

Assorbimento e perdita di umidità nel tempo: variazioni dimensionali per una PA 6

Angiolino Panarotto e Damiano Piacentini CESAP

Il presente lavoro segue quanto già pubblicato su Macplas nel mese di gennaio 2002 e riguardante l'influenza delle proprietà fisiche di una PA 6 prodotte da un diverso grado di cristallinità causato da diverse condizioni di stampaggio. Nel presente lavoro, peraltro del tutto autonomo, si desidera approfondire sperimentalmente la stabilità dimensionale conseguente alle diverse condizioni di esercizio. Il materiale utilizzato è una PA 6 della BASF denominata Ultramid B3S; i provini vengono stampati con una pressa ad iniezione della MIR.

Perché La PA 6 assorbe umidità: chimica

La PA 6 viene prodotta attraverso una reazione di poliaddizione del caprolattame: monomero che contiene entrambi i gruppi funzionali: acido ed amminico. L'equilibrio della reazione è spostato verso i prodotti di policondensazione attraverso la sottrazione di acqua liberata durante la formazione del legame ammidico. La caratteristica idrofila è dovuta alla polarità dei segmenti di molecola che per affinità trattengono con deboli legami elettrostatici le molecole di acqua.

L'acqua assorbita dai granuli dall'umidità atmosferica produce gravi inconvenienti durante il processo di trasformazione poiché risulta presente alla temperatura di fusione della PA6 con conseguente possibilità di idrolisi (rottura) del legame ammidico (peptidico). La presenza di umidità superiore al limite accettato dello 0.2% genera un abbassamento della viscosità del polimero fuso per evidente diminuzione del peso molecolare medio dovuto alla rottura di un gran numero di legami principali della catena. Altri fattori che influenzano i processi degradativi riguardano la temperatura di trasformazione e quindi l'energia a disposizione delle molecole per attivare la reazione di decomposizione dei legami più deboli ed il tempo di permanenza alle alte temperature (tempo medio di residenza del polimero in camera di plastificazione). Tempi superiori ai 10-15 minuti di permanenza a temperature ordinarie di trasformazione implicano un apprezzabile inizio di degradazione e pertanto il materiale coinvolto dovrà essere accantonato e non riciclato nel processo produttivo. Additivi, cariche e coloranti possono fare diminuire ulteriormente questo tempo limite di permanenza nel cilindro.

Una percentuale di umidità superiore allo 0.25% innescando i processi degradativi porta ad un deterioramento delle proprietà elastiche e di resistenza all'urto oltre ad evidenti problemi estetici (sfiammature o bolle)

Condizionamento igroscopico:

I pezzi di nylon appena stampati sono secchi, ma assorbono umidità dall'atmosfera fino a raggiungere uno stato di equilibrio. L'intervallo di tempo durante il quale si verifica l'assorbimento di umidità dipende dalla temperatura, dall'umidità relativa dell'ambiente, e dallo spessore di parete del pezzo stampato. Il contenuto di umidità all'equilibrio a 23°C e 50% di umidità relativa varia, a seconda del grado della poliammide che si prende in esame (in generale variabile tra 1,8 e 3% e per la PA 6 di valore indicativo 2.6%). In ambiente molto secco, una parte dell'acqua assorbita viene nuovamente ceduta a poco a poco. Un essiccamento spinto fino a contenuti residui inferiori allo 0.08% oltre ad annullare completamente la plasticizzazione in fase solida implica durante la trasformazione incrementi di viscosità tali da impedirne la normale trasformazione. Un essiccamento spinto avviene solo dopo lungo tempo, in atmosfera molto secca e a temperatura elevata. E' importante ricordare che le proprietà meccaniche sono influenzate dall'umidità. Caratteristiche come la resistenza allo snervamento, il modulo a trazione e la durezza diminuiscono all'aumentare del tenore di umidità, mentre la tenacità si accresce notevolmente. Ai fini pratici tutti i pezzi di nylon devono assorbire un determinato tenore di umidità prima dell'uso.

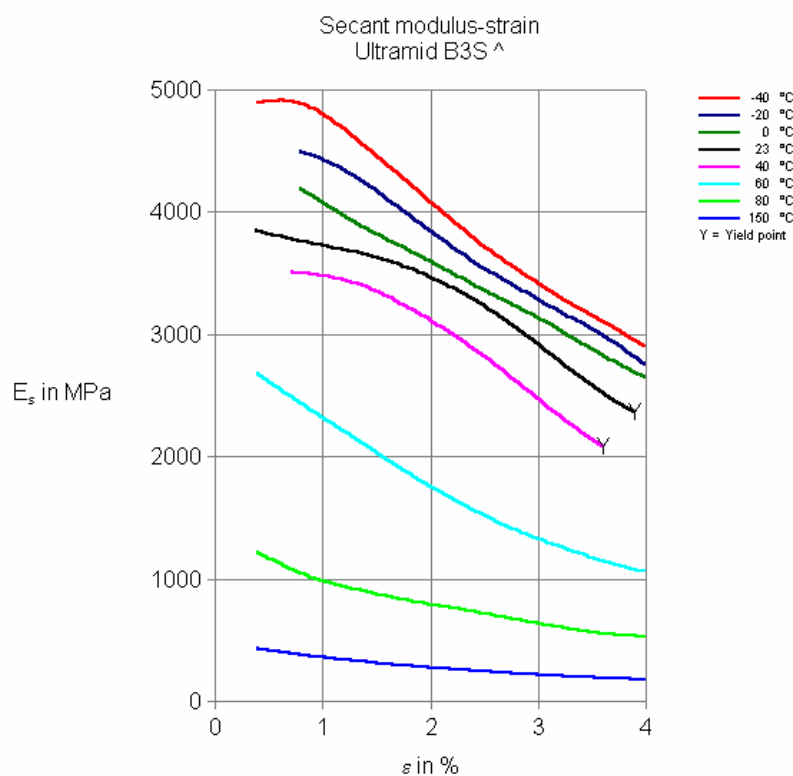
Caratteristica fisica	Provino secco (subito dopo lo stampaggio)	Provino all'equilibrio in aria a 23°C e 50% UR
Resistenza all'urto Charpy senza intaglio a	250	N

CON IL PATROCINIO DI: UNIONPLAST, ASSOCOMAPLAST,
 UNIONE INDUSTRIALI DI BERGAMO,
 TORINO, TREVISO E VARESE,
 APILOMBARDA, ASSOCIAZIONE E
 UNIONE ARTIGIANI DI BERGAMO



CESAP S.r.l. CONSORTILE
 VIA VIENNA 56 – 24040 ZINGONIA (BG) – TEL 035 884600 – FAX 035 884431
 e-mail: info@cesap.com
www.cesap.com

