delle forze: in rosso i 6 estrattori, in verde il piattino di distribuzione, in viola il sensore di pressione piezoelettrico. . . . .	31



2.14	Zona di scansione per la determinazione dei parametri di rugosità degli inserti. . . . .	33
2.15	Curva forza-tempo ottenuta come output del setup sperimentale. In evidenza i due parametri di risposta analizzati: la forza massima e l'area sottesa dalla curva. . . . .	36
3.1	Curva $\eta-\dot{\gamma}$ per il polipropilene. Prova effettuata tramite reometro rotazionale a $200^{\circ}C$ , curva verde e curva blu fanno riferimento a due prove consecutive. . . . .	37
3.2	Prova DSC per il polipropilene. Range di temperatura ( $-40^{\circ}C - 250^{\circ}C$ ), velocità di variazione della temperatura $10^{\circ}C/min$ . . . . .	38
3.3	Curva $\eta-\dot{\gamma}$ per i COC. Prova effettuata tramite reometro rotazionale a $240^{\circ}C$ . . . . .	39
3.4	Prova DSC per le cicloolefine. Range di temperatura ( $0^{\circ}C - 360^{\circ}C$ ), velocità di variazione della temperatura $10^{\circ}C/min$ . . . . .	39
3.5	Rugosità superficiale degli inserti: $S_a, S_{pk}, S_{vk}$ . . . . .	41
3.6	Scansione della superficie dell'inserto tramite profilometro ottico confocale. (a) Provino a rugosità R1, (b) provino a rugosità R2, (c) provino a rugosità R3. . . . .	42
3.7	Grafico forza-tempo per provino in PP, rugosità R1, temperatura T1, pressione P1, ogni angolo di sformo. . . . .	43
3.8	Grafico forza-tempo per provino in PP, rugosità R2, temperatura T1, pressione P1, ogni angolo di sformo. . . . .	43
3.9	Grafico forza-tempo per provino in PP, rugosità R3, temperatura T1, pressione P1, ogni angolo di sformo. . . . .	44
3.10	Grafico forza-tempo per provino in COC, rugosità R1, temperatura T1, pressione P1, ogni angolo di sformo. . . . .	44
3.11	Grafico forza-tempo per provino in COC, rugosità R2, temperatura T1, pressione P1, ogni angolo di sformo. . . . .	45
3.12	Grafico forza-tempo per provino in COC, rugosità R3, temperatura T1, pressione P1, ogni angolo di sformo. . . . .	45
3.13	Istogramma di Pareto per la massima forza di estrazione nel PP. . . . .	46
3.14	Istogramma di Pareto per la massima forza di estrazione nei COC. . . . .	46
3.15	Effetto dei parametri, a temperatura stampo bassa, sulla massima forza di estrazione per il PP. . . . .	47
3.16	Effetto dei parametri, a temperatura stampo alta, sulla massima forza di estrazione per il PP. . . . .	47

3.17	Effetto dei parametri, a temperatura stampo bassa, sulla massima forza di estrazione per i COC. . . . .	48
3.18	Effetto dei parametri, a temperatura stampo alta, sulla massima forza di estrazione per i COC. . . . .	48
3.19	Grafici di interazione per la massima forza di estrazione nel PP .	49
3.20	Grafici di interazione per la massima forza di estrazione nei COC	50
3.21	Istogramma di Pareto per l'area sottesa dalla curva forza-tempo nel PP. . . . .	51
3.22	Istogramma di Pareto per l'area sottesa dalla curva forza-tempo nei COC. . . . .	52
3.23	Effetto dei parametri, a temperatura stampo bassa, sul lavoro di estrazione per il PP. . . . .	52
3.24	Effetto dei parametri, a temperatura stampo alta, sul lavoro di estrazione per il PP. . . . .	53
3.25	Effetto dei parametri, a temperatura stampo bassa, sul lavoro di estrazione per i COC. . . . .	53
3.26	Effetto dei parametri, a temperatura stampo alta, sul lavoro di estrazione per i COC. . . . .	54
3.27	Grafici di interazione per il lavoro di estrazione nel PP. . . . .	54
3.28	Grafici di interazione per il lavoro di estrazione nei COC. . . . .	55
4.1	Temperatura superficiale del componente al momento dell'estrazione. Dati ottenuti tramite simulazione di processo con software <i>Moldflow Insight 2019</i> . . . . .	58
4.2	Confronto tra rugosità superficiale e massima forza di estrazione dei componenti stampati in polipropilene con angolo di sforno di 0.25°, al variare di temperatura stampo e pressione di impaccamento.	59
4.3	Curve Forza massima - $S_{vk}$ per il polipropilene, ottenute normalizzando i valori di forza a T1 e T2 rispetto al rispettivo valore medio. . . . .	63
4.4	Curve Forza massima - $S_a$ per il polipropilene, ottenute normalizzando i valori di forza a T1 e T2 rispetto al rispettivo valore medio. . . . .	64
4.5	Effetto dell'aumento di $T_m$ sulle componenti della forza di attrito nel PP. Comportamento ipotizzato sulla base delle osservazioni sperimentali. . . . .	65

---

4.6	Interazione temperatura stampo - rugosità sul lavoro di estrazione per il polipropilene. . . . .	65
4.7	Superficie funzionalizzata dei componenti stampati in PP con angolo di sforno di $0.25^\circ$ , rugosità R3 e pressione P2 nelle condizioni di : (a) temperatura stampo bassa; (b) temperatura stampo elevata. . . . .	66
4.8	Curve Forza massima - $S_{vk}$ per i copolimeri delle cicloolefine, ottenute normalizzando i valori di forza a T1 e T2 rispetto al rispettivo valore medio. . . . .	68
4.9	Curve Forza massima - $S_a$ per i copolimeri delle cicloolefine, ottenute normalizzando i valori di forza a T1 e T2 rispetto al rispettivo valore medio. . . . .	69



# Elenco delle tabelle

2.1	Parametri di processo consigliati e principali proprietà meccaniche per il PP. . . . .	20
2.2	Parametri di processo consigliati e principali proprietà meccaniche per i COC. . . . .	20
2.3	Proprietà geometriche dei provini, ricavate da modello CAD. . . .	22
2.4	Parametri di processo secondari. . . . .	24
2.5	Livelli delle variabili testate. . . . .	33
2.6	Elenco delle configurazioni usate nell'analisi sperimentale. . . . .	35
3.1	Caratteristiche reologiche del PP. . . . .	38
3.2	Caratteristiche reologiche del COC. . . . .	40
3.3	Rugosità degli inserti misurata in termini di $S_a$ [nm]. . . . .	40
3.4	Rugosità degli inserti misurata in termini di $S_{pk}$ [nm]. . . . .	40
3.5	Rugosità degli inserti misurata in termini di $S_{vk}$ [nm]. . . . .	41



# Capitolo 1

## Stato dell'arte

Lo stampaggio ad iniezione venne introdotto nel 1872 con la realizzazione e il brevetto della prima pressa dai fratelli Isaiah e John Hyatt [1]. Ad oggi il processo di stampaggio è il metodo più efficiente di produrre componenti plastici su larga scala, con costi ridotti e tempi ciclo limitati. L'elevata ripetibilità del processo permette inoltre di mantenere alta la qualità delle parti prodotte durante l'intera vita dello stampo utilizzato. Se da un lato lo stampaggio ad iniezione tradizionale è una tecnologia consolidata nella produzione di oggetti di uso comune, dall'altro la richiesta di realizzare micro componenti con tolleranze geometriche spinte ha messo in difficoltà questo processo e reso necessario, negli ultimi anni, lo sviluppo del micro stampaggio ad iniezione.

### 1.1 Proprietà meccaniche e reologia dei polimeri termoplastici

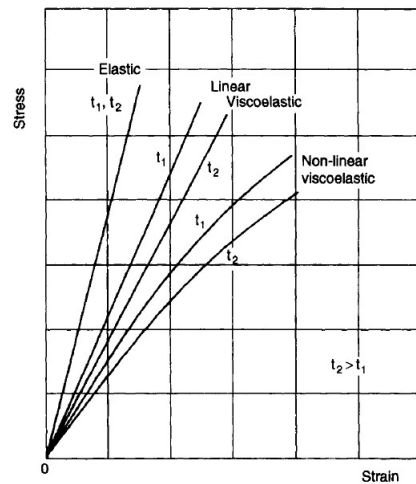
Nelle prime fasi di progettazione di un componente è solito eseguire la scelta del materiale con cui questo dovrà essere realizzato, sulla base delle condizioni ambientali a cui sarà sottoposto e delle caratteristiche funzionali a cui la parte dovrà rispondere.

Le qualità più importanti da tenere in considerazione nella scelta di polimeri per applicazioni ingegneristiche sono [2] :

- proprietà meccaniche - resistenza, rigidità, sia in termini assoluti che specifici (rapportati alla densità), comportamento a fatica, resistenza all'impatto, e l'influenza di temperature elevate o basse su queste proprietà
- resistenza alla corrosione e degradazione

- resistenza all'usura e caratteristiche tribologiche
- altre proprietà quali termiche, elettriche, ottiche, magnetiche ecc.
- facilità di produzione e stampabilità
- costo totale attribuibile al materiale scelto e al suo processo produttivo

In relazione alle proprietà meccaniche, è importante precisare che i polimeri mostrano un comportamento di tipo viscoelastico. Quando un materiale termoplastico viene sottoposto a una tensione o deformazione esterna, esso manifesta sia una risposta elastica simile a quella dei materiali metallici, sia una risposta viscosa che dipende dal tempo di applicazione della sollecitazione [2]. Il comportamento del materiale dipende anche dalla temperatura e dalla velocità di deformazione. Tuttavia, quando la temperatura è inferiore alla temperatura di transizione vetrosa ( $T_g$ ) del polimero e lo stress applicato è ben al di sotto del limite elastico o ha una durata breve, è possibile considerare il materiale come se avesse un comportamento esclusivamente elastico.



**Figura 1.1:** Confronto tra comportamento elastico, viscoelastico lineare e viscoelastico non lineare [2].

Quando si ha la necessità di produrre componenti in grandi volumi, un altro parametro chiave è la facilità con cui il polimero può essere processato, in particolare la sua stampabilità, che è ampiamente influenzata dalle proprietà reologiche del materiale. Da questo punto di vista, i polimeri mostrano un comportamento non newtoniano di tipo *shear thinning*. Aumentando la velocità di deformazione, il materiale tende a fluidificarsi a causa di una diminuzione della viscosità dinamica.



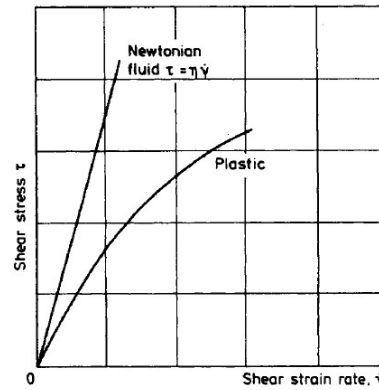


Figura 1.2: Confronto tra comportamento newtoniano e *shear thinning* [2].

Come si può vedere nella Figura 1.2 il comportamento dei materiali polimerici approssima quello di un fluido newtoniano se le velocità di deformazione (*shear rate*  $\dot{\gamma}$ ) sono limitate. Ad alti shear rate invece si osserva una riduzione di viscosità con andamento non lineare e la relazione tra tensione (shear stress  $\tau$ ) e velocità di deformazione assume la forma di una *power law* [2]:

$$\tau = \tau_0 \left( \frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_0} \right)^n \quad (1.1)$$

dove  $\tau_0$  e  $\dot{\gamma}_0$  fanno riferimento a shear stress e shear rate ad un particolare stato di riferimento.

Per descrivere il comportamento della viscosità in funzione della velocità di deformazione si usa spesso il modello di Cross:

$$\eta(\dot{\gamma}) = \frac{\eta_0}{1 + \left( \frac{\eta_0}{\tau} \dot{\gamma} \right)^{1-n}} \quad (1.2)$$

dove  $\eta$  è la viscosità dinamica del polimero,  $\eta_0$  la sua viscosità "statica", e  $n$  un parametro di materiale.

Una rappresentazione grafica del modello di Cross è riportata in Figura 1.3.

La temperatura è il secondo parametro a influenzare la viscosità del polimero e per tenerne conto si può usare il modello WLF (Williams, Landel, Ferry):

$$\eta(T, \dot{\gamma}) = a_T(T) \eta(\dot{\gamma}) \quad (1.3)$$

$$\log(a_T) = \frac{C_1(T - T_0)}{C_2 + (T - T_0)} \quad (1.4)$$

dove  $T_0$  è una temperatura presa come riferimento. Se  $T_0$  coincide con la

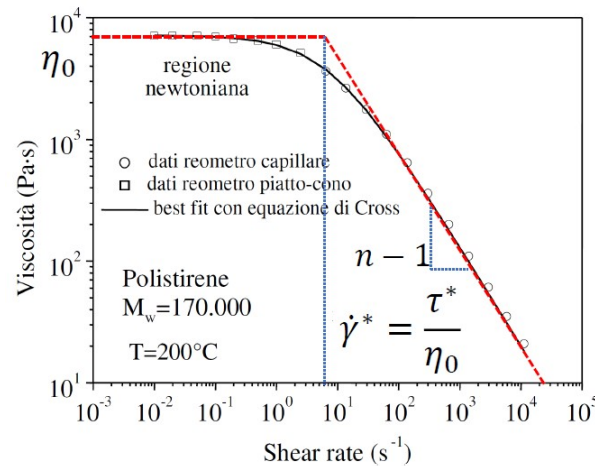


Figura 1.3: Modello di Cross

temperatura di transizione vetrosa del polimero ( $T_g$ ) allora le costanti  $C_1$  e  $C_2$  assumono i valori:  $C_1 = -17.4$ ,  $C_2 = 51.6$ .

## 1.2 Micro stampaggio ad iniezione

Il micro stampaggio ad iniezione è una tecnologia di replicazione largamente impiegata nella produzione di componenti caratterizzati da piccole dimensioni ed elevati livelli di accuratezza. È emerso negli anni '80 e si è ulteriormente sviluppato con l'introduzione di presse dedicate negli anni '90. A differenza di altri metodi di produzione come l'hot embossing e la tecnica LIGA, il micro injection molding (micro-IM) si distingue per il costo ridotto delle parti prodotte e la velocità del ciclo produttivo, rendendolo ideale per la produzione su larga scala di componenti altamente ingegnerizzati destinati a settori come quello medicale, meccanico e ottico.

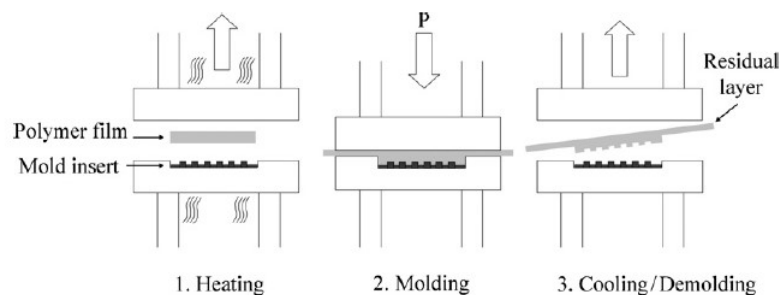
La definizione di micro componente non è univoca. Secondo Whiteside *et al.* ne identificano tre tipologie sulla base delle dimensioni massime e minime della parte e delle tolleranze richieste [3] [4] [5]:

- componenti con una massa di pochi milligrammi;
- componenti con features di dimensioni su scala micrometrica;
- componenti con tolleranze dimensionali nel range dei micrometri, senza limiti dimensionali specifici.

La principale sfida nella produzione di micro componenti risiede nella realizzazione di features con un alto *aspect ratio*, definito come il rapporto tra l'altezza e la dimensione di base della feature, che spesso supera l'unità [5].

Attualmente, le due tecnologie più diffuse per la produzione di micro componenti in materiale polimerico sono l'hot embossing e il micro-IM, come illustrato rispettivamente nella Figura 1.4 e nella Figura 1.5.

L'hot embossing sfrutta uno stampo preriscaldato in cui viene inserito l'inserto microstrutturato che verrà replicato dalla plastica. Tra le due piastre dello stampo viene inserita una lamina di polimero che viene schiacciata con l'applicazione di una pressione controllata. A contatto con la superficie calda del metallo il polimero fonde e va a replicare la superficie dell'inserto. Il processo di hot embossing sfrutta velocità di deformazione limitate, basse pressioni e ridotte velocità di riscaldamento e raffreddamento, andando a ridurre gli stress residui interni al materiale polimerico. Inoltre lo strato residuo di materiale attorno al componente facilita l'estrazione. Pertanto, questa tecnologia è raccomandata per la replicazione di parti con geometrie complesse o aventi features con aspect ratio elevati ( $>2$ ) [5].



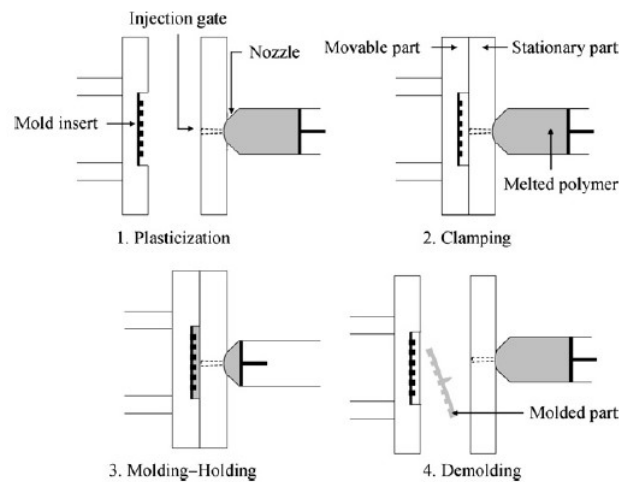
**Figura 1.4:** Schematizzazione del processo di hot embossing [5].

L'inconveniente principale di questa tecnologia produttiva è il tempo di ciclo elevato, che può arrivare fino a 30 minuti in alcuni casi, a causa della necessità di riscaldare e raffreddare sia il polimero che lo stampo.

Quando si lavora con volumi di produzione elevati ( $>1000$  parti), il metodo migliore per la produzione di micro componenti è il micro-IM, che consente una drastica riduzione del tempo ciclo separando il sistema di plastificazione del polimero dallo stampo. Il micro stampaggio a iniezione non permette di raggiungere i livelli di precisione dell'hot embossing a causa delle elevate velocità di deformazione del polimero e del rapido riscaldamento e raffreddamento dello stesso. È quindi una tecnologia consigliata per la realizzazione di componenti con geome-

trie più semplici e features con aspect ratio ridotto. Questo metodo produttivo è inoltre influenzato da un elevato numero di parametri di processo, tra cui i principali sono [5]:

- temperatura del fuso polimerico
- temperatura dello stampo
- velocità di iniezione
- pressione di iniezione
- pressione di impaccamento.



**Figura 1.5:** Schematizzazione del processo di stampaggio ad iniezione [5].

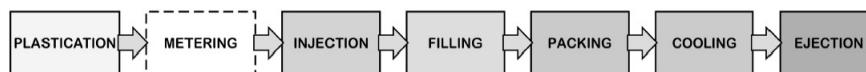
Le presse convenzionali per lo stampaggio a iniezione presentano delle limitazioni che le rendono inadatte alla produzione di micro componenti. Il materiale non viene dosato accuratamente prima dell'iniezione e la presenza di un cuscinio di polimero fuso all'estremità della vite di plasticazione può causare un eccessivo stress termico sul materiale e la sua conseguente degradazione. Inoltre, i sistemi di alimentazione della cavità, composti da *sprue* e *runners*, comunemente usati nello stampaggio a iniezione, generano un volume elevato di scarti, aumentano il tempo di ciclo e rendono difficile l'impaccamento del pezzo. Infine, i sistemi di controllo termico dello stampo e i trasduttori di pressione che gestiscono la fase di *packing* non offrono la precisione necessaria per la produzione su scala microscopica.

Martyn *et al.* [6] identificano una serie di problematiche tecnologiche associate al processo di micro stampaggio a iniezione:

- tecnologia di produzione dello stampo
- variabilità nel materiale polimerico
- nano reologia
- misurazioni di processo
- proprietà del prodotto
- modellazione del processo di stampaggio.

Una differenza chiave tra le presse convenzionali e le presse dedicate al micro stampaggio risiede nel funzionamento del gruppo di plastificazione e iniezione. Al fine di ridurre il rischio di degradazione del polimero, le dimensioni della vite e del cilindro di plastificazione vengono ridotte (generalmente con un diametro inferiore a  $20mm$ ), e viene introdotto un secondo meccanismo dedicato esclusivamente all'iniezione del polimero nella cavità. La vite ha quindi il solo compito di plastificare il polimero, mediante azione termica e meccanica, e di dosare la quantità di materiale desiderata. La fase di iniezione è invece gestita da un sistema pistone-cilindro separato dal gruppo di plastificazione, che consente un controllo più preciso della velocità e della pressione di iniezione.

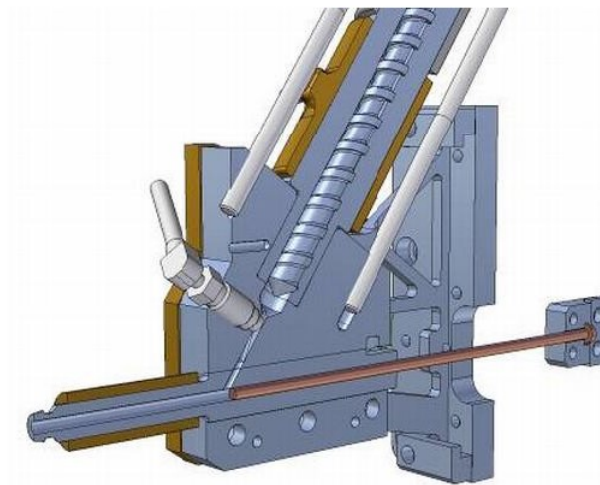
Risulta dunque evidente come il processo di micro-IM non rappresenti semplicemente una riduzione in scala del processo tradizionale, bensì tecnologia alternativa sviluppata appositamente per affrontare le problematiche legate alla produzione di micro componenti.



**Figura 1.6:** Fasi del processo di micro-IM

Come mostrato in Figura 1.6 il micro stampaggio a iniezione si compone delle seguenti fasi:

1. Plastificazione: l'azione meccanica della vite di plastificazione e il calore fornito al polimero dalle resistenze termiche del cilindro portano a fusione i granuli di plastica
2. Dosaggio: il polimero fuso viene dosato con accuratezza all'interno del cilindro di iniezione, posto a valle della vite di plastificazione



**Figura 1.7:** Sistema di alimentazione tipico di macchine per il micro-IM

3. Iniezione: il pistone di iniezione avanza portando il polimero alla cavità stampo
4. Riempimento della cavità
5. Impaccamento: il pistone applica una pressione controllata al polimero per favorire il riempimento di micro features e compensare i ritiri volumetrici in fase di raffreddamento e solidificazione
6. Raffreddamento
7. Estrazione: dopo l'apertura del pacco stampo gli estrattori spingono il componente solidificato separandolo dall'inserto.

Nella realizzazione di parti di piccolo volume e con caratteristiche su scala micrometrica, si presentano ulteriori sfide legate al design dello stampo. Al fine di ridurre al minimo lo spreco di materiale, è consigliabile progettare sistemi di alimentazione della cavità con un volume ridotto, eliminando la carota e riducendo la lunghezza dei canali di alimentazione. Una soluzione semplice a questo problema consiste nell'iniettare direttamente nella cavità, eliminando di fatto il sistema di alimentazione.

Inoltre, è necessario prestare particolare attenzione al sistema di termoregolazione dello stampo. Nello stampaggio ad iniezione di componenti di dimensioni maggiori, il polimero fuso iniettato nella cavità aumenta la temperatura del metallo, rendendo indispensabile un raffreddamento attivo della matrice. Tuttavia,

nel micro-IM, per mantenere una temperatura adeguata e costante dello stampo, è spesso necessario fornire calore dall'esterno, essendo il flusso termico fornito dal polimero molto limitato. Per favorire la replicazione di micro features, sono frequentemente impiegati sistemi RHCM (Rapid Heat Cycle Molding), che consentono di variare rapidamente la temperatura dello stampo per garantire una migliore replicazione senza aumentare eccessivamente il tempo del ciclo.

## 1.3 Estrazione

Durante la fase di raffreddamento, il differente coefficiente di espansione termica tra polimero e acciaio (rispettivamente  $0.6 - 1.4 \cdot 10^{-4} K^{-1}$  e  $12 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ ) porta alla nascita di una pressione di contatto tra componente e core [7]. Durante la fase di estrazione è necessario vincere le forze di attrito generate per garantire la corretta separazione del pezzo dallo stampo.

Quando il coefficiente di attrito ( $\mu$ ) è noto, si può calcolare la forza di attrito totale tra componente e stampo come:

$$F_a = \mu \cdot P \cdot A \quad (1.5)$$

Dove  $P$  è la pressione di contatto causata dal ritiro differenziale, mentre  $A$  è la superficie di contatto tra pezzo e stampo. Nel caso di superfici complesse e pressione di contatto non uniforme è possibile stimare la forza di attrito totale integrando la formula (1.7).

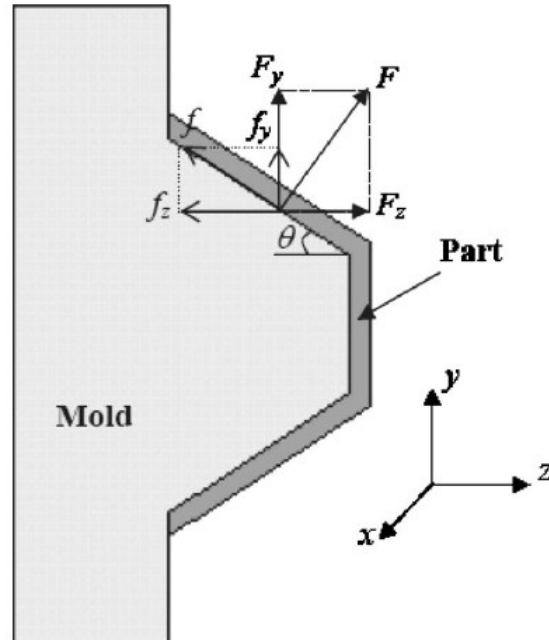
Quando il core dello stampo presenta un angolo di sformo  $\theta$ , la pressione di contatto genera da un lato una forza nella direzione di estrazione e dall'altro una forza normale alla superficie della cavità che produce attrito. La forza totale necessaria ad estrarre il componente sarà quindi la somma algebrica di queste due componenti. Con riferimento alla Figura 1.8,  $F_z$  rappresenta la componente della forza di contatto nella direzione e verso di estrazione, mentre  $f_z$  rappresenta la forza di attrito che si oppone al movimento della parte in plastica. La forza totale di estrazione sarà quindi [8]:

$$F_{es} = f_z - F_z \quad (1.6)$$

riscrivibile se noto il coefficiente di attrito  $\mu$  come:

$$F_{es} = F \cdot (\mu \cos(\theta) - \sin(\theta)) \quad (1.7)$$

dove  $F$  è la forza di contatto totale tra pezzo e stampo.



**Figura 1.8:** Forze agenti sul componente durante la fase di estrazione [8]

Eccessive forze di estrazione possono causare difetti superficiali, deformazioni e addirittura la rottura del componente. Di conseguenza, durante la fase di progettazione dello stampo e del componente, uno degli obiettivi prioritari è ridurre le forze di attrito tra il pezzo e lo stampo, nonché progettare un sistema di estrattori in grado di minimizzare lo stress sul componente.

Nella progettazione del sistema di estrazione è buona norma posizionare gli estrattori in prossimità dei punti in cui si manifestano le massime forze di attrito. Nello stampaggio tradizionale questi sono solitamente i punti di intersezione tra le nervature di rinforzo e le spine per la realizzazione di fori. Tuttavia, il posizionamento degli estrattori è spesso vincolato da requisiti estetici più che funzionali, e la vasta superficie dei componenti offre una certa libertà nella scelta dei punti di estrazione.

Nel contesto del micro-IM, le zone di massima interazione tra pezzo e stampo sono spesso le superfici funzionalizzate del componente. In queste zone, non è consentito posizionare gli estrattori al fine di preservare la funzionalità del componente stesso. Ciò ci costringe a collocare il sistema di estrazione in posizioni non ottimali, complicando ulteriormente il distacco della parte stampata.

Spesso, la scelta ricade sul posizionamento degli estrattori in prossimità del perimetro del pezzo, ma ciò può comportare eccessive deformazioni e la forma-



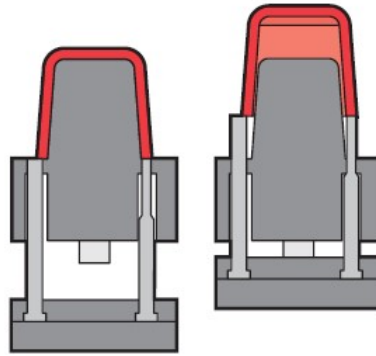


Figura 1.9: Tipico posizionamento degli estrattori in un componente scatolato [9]

zione di difetti nel centro del componente.

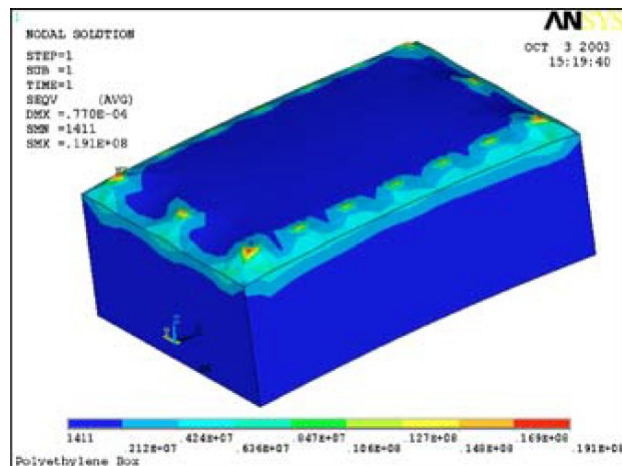


Figura 1.10: Distribuzione delle tensioni in fase di estrazione per un componente stampato in PE con estrattori perimetrali [10]

## 1.4 Attrito nei materiali polimerici

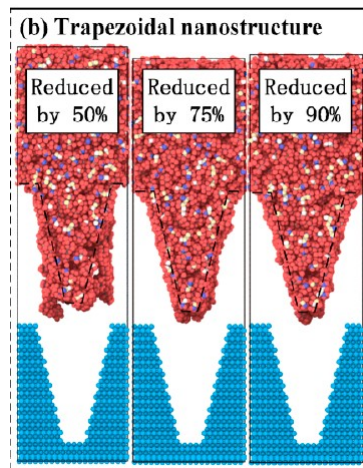
Le equazioni proposte al **Paragrafo 1.3** possono essere utilizzate solo in caso di geometrie semplici e quando sia noto il coefficiente di attrito. Tuttavia, nella maggior parte delle applicazioni pratiche, è difficile prevedere con precisione le forze di estrazione a causa della complessità geometrica dei componenti e della dipendenza intrinseca di  $\mu$  da parametri di processo come la temperatura del fuso e la pressione di impaccamento [11].

