



UNIVERSITÀ  
DEGLI STUDI  
DI PADOVA



Dipartimento di Ingegneria Industriale

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria dell'energia Elettrica

TESI DI LAUREA MAGISTRALE IN  
INGEGNERIA DELL'ENERGIA ELETTRICA

# **CARATTERIZZAZIONE ELETTRICA DI MATERIALI VETRO-CERAMICI AD ALTO CONTENUTO DI FERRO**

RELATORE: Prof. Daniele Desideri

CORRELATORE: Prof. Enrico Bernardo

LAUREANDO: Michele Santarsiero

ANNO ACCADEMICO 2018-19



UNIVERSITÀ  
DEGLI STUDI  
DI PADOVA

UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI PADOVA

**Dipartimento di Ingegneria Industriale DII**

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria dell'Energia Elettrica

**Tesi di Laurea Magistrale**

# **CARATTERIZZAZIONE ELETTRICA DI MATERIALI VETRO-CERAMICI AD ALTO CONTENUTO DI FERRO**

Relatore: Prof. Daniele Desideri

Correlatore: Prof. Enrico Bernardo

Laureando: Michele Santarsiero

Matricola: 1132944

Anno Accademico 2018/2019



## Indice

1- Introduzione .....	5
2- Trattamento di rifiuti solidi urbani .....	7
2.1 Inceneritore: Fly ash.....	8
2.2 Torcia al plasma: Plasmastone .....	12
3- Materiali .....	17
3.1 Materiali vetro-ceramici: miscela Plasmastone/vetro .....	17
3.2 Vetro-ceramici porosi da miscele di vetro e ceneri volanti .....	18
3.3 La Pomice.....	20
3.4 Il vetro soda-lime .....	21
4- Strumentazione .....	25
4.1 Ponti RLC .....	25
4.2 Tester Fluke 23 III.....	25
4.3 Calibro e micrometro.....	26
4.4 Saldatore .....	27
4.5 Lamine in alluminio e Domopack .....	28
4.6 Nastro adesivo in rame con colla conduttiva.....	28
4.7 Vernice argentata .....	29
5- Sistemi di prova.....	31
5.1 I sistemi di misura: aspetti generali .....	31
5.1.1 Le resistenze di contatto .....	34
5.1.2 I campioni.....	40
5.2 Sistema di prova a piatti paralleli in alluminio.....	42
5.3 Sistema di prova a piatti paralleli in foglio sottile di alluminio.....	45
5.4 Sistema di prova con verniciatura.....	46
6- Misure sperimentali .....	49
6.1 Misure con piatti paralleli di alluminio .....	49
6.1.1 Misure con piatti paralleli di alluminio premuti sui campioni.....	49

6.2	Misure con piatti paralleli in foglio sottile di alluminio .....	52
6.2.1	Misure con fogli paralleli di Domopack premuti sui campioni .....	52
6.3	Misure con verniciatura .....	55
6.3.1	Misure con verniciatura sul campione Plasmastone/vetro soda-lime .....	55
6.3.2	Misure con verniciatura sul campione in pomice .....	60
6.3.3	Misure con verniciatura sul campione Fly Ash/vetro soda-lime .....	63
7-	Conclusioni .....	67
	Bibliografia.....	69

# Capitolo 1

## Introduzione

Una delle grandi sfide del XXI secolo è sicuramente quella di riuscire a realizzare una economia circolare in grado di garantire il completo riutilizzo dei materiali di scarto.

Il seguente lavoro di tesi nasce proprio in quest'ottica di recupero e valorizzazione di scarti di processo, nel tentativo di ridurre al minimo la porzione inutilizzabile.

In particolare, i materiali di partenza trattati sono residui del processo al plasma realizzato in diversi impianti di trattamento di rifiuti solidi urbani (Plasmastone) e le coal fly ash (ceneri volanti), sottoprodotto della combustione di carbone polverizzato nelle centrali termoelettriche.

Il processo al plasma è un'efficiente tecnologia per il recupero di risorse dai rifiuti, esso fornisce in uscita un gas di sintesi (syngas) analogo al gas naturale oltre a permettere il recupero dei metalli presenti.

Tuttavia, una completa economia circolare prevede che anche il sottoprodotto vetroso (Plasmastone) sia recuperato e valorizzato.

Le ceneri volanti, invece, consistono in particelle fini con composizioni chimiche e di fase che variano a seconda del carbone di partenza e delle condizioni di combustione e rappresentano un importante problema ambientale.

In ogni caso, si tratta di processare opportunamente questi scarti nel tentativo di giungere ad un nuovo prodotto che rispetti gli standard di sicurezza e risulti funzionale, senza mai dimenticare l'aspetto economico.

La sostenibilità economica delle tecnologie di stabilizzazione di rifiuti industriali in nuovi materiali è legata sia alla riduzione dei costi di processo che al valore aggiunto dei prodotti, determinato a sua volta dalle loro funzionalità.

In questo contesto rientra questo lavoro di tesi.

Infatti, precedenti studi hanno portato alla realizzazione di materiali vetro-ceramici porosi che presentano buone proprietà meccaniche ma soprattutto risultano essere buoni isolanti acustici e termici e quindi adatti all'edilizia.

I risultati incoraggianti hanno permesso di spingersi oltre cercando di valorizzare ulteriormente il prodotto ispezionando quello che è il suo comportamento elettrico.

Infatti, l'alto tenore di ferro presente nei materiali di partenza lascia presagire un possibile utilizzo nell'ambito elettromagnetico.

Indagini di caratterizzazione elettrica su alcuni materiali erano già state effettuate in passato con un metodo di prova (verniciatura dei campioni).

In questo lavoro di tesi mi sono soffermato sul cercare altri metodi di misura economici e rapidi per la caratterizzazione elettrica di tali materiali. Il confronto fra i risultati ottenuti con i vari metodi, inclusa la verniciatura dei campioni, è riportato in questa tesi.

Pertanto, dopo una breve introduzione, nel secondo capitolo parlerò della gestione dei rifiuti solidi urbani (RSU), rivolgendo particolare attenzione verso quelle tecnologie che portano alla formazione del Plasmastone e delle fly ash; nel terzo capitolo mi soffermerò sugli studi eseguiti finora per la realizzazione di materiali vetro-ceramici porosi innovativi a partire da tali scarti ed introdurrò gli altri due materiali impiegati nella realizzazione dei campioni (pomice e vetro sodalime); nel quarto capitolo verrà presentata tutta la strumentazione utilizzata durante l'attività di laboratorio; nel quinto capitolo verranno presentati i campioni e i vari sistemi di prova impiegati; infine, nel sesto capitolo verranno riportate e confrontate le misure eseguite sui campioni e quindi le conclusioni a cui si è arrivati.

## Capitolo 2

# Trattamento di rifiuti solidi urbani

La gestione dei rifiuti solidi urbani (RSU) è da anni oggetto di accesi dibattiti volti a identificare una soluzione in grado di garantire la sostenibilità ambientale ed economica dell'intera filiera.

Infatti, il processo include la raccolta, il trasporto, il trattamento (smaltimento o riciclaggio), fino al riutilizzo dei materiali di scarto, nel tentativo di ridurre al minimo i loro effetti sulla salute umana e l'impatto sull'ambiente circostante.

Per quanto riguarda il trattamento, le metodologie impiegate sono svariate e comprendono la disposizione in discarica, la raccolta differenziata (riciclaggio), il compostaggio (per la frazione umida) e i trattamenti termici (per la frazione secca).

Negli ultimi anni, l'attenzione è sempre più rivolta verso quelle tecnologie che permettono il recupero di risorse dai rifiuti, riducendo al minimo la porzione smaltita in discarica.

In Italia, nonostante siano stati fatti dei passi avanti, lo smaltimento in discarica è ancora molto frequente, anche perché non è sempre possibile il completo recupero dei materiali trattati dagli impianti adibiti al riciclaggio.

Un ruolo chiave lo giocano anche gli inceneritori che, nonostante le critiche rivolte soprattutto per la dannosità dei prodotti liberati in atmosfera, sono ampiamente utilizzati.

I sottoprodotti principali di tale processo, oltre ai gas emessi dal camino, sono le ceneri di fondo (bottom ash) e le ceneri volanti (fly ash), oggetto del seguente lavoro di tesi. Infatti, soltanto una parte di esse trova impiego in ambito industriale e la restante parte viene smaltita in apposite discariche.

L'obiettivo è pertanto quello di utilizzare le ceneri volanti nella realizzazione di materiali vetro-ceramici porosi ad elevato valore aggiunto.

Una tecnologia più 'pulita', che tuttavia trova scarso impiego, è quella della torcia al plasma. Essa, infatti, permette il recupero dei metalli dai rifiuti e la produzione di un gas di sintesi simile al metano (syngas) che potrebbe essere impiegato nella produzione di energia elettrica. Tuttavia, il processo prevede anche la formazione di un materiale di matrice vetrosa (Plasmastone) ed il decollo della tecnologia è legato allo sfruttamento di tale sottoprodotto in materiali funzionali.

## 2.1 Inceneritore: Fly ash

Gli impianti di incenerimento dei rifiuti solidi urbani rappresentano una soluzione di smaltimento rapida ed efficiente in grado di garantire una riduzione del volume e della pericolosità del rifiuto stesso mediante cattura e concentrazione delle sostanze potenzialmente pericolose (produzione di sostanze aventi composizioni chimiche più semplici e meno dannose).

Prima di procedere all'incenerimento, i rifiuti possono essere trattati tramite processi volti a eliminare i materiali non combustibili (vetro, metalli, inerti) e la frazione umida (la materia organica come gli scarti alimentari, agricoli, ecc.). I rifiuti trattati in questo modo sono definiti CDR (combustibile derivato da rifiuti) o più comunemente ecoballe.

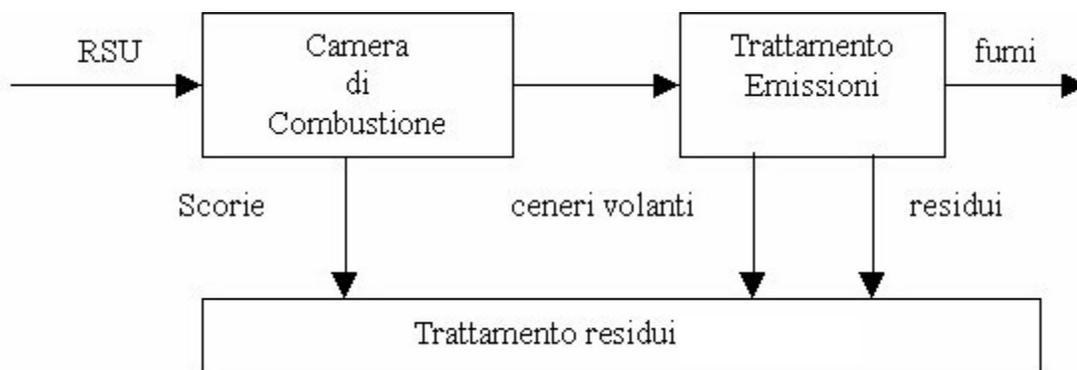
La decontaminazione della matrice trattata si ottiene innanzitutto facendo passare i contaminanti (soprattutto organici) alla fase di vapore, per poi procedere alla successiva ossidazione degli stessi. Tali obiettivi si conseguono tramite la combustione del rifiuto, osservando che se gli stessi presentano un buon potere calorifico (ovvero almeno superiore a 1500 kcal/kg) la termodistruzione può avvenire senza alimentazione di combustibile esterno.

Il processo attraversa varie fasi a seconda delle temperature raggiunte: dapprima, alle temperature più basse, si ha l'evaporazione dell'acqua e dei composti volatili, mentre, a partire dai 300°C, iniziano a volatilizzare anche i composti organici più pesanti e comincia ad instaurarsi la pirolisi.

A partire da temperature superiori ai 400°C iniziano ad essere scisse in composti volatili anche le molecole inorganiche come i cianuri e i solfuri. È importante precisare che, qualora venisse accertata la presenza di inquinanti organoclorurati, al fine di distruggere tali composti evitando al contempo la formazione di diossine, la temperatura del trattamento dovrebbe essere portata sopra i 1000- 1200°C (anche con l'ausilio di combustibile esterno).

Durante l'incenerimento della matrice all'interno del forno si generano così diversi flussi di materia (figura 2.1), che dopo il processo di combustione dovranno comunque essere sottoposti a depurazione tramite ulteriori trattamenti o stoccati in siti appositi:

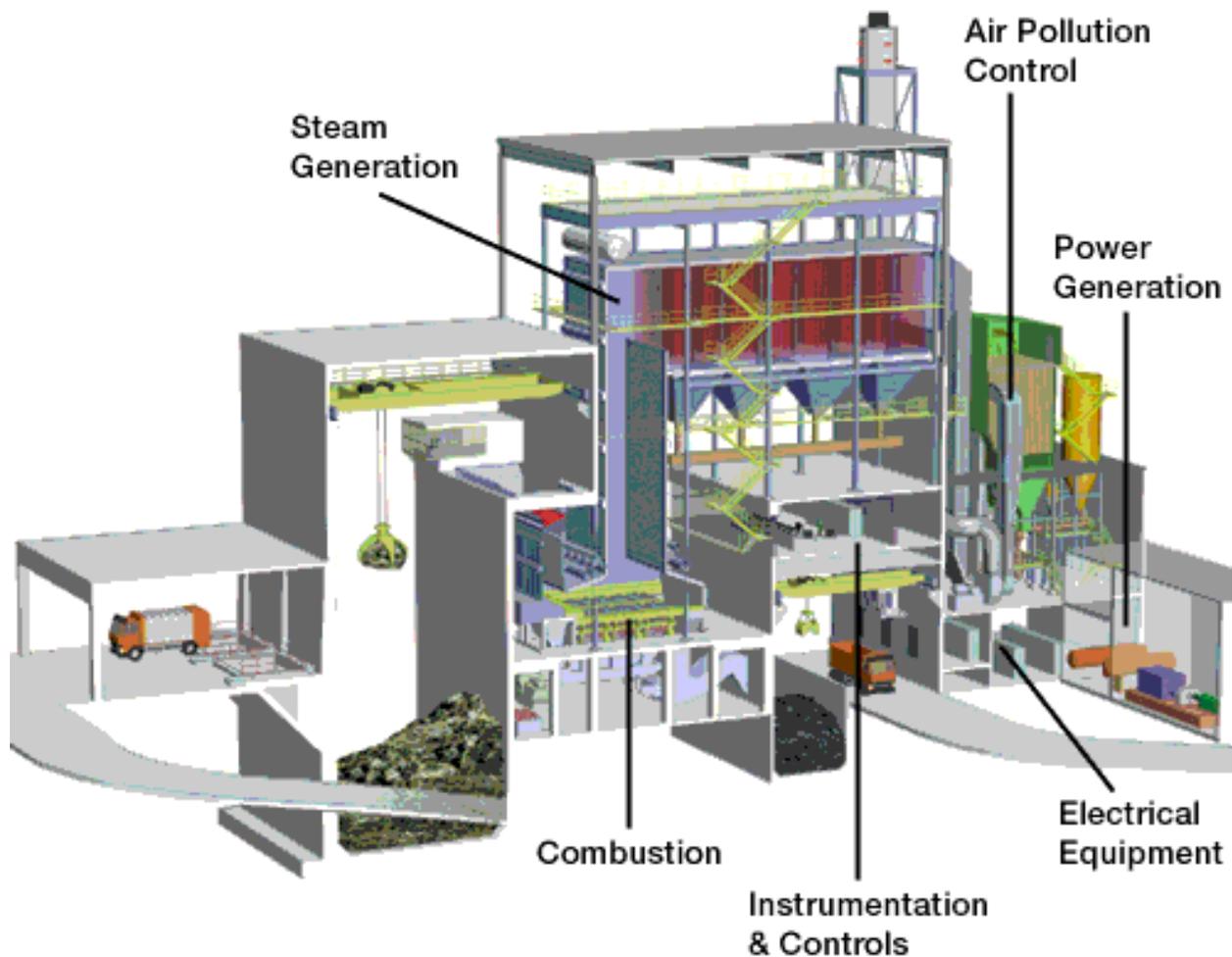
- un flusso gassoso: caratterizzato dalla presenza di inquinanti gassosi prodotti dalla combustione, quali ossidi di zolfo, ossidi di azoto, monossido di carbonio, composti organici volatili, ecc.;
- un flusso di particolato: detto anche di "ceneri volanti", è costituito dalla componente più leggera delle scorie e viene trasportato eolicamente dai fumi di combustione, per cui fino alle sezioni di abbattimento delle polveri questo flusso è unito a quello gassoso.
- un flusso di scorie pesanti: costituito dalla componente solida che rimane sul fondo della caldaia alla fine dell'incenerimento e dai prodotti di reazione del sistema di trattamento dei fumi.
- un flusso liquido: si forma sul fondo della caldaia come sottoprodotto della combustione della parte più umida della matrice trattata o dallo spegnimento delle scorie.