23 °C [kJ/m ²]		
Resistenza all'urto Charpy con intaglio a 23°C [kJ/m ²]	4	50
Resistenza a snervamento [N/mm ²]	90	45
Modulo Elastico secante [N/mm ²]	3400	1200
Allungamento a rottura [%]	10	>50



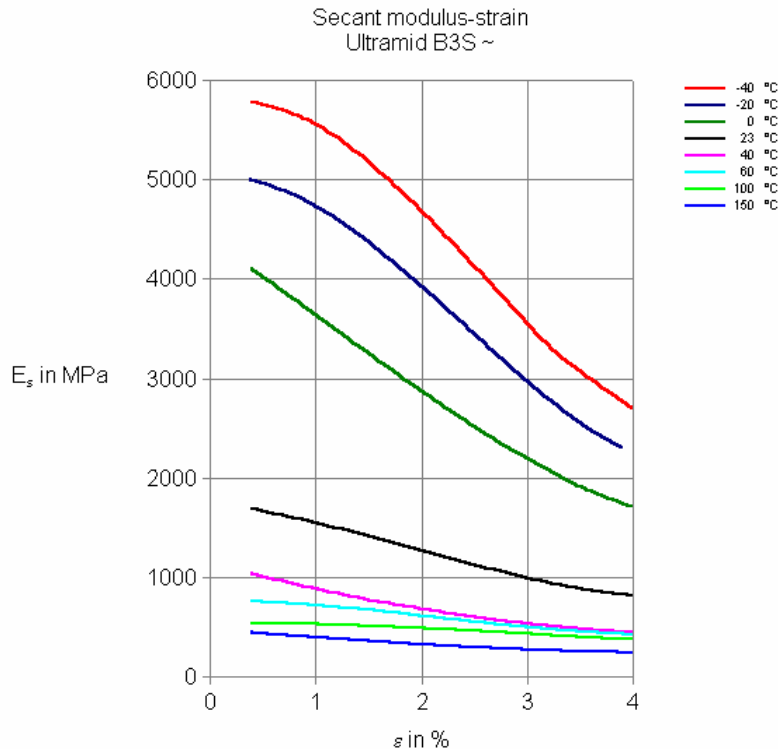


figura 1 Caratteristiche meccaniche (andamento del modulo elastico secante a diverse temperature) di una stessa PA 6 secca (B3S[^]) e dopo saturazione (B3S⁻)

Si nota come la rigidità subisca una brusca diminuzione in corrispondenza della abituali condizioni d esercizio (23-60°C) mentre tale variazione è oltremodo contenuta per le temperature estreme. A temperatura ambiente la rigidità passa da 3-4000 N/mm² a 1-2000 N/mm² quando il materiale assorbe il 2.6-2.7% di umidità.

Poiché la velocità di assorbimento di umidità aumenta con l'incremento di temperatura e di umidità dell'ambiente, ne deriva che il condizionamento dei pezzi di poliammide, può essere effettuato in atmosfera calda e umida, o in acqua moderatamente calda.

Condizioni applicative per realizzare l'assorbimento di umidità

- Condizionamento in atmosfera calda e umida a 50°C e 80-90% di umidità relativa.
E' una condizione riproducibile solo per mezzo di una cella climatica, in quanto non è possibile in ambiente normale mantenere costante la temperatura e l'umidità relativa. Il processo di condizionamento normalmente si arresta quanto il pezzo ha assorbito un punto percentuale superiore all'equilibrio che manterrà alla temperatura di esercizio (alle condizioni standard di esercizio: 23°C e 50% UR si arresta l'umidificazione quando la PA 6 ha acquistato il 3 – 4 % di acqua). Questo sistema richiede alcune ore per gli articoli spessi 1 mm, e alcuni giorni per gli articoli spessi 6 mm. Dopo il condizionamento è opportuno richiudere i pezzi in sacchetti di polietilene per impedire una possibile ed incontrollata perdita di umidità durante lo stoccaggio.
Il metodo descritto, assicurando i necessari tempi per la diffusione, all'interno di tutto lo spessore, permette di ottenere un'uniforme distribuzione dell'umidità, eliminando le possibili variazioni di umidità tra interno ed esterno e riducendo i pericolosi pensionamenti interni.
- Condizionamento in acqua bollente.
E' il sistema più pratico ed utilizzato: consiste nel fare bollire i pezzi in acqua; la quantità di acqua assorbita è in funzione del tempo e dello spessore del pezzo fino a saturazione. Questo metodo non



assicura una distribuzione uniforme dell'acqua nel pezzo rispetto a quella che si ottiene mediante esposizione ad umidità relativa costante per lungo tempo. Un sistema suggerito per eliminare il problema è quello di fare assorbire ai pezzi dal 3 al 4% d'acqua in peso e quindi chiudere in sacchetti stagni i pezzi per impedire la diffusione verso l'esterno dell'acqua superficiale in eccesso che invece dovrà penetrare all'interno. Dopo parecchi giorni (almeno 10) ci aspettiamo di aver ottenuto una discreta omogeneità sullo spessore con il contenuto totale di umidità sempre al 3-4 %.

Comunque il condizionamento può anche avvenire a temperature più basse di quelle d' ebollizione, è ovvio che i tempi per raggiungere la percentuale di umidità richiesta si allungano. E' sconsigliata l'immersione in acqua fredda perché oltre ad allungarsi i tempi per raggiungere il tenore di umidità richiesta, si generano dei tensionamenti superficiali sui pezzi.

- **Condizionamento in acqua con acetato di potassio.**
I provini vengono immersi in un recipiente, munito di coperchio e di un condensatore a riflusso per evitare che la soluzione di acetato di potassio e acqua evapori durante l'ebollizione. La soluzione viene realizzata mescolando 125 g di acetato di potassio con 100 g di acqua. La temperatura di prova della soluzione si aggira intorno a 120°C per accelerare al massimo il processo. I problemi maggiori sono costituiti dal costo dell' acetato di potassio e dalla necessità di mantenere costante la concentrazione della soluzione. L'equilibrio che si ottiene è ottimo. Tale trattamento è sconsigliato quando si devono testare provini per prove elettriche o di combustione per la presenza di piccoli quantitativi di acetato di potassio che vengono assorbiti in superficie.

Il primo metodo è il più utilizzabile quando i pezzi devono lavorare in aria mentre il secondo è indispensabile quando i pezzi devono lavorare in acqua. Vale comunque la regola che i pezzi devono essere condizionati fino ad assorbire quella umidità che poi incontreranno durante l'esercizio: se il pezzo dovrà lavorare in acqua si raggiungerà durante il condizionamento la saturazione completa.