La forza di attrito totale all'interfaccia pezzo-stampo può essere interpretata come somma di due componenti distinte:

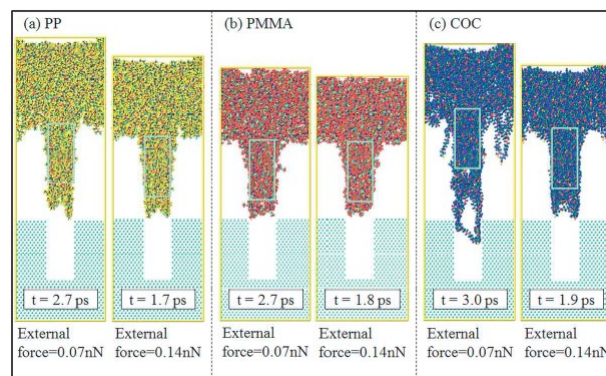
$$F = F_{adesione} + F_{deformazione} \quad (1.8)$$

La forza di adesione è un effetto superficiale causato da adesione chimica, attrazione elettrostatica ed effetti capillari. La deformazione è invece un fenomeno che interessa l'intero volume del componente ed è dovuto principalmente all'incastro meccanico tra componente e cavità stampo [12].

Le forze di adesione possono essere ridotte mediante l'applicazione di rivestimenti ceramici come l' $Al_2O_3$  e il  $Si$  sulle superfici della cavità, o scegliendo accuratamente il polimero in base alla sua affinità chimica con il materiale dello stampo [13] [14]. Ciò permette non solo di ridurre le forze di estrazione, ma anche di ottenere una migliore replicazione delle superfici funzionalizzate.



**Figura 1.11:** Migliore replicazione delle feature come conseguenza della riduzione dell'energia di legame all'interfaccia polimero-stampo [13]

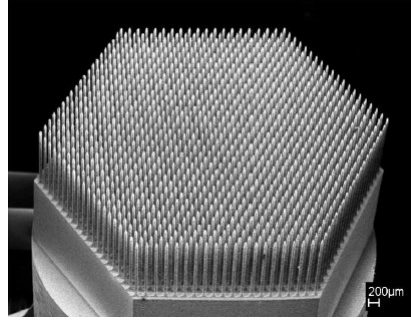


**Figura 1.12:** Differente replicazione della feature come conseguenza dell'utilizzo di polimeri diversi, aventi una differente affinità chimica allo stampo in  $Ni$  [14]

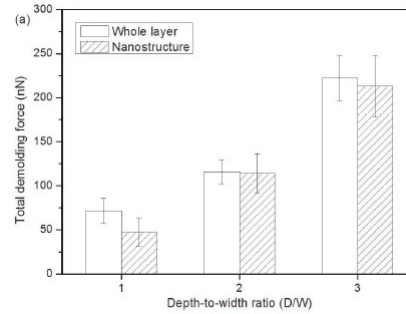
Le forze di deformazione sono influenzate da molteplici fattori, primo fra tutti la geometria del componente. Nella produzione di parti con superfici strutturate,

il termine  $F_{deformazione}$  assume valori elevati come conseguenza dell'alto livello di incastramento meccanico prodotto dalle micro features.

La scelta di geometrie che favoriscano l'estrazione e in particolare *aspect ratios* ridotti, permette di ridurre le forze di attrito e di preservare la forma delle features durante la separazione del componente dallo stampo [13] [15].



**Figura 1.13:** Esempio di inserto per produrre superfici funzionalizzate



**Figura 1.14:** Aumento della forza di estrazione al crescere dell'aspect ratio di una feature cilindrica [15]

Una trattazione alternativa e più dettagliata consiste nello scomporre il coefficiente di attrito in tre componenti: deformazione delle asperità superficiali, adesione e solcatura (ploughing). Di conseguenza il coefficiente di attrito totale è dato dalla somma pesata delle seguenti componenti [16]:

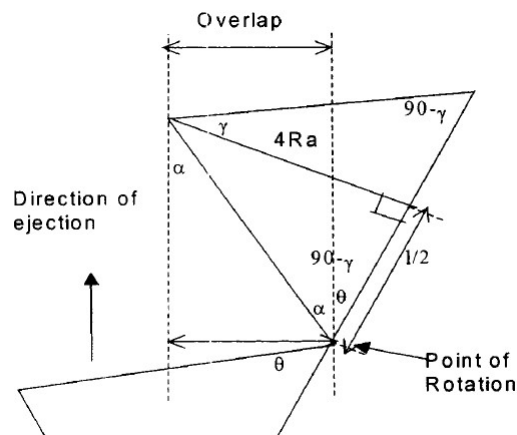
$$\mu = W_{def.}\mu_{def.} + W_{ad.}\mu_{ad.} + W_{sol.}\mu_{sol.} \quad (1.9)$$

dove  $W_{def.}$ ,  $W_{ad.}$  e  $W_{sol.}$  sono i pesi associati alle componenti di deformazione  $\mu_{def.}$ , adesione  $\mu_{ad.}$  e solcamento  $\mu_{sol.}$  e dipendono dal tempo.

## 1.5 Angolo di sforno e finitura superficiale

Una tecnica utilizzata per agevolare l'estrazione dei componenti prodotti tramite stampaggio ad iniezione è l'adozione di un angolo di sforno, definito come l'angolo tra la normale al piano di partizione dello stampo e la superficie laterale del componente, di solito compreso tra 0 e 2 gradi. Aumentare l'angolo di sforno favorisce l'estrazione del componente [17], riducendo le forze di attrito all'interfaccia tra il pezzo e lo stampo e riducendo lo spostamento necessario per ottenere una completa separazione dal core.

In alcuni casi, le esigenze estetiche e funzionali del componente non consentono l'adozione di angoli di sforno elevati. In queste circostanze, è importante prestare attenzione a un altro parametro che influenza significativamente la fase di estrazione: la finitura superficiale.

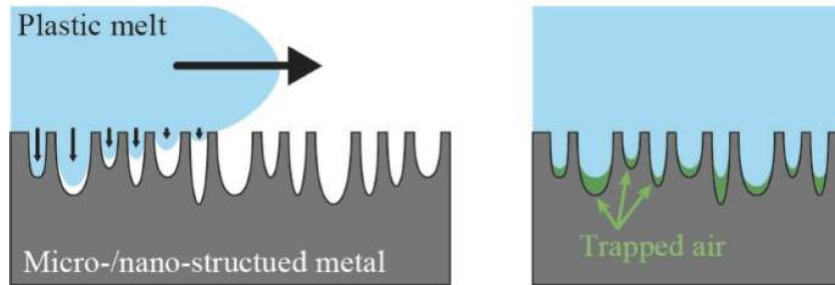


**Figura 1.15:** Rappresentazione grafica dell'effetto dell'angolo di sforno sull'interlocking meccanico tra pezzo e stampo [17].

La rugosità è il parametro che influisce maggiormente sulle forze di attrito che si sviluppano tra il polimero e lo stampo, influenzando direttamente le componenti di deformazione e solcamento del coefficiente di attrito [16].

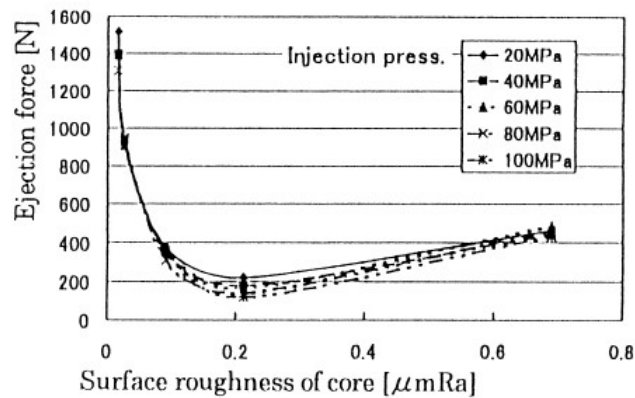
In generale, nel processo di stampaggio ad iniezione, si osserva una riduzione delle forze di estrazione con la diminuzione della rugosità superficiale dello stampo [18]. Superfici più lisce riducono il grado di interlocking meccanico tra il pezzo e lo stampo, riducendo così il valore delle forze di deformazione. Questa teoria rimane valida per valori di rugosità superficiale elevati, ma perde validità quando vengono applicate finiture superficiali su scala nanometrica (circa  $Ra < 0.2\mu m$ ), condizione in cui si osserva un aumento drastico delle forze di estrazione.

Infatti, se da un lato la rugosità dello stampo genera un elevato grado di incastramento meccanico, dall'altro genera intrappolamenti d'aria che tendono a ridurre l'area di contatto reale tra il polimero e il metallo, diminuendo così l'interazione chimica tra i due materiali e riducendo la componente di attrito dovuta all'adesione.



**Figura 1.16:** Intrappolamenti d'aria tra superficie dello stampo e polimero

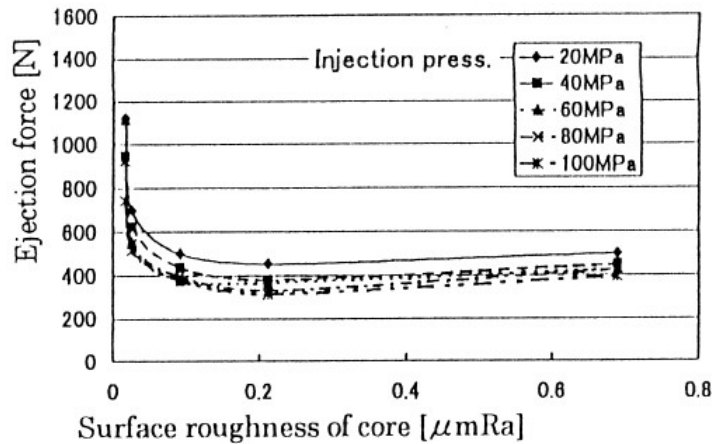
Esiste quindi un punto di ottimo che permette di minimizzare le forze di estrazione, come dimostrato sperimentalmente da Sasaki *et al.* [18] nel caso di un componente cilindrico con angolo di sformo di  $0^\circ$ .



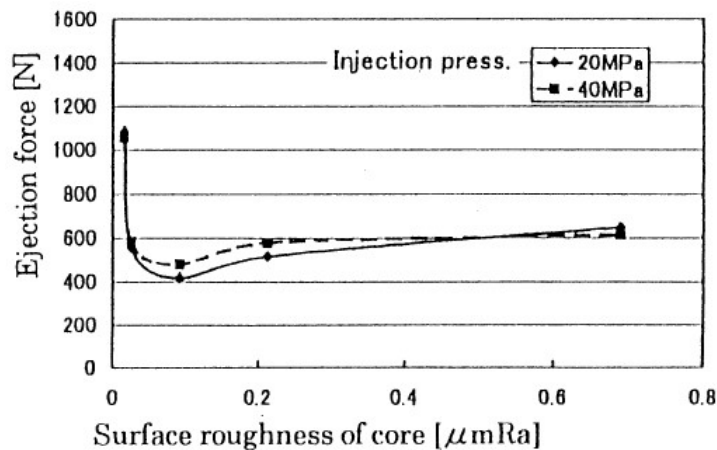
**Figura 1.17:** Relazione tra finitura superficiale dello stampo e forze di estrazione per componente cilindrico in PP [18]

I grafici in Figura da 1.20 a 1.19 mostrano la presenza di un minimo nel coefficiente di attrito per un valore di rugosità  $R_a$  variabile tra  $100\text{nm}$  e  $200\text{nm}$  circa, a seconda del polimero in esame. In aggiunta l'adozione di finiture superficiali "parallele" alla direzione di estrazione favorisce ulteriormente il distacco del componente [7].

Nel contesto del micro stampaggio ad iniezione, il valore di rugosità media ( $R_a$ ) risulta insufficiente per descrivere l'effetto della finitura superficiale sulla fase di estrazione. Questo parametro è troppo generale e non tiene conto di fattori



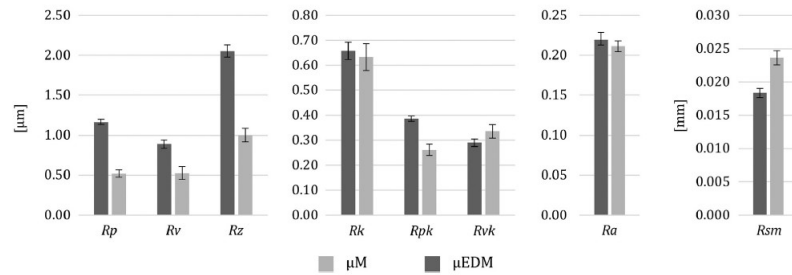
**Figura 1.18:** Relazione tra finitura superficiale dello stampo e forze di estrazione per componente cilindrico in PET [18]



**Figura 1.19:** Relazione tra finitura superficiale dello stampo e forze di estrazione per componente cilindrico in PMMA [18]

come l'isotropia della superficie e i valori massimi e minimi assunti dal profilo di rugosità. Pertanto, il controllo della superficie dello stampo dovrebbe considerare parametri aggiuntivi come  $Rvk$ ,  $Rpk$ ,  $RSm$  e l'isotropia [12]. È evidente quindi che anche il metodo di produzione degli inserti influisce sulle forze di attrito e sul rapporto tra  $F_{adesione}$  e  $F_{deformazione}$ .

Nel caso della produzione di componenti microstrutturati, queste considerazioni possono essere sfruttate per agevolare il distacco del componente dallo stampo, minimizzando la deformazione delle features. L'adozione di angoli di sforno e finiture superficiali ottimali, sia nel design delle microstrutture che nelle superfici non funzionali dell'inserto, risulta indispensabile per garantire la ripetibilità e l'accuratezza del processo di replicazione.



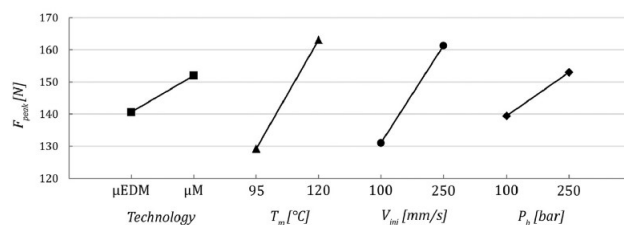
**Figura 1.20:** Parametri di rugosità per inserti prodotti tramite micro EDM e micro milling [12]

## 1.6 Parametri di processo

Oltre alle caratteristiche geometriche dello stampo e al polimero stampato, le forze di estrazione sono fortemente influenzate da numerosi parametri di processo [12] [19] [20], in particolare:

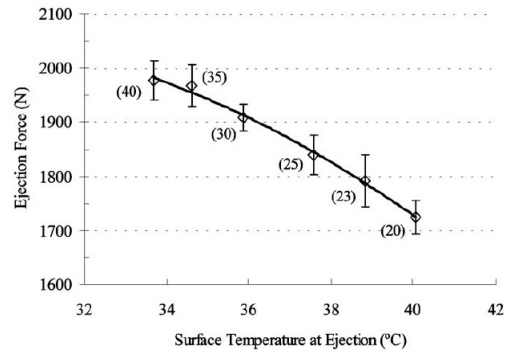
- Temperatura dello stampo  $T_m$
- Pressione di impaccamento  $p_h$

La temperatura dello stampo influisce sia sulla replicazione della superficie dell'inserto che sulla temperatura del polimero durante la fase di estrazione (a parità di tempo ciclo). Aumentando  $T_m$ , si ottiene una migliore replicazione e quindi un aumento dell'interlocking meccanico tra pezzo e stampo. Tuttavia, l'aumento della temperatura dello stampo rende il polimero più deformabile durante l'estrazione, il che può comportare una riduzione di  $F_{deformazione}$ . L'effetto della temperatura dello stampo sulle forze di estrazione è quindi difficile da valutare per via puramente teorica. Alcuni studi [12] mostrano un aumento della forza con l'aumento di  $T_m$  nel caso dello stampaggio con COC, mentre altri [19] mostrano una riduzione della forza con l'aumento della temperatura superficiale dello stampo al momento dell'estrazione.



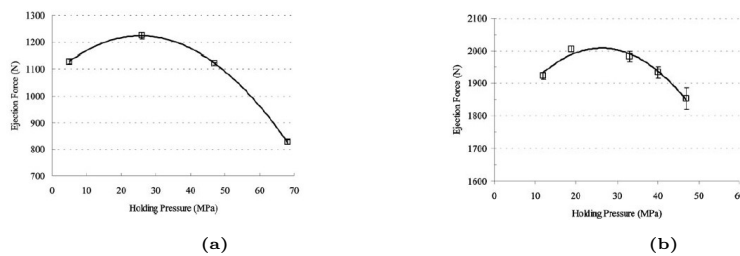
**Figura 1.21:** Effetto di vari parametri di processo sulla massima forza di estrazione per COC [12].

La pressione di impaccamento è un altro parametro che influisce significativamente sulla replicazione e, di conseguenza, sulle forze di estrazione. Aumentando



**Figura 1.22:** Effetto della temperatura superficiale sulla forza di estrazione per PP [19].

$p_h$ , si osserva un aumento della forza dovuto a un maggiore interlocking meccanico tra il polimero e la superficie dello stampo. Questo è valido fino a quando la pressione di impaccamento non diventa così elevata da causare l'espansione del componente, che a sua volta porta a una maggiore adesione del pezzo al lato fisso dello stampo, determinando una riduzione delle forze di estrazione. Ulteriori effetti di  $p_h$  sono legati alla deformazione e al ritiro del componente. Nello stampaggio di provini cilindrici è stata osservata una riduzione della forza di estrazione al crescere della pressione di impaccamento, come conseguenza del minor ritiro diametrico del componente. Allo stesso tempo per valori molto ridotti di  $p_h$  è stato osservato un calo nella forza di estrazione associato alla separazione della parte dall'insero, causata da elevati ritiri lungo lo spessore del componente [19].



**Figura 1.23:** Influenza della pressione di impaccamento sulle forze di estrazione: (a) PS, (b) PP [19].

Ancora una volta quindi l'effetto di  $p_h$  non è facilmente prevedibile e richiede un'analisi sperimentale durante la fase di collaudo dello stampo per determinare il valore ottimale in grado di garantire una replicazione adeguata della cavità, evitando difetti superficiali dovuti a un impaccamento insufficiente e contenendo le forze di estrazione.

Altri parametri di processo come temperatura del fuso, velocità di iniezione e tempo di impaccamento hanno un effetto minore sulle forze di estrazione e non verranno quindi trattati in questo lavoro.



# Capitolo 2

## Materiali e metodi

In questo capitolo verrà descritta la scelta dei polimeri di studio, il design del componente stampato e le caratteristiche chiave dello stampo progettato. Si fornirà poi una descrizione del setup sperimentale e del design degli esperimenti adottato.

### 2.1 Polimeri studiati

Nella produzione di micro componenti per uso medicale e meccanico, due dei polimeri più diffusi sono il polipropilene (PP) e i copolimeri delle cicloolefine (COC). Pertanto, questi due materiali saranno oggetto di analisi.

Per entrambe queste termoplastiche, è stata condotta un'analisi viscosimetrica utilizzando un reometro rotazionale al fine di determinare la relazione tra la viscosità ( $\eta$ ) e la velocità di deformazione ( $\dot{\gamma}$ ). Inoltre, è stata eseguita una prova di DSC (Differential Scanning Calorimetry) al fine di identificare il punto di fusione e cristallizzazione del materiale.

Il polipropilene è uno dei polimeri più ampiamente utilizzati grazie al suo costo ridotto, alla elevata resistenza chimica e alla facilità di produzione [10]. Trova un'ampia applicazione nella produzione di componenti di uso comune grazie alla sua facilità di stampaggio e all'ampia finestra di processabilità riportate nella Tabella 2.1

I copolimeri delle cicloolefine rappresentano una famiglia di termoplastiche amorfe di grado ingegneristico ottenute mediante la copolimerizzazione di etilene e norbornene ciclico. Tipicamente, i COC presentano un modulo elastico e una densità maggiori rispetto al polietilene (PE) e al polipropilene, rendendoli più fragili rispetto alle comuni poliolefine. Inoltre, presentano una temperatura di

Tensione di snervamento [ $MPa$ ]	30-35
Modulo elastico [ $GPa$ ]	1-1.5
Temperatura fuso [ $^{\circ}C$ ]	180-280
Temperatura stampo [ $^{\circ}C$ ]	20-70
Pressione di iniezione [ $bar$ ]	800-1400
Pressione di impaccamento [ $bar$ ]	500-1200
Velocità vite [ $rpm$ ]	60-125
Massimo shear rate [ $1/s$ ]	40000
Massimo shear stress [ $MPa$ ]	0.24

**Tabella 2.1:** Parametri di processo consigliati e principali proprietà meccaniche per il PP.

transizione vetrosa elevata, che può superare facilmente i  $150^{\circ}C$  e che aumenta al crescere del contenuto di norbornene. Alcuni blend di COC presentano ottime proprietà ottiche, che li rendono un valido sostituto del vetro. Infine, le eccellenti proprietà di barriera, il basso assorbimento di umidità, l'alta resistenza a sostanze chimiche come acidi, basi e alcoli, nonché l'elevata purezza, rendono questi polimeri particolarmente adatti all'utilizzo nel settore medico [21].

Tensione di snervamento [ $MPa$ ]	45-60
Modulo elastico [ $GPa$ ]	2.5-3.5
Temperatura fuso [ $^{\circ}C$ ]	240-300
Temperatura stampo [ $^{\circ}C$ ]	95-125
Pressione di iniezione [ $bar$ ]	95-125
Pressione di impaccamento [ $bar$ ]	300-600
Velocità vite [ $rpm$ ]	50-200
Massimo shear rate [ $1/s$ ]	40000
Massimo shear stress [ $MPa$ ]	0.3

**Tabella 2.2:** Parametri di processo consigliati e principali proprietà meccaniche per i COC.

## 2.2 Design del componente

Il componente testato consiste in una scatola trapezoidale avente due superfici con angolo di sformo variabile ( $0.25^\circ$ ,  $1^\circ$ ,  $2^\circ$ ), dimensioni di ingombro di  $14.4 \times 11.6 \times 10.7 \text{ mm}$  e spessore di parete pari a  $1.2 \text{ mm}$ , come illustrato nella Figura 1.14. Delle quattro facce laterali interne del componente, solo le due ad inclinazione variabile sono sottoposte a trattamento superficiale. Per minimizzare l'impatto delle facce non strutturate sulle forze di estrazione, queste presentano un angolo di sformo di  $8^\circ$  e un'area ridotta rispetto alle superfici funzionalizzate.

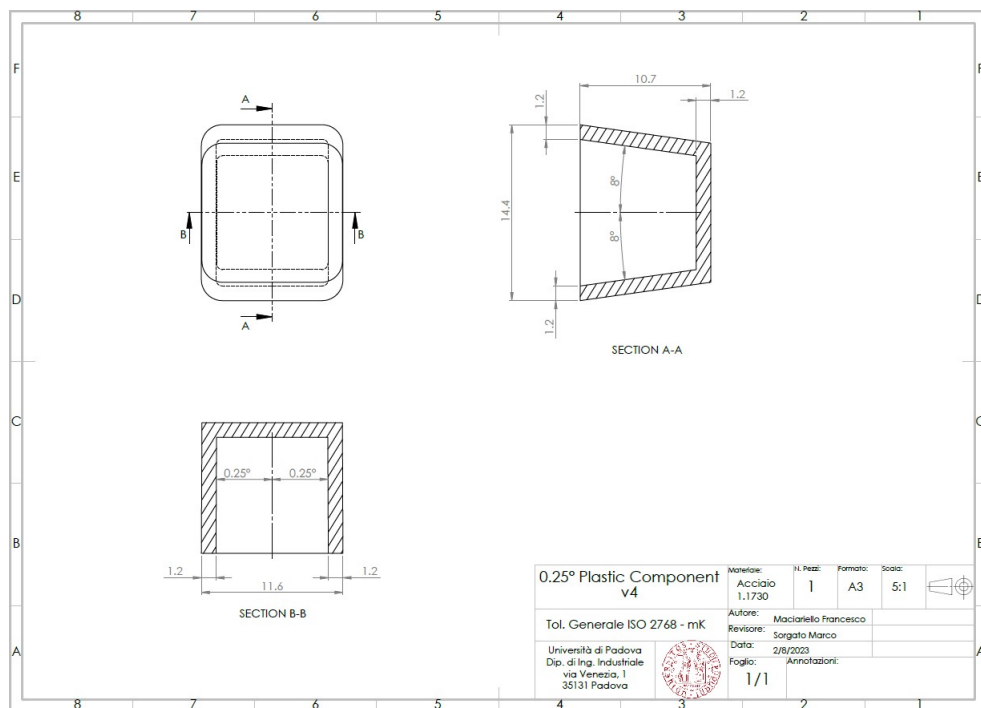


Figura 2.1: Messa in tavola del componente con angolo di sformo di  $0.25^\circ$ .

La geometria del componente è stata progettata per emulare il comportamento di componenti scatolari o cilindrici, come ad esempio siringhe utilizzate in applicazioni biomediche, riducendone al contempo la complessità geometrica. Nell'ottica futura di studiare l'effetto di texture su scala micro e nanometrica sulle forze di estrazione, si è scelto di adottare una geometria planare delle facce strutturate per semplificarne il processo produttivo. La microstrutturazione dei componenti viene solitamente realizzata mediante *laser etching*, e la realizzazione di un componente con forma quadrata facilita notevolmente la corretta focalizzazione del laser.

Le dimensioni del provino sono state scelte per ottenere un volume minore del "maximum shot size" della pressa di stampaggio usata (circa  $1 \text{ cm}^3$ ) e

massimizzare l'area delle superfici strutturate, contemporaneamente tenendo in considerazione i vincoli dettati dal processo di fresatura usato per la produzione dello stampo.

In seguito, quando si fa riferimento ad un angolo di sforno, si intenderà sempre quello delle superfici strutturate.



**Figura 2.2:** Superficie interna del componente (a) e superficie strutturata (b).

La Tabella 2.3 riporta i principali parametri geometrici dei campioni. Il parametro *Tex. %* indica la percentuale di superficie interna laterale del campione soggetta all'applicazione di texture, calcolata come  $(Superficie, laterale, totale) / (Superficie, laterale, strutturata)$ . Durante la progettazione del componente, si è cercato di massimizzare questo parametro al fine di ridurre al minimo l'effetto delle superfici non trattate sulle forze di estrazione. All'aumentare dell'angolo di sforno la percentuale di superficie strutturata diminuisce. Tuttavia, essendo questa variazione nell'ordine dello 0.5% è lecito ipotizzare che non generi un impatto significativo sui risultati.

Nome	Volume [ $mm^3$ ]	Angolo sforno	Sup. tot [ $mm^2$ ]	Sup. Text. [ $mm^2$ ]	Tex. %
D025	641.69	0.25°	370	183	49.5%
D1	635.29	1°	367	183	49.8%
D2	626.74	2°	364	183	50.3%

**Tabella 2.3:** Proprietà geometriche dei provini, ricavate da modello CAD.

Il campione viene stampato in posizione verticale con iniezione diretta al centro della faccia superiore, permettendo un flusso radiale del polimero che assicura un riempimento ottimale della cavità. Viene evitata così la formazione di linee di giunzione e inclusioni d'aria interne al componente. Inoltre, l'iniezione centrale consente di ridurre le perdite di carico nella cavità, ottenendo un impaccamento più uniforme del componente e riducendo i ritiri volumetrici durante la fase di raffreddamento, che potrebbero influenzare la variabilità del processo e il grado di replicazione dell'inserto. La minimizzazione delle perdite di carico nella cavità e nel sistema di alimentazione risulta ulteriormente vantaggiosa, in quanto con-

sente un maggiore controllo dei parametri di processo analizzati, in particolare della pressione di impaccamento.

Prima di procedere alla progettazione dello stampo, la scelta del punto di iniezione è stata validata tramite simulazione di *Gate location* utilizzando il software *Mold Flow Insight 2019*, i cui risultati sono riportati nella Figura 2.3.

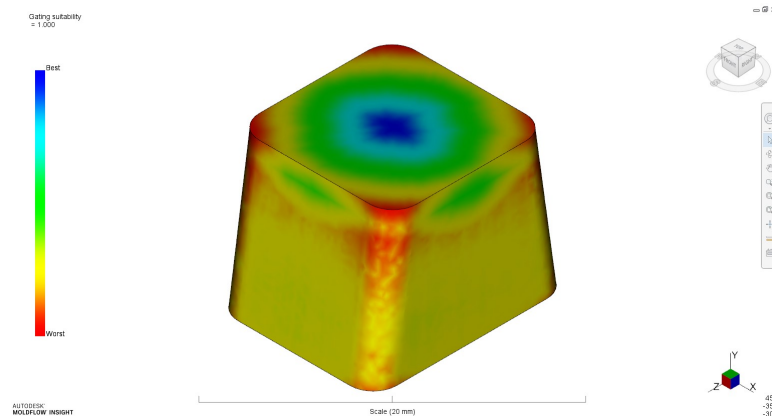
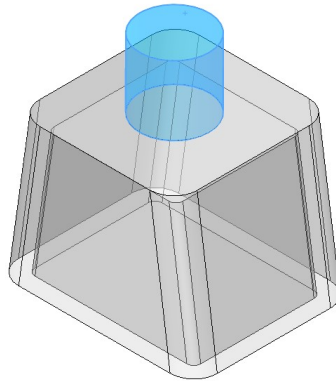


Figura 2.3: Risultati dell'analisi di *Gate location*: parametro *Gate suitability*.

## 2.3 Simulazioni di processo

In concomitanza con la progettazione dello stampo, sono state effettuate simulazioni di processo per validare il design. È stata prestata particolare attenzione alla distribuzione della pressione durante la fase di impaccamento, parametro fondamentale per garantire un ritiro uniforme del componente e una corretta replicazione della superficie dello stampo. Come discusso nel **Paragrafo 2.1**, il punto di iniezione è stato scelto al fine di minimizzare le perdite di carico nella cavità e ottenere un controllo ottimale della pressione di impaccamento del componente. Simulando il processo di stampaggio sarà possibile valutare il gradiente di pressione nel componente durante la sua solidificazione e validare quindi la solidità del design scelto.

Il componente studiato nelle simulazioni presenta una leggera variazione nella geometria rispetto a quella precedentemente mostrata. Durante il processo di stampaggio, infatti, una parte del polimero rimane all'interno del cilindro di iniezione, lasciando un testimone cilindrico con dimensioni di circa  $\phi 5mm, x, 5mm$ . Il modello simulato include il testimone di iniezione al fine di ottenere risultati più realistici e in linea con gli esperimenti.



**Figura 2.4:** Componente studiato nella simulazione di processo, evidenziato in blu il testimone lasciato durante l'iniezione.

Tutte le simulazioni sono state condotte utilizzando il software *Mold Flow Insight 2019*. I polimeri usati in simulazione sono un PP generico presente nel database del programma, non essendo disponibili dati del materiale usato sperimentalmente, e i COC TOPAS, 5013L-10 corrispondenti a quelle usate nelle prove in laboratorio.

Oltre ai parametri di processo descritti al **Paragrafo 2.5** sono stati impostate le seguenti variabili:

- temperatura del fuso polimerico  $T_p$
- velocità di iniezione  $v_i$
- tempo di impaccamento  $t_h$
- tempo di raffreddamento  $t_c$

i cui valori sono riportati in Tabella 2.4.