**Figura 2.1.** Schema dei flussi principali all'interno dell'inceneritore

In ogni caso, la combustione è solo uno dei molteplici stadi in cui si articola il processo di termodistruzione. Infatti, come si può notare osservando lo schema esemplificativo di figura 2.2, un impianto di incenerimento è progettato per svolgere le seguenti fasi:

1. pretrattamento del materiale che verrà sottoposto a combustione, al fine di garantire una combustione ottimale proprio di quest'ultimo;
2. combustione in forno;
3. trattamenti dei prodotti del processo, per ridurre a livelli accettabili l'impatto che tali sostanze avrebbero sull'ambiente e sulla salute umana;
4. (eventuale) riconversione dell'energia termica liberata in energia elettrica tramite turbine a vapore o sfruttamento del calore per l'installazione di una rete di teleriscaldamento: tale caratteristica conferisce all'intero processo il nome di termovalorizzazione.



**Figura 2.2.** Vista di un impianto di incenerimento nel suo insieme

Per quanto riguarda i solidi ottenuti alla fine del processo, essi costituiscono circa il 30% del peso ed il 15% del volume del rifiuto grezzo. All'interno degli effluenti solidi che lasciano un impianto di termodistruzione rientrano le ceneri e le scorie raccolte sul fondo del forno, le ceneri volanti ed il particolato raccolti dai sistemi di depurazione fumi (es. filtri elettrostatici) assieme ai relativi prodotti di reazione ed eccesso di reagenti.

Le vie di smaltimento di tali componenti avranno, tuttavia, destinazioni differenti:

- Le ceneri e le scorie rimaste sul fondo della fornace, una volta spente in vasche d'acqua (per impedire la dispersione aerea delle frazioni più fini), sono costituite ormai solamente da composti inorganici inerti e da tracce di materiale incombusto. Sono perciò classificate come "rifiuti speciali non pericolosi" e, dopo la separazione del ferro per via magnetica, potranno essere avviate alle linee di produzione di cemento, di riempitivi per infrastrutture o, semplicemente, essere poste in discarica.

- Le ceneri volanti e il particolato presentano elevati contenuti di metalli pesanti e composti organici a causa del fenomeno “dell’arricchimento “, ovvero della condensazione degli inquinanti sulla superficie delle polveri durante il raffreddamento dei fumi. Per tale motivo sono classificati come “rifiuti speciali pericolosi” e possono essere solamente collocati in apposite discariche per rifiuti pericolosi o poste in discariche per rifiuti non pericolosi previo trattamento di inertizzazione.

L’obiettivo di questo lavoro di tesi è quello di conferire valore commerciale anche a quest’ultimo scarto.

Si precisa che le fly ashes impiegate nelle successive esperienze sono il sottoprodotto della combustione del carbone nelle centrali termoelettriche e non della combustione degli RSU.

Esse sono costituite dal solido particellare che viene separato dai fumi di combustione per mezzo di filtri elettrostatici o meccanici e la cui composizione chimica varia a seconda del carbone di partenza.

A causa delle elevate temperature a cui si formano (circa 1400 °C), le impurità minerali presenti nel carbone (quarzo, pirite, argilla, ecc.) fondono, formando piccole goccioline che poi, trascinate fuori dalla caldaia dai fumi, subiscono un brusco raffreddamento e solidificano sotto forma di microparticelle di forma sferoidale che presentano una struttura in prevalenza vetrosa (silice amorfa) e quindi reattiva.

L’impianto di abbattimento delle polveri (es. filtri elettrostatici) provvede a separare dai fumi di combustione le ceneri, le quali vengono inviate verso i silos di stoccaggio.

Le fly ashes (FA) utilizzate nel seguente lavoro di tesi sono ceneri volanti a basso contenuto di calcio, fornite da Steag Power Minerals (Dinslaken, Germania). Le particelle hanno una dimensione media di 20 µm e la composizione chimica è riportata in tabella 2.1.

**Tabella 2.1.** Composizione chimica delle ceneri volanti fornite da Steag Power Minerals

Oxide (wt%)	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	CaO	MgO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>
FA	54.36	24.84	0.83	3.03	2.56	2.06	8.28	1.07

Allo stato attuale il metodo più consolidato di riutilizzo delle ceneri volanti, date le sue proprietà pozzolaniche, riguarda l’ambito edilizio: infatti, miscelate con cemento, sono in grado di migliorare la durabilità del calcestruzzo. Tuttavia, è stato dimostrato che è possibile estendere il loro impiego mediante un processo innovativo di gel/casting sinter-cristallizzazione che porta alla formazione di materiali vetro-ceramici porosi ad elevato valore aggiunto.

## 2.2 Torcia al plasma: Plasmastone

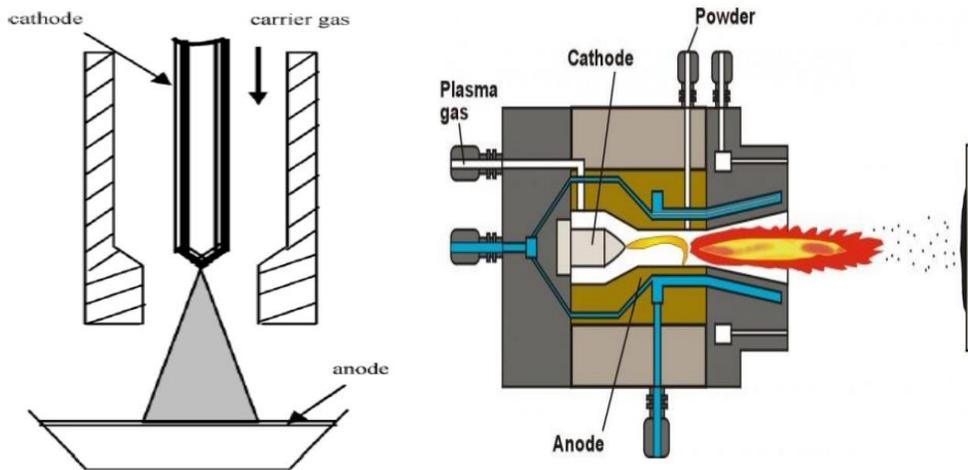
Il processo al plasma è impiegato in diversi impianti di trattamento di rifiuti solidi urbani per la distruzione/immobilizzazione degli elementi pericolosi (con efficienze di distruzione superiori al 99%).

Infatti, nei processi di termodistruzione (incenerimento) dei rifiuti, la temperatura di processo dei forni tradizionali difficilmente supera i 1300 °C, temperatura non sufficiente per una completa distruzione di tali rifiuti. Usando la tecnologia del plasma, invece, la temperatura media della massa in prossimità della regione di reazione è di circa 3000-4000 °C (equivalenti). In questo modo i legami chimici presenti nella massa del rifiuto sono degradati dalla condizione di riduzione od ossidazione determinata dal plasma ad alta temperatura.

Infatti, il plasma generato dalle torce è costituito da gas ionizzato ad altissima temperatura ed ha la caratteristica di apportare una grande densità di energia, con massa molto ridotta, costituita dal flusso di gas (aria o azoto nel caso di applicazione sui rifiuti) che veicola l'energia dell'arco elettrico all'esterno della torcia.

Tale arco è generato dall'applicazione di un'elevata differenza di potenziale tra i due elettrodi. Le tecnologie di torcia al plasma si distinguono in:

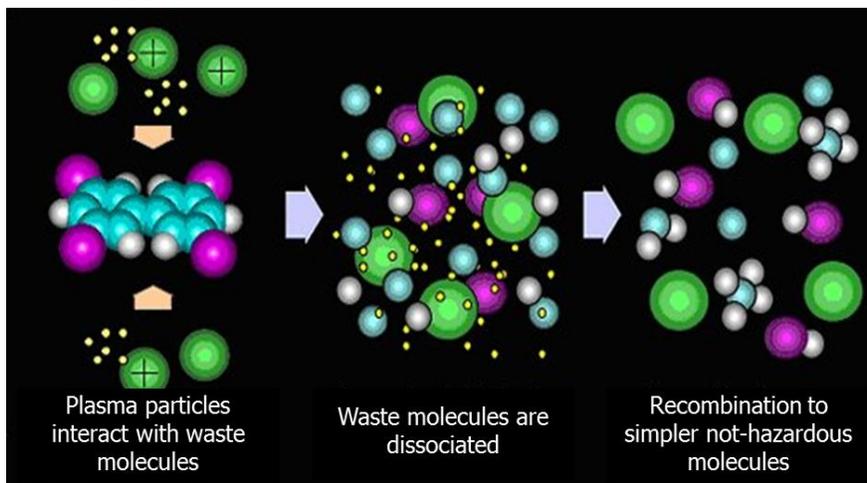
- arco trasferito: sono caratterizzati dalla presenza di un elemento cilindrico tubolare detto "torcia". Esso contiene un elettrodo di un metallo resistente (generalmente in lega di rame e tungsteno), da cui scocca una scintilla che genera un arco elettrico (arco voltaico). Nel caso di plasma ad arco trasferito, un elettrodo è nel corpo della torcia e funge da anodo o catodo (a seconda del modello di torcia), mentre il materiale che deve essere trattato funge da altro elettrodo (figura 2.3.a);
- arco non trasferito: in questo caso entrambi gli elettrodi sono contenuti nella torcia. In queste torce il plasma viene prodotto mediante una scarica elettrica tra due elettrodi metallici. Gli elettrodi sono molto ravvicinati e un'opportuna geometria consente l'immissione di un flusso di gas di processo; il gas entra in contatto con l'arco elettrico e fuoriesce dalla torcia, dopo esser stato da esso riscaldato, sotto forma di getto ad alta temperatura (figura 2.3.b).



**Figura 2.3.** Torcia al plasma: ad arco trasferito (sinistra) e ad arco non trasferito (destra)

Sottoponendo elementi organici e inorganici all'azione della torcia, date le elevate temperature e l'elevato trasferimento di energia, le molecole organiche si decompongono, mentre i materiali inorganici vengono fusi. In particolare, l'energia associata alla collisione con particelle di plasma induce due fasi di reazione (figura 2.4):

- completa dissociazione dei rifiuti organici all'interno del plasma
- ricombinazione verso molecole con struttura semplice come idrocarburi, monossido di carbonio, idrogeno, acqua, ecc.



**Figura 2.4.** Fasi di reazione indotte dal processo al plasma

La tecnologia, quindi, prevede di sottoporre i flussi di rifiuti pericolosi a elevate temperature del plasma in modo tale che il sottoprodotto risultante soddisfi i requisiti ambientali.

Inoltre, immettendo vapore si genera un gas di sintesi (syngas) la cui composizione risulta essere molto simile a quella prodotta nei gasogeni a carbone (il cosiddetto "gas d'acqua"), il cui utilizzo era molto diffuso prima dell'avvento del metano.

Infatti, nella zona di reazione i rifiuti organici si decompongono e il carbonio è libero di reagire con l'ossigeno immesso direttamente in tale zona, formando questo gas di sintesi essenzialmente composto da ossido di carbonio e idrogeno molecolare.

I principali prodotti generati dal processo sono:

- Syngas: tutti gli elementi organici contenuti nei rifiuti si trasformano in gas di sintesi essenzialmente composto da idrogeno (~53%) e da monossido di carbonio (~33%), con qualche percentuale di azoto molecolare, biossido di carbonio e metano.
- Plasmastone: gli elementi inorganici vengono fusi e trasformati in una roccia di tipo vulcanico, una specie di lava totalmente inerte e non tossica, a bassissima viscosità, nella cui matrice vetrosa sono inglobati e totalmente inertizzati i metalli pesanti.

Inoltre, tale processo consente anche il recupero dei metalli presenti nei rifiuti.

Nei processi chimici legati alle varie fasi, non si hanno emissioni di gas tossici, quali diossine, furani, SVOCs (Composti Organici Volatili Semilavorati), non si ha produzione di scorie e ceneri di fondo contenenti materiali incombusti e metalli pesanti, e non vengono prodotte ceneri volanti contenenti metalli pesanti (cadmio, mercurio, piombo, ecc.).

Il trattamento al plasma può essere applicato "selettivamente" per i rifiuti in cui non esiste alternativa allo smaltimento o come processo finale in una catena di trattamento.

Le caratteristiche peculiari di questi impianti, che potrebbe portarli in futuro ad essere una realtà consolidata su larga scala, sono da ricercarsi sul rispetto per l'ambiente, sulla flessibilità nell'accettare insieme, o separatamente, diversi tipi di rifiuti, da quelli ospedalieri al C.D.R. (combustibile derivato dai rifiuti), da quelli pericolosi, sia liquidi che solidi, a quelli industriali. Una ulteriore caratteristica positiva di questo tipo di impianti è il loro essere modulabili, caratteristica che li porta, a differenza degli inceneritori tradizionali, a lavorare dal 30% al 110% della loro potenza nominale, assicurando in tal modo al gestore la possibilità di smaltire senza difficoltà eventuali variazioni stagionali nel flusso dei rifiuti.

Tuttavia, ci sono anche diversi punti critici relativamente all'impiego di tali impianti e i più importanti sono: l'elevato consumo di energia, la breve vita degli elettrodi e l'alto livello tecnologico richiesto.

In ogni caso, il decollo di tale tecnologia è legato sicuramente alla valorizzazione dei sottoprodotti di processo ed in particolare del Plasmastone, in quanto i vantaggi a livello ambientale sono indubbi.

Il Plasmastone utilizzato in questo lavoro di tesi è stato fornito da Scanarc Plasma Technologies (Hofors, Svezia), sotto forma di granuli con dimensione media pari a 2 mm. La sua composizione chimica è riportata in tabella 2.2.

**Tabella 2.2.** Composizione chimica del Plasmastone fornito

	Plasmastone
SiO <sub>2</sub>	34.26 - 37.32
TiO <sub>2</sub>	0.60 - 0.67
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12.82 - 14.79
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	20.92 - 24.84
MnO	0.11 - 0.15
MgO	1.18 - 2.40
CaO	22.97 - 23.20
Na <sub>2</sub> O	0.26 - 1.10
K <sub>2</sub> O	0.32 - 0.51
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.03 - 0.18
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	

A questo punto è interessante fare un confronto tra le due tecnologie appena esposte. A tal proposito, la tabella 2.3 ne evidenzia i tratti principali.

**Tabella 2.3.** Confronto tra torcia al plasma e inceneritore

<b>Torcia al Plasma</b>	<b>Inceneritore</b>
Assenza di emissione d'aria durante la produzione del gas di sintesi (syngas)	Presenza di emissioni d'aria che possono includere alti livelli di gas ad effetto serra, diossine, furani ed altri inquinanti
Assenza del camino	Richiede un camino che deve contenere un grande flusso di gas oltre ai sistemi per l'abbattimento di inquinanti
I rifiuti solidi sono ridotti in un rapporto 250:1 in scorie inerti con valore commerciale	Il 30% di peso ed il 15% del volume del rifiuto grezzo viene convertito in ceneri potenzialmente pericolose
La gassificazione si verifica in un ambiente povero d'ossigeno	Deve lavorare in eccesso d'aria
La decomposizione dei rifiuti porta alla formazione di un combustibile	Tutta l'energia viene convertita in calore. Tuttavia, nei termovalorizzatori parte del calore viene utilizzato per produrre energia elettrica o per alimentare reti di teleriscaldamento
Alto livello tecnologico richiesto, breve vita degli elettrodi ed alto consumo di energia elettrica. Tuttavia, il processo potrebbe autosostenersi producendo energia elettrica a partire dal syngas prodotto (opportunamente pretrattato)	Tecnologia semplice ed economicamente vantaggiosa

Inoltre, le torce al plasma possono essere apprezzate anche per la loro maggiore flessibilità nell'accettare insieme o separatamente rifiuti di diversi tipi e per la loro modularità (possono lavorare tra il 30% ed il 110% della loro potenza nominale).