Il terzo metodo viene di norma utilizzato per condizionare i provini di laboratorio per test meccanici o termici.

Assorbimento di umidità

L'assorbimento di umidità comporta anche una variazione dimensionale. Se l'acqua è uniformemente distribuita si ha un aumento di volume di circa lo 0,9% per ogni 1% in peso di umidità assorbita ed un corrispondente allungamento lineare medio di 0,2-0,3%. In molti casi, la variazione dimensionale derivante dal condizionamento compensa in ampia misura il ritiro di articoli stampati ad iniezione, per cui nella progettazione di uno stampo si rende opportuno basarsi non già sulle dimensioni del pezzo secco, bensì di quello condizionato.

Va tuttavia considerato che quando gli spessori sono elevati anche un assorbimento parziale rispetto all' equilibrio non pregiudica le caratteristiche meccaniche del pezzo e ne permette un corretto uso. Nei più comuni stati di sollecitazione a flessione e durante gli urti sono coinvolti massimamente solo gli strati superficiali che anche nei pezzi di grosso spessore sono comunque all'equilibrio, mentre la deficienza riguarda solo gli strati più interni. Capita anche che il raggiungimento dell'equilibrio non venga mai raggiunto per la difficoltà alla diffusione e per i tempi estremamente lunghi necessari.

Parte sperimentale (variazione di peso e dimensionale)

- **Condizionamento in acqua bollente, stabilizzazione a condizioni normali.**

I provini stampati secondo la Norma ASTM D 822 sono stati stabilizzati in aria a condizioni standard per 72 ore prima delle prove di immersione.

I provini sono stati quindi immersi in un bagno d'acqua a 75°C per 24 ore, successivamente prelevati e pesati per controllare l'assorbimento d'acqua in peso e le variazioni dimensionali. Riportiamo in tabella 1e 2 i valori ottenuti.

Condizioni iniziali	Condizioni dopo 72 ore di stabilizzazione in aria a 23°C e 50% UR e prima della immersione
---------------------	--



CESAP S.r.l. CONSORTILE
VIA VIENNA 56 – 24040 ZINGONIA (BG) – TEL 035 884600 – FAX 035 884431
e-mail: info@cesap.com
www.cesap.com

temperatura dello stampo [°c]	tempo di raffreddamento [secondi], identificazione [sigla]	peso iniziale (t=0) [g]	peso del provino [g]	variazione dei pesi in [%] rispetto al peso iniziale	ritiro [mm]	variazione dei ritiri rispetto alla matrice di 130 mm in [%]
40	10 / A1	5,760	5,789	0,506	128,85	0,88
	20 / A2	5,760	5,789	0,506	128,85	0,88
	40 / A3	5,760	5,796	0,630	129,43	0,44
60	10 / B1	5,750	5,776	0,460	128,67	1,02
	20 / B2	5,760	5,780	0,354	128,81	0,92
	40 / B3	5,760	5,783	0,393	128,91	0,84
80	10 / C1	5,720	5,742	0,377	128,51	1,14
	20 / C2	5,720	5,745	0,434	128,60	1,08
	40 / C3	5,720	5,749	0,499	128,66	1,03
100	10 / D1	5,680	5,701	0,375	128,38	1,24
	20 / D2	5,680	5,700	0,358	128,47	1,18
	40 / D3	5,680	5,702	0,385	128,55	1,12
120	10 / E1	5,630	5,646	0,285	128,17	1,40
	20 / E2	5,630	5,648	0,324	128,27	1,33
	40 / E3	5,640	5,653	0,238	128,38	1,25
140	10 / F1	5,600	5,620	0,357	127,95	1,57
	20 / F2	5,610	5,620	0,183	128,08	1,48
	40 / F3	5,610	5,621	0,190	128,17	1,41

tabella 1 Pesì e ritiri nelle condizioni iniziali prima della immersione e dopo la stabilizzazione di 72 ore in aria a condizioni standard.

Dall'analisi della terza colonna si evidenzia una diminuzione di peso all'aumentare della sola temperatura dello stampo dovuta allo scorrimento nella cavità di materiale più caldo e quindi con volumi specifici superiori. Appositamente non si è variato il tempo e la pressione di compattamento che avrebbero introdotto altre variabili complicando l'analisi dei risultati. I ritiri giustamente seguono l'andamento descritto mostrando un aumento correlato al minor peso (minor materiale introdotto a parità di volume); a ciò si deve anche aggiungere una maggiore cristallinità che incrementa ulteriormente i ritiri nelle condizioni di stampo caldo. Per la stessa temperatura dello stampo ma mantenendo tempi diversi di permanenza si osserva un ritiro maggiore per quei provini che stazionano di meno all'interno dello stampo: Il raffreddamento, in tal caso, risulta meno vincolato.

identificazione [sigla]	Dopo 24 ore di immersione				Dopo 24 ore di estrazione			
	peso del provino dopo 24 ore di immersione in H ₂ O [g]	variazione dei pesi rispetto a t=0 in [%]	ritiro dopo 24 ore di immersione in H ₂ O [mm]	variazione dei ritiri rispetto alla matrice di 130 mm in [%]	peso del provino 24 ore dopo l'estrazione dall' H ₂ O [g]	variazione dei pesi in rispetto a t=0 [%]	ritiro 24 ore dopo l'estrazione dall'H ₂ O [mm]	variazione dei ritiri rispetto alla matrice di 130 mm in [%]
A1	6,221	7,997	129,86	0,105	6,140	6,604	129,48	0,88

A2	6,221	7,997	129,86	0,105	6,140	6,604	129,48	C
A3	6,222	8,014	129,92	0,063	6,133	6,483	129,49	C
B1	6,179	7,646	129,74	0,202	6,109	6,250	129,41	C
B2	6,182	7,326	129,76	0,186	6,104	5,965	129,42	C
B3	6,193	7,524	129,85	0,112	6,113	6,122	129,42	C
C1	6,188	8,178	130,20	-0,163	6,193	8,276	129,96	C
C2	6,190	8,217	130,21	-0,163	6,193	8,276	129,98	C
C3	6,181	8,056	130,15	-0,117	6,196	8,329	130,00	C
D1	6,131	7,933	129,89	0,086	5,980	5,275	129,24	C
D2	6,120	7,754	129,87	0,098	5,967	5,060	129,24	C
D3	6,157	8,391	130,27	-0,208	6,030	6,158	129,53	C
E1	6,155	9,329	130,31	-0,237	6,088	8,135	129,89	C
E2	6,152	9,275	130,31	-0,240	6,085	8,075	129,96	C
E3	6,157	9,170	130,30	-0,231	6,088	7,943	130,00	C
F1	6,111	9,118	130,17	-0,134	6,047	7,986	129,78	C
F2	6,105	8,820	130,19	-0,148	6,044	7,743	129,87	C
F3	6,111	8,934	130,23	-0,178	6,046	7,779	129,95	C

tabella 2 Pesi e le misure dei provini dopo 24 ore di immersione in acqua e dopo 24 ore dall'estrazione e mantenimento in aria a condizioni standard.