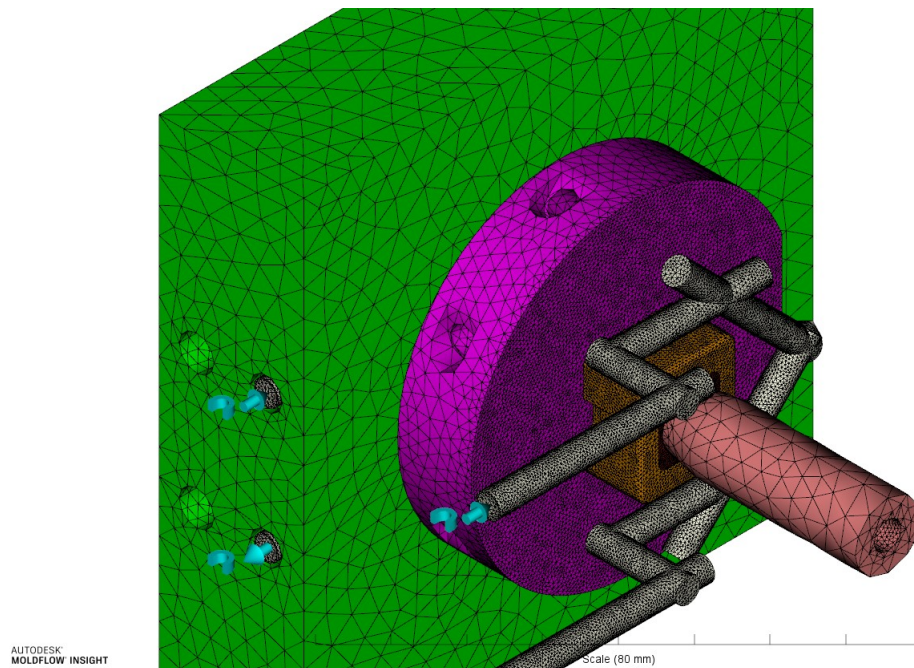
	$T_p[^\circ C]$	$v_i[mm/s]$	$t_h[s]$	$t_c[s]$
PP	240	100	5	12
COC	320	100	5	12

**Tabella 2.4:** Parametri di processo secondari.

Per emulare il processo di stampaggio, dopo aver generato la mesh del componente, sono stati posizionati punti di iniezione multipli, uno per ogni nodo del componente a contatto con il pistone di iniezione. La velocità di iniezione,

espressa nella Tabella 2.4 in  $[mm/s]$ , si riferisce alla velocità con cui il cilindro di iniezione viene azionato. Le vere caratteristiche geometriche del sistema di iniezione sono state quindi importate nel software di simulazione per il corretto calcolo delle velocità del fronte di flusso durante il riempimento della cavità.

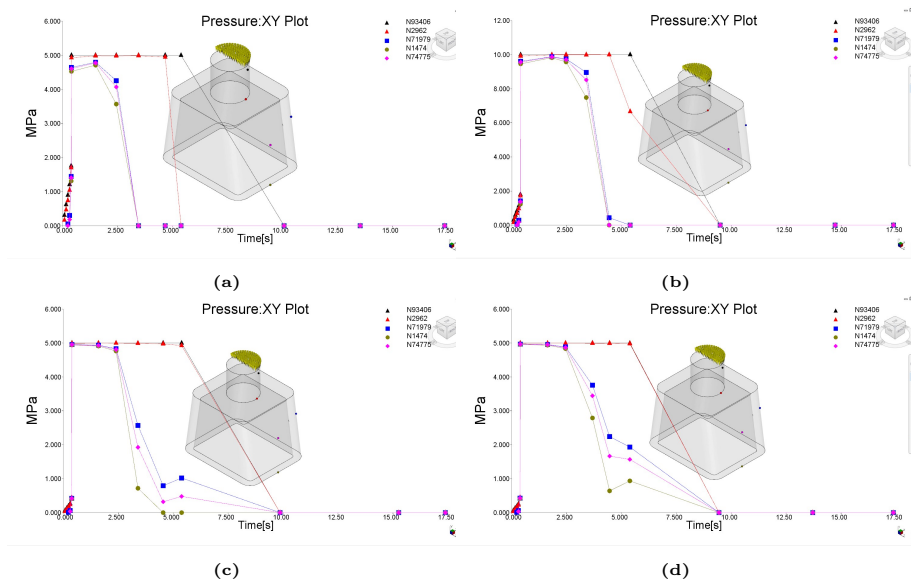
Per determinare il numero di cicli necessari per stabilizzare il processo, è stata eseguita una simulazione FEM completa dello stampo, del sistema di raffreddamento e del cilindro di iniezione, nel caso di stampaggio con PP a temperatura  $T_m = 35^\circ C$  e pressione di impaccamento di  $10bar$ . I risultati ottenuti sono in grado non solo di verificare che il sistema di termoregolazione sia dimensionato correttamente, ma anche di stimare l'andamento della temperatura dello stampo, e in particolare della cavità, a partire dall'inizio della produzione. Poiché si tratta di simulazioni complesse che richiedono molte ore per arrivare la convergenza, è stata testata solo la configurazione sopra citata, ritenuta la più critica e sufficiente per valutare la capacità del software di simulare il processo reale. I risultati mostrano il raggiungimento dell'equilibrio dopo circa 12 cicli di stampaggio, dato che risulterà utile nella fase di acquisizione dati per assicurare.



**Figura 2.5:** Vista parziale della mesh usata nella simulazione di processo completa.

Per valutare la distribuzione delle pressioni durante la fase di impaccamento, sono state utilizzate simulazioni semplificate che includono solo la mesh del componente polimerico. I canali di termoregolazione sono stati modellati con una mesh semplificata per ridurne notevolmente il costo computazionale, mentre per

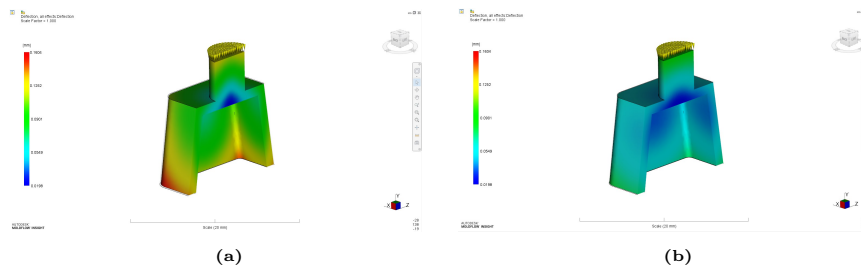
la temperatura dello stampo si è assunto un valore costante coerente con quello impostato a bordo macchina durante la fase sperimentale. In questo modo si è ottenuto un giusto compromesso tra l'accuratezza dei risultati e il tempo di calcolo richiesto. Poiché la condizione a  $T_m$  minore rappresenta la situazione più critica per l'impaccamento a causa della rapida solidificazione del polimero, sono state eseguite 4 simulazioni a questa temperatura, variando il materiale studiato e la pressione di impaccamento applicata.



**Figura 2.6:** Gradiente di pressione interno al componente durante la fase di impaccamento: (a) PP a temperatura T1 e pressione P1; (b) PP a temperatura T2 e pressione P2; (c) COC a temperatura T1 e pressione P1; (d) COC a temperatura T2 e pressione P2.

Come si può notare dai grafici nella Figura 2.6, le curve di pressione mostrano un andamento molto simile tra loro e un gradiente ridotto, soprattutto durante la fase iniziale di raffreddamento del componente. Ciò significa che la pressione nel componente è in grado di compensare in maniera uniforme il ritiro volumetrico del polimero, garantendone minori distorsioni. A scopo di ulteriore verifica, è stata eseguita una simulazione di deformazione (*warp*) al fine di valutare l'entità della deformazione del componente, i cui risultati sono mostrati nella Figura 2.7.

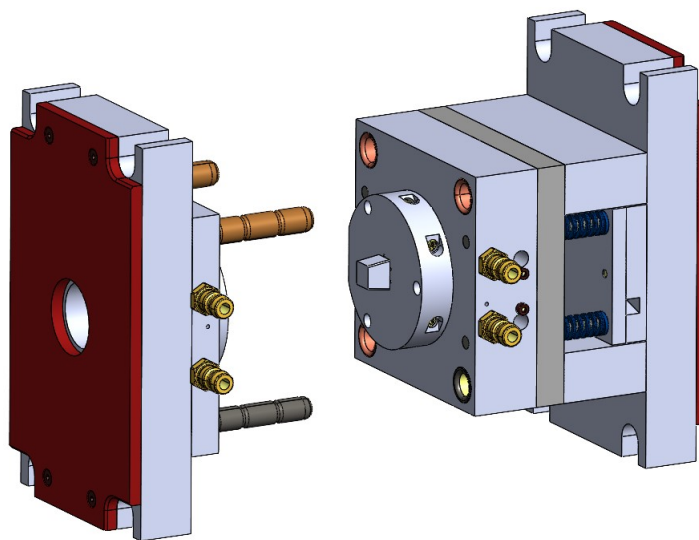




**Figura 2.7:** Deformazione del componente: (a) PP a temperatura  $T_1$  e pressione  $P_1$ ; (b) COC a temperatura  $T_1$  e pressione  $P_1$ .

## 2.4 Design dello stampo

Lo stampo realizzato per lo svolgimento degli esperimenti è basato su un sistema modulare Hasco, opportunamente modificato per garantire un maggior controllo termico nei pressi della cavità e permettere la rapida sostituzione degli inserti.



**Figura 2.8:** Pacco stampo completo in configurazione aperta

La progettazione dello stampo è partita dalla definizione di alcune linee guida:

- Posizionamento degli estrattori per distribuire omogeneamente le forze di estrazione e ridurre la deformazione del componente
- Sistema di termoregolazione ottimizzato per garantire il massimo controllo termico sulla cavità
- Geometria degli inserti che permetta la rapida sostituzione degli stessi

Particolare attenzione è stata posta al sistema di termoregolazione dello stampo. Al fine di minimizzare la deformazione del componente è necessario ridurre i gradienti di temperatura nello stampo progettando un sistema di canali di raffreddamento in grado di asportare calore in maniera efficiente e uniforme. Una tecnologia spesso usata per ottenere questi risultati è la produzione di canali conformali tramite la manifattura additiva dell'inserto, questa tecnica risulta però eccessivamente costosa e produce inserti con finitura superficiale a rugosità elevata, che necessitano di lavorazioni di finitura successive. Per ridurre la complessità dello stampo si è quindi adottata la pratica più comune di realizzare il sistema di termoregolazione tramite foratura delle piastre. Una peculiarità del sistema di raffreddamento progettato è il passaggio del fluido dalla piastra stampo alla piastra porta inserto, in modo da ridurre la distanza tra canali e cavità rispettando gli stretti vincoli geometrici imposti dalle ridotte dimensioni del pacco stampo. Al fine di ridurre lo scambio termico con l'esterno tra le piastre di fissaggio e la pressa sono interposte delle piastre isolanti in materiale composito dello spessore di  $3mm$ .

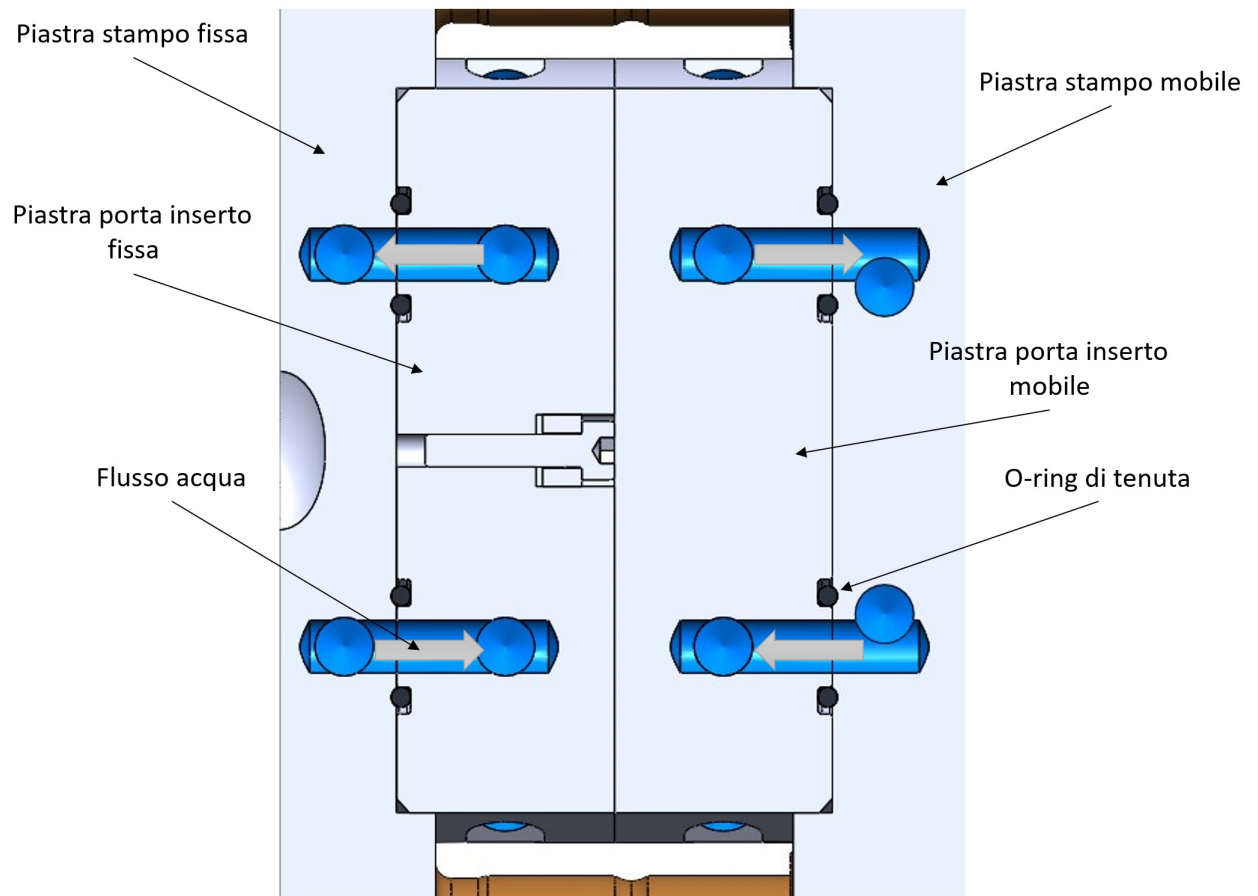
Gli inserti sono collegati alle piastre stampo tramite due piastre porta inserto, una lato mobile e una lato fisso, che hanno lo scopo di facilitare la sostituzione degli inserti e di portare i canali di termoregolazione in prossimità della cavità.

Oltre al pacco stampo Hasco sono stati quindi progettati quattro componenti:

- Piastra porta inserto mobile
- Piastra porta inserto fissa
- Inserto mobile (nelle tre versioni  $0.25^\circ$ ,  $1^\circ$ ,  $2^\circ$ )
- Inserto fisso (nelle tre versioni  $0.25^\circ$ ,  $1^\circ$ ,  $2^\circ$ )

Questi componenti sono realizzati in acciaio 1.7131 (16MnCr5) che per le sue proprietà di elevata durezza e resistenza all'usura risulta ottimale per la realizzazione delle superfici di chiusura dello stampo.

Per minimizzare il rischio di deformazione del componente durante la fase di estrazione e distribuire le forze in maniera uniforme, sono stati utilizzati 6 estrattori cilindrici dal diametro di  $1mm$  (modello Hasco Z441) posizionati lungo il perimetro del componente come mostrato in Figura 2.11. Il gambo di questi estrattori presenta un diametro variabile, il valore nominale di  $1mm$  riguarda la parte terminale dell'estrattore in tolleranza con i fori dell'inserto con

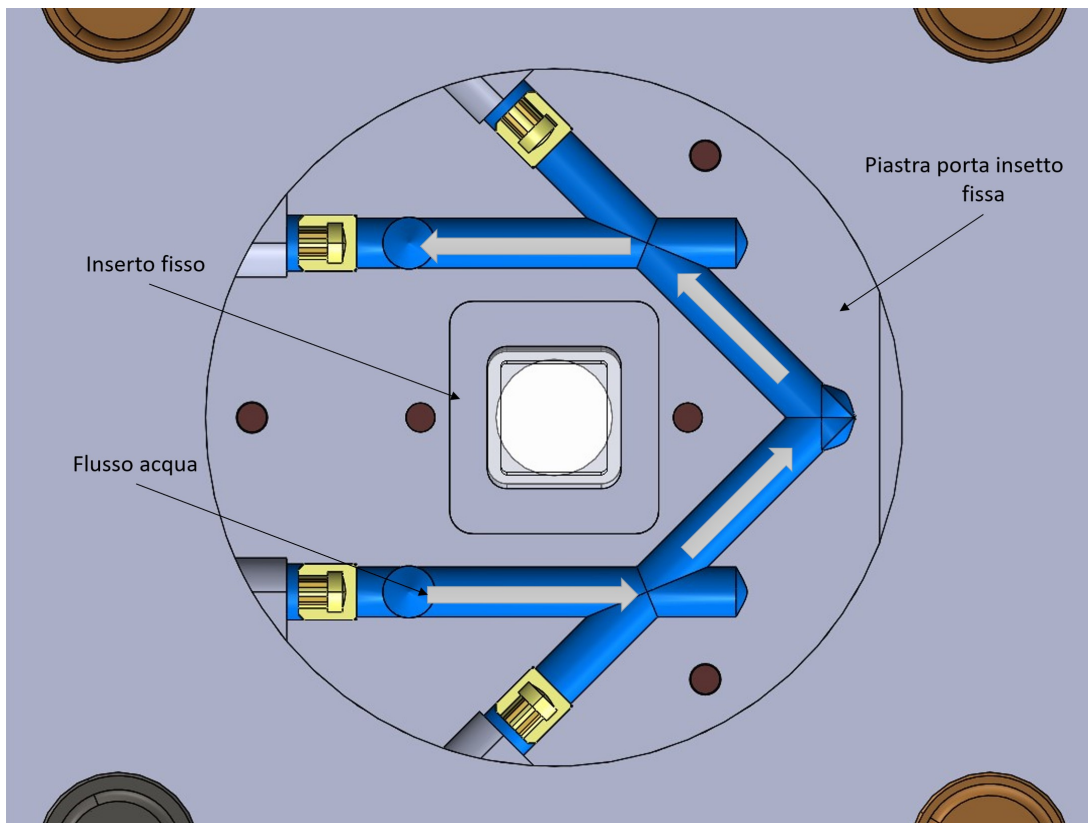


**Figura 2.9:** Vista in sezione del sistema di termoregolazione: passaggio da piastra stampo a piastra porta inserto.

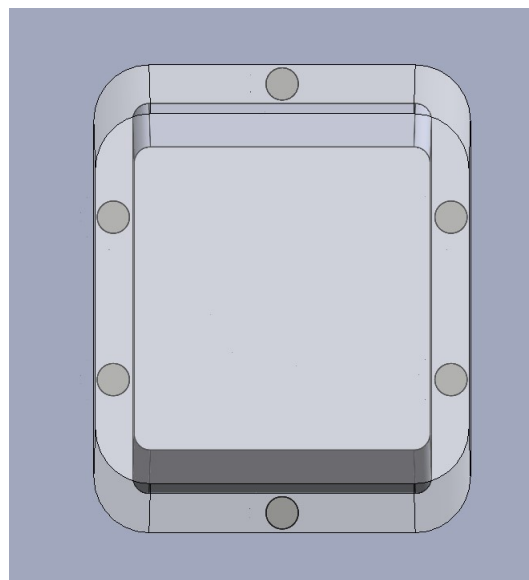
accoppiamento H7/g6, mentre il tratto iniziale dell'estrattore presenta un diametro maggiorato pari a  $2\text{mm}$  per aumentarne la rigidità e ridurre il rischio di buckling.

La base degli estrattori poggia su un piattino di distribuzione necessario a raccogliere la forza totale prodotta durante l'estrazione e convogliarla al sensore di pressione piezoelettrico. Questo meccanismo è posto all'interno del tavolino di estrazione come mostrato nella Figura

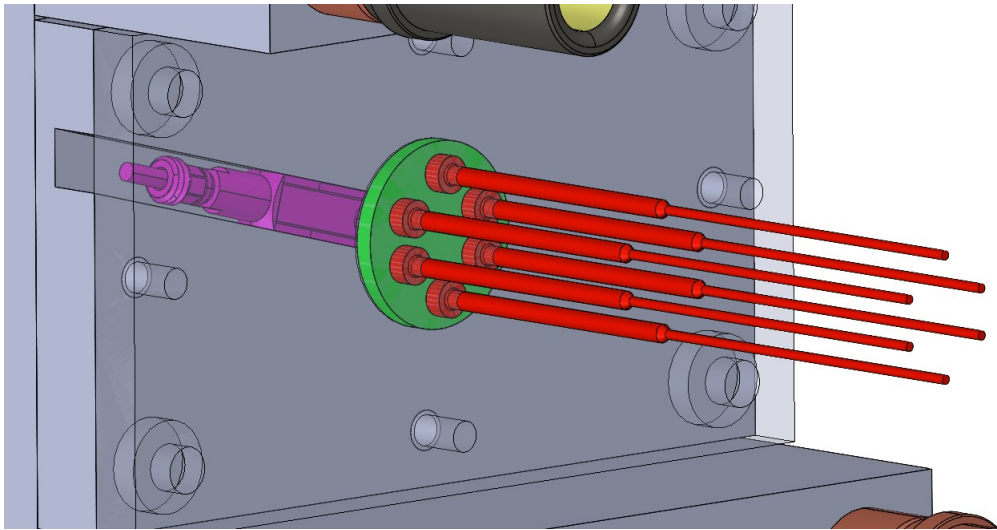
I disegni tecnici degli inserti e delle piastre porta inserto vengono riportati in Appendice A.



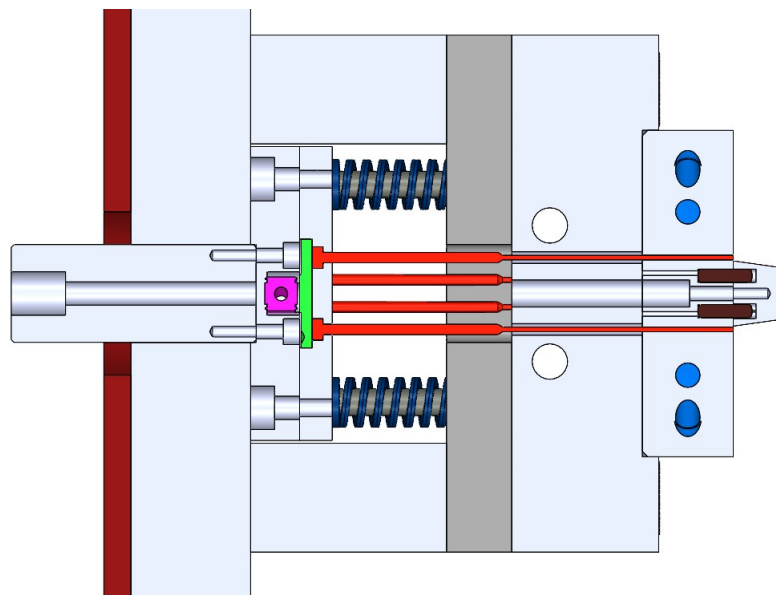
**Figura 2.10:** Vista in sezione del sistema di termoregolazione: flusso all'interno della piastra porta insetto.



**Figura 2.11:** Disposizione degli estrattori rispetto al componente stampato.



**Figura 2.12:** Meccanismo di redistribuzione e misura delle forze: in rosso i 6 estrattori, in verde il piattino di distribuzione, in viola il sensore di pressione piezoelettrico.



**Figura 2.13:** Vista in sezione del meccanismo di redistribuzione e misura delle forze: in rosso i 6 estrattori, in verde il piattino di distribuzione, in viola il sensore di pressione piezoelettrico.

## 2.5 Generazione della superficie funzionalizzata

Per le superfici funzionalizzate sono stati realizzati tre gradi di rugosità differenti tramite la lucidatura manuale con tele e fluidi abrasivi. Di seguito si riportano i tre gradi di rugosità testati e la tela o il fluido abrasivo con cui sono stati ottenuti:

- R1: Fluido abrasivo  $9\mu m$
- R2: Tela abrasiva P1000

- R3: Tela abrasiva P600

Per ciascuna finitura superficiale sono stati realizzati tre provini, uno per ogni angolo di sforno testato ( $0.25^\circ$ ,  $1^\circ$ ,  $2^\circ$ ). Al fine di ottenere risultati ripetibili è stata seguita la stessa procedura per ogni campione.

Per tutti gli inserti, i profili di rugosità sono stati realizzati di modo che le creste e le valli fossero ortogonali alla direzione di estrazione, andando così a massimizzare l'effetto di interlocking meccanico tra il componente stampato e lo stampo, garantendo così un'elevata sensibilità dell'esperimento.

Per gli inserti con rugosità R1 i primi due step di lucidatura con tela abrasiva sono stati effettuati muovendo manualmente l'inserto sull'abrasivo con passate tra loro parallele, rispettivamente 20 passate con tela P1000 e 30 con tela P2500. Successivamente il fluido abrasivo è stato applicato tramite tavola rotante, lucidando ciascun lato dell'inserto per 4 minuti. Per ottenere una superficie più uniforme possibile a metà di ciascuno step di lucidatura si è ruotato il componente di  $180^{circ}$  rispetto alla direzione delle passate.

Per gli inserti con rugosità R2 è stato seguito lo stesso procedimento, fermandosi alla tela abrasiva P1000.

Gli inserti con rugosità R3 sono stati dapprima lucidati con tela P1000, seguendo ancora la stessa procedura sopra indicata, e successivamente sono stati trattati con tela abrasiva P600 effettuando 10 passate parallele tra loro per ciascuna faccia funzionale dell'inserto. La lucidatura con carta P1000 ha in questo caso lo scopo di eliminare i segni lasciati dalla precedente rettifica dell'inserto.

I profili di rugosità così ottenuti sono stati scansionati tramite profilometro ottico confocale. La zona di scansione consiste in un rettangolo di  $1 \times 5 \text{ mm}$  posizionato vicino allo spigolo in alto a sinistra della faccia in esame, come mostrato in Figura 2.14.

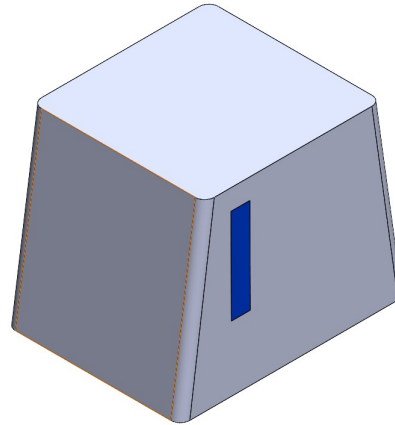


Figura 2.14: Zona di scansione per la determinazione dei parametri di rugosità degli inserti.

## 2.6 Design degli esperimenti

Le variabili geometriche e di processo analizzate in questo studio sono:

- Polimero stampato
- Angolo di sformo del componente ( $\theta$ )
- Rugosità  $S_a$  della superficie ( $S_a$ )
- Temperatura dello stampo ( $T_m$ )
- Pressione di impaccamento ( $P_h$ )

Angolo di sformo e rugosità sono i punti chiave di questa analisi sperimentale e presentano tre livelli, le variabili di processo prese in considerazione sono state invece scelte sulla base del loro impatto sulla forza di estrazione mostrato in altri studi [12] [22] e presentano due livelli, come mostrato in Tabella 2.5. L'analisi è stata ripetuta per i due materiali di studio (PP e COC). I dati relativi ai due polimeri sono stati mantenuti separati per enfatizzarne il differente comportamento in fase di estrazione e data l'impossibilità di mantenere gli stessi parametri di processo per i due materiali.

Livello	Sformo [ $^\circ$ ]	Rugosità $S_a$ [nm]	$T_{m-PP}$ [ $^\circ C$ ]	$T_{m-COC}$ [ $^\circ C$ ]	$P_h$ [MPa]
1	0.25	15	35	105	50
2	1	93	65	125	100
3	2	248			

Tabella 2.5: Livelli delle variabili testate.

I valori di rugosità indicati in Tabella 2.5 sono stati ricavati tramite profilometro ottico confocale come verrà approfondito al **Capitolo 3**. I due livelli di  $T_m$  sono stati scelti in modo che siano prossimi agli estremi della finestra di processabilità dei due polimeri studiati.

Per ciascuna run sperimentale si è usato un identificativo alfanumerico con la seguente specifica:  $D[angolodisformo]_R[rugosit]_T[temperatura]_P[pressione]$ . L'angolo di sforno viene indicato in funzione del suo valore reale mentre gli altri parametri sono indicati in base al loro livello come indicato in Tabella 2.6.

Il design dell'esperimento usato è di tipo *Full factorial* e permette di studiare ciascuna possibile configurazione di parametri, in totale sono studiate 72 combinazioni differenti, 36 per il PP e altrettante per i COC.

Per ciascuna run viene ricavata una curva di forza-tempo che rappresenta l'andamento delle forze di estrazione durante la separazione del pezzo dallo stampo. Le variabili di risposta analizzate sono il valore massimo della forza di estrazione e l'area sottesa dalla curva come mostrato in Figura 2.15. Questo secondo parametro rappresenta in maniera indiretta il lavoro necessario all'estrazione del componente e potrebbe essere un buon indicatore della deformazione superficiale del componente. L'area sottesa è stata calcolata normalizzando l'intervallo di estrazione e fornisce quindi un valore di confronto tra le diverse curve. Essendo la velocità di estrazione differente per PP e COC, i valori non devono essere usati per eseguire un confronto tra i due polimeri.

## 2.7 Setup sperimentale

Per le misure di rugosità viene adoperato un profilometro ottico confocale Sensofar dotato di obiettivo Nikon TU Plan Flour 20x. I dati vengono successivamente elaborati tramite software SensoVIEW 1.9.2.

Per lo stampaggio dei provini si è adoperata una macchina per micro stampaggio ad iniezione di ultima generazione (Battenfeld, MicroPower 15) dotata di un sistema di termoregolazione a fluido e resistenze termiche per il riscaldamento oltre i  $100^\circ C$ . Le misurazioni di forze sono effettuate tramite un trasduttore di forza piezoelettrico Kistler 9223A. Il segnale del sensore, convertito tramite un amplificatore di carica (Kistler, Tipo 5039A), viene acquisito con un modulo National Instruments NI9205 e un'unità di acquisizione dati NI cDAQ-9172.