In tabella 2.4 viene riportato un confronto a livello numerico tra le due tecnologie; infatti, essa riporta i prodotti in uscita dagli impianti per ogni tonnellata di rifiuti in entrata.

**Tabella 2.4.** Prodotti in uscita dai due impianti per ogni tonnellata di rifiuti in ingresso

Torcia al plasma	Incenerimento
800-1200 Nm <sup>3</sup> di syngas	4500-6000 Nm <sup>3</sup> di fumi
180-190 Kg di scoria vetrosa	200-300 Kg di ceneri
-	20-40 kg fly ash
-	0,15-0,40 m <sup>3</sup> effluente liquido

## Capitolo 3

# Materiali

I materiali di partenza impiegati nella realizzazione dei campioni oggetto di misura sono scarti provenienti dai processi sopra esposti. L'obiettivo è quello di realizzare materiali vetro-ceramici porosi ad elevato valore commerciale evitando così la loro deposizione in discarica. Tuttavia, affinché tali prodotti risultino economicamente competitivi, è necessario ridurre i costi relativi ai processi subiti. Inizialmente, tale scopo è stato raggiunto con la realizzazione di vetroceramici densi mediante semplice sinterizzazione (senza vetrificazione primaria) di scorie metallurgiche e vetro. In seguito, tali materiali sono stati resi porosi mediante una tecnica innovativa di gel/casting sinterizzazione, procedura trasferita con successo anche a miscele di Plasmastone e vetro. Questi risultati hanno permesso di spingersi oltre provando questo processo anche su miscele di ceneri volanti e vetro, viste le simili composizioni chimiche di partenza (sono costituiti principalmente da ossidi di silicio e ossidi metallici). Per lo stesso motivo sono stati realizzati campioni anche a partire da polveri di pomice, con l'obiettivo di investigare ulteriormente il comportamento riscontrato negli altri due campioni.

### 3.1 Materiali vetro-ceramici: miscela Plasmastone/vetro

I materiali di partenza sono Plasmastone e vetro soda-lime (denominato SLG), le cui composizioni chimiche sono indicate in tabella 3.1.

**Tabella 3.1.** Composizione chimica dei materiali di partenza (wt%)

	<b>Plasmastone</b>	<b>SLG</b>
SiO <sub>2</sub>	34.26-37.32	71.9
TiO <sub>2</sub>	0.60-0.67	0.1
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12.82-14.79	1.2
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	20.92-24.84	0.3
MnO	0.11-0.15	
MgO	1.18-2.40	4
CaO	22.97-23.20	7.5
Na <sub>2</sub> O	0.26-1.10	14.3
K <sub>2</sub> O	0.32-0.51	0.4
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.03-0.18	

Polveri di Plasmastone e vetro soda-lime (quantità 0-30 wt%) sono state messe in una soluzione alcalina di 2.5 M NaOH/KOH (rapporto 1:1), per un carico solido complessivo del 67%, e sottoposte ad agitazione meccanica a 400 rpm. Dopo 3 ore di attivazione alcalina, le sospensioni sono state versate in stampi chiusi di polistirene (60 mm di diametro) e ‘polimerizzate’ a 75°C fino a subire la gelificazione (4 ore per Plasmastone puro, 3 ore per le miscele contenenti vetro soda-lime). Dopo l’aggiunta di un tensioattivo (Triton X-100 per una quantità pari a 4 wt%), le sospensioni parzialmente gelificate sono state sottoposte ad un’intensa agitazione meccanica (2000 rpm). Le ‘schiume’ risultanti sono state asciugate a 40°C per 48 ore prima di essere demodate. Infine, la sinterizzazione in azoto a 800-1000°C, con una velocità di riscaldamento di 10°C/min e con un tempo di mantenimento di 1 ora, è stata eseguita per stabilizzare le ‘schiume’.

### 3.2 Vetro-ceramici porosi da miscele di vetro e ceneri volanti

Ceneri volanti (FA), con una dimensione media delle particelle di 20 µm, sono state miscelate con polveri di vetro soda-lime (SLG) di dimensioni minori di 30 µm. Il vetro utilizzato è la frazione più fine prodotta nel processo di purificazione del vetro riciclato (dopo la separazione per colore), che ha una limitata applicazione industriale. In tabella 3.2 sono riportate le composizioni chimiche dei materiali di partenza.

**Tabella 3.2** Composizione chimica (in wt%) dei materiali di partenza

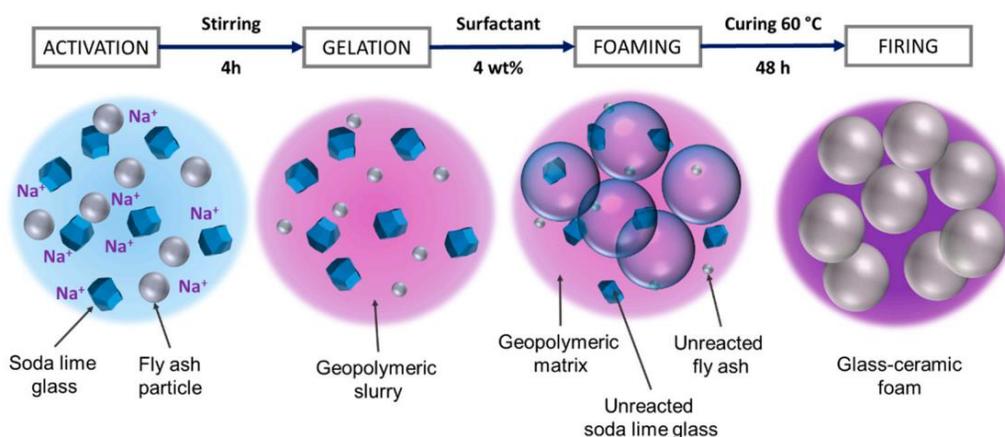
Oxide (wt%)	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	CaO	MgO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>
FA	54.36	24.84	0.83	3.03	2.56	2.06	8.28	1.07
SLG	70.5	3.2	12	1	10	2.3	0.42	0.07

Le miscele FA/SLG sono state preparate aggiungendo le polveri in una soluzione acquosa di idrossido di sodio (NaOH), per un rapporto liquido/solido pari allo 0.45.

Il rapporto molare teorico tra SiO<sub>2</sub> e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nel prodotto finale è stato cambiato variando le proporzioni tra FA e SLG (76/24, 64/36, 54/46 che corrispondono ad un rapporto molare teorico di 5,6 e 7 rispettivamente). È stata considerata una concentrazione tre molare (3M) di NaOH.

La miscela è stata quindi sottoposta ad una debole agitazione meccanica (500 rpm) per 4 ore, in modo da assicurare la dissoluzione dei materiali di partenza e la dispersione delle restanti particelle indissolte nel miscuglio.

Le sospensioni sono state successivamente ‘schiumate’ mediante l’aggiunta (4 wt%) di una soluzione acquosa di laurilsolfato di sodio (SLS: CH<sub>3</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>11</sub>OSO<sub>3</sub>Na), precedentemente preparata con un rapporto SLS/acqua pari a 1/10 e poi mediante l’applicazione di una vigorosa azione meccanica (2000 rpm) per 10 minuti. Le schiume preparate sono state versate in stampi cilindrici (6 cm di diametro) e tenute a 60°C per 48 ore. I campioni asciugati sono stati infine demodulati e soggetti a trattamenti termici a 800, 900 e 1000°C per 1 ora (velocità di riscaldamento di 10°C/min). Il processo complessivo è rappresentato in figura 3.1.



**Figura 3.1** Schema del processo di produzione dei vetro-ceramici porosi da miscele FA/SLG

### 3.3 La Pomice

La pomice è il risultato dell'espansione di minerale magmatico effusivo, che ha generato un prodotto alveolare di notevole leggerezza, con elevata porosità, grande ritenzione idrica, lento rilascio dei liquidi ed alto potere isolante termico e acustico.

Essendo un inerte vulcanico naturale, è assolutamente ecologica e pertanto consigliabile e idonea per le applicazioni florovivaistiche, nelle quali è già ampiamente utilizzata. La pomice è anche molto apprezzata nel settore dell'edilizia e delle costruzioni per le sue elevate caratteristiche di igroscopicità e pozzolanità.

Pomici e lapilli sono il prodotto di eruzioni vulcaniche esplosive formatesi a seguito di una violenta espansione dei gas dissolti in lave di composizione chimica acida. Il rapido raffreddamento della roccia ha impedito la cristallizzazione della stessa, intrappolando all'interno i gas e generando dei minerali alveolari espansi in maniera più o meno accentuata. In fase di solidificazione i vapori presenti nel magma, improvvisamente rilasciati, hanno provocato il rigonfiamento dell'intera massa del magma ed è durante questa rapida fase di raffreddamento che si sono determinate le differenze nella struttura fisica dei vari inerti vulcanici.

Il magma che ha originato la pomice era costituito da minerali di composizione chimica tale da permettere ai gas disciolti all'interno di espandersi molto rapidamente, così da formare una sorta di schiuma. Il rapido raffreddamento successivo della lava ha determinato il repentino solidificarsi della parte liquida intorno alle bolle di gas generando l'aspetto di schiuma vetrosa della pomice. L'interno della roccia, infatti, è costituita da un'enorme quantità di canalicoli di diametro medio molto piccolo intercomunicanti fra loro e con l'esterno.

La scelta della pomice, come già accennato, non è casuale in quanto, come evidenziato in tabella 3.3, la composizione chimica ricorda quella degli altri due materiali utilizzati (Plasmastone e ceneri volanti).

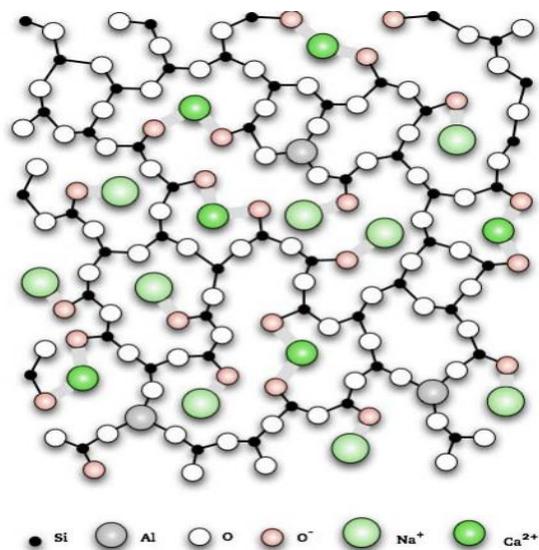
**Tabella 3.3.** Composizione chimica media della pomice

<b>ANALISI CHIMICA MEDIA</b>	
Su campione medio rappresentativo dei fronti di cava	
SiO <sub>2</sub>	62,5 %
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	17,5 %
K <sub>2</sub> O	9,5 %
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,6 %
CaO	2,5 %
Na <sub>2</sub> O	2,2 %
TiO <sub>2</sub>	0,5 %
MgO	0,4 %
P.F.	2,3 %
pH	7-8

Come riportato dalla tabella, la pomice è costituita essenzialmente da silice ed ossidi metallici e, pertanto, si è pensato ad un trattamento analogo anche per essa, con l'obiettivo di eseguire un confronto con gli altri campioni.

### 3.4 Il vetro soda-lime

Il vetro soda-lime o sodico calcico è il tipo di vetro impiegato nella produzione di finestre, bottiglie e contenitori e ricopre circa il 90% della produzione vetraria. La composizione tipica di un vetro soda lime include: 75 SiO<sub>2</sub>, 10 CaO, 15 Na<sub>2</sub>O (wt%). La struttura di questo vetro è schematizzata in figura 3.2, dove si può notare che le maglie costituite da tetraedri di silice sono aperte, permettendo agli ioni di calcio e di sodio di disporsi in posizioni interstiziali. Ad un vetro sodico (come quello visto in figura 3.2) viene generalmente aggiunto anche l'ossido di calcio (CaO), di conseguenza all'interno della struttura gli ioni Ca<sup>2+</sup> vanno a formare legami ionici con due ossigeni non pontanti ciascuno (figura 3.2). Questo tipo di legami non sono forti come quelli covalenti di un ossigeno pontante, ma sono più forti dei legami formati tra il sodio ed un solo ossigeno non pontante; la viscosità del fuso risultante presenta dunque un periodo di lavorabilità più breve. Inoltre, un vetro contenente solo ossido di sodio è solubile in acqua, e l'aggiunta di calcio serve anche a rendere il vetro soda-lime più stabile chimicamente e meccanicamente. In aggiunta, in questo tipo di vetri si trovano anche bassi contenuti di allumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e magnesia (MgO). Dalla figura 3.2 si possono vedere i cationi di allumina (Al<sup>3+</sup>), che è un ossido intermedio, prendere parte alla formazione del vetro soda-lime creando strutture tetraedriche. Il ruolo di questi ossidi è quello di migliorare ulteriormente la stabilità chimica e la durabilità del vetro, ritardando il fenomeno della devetrificazione, ovvero la tendenza del materiale vetroso a cristallizzare.



**Figura 3.2.** Rappresentazione bidimensionale di un vetro sodico calcico

Il vetro soda-lime derivante dalla raccolta differenziata, prima di poter essere impiegato nell'industria vetraria, viene sottoposto a costosi processi di separazione al termine dei quali si ottengono: una frazione di puro vetro pronto per essere riutilizzato nella produzione di nuovi articoli, ed una frazione ricca di contaminanti ceramici e metallici. Quest'ultima frazione rimane inutilizzata e spesso viene smaltita in discarica. Dal 2005 l'azienda italiana SASIL tratta questo tipo di rifiuti vetrosi attraverso un processo proprietario, da cui ricava la glassy sand, costituita da rifiuti di vetro soda-lime impoveriti del loro contenuto di impurità, e riutilizzabile come materia prima secondaria in altri processi, come ad esempio quello di 'schiumaggio' per la produzione di vetro cellulare. La glassy sand è la materia prima impiegata nella produzione delle vetroschiume ottenute in questo lavoro. La sua composizione, fornita dal produttore, è riportata in tabella 3.4.

**Tabella 3.4.** Composizione della glassy sand

<b>Ossido</b>	<b>[wt%]</b>
CaO	9.00
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.00
MgO	3.90
SiO <sub>2</sub>	71.60
Na <sub>2</sub> O	13.50
K <sub>2</sub> O	0.04
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.01



## Capitolo 4

# Strumentazione

In questo capitolo è riportata una carrellata dei dispositivi e degli strumenti utilizzati durante l'attività di laboratorio.

### 4.1 Ponti RLC

Per poter stimare i valori di resistenza e capacità dei campioni provati, sono stati utilizzati due ponti LCR (GW INSTEK LCR-819 per frequenze 12 Hz-100 kHz e Agilent 4285 per frequenze 75 kHz-30 MHz). In figura 4.1 è riportata una foto dei 2 strumenti.



(a)



(b)

**Figura 4.1.** Ponti LCR: GW INSTEK LCR-819 (a), Agilent 4285 (b)

### 4.2 Tester Fluke 23 III

Per verificare i valori di resistenza ricavati con i ponti LCR è stata proposta una misura in DC con il Fluke 23 III multimeter. In figura 4.2 è riportata una foto dello strumento.



**Figura 4.2.** Foto del Fluke 23 III Multimeter

### 4.3 Calibro e micrometro

Per determinare le caratteristiche geometriche dei campioni, si è fatto ricorso al calibro presente nel laboratorio. Esso ha permesso di eseguire le misure di spessore e diametro dei campioni cilindrici con un'incertezza dell'ordine del decimo di millimetro.

Di seguito una foto del calibro utilizzato (figura 4.3).



**Figura 4.3.** Foto del calibro impiegato per la determinazione delle dimensioni principali dei campioni

Tuttavia, la sensibilità del calibro non è tale da permettere la valutazione dello spessore dei fogli di Domopack utilizzati nelle esperienze e, pertanto, a tal fine si è fatto ricorso ad un micrometro digitale (Mitutayo Micrometer) presente in laboratorio (figura 4.4.)