Nelle condizioni di immersione specificate, cioè a 75°C, dopo 24 ore siamo vicini alla saturazione per tutti i provini stampati. Dall'analisi dei valori si nota una tendenza all'aumento di umidità e di dimensioni per i provini stampati con stampo più caldo.

Dopo l'estrazione si assiste allo stesso andamento con una minore perdita di umidità e quindi ritiri inferiori per i pezzi stampati più caldi.

Visti i risultati delle esperienze condotte provini stampati nelle diverse condizioni di stampaggio, analizzati e commentati gli andamenti in funzione delle temperature dello stampo, si è passati all'analisi dinamica del processo di assorbimento e desorbimento utilizzando una sola serie di condizioni di stampaggio corrispondente ai tipi C (80° di stampo).

La curva rappresentante l'assorbimento di acqua durante l'immersione a 75°C in funzione del tempo raggiunge il suo valore massimo (saturazione) intorno alle 30-40 ore. Nel tempo successivo la percentuale di acqua presente nel polimero si mantiene costante: tale fenomeno si è evidenziato per tutte le condizioni di residenza nello stampo (C1: 10 secondi, C2: 20 secondi e C3: 40 secondi). L'assorbimento massimo di umidità si assesta quindi intorno al 9% con tempi appena maggiori delle 30 ore; successivamente e per tutto il restante tempo la % di umidità non aumenta più.

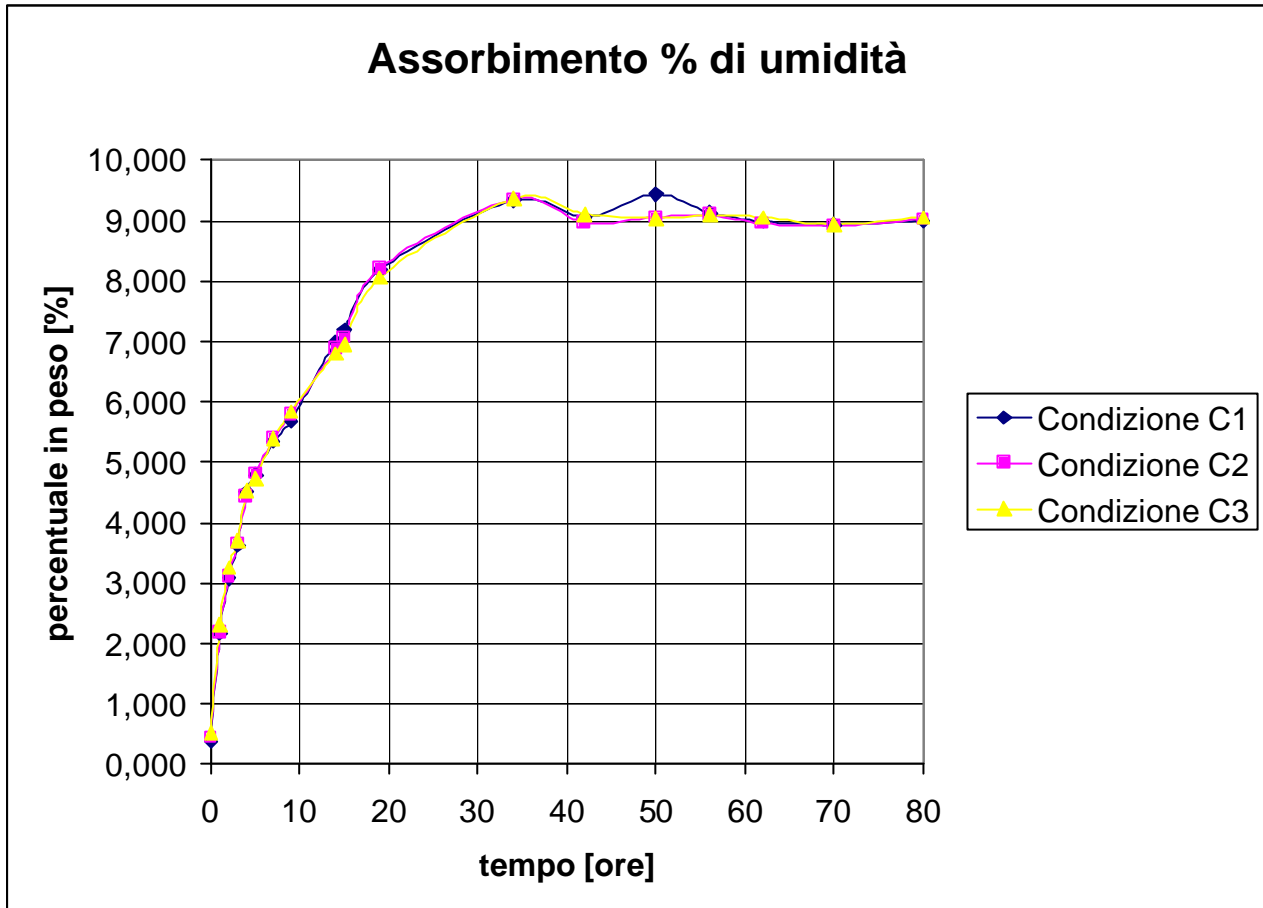


figura 3: Andamento della percentuale di umidità assorbita in funzione del tempo per una PA 6 immersa in acqua a 75 °C.

Successivamente il campione viene tolto dall'acqua e lasciato a temperatura ambiente per un tempo totale di 96 ore. Il peso del provino diminuisce dapprima velocemente e quindi sempre più lentamente fino ad arrivare in tempi molto lunghi all'equilibrio nelle condizioni ambientali definite.