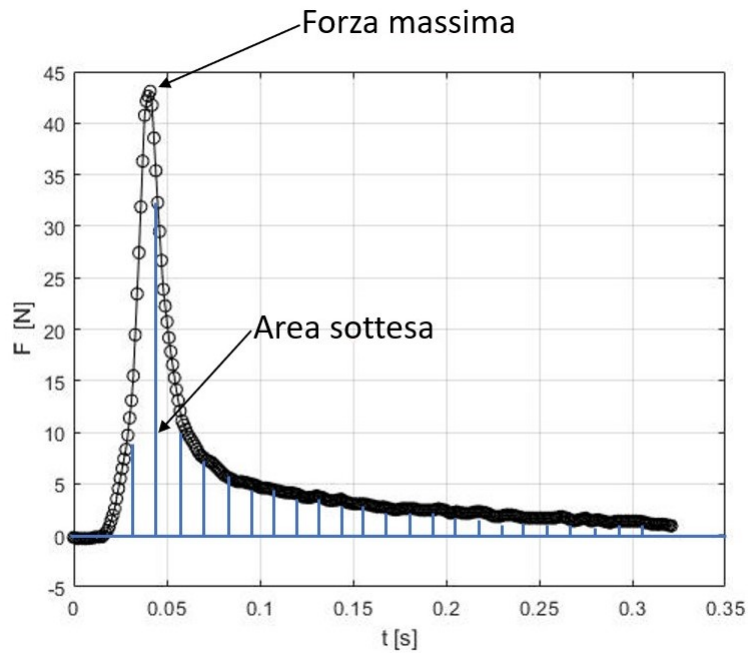
La forza di estrazione è stata misurata in un intervallo temporale di  $500ms$  con una frequenza di campionamento di  $60kHz$ . I dati ricavati dal sensore pie-



Nome configurazione	Sforno	Rugosità	Tm	Ph
D025_R1_T1_P1	0.25	1	1	1
D025_R1_T1_P2	0.25	1	1	2
D025_R1_T2_P1	0.25	1	1	1
D025_R1_T2_P2	0.25	1	1	2
D025_R2_T1_P1	0.25	2	1	1
D025_R2_T1_P2	0.25	2	1	2
D025_R2_T2_P1	0.25	2	1	1
D025_R2_T2_P2	0.25	2	1	2
D025_R3_T1_P1	0.25	3	1	1
D025_R3_T1_P2	0.25	3	1	2
D025_R3_T2_P1	0.25	3	1	1
D025_R3_T2_P2	0.25	3	1	2
D1_R1_T1_P1	1	1	1	1
D1_R1_T1_P2	1	1	1	2
D1_R1_T2_P1	1	1	1	1
D1_R1_T2_P2	1	1	1	2
D1_R2_T1_P1	1	2	1	1
D1_R2_T1_P2	1	2	1	2
D1_R2_T2_P1	1	2	1	1
D1_R2_T2_P2	1	2	1	2
D1_R3_T1_P1	1	3	1	1
D1_R3_T1_P2	1	3	1	2
D1_R3_T2_P1	1	3	1	1
D1_R3_T2_P2	1	3	1	2
D2_R1_T1_P1	2	1	1	1
D2_R1_T1_P2	2	1	1	2
D2_R1_T2_P1	2	1	1	1
D2_R1_T2_P2	2	1	1	2
D2_R2_T1_P1	2	2	1	1
D2_R2_T1_P2	2	2	1	2
D2_R2_T2_P1	2	2	1	1
D2_R2_T2_P2	2	2	1	2
D2_R3_T1_P1	2	3	1	1
D2_R3_T1_P2	2	3	1	2
D2_R3_T2_P1	2	3	1	1
D2_R3_T2_P2	2	3	1	2

**Tabella 2.6:** Elenco delle configurazioni usate nell'analisi sperimentale.

zoelettrico di pressione sono stati elaborati tramite software *Matlab R2020B* per estrarre il valore di picco della forza e tracciare i grafici forza-tempo. L'area sottesa dalla curva è stata calcolata per via numerica tramite integrazione numerica



**Figura 2.15:** Curva forza-tempo ottenuta come output del setup sperimentale. In evidenza i due parametri di risposta analizzati: la forza massima e l'area sottesa dalla curva.

trapezoidale con la funzione *trapz* di Matlab.

Nelle analisi dei dati si è considerato il valore massimo della forza di estrazione essendo questo il valore più critico che può portare al danneggiamento del pezzo e delle microstrutture su esso presenti. I grafici di interazione e l'analisi della varianza sono stati ottenuti tramite il software *Minitab*, mentre gli istogrammi di confronto derivano da *Excel*.

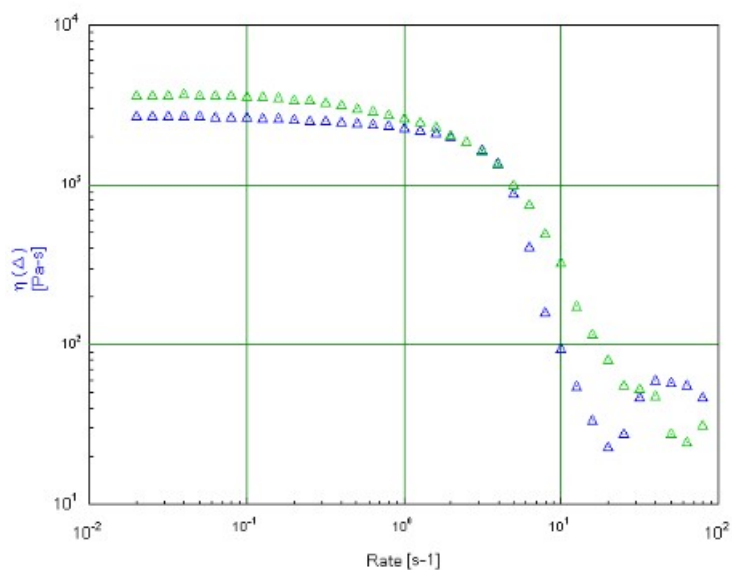
# Capitolo 3

## Risultati

Sono di seguito riportati i risultati sperimentali ottenuti, partendo dalla caratterizzazione reologica dei polimeri stampati, fino alla caratterizzazione superficiale dei componenti stampati per verificarne il grado di replicazione.

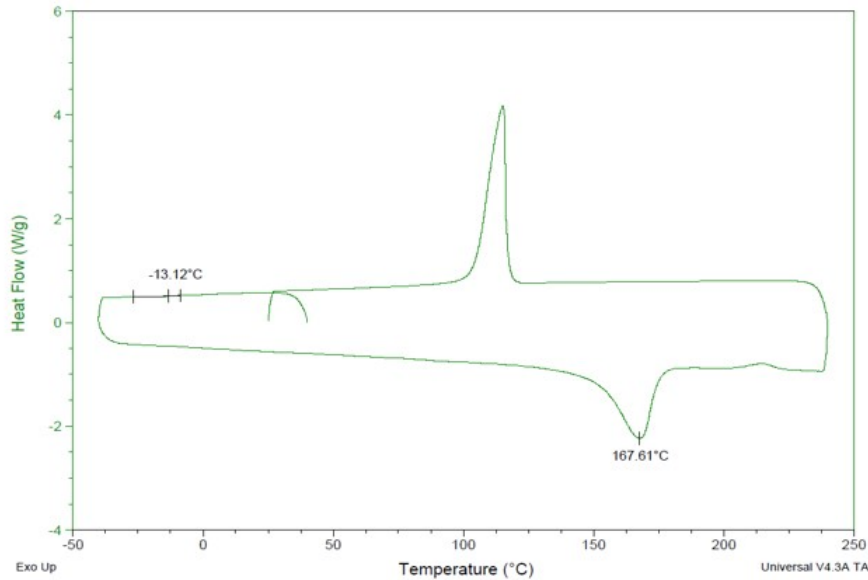
### 3.1 Caratterizzazione del materiale

Sono di seguito riportati i risultati delle prove effettuate tramite reometro capillare e DSC.



**Figura 3.1:** Curva  $\eta$ - $\dot{\gamma}$  per il polipropilene. Prova effettuata tramite reometro rotazionale a  $200^\circ C$ , curva verde e curva blu fanno riferimento a due prove consecutive.

Come si può vedere dalla Figura 3.1 per valori di shear rate minori di circa  $1s^{-1}$  il comportamento del PP è di tipo newtoniano mentre per valori superiori il polimero assume comportamento di tipo *shear thinning*.



**Figura 3.2:** Prova DSC per il polipropilene. Range di temperatura ( $-40^{\circ}C$  -  $250^{\circ}C$ ), velocità di variazione della temperatura  $10^{\circ}C/min$ .

La Figura 3.2 evidenzia le temperature caratteristiche del PP studiato, in particolare si osserva una temperatura di fusione di circa  $168^{\circ}C$ , mentre la cristallizzazione avviene nell'intorno dei  $120^{\circ}C$  e la transizione vetrosa a  $-13^{\circ}C$ .

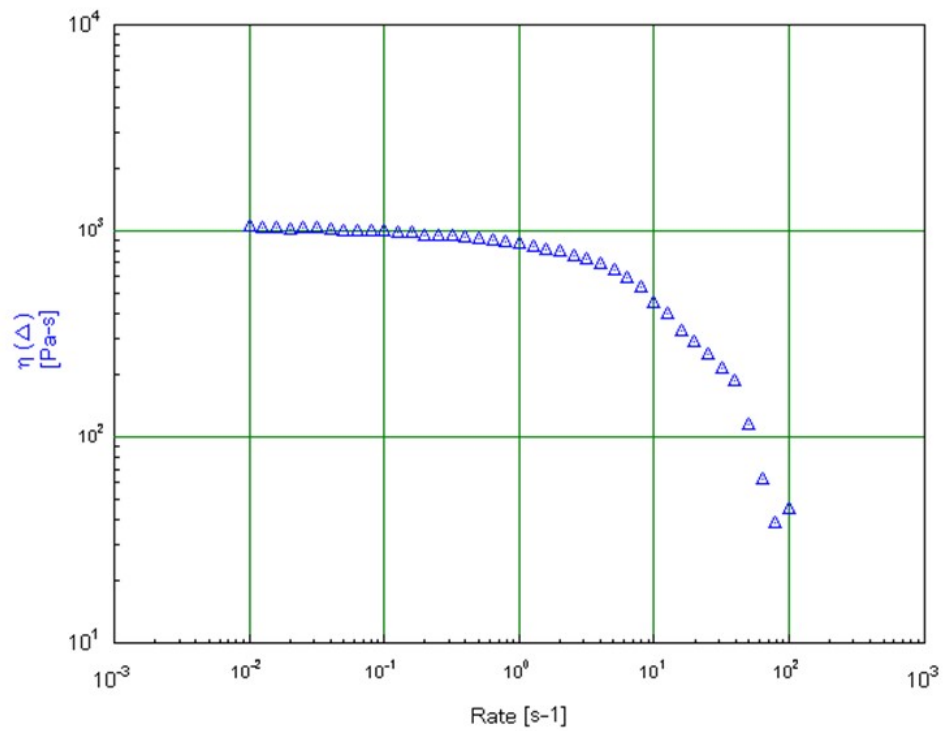
Le caratteristiche reologiche del PP sono riportate sinteticamente in Tabella 3.1.

$n$	0.2689
$\tau^* [Pa]$	11700
$T_{melt} [^{\circ}C]$	168
$T_{cr} [^{\circ}C]$	120
$T_g [^{\circ}C]$	-13

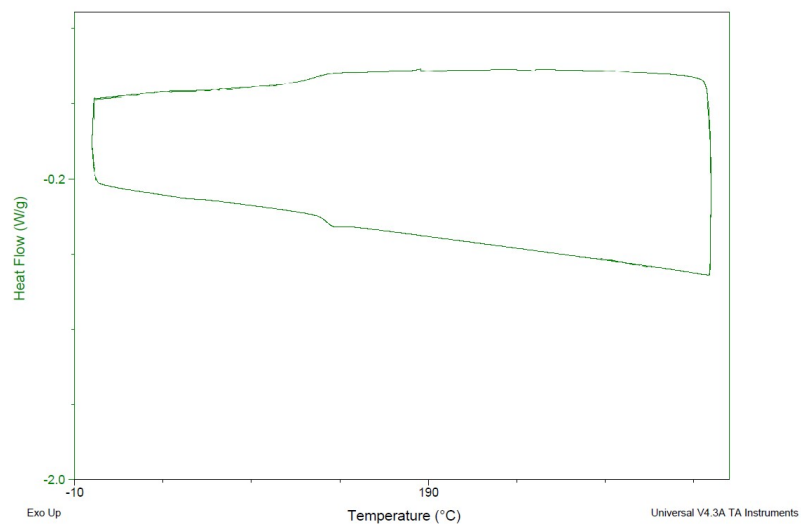
**Tabella 3.1:** Caratteristiche reologiche del PP.

Le cicloolefine usate sono TOPAS 5013-L10, già catalogate all'interno del software Moldflow, per verifica sono state comunque eseguite le prove di caratterizzazione reologica.

Anche nelle cicloolefine testate si nota un comportamento quasi newtoniano fino a circa  $0.5s^{-1}$  e successivamente un comportamento di tipo *shear thinnign*.



**Figura 3.3:** Curva  $\eta-\dot{\gamma}$  per i COC. Prova effettuata tramite reometro rotazionale a  $240^{\circ}\text{C}$ .



**Figura 3.4:** Prova DSC per le cicloolefine. Range di temperatura ( $0^{\circ}\text{C} - 360^{\circ}\text{C}$ ), velocità di variazione della temperatura  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .

La curva DSC dei COC mette in evidenza la natura amorfa del polimero, con una transizione vetrosa a circa  $130^{\circ}\text{C}$ . A differenza del PP i COC hanno un comportamento simmetrico a riscaldamento e raffreddamento.

Le caratteristiche reologiche delle cicloolefine testate sono riportate in Tabella

3.2 e sono in linea con quelli presenti su Moldflow.

$n$	0.329
$\tau^* [Pa]$	50900
$T_{melt} [^{\circ}C]$	//
$T_{cr} [^{\circ}C]$	//
$T_g [^{\circ}C]$	130

**Tabella 3.2:** Caratteristiche reologiche del COC.

## 3.2 Caratterizzazione inserti

Le superfici funzionali degli inserti realizzate come spiegato al **Capitolo 2** sono state scansionate tramite microscopio ottico confocale per ottenere i dati di rugosità necessari. I dati sono stati elaborati tramite software *SensoVIEW 1.9.2* e sono riportati in Tabella 3.3. Ai file grezzi esportati dal profilometro sono stati applicati un filtro di correzione planare per correggere eventuali errori di inclinazione dell'inserto durante la scansione e il filtro ISO25178 per il calcolo della rugosità superficiale  $S_a$ .

$S_a$	D025	D1	D2	Mean [nm]	Stdev
R1	13	18	15	15	2.3
R2	95	97	88	93	3.8
R3	250	232	262	248	12.1

**Tabella 3.3:** Rugosità degli inserti misurata in termini di  $S_a$  [nm].

Dato che i profili di rugosità sono stati ottenuti con lo stesso metodo (asportazione tramite abrasivo), in questa istanza risulta comodo riferirsi alla finitura superficiale in termini di rugosità superficiale media  $S_a$ . Tuttavia come discusso al **Capitolo 1** questo dato non è sufficiente a predire il comportamento del polimero in fase di estrazione. In Tabella 3.4 e 3.5 sono riportati altri valori di rugosità superficiale che devono essere tenuti in considerazione nel caso il processo produttivo dello stampo sia differente da quello usato in questo studio.

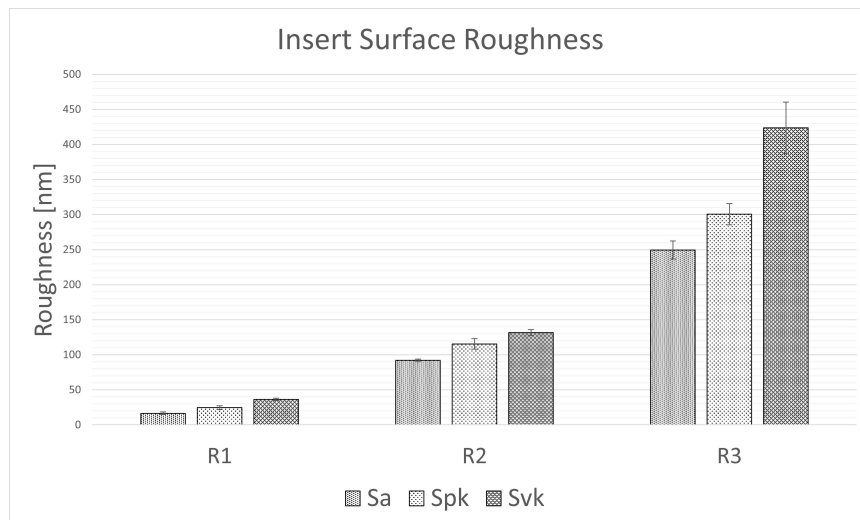
$S_{pk}$	D025	D1	D2	Mean [nm]	Stdev
R1	14	23	24	20	4.6
R2	107	106	88	100	8.6
R3	251	256	284	263	14.6

**Tabella 3.4:** Rugosità degli inserti misurata in termini di  $S_{pk}$  [nm].

$S_{pk}$	D025	D1	D2	Mean [nm]	Stdev
R1	25	28	21	24	2.8
R2	124	114	107	115	6.9
R3	379	322	409	368	36.2

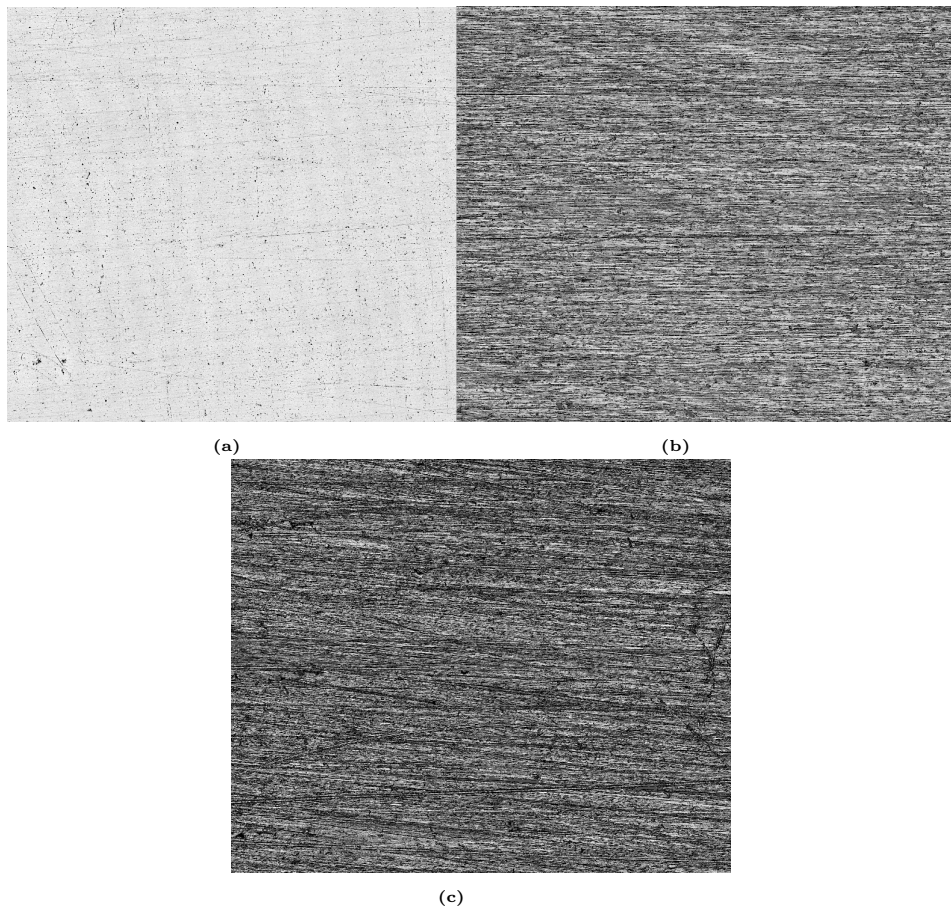
**Tabella 3.5:** Rugosità degli inserti misurata in termini di  $S_{vk}$  [nm].

La rugosità superficiale dei componenti presenta una variabilità elevata a causa del processo manuale di produzione. Questa dovrà essere tenuta in considerazione durante la discussione dei risultati. I dati delle Tabelle 3.3, 3.4, 3.5 sono raggruppati graficamente nella Figura 3.5.



**Figura 3.5:** Rugosità superficiale degli inserti:  $S_a$ ,  $S_{pk}$ ,  $S_{vk}$ .

Nella Figura 3.6 si evidenzia la differente finitura superficiale degli inserti. Le superfici a rugosità R1 presentano una finitura quasi a specchio con presenza di alcuni solchi lasciati dalla carteggiatura con tele di grana P1000 o P2500, i quali non sono stati rimossi durante la lucidatura col fluido abrasivo.



**Figura 3.6:** Scansione della superficie dell'inserto tramite profilometro ottico confocale. (a) Provino a rugosità R1, (b) provino a rugosità R2, (c) provino a rugosità R3.

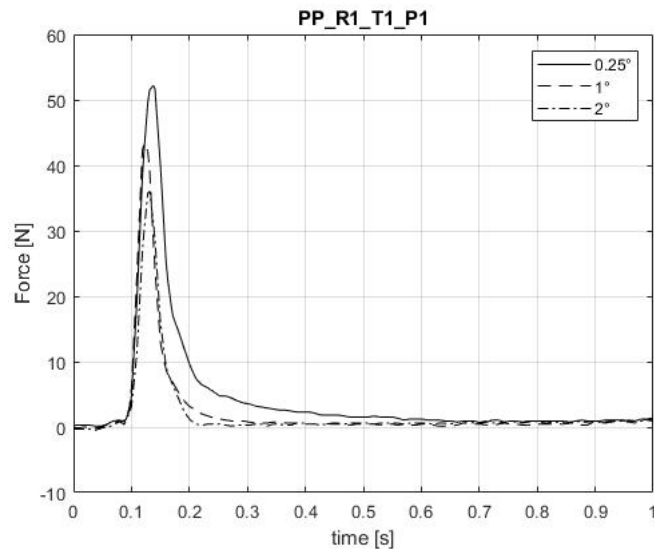
### 3.3 Forza di estrazione

Le curve mostrate da Figura 3.7 a 3.12 riportano l'andamento delle forze di estrazione misurate dal sensore piezoelettrico. Si può notare come la forza cresca fino a raggiungere il valore di picco in cui avviene il primo distacco del componente dal pezzo. A seguire la forza di estrazione diminuisce dovendo vincere l'attrito dinamico che viene gradualmente ridotto durante la fuoriuscita del componente a causa dell'angolo di sforno.

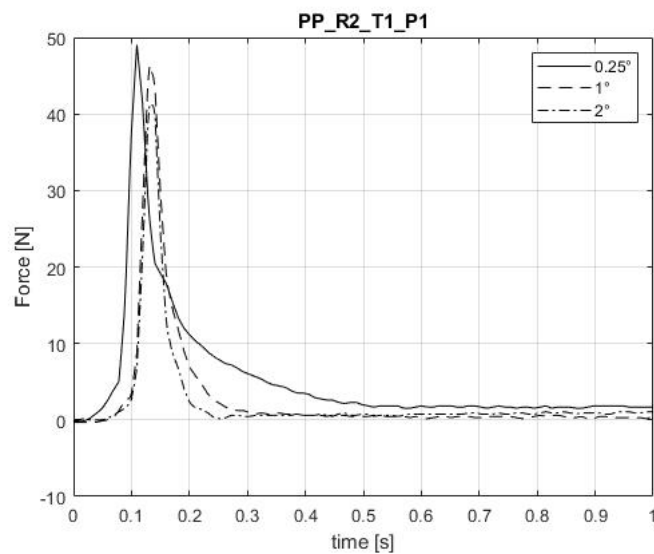
Ciascun grafico confronta le curve forza tempo dei provini con angolo di sforno variabile a parità degli altri parametri di processo. La scala temporale è normalizzata a  $160ms$ .

L'estrazione delle cicloolefine avviene in maniera più rapida rispetto al polipropilene probabilmente a causa del differente modulo elastico. Si nota inoltre come i COC siano molto più influenzate dall'angolo di sforno rispetto al PP, evidenziata dalla differente morfologia delle curve riportate.





**Figura 3.7:** Grafico forza-tempo per provino in PP, rugosità R1, temperatura T1, pressione P1, ogni angolo di sforno.

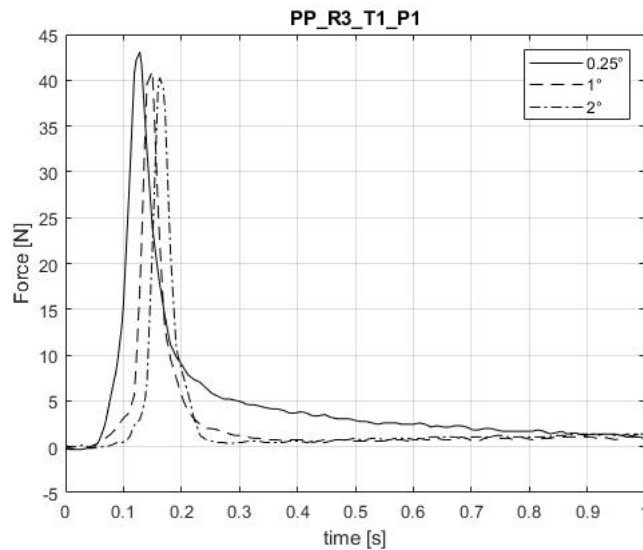


**Figura 3.8:** Grafico forza-tempo per provino in PP, rugosità R2, temperatura T1, pressione P1, ogni angolo di sforno.

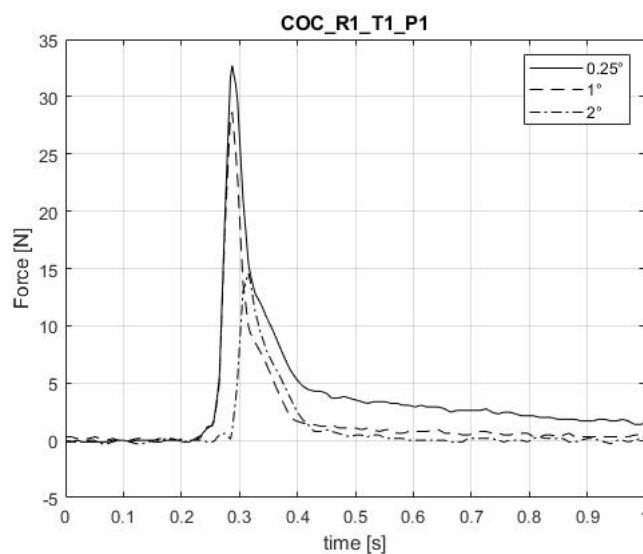
I valori massimi di forza e l'area sottesa dalle curve sono stati analizzati tramite Minitab per identificare i parametri più significativi sul processo di estrazione.

I dati relativi a PP e COC vengono mantenuti separati per evidenziare il comportamento diverso dei due polimeri ed essendo la dipendenza delle forze di estrazione dal materiale stampato un dato evidente.

Nella Figura 3.13 si evidenzia come il parametro che influenza maggiormente la massima forza di estrazione sia la temperatura dello stampo, in particolare si



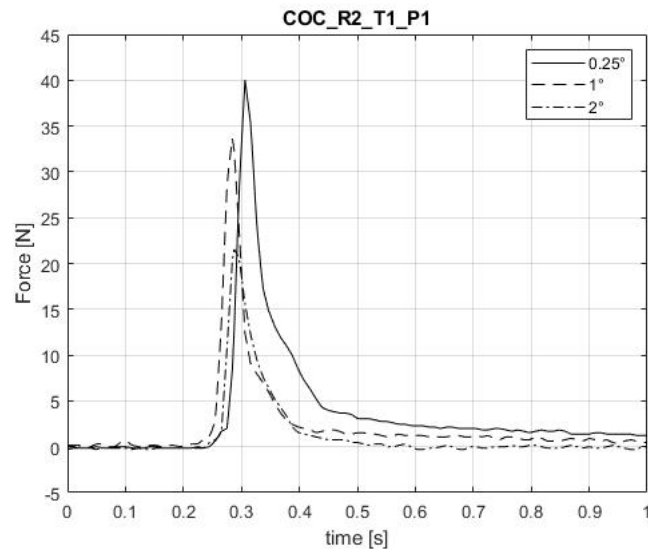
**Figura 3.9:** Grafico forza-tempo per provino in PP, rugosità R3, temperatura T1, pressione P1, ogni angolo di sforno.



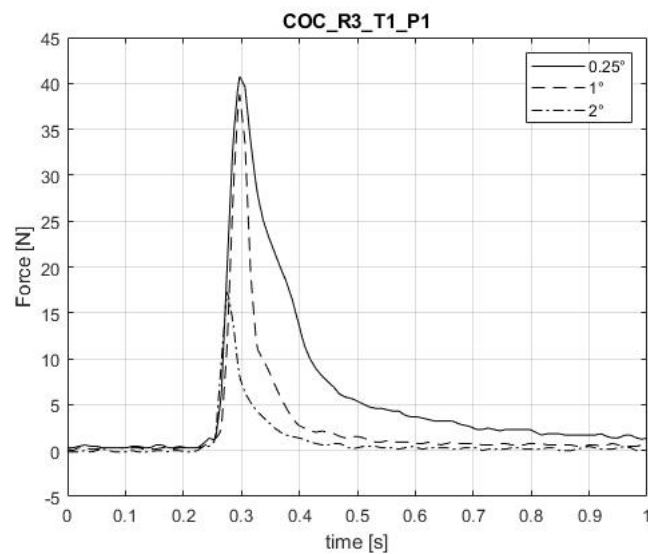
**Figura 3.10:** Grafico forza-tempo per provino in COC, rugosità R1, temperatura T1, pressione P1, ogni angolo di sforno.

assiste a una riduzione di più del 50% nella forza all'aumentare di  $T_m$ . In seconda posizione per influenza troviamo la pressione di impaccamento e a seguire l'angolo di sforno. Di particolare interesse è l'effetto di interazione tra angolo di sforno e rugosità che ha un'importanza paragonabile a quella del solo angolo di sforno.

Anche nel caso dei COC il parametro che maggiormente influenza le forze di estrazione è la temperatura, come mostrato in Figura 3.14. In questo caso si assiste però all'aumento di forza (circa del 100%) al crescere di  $T_m$ . A differenza del PP nei COC l'effetto della pressione di impaccamento sembra essere minore



**Figura 3.11:** Grafico forza-tempo per provino in COC, rugosità R2, temperatura T1, pressione P1, ogni angolo di sforno.



**Figura 3.12:** Grafico forza-tempo per provino in COC, rugosità R3, temperatura T1, pressione P1, ogni angolo di sforno.

e cresce invece l'importanza dell'angolo di sforno.

Essendo la temperatura dello stampo un parametro che influenza in maniera sostanziale l'estrazione di entrambi i polimeri stampati, si è deciso di separare i dati ad alta e bassa  $T_m$  per approfondire l'effetto degli altri parametri studiati. Questa osservazione trova riscontro in letteratura [12] [19] e verrà approfondita nelle discussioni.