**Figura 4.4.** Foto del micrometro digitale Mitutoyo Multimeter

## 4.4 Saldatore

Il saldatore è stato impiegato nel tentativo di minimizzare le resistenze di contatto tra dischi conduttivi e fili di collegamento. Inoltre, è risultato utile nel “compattare” le punte scoperte dei fili di collegamento. Per far tutto ciò è stato utilizzato anche un avvolgimento in stagno; infatti, fondendo il filo, lo stagno andava a saldare i punti di contatto. Il saldatore utilizzato è un Weller WTCP S; di seguito una sua foto.



**Figura 4.5** Saldatore Weller WTCP S

## 4.5 Lamine in alluminio e Domopack

Per ottenere una configurazione adatta alla misura, risultava necessario avere a disposizione due piatti circolari di materiale conduttivo. A tal fine, si è fatto ricorso a delle lamine di alluminio presenti nel laboratorio e ad un nastro di Domopack. Le lamine sono state ritagliate con una cesoia, mentre il Domopack con delle normali forbicine. In figura 4.6 è riportata una foto dei piattelli ottenuti dalle lamine di alluminio (utilizzando una cesoia) e dal Domopack.



**Figura 4.6.** Foto dei piattelli ottenuti dalle lamine di alluminio e dal Domopack

## 4.6 Nastro adesivo in rame con colla conduttiva

Quando la saldatura non è stata possibile oppure non è risultata affidabile, è stato utilizzato un nastro adesivo in rame con colla conduttiva (RS Pro Copper Foil shielding tape 25mm x 33m) al fine di garantire il collegamento elettrico tra fili e piattelli.



**Figura 4.7** Nastro adesivo in rame con colla conduttiva (RS Pro Copper Foil shielding tape 25mm x 33 m)

## 4.7 Vernice argentata

Un sistema di prova per la misura delle caratteristiche elettriche dei campioni prevedeva la verniciatura delle due facce dei campioni al fine di ottenere due superfici conduttive parallele. Pertanto, è stata utilizzata una vernice conduttiva caricata con argento (RS Pro Silver Conductive Paint) (figura 4.8).



**Figura 4.8.** Vernice conduttiva caricata in argento (RS Pro Silver Conductive Paint)

La composizione della miscela dichiarata dal venditore è riportata in tabella 4.1.

**Tabella 4.1.** Composizione della vernice argentata

Silver	30-60%
1-Ethoxypropan-2-ol	10-30%
Acetone	5-10%
Acetato di etile	1-5%



## Capitolo 5

# Sistemi di prova

Nell'attività di laboratorio mi sono cimentato nella ricerca di un sistema di prova che permettesse di stimare con buona precisione le caratteristiche elettriche dei campioni forniti.

Si voleva che il sistema di prova fosse semplice, economico e non perturbativo. La configurazione di base che si è voluta provare è quella di un condensatore piano, con il materiale sotto prova che costituisce il materiale interposto fra i due elettrodi, presi conduttori, che sono stati realizzati in vari modi.

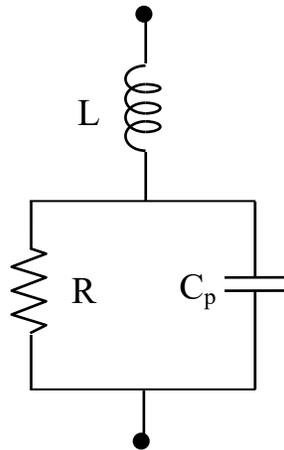
### 5.1 I sistemi di misura: aspetti generali

I campioni sono stati forniti sotto forma di dischi cilindrici (figura 5.1). I due elettrodi conduttori sono stati realizzati in vari modi. A tali elettrodi sono stati collegati dei fili conduttori (di lunghezza  $\approx 9.5$  cm) e quindi le misure sono state effettuate mediante un LCR meter (GW INSTEK LCR-819 per frequenze 12 Hz-100 kHz e Agilent 4285 per frequenze 75 kHz-30 MHz).



**Figura 5.1.** Foto dei campioni forniti

In questo modo, la configurazione risultante è approssimabile con lo schema elettrico di figura 5.2, dove  $L$  è l'induttanza dovuta ai fili di collegamento,  $R$  è la resistenza incontrata dalla corrente all'interno dei campioni e  $C_p$  è la capacità dovuta ai campioni cilindrici posti tra due strati conduttivi.



**Figura 5.2.** Schema elettrico equivalente

Per poter realizzare le due superfici conduttive, come detto, si sono proposti diversi metodi. In particolare, i sistemi provati sono tre:

- 1) Piatti ottenuti da lamine di alluminio posti sulle due facce dei campioni.
- 2) Piatti in Domopack posti sulle due facce dei campioni
- 3) Verniciatura mediante vernice conduttiva argentata delle due facce dei campioni

Le prime due soluzioni sono non perturbative; la terza invece lo è.

Tutte e tre le soluzioni provate hanno l'obiettivo di approssimare con minor incertezza lo schema elettrico di figura 5.2. Tuttavia, il circuito equivalente non tiene conto delle resistenze di contatto tra i fili e i piani conduttivi e di quelle tra i piani conduttivi e i campioni. Infatti, se queste sono dello stesso ordine di grandezza delle resistenze dei campioni, le misure perderebbero completamente di significato.

In tal senso, logicamente, ci si aspetta che la verniciatura rappresenti la soluzione migliore.

Tuttavia, è anche quella più dispendiosa a livello economico e di tempo e, pertanto, si è cercato di realizzare un modello alternativo che fornisca, comunque, una misura affidabile.

In ogni caso, il circuito di interesse per la valutazione della resistenza e della permittività relativa dei campioni è quello di figura 5.2.

A proposito del modello RLC, è importante fare alcune considerazioni: l'impedenza ( $\dot{Z}$ ) della serie tra l'induttanza e il parallelo della capacità e della resistenza risulta:

$$\dot{Z} = j\omega L + \frac{R(-j\frac{1}{\omega C_p})}{(R - j\frac{1}{\omega C_p})} \quad (5.1)$$

Ora, tramite alcuni semplici passaggi si arriva alla seguente espressione dell'impedenza:

$$\dot{Z} = \frac{R \left(\frac{1}{\omega C_p}\right)^2}{R^2 + \left(\frac{1}{\omega C_p}\right)^2} + j \left( \omega L - \frac{\frac{R^2}{\omega C_p}}{R^2 + \left(\frac{1}{\omega C_p}\right)^2} \right) \quad (5.2)$$

Al variare di R, si possono fare alcune considerazioni. Si parta dal caso  $\left(\frac{1}{\omega C_p}\right)^2 \gg R^2$ . Si ha:

$$\dot{Z} \approx R + j\omega(L - R^2 C_p)$$

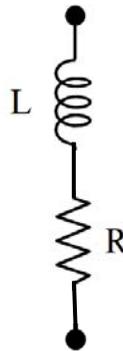
e, pertanto, il parametro  $(L - R^2 C_p)$  è quello che ci dice quale schema va impostato sul ponte LCR (modello (R-L<sub>s</sub>) oppure modello (R-C<sub>p</sub>)).

Il valore di induttanza dei fili di collegamento, data la geometria, è stato stimato dell'ordine dei 100 nH.

Nell'ipotesi di caso  $\left(\frac{1}{\omega C_p}\right)^2 \gg R^2$ , per  $L - R^2 C_p \gg 0$ , lo schema da usare è quello R-L<sub>s</sub> (capacità trascurabile), che prevede la serie tra l'induttanza e la resistenza (figura 5.3).

Quindi, dalla misura di resistenza e dalla legge di Ohm, è possibile stimare la conducibilità elettrica ( $\sigma$ ) alle diverse frequenze ( $R=h/(\sigma \cdot A)$ , con h pari allo spessore dei dischi e A pari all'area della superficie superiore/inferiore del campione).

In questo caso, tuttavia, si perde la misura di capacità.



**Figura 5.3.** Schema R-L serie

D'altra parte, sempre nell'ipotesi di  $\left(\frac{1}{\omega C_p}\right)^2 \gg R^2$ , per  $L - R^2 C_p \ll 0$ , lo schema da usare è quello

R-C<sub>p</sub> (induttanza dei fili di collegamento trascurabile), che prevede il parallelo tra la resistenza e la capacità (figura 5.4). Infatti, in queste condizioni, si ottiene che l'ammettenza è pari a  $G + j\omega C_p$ .

Quindi, ancora una volta, dalla misura della resistenza e dalla legge di Ohm, è possibile stimare la conducibilità elettrica alle diverse frequenze.

Inoltre, in questo caso, dalla misura di capacità e con l'ipotesi di condensatore piano, è possibile stimare la permittività relativa ( $\epsilon_r$ ):  $C=\epsilon_0 \cdot \epsilon_r \cdot A/h$ , dove  $\epsilon_0$  è la permittività del vuoto.

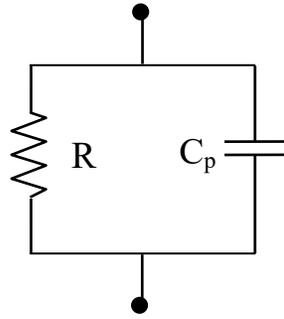


Figura 5.4. Schema R-C<sub>p</sub> parallelo

Si consideri ora il caso di  $\left(\frac{1}{\omega C_p}\right)^2 \ll R^2$ . Si ha che:

$$\dot{Z} \approx \frac{1}{R} \left(\frac{1}{\omega C_p}\right)^2 + j\left(\omega L - \frac{1}{\omega C_p}\right) \quad (5.3)$$

e quindi per  $\omega L \ll 1/(\omega C_p)$ , il contributo di L è trascurabile e lo schema è R//C<sub>p</sub>. Da R e C<sub>p</sub>, come già detto, si ricavano la stima della conducibilità elettrica e della permittività.

Invece per  $\omega L \gg 1/(\omega C_p)$ , si ha che l'impedenza è  $\approx j\omega L$ .

### 5.1.1 Le resistenze di contatto

Le resistenze di contatto, come già detto, possono inficiare le misure di resistenza in quanto si sovrappongono alla resistenza propria (di massa) dei campioni.

In particolare, tale problematica riguarda le connessioni tra “piattelli” e fili conduttori e i contatti tra “piattelli” e campione.

Per quanto riguarda le prime, si è cercato di minimizzarle ricorrendo alla “stagnatura” quando possibile, oppure utilizzando un nastro in rame con colla conduttiva.

Le resistenze di contatto tra campione e superficie conduttiva del campione stesso sono risultate più problematiche e sono state proposte diverse soluzioni a riguardo.

Comunque, per poter comprendere tali scelte, è necessario fare un richiamo sulle resistenze di contatto; la teoria esposta ha validità generale e non vuole entrare nel dettaglio di una particolare applicazione, ma ha lo scopo di approfondire le caratteristiche dei contatti ed evidenziare le variabili in gioco.

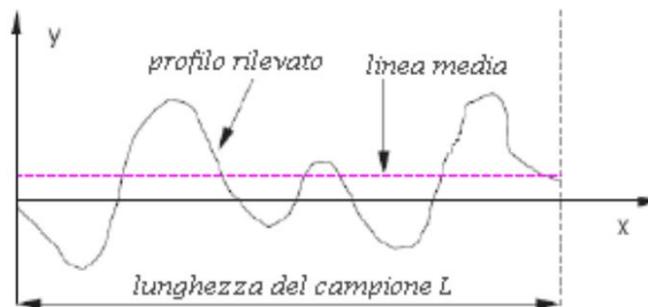
Innanzitutto, il termine contatto elettrico sta a significare una giunzione tra due conduttori in grado di trasportare corrente (il conduttore dal quale entra la corrente è chiamato anodo, l'altro catodo).

La necessità di dover parlarne nasce dal fatto che tutte le superfici, metalliche e non, per quanto a occhio nudo possano sembrare perfettamente lisce, in realtà sono caratterizzate da imperfezioni (rugosità). La rugosità superficiale di un materiale dipende dalla struttura cristallina del materiale stesso e ne caratterizza le proprietà meccaniche.

Considerando un campione metallico di lunghezza  $L$ , la rugosità ( $\bar{R}$ ) è definita nel modo seguente:

$$\bar{R} = \frac{1}{L} \int_0^L |y(x)| dx \quad [\mu m] \quad (5.4)$$

dove  $y(x)$  rappresenta lo scostamento dell'ordinata reale del profilo rispetto alla linea media  $y_m$ . Per maggior chiarezza, si consideri il grafico seguente (figura 5.5), che riporta l'andamento del profilo rilevato con rugosimetro di una lastra in alluminio lavorata alla fresa.



**Figura 5.5.** Andamento del profilo reale di una lastra metallica

Pertanto, è immediato comprendere come l'accoppiamento di due superfici non avrà contatto su tutta la superficie di appoggio, ma soltanto attraverso le asperità determinate dalla rugosità stessa. Tale contatto viene quindi a stabilirsi solo su un grande numero di microaree superficiali chiamate a-spots.

Nel caso questi due corpi siano conduttori attraversati da corrente, ciò determina delle concentrazioni di corrente negli a-spots con conseguente aumento della resistenza (a causa della diminuzione di sezione utile). Questo aumento di resistenza prende il nome di resistenza di costrizione ( $R_c$ ).

Tuttavia, quest'ultima non è l'unica componente della resistenza di contatto: infatti, tutte le superfici (eccetto quelle realizzate e mantenute in condizioni di vuoto perfetto) sono contaminate da film superficiali. Questi film possono essere strati di ossido o solfuri, contaminanti ambientali (acqua, lubrificanti), gas adsorbiti (soprattutto ossigeno) o polveri organiche; in ogni caso, la loro presenza determina un ulteriore contributo (resistenza di film  $R_f$ , detta anche resistenza dello strato contaminato) alla resistenza di contatto, che, in definitiva, è data dalla somma di due termini:

$$R = R_c + R_f \quad (5.5)$$

Tale resistenza di contatto, come già detto, si aggiunge alla cosiddetta resistenza di massa ( $R_m$ ), che rappresenta il classico concetto di resistenza noto dall'Elettrotecnica e che può essere determinata, per un campione di date dimensioni e caratteristiche, dalla solita legge di Ohm:

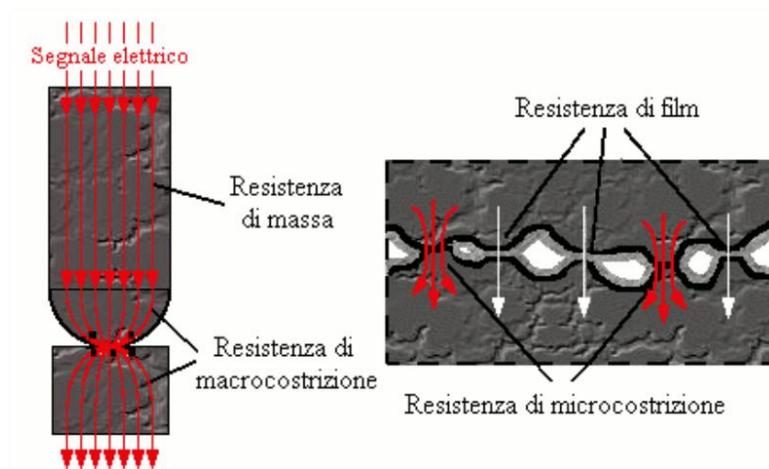
$$R_m = \rho \frac{l}{S} \quad (5.6)$$

Molto spesso, nelle applicazioni comuni, la resistenza totale viene confusa con la resistenza di massa, ritenendo trascurabili le resistenze di contatto.

L'ottimizzazione delle misure passa attraverso una scelta opportuna di conduttori di collegamento con bassa resistività e forma geometrica adatta (percorsi più corti e con diametri maggiori favoriscono il passaggio di elettroni), tuttavia, la valutazione delle resistenze di contatto risulta problematica, dovendo tener conto di due fenomeni fisici.

Infatti, per quanto riguarda le misure da me effettuate ho scelto dei fili di collegamento in rame (bassa resistività), cercando di minimizzare la loro lunghezza garantendo comunque un percorso che permettesse di agganciarli agli strumenti di misura. Tuttavia, le resistenze di contatto sono risultate più problematiche.