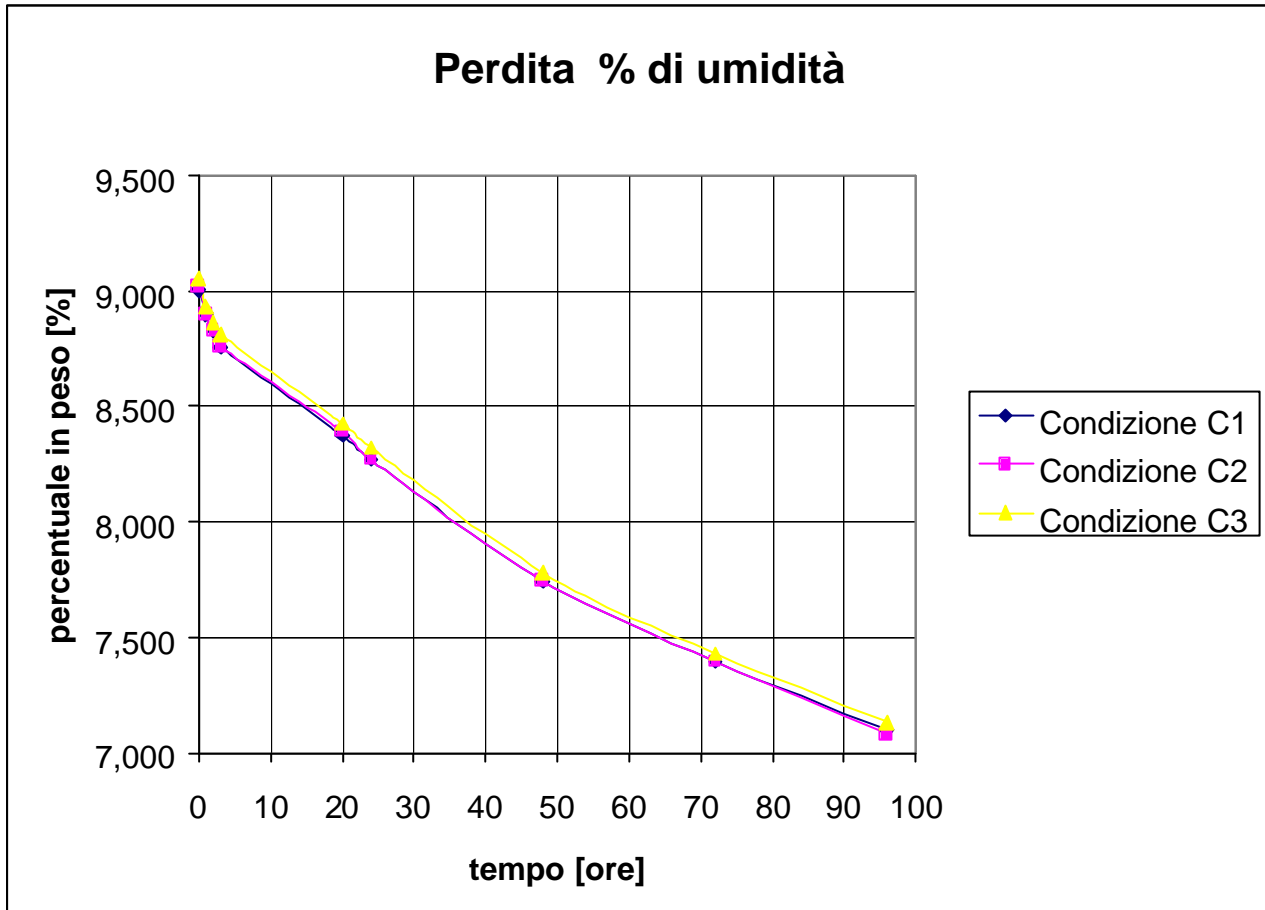


figura 4: Andamento della percentuale di umidità persa in funzione del tempo per una PA 6 mantenuta in aria nelle condizioni standard di 23°C e 50% UR (partendo dalla saturazione).

I dati sperimentali ricavati che esprimono in funzione del tempo la quantità di acqua via via assorbita dal pezzo, permettono di determinare il valore di diffusività da utilizzare nei modelli matematici che legano tra loro il tempo, lo spessore e la quantità di acqua diffusa.

Peso iniziale 5,742 g, peso a saturazione 6,254 g , acqua assorbita massima (a saturazione) nelle condizioni specificate =0,512 g

Condizione C1

Tempo [ore]	Peso [g]	acqua rispetto alla saturazione [%]
0	5,742	0
1	5,844	0,199219
2	5,896	0,300781
3	5,927	0,361328
4	5,978	0,460938
5	5,994	0,492188
7	6,026	0,554688
9	6,045	0,591797
14	6,120	0,738281
15	6,131	0,759766
19	6,188	0,871094

34

6,254

1

tabella 3 Dati sperimentali per il calcolo della diffusione di acqua in PA6 dovuta alla immersione in acqua a 75°C per un provino spesso 0.3 cm.

Poiché i dati sperimentali si riferiscono alle condizioni di assorbimento di acqua in una PA 6 immersa in acqua a 75°C, i calcoli della diffusività del materiale si riferiscono a queste condizioni. La conoscenza della diffusività permetterà quindi di estrapolare correttamente i valori e di calcolare il tempo necessario a raggiungere un certo grado di assorbimento in funzione dello spessore del pezzo. Il calcolo della diffusività viene effettuato tramite la relazione

$$D = \frac{P * (2b)^2}{16t} * \left(\frac{Mt}{Ms}\right)^2 \quad 1)$$

dove:

t= tempo [secondi]

2b=spessore [centimetri]

Mt= quantità di acqua assorbita al tempo t (grammi/cm²)

Ms= quantità di acqua assorbita a saturazione (grammi/cm²)

La media dei valori sperimentali di D nel campo dei ridotti assorbimenti (inferiori a ½ della saturazione) vale:
D=2,19E -7 cm²/s

Per verifica, il ricalcolo del tempo necessario affinché il pezzo di PA 6 di spessore 0,3 cm assorba la metà dell'umidità a saturazione (Mt/Ms=0,5), immerso in acqua a 75°C, fornisce il valore di 20136 secondi a cui corrispondono 5,6 ore. Il tempo calcolato è del tutto allineato con i valori sperimentali che forniscono alla 5 ora un rapporto rispetto alla saturazione di 0,48 mentre alla 7 ore un rapporto di 0,55.

Verificata numericamente l'attendibilità del calcolo della diffusività siamo ora in grado di costruire la curva dell'andamento nel tempo dell'umidità assorbita in funzione dello spessore del pezzo.

Poiché risulta industrialmente interessante riferire i tempi all'assorbimento del 3% di umidità pari cioè ad 1/3 della umidità a saturazione, si costruirà tale curva.