Come si può notare dalle Figure 3.15 e 3.16 il polipropilene mostra una differente interazione con il parametro di rugosità a seconda della temperatura dello

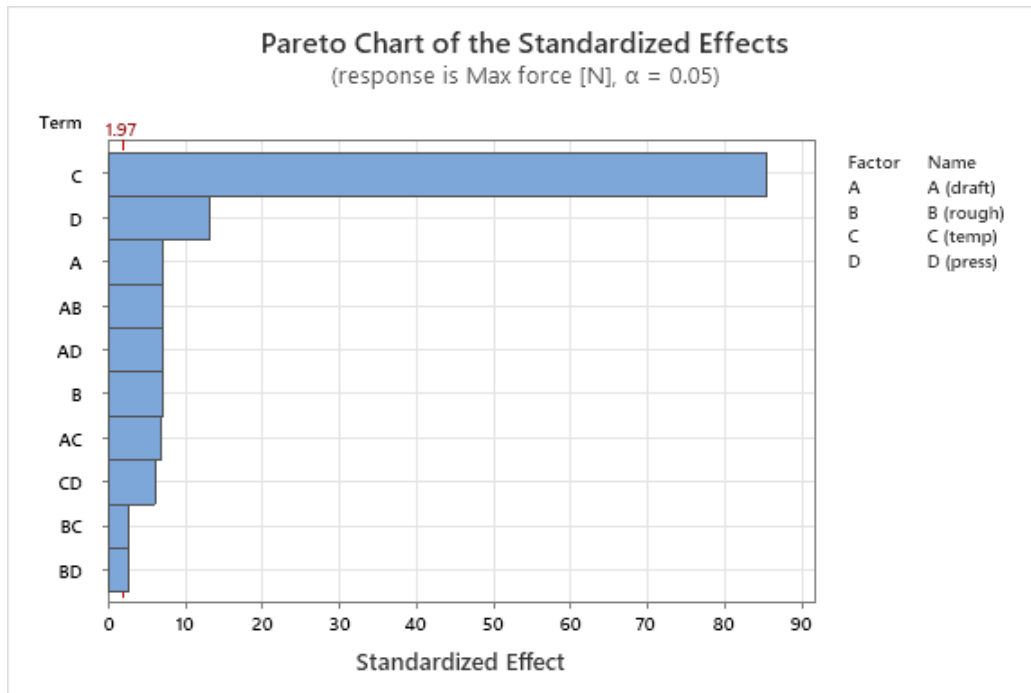


Figura 3.13: Istogramma di Pareto per la massima forza di estrazione nel PP.

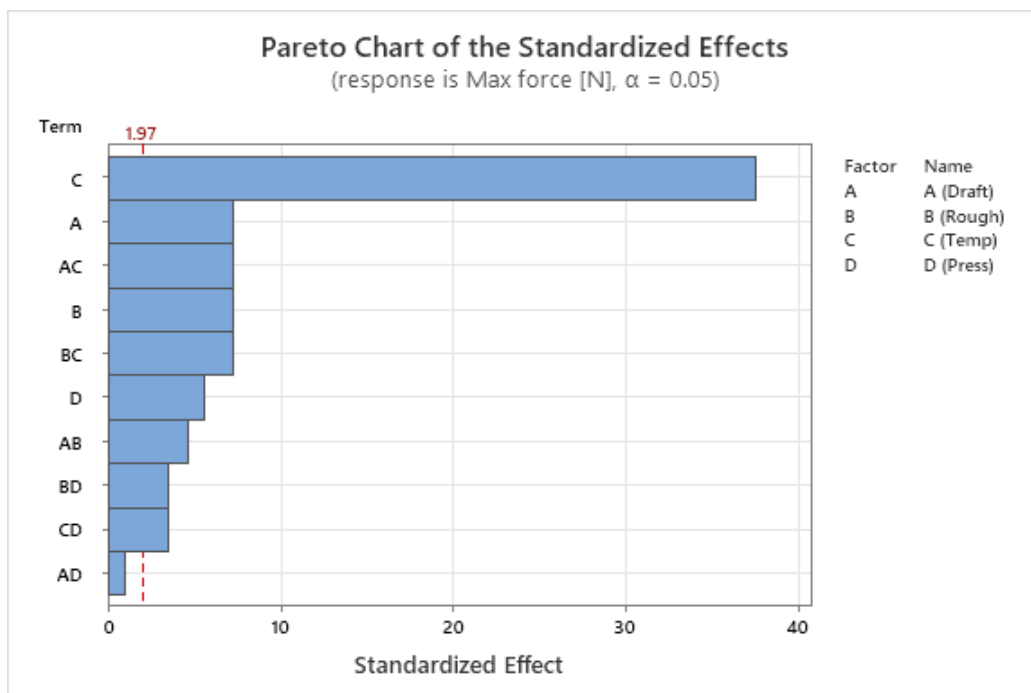
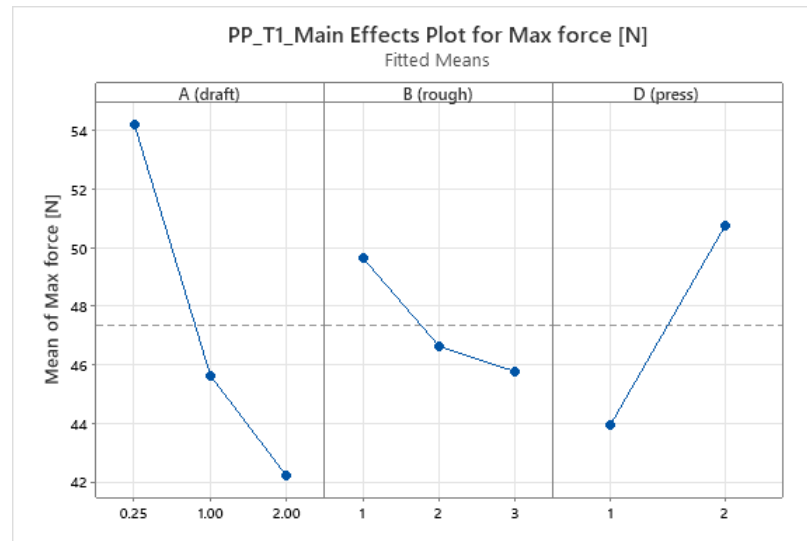
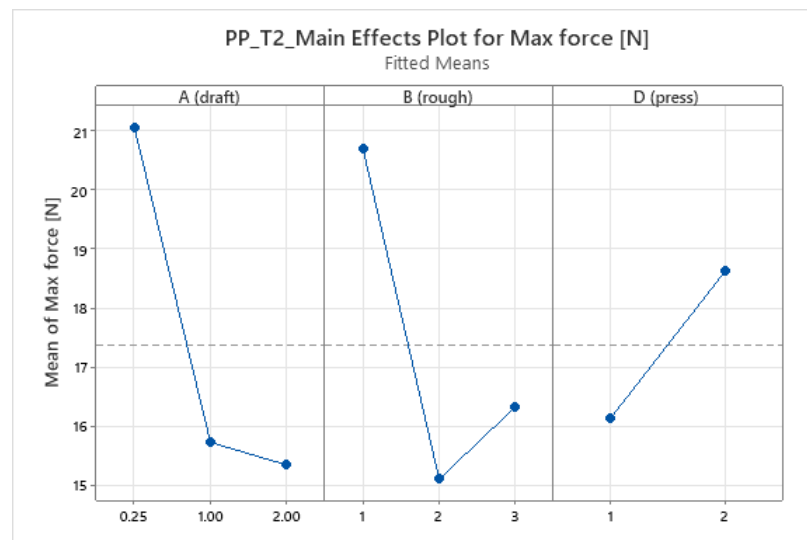


Figura 3.14: Istogramma di Pareto per la massima forza di estrazione nei COC.

stampo. Per bassi valori di  $T_m$  all'aumentare della rugosità superficiale dell'inserito si assiste ad una riduzione delle forze di estrazione. Il passaggio da rugosità R1 ( $S_a 15nm$ ) a R2 ( $S_a 93nm$ ) comporta una riduzione del picco di forza del 6%



**Figura 3.15:** Effetto dei parametri, a temperatura stampo bassa, sulla massima forza di estrazione per il PP.



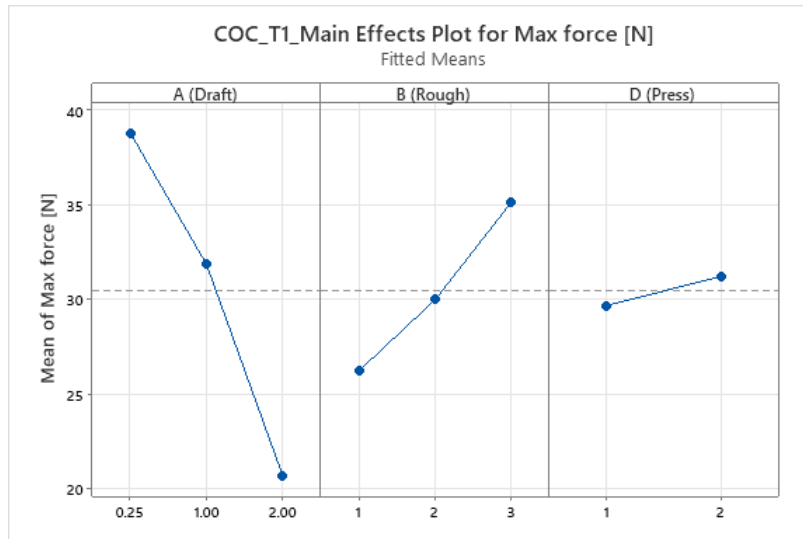
**Figura 3.16:** Effetto dei parametri, a temperatura stampo alta, sulla massima forza di estrazione per il PP.

circa. A temperature elevate la forza di estrazione presenta un minimo per il valore R2, con una riduzione di del 27% nel picco di forza passando da R1 a R2. In entrambi i casi la massima forza di estrazione è stata misurata per il valore minimo di rugosità R1 di  $S_a$  15nm.

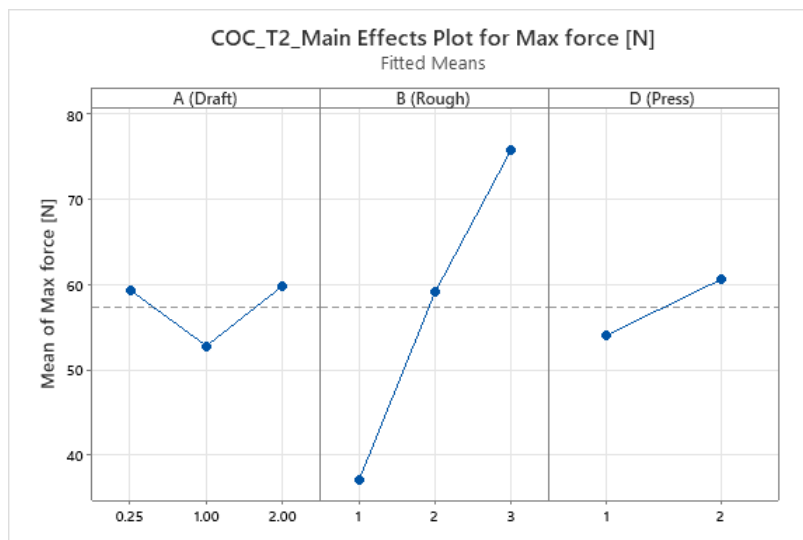
L'effetto dell'angolo di sforno resta consistente indipendentemente dalla temperatura dello stampo, con una riduzione di forza nel passaggio da 0.25° a 1° del 15% per  $T_m$  bassa e del 25% per  $T_m$  elevata. La riduzione del picco di forza nel passaggio da 1° a 2° è meno significativa.

La pressione di impaccamento ha un effetto simile indipendentemente da  $T_m$ ,

con un aumento della forza con l'aumento di pressione del 15% circa sia a T1 che T2.



**Figura 3.17:** Effetto dei parametri, a temperatura stampo bassa, sulla massima forza di estrazione per i COC.



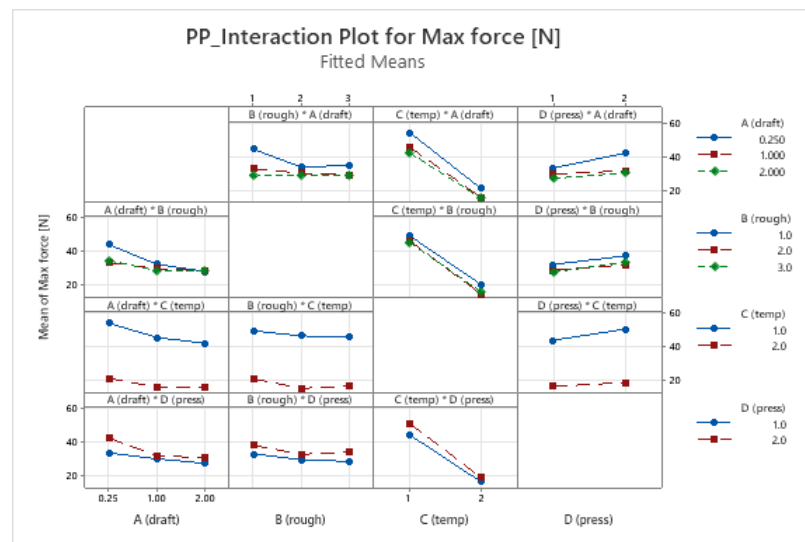
**Figura 3.18:** Effetto dei parametri, a temperatura stampo alta, sulla massima forza di estrazione per i COC.

Il comportamento delle cicloolefine a bassa ed alta temperatura stampo è riportato rispettivamente in Figura 3.17 e Figura 3.18. Si osserva in entrambi i casi a una riduzione della forza di estrazione nel passaggio da rugosità elevata a bassa. Alla temperatura T1 ( $105^{\circ}\text{C}$ ) la massima riduzione è osservata tra R3 ( $S_a 248\text{nm}$ ) e R2 ( $S_a 93\text{nm}$ ) e assume un valore di circa 17%. Per temperatura

stampo elevata ( $125^{\circ}C$ ) la massima riduzione di forza si osserva nel passaggio da R2 a R1 con un valore di 37%.

Per entrambi i valori di  $T_m$  l'aumento della pressione di impaccamento induce un aumento della forza di estrazione, del 5% a T1 e 12% a T2.

A temperatura stampo bassa si verifica una riduzione di forza di estrazione all'aumento dell'angolo di sforno. Nel passaggio da  $0.25^{\circ}$  a  $1^{\circ}$  il picco di forza diminuisce del 18% e nel passaggio da  $1^{\circ}$  a  $2^{\circ}$  si verifica un'ulteriore riduzione del 35% circa. Per  $T_m$  elevata il trend assume un andamento non in accordo con la letteratura e si assiste ad un aumento di forza nel passaggio da  $1^{\circ}$  a  $2^{\circ}$ . Una possibile interpretazione del fenomeno verrà discussa al **Capitolo 4**.



**Figura 3.19:** Grafici di interazione per la massima forza di estrazione nel PP

I grafici riportati nella Figura 3.19 mostrano una bassa interazione delle variabili studiate per il polipropilene. L'interazione di maggiore effetto è quella tra angolo di sforno e rugosità. Si può osservare un effetto più significativo della rugosità per valori di angolo di sforno di  $0.25^{\circ}$  piuttosto che per angoli di sforno maggiori. Per un draft angle di  $2^{\circ}$  l'effetto della finitura superficiale risulta trascurabile. Un'ulteriore interazione rilevante è quella tra angolo di sforno e pressione di impaccamento. Anche in questo caso si nota un effetto maggiore della pressione per il minimo angolo di sforno. Le altre interazioni sono meno significative.

Nel caso delle cicloolefine, l'interazione di maggior effetto è quella tra angolo di sforno e temperatura stampo, come evidenziato nella Figura 3.20. Questo fenomeno è legato al diverso comportamento osservato a T1 e T2 per il valore massimo dello sforno, che verrà approfondito nelle discussioni. In seconda posi-

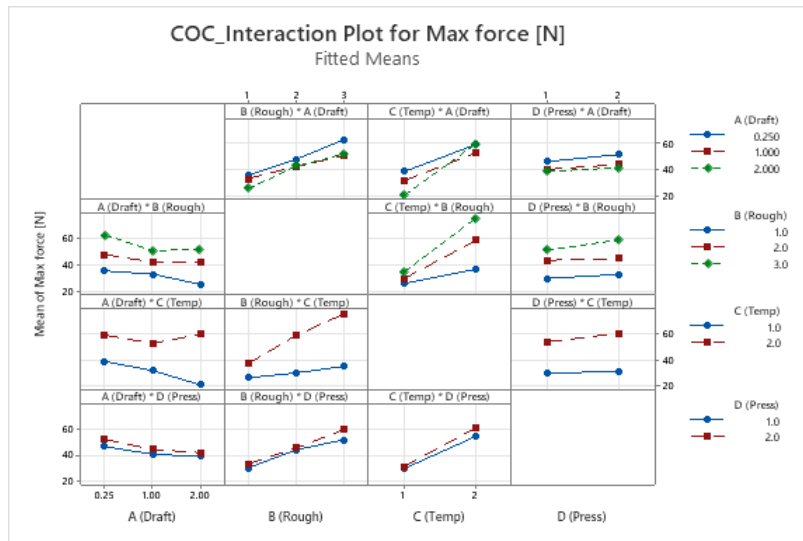


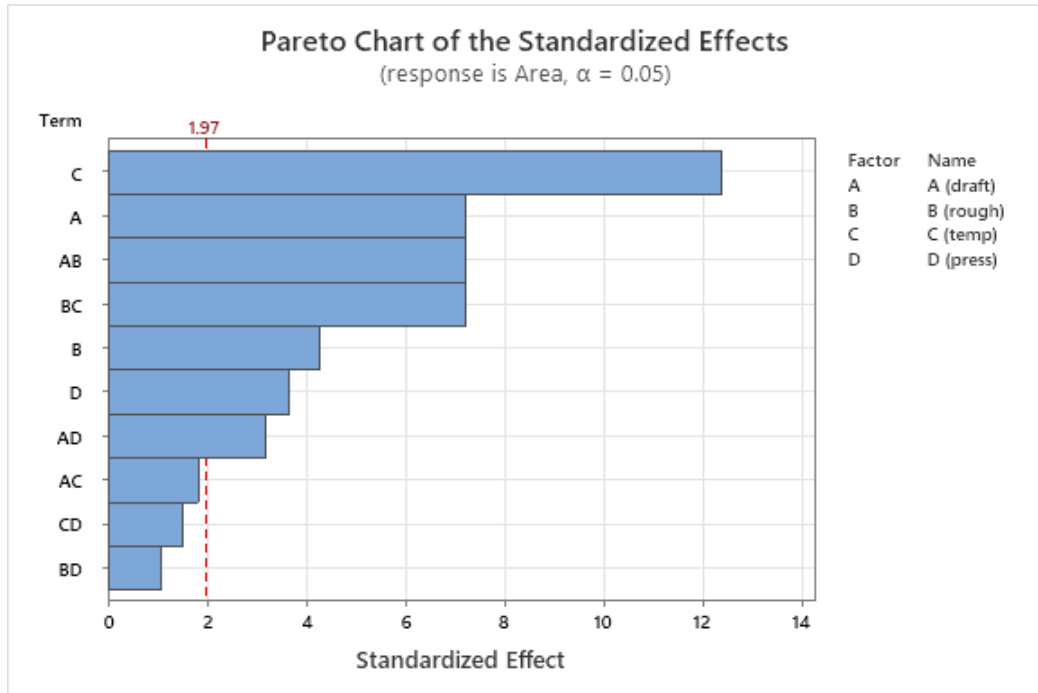
Figura 3.20: Grafici di interazione per la massima forza di estrazione nei COC

zione si trova l'interazione tra rugosità e temperatura, che evidenzia una maggior sensibilità del picco di forza alla finitura superficiale, al crescere di  $T_m$ . Nel caso dei COC, l'effetto combinato di rugosità e angolo di sformo è meno significativo se confrontato ai risultati ottenuti col PP. Si osserva la minima influenza di  $S_a$  sul picco di forza per il valore intermedio di draft angle di  $1^\circ$ .



### 3.4 Lavoro di estrazione

Come discusso al **Capitolo 2**, oltre alla massima forza di estrazione è stata misurata l'area sottesa dalla curva forza-tempo. Questo dato è rappresentativo dell'energia dissipata per attrito durante l'estrazione del componente ed è stato analizzato allo stesso modo del picco di forza.



**Figura 3.21:** Istogramma di Pareto per l'area sottesa dalla curva forza-tempo nel PP.

Dagli istogrammi di Pareto mostrati in Figura 3.21 e Figura 3.22 si evince che anche per il lavoro di attrito il parametro con maggior effetto sia la temperatura stampo. Come nel caso della massima forza di attrito, ad un aumento di  $T_m$  si osserva una diminuzione dell'area sottesa dalla curva forza-tempo del 37% nel caso del polipropilene, mentre si osserva un aumento di area del 22% nel caso delle cicloolefine.

L'angolo di sformo e l'interazione di questo parametro con la rugosità superficiale presentano un'elevato impatto sull'energia dissipata nell'estrazione sia del PP che dei COC. Le cicloolefine sono maggiormente influenzate dalla pressione di impaccamento rispetto al polipropilene, l'effetto opposto si osserva invece per la finitura superficiale.

Come mostrato nelle Figure 3.23 e 3.24 l'effetto di angolo di sformo e pressione sul lavoro di estrazione è consistente indipendentemente dalla temperatura stampo. All'aumentare dell'angolo di sformo da  $0.25^\circ$  a  $1^\circ$  si assiste a una ridu-

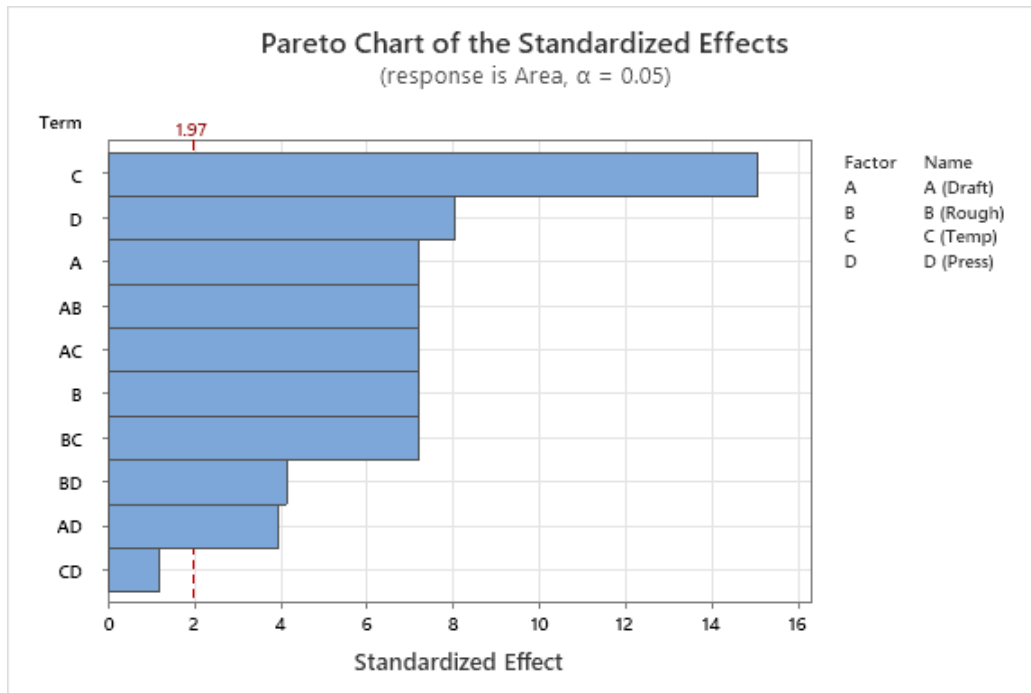


Figura 3.22: Istogramma di Pareto per l'area sottesa dalla curva forza-tempo nei COC.

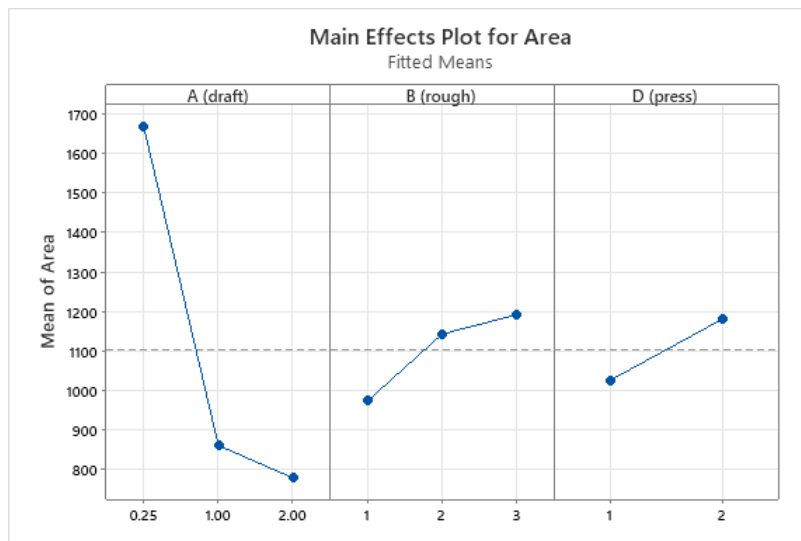
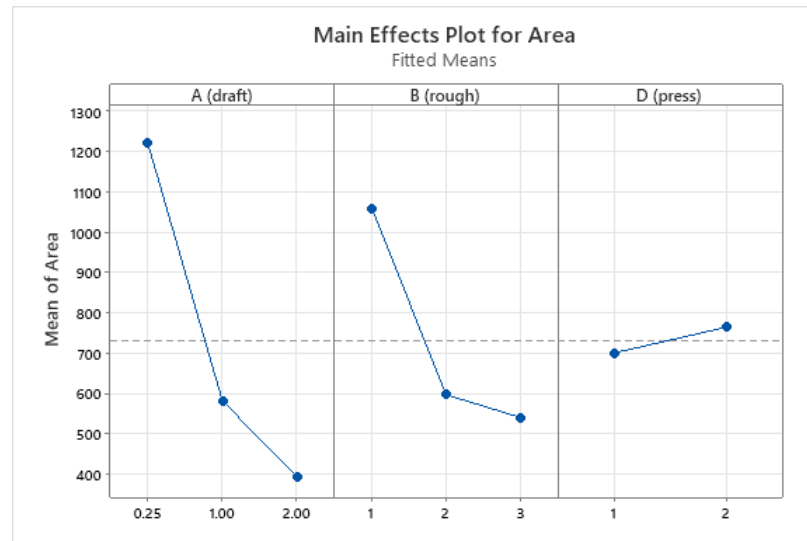


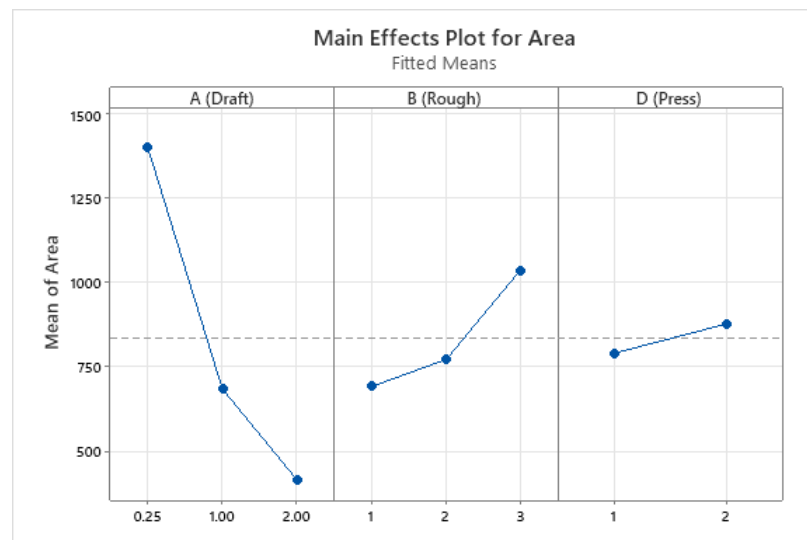
Figura 3.23: Effetto dei parametri, a temperatura stampo bassa, sul lavoro di estrazione per il PP.

zione di area del 48% a  $T1$  e del 52% a  $T2$ , un'ulteriore riduzione è presente nel passaggio da 1° a 2°, seppur in maniera più limitata. L'aumento di pressione di impaccamento da 50bar a 100bar ha l'effetto di aumentare il lavoro di estrazione del 15% a bassa temperatura e del 9% ad alta temperatura stampo. Per quanto riguarda la finitura superficiale dell'inserto si osserva un diverso comportamento del polipropilene a seconda della temperatura. A  $T1$  ( $35^{\circ}C$ ) l'aumento di rugosità porta ad un aumento nell'area sottesa dalla curva forza tempo. Passando da



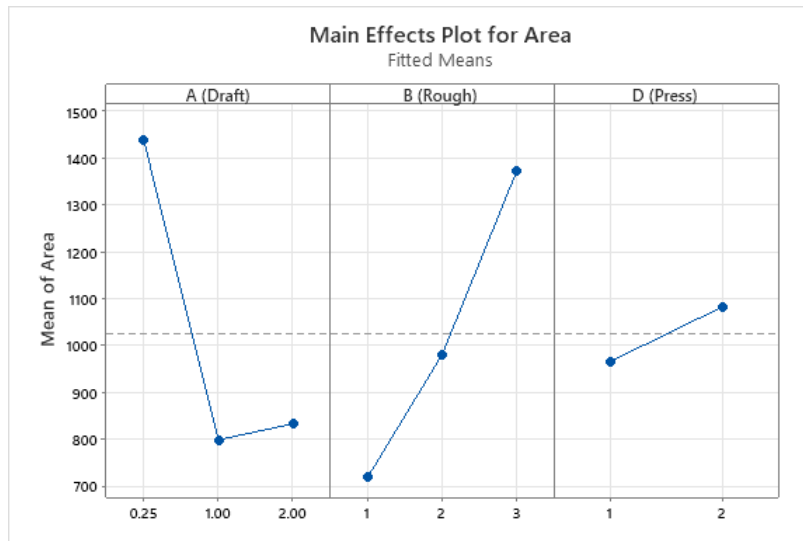
**Figura 3.24:** Effetto dei parametri, a temperatura stampa alta, sul lavoro di estrazione per il PP.

R1 a R2 il lavoro di estrazione aumenta del 17% circa, e questo trend si osserva anche nel passaggio da R2 a R3. Per temperature stampa elevate ( $65^{\circ}\text{C}$ ) il comportamento si inverte, con una riduzione di area del 43% passando da R1 a R2 e con un'ulteriore riduzione nel passaggio da R2 a R3.



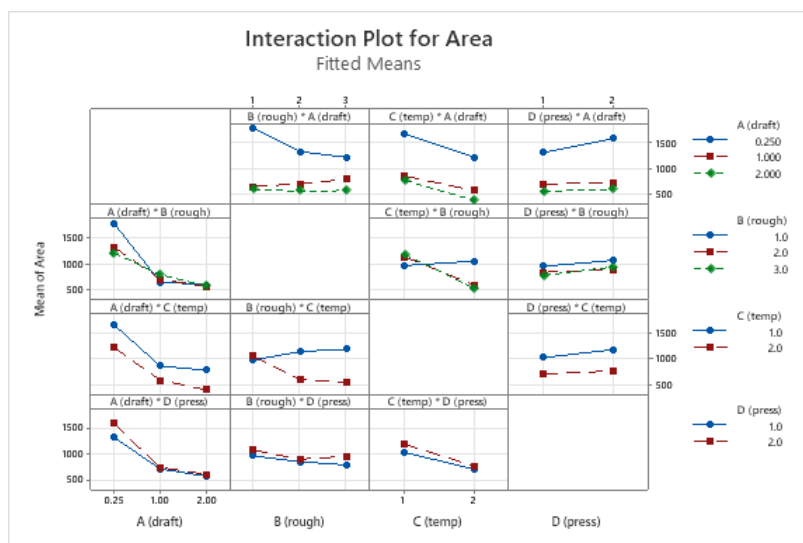
**Figura 3.25:** Effetto dei parametri, a temperatura stampa bassa, sul lavoro di estrazione per i COC.