Ritornando alla trattazione teorica, in figura 5.6 si possono osservare la resistenza di massa e quella di contatto tra due conduttori; a destra è stato proposto uno zoom della zona di contatto ed è possibile notare la rugosità delle superfici e l'addensamento della corrente proprio in corrispondenza delle asperità. La linea nera più spessa, invece, rappresenta lo strato di film che si deposita sulle superfici e che ostacola ulteriormente il passaggio degli elettroni.



**Figura 5.6.** Contatto elettrico (a sinistra) e zoom dello stesso (a destra)

Per quanto riguarda le resistenze di costrizione, la maggior parte di esse è concentrata nelle immediate vicinanze degli a-spots. Si riporta nel seguito una relazione per poterle quantificare, considerando il caso semplificato di una superficie di contatto circolare, con uguale materiale in entrambi i corpi (resistività  $\rho$ ), a perfetta simmetria e trascurando tutti i possibili disturbi o effetti termici.

Infatti, Holm dimostrò che, in queste condizioni, il valore di resistenza di costrizione per il singolo a-spot circolare è dato da:

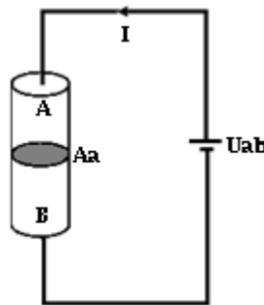
$$R = \frac{\rho}{2a} \quad (5.7)$$

dove "a" è il raggio dell'asperità.

Si osserva che l'ipotesi di considerare l'a-spot circolare è comune in tutta la letteratura, e ciò fornisce una descrizione geometrica "mediamente" accettabile quando le superfici a contatto siano caratterizzate da rugosità topograficamente isotropa (tuttavia, tale assunzione perde di validità qualora la rugosità sia caratterizzata da una direzione prevalente). Poi, nel caso i due corpi a contatto siano di due materiali diversi, la (5.7) considera, al posto di  $\rho$ , la media aritmetica delle loro resistività ( $\rho_m$ ).

In ogni caso, è immediato osservare, dalla (5.7), che il valore di resistenza di costrizione decresce all'aumentare di "a": tanto maggiori sono le dimensioni dell'a-spot, ovvero tanto maggiore è la superficie effettivamente a contatto, tanto minore è la resistenza.

Un ulteriore approccio per valutare la resistenza di costrizione è il seguente: si considerino i due cilindri di figura 5.7 come due contatti metallici puliti. L'ipotesi di contatti puliti permette di trascurare la presenza di film tra le superfici a contatto ed è pertanto possibile confondere la resistenza di costrizione con quella totale di contatto. I due cilindri siano poggiati l'uno sull'altro, con le relative basi  $A_{a1}$  e  $A_{a2}$  che realizzano l'area di contatto apparente  $A_a$ . Però, a causa della disuniformità della loro superficie, il contatto elettrico avviene soltanto in una porzione d'area  $A_c$  contenuta in  $A_a$ .



**Figura 5.7.** Modello circuitale: si noti che la base comune ai due cilindri (in grigio) non è l'area di contatto elettrico, ma solo l'area apparente

Quindi, si può pensare al concetto di resistenza di costrizione nel modo seguente: si supponga di alimentare il circuito di figura 5.7. con un generatore di tensione (ad esempio in continua)  $U_{ab}$ ; circolerà una corrente "I" legata alla tensione dalla legge di Ohm:

$$R_{ab} = \frac{U_{ab}}{I} \quad (5.8)$$

Calcolando il valore di resistenza in questo modo, tuttavia,  $R_{ab}$  contiene anche il contributo dato dalla resistenza di costrizione. Se, invece, supponendo che quei due cilindri sovrapposti costituissero un corpo unico (di dimensione pari al totale dei due), le linee di corrente non troverebbero alcun ostacolo nell'attraversare la sezione  $A_a$  (che in questo caso sarebbe soltanto una sezione di mezzera priva di utilità). Ora, applicando lo stesso generatore di tensione del caso precedente e misurando la corrente, il rapporto tensione/corrente darebbe l'effettiva resistenza di massa del corpo cilindrico, non essendoci alcuna resistenza di costrizione in quanto non c'è alcun contatto tra superfici diverse. Holm indica questa resistenza con l'apice "0" ( $R_{ab}^0$ ) per distinguerla dalla precedente. Allora, è immediato determinare il valore della resistenza di costrizione come differenza tra le due:

$$R_c = R_{ab} - R_{ab}^0 \quad (5.9)$$

La caduta di tensione su di essa, invece, è semplicemente data dalla:

$$U_c = R_c I \quad (5.10)$$

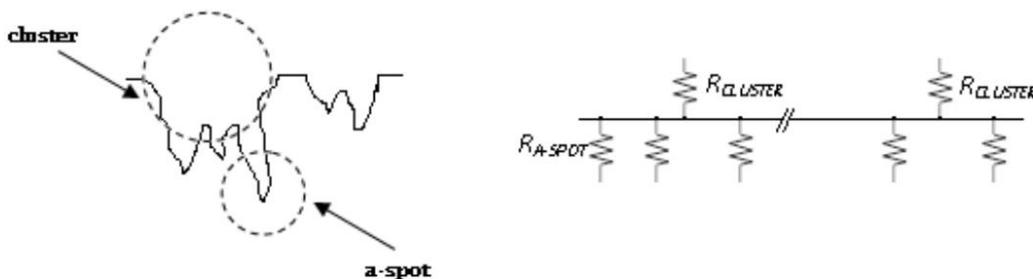
La (5.9) fornisce il valore della resistenza di contatto che, con le ipotesi fatte, rappresenta anche la resistenza di costrizione. Tuttavia, se l'ipotesi di superfici perfettamente pulite venisse a mancare, nella (5.9) andrebbe omissa il pedice "c" da "R" poiché la relazione fornirebbe il valore della totale resistenza di contatto, somma di quella di costrizione e di quella di film.

Ora introduciamo il concetto di carico meccanico che va inteso come quella forza premente (P) che tiene uniti tra loro due contatti.

Se i due contatti fossero infinitamente duri, si può dimostrare che una qualunque forza non sarebbe in grado di porli a contatto in più di tre punti. In questo caso, la pressione (rapporto tra la forza applicata e la superficie di applicazione) sarebbe infinita. Nei materiali reali (che, invece, sono deformabili) questi punti diventano delle piccole aree (gli a-spots appunto) nelle quali nascono altri punti di contatto. Il carico meccanico (ovvero la forza che tiene premuti i due contatti) si distribuisce quindi sulla cosiddetta area portante ( $A_b$ ).

Ora, per tutti i materiali solidi esiste la teoria degli sforzi di Hertz che permette di valutare forma e dimensione delle aree di contatto (meccanico) e quantificare i valori di pressione nelle aree stesse quando i corpi siano caricati lungo la normale. All'aumentare degli sforzi di Hertz, si arriva al punto in cui le microaree superano il limite di snervamento, deformandosi ed espandendosi per riequilibrare la forza di contatto. L'effetto prodotto dagli a-spots che si avvicinano è quello di avere tante resistenze in parallelo che pongono in contatto le due superfici. Inoltre, i contatti tra le asperità si formano con più probabilità a "grappoli" (detti cluster) in quanto in prossimità di un a-spot esistente le due superfici sono più vicine e ciò aumenta la probabilità che proprio lì se ne formino altri.

Da queste considerazioni, ricordando la (5.7) che dava il valore della resistenza di costrizione in un a-spot, si può determinare la totale resistenza di costrizione, considerando n a-spots tra loro in parallelo, di resistività media  $\rho_m$  e di diametro medio d, ma considerando anche che la corrente, per arrivare agli a-spots, deve prima passare attraverso il cluster (di diametro D). La figura 5.8 prova a chiarire questo concetto.



**Figura 5.8.** Rappresentazione di una superficie solida con cluster e relativi a-spots (sinistra); suo circuito equivalente (destra)

In figura si osserva come dal cluster si ramifichino i vari a-spots.

Inoltre, la presenza del cluster determina che la corrente, prima di incanalarsi negli a-spots, debba concentrarsi in esso. Questa concentrazione del flusso di corrente su un'asperità macroscopica causa un ulteriore aumento di resistenza, che si pone in serie al parallelo delle resistenze degli a-spots.

Con le simbologie sopra definite, la resistenza di costrizione assume quindi la forma:

$$R_c = R_{a-spots} + R_{cluster} = \frac{\rho_m}{nd} + \frac{\rho_m}{D} \quad (5.11)$$

Qualora si aumentasse ulteriormente la forza di contatto, prevale la costrizione da cluster e le deformazioni delle asperità nel contatto diventano nella quasi totalità di tipo plastico.

In questo caso, si dimostra che l'area di contatto meccanico e la forza di carico sono tra loro legate, con buona approssimazione, dalla durezza del materiale H (nel caso di materiali diversi, si fa riferimento a quello meno duro):

$$P = A_b H \quad (5.12)$$

Una valutazione rigorosa di H è assai difficile e, a tal proposito, esperimenti condotti hanno dimostrato che la durezza può essere stimata dell'ordine di tre volte il limite di elasticità del materiale.

Inoltre, la relazione mostra come la reale area di contatto tra due superfici sia indipendente dall'area nominale di contatto delle superfici e dalle dimensioni degli oggetti in contatto, ma dipenda dalla forza di contatto e dalla durezza dei materiali utilizzati.

Ora, per quanto detto, prevalendo la costrizione di cluster, l'area di supporto è, in prima approssimazione, proprio quella del cluster, che per ipotesi è circolare di diametro D. Pertanto, la (5.12) diventa:

$$P \cong \frac{\pi D^2}{4} H \quad (5.13)$$

Ovvero:

$$D \cong \sqrt{\frac{4P}{\pi H}} \quad (5.14)$$

Sostituendo la (5.14) nella (5.11) (nella quale viene trascurato il termine relativo alla resistenza introdotta dai singoli a-spots), si ottiene:

$$R_c \cong R_{cluster} = \frac{\rho_m}{D} \cong \rho_m \frac{\sqrt{\pi H}}{2\sqrt{P}} = k \sqrt{\frac{H}{P}} \quad (5.15)$$

Dove  $k = (\rho_m \cdot \sqrt{\pi})/2$ .

La (5.15) mostra quindi che la resistenza di costrizione cresce con la durezza e la resistività dei materiali, mentre decresce all'aumentare della forza di carico, ovvero all'aumentare della pressione media con cui sono premuti i contatti (il che è intuibile dal momento che tanto più i contatti sono premuti l'uno

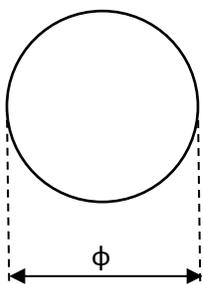
sull'altro, tanto più tenderanno ad essere “spianate” le rugosità superficiali in modo tale da aumentare la superficie di contatto elettrico effettiva e ridurre, di conseguenza, il valore di resistenza).

### 5.1.2 I campioni

I campioni oggetto di misura sono stati ottenuti come illustrato nel capitolo 3. I materiali utilizzati nelle prove riportate in questa tesi sono stati soggetti ad un trattamento termico in azoto a 1000°C.

Tutti i campioni sono stati forniti sotto forma di dischi. Le caratteristiche geometriche dei campioni provati sono riportate nel seguito:

1. Campione 70 wt% Plasmastone/ 30 wt% vetro soda-lime: sono riportate le misure eseguite con il calibro per la determinazione del diametro ( $\phi$ ) e dello spessore ( $t$ ) al variare della posizione di misura (angolo  $\varphi$ ).



$\phi$ [mm]	$\varphi$ [deg]
52.2	0°
52.9	45°
52.9	90°
52.7	135°

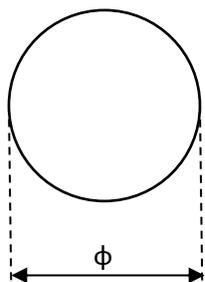
$t$ [mm]	$\varphi$ [deg]
7.2	$\alpha^\circ$
7.4	$\alpha^\circ+45^\circ$
7.5	$\alpha^\circ+90^\circ$
7.4	$\alpha^\circ+135^\circ$
7.3	$\alpha^\circ+180^\circ$
7.2	$\alpha^\circ+225^\circ$
7.1	$\alpha^\circ+270^\circ$
7.3	$\alpha^\circ+315^\circ$

Pertanto, il diametro medio ( $\phi_m$ ) e lo spessore medio ( $t_m$ ), dati dalle medie aritmetiche, risultano:

$$\phi_m = 52.7 \text{ mm}$$

$$t_m = 7.3 \text{ mm}$$

2. Campione in pomice:



$\phi$ [mm]	$\varphi$ [deg]
51.5	0°
51.9	45°
52.0	90°
52.3	135°

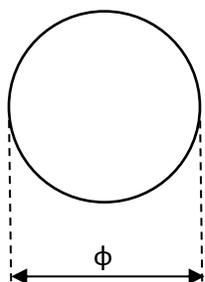
t [mm]	$\varphi$ [deg]
7.7	$\alpha^\circ$
7.5	$\alpha^\circ+45^\circ$
7.4	$\alpha^\circ+90^\circ$
7.3	$\alpha^\circ+135^\circ$
7.5	$\alpha^\circ+180^\circ$
7.4	$\alpha^\circ+225^\circ$
7.7	$\alpha^\circ+270^\circ$
7.7	$\alpha^\circ+315^\circ$

Pertanto, il diametro medio ( $\phi_m$ ) e lo spessore medio ( $t_m$ ), dati dalle medie aritmetiche, risultano:

$$\phi_m = 51.9 \text{ mm}$$

$$t_m = 7.5 \text{ mm}$$

3. Campione 76 wt% fly ash/24 wt% vetro soda-lime:



$\phi$ [mm]	$\varphi$ [deg]
53.3	0°
53.1	45°
53.0	90°
53.2	135°

t [mm]	$\varphi$ [deg]
5.7	$\alpha^\circ$
5.5	$\alpha^\circ+45^\circ$
5.5	$\alpha^\circ+90^\circ$
5.3	$\alpha^\circ+135^\circ$
5.5	$\alpha^\circ+180^\circ$
5.5	$\alpha^\circ+225^\circ$
5.7	$\alpha^\circ+270^\circ$
5.3	$\alpha^\circ+315^\circ$

Pertanto, il diametro medio ( $\phi_m$ ) e lo spessore medio ( $t_m$ ), dati dalle medie aritmetiche, risultano:

$$\phi_m = 53.2 \text{ mm}$$

$$t_m = 5.5 \text{ mm}$$

## 5.2 Sistema di prova a piatti paralleli in alluminio

Per poter realizzare la configurazione di figura 5.2. si è pensato di ottenere le due superfici conduttive parallele mediante due piattelli in alluminio ritagliati a partire da alcune lamine presenti in laboratorio. Da tali lamine, di spessore medio pari a 0.8 mm (misure eseguite con calibro), sono stati ricavati, con l'ausilio di una cesoia, dei dischi di diametro medio equivalente a quello dei campioni (figura 5.9).



**Figura 5.9.** Foto dei piattelli di alluminio ritagliati con l'ausilio della cesoia

A questo punto, così come negli altri sistemi di prova, sono stati ottenuti, a partire da una matassa presente in laboratorio, dei fili di collegamento in rame di lunghezza media pari a 9.5 cm. Alle estremità dei fili è stato rimosso l'isolamento con una pinza spelafili (figura 5.10) e quindi alle estremità è stato messo dello stagno con l'ausilio del saldatore.