Per Mt/Ms=1/3

Dalla 1) si ottiene con alcuni passaggi

$$t = \frac{P}{16 * 9D} * (2b)^2$$

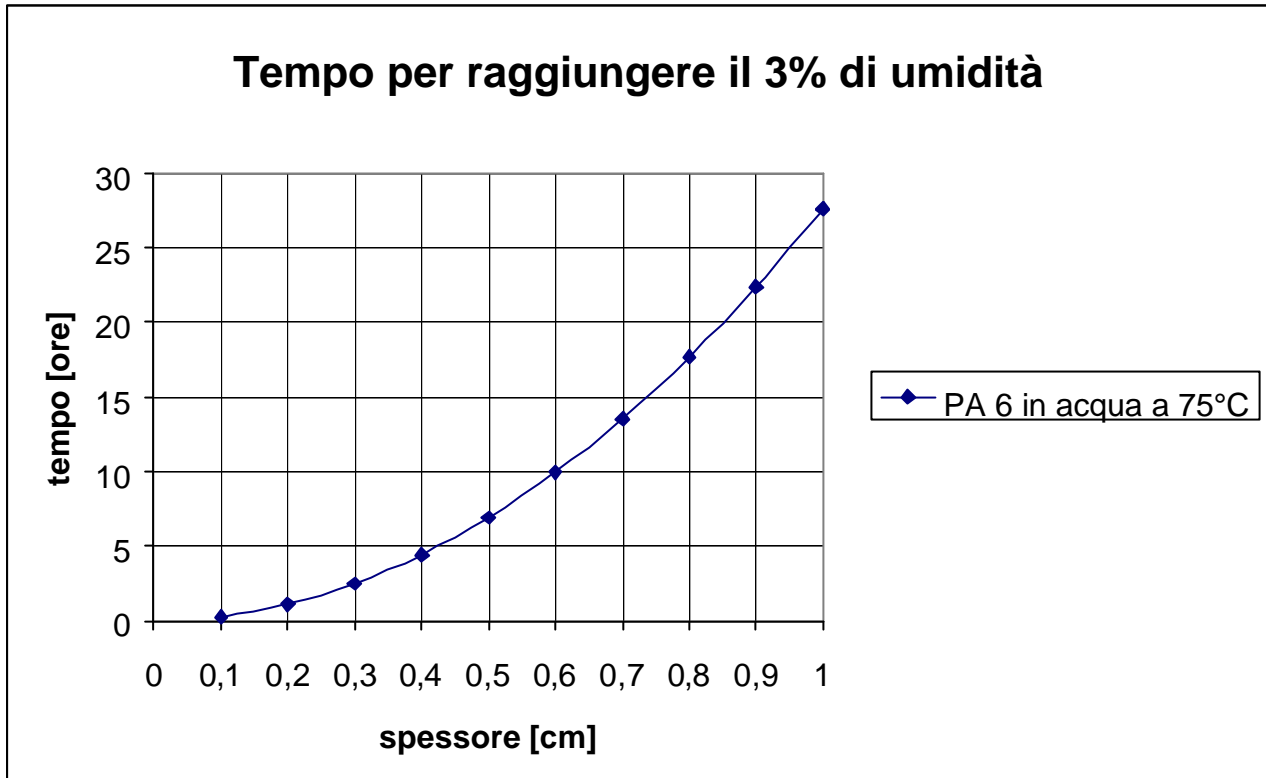


figura 5 tempo necessario per raggiungere il 3% d umidità in funzione dello spessore per una PA 6 immersa in acqua a 75°C.

L'andamento risulta parabolico come avviene nei processi di raffreddamento ed indica la difficoltà crescente (parabolica) all'assorbimento di umidità all'aumentare dello spessore.

Oltre alla variazione di massa è possibile riportare su un grafico le corrispondenti variazioni dimensioni che mostrano lo stesso andamento: ad ogni variazione di peso è legata a una variazione di volume e quindi di dimensioni. Il volume di acqua introdotto è ben inferiore all'aumento di volume del pezzo, e differisce tanto più quanto maggiori sono le forze di coesione tra le molecole di acqua e di polimero.

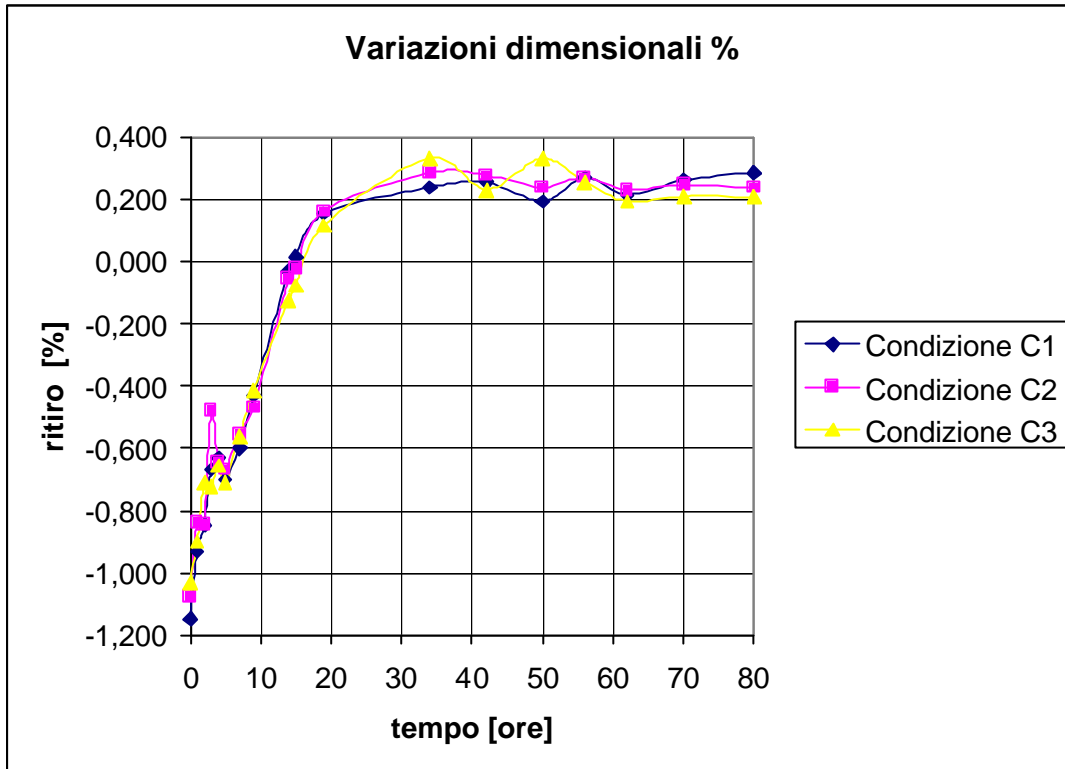


figura 6: Andamento dei ritiri rispetto alla misura di 130 mm in funzione del tempo per una PA 6 immersa in acqua a 75 °C.

Conformemente all'aumento del peso si nota che appena dopo la trentesima ora si raggiunge il massimo dimensionale con espansioni (segno positivo: dimensione maggiore di quella nominale) invece che ritiri. L'espansione lineare massima dello 0.2% si mantiene poi costante nel tempo.