Il comportamento delle cicloolefine a bassa ed alta temperatura stampa è mostrato rispettivamente nella Figura 3.25 e 3.26. L'effetto delle variabili studiate sul lavoro di estrazione è molto simile a quello osservato per la massima forza, riportato al paragrafo precedente. Sia ad alta che bassa  $T_m$  si assiste a una riduzione di area con la riduzione del parametro di rugosità  $S_a$ . Questo effetto



**Figura 3.26:** Effetto dei parametri, a temperatura stampo alta, sul lavoro di estrazione per i COC.

è più evidente ad alta temperatura, con un aumento di energia dissipata, nel passaggio da R1 a R3, del 90% a T1 e del 50% a T2. L'effetto della pressione di impaccamento è ancora una volta quello di aumentare il lavoro di estrazione, del 11% a T1 e 12% a T2. L'aumento dell'angolo di sforno a bassa  $T_m$  produce anche nei COC una riduzione di energia dissipata, del 50% nel passaggio da  $0.25^\circ$  a  $1^\circ$  e del 39% da  $1^\circ$  a  $2^\circ$ . Come nel caso della massima forza di estrazione, ad alta temperatura stampo si riscontra una riduzione del lavoro di estrazione nella transizione da  $0.25^\circ$  a  $1^\circ$  (del 44%) mentre aumentando l'angolo di sforno a  $2^\circ$  si assiste ad un cambio di trend con l'aumento dell'area sottesa dalla curva forza tempo.



**Figura 3.27:** Grafici di interazione per il lavoro di estrazione nel PP.

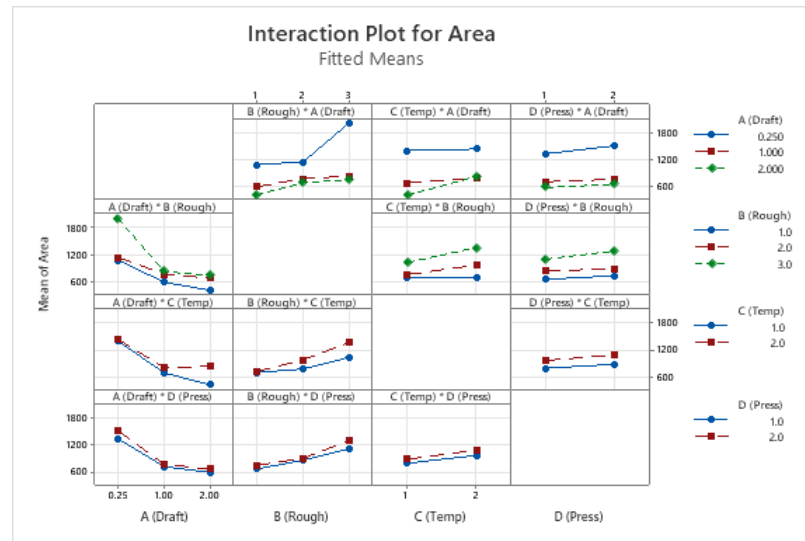


Figura 3.28: Grafici di interazione per il lavoro di estrazione nei COC.

Le Figure 3.27 e 3.28 riportano rispettivamente i grafici di interazione tra le variabili studiate per il polipropilene e i copolimeri delle cicloolefine. In entrambi i casi è evidente l'interazione tra angolo di sformo e rugosità che mostra come il lavoro di estrazione sia maggiormente influenzato dalla finitura superficiale per un angolo di sformo di  $0.25^\circ$ . Nel caso del PP si osserva un'elevata interazione tra il parametro di rugosità e temperatura. Come discusso precedentemente, a bassa temperatura si osserva un aumento del lavoro di estrazione con l'aumento di  $S_a$  per valori ridotti della temperatura stampo. Questo trend si inverte per valori elevati di  $T_m$  con una riduzione di energia dissipata al crescere della rugosità superficiale dello stampo.



# Capitolo 4

## Discussioni

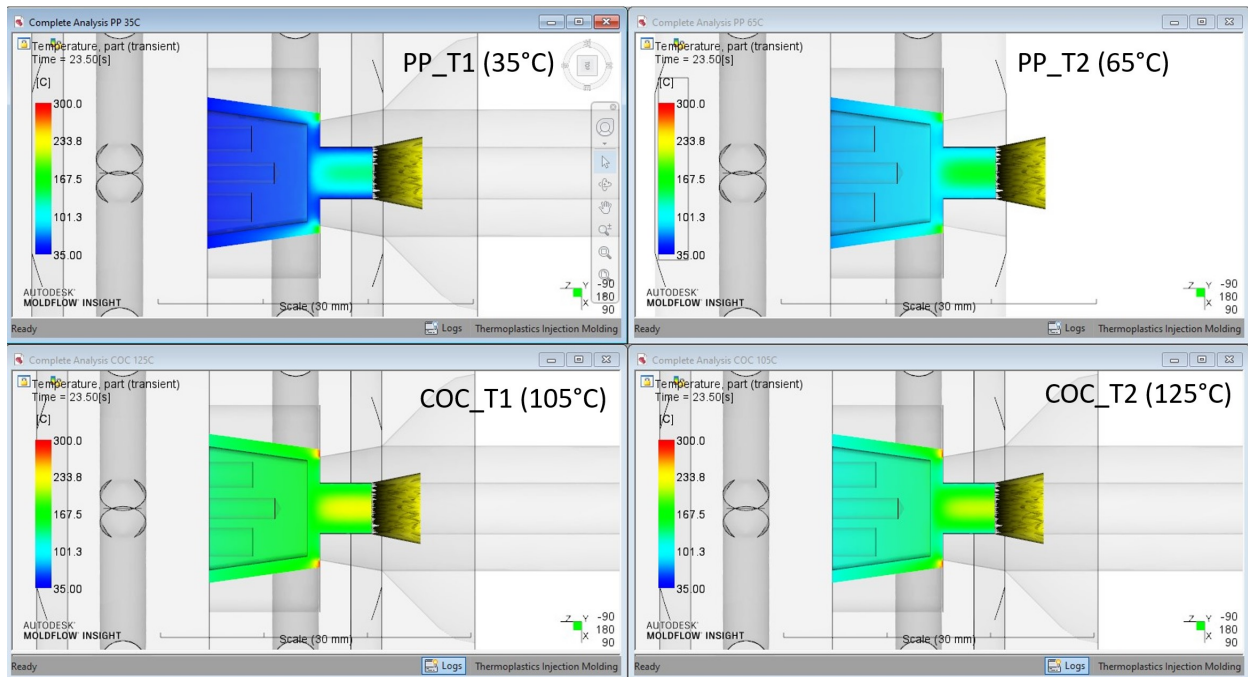
Le variabili considerate in questo studio sono molteplici e il loro effetto sul meccanismo di estrazione del componente dipende da molteplici fattori. In primo luogo si osserva come la scelta del materiale influenzi notevolmente la facilità di separazione del componente dallo stampo: le cicloolefine presentano globalmente una forza di estrazione molto maggiore del polipropilene a causa delle diverse proprietà reologiche e meccaniche tra i due polimeri. L'effetto delle variabili studiate su queste due termoplastiche è complesso e difficile da prevedere, di seguito verrà fornita un'interpretazione dei fenomeni osservati.

### 4.1 Temperatura stampo

La temperatura stampo è il parametro più influente sul picco e sull'area sottesa dalla curva forza-tempo. Tenendo fissato il tempo ciclo, una variazione di  $T_m$  comporta una diversa temperatura di estrazione del componente e conseguentemente una diversa deformabilità del polimero. L'aumento della temperatura stampo favorisce inoltre la replicazione dello stampo e quindi può portare ad un aumento delle forze di adesione e di interlocking meccanico.

Per stimare la temperatura del componente al momento dell'estrazione sono state eseguite delle simulazioni di processo tramite *Moldflow Insight 2019*, i cui risultati sono mostrati nella Figura 4.1. Come si può notare, sia la temperatura superficiale che la temperatura al cuore del componente sono fortemente influenzate dalla temperatura dello stampo.

Nel caso del polipropilene il passaggio della temperatura stampo da 35° a 65° comporta una notevole riduzione nelle forze di estrazione. Questo fenomeno è attribuibile alla riduzione del modulo elastico del PP con l'aumento della sua



**Figura 4.1:** Temperatura superficiale del componente al momento dell'estrazione. Dati ottenuti tramite simulazione di processo con software *Moldflow Insight 2019*.

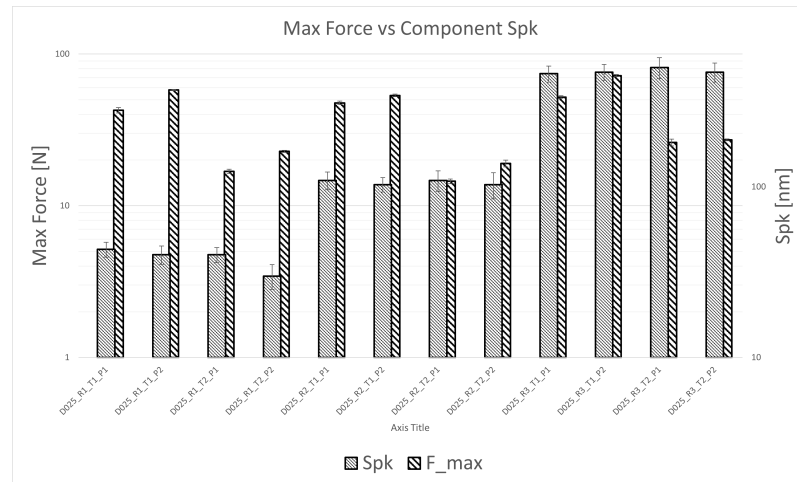
temperatura superficiale e dunque una maggior deformabilità del componente sia in termini globali che localmente in superficie.

Il comportamento delle cicloolefine è opposto a quello del PP, con un notevole aumento nella forza di estrazione all'aumentare della temperatura stampo. I COC presentano una temperatura di transizione vetrosa molto elevata e un modulo elastico superiore a quello del PP. Un aumento della temperatura stampo consente al polimero di aderire maggiormente allo stampo e replicare con maggior dettaglio la superficie del metallo, aumentano così sia la forza di adesione, come conseguenza della maggiore area reale di contatto pezzo-stampo, sia la forza di interlocking meccanico.

Per valutare l'effetto della replicazione sulle forze di estrazione sono state eseguite delle scansioni della superficie dei componenti in PP con angolo di sforno di  $0.25^\circ$ , tramite microscopio ottico confocale. I dati di rugosità espressi in termini di *Spk* sono stati confrontati con la massima forza di estrazione per ciascuna configurazione di pressione di impaccamento e temperatura stampo e sono riportati graficamente nella Figura 4.2. Le variabili di processo studiate non mostrano un grande effetto sulla rugosità del componente e quindi sul grado di replicazione, mentre influenzano in maniera significativa la massima forza di estrazione.

La dipendenza della forza di attrito dalla temperatura stampo può quindi





**Figura 4.2:** Confronto tra rugosità superficiale e massima forza di estrazione dei componenti stampati in polipropilene con angolo di sforno di  $0.25^\circ$ , al variare di temperatura stampo e pressione di impaccamento.

essere spiegata come conseguenza combinata della deformabilità del componente e della bagnabilità del polimero che influenza le forze di adesione e interlocking. Nel caso del PP la deformabilità è l'effetto dominante mentre nei copolimeri delle cicloolefine sembra che le minime variazioni di replicazione portate dall'aumento di  $T_m$  si ripercuotino maggiormente sulla forza totale di estrazione.

La temperatura dello stampo ha un effetto significativo anche sul lavoro di estrazione, descritto dall'area sottesa la curva forza tempo misurata sperimentalmente. Nel caso delle cicloolefine all'aumentare di  $T_m$  si assiste ad un aumento di lavoro, mentre il polipropilene mostra un comportamento opposto. Ancora una volta il motivo di questo fenomeno è da ricercare nella variazione di rigidità e replicazione del componente.

Oltre all'effetto diretto di  $T_m$  su forza e lavoro di estrazione, è stata osservata l'interazione di questo parametro con le altre variabili studiate, in particolare con la finitura superficiale dello stampo. Polipropilene e cicloolefine rispondono in maniera differente a variazioni di rugosità dell'inserto a seconda della temperatura stampo e questo fenomeno sarà approfondito in seguito.

## 4.2 Pressione di impaccamento

L'aumento della pressione di impaccamento produce in ogni configurazione studiata un aumento della forza massima e del lavoro di estrazione. L'effetto principale dell'aumento di pressione è la maggior replicazione dello stampo che porta ad un aumento di entrambe le componenti della forza di attrito. Allo stesso tempo aumentare la pressione di impaccamento produce una riduzione del ritiro in fase di solidificazione che porta a una minor deformazione del componente e quindi a una minor pressione di contatto tra pezzo e stampo [19], e di conseguenza un minor attrito in fase di estrazione. L'aumento della pressione di impaccamento porta quindi da un lato ad un miglior contatto tra polimero e stampo e dall'altro alla diminuzione dei ritiri, con un effetto sulle forze di estrazione difficilmente prevedibile.

L'adozione di una  $p_h$  troppo contenuta può inoltre indurre un elevato ritiro del componente nel suo spessore, con conseguente distaccamento dalle superfici dell'inserito e problemi di adesione al lato mobile dello stampo, questo è un fenomeno molto comune nei primi cicli di stampaggio quando il dosaggio non è ottimale. Aumentare eccessivamente la pressione di impaccamento può comportare al contrario un'espansione del componente lungo il suo spessore e quindi l'adesione all'inserito lato femmina. Questo secondo fenomeno è stato osservato sperimentalmente per pressioni superiori a  $120bar$  circa, sia per il PP che per i COC.

Negli esperimenti eseguiti, la replicazione si è mostrata ottimale per ogni configurazione dei parametri di processo. L'effetto della pressione di impaccamento risulta quindi molto limitato e influenza in modo marginale l'estrazione. L'aumento di attrito tra pezzo e stampo come conseguenza del passaggio da P1 a P2 può essere spiegato con una replicazione marginalmente migliore dell'inserito e una riduzione del ritiro lungo lo spessore del componente, che produce un lieve aumento della pressione di contatto.

## 4.3 Angolo di sformo

L'angolo di sformo ha un effetto dominante sul processo di estrazione, con una consistente riduzione sia del picco di forza che del lavoro all'aumentare dello stesso. Questo fenomeno è dovuto a tre fattori principali:

- riduzione dell'incastro meccanico tra pezzo e stampo
- aumento della componente assiale della forza di contatto pezzo-stampo
- riduzione dello spostamento necessario a separare completamente il componente dall'inserito.

Angoli di sformo elevati riducono la dimensione del sottosquadro prodotto dalle creste di rugosità, quindi nell'estrazione del componente è richiesta una minore deformazione superficiale del polimero e diminuisce la componente deformativa dell'attrito. Inoltre al crescere dell'angolo di sformo cresce la componente della forza di contatto pezzo-stampo nella direzione di estrazione ( $F_z$ ), come mostrato nella Figura 1.8. L'inclinazione della superficie dell'inserito va quindi a contribuire parzialmente alla separazione del componente riducendo lo sforzo sugli estrattori e riduce lo spostamento necessario ad ottenere il distacco totale del componente dalla superficie dell'inserito.

Per entrambi i polimeri studiati si assiste alla massima riduzione del lavoro di estrazione nel passaggio da un angolo di sformo di  $0.25^\circ$  a  $1^\circ$ , come conseguenza congiunta della riduzione del picco di forza e dello spostamento necessario alla separazione. All'aumentare dell'inclinazione delle superfici l'energia di estrazione diminuisce ulteriormente anche se in modo meno significativo. Lo stesso fenomeno si osserva nella massima forza di estrazione per il polipropilene.

Per basse temperature dello stampo le cicloolefine rispondono all'angolo di sformo in modo simile al polipropilene, con l'unica differenza nel fatto che la massima riduzione di forza di estrazione si misura nel passaggio da  $1^\circ$  a  $2^\circ$ . Ad elevata  $T_m$  si osserva invece un comportamento non in linea con la teoria finora descritta: aumentando l'inclinazione delle superfici da  $1^\circ$  a  $2^\circ$  si assiste a un aumento sia del picco di forza che del lavoro di estrazione.

Una possibile spiegazione di questo fenomeno sta nella grande sensibilità dei COC alla rugosità dello stampo, specialmente ad elevata temperatura. Gli inserti con rugosità nominale R3 non presentano la medesima finitura a causa del processo manuale di texturizzazione delle superfici funzionali. In particolare l'inserito

con angolo di sforno di  $2^\circ$  mostra un valore di  $S_a$  di  $262.50nm$ , molto maggiore della media di  $248.37nm$  calcolata sui tre inserti a rugosità R3. Anche in termini di  $S_{EpK}$ , gli inserti con angolo di sforno D2 presentano una rugosità maggiore rispetto alla media. Questo fattore può aver alterato i risultati, portando ad un aumento della forza di estrazione come conseguenza del maggior interlocking meccanico tra polimero e stampo. Un'ulteriore causa del fenomeno può essere legata alla variabilità del processo di stampaggio. Nel caso dei COC si è osservata una grande variabilità nelle forze di estrazione a temperatura stampo elevata e angolo di sforno di  $2^\circ$ , che può aver portato alla compromissione dei dati sperimentali misurati.

Un ulteriore fattore di interesse è l'interazione tra angolo di sforno e finitura superficiale dello stampo, in particolare nello stampaggio del polipropilene. Per il valore minimo dello sforno, la forza e il lavoro di estrazione sono influenzati significativamente dalla rugosità dell'inserto a causa del maggior incastro meccanico tra polimero e stampo. Nel caso del PP, l'aumento dell'angolo di sforno, congiuntamente alla maggior deformazione del componente, consente di liberare con più facilità il pezzo durante l'estrazione e di conseguenza l'impatto della rugosità sulla forza di attrito va a diminuire. La maggior rigidità delle cicloolefine mitiga questo fenomeno e rende l'interazione tra sforno e scabrezza dell'inserto meno significativa.

Si può concludere quindi che, a parità di condizioni al contorno, l'aumento dell'angolo di sforno facilita sempre il processo di estrazione. In particolare nello stampaggio di polimeri aventi modulo elastico ridotto, come il polipropilene, l'aumento dell'angolo di sforno permette di ridurre l'impatto della finitura superficiale sulla separazione del componente e può essere quindi una strategia utile a facilitare l'estrazione di parti caratterizzate da un'elevata scabrezza delle superfici funzionalizzate.

## 4.4 Finitura superficiale

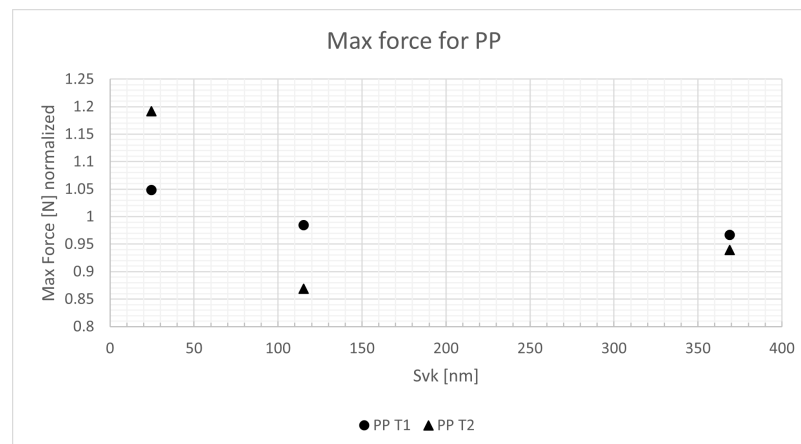
Tra i parametri studiati, la rugosità degli inserti è quello che mostra l'effetto più complesso sul meccanismo di estrazione, con interazioni non trascurabili con altri fattori come l'angolo di sformo, la temperatura dello stampo e il polimero considerato. Il meccanismo con cui la finitura superficiale influenza l'estrazione è la variazione delle componenti  $F_{deformazione}$  e  $F_{adesione}$  dell'attrito. Seguendo quanto suggerito dallo stato dell'arte, a rugosità alte la componente deformativa è maggioritaria e domina l'estrazione mentre a rugosità basse l'adesione è la componente più rilevante sul distacco del componente. Ci si aspetta quindi di trovare un valore di rugosità in grado di minimizzare la forza totale di estrazione.

I risultati sperimentali riportati al **Capitolo 3** mostrano come questo sia vero solo sotto particolari condizioni al contorno, quindi per facilitare la spiegazione dei dati ottenuti, i due polimeri stampati verranno trattati separatamente.

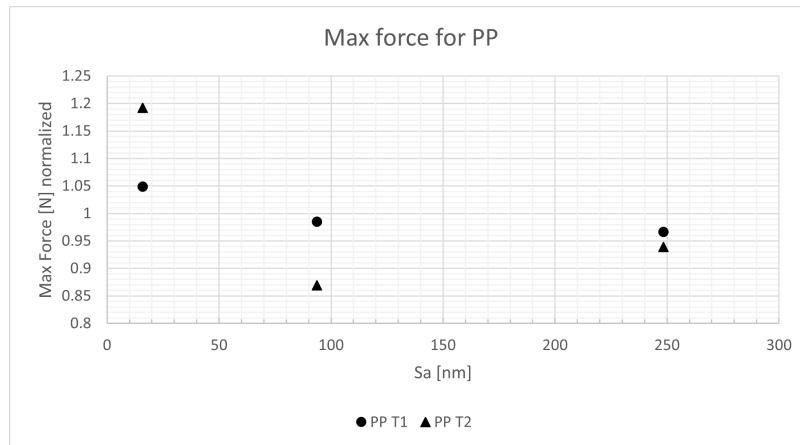
### 4.4.1 Polipropilene

Il polipropilene mostra un andamento del picco di forza in funzione della finitura superficiale in accordo coi dati riportati in letteratura. Nel caso dello stampaggio a temperatura stampo elevata è evidente dalla Figura 3.16 la presenza di un minimo per il valore di rugosità R2, sembra invece che nello stampaggio a temperatura T1 la forza di estrazione abbia un trend decrescente con l'aumento della scabrezza.

Per approfondire il fenomeno i dati sono stati normalizzati al valore medio e sovrapposti. I grafici ottenuti sono riportati nelle Figure 4.3 e 4.4.



**Figura 4.3:** Curve Forza massima - Svk per il polipropilene, ottenute normalizzando i valori di forza a T1 e T2 rispetto al rispettivo valore medio.

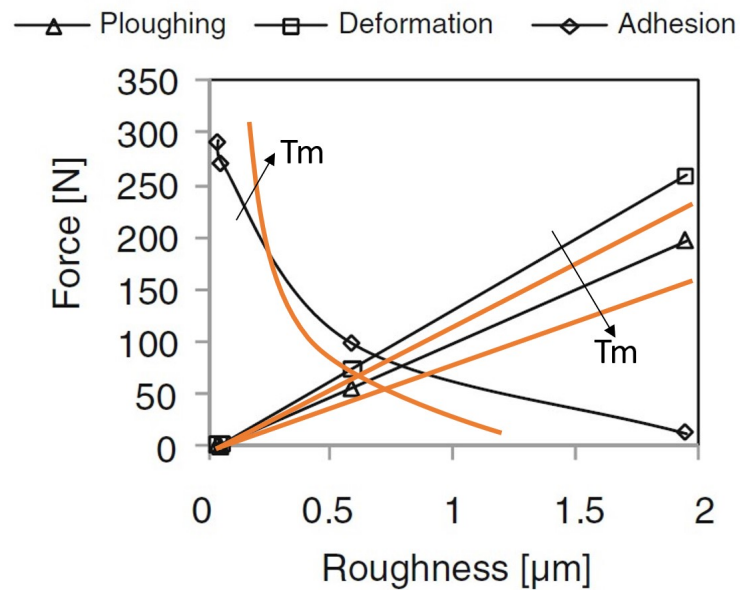


**Figura 4.4:** Curve Forza massima -  $S_a$  per il polipropilene, ottenute normalizzando i valori di forza a T1 e T2 rispetto al rispettivo valore medio.

Risulta evidente come il comportamento del polipropilene in funzione della scabrezza dell'inserto sia influenzato dalla temperatura dello stampo. Ad elevata temperatura sembra che la forza di estrazione presenti un andamento monotono decrescente con l'aumento della scabrezza dell'inserto. Tuttavia, analizzando i dati presenti in letteratura e quelli misurati sperimentalmente nello stampaggio a bassa temperatura, è lecito supporre la presenza di un minimo di forza per valori di  $S_a$  compresi tra  $100nm$  e  $200nm$ , e valori di  $S_{vk}$  tra  $125nm$  e  $250nm$ . La presenza del minimo e la sua traslazione verso destra è ulteriormente supportata da un'analisi teorica del fenomeno di attrito nei materiali polimerici e dai dati relativi al lavoro di estrazione.

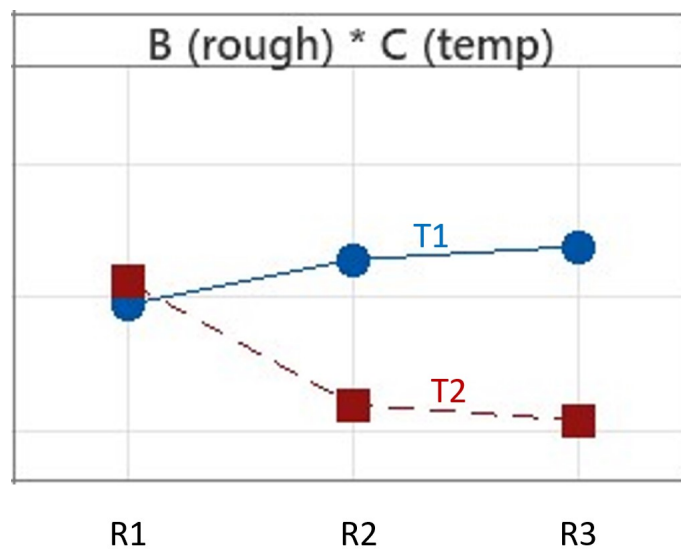
Come detto in precedenza, per temperature stampo elevate ci si aspetta una migliore replicazione dello stampo come conseguenza della minor viscosità e maggior bagnabilità del polimero. Ciò dà luogo ad un aumento di entrambe le componenti della forza di attrito (adesione e interlocking) e dovrebbe quindi comportare la traslazione della curva forza - rugosità verso l'alto. Al contempo al crescere di  $T_m$  aumenta la deformabilità del componente sia in termini globali che localmente, in prossimità delle creste di rugosità, quindi la forza necessaria alla solcatura della superficie del componente diminuisce, comportando la traslazione verso il basso e la variazione di forma delle curve forza - rugosità. La somma di questi effetti porta alla prevalenza della componente adesiva della forza di attrito nello stampaggio ad elevata temperatura, e della componente di interlocking meccanico a bassa temperatura.

Questo fenomeno è riscontrato anche esaminando la variazione del lavoro di estrazione in funzione della finitura superficiale dello stampo, riportato nella



**Figura 4.5:** Effetto dell'aumento di  $T_m$  sulle componenti della forza di attrito nel PP. Comportamento ipotizzato sulla base delle osservazioni sperimentali.

Figura 4.6.

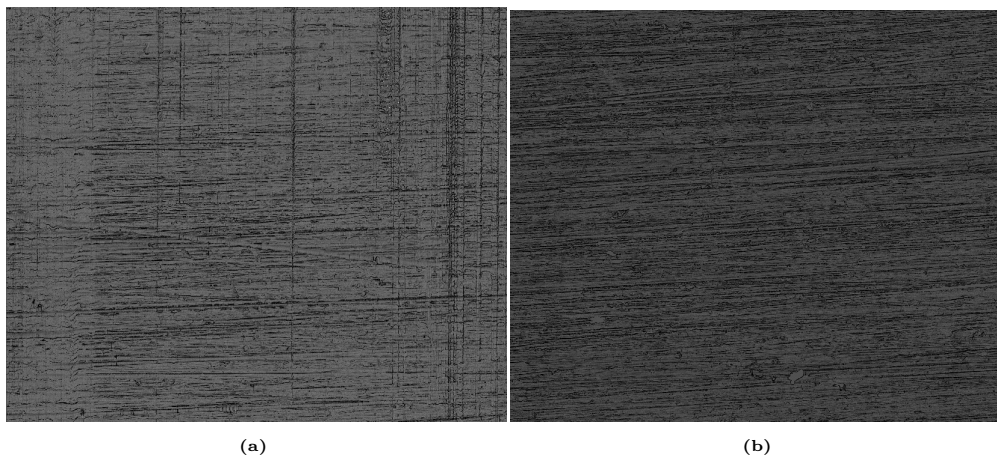


**Figura 4.6:** Interazione temperatura stampo - rugosità sul lavoro di estrazione per il polipropilene.

Nello stampaggio a temperatura  $T_1$  il lavoro di estrazione cresce con l'aumentare della scabrezza dell'inserto, come conseguenza della maggior energia dissipata per deformare la superficie del componente. In queste condizioni quindi la componente di interlocking meccanico è dominante sul processo di estrazione. A  $T_2$  invece il comportamento del PP si inverte a causa della riduzione di rigidità del polimero, che facilita la deformazione dei picchi di rugosità sulla superficie del

pezzo. Si riconferma quindi come l'elevata temperatura dello stampo porti alla prevalenza della componente adesiva della forza di attrito sul lavoro di estrazione.

Dalle scansioni dei componenti stampati mostrate nella Figura 4.7 si può infine notare come lo stampaggio a temperatura stampo ridotta comporti un evidente solcatura del provino nella direzione di estrazione. Questo fenomeno è legato alla bassa deformabilità del polipropilene a basse temperature, che comporta la deformazione plastica irreversibile della superficie del componente durante il distacco dallo stampo. In queste condizioni quindi la maggior parte del lavoro di estrazione è speso nel solcatura della superficie del componente e una riduzione della scabrezza dello stampo consente di facilitare il distacco del pezzo. Per valori di  $T_m$  elevati la cedevolezza del polimero consente di liberare i sottosquadri prodotti dalle creste di rugosità senza deformazioni plastiche, consentendo la separazione del componente senza incorrere in questo tipo di difetto superficiale.



**Figura 4.7:** Superficie funzionalizzata dei componenti stampati in PP con angolo di sforno di  $0.25^\circ$ , rugosità R3 e pressione P2 nelle condizioni di : (a) temperatura stampo bassa; (b) temperatura stampo elevata.

Si conclude quindi che, nello stampaggio di componenti in polipropilene, l'adozione di temperature stampo elevate consente di facilitare l'estrazione del componente riducendo sia il picco di forza che il lavoro compiuto nel distacco. Qualora fosse richiesta la replicazione di features delicate sulla superficie del pezzo,  $T_m$  dovrà essere scelta prestando un occhio di riguardo alla deformabilità del polimero, in modo da non incorrere in deformazioni viscoplastiche delle strutture. In questi casi potrebbe essere necessario lo stampaggio a temperatura minore, condizione in cui le forze di tipo adesivo presentano minor impatto sul processo di estrazione. L'adozione di una rugosità superficiale ridotta (nell'ordine dei  $150nm$ ) è quindi consigliata in queste circostanze.