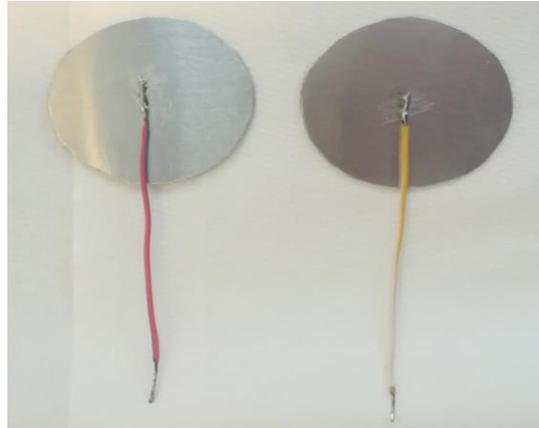


**Figura 5.10.** Foto della pinza spelafili



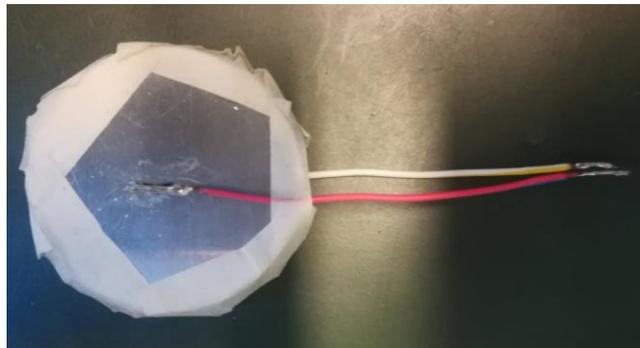
**Figura 5.11.** Foto dei fili di collegamento pronti all'uso

Quindi, un filo di stagno, fuso dalla punta del saldatore, è stato messo in contatto con i due materiali per ricavare la configurazione di figura 5.12.



**Figura 5.12.** Foto dei fili stagnati sui piattelli di alluminio

Quindi, i piattelli sono stati posati sulle due facce dei campioni e mantenuti con l'ausilio di un nastro isolante (figura 5.13).



**Figura 5.13.** Foto del campione pronto per la misura

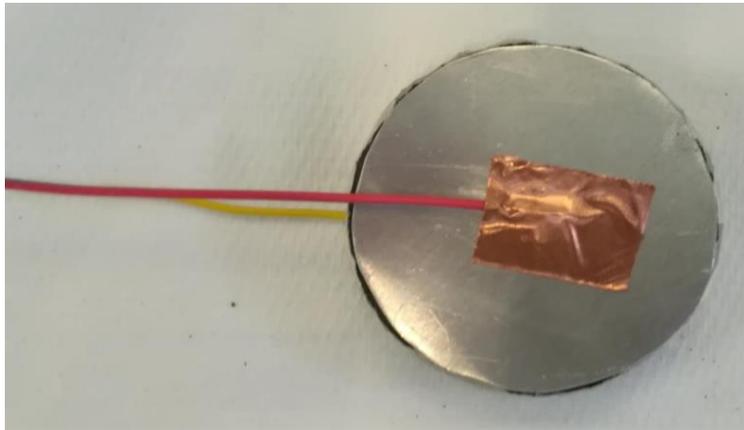
A questo punto, i campioni sono pronti per la misura e, a tal fine, le estremità dei fili sono state collegate ad un ponte LCR (GW INSTEK LCR-819 per frequenze 12 Hz-100 kHz e Agilent 4285 per frequenze 75 kHz-30 MHz).

Tuttavia, mi aspetto che le resistenze di contatto non siano trascurabili in quanto i piattelli non riescono a seguire perfettamente il profilo della superficie del campione e, quindi, l'area di contatto non coincide con l'area apparente. Come precedentemente discusso, questo fa sì che la resistenza di contatto (ed in particolare la resistenza di costrizione) possa non ritenersi trascurabile. Inoltre, tale situazione fa sì che anche la misura di capacità sia affetta da questo aspetto, dal momento che si verranno a creare degli strati d'aria tra piattelli e campione che daranno luogo a due capacità equivalenti in serie che andranno a sovrapporsi a quella dovuta alla presenza del campione tra due strati conduttivi.

Pertanto, per ridurre tale disturbo, in accordo con la (5.15), si è pensato di applicare un carico meccanico tra piattelli e campione.

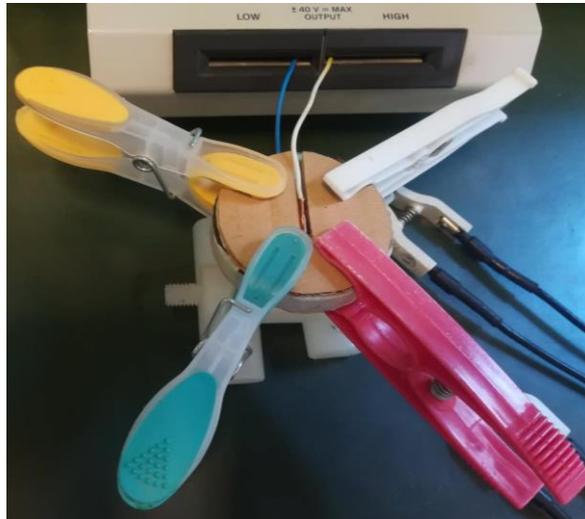
Per ottenere una pressione distribuita in maniera abbastanza omogenea, sono state utilizzate delle mollette equamente distribuite lungo la circonferenza del campione.

Il collegamento elettrico filo-piattello mediante stagnatura ha tuttavia mostrato dei problemi di distacco. Pertanto, al fine di garantire un buon collegamento elettrico, è stato utilizzato un nastro adesivo in rame con colla conduttiva. Quindi, il filo di collegamento è stato posato al centro della superficie superiore del campione ed il collegamento elettrico è stato assicurato facendo aderire al filo e alla superficie del campione un quadratino (25 mm x 25 mm) di nastro in rame. Lo stesso procedimento è stato poi eseguito sulla superficie inferiore del campione. In figura 5.14 viene riportata una foto che riassume il procedimento.



**Figura 5.14.** Foto dei piattelli posati sul campione collegati con i fili conduttivi mediante un nastro adesivo in rame con colla conduttiva

Inoltre, per una uniformità di pressione, a questi sono stati sovrapposti dei dischi isolanti di cartone (figura 5.15). Questa uniformità di pressione, qui già garantita dalla rigidità dell'alluminio di spessore 0.8 mm, è significativa nel caso seguente, con piatti paralleli in foglio sottile di alluminio (di spessore  $\approx 12 \mu\text{m}$ ).



**Figura 5.15** Foto del campione pronto per la misura

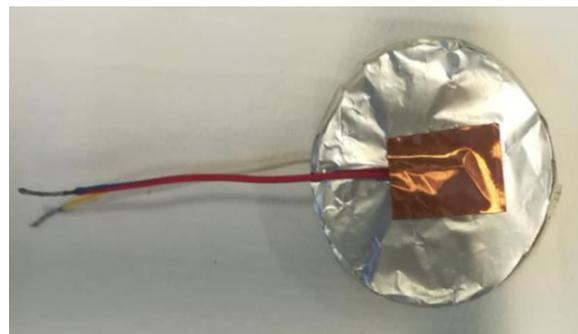
### 5.3 Sistema di prova a piatti paralleli in foglio sottile di alluminio

Una possibile soluzione per ridurre gli effetti delle resistenze di contatto è quella di sostituire i piattelli di alluminio con fogli in Domopack. Infatti, essendo più flessibili, dovrebbero riuscire a seguire meglio le irregolarità della superficie aumentando gli a-spots e riducendo, di conseguenza, il contributo della resistenza di costrizione. Tuttavia, la minor rigidità dei fogli potrebbe creare delle zone in cui la distanza tra campione e fogli conduttivi sia significativa, aumentando quindi il contributo delle capacità “parassita”. In ogni caso, per creare la configurazione desiderata, sono stati ritagliati dei dischi di diametro medio pari a quello dei campioni e spessore medio pari a  $12.0\ \mu\text{m}$  (misura eseguita con Mitutoyo Micromiter), utilizzando un classico rotolo in Domopack.

In seguito, il collegamento elettrico con i fili, preparati in precedenza, è stato realizzando ricorrendo alla “stagnatura” (figura 5.16); tuttavia, anche in questo caso essa non è risultata affidabile e, pertanto, mi sono nuovamente servito del nastro adesivo in rame con colla conduttiva (figura 5.17).

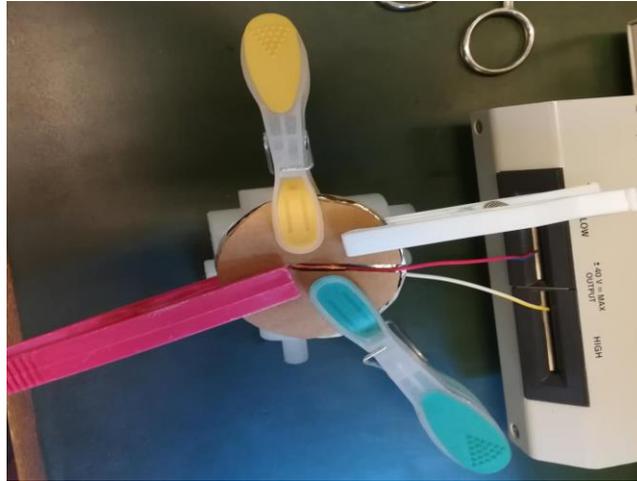


**Figura 5.16.** Collegamento con “stagnatura”



**Figura 5.17.** Collegamento con nastro adesivo in rame con colla conduttiva

Si è quindi applicato un carico meccanico tra fogli e campione con l'ausilio di quattro mollette e due dischi di cartone (per uniformità di pressione) (figura 5.18).



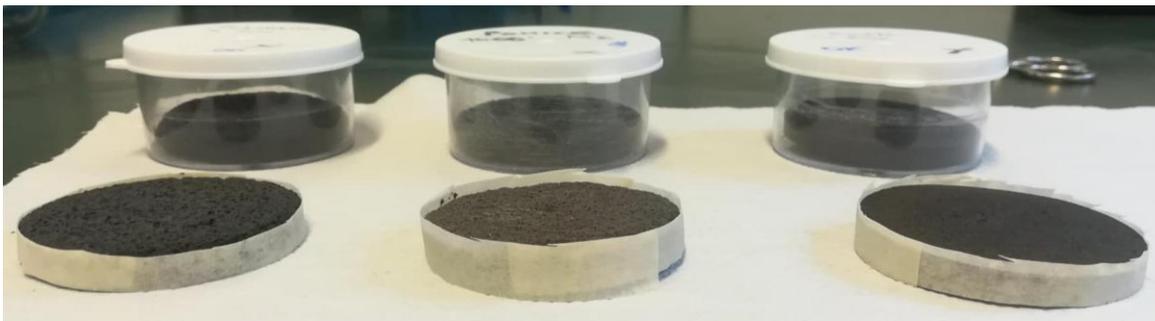
**Figura 5.18.** Foto del campione pronto per la misura

## 5.4 Sistema di prova con verniciatura

Nonostante tutti gli sforzi volti a minimizzare le resistenze di contatto, queste potrebbero essere ancora tali da inficiare le misure. Pertanto, l'ultima soluzione proposta prevede la verniciatura con vernice argentata. Tale artificio dovrebbe quasi eliminare i problemi sopra descritti.

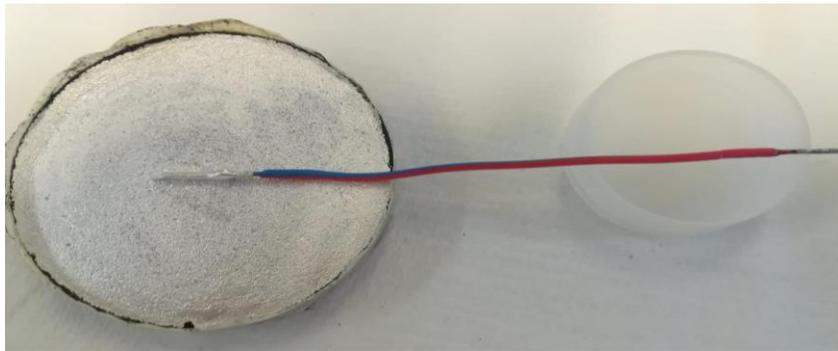
Tuttavia, la procedura richiede sicuramente un maggior tempo di preparazione e prevede una spesa ulteriore dovuta all'acquisto della vernice suddetta. È inoltre una soluzione perturbativa. Per tali motivi, le prime due soluzioni sono da preferirsi nel caso risultino affidabili.

In ogni caso, la preparazione del sistema di prova prevede diverse fasi e richiede una buona accuratezza. Innanzitutto, la superficie laterale dei campioni è stata ricoperta con un nastro adesivo (figura 5.19) per evitare che nel successivo step di verniciatura, quest'ultima colasse lungo i bordi.



**Figura 5.19.** Foto dei campioni con i bordi coperti dal nastro adesivo

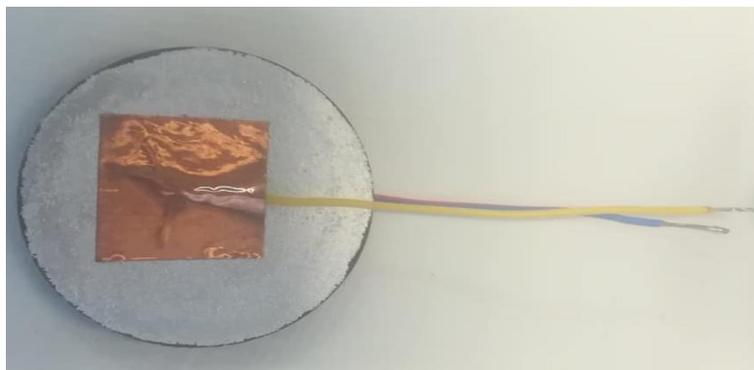
In seguito, preso il tubicino di vernice, si è proceduto con la miscelazione della stessa mediante agitazione manuale per una durata di 15 minuti, tempo stabilito per una corretta omogeneizzazione della miscela e, in particolare, della polvere d'argento che, essendo più pesante, tende a depositarsi sul fondo. A questo punto è stato possibile procedere con la verniciatura: con l'ausilio di un pennello, una delle due facce del campione è stata coperta con la vernice, facendo attenzione a non farla colare lungo i bordi. Una volta che l'intera superficie è stata ricoperta, si è posato il filo di collegamento (precedentemente preparato) al centro della stessa superficie, facendo in modo che si mantenesse nella sua posizione. Per ottenere un buon collegamento elettrico, un po' di vernice è stata applicata anche sull'estremità del filo. In figura 5.20 viene riportata una foto che riassume il procedimento.



**Figura 5.20.** Campione appena verniciato

A questo punto, il campione è stato lasciato nella posizione di figura 5.20 per un'intera notte per permettere alla vernice di asciugarsi (le componenti volatili della vernice evaporano e sul campione resta l'argento).

Una volta che la vernice si è asciugata, il filo risulta già connesso con la superficie, tuttavia, è un collegamento altamente instabile e, pertanto, si è fatto ricorso al solito nastro adesivo in rame con colla conduttiva. Quindi, è stato ritagliato un quadratino (25 mm x 25 mm) da nastro ed è stato applicato al centro del campione (figura 5.21).



**Figura 5.21.** Foto del campione verniciato e collegato al filo

Una volta assicurato il collegamento, è stato possibile procedere alla verniciatura dell'altra faccia del campione, per la quale è stato riservato lo stesso procedimento.

A questo punto, il campione è pronto per la misura: i suoi terminali sono stati collegati ai morsetti del ponte LCR (GW INSTRON LCR-819 per frequenze 12 Hz-100 kHz e Agilent 4285 per frequenze 75 kHz-30 MHz) che fornisce, sul display, i valori di resistenza e capacità dai quali è possibile stimare la resistività e la permittività relativa dei campioni stessi.

## Capitolo 6

# Misure sperimentali

In questo capitolo vengono riportate e confrontate le misure eseguite sui campioni con i diversi sistemi di prova appena descritti, provando la loro affidabilità. Il maggior problema riguarda le resistenze di contatto che, se dell'ordine della resistenza di massa dei campioni, potrebbero invalidare le misure. Inoltre, verrà dedotta la configurazione di misura a seconda del comportamento mostrato dai campioni: ohmico-induttivo o ohmico-capacitivo.

### 6.1. Misure con piatti paralleli di alluminio

I campioni, pronti per la misura, sono stati collegati ad un ponte LCR (GW INSTEK LCR-819 per frequenze 12 Hz-100 kHz e Agilent 4285 per frequenze 75 kHz-30 MHz) che fornisce, sul display, i valori di resistenza e capacità dai quali è possibile stimare la resistività e la permittività relativa dei campioni stessi. Come già detto, sono state proposte due modalità di misura: con i piattelli posati sui campioni e con i piattelli premuti sui campioni con l'ausilio di quattro mollette. Tuttavia, per le motivazioni precedentemente esposte, quest'ultima configurazione risulta preferibile e pertanto verranno riportate soltanto le misure eseguite in queste condizioni. Tale configurazione è stata provata su due dei tre campioni.