I provini vengono tolti dall'acqua e lasciati a temperatura ambiente a 23°C con 50% UR: la variazione dimensione è elevata nei primi tempi, mentre diminuisce successivamente diventando molto bassa nei pressi dell'equilibrio. Il provino passa da una misura di circa 130.37 mm a 129.67 mm in 96 ore arrivando a ritiri complessivi di -0.25%.

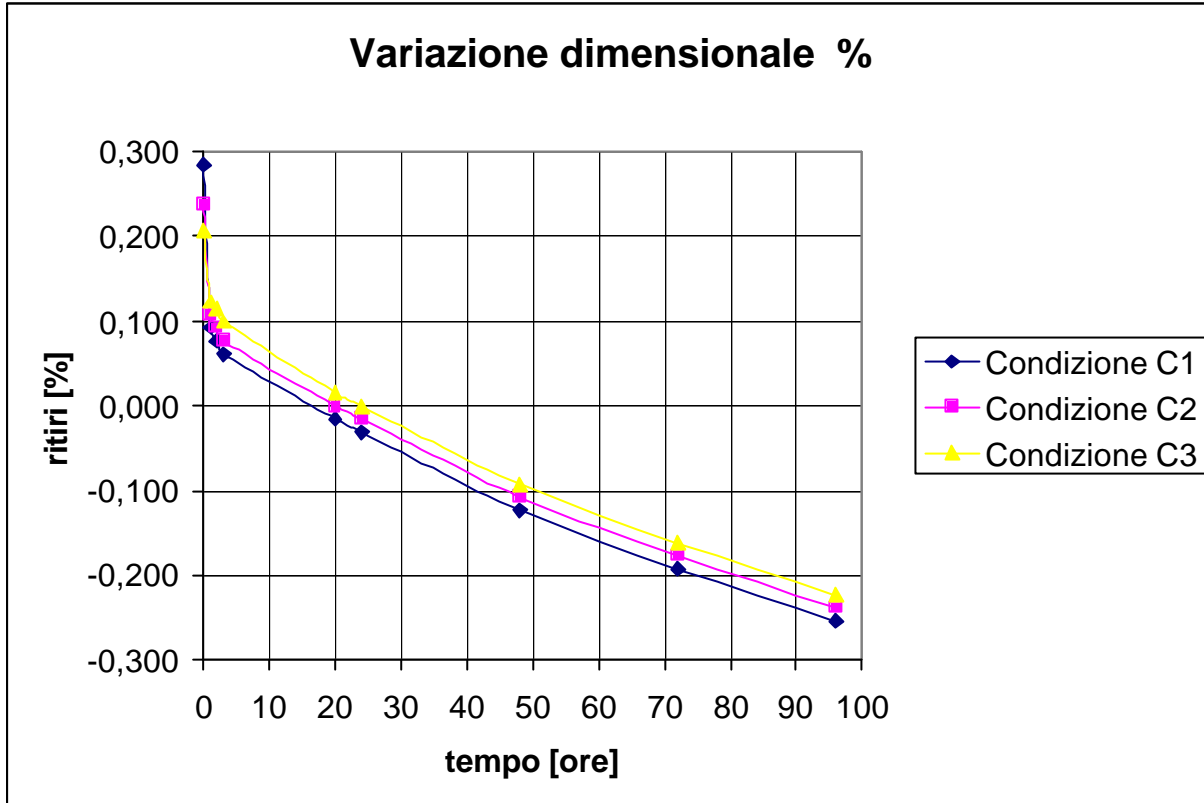


figura 7: Andamento dei ritiri in funzione del tempo per una PA 6 mantenuta in aria nelle condizioni standard di 23°C e 50% UR (partendo dalla saturazione).

Il provino successivamente ma con lentezze crescenti si porterà alle condizioni di equilibrio per quell'ambiente in cui è immerso.

- **Effetto della ricottura**

Le prove di variazione dimensionale e di peso, sono proseguite con il processo di ricottura. L'assestamento delle tensioni interne, molto lento a temperatura ambiente, accelera notevolmente all'aumentare della temperatura e può portare a contrazioni dell'ordine del 1÷1,2% a temperatura di 180÷200°C. Il trattamento di

ricottura ha lo scopo di accelerare il processo di assestamento delle lunghe catene molecolari e di favorire la ricristallizzazione. Si ottengono pezzi che nelle condizioni di lavoro presenteranno trascurabili successive variazioni dimensionali.

L'operazione consiste in un riscaldamento dei pezzi, in un bagno di olio minerale portato ad una temperatura di 20÷30°C superiore a quella d'impiego del pezzo e controllato termostaticamente fino alla temperatura desiderata. In linea generale, per la ricottura della PA 6 si impiega spesso una temperatura di 150°C (40-50 gradi inferiore al VICAT) per impedire eccessive deformazioni del pezzo. Solitamente, la durata del trattamento varia da 5 a 30 minuti per ogni millimetro di spessore di parete del pezzo. E' necessario tenere in agitazione il bagno d'olio per non avere surriscaldamenti locali che porterebbero a deformazione dei pezzi. E' particolarmente importante quando si vuole ricuocere un gran numero di pezzi di piccole dimensioni, sistemarli in un cestello di rete metallica provvisto di coperchio, per impedire ai pezzi di galleggiare o di affondare e immergerli nel bagno di ricottura per il tempo predefinito. Una volta tolto dal bagno il pezzo deve essere raffreddato lentamente, si utilizza di norma un recipiente di cartone che si possa chiudere in modo da evitare che possibili correnti d'aria portino oltre all'ossidazione anche a tensionamenti superficiali. Successivamente vengono tolte le tracce residue di olio mediante lavaggio con opportuni solventi (come la trielina). La prova di ricottura è stata condotta su 5 provini per ogni condizione di stampaggio.