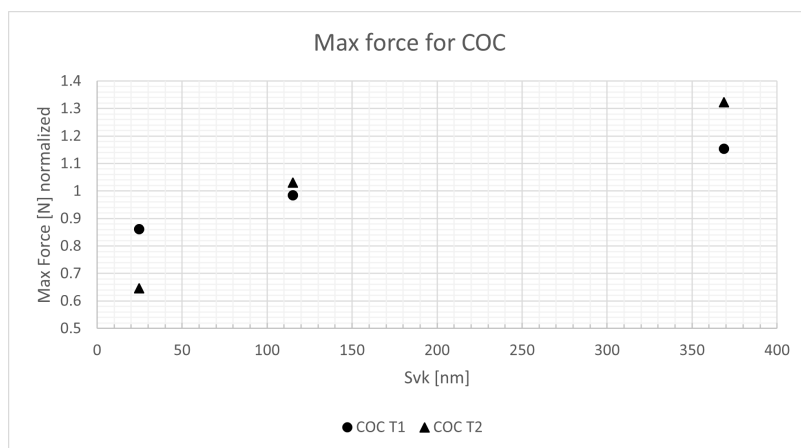
Queste considerazioni possono probabilmente essere estese ad altri polimeri semicristallini, quando la temperatura di estrazione sia compresa tra la temperatura di transizione vetrosa e la temperatura di fusione.

### 4.4.2 Copolimeri delle cicloolefine

L'estrazione dei COC mostra una risposta alla rugosità superficiale dello stampo nettamente in contrasto con i dati ottenuti per il polipropilene e quanto fin'ora riscontrato in letteratura per altri polimeri.

I risultati sperimentali riportati al **Capitolo 3** mostrano come, indipendentemente dalla temperatura dello stampo, al crescere della rugosità dell'inserito si assista ad un aumento sia del picco di forza che del lavoro di estrazione. Ciò suggerisce la prevalenza della componente deformativa della forza di attrito durante il distacco del componente dallo stampo.

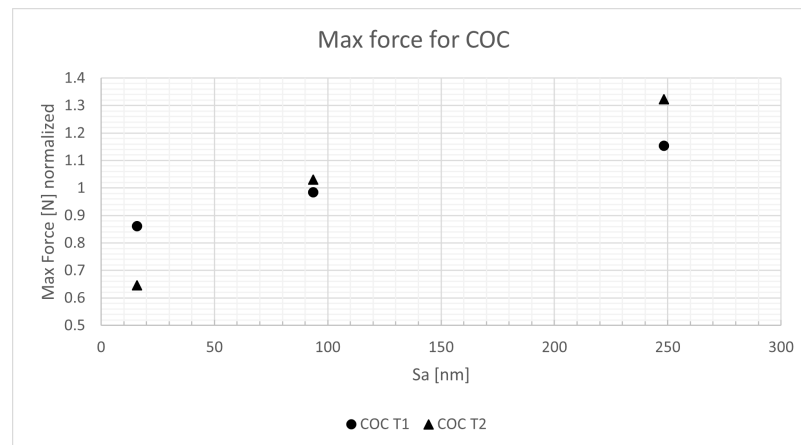
Anche nel caso dei COC sono stati realizzati grafici forza - rugosità con valori normalizzati alla media, riportati nelle Figure 4.8 e 4.9, che mostrano come la risposta di questo polimero alla scabrezza dell'inserito sia influenzato dalla temperatura dello stampo.



**Figura 4.8:** Curve Forza massima - Svk per i copolimeri delle cicloolefine, ottenute normalizzando i valori di forza a T1 e T2 rispetto al rispettivo valore medio.

L'andamento monotono crescente della forza con l'aumento della scabrezza dell'inserito sembra suggerire un basso effetto della componente adesiva della forza di attrito. Inoltre, ad alta temperatura il polimero sembra essere più suscettibile a variazioni di rugosità, probabilmente a causa di una replicazione migliore della superficie dell'inserito.

La prevalenza di  $F_{deformazione}$  nell'attrito delle cicloolefine è probabilmente dovuta all'elevato modulo elastico e alla natura amorfa di questo polimero. L'estrazione dei COC è avvenuta sempre al di sotto della temperatura di transizione vetrosa, zona in cui la rigidità del polimero è pressochè costante. Lo stampaggio a temperatura T2 favorisce quindi una replicazione marginalmente migliore dello stampo, con aumento delle forze adesive e un maggior inteloching meccanico



**Figura 4.9:** Curve Forza massima - Sa per i copolimeri delle cicloolefine, ottenute normalizzando i valori di forza a T1 e T2 rispetto al rispettivo valore medio.

tra polimero e superficie dell'inserto. Non si assiste tuttavia ad una riduzione nel modulo elastico del materiale e quindi, complessivamente, le curve forza - rugosità subiscono una traslazione verso l'alto. Per le stesse motivazioni, ad elevate temperature stampo si assiste ad un aumento del lavoro di estrazione con l'aumento della scabrezza dello stampo.

Stando ai risultati di questo studio, nella produzione di componenti scatolari in COC è quindi consigliabile l'adozione di finiture superficiali spinte, con un valore di  $S_a$  nell'ordine di  $15nm$  e  $S_{vk}$  di circa  $25nm$ , indipendentemente dalla temperatura dello stampo.



# Capitolo 5

## Conclusioni

Il primo obiettivo di questo studio è stata la realizzazione di uno stampo modulare che permettesse di variare con facilità i parametri geometrici dell'inserito per testare l'effetto di diverse configurazioni sulle forze di estrazione. L'utilizzo di un sensore di pressione piezoelettrico posizionato alla base degli estrattori si è rivelato funzionale a tale scopo, fornendo dati ripetibili anche al variare delle condizioni ambientali di operazione.

L'adozione di un design a inserti intercambiabili ha permesso la sostituzione rapida degli stessi e potrà essere sfruttato in futuro per studiare geometrie differenti da quelle testate in questa trattazione. Uno dei possibili campi applicativi è lo studio delle forze di estrazione per componenti assialsimmetrici come siringhe per uso biomedicale e parti aventi superfici interne e/o esterne microstrutturate.

Il sistema di termoregolazione dello stampo si è rivelato efficiente nel controllo della temperatura dell'inserito al fine di minimizzare i ritiri differenziali in fase di raffreddamento e mantenendo elevata la ripetibilità degli esperimenti.

In ultima la scelta di un'iniezione diretta in cavità si è mostrata funzionale al fine di avere il massimo controllo sulla pressione del fuso polimerico durante la fase di impaccamento, come dimostrato dall'assenza di deformazioni e *sink marks* nel componente.

Successivamente questo studio ha voluto determinare l'effetto di parametri geometrici e di processo sulle forze di estrazione nel processo di micro-IM per due dei polimeri più diffusi in campo biomedicale e meccanico: polipropilene e copolimeri delle cicloolefine.

In primo luogo è stato osservato come la scelta del materiale influenzi notevolmente la facilità di separazione del componente dallo stampo: le cicloolefine

presentano globalmente una forza di estrazione molto maggiore del polipropilene a causa delle diverse proprietà reologiche e meccaniche tra i due polimeri.

La temperatura stampo è il parametro di processo più influente sul picco e sull'area sottesa dalla curva forza-tempo. Tenendo fissato il tempo ciclo, una variazione di  $T_m$  comporta una diversa temperatura di estrazione del componente e conseguentemente una diversa deformabilità del polimero. Al contempo la temperatura superficiale dell'inserito va ad impattare sulla replicazione e quindi sulle componenti adesiva e deformativa della forza di attrito. Nello stampaggio del PP l'aumento della temperatura stampo ha portato ad una riduzione del picco di forza del 50% mentre nel caso dei COC aumentando  $T_m$  la forza di estrazione è quasi raddoppiata.

Tra i parametri studiati, la finitura superficiale è quello che ha mostrato l'effetto più complesso sul processo di separazione del componente, con interazioni non trascurabili con altri fattori quali la temperatura dello stampo, l'angolo di sforno e in particolare il polimero stampato.

In conclusione, la fase di estrazione nel micro stampaggio a iniezione risulta influenzata da molteplici variabili geometriche e di processo, il cui effetto su picco di forza e lavoro di estrazione è strettamente interconnesso. Lo stato attuale dell'arte fornisce dati utili alla progettazione di stampi che facilitino la separazione del componente, tuttavia i risultati di questo studio mostrano come il processo di estrazione non sia ancora del tutto compreso lasciando aperta la porta ad ulteriori approfondimenti.

# Bibliografia

- [1] Xometry. Plastic Injection Molding History. Xometry. 2023. [citato 15 aprile 2023]. Disponibile presso: <https://www.xometry.com/resources/injection-molding/plastic-injection-molding-history/>
- [2] R. J. Crawford. *Plastics Engineering*. Third Edition. 1998. Butterworth Heinemann. 48-52.
- [3] B. R. Whiteside, M. T. Martyn, P. D. Coates, P. S. Allan, P. R. Hornsby, G. Greenway. Micromoulding: process characteristics and product properties. *Plastics, Rubber and Composites*, 2003; Vol. 32:6; 231-239.
- [4] R. Ruprecht, T. Gietzelt, K. Mueller, V. Piottter, J. Hausselt. Injection molding of microstructured components from plastics, metals and ceramics. *Microsyst Technol*. 2002; Vol. 8: 351–358.
- [5] J. Giboz, T. Copponnex, P. Mélé, . Microinjection molding of thermoplastic polymers: A review. *J Micromech Microeng*. 2007; Vol. 17; R96-R109.
- [6] M. T. Martyn, B. R. Whiteside, P. D. Coates, P. S. Allan, P. R. Hornsby. Studies of the process-property interaction of the micromoulding process. ANTEC 2002 Annual Technical Conference.
- [7] A.S. Pouzada, E.C. Ferreira, A.J. Pontes, Friction properties of moulding thermoplastics. *Polym Test*. 2006; Vol. 25, 1017-1023.
- [8] O. M. Bataineh, B. E. Klamecki. Prediction of Local Part-Mold and Ejection Force in Injection Molding. *J Manuf Sci Eng*. 2005; Vol. 127; 598-604.
- [9] LANXESS Corporation. *Engineering Plastics, Part and Mold Design*. 2007. LANXESS Corporation. 2012; Vol. 59; 977-986.
- [10] A. Gopanna, S. P. Thomas, K. P. Rajan, R. Rajan, E. Rainosalod, J. Zavašnik, M. Chavalig. Investigation of mechanical, dynamic mechanical,

- rheological and morphological properties of blends based on polypropylene (PP) and cyclic olefin copolymer (COC). *Eur Polym J.* 2018; Vol. 108; 439-451.
- [11] C.A. Griffiths, S.S. Dimov, E.B. Brousseau, C. Chouquet, J. Gavillet, S. Bigot. Investigation of surface treatment effects in micro-injection-moulding. *Int J Adv Manuf Technol* 2010; Vol. 47, 99–110.
- [12] M. Sorgato, D. Masato, G. Lucchetta, Effects of machined cavity texture on ejection force in micro injection molding *Precis Eng.* 2017; Vol. 50, 440-448.
- [13] J. Yang, C. Weng, J. Lai, T. Ding, H. Wang. Molecular Dynamics Simulation on the Influences of Nanostructure Shape, Interfacial Adhesion Energy, and Mold Insert Material on the Demolding Process of Micro-Injection Molding. *Polymers.* 2019; Vol. 11: 1573.
- [14] C. Weng, J. Yang, D. Yang, B. Jiang. Molecular Dynamics Study on the Deformation Behaviors of Nanostructures in the Demolding Process of Micro-Injection Molding. *Polymers.* 2019; Vol. 11:470.
- [15] C. Weng, D. Yang, M. Zhou. Molecular Dynamics Simulations on the Demolding Process for Nanostructures in Injection Molding. *Micromachines.* 2019; Vol. 10: 636.
- [16] M. S. Correia, A. S. Miranda, M. C. Oliveira, C. A. Capela, A. S. Pouzada. Analysis of friction in the ejection of thermoplastic mouldings. *Int J Adv Manuf Technol.*
- [17] T. Cedorge, J. Colton. Draft Angle and Surface Roughness Effects on Stereolithography Molds. *Polym Eng Sci.* 2000; Vol. 40; no.7; 1581-1588.
- [18] T. Sasaki, N. Koga, K. Shirai, Y. Kobayashi, A. Toyoshima. An experimental study on ejection forces of injection molding. *Prec Eng.* 2000; Vol. 24: 270-273.
- [19] A. J. Pontes, A. S. Pouzada. Ejection Force in Tubular Injection Moldings. Part I: Effect of Processing Conditions. *Polym Eng Sci.* 2004; Vol. 44; no. 5; 891-897.
- [20] C. A. Griffiths, S. S. Dimov, S. G. Scholz, G. Tosello, A. Rees. Influence of Injection and Cavity Pressure on the Demoulding Force in Micro- Injection Moulding. *J Manuf Sci Eng.*

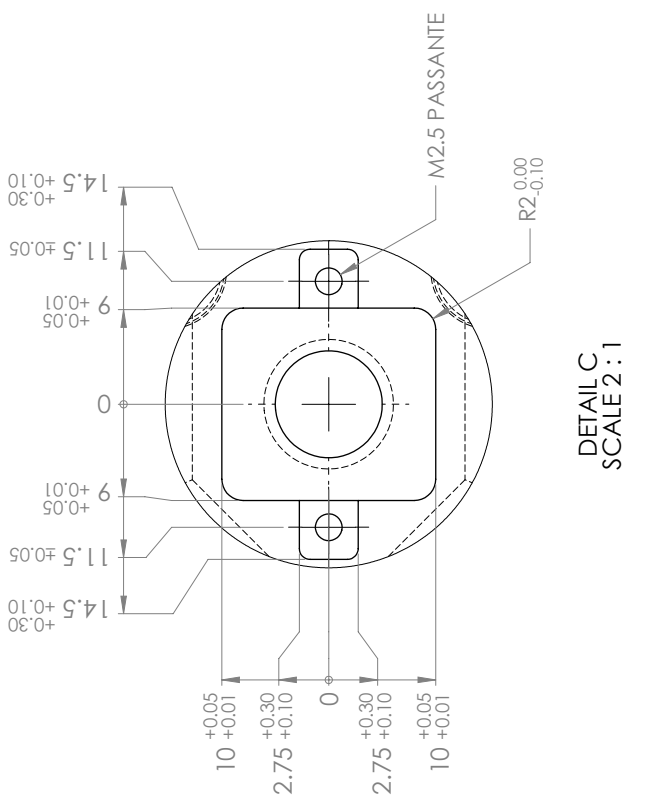


- 
- [21] J.K. Fink. Handbook of Engineering and Specialty Thermoplastics: Polyolefins and Styrenics. 2016. Wiley-Scriveners. 41–73.
- [22] Z. J. Qui, Z. Ma, S. Gao. Effects of process parameters on the molding quality of the micro-needle array. IOP Conf Ser: Mater Sci Eng. 2016; Vol. 137: 012014

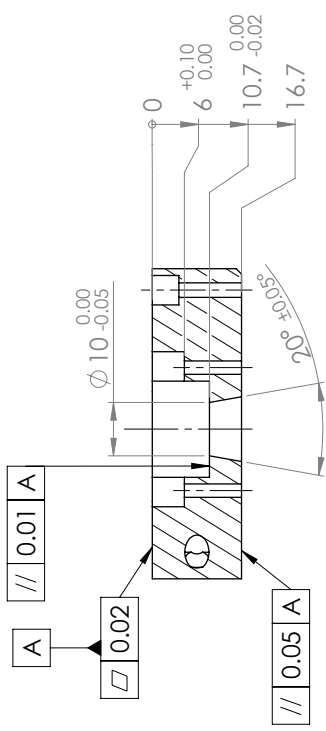
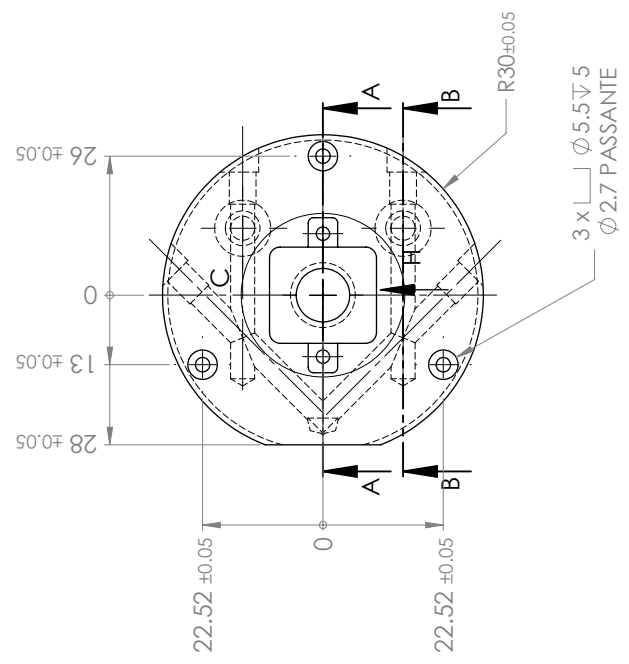
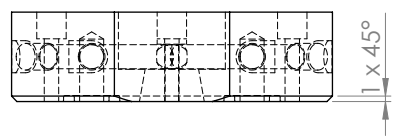
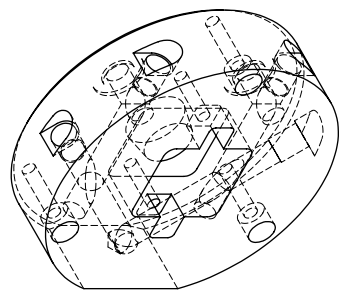


# **Appendice A**

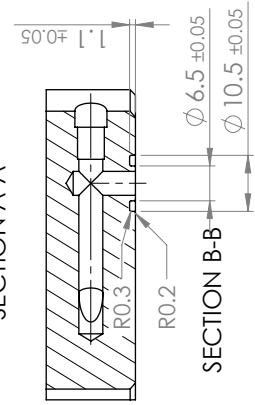
## **Disegni tecnici degli inserti**



DETAIL C  
SCALE 2:1

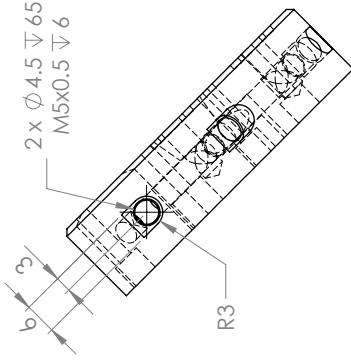
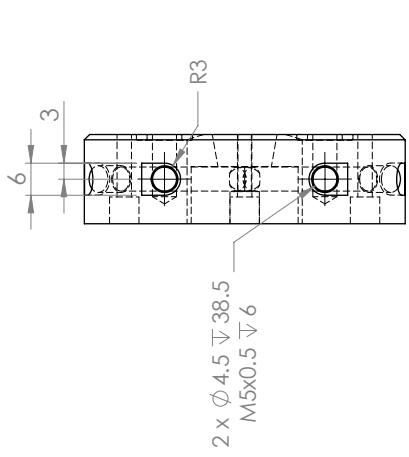


SECTION A-A

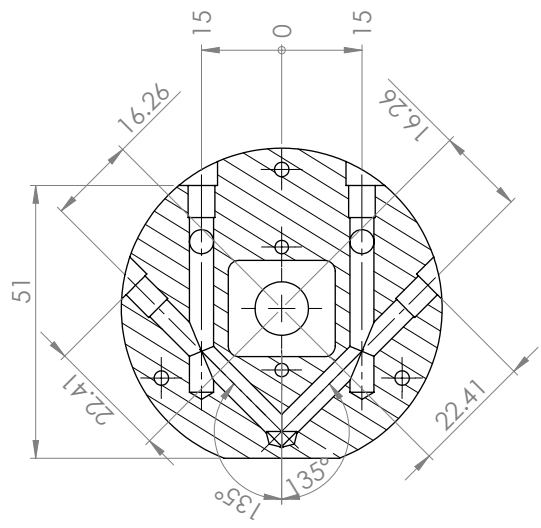
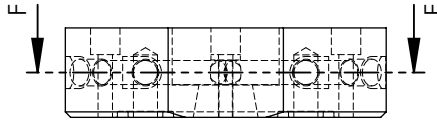
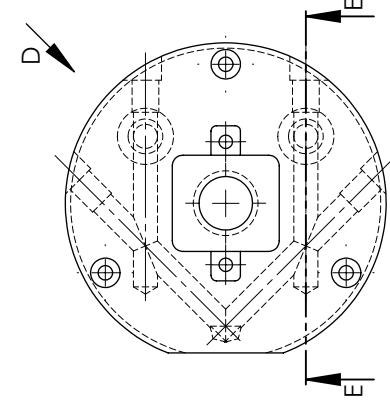


SECTION B-B

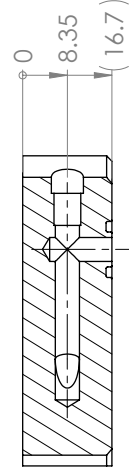
<b>Inserto Fisso n1</b>		Materiale: Acciaio 1.7131	N. Pezzi: 1	Formato: A3	Scala: 1:1
Tot. Generale ISO 2768 - fH		Autore: Maciariello Francesco	Revisore: Sorgato Marco		
Università di Padova Dip. di Ing. Industriale via Venezia, 1 35131 Padova		Data: 1/19/2023	Foglio: Annotazioni: 1/2		



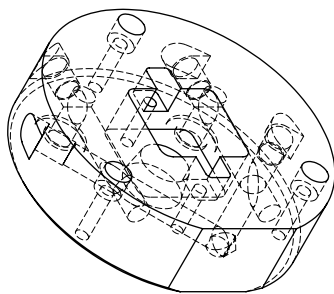
VIEW D



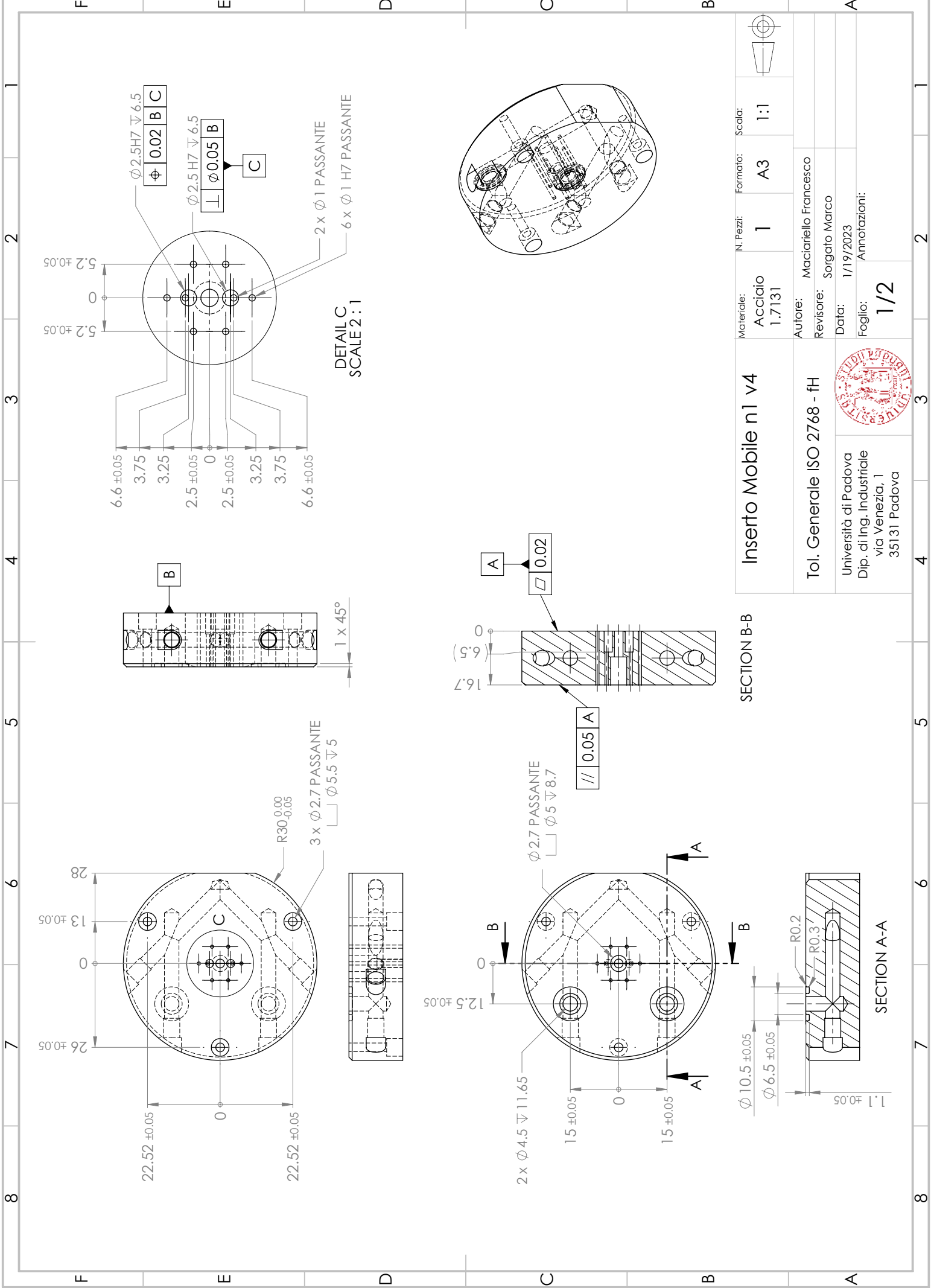
SECTION F-F




SECTION E-E



Inserto Fisso n1		Materiale: Acciaio 1.7131	N. Pezzi: 1	Formato: A3	Scala: 1:1
Tot. Generale ISO 2768 - fH		Autore: Maciariello Francesco			
Università di Padova Dip. di Ing. Industriale via Venezia, 1 35131 Padova		Revisore: Sorgato Marco			
		Data: 1/19/2023			
		Foglio: 2/2	Annotazioni:		

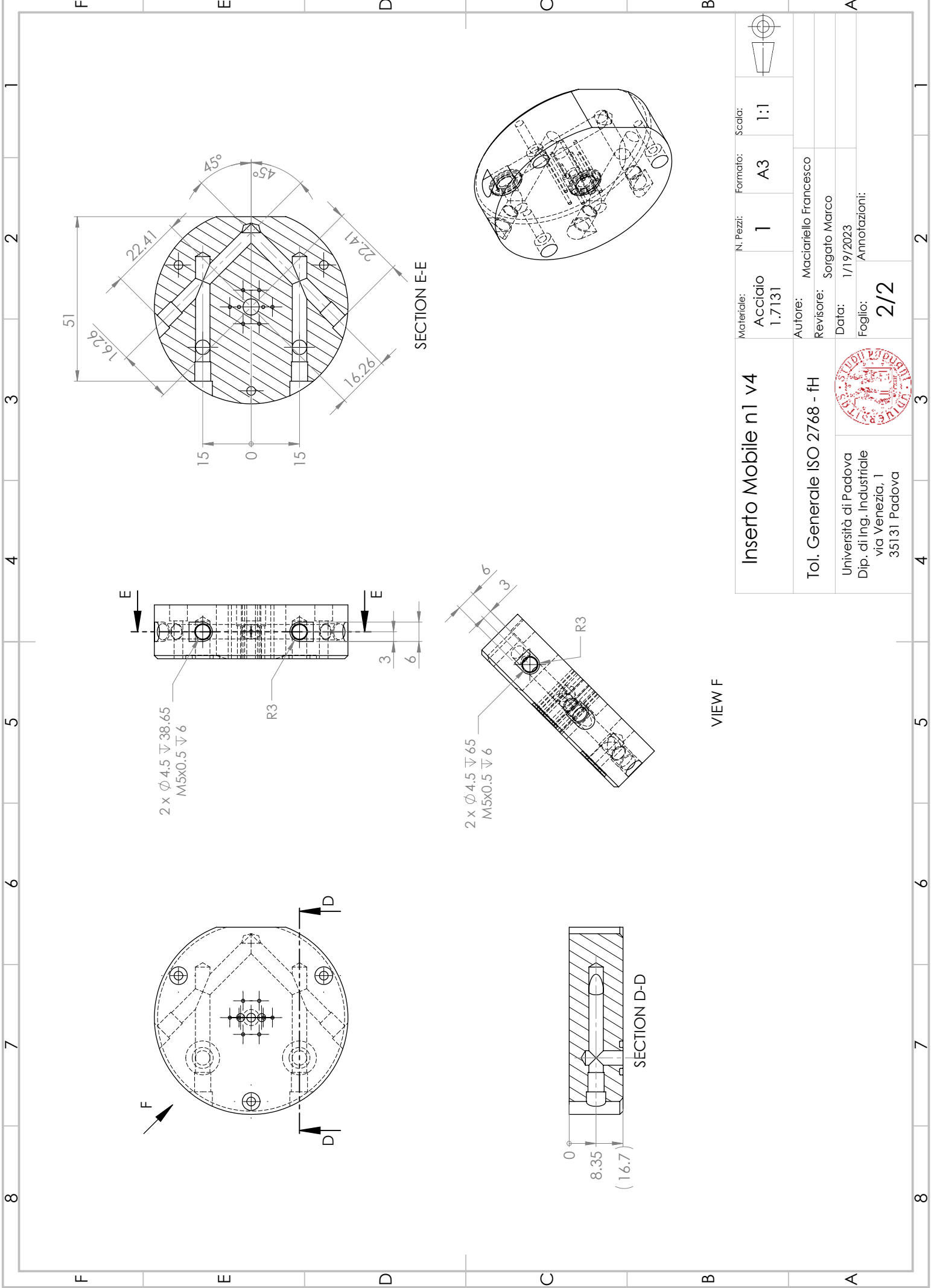


<b>Inserto Mobile n1 v4</b>		Materiale: Acciaio 1.7131	N. Pezzi: 1	Formato: A3	Scala: 1:1
Tol. Generale ISO 2768 - fH  Università di Padova Dip. di Ing. Industriale via Venezia, 1 35131 Padova		Autore: Maciariello Francesco		Revisore: Sorgato Marco	
		Data: 1/19/2023		Foglio: Annotazioni: <b>1/2</b>	

SECTION A-A

SECTION B-B

DETAIL C  
SCALE 2:1



Materiale: <b>Acciaio 1.7131</b>		N. Pezzi: <b>1</b>	Formato: <b>A3</b>	Scala: <b>1:1</b>
Autore: <b>Maciariello Francesco</b>		Revisore: <b>Sorgato Marco</b>		
Data: <b>1/19/2023</b>		Foglio: <b>2/2</b>		
<b>Inserto Mobile n1 v4</b>  <b>Tol. Generale ISO 2768 - fH</b>  Università di Padova Dip. di Ing. Industriale via Venezia, 1 35131 Padova				