#### 6.1.1. Misure con piatti paralleli di alluminio premuti sui campioni

Per ridurre gli effetti legati alle resistenze di contatto (ed in particolare a quelle di costrizione) e per minimizzare lo strato d'aria che si viene a creare tra piattelli e campione, è stato applicato un carico meccanico tra campione e dischi. Tale risultato è stato ottenuto mediante l'ausilio di quattro mollette equamente distribuite lungo la circonferenza del campione. Come ampiamente discusso nel capitolo 5, l'effetto di tale azione è quello di aumentare i punti di contatto, ed in particolare gli a-spots, e ridurre quindi il contributo legato alla resistenza di costrizione. Inoltre, in questo modo, piattelli e campione dovrebbero avvicinarsi, eliminando teoricamente lo strato d'aria che si era venuto a creare tra i due materiali a contatto.

In tabella 6.1 e 6.2 vengono riportate le misure eseguite sul campione numero 2 con la configurazione appena descritta.

Le misure hanno evidenziato un comportamento ohmico-capacitivo, con trascurabile contributo dell'induttanza dei fili di collegamento ( $L \approx 100$  nH). Pertanto, il modello equivalente è  $R//C_p$ .

**Tabella 6.1.** Misure eseguite sul campione numero 2 con ponte GW INSTEK LCR-819

f	R	C
12 Hz	2.3 M $\Omega$	~ 1.3 nF
50 Hz	1.5 M $\Omega$	~ 0.5 nF
100 Hz	1.1 M $\Omega$	0.3 nF
200 Hz	1.0 M $\Omega$	0.2 nF
500 Hz	950 k $\Omega$	0.11 nF
1 kHz	680 k $\Omega$	0.10 nF
2 kHz	630 k $\Omega$	73 pF
5 kHz	540 k $\Omega$	52 pF
10 kHz	370 k $\Omega$	40 pF
20 kHz	280 k $\Omega$	28 pF
50 kHz	180 k $\Omega$	22 pF
100 kHz	130 k $\Omega$	18 pF

**Tabella 6.2.** Misure eseguite sul campione numero 2 con ponte Agilent 4285

f	R	C
100 kHz	120 k $\Omega$	18.5 pF
200 kHz	70 k $\Omega$	17.0 pF
500 kHz	50 k $\Omega$	15.0 pF
1 MHz	36 k $\Omega$	12.0 pF
2 MHz	22 k $\Omega$	10.6 pF
5 MHz	14 k $\Omega$	9.6 pF
10 MHz	9.6 k $\Omega$	9.0 pF
20 MHz	7.5 k $\Omega$	8.8 pF
30 MHz	3.0 k $\Omega$	8.2 pF

Allo stesso modo sono state eseguite le misure sul campione numero 3, riassunte in tabella 6.3 e 6.4.

**Tabella 6.3.** Misure eseguite sul campione numero 3 con ponte GW INSTEK LCR-819

f	R	C
12 Hz	~ 800 k $\Omega$	~ 1.2 nF
50 Hz	~720 k $\Omega$	~ 0.75 nF
100 Hz	~700 k $\Omega$	~ 0.62 nF
200 Hz	~670 k $\Omega$	0.54 nF
500 Hz	~ 600 k $\Omega$	0.46 nF
1 kHz	~ 540 k $\Omega$	0.43 nF
2 kHz	~ 420 k $\Omega$	0.39 nF
5 kHz	~ 240 k $\Omega$	0.34 nF
10 kHz	133 k $\Omega$	303 pF
20 kHz	71 k $\Omega$	258 pF
50 kHz	33 k $\Omega$	194 pF
100 kHz	21 k $\Omega$	154 pF

**Tabella 6.4.** Misure eseguite sul campione numero 3 con ponte Agilent 4285

f	R	C
100 kHz	21.8 k $\Omega$	152 pF
200 kHz	14.8 k $\Omega$	127.6 pF
500 kHz	8.4 k $\Omega$	106.9 pF
1 MHz	5.1 k $\Omega$	94.4 pF
2 MHz	2.9 k $\Omega$	82.9 pF
5 MHz	1.34 k $\Omega$	69.2 pF
10 MHz	732 $\Omega$	60.4 pF
20 MHz	371 $\Omega$	54.5 pF
30 MHz	222 $\Omega$	53.8 pF

## 6.2 Misure con piatti paralleli in foglio sottile di alluminio

Per ridurre gli effetti delle resistenze di contatto, è stato proposto un sistema di prova analogo al precedente, con la differenza di aver sostituito i piattelli di alluminio con fogli di Domopack.

Tale artificio, come già menzionato, dovrebbe garantire un miglior accoppiamento tra dischi e campione dal momento che i fogli di Domopack dovrebbero riuscire a seguire meglio il profilo della superficie dei campioni stessi. Anche in questo caso sono state eseguite prove con l'ausilio di un'azione meccanica.

### 6.2.1 Misure con fogli paralleli di Domopack premuti sui campioni

Si è pensato ad una soluzione che prevedesse fogli di Domopack posati sulle due facce dei campioni e mantenuti in contatto con l'ausilio di un'azione meccanica esterna; in particolare sono state utilizzate delle mollette equamente distribuite lungo la circonferenza del campione.

Inoltre, sopra i fogli di Domopack è stato posato un cartoncino di spessore adeguato per fare in modo che la pressione sia il più possibile distribuita equamente sulla superficie ed evitare che i fogli si arricciassero. Le misure eseguite in queste condizioni sul campione numero 2 sono riportate in tabella 6.5 e 6.6, mentre quelle eseguite sul campione numero 3 sono riportate in tabella 6.7 e 6.8.

Le misure hanno evidenziato un comportamento ohmico-capacitivo, con trascurabile contributo dell'induttanza dei fili di collegamento ( $L \approx 100$  nH). Pertanto, il modello equivalente è  $R//C_p$ .

**Tabella 6.5.** Misure eseguite sul campione numero 2 con ponte GW INSTEK LCR-819

f	R	C
12 Hz	~ 2.2 M $\Omega$	~ 1.6 nF
50 Hz	~ 1.2 M $\Omega$	~ 0.7 nF
100 Hz	950 k $\Omega$	0.45 nF
200 Hz	800 k $\Omega$	0.27 nF
500 Hz	700 k $\Omega$	0.16 nF
1 kHz	560 k $\Omega$	0.12 nF
2 kHz	480 k $\Omega$	89 pF
5 kHz	380 k $\Omega$	56 pF
10 kHz	290 k $\Omega$	47 pF
20 kHz	215 k $\Omega$	34 pF
50 kHz	155 k $\Omega$	26 pF
100 kHz	120 k $\Omega$	23 pF

**Tabella 6.6.** Misure eseguite sul campione numero 2 con ponte Agilent 4285

f	R	C
100 kHz	110 k $\Omega$	21.6 pF
200 kHz	70 k $\Omega$	17.5 pF
500 kHz	50 k $\Omega$	15.5 pF
1 MHz	27 k $\Omega$	12.5 pF
2 MHz	20 k $\Omega$	10.9 pF
5 MHz	11 k $\Omega$	10.3 pF
10 MHz	9.5 k $\Omega$	9.5 pF
20 MHz	7 k $\Omega$	9.0 pF
30 MHz	3 k $\Omega$	8.2 pF

**Tabella 6.7.** Misure eseguite sul campione numero 3 con ponte GW INSTEK LCR-819

f	R	C
12 Hz	~ 8.5 k $\Omega$	~ 2.5 nF
50 Hz	~ 8.5 k $\Omega$	~ 1.3 nF
100 Hz	~ 8.2 k $\Omega$	0.90 nF
200 Hz	~ 8.0 k $\Omega$	0.70 nF
500 Hz	~ 7.5 k $\Omega$	0.50 nF
1 kHz	~ 7.5 k $\Omega$	0.45 nF
2 kHz	~ 7.5 k $\Omega$	0.39 nF
5 kHz	~ 7.5 k $\Omega$	0.34 nF
10 kHz	7.3 k $\Omega$	306 pF
20 kHz	7.1 k $\Omega$	276 pF
50 kHz	6.6 k $\Omega$	242 pF
100 kHz	5.9 k $\Omega$	215 pF

**Tabella 6.8.** Misure eseguite sul campione numero 3 con ponte Agilent 4285

f	R	C
100 kHz	6.22 k $\Omega$	216 pF
200 kHz	5.03 k $\Omega$	187 pF
500 kHz	3.41 k $\Omega$	149.8 pF
1 MHz	2.41 k $\Omega$	127.0 pF
2 MHz	1.61 k $\Omega$	108.8 pF
5 MHz	874 $\Omega$	90.3 pF
10 MHz	500.6 $\Omega$	79.6 pF
20 MHz	242.2 $\Omega$	73.8 pF
30 MHz	129.1 $\Omega$	75.2 pF

È interessante eseguire un confronto tra le misure ottenute con i dischi di alluminio premuti sui campioni e quelle ottenute con i fogli di Domopack premuti sui campioni.

A tal proposito, mi aspetto che la soluzione con i fogli di Domopack sia più efficiente, dal momento che la loro maggior flessibilità dovrebbe permetterli di seguire meglio il profilo delle superfici dei campioni. In particolare, dalle misure ottenute, è possibile fare due considerazioni:

- a) a tutte le frequenze noto un valore di resistenza misurato minore o uguale nel caso di fogli di Domopack. Come già evidenziato, tale comportamento dovrebbe essere dovuto al fatto che con i fogli si riesce a seguire meglio il profilo della superficie del campione, aumentando così i punti di contatto tra di loro (più precisamente gli a-spots)
- b) per quanto riguarda le misure di capacità noto che con i fogli di Domopack ottengo valori leggermente più alti (ma comunque abbastanza vicini a quelli ottenuti con i piattelli) o uguali, in tutto il range di frequenze di prova. Indicata con  $C_1$  la capacità del materiale e con  $C_2$  quella dovuta all'aria (relativamente ad un elettrodo), ho utilizzato come modello la serie  $C_2$ - $C_1$ - $C_2$ . Avendo ridotto (teoricamente eliminato) lo strato d'aria equivalente tra armature e dielettrico,  $C_2 \rightarrow \infty$  e quindi risulta:

$$C_{eq} = \frac{1}{\frac{1}{C_2} + \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2}} \approx C_1 \quad (6.1)$$

Quindi, per quanto riguarda la misura di capacità, in queste condizioni (soprattutto con i fogli di Domopack), mi aspetto che essa risulti una misura abbastanza affidabile. La successiva prova con verniciatura mi dirà se tale considerazione trova riscontro nella pratica.

Per quanto riguarda i valori di resistenza misurati, tuttavia, mi aspetto che questi siano ancora sensibilmente affetti dal contributo delle resistenze di contatto e, anche in questo caso, la verniciatura mi darà conferma o meno.

## 6.3 Misure con verniciatura

La misura con verniciatura è stata fatta su tutti e tre i campioni.

### 6.3.1 Misure con verniciatura sul campione Plasmastone/vetro soda-lime

Per quanto riguarda il campione Plasmastone/vetro soda-lime, per il quale si cercavano delle conferme a misure già eseguite in precedenza, la situazione è abbastanza complessa in quanto le misure hanno evidenziato un comportamento ohmico-capacitivo fino ad una certa frequenza ed ohmico-induttivo oltre tale frequenza. Pertanto, la situazione, inizialmente riconducibile ad un modello R-C parallelo si trasforma in un modello R-L serie.

Le misure effettuate sul campione numero 1 sono riportate in tabella 6.9 e 6.10.

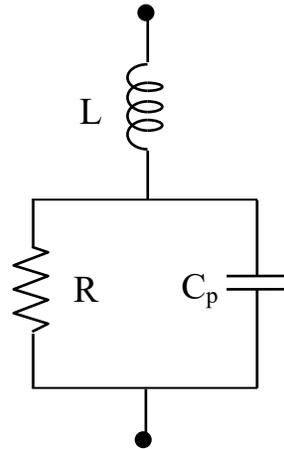
**Tabella 6.9.** Misure eseguite sul campione numero 1 con ponte GW INSTEK LCR-819

f	R	C
12 Hz	29.40 $\Omega$	~ 45 nF
50 Hz	29.40 $\Omega$	~ 5 nF
100 Hz	29.40 $\Omega$	~2.5 nF
200 Hz	29.40 $\Omega$	~1.3 nF
500 Hz	29.40 $\Omega$	0.8 nF
1 kHz	29.40 $\Omega$	0.5 nF
2 kHz	29.40 $\Omega$	0.4 nF
5 kHz	29.40 $\Omega$	0.33 nF
10 kHz	29.40 $\Omega$	0.28 nF
20 kHz	29.39 $\Omega$	0.22 nF
50 kHz	29.38 $\Omega$	0.16 nF
100 kHz	29.36 $\Omega$	0.13 nF

**Tabella 6.10.** Misure eseguite sul campione numero 1 con ponte Agilent 4285

f	R	C/L
75 kHz	24.88 $\Omega$	110 pF
100 kHz	24.97 $\Omega$	100 pF
200 kHz	25.01 $\Omega$	62 pF
500 kHz	25.02 $\Omega$	21 pF
1 MHz	24.94 $\Omega$	4.7 nH
2 MHz	24.74 $\Omega$	21.5 nH
5 MHz	24.21 $\Omega$	41.4 nH
10 MHz	23.50 $\Omega$	54.6 nH
20 MHz	22.40 $\Omega$	65.5 nH
30 MHz	21.50 $\Omega$	70.9 nH

Ora, nel capitolo 5 abbiamo ricondotto la situazione analizzata ad un circuito che comprende la serie di un'induttanza (dovuta ai fili di collegamento) con il parallelo di una capacità ed una resistenza (figura 6.1).



**Figura 6.1.** Schema elettrico equivalente

Inoltre, abbiamo evidenziato che l'espressione dell'impedenza equivalente ( $Z$ ) può essere semplificata nel caso in cui  $(\frac{1}{\omega C_p})^2 \gg R^2$ .

Infatti, in tali condizioni l'espressione dell'impedenza risulta:

$$\dot{Z} \approx R + j\omega(L - R^2 C_p)$$

e, pertanto, il parametro  $(L - R^2 C_p)$  è quello che ci dice quale schema va impostato sul ponte LCR (modello (R- $L_s$ ) oppure modello (R- $C_p$ )).

A tal proposito, le misure evidenziano che, per  $R \approx 29.4 \Omega$  (misura confermata in DC con Fluke 23 III) e  $C_p \approx 0.5 \text{ nF}$ , la condizione sopra esposta risulta valida fino a 1kHz. Inoltre, per  $L \approx 100 \text{ nH}$  (valore di induttanza stimato dovuto ai fili di collegamento) si osserva che la condizione  $L - R^2 C_p \ll 0$  è abbastanza soddisfatta e, pertanto, lo schema si può semplificare con il parallelo di R e C (e induttanza trascurabile).

Oltre la frequenza di 1 kHz la condizione  $(\frac{1}{\omega C_p})^2 \gg R^2$  è ancora soddisfatta con i dati delle misure, tuttavia la condizione  $L - R^2 C_p \ll 0$  non è più completamente valida.

I dati mostrano ancora uno schema equivalente R// $C_p$ ; tuttavia il valore di  $C_p$  è affetto da maggiori incertezze dovute ad L.

Pertanto, fino alla frequenza di 1 kHz è possibile avere una valutazione abbastanza affidabile della capacità e quindi della permittività relativa  $\epsilon$ . Infatti, con l'ipotesi di condensatore piano e dalla

conoscenza delle caratteristiche geometriche del campione, è possibile ricavare la permittività relativa ( $C = \epsilon_0 \cdot \epsilon_r \cdot A/h$ , dove  $\epsilon_0$  è la permittività del vuoto).

Per quanto riguarda la misura di resistenza, si osserva che, prendendo i dati misurati a 100 kHz per R e, come stima, per  $C_p$ , anche se quest'ultima solo indicativa, per quanto sopra detto, questi sono coerenti con lo schema di  $(\frac{1}{\omega C_p})^2 \gg R^2$  e quindi tali che la misura di R come parte reale dell'impedenza è valida.