Nella tabella 4 e 5, sono indicati i pesi ed i ritiri dopo 504 ore dallo stampaggio, i pesi ed i ritiri 24 ore e 240 ore dopo la ricottura mantenendo i provini in ambiente controllato a 23°C e 50% UR. La ricottura è stata condotta alla temperatura di 150°C in olio per 10-15 minuti e quindi il provino è stato fatto raffreddare lentamente e stabilizzato in aria a condizioni controllate.

tipo di provino	Prima della ricottura e dopo 504 ore dallo stampaggio		Dopo 24 ore dalla ricottura		Dopo 240 ore dalla ricottura	
	peso del provino [g]	Variazione dei pesi in [%] rispetto a t=0	peso del provino [g]	Variazione dei pesi in [%] rispetto a t=0	peso del provino [g]	Variazione dei pesi in [%] rispetto a t=0
A1	5,802	0,808	5,801	0,799	5,838	1,442
A2	5,802	0,808	5,801	0,799	5,846	1,484
A3	5,805	0,781	5,812	0,894	5,842	1,415
B1	5,786	0,617	5,787	0,643	5,823	1,261
B2	5,794	0,590	5,799	0,668	5,831	1,233
B3	5,794	1,320	5,795	0,599	5,829	1,198
C1	5,796	0,612	5,751	0,542	5,786	1,154
C2	5,755	0,664	5,758	0,656	5,793	1,267
C3	5,758	0,581	5,760	0,699	5,800	1,320
D1	5,713	0,590	5,715	0,616	5,748	1,197
D2	5,714	0,599	5,717	0,651	5,750	1,224
D3	5,714	0,599	5,715	0,607	5,749	1,215
E1	5,648	0,331	5,650	0,355	5,690	0,986
E2	5,655	0,444	5,663	0,577	5,694	1,137
E3	5,655	0,257	5,661	0,363	5,693	0,940
F1	5,625	0,446	5,663	0,589	5,663	1,116
F2	5,629	0,330	5,637	0,472	5,667	1,107
F3	5,629	0,339	5,634	0,428	5,666	0,989

Tabella 4 Variazioni del peso dovute alla ricottura

tipo di provino	Prima della ricottura e dopo 504 ore dallo stampaggio		Dopo 24 ore dalla ricottura		Dopo 240 ore dalla ricottura	
	ritiro [mm]	Variazione dei ritiri rispetto a 130 mm [%]	ritiro [mm]	Variazione dei ritiri rispetto a 130 mm [%]	ritiro [mm]	Variazione dei ritiri rispetto a 130 mm [%]
A1	128,86	0,87	128,43	1,21	128,50	1,15
A2	128,86	0,87	128,43	1,21	128,57	1,10
A3	129,41	0,45	128,50	1,16	128,56	1,10
B1	128,70	1,00	128,40	1,23	128,46	1,18
B2	128,85	0,88	128,46	1,18	128,53	1,13
B3	128,88	0,86	128,45	1,20	128,50	1,15
C1	128,52	1,14	128,34	1,28	128,41	1,22
C2	128,64	1,05	128,40	1,23	128,47	1,18
C3	128,66	1,03	128,37	1,25	128,45	1,19
D1	128,41	1,22	128,28	1,32	128,35	1,26
D2	128,51	1,14	128,37	1,26	128,45	1,19
D3	128,60	1,08	128,38	1,25	128,45	1,19
E1	128,17	1,40	128,11	1,45	128,18	1,40
E2	128,31	1,30	128,24	1,35	128,30	1,30
E3	128,38	1,25	128,26	1,34	128,32	1,29
F1	127,99	1,54	127,95	1,58	128,02	1,52
F2	128,11	1,45	128,07	1,48	128,13	1,43
F3	128,21	1,38	128,15	1,42	128,21	1,38

Tabella 5 Ritiri successivi alla ricottura

Con lo stampo a 40°C e 10 secondi di raffreddamento (condizione A1), si è verificato un post-ritiro dopo 504 ore di 0,87% ed un ritiro per ricottura dopo 24 ore di 0,34% (ritiro totale 1,21%). Dopo 240 ore dalla ricottura si nota una nuova variazione dimensionale corrispondente ad una leggera espansione per -0,056% (ritiro totale 1,15%). Confrontando il ritiro con quello del provino stampato a 60°C e 10 secondi di raffreddamento (condizione B1), si nota che dopo 504 ore il post-ritiro del provino B1 è pari a 1%, con un ritiro per ricottura dopo 24 ore di 0,23% (ritiro totale 1,23%), mentre dopo 240 ore la dimensione del provino si è espansa dello -0,05 % mostrando un ritiro globale di 1.18%. La differenza tra i ritiri finali delle due condizioni di stampaggio vale quindi 1,15-1,18=0,03%. Resta confermata la tendenza all'aumento dei ritiri all'aumentare della temperatura dello stampo (C1, D1, E1, F1) che aumenta in modo graduale da 0,03 a 0,12 %. La variazione dopo la ricottura (dopo 24 ore e dopo 240 ore) è invece sempre assai modesta rimanendo, in ogni condizione, confinata al di sotto dello 0.06% a conferma della notevole stabilità dimensionale acquisita.

Confrontando i ritiri appena dopo lo stampaggio (rispetto al valore della cavità) ed i ritiri successivi alla ricottura (per esempio dopo 240 ore) si nota un notevole scostamento dimensionale nel caso di pezzi stampati con stampo freddo. I pezzi stampati con stampo freddo, mentre ritirano poco inizialmente (valori prossimi a 0.9%), poi in esercizio (condizione estremizzata durante la ricottura) variano la propria dimensione ritirandosi con altri 0.3 % circa ed arrivando alla misura di -1.15 % circa. I pezzi stampati con stampo caldo invece, ritirano da subito di una quantità intorno ai 1.3 % che però si mantiene nel tempo. Nella terza colonna della tabella 6 si notano valori prossimi allo 0 nella variabilità dimensionale di confronto tra ritiro iniziale e dopo ricottura quando lo stampo è mantenuto a temperature prossime a quelle di ricottura.

Il materiale quindi si porta sempre all'equilibrio sta a noi scegliere il tempo in cui fare avvenire tale variazione, se subito o in esercizio con tutte le variabili non controllabili del caso.
 Vale cioè la regola pratica seguita da molti stampatori che mantengono al temperatura dello stampo uguale o appena più alta rispetto alle condizioni di esercizio del pezzo. In tal modo si garantisce una ottimale stabilità dimensionale del manufatto che in esercizio manterrà le dimensioni rilevate dopo stampaggio e raggiungimento dell'equilibrio in aria.

Variazione dei ritiri dopo ½ ora in [%]	Variazione dei ritiri dopo la ricottura in [%]	Differenza tra i ritiri dopo ½ ora e 240 ore dalla ricottura [mm]
0,88	1,15	0,27
0,88	1,10	0,22
0,41	1,10	0,69
1,00	1,18	0,18
0,90	1,13	0,23
0,83	1,15	0,32
1,14	1,22	0,08
1,06	1,18	0,12
1,01	1,19	0,18
1,22	1,26	0,04
1,16	1,19	0,03
1,12	1,19	0,07
1,38	1,40	0,02
1,30	1,30	0,00
1,22	1,29	0,07
1,53	1,52	0,01
1,45	1,43	0,02
1,38	1,38	0,00

Tabella 6 La stabilità dimensionale di un pezzo stampato è funzione della temperatura dello stampo e la ricottura porta alla massima stabilità dimensionale.