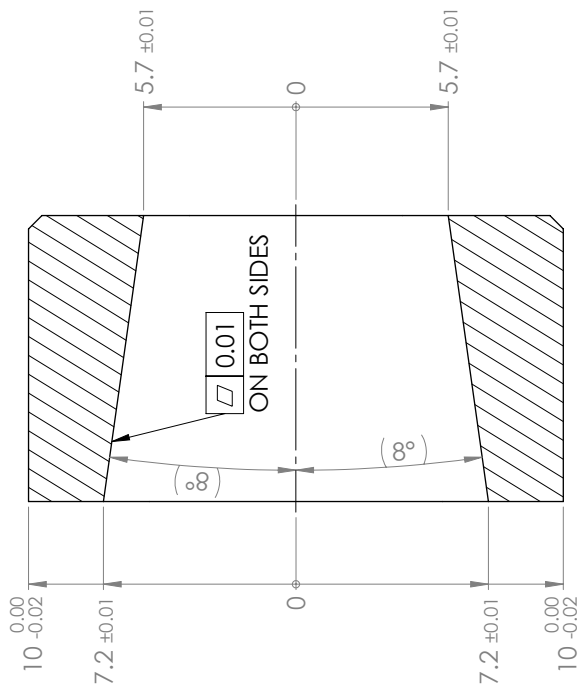
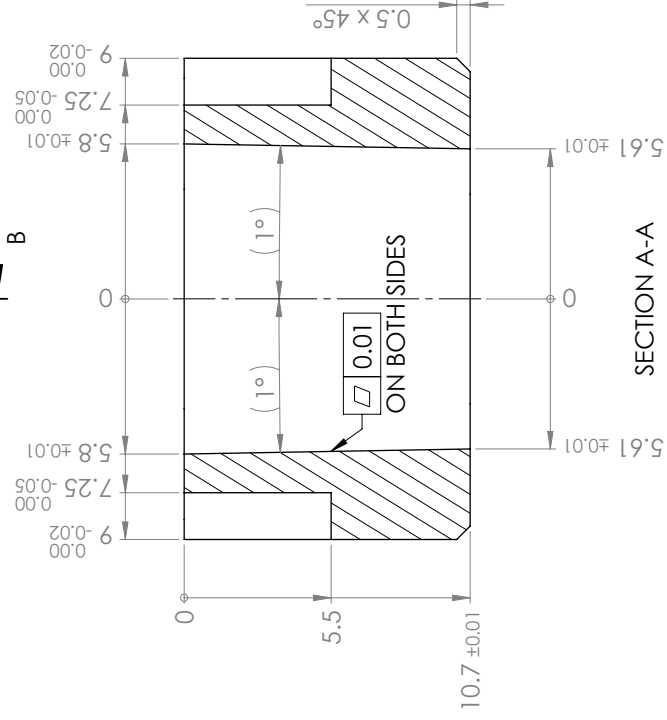
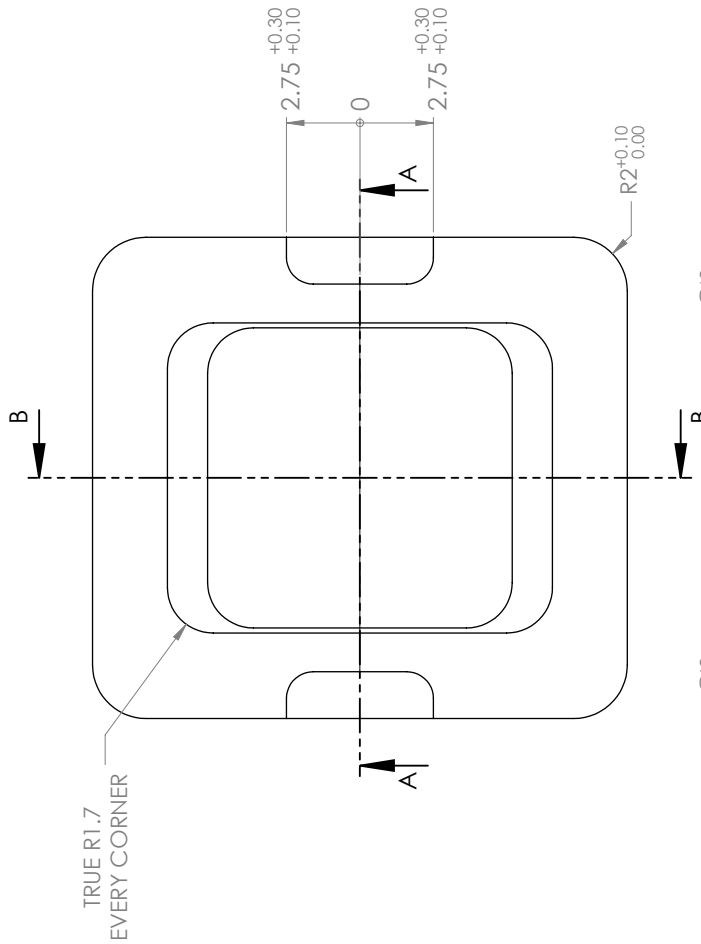
VIEW F

SECTION E-E

SECTION D-D







SECTION B-B

Inserto Fisso n2 1°

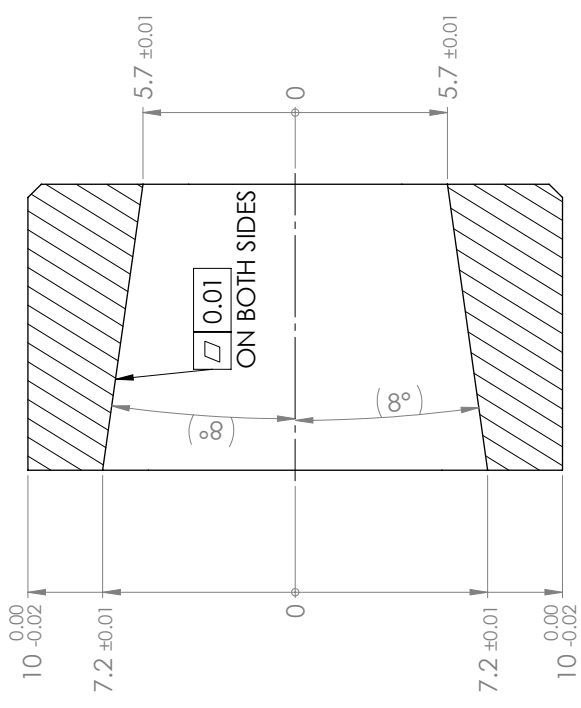
Materiale: Acciaio 1.7131	N. Pezzi: 1	Formato: A3	Scala: 5:1
Autore: Maciariello Francesco		Revisore: Sorgato Marco	
Data: 1/20/2023		Foglio: 1/1	

Tol. Generale ISO 2768 - fH

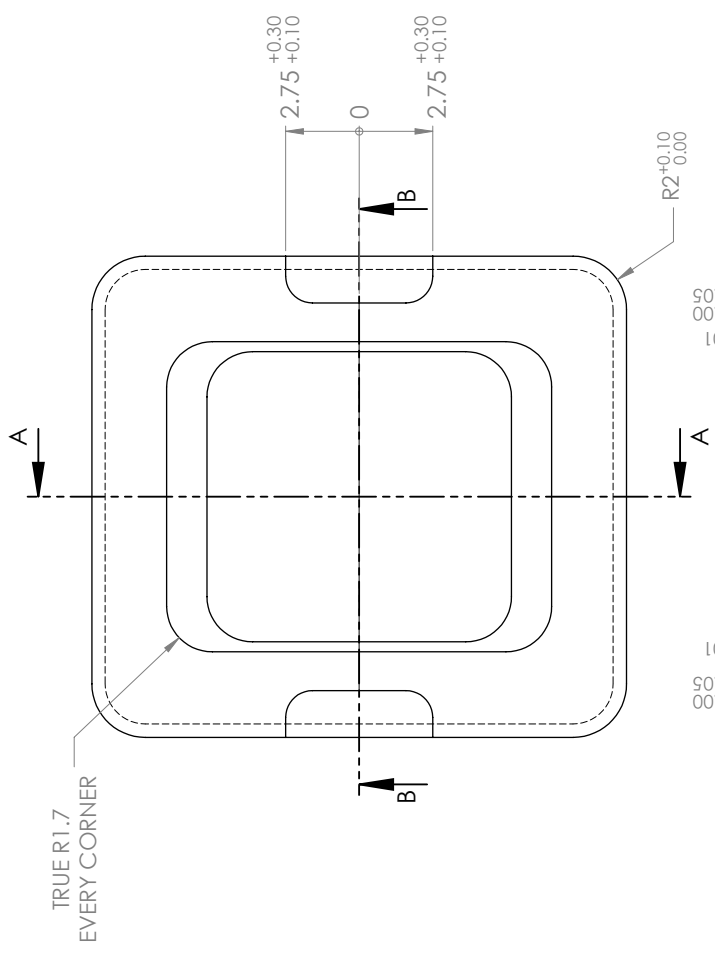


Università di Padova  
Dip. di Ing. Industriale  
via Venezia, 1  
35131 Padova

SECTION A-A



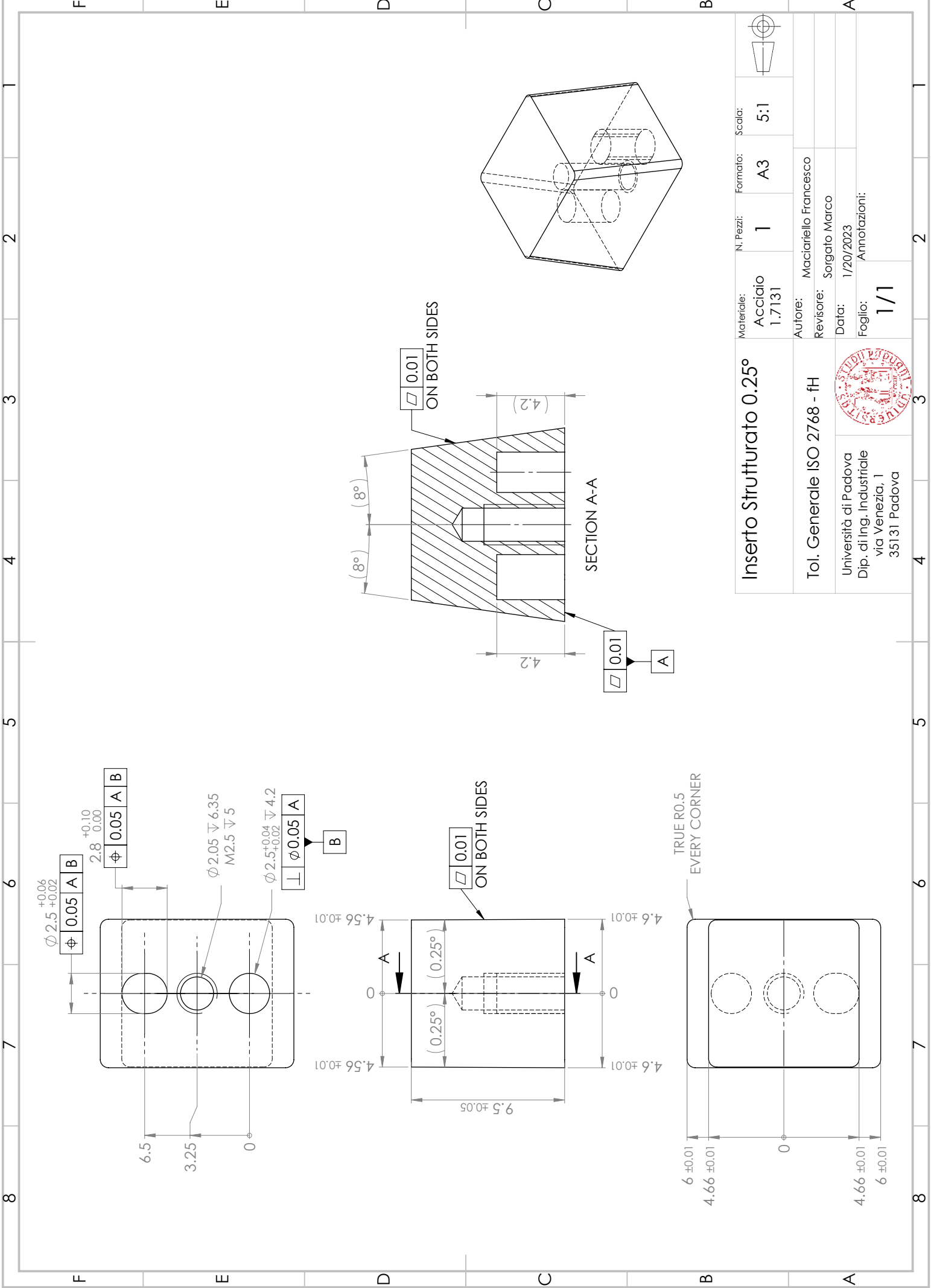
SECTION A-A



SECTION B-B

<b>Inserto Fisso n2 2°</b>		Materiale: Acciaio 1.7131	N. Pezzi: 1	Formato: A3	Scala: 5:1
Tot. Generale ISO 2768 - fH		Autore: Maciariello Francesco	Revisore: Sorgato Marco		
Università di Padova Dip. di Ing. Industriale via Venezia, 1 35131 Padova		Data: 1/20/2023	Foglio: Annotazioni: 1/1		





**Inserto Strutturato 0.25°**

Tol. Generale ISO 2768 - fH

Università di Padova  
Dip. di Ing. Industriale  
via Venezia, 1  
35131 Padova



Materiale: Acciaio 1.7131	N. Pezzi: 1	Formato: A3	Scala: 5:1
Autore: Maciariello Francesco		Revisore: Sorgato Marco	
Data: 1/20/2023		Foglio: Annotazioni:	
		<b>1/1</b>	

TRUE R0.5  
EVERY CORNER

**SECTION A-A**

0.01  
ON BOTH SIDES

0.01  
ON BOTH SIDES

(8°)

(4.2)

4.2

A

0.05 A B  
+0.10  
2.8 0.00

∅ 2.05 ∇ 6.35  
M2.5 ∇ 5

∅ 2.5<sup>+0.04</sup> ∇ 4.2  
<sup>+0.02</sup>

∅ 0.05 A

∅ 2.5<sup>+0.06</sup>  
<sub>+0.02</sub>

0.05 A B

6.5

3.25

0

4.56 ±0.01

0

A

9.5 ±0.05

(0.25°)

0.01  
ON BOTH SIDES

4.6 ±0.01

0

A

4.6 ±0.01

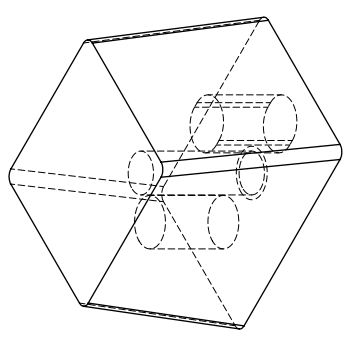
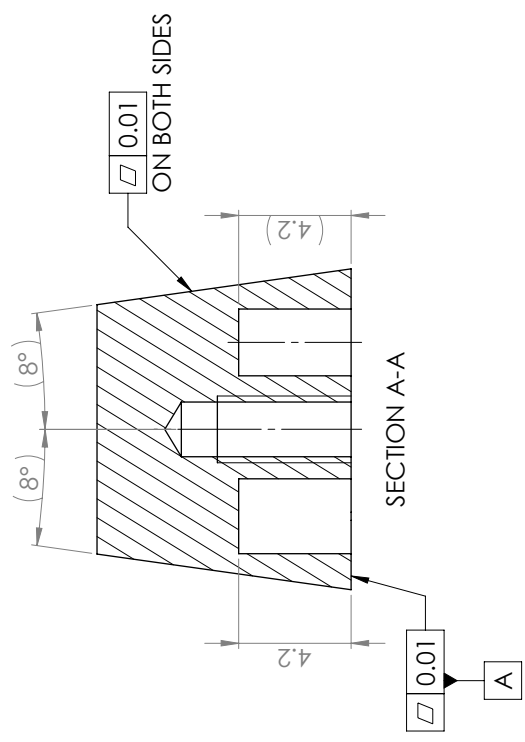
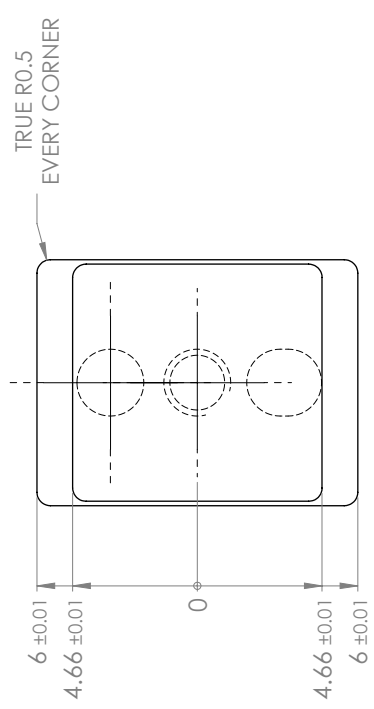
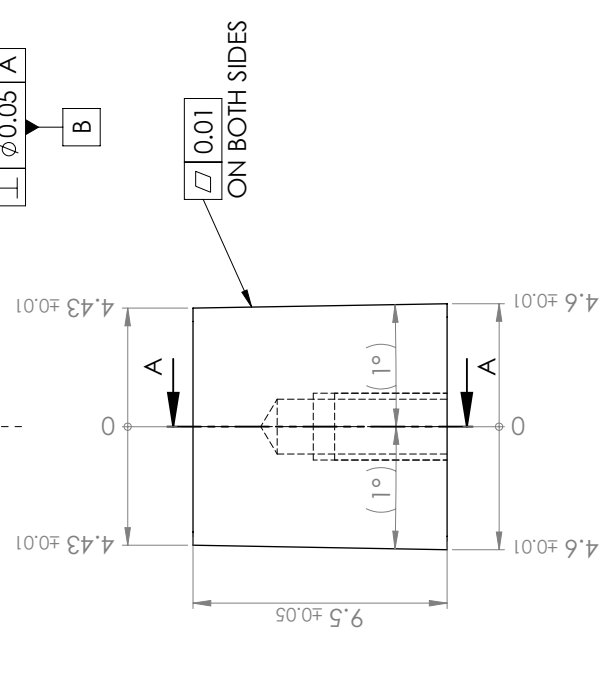
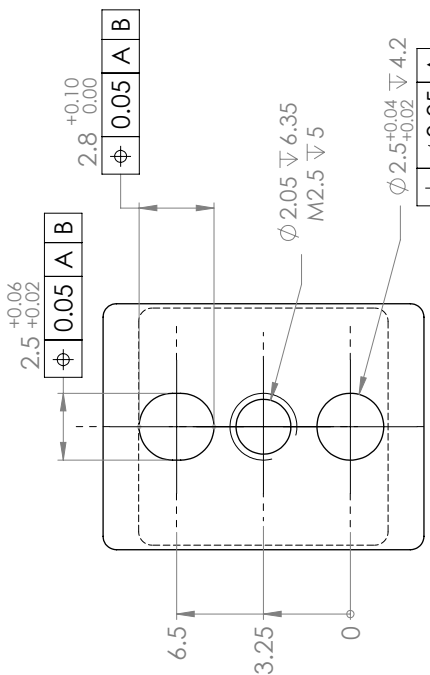
6 ±0.01


4.66 ±0.01

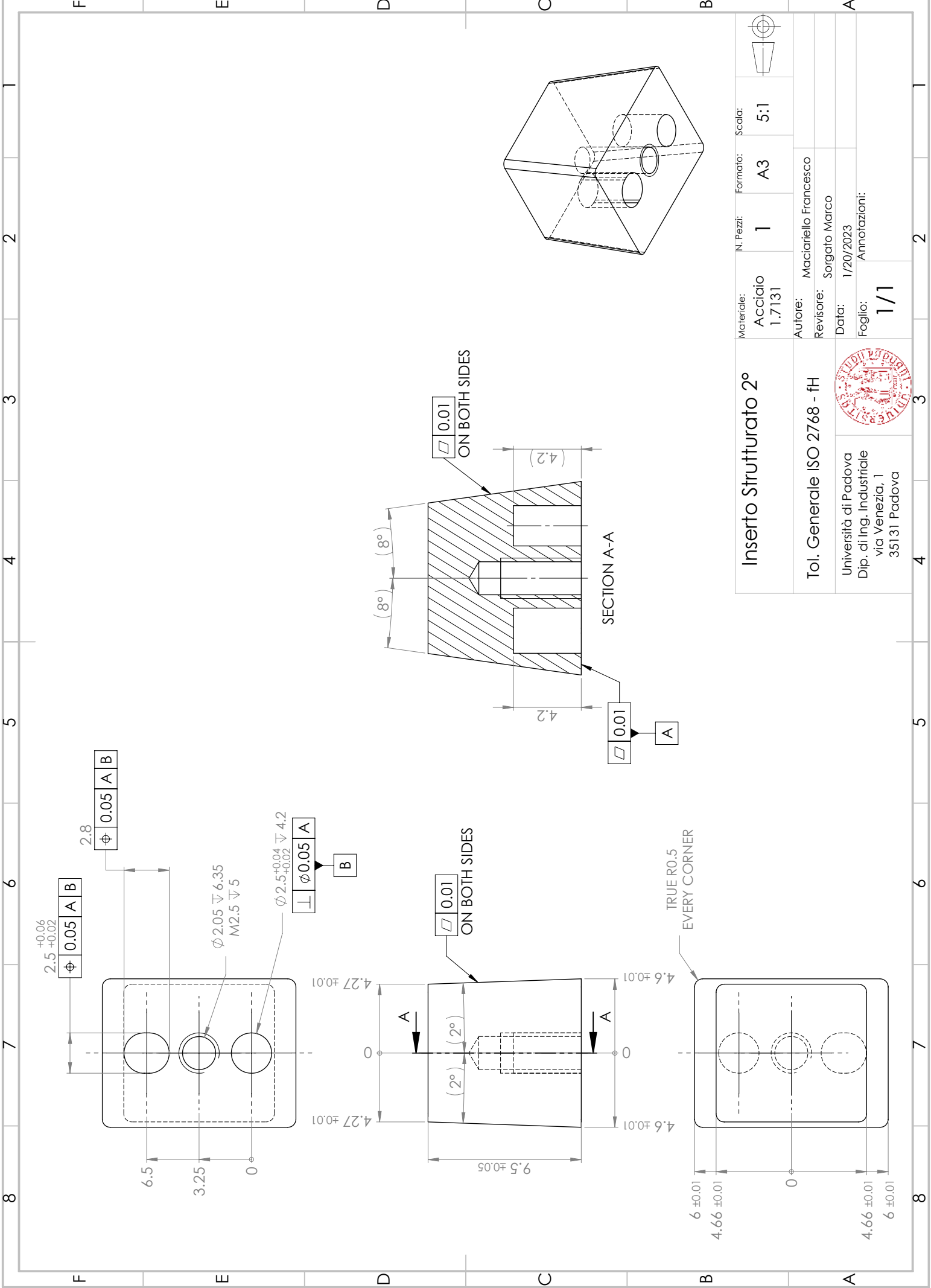
0

4.66 ±0.01

6 ±0.01



Inserito Strutturato 1°		Materiale: Acciaio 1.7131	N. Pezzi: 1	Formato: A3	Scala: 5:1
Tot. Generale ISO 2768 - fH		Autore: Maciariello Francesco			
Università di Padova Dip. di Ing. Industriale via Venezia, 1 35131 Padova		Revisore: Sorgato Marco			
		Data: 1/20/2023			
		Foglio: Annotazioni: 1/1			



**Inserto Strutturato 2°**

Tol. Generale ISO 2768 - fH

Università di Padova  
Dip. di Ing. Industriale  
via Venezia, 1  
35131 Padova

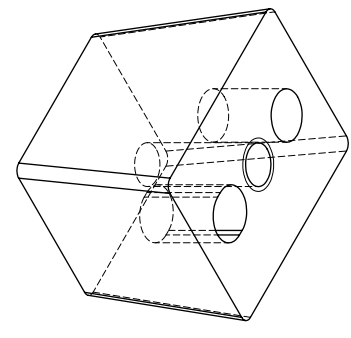
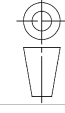


Materiale:  
Acciaio  
1.7131

Autore: Maciariello Francesco  
Revisore: Sorgato Marco

Data: 1/20/2023  
Foglio: Annotazioni:  
1/1

N. Pezzi: 1  
Formato: A3  
Scala: 5:1





# **Appendice B**

## **Risultati DoE**

Run Code (PP)	Run1 [N]	Run2 [N]	Run3 [N]	Run4 [N]	Run5 [N]	Mean [N]	Stdev
D025_R1_T1_P1	49.35	50.91	52.85	54.49	52.21	51.96	1.74
D025_R1_T1_P2	72.55	72.17	71.41	72.29	71.57	72.00	0.43
D025_R1_T2_P1	25.95	25.76	25.70	27.13	26.02	26.11	0.52
D025_R1_T2_P2	26.80	27.30	27.86	26.79	27.09	27.17	0.40
D025_R2_T1_P1	46.32	46.64	46.99	49.11	49.03	47.62	1.21
D025_R2_T1_P2	54.40	51.26	53.85	53.61	53.53	53.33	1.08
D025_R2_T2_P1	13.87	14.01	14.44	15.21	14.91	14.49	0.51
D025_R2_T2_P2	17.46	18.64	19.62	20.39	18.93	19.01	0.98
D025_R3_T1_P1	40.77	42.21	43.31	43.51	43.08	42.57	1.01
D025_R3_T1_P2	57.42	58.99	59.46	56.84	56.70	57.88	1.13
D025_R3_T2_P1	19.37	16.58	16.67	16.07	15.56	16.85	1.32
D025_R3_T2_P2	22.95	22.30	23.16	23.24	22.36	22.80	0.39
D1_R1_T1_P1	44.34	42.84	42.68	44.21	43.34	43.48	0.69
D1_R1_T1_P2	48.53	48.74	47.68	47.27	48.47	48.14	0.56
D1_R1_T2_P1	17.90	18.19	17.75	15.98	17.44	17.45	0.77
D1_R1_T2_P2	19.67	20.16	19.82	20.31	20.91	20.18	0.43
D1_R2_T1_P1	46.67	45.17	44.24	45.79	46.33	45.64	0.87
D1_R2_T1_P2	49.48	49.25	50.69	47.78	48.11	49.06	1.04
D1_R2_T2_P1	14.51	12.88	13.63	13.48	13.50	13.60	0.53
D1_R2_T2_P2	12.50	12.89	12.26	12.84	13.62	12.82	0.46
D1_R3_T1_P1	39.86	41.38	42.67	42.18	40.99	41.42	0.98
D1_R3_T1_P2	40.92	42.65	45.72	45.78	46.74	44.36	2.20
D1_R3_T2_P1	14.70	13.68	14.15	13.53	13.21	13.85	0.52
D1_R3_T2_P2	15.87	16.73	17.10	16.00	16.46	16.43	0.45
D2_R1_T1_P1	38.03	38.09	38.86	38.61	36.04	37.93	1.00
D2_R1_T1_P2	43.28	40.62	41.94	44.10	43.62	42.71	1.27
D2_R1_T2_P1	15.82	17.09	15.50	14.91	16.04	15.87	0.72
D2_R1_T2_P2	17.58	18.00	17.19	18.00	16.68	17.49	0.50
D2_R2_T1_P1	39.63	39.90	40.89	40.96	41.28	40.53	0.64
D2_R2_T1_P2	46.35	41.77	42.98	43.42	43.65	43.63	1.50
D2_R2_T2_P1	13.49	13.54	14.28	14.13	13.99	13.88	0.32
D2_R2_T2_P2	17.89	16.91	16.42	16.45	16.29	16.79	0.59
D2_R3_T1_P1	40.35	41.60	40.30	42.42	42.14	41.36	0.89
D2_R3_T1_P2	48.31	48.24	45.55	45.66	47.43	47.04	1.21
D2_R3_T2_P1	14.74	15.13	13.44	12.34	13.65	13.86	0.99
D2_R3_T2_P2	13.36	14.01	15.33	15.34	16.53	14.91	1.11



Run Code (COC)	Run1 [N]	Run2 [N]	Run3 [N]	Run4 [N]	Run5 [N]	Mean [N]	Stdev
D025_R1_T1_P1	32.61	34.20	33.60	32.67	32.72	33.16	0.63
D025_R1_T1_P2	34.08	33.57	33.56	31.77	31.95	32.99	0.94
D025_R1_T2_P1	36.23	35.91	35.56	36.43	34.24	35.67	0.78
D025_R1_T2_P2	42.47	39.91	39.40	44.65	41.35	41.56	1.89
D025_R2_T1_P1	36.32	35.79	35.46	39.45	40.04	37.41	1.93
D025_R2_T1_P2	41.38	39.00	39.17	38.25	38.57	39.28	1.10
D025_R2_T2_P1	52.04	53.54	57.28	55.88	54.87	54.72	1.82
D025_R2_T2_P2	57.53	63.59	61.06	65.17	60.86	61.64	2.61
D025_R3_T1_P1	39.24	41.38	41.47	42.63	40.75	41.09	1.11
D025_R3_T1_P2	48.03	48.60	48.46	50.89	48.28	48.85	1.04
D025_R3_T2_P1	76.21	73.40	76.62	71.78	80.87	75.78	3.11
D025_R3_T2_P2	86.21	86.41	88.22	84.68	87.38	86.58	1.19
D1_R1_T1_P1	30.35	30.25	28.89	27.81	28.65	29.19	0.98
D1_R1_T1_P2	28.95	31.06	29.35	27.56	28.19	29.02	1.19
D1_R1_T2_P1	38.79	31.55	30.61	30.87	35.43	33.45	3.18
D1_R1_T2_P2	44.44	39.25	38.74	41.19	45.20	41.76	2.64
D1_R2_T1_P1	26.24	29.33	30.89	30.36	33.63	30.09	2.39
D1_R2_T1_P2	31.83	30.85	32.89	31.67	30.16	31.48	0.93
D1_R2_T2_P1	54.87	53.09	53.91	54.67	55.39	54.39	0.80
D1_R2_T2_P2	53.64	51.87	55.49	53.65	54.94	53.92	1.25
D1_R3_T1_P1	31.28	30.96	34.28	35.30	38.79	34.12	2.87
D1_R3_T1_P2	35.10	38.49	39.33	36.55	36.95	37.28	1.49
D1_R3_T2_P1	59.13	63.08	60.36	63.28	62.63	61.70	1.65
D1_R3_T2_P2	67.66	74.82	70.33	74.49	70.11	71.48	2.76
D2_R1_T1_P1	13.61	13.89	18.77	18.97	14.57	15.96	2.39
D2_R1_T1_P2	15.71	20.58	15.73	19.55	14.04	17.12	2.50
D2_R1_T2_P1	34.58	31.24	32.41	31.35	37.35	33.39	2.32
D2_R1_T2_P2	33.89	36.92	35.27	34.61	40.72	36.28	2.44
D2_R2_T1_P1	20.04	20.32	20.34	25.54	21.54	21.56	2.06
D2_R2_T1_P2	18.73	18.89	18.05	27.04	18.08	20.16	3.46
D2_R2_T2_P1	47.16	79.88	74.68	58.05	67.23	65.40	11.71
D2_R2_T2_P2	64.30	65.26	65.41	63.27	64.28	64.50	0.78
D2_R3_T1_P1	19.99	17.50	14.91	53.22	17.25	24.57	14.41
D2_R3_T1_P2	20.18	23.60	25.28	24.99	30.40	24.89	3.30
D2_R3_T2_P1	60.70	61.34	86.57	77.96	73.35	71.99	9.91
D2_R3_T2_P2	82.47	84.55	84.31	91.45	94.59	87.47	4.69