Per i dati per frequenze superiori a 100 kHz, si osserva che a 1 MHz, si misura un valore di impedenza quasi puramente resistivo, di valore  $R \approx 25 \Omega$ . Con  $L \approx 100$  nH, la misura è coerente con una  $C_p$  dell'ordine di 100 pF e quindi con  $(\frac{1}{\omega C_p})^2 \gg R^2$  e quindi con una misura affidabile di R.

Visto il buon margine con cui è soddisfatta la relazione  $(\frac{1}{\omega C_p})^2 \gg R^2$  a 1 MHz (più di tre ordini di grandezza), si è ritenuta valida la misura di R fino a 30 MHz.

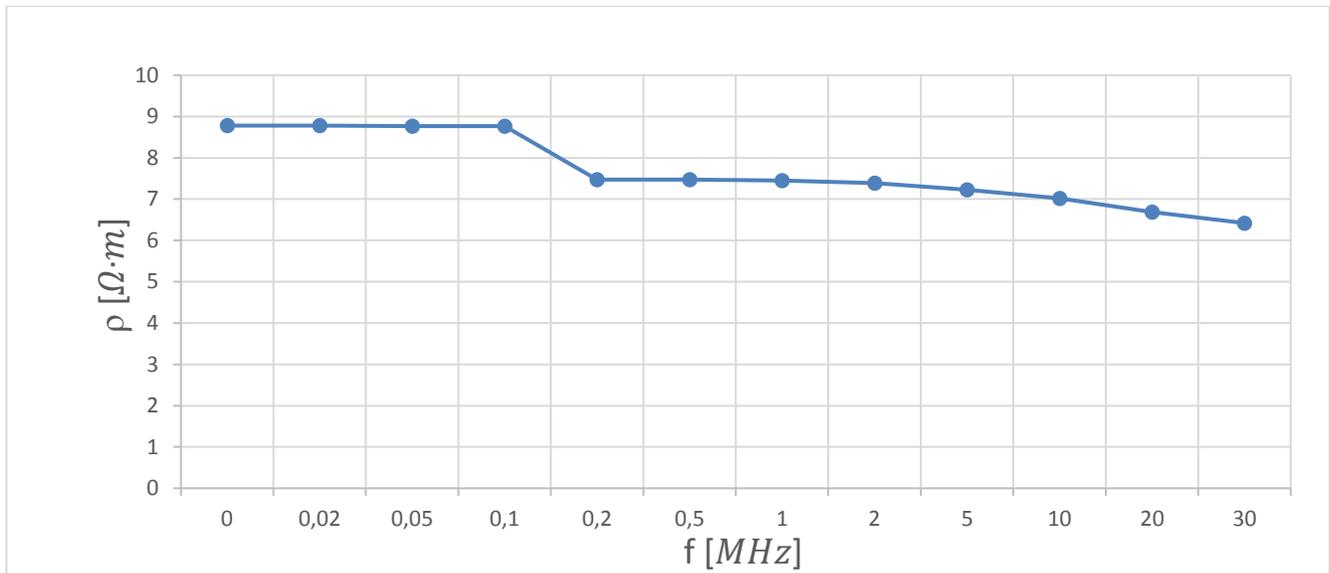
Pertanto, dalla conoscenza delle caratteristiche geometriche e dalla legge di Ohm, è possibile ricavare la resistività del materiale ( $R = \rho \frac{h}{s}$ ).

In tabella 6.11 vengono riportati i valori di resistività valutati in questo modo alle diverse frequenze, mentre in figura 6.2 viene riportato il suo andamento in forma grafica.

**Tabella 6.11.** Valori di resistività alle diverse frequenze

f	$\rho [\Omega \cdot m]$
12 Hz	8.78
50 Hz	8.78
100 Hz	8.78
200 Hz	8.78
500 Hz	8.78
1 kHz	8.78
2 kHz	8.78
5 kHz	8.78
10 kHz	8.78
20 kHz	8.78
50 kHz	8.77
100 kHz	8.77

200 kHz	7.47
500 kHz	7.47
1 MHz	7.45
2 MHz	7.39
5 MHz	7.23
10 MHz	7.02
20 MHz	6.69
30 MHz	6.42



**Figura 6.2.** Andamento della resistività al variare della frequenza

Le misure evidenziano valori di resistività abbastanza costanti e alle frequenze più basse, pari a circa 8.8  $\Omega \cdot m$ , valore confermato dalla misura in DC. Inoltre, dal grafico si nota una variazione della resistività intorno a 100 kHz, ovvero quando si è passati alla misura della resistenza con il ponte LCR in alta frequenza: tale comportamento è attribuito al cambio di strumento di misura. In ogni caso, possiamo ritenere la resistività piuttosto costante e di valore tipico dei semiconduttori.

Per quanto riguarda la stima della costante dielettrica relativa, come già detto, essa risulta abbastanza affidabile fino alla frequenza di 1 kHz. In tabella 6.12 vengono riportati i valori ricavati alle diverse frequenze.

**Tabella 6.12.** Valori di costante dielettrica relativa alle diverse frequenze

f	$\epsilon_r$
100 Hz	945.5
200 Hz	491.7
500 Hz	302.6
1 kHz	189.1

La valutazione è partita dalla frequenza di 100 Hz in quanto risulta la prima misura stabile. Si trovano valori di costante dielettrica relativa molto alti a bassa frequenza.

### 6.3.2 Misure con verniciatura sul campione in pomice

Le misure così effettuate hanno evidenziato un comportamento ohmico-capacitivo in tutto il range di frequenze di prova. La condizione  $(\frac{1}{\omega C_p})^2 \gg R^2$  risulta abbastanza soddisfatta fino alla frequenza di 10 kHz con modello ohmico-capacitivo.

Alle frequenze più alte di misura, si passa invece nella condizione  $(\frac{1}{\omega C_p})^2 \ll R^2$ . Tuttavia, con  $L \approx 100$  nH e i valori misurati per C ( $\approx 10$  pF), resta valido il modello ohmico-capacitivo. In questo caso, inoltre, la misura in DC è risultata fortemente instabile e pertanto vengono riportate soltanto le misure eseguite con i ponti LCR (tabella 6.13 e 6.14).

**Tabella 6.13.** Misure eseguite sul campione numero 2 con ponte GW INSTEK LCR-819

f	R	C
12 Hz	558 k $\Omega$	1.4 nF
50 Hz	533 k $\Omega$	0.43 nF
100 Hz	514 k $\Omega$	258 pF
200 Hz	498 k $\Omega$	169 pF
500 Hz	468 k $\Omega$	105 pF
1 kHz	440 k $\Omega$	76 pF
2 kHz	404 k $\Omega$	56 pF
5 kHz	352 k $\Omega$	37.9 pF
10 kHz	309 k $\Omega$	28.7 pF
20 kHz	265 k $\Omega$	22.3 pF
50 kHz	210 k $\Omega$	16.9 pF
100 kHz	171 k $\Omega$	14.45 pF

**Tabella 6.14.** Misure eseguite sul campione numero 2 con ponte Agilent 4285

f	R	C
75 kHz	170 k $\Omega$	14.7 pF
100 kHz	159 k $\Omega$	13.6 pF
200 kHz	129.8 k $\Omega$	11.85 pF
500 kHz	95.7 k $\Omega$	10.35 pF
1 MHz	74.8 k $\Omega$	9.64 pF
2 MHz	57.8 k $\Omega$	9.17 pF
5 MHz	39.7 k $\Omega$	8.78 pF
10 MHz	28.5 k $\Omega$	8.62 pF
20 MHz	19.1 k $\Omega$	8.57 pF
30 MHz	13.9 k $\Omega$	8.66 pF

A questo punto, è doveroso eseguire un confronto con le misure ottenute con gli altri sistemi di prova e, in particolare, con quelle ricavate con i fogli di Domopack premuti sul campione.

Infatti, in trattazioni precedenti avevo fatto delle considerazioni a riguardo che ipotizzavano dei valori di capacità misurati nei due casi piuttosto vicini, mentre valori di resistenza che potevano scostarsi abbastanza significativamente. Considerando le misure, mi accorgo che i valori di resistenza misurati sono sempre abbastanza vicini e, al crescere della frequenza, succede addirittura di trovare valori di resistenza misurati più alti con la verniciatura.

In ogni caso, si riscontrano valori di resistenza misurati dello stesso ordine di grandezza. Anche per quanto riguarda le misure di capacità ho misurato valori leggermente minori nel caso di verniciatura ma comunque abbastanza vicini.

Ad ogni modo, come fatto per il campione numero 1, anche in questo caso è stata valutata la resistività elettrica alle diverse frequenze ricorrendo alla legge di Ohm.

Le valutazioni di resistività elettriche così eseguite mostrano valori molto alti, intorno a 100 kΩm, tipici di materiali isolanti.

Per quanto riguarda la valutazione della permittività relativa, essa è stata ricavata allo stesso modo del campione numero 1, ovvero con l'ipotesi di condensatore piano. I valori ottenuti sono riportati in tabella 6.14.

**Tabella 6.14** Valori di permittività relativa alle diverse frequenze

$f$	$\epsilon_r$
12 Hz	560.7
50 Hz	172.2
100 Hz	103.3
200 Hz	67.5
500 Hz	42.0
1 kHz	30.4
2 kHz	22.4
5 kHz	15.2
10 kHz	11.5
20 kHz	8.9
50 kHz	6.8
200 kHz	4.7
500 kHz	4.1
1 MHz	3.9

2 MHz	3.7
5MHz	3.5
10 MHz	3.5
20 MHz	3.4
30 MHz	3.5

Come si può notare dalla tabella, anche in questo caso risultano valori di permittività relativa, seppur minori rispetto al caso precedente, abbastanza alti a basse frequenze.

### 6.3.3 Misure con verniciatura sul campione Fly Ash/vetro soda-lime

L'ultimo campione analizzato è quello ottenuto a partire da ceneri volanti e vetro soda-lime.

In questo caso la situazione risulta abbastanza indeterminata in quanto non sono riuscito ad ottenere misure stabili di capacità a basse frequenze. Con lo strumento in alta frequenza, invece, la situazione comincia ad essere più chiara in quanto si ottengono misure stabili che mostrano un comportamento ohmico-induttivo. Infatti, sin da subito si trova un valore di induttanza molto vicino ai 100 nH (valore di induttanza stimato dei fili di collegamento) e resta intorno a tale valore al crescere della frequenza. Le misure di resistenza, invece, sono risultate molto stabili in tutto il range di frequenze e sono state confermate da una misura in DC. I valori ottenuti con i due ponti LCR sono riportati in tabella 6.15 e 6.16.

**Tabella 6.15.** Misure eseguite sul campione numero 3 con ponte GW INSTEK LCR-819

f	R	C
12 Hz	13.0 $\Omega$	-
50 Hz	13.0 $\Omega$	-
100 Hz	13.0 $\Omega$	-
200 Hz	13.0 $\Omega$	-
500 Hz	13.0 $\Omega$	-
1 kHz	13.0 $\Omega$	-
2 kHz	13.0 $\Omega$	-
5 kHz	13.0 $\Omega$	-
10 kHz	13.0 $\Omega$	-
20 kHz	13.0 $\Omega$	-
50 kHz	12.9 $\Omega$	-
100 kHz	12.6 $\Omega$	-

**Tabella 6.16.** Misure eseguite sul campione numero 3 con ponte Agilent 4285

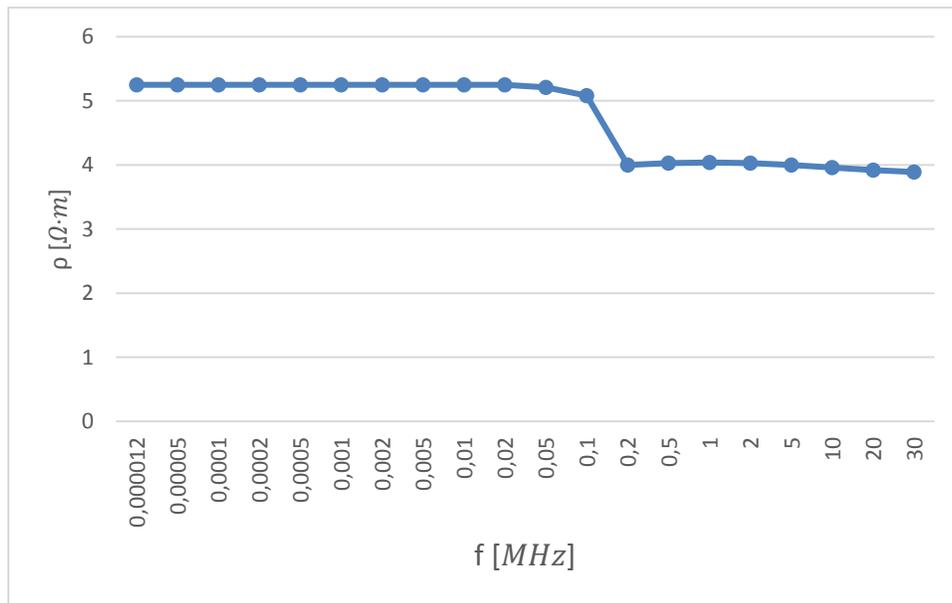
f	R	L
75 kHz	9.82 $\Omega$	$\sim$ 92 nH
100 kHz	9.90 $\Omega$	$\sim$ 92 nH
200 kHz	9.93 $\Omega$	95 nH
500 kHz	9.99 $\Omega$	96.5 nH
1 MHz	10.01 $\Omega$	97.5 nH
2 MHz	9.98 $\Omega$	98.0 nH
5 MHz	9.91 $\Omega$	98.8 nH
10 MHz	9.82 $\Omega$	99.9 nH
20 MHz	9.70 $\Omega$	100.9 nH
30 MHz	9.64 $\Omega$	101.4 nH

Le misure di resistenza hanno trovato conferma da una misura in DC con Fluke 23 III. Inoltre, si riscontra una variazione di resistenza abbastanza significativa nel passaggio da uno strumento all'altro.

A questo punto è stato possibile eseguire, ancora una volta, le stime di resistività alle diverse frequenze; i valori ricavati sono riportati in tabella 6.17, mentre l'andamento al variare della frequenza è mostrato in forma grafica in figura 6.3.

**Tabella 6.17.** Valori di resistività ricavati alle diverse frequenze

F	$\rho$ [ $\Omega \cdot m$ ]
12 Hz	5.25
50 Hz	5.25
100 Hz	5.25
200 Hz	5.25
500 Hz	5.25
1 kHz	5.25
2 kHz	5.25
5 kHz	5.25
10 kHz	5.25
20 kHz	5.25
50 kHz	5.21
100 kHz	5.08
200 kHz	4.00
500 kHz	4.03
1 MHz	4.04
2 MHz	4.03
5 MHz	4.00
10 MHz	3.96
20 MHz	3.92
30 MHz	3.89



**Figura 6.3.** Andamento della resistività al variare della frequenza

I valori trovati di resistività sono intorno a  $5 \Omega \cdot m$ .

Per quanto riguarda il confronto con gli altri sistemi di prova, in questo caso si nota che la verniciatura è indispensabile per una corretta valutazione della resistenza.

Per quanto riguarda la valutazione della permittività relativa alle diverse frequenze, non è stato possibile fare una stima in quanto non siamo riusciti ad avere la misura in bassa frequenza.

## Capitolo 7

# Conclusioni

In questo lavoro di tesi, sono state fatte misure delle caratteristiche elettriche di materiali vetro-ceramici innovativi che rientrano nelle attività di ricerca per lo sviluppo di una efficiente soluzione di recupero e valorizzazione dei materiali di scarto.

Ho messo a confronto metodi di misura diversi. In particolare, tre sistemi sono stati provati: due semplici, non perturbativi, che utilizzano due superfici conduttive costituite rispettivamente da lamiera rigide di alluminio e da fogli flessibili di alluminio; uno, perturbativo, già in corso di utilizzo presso il laboratorio del DII dove ho svolto la mia attività sperimentale di tesi, basato sulla verniciatura di due superfici con vernice conduttiva.

Ho realizzato il set-up di prova dei due sistemi non perturbativi. Ho preso mano, su un campione, al sistema basato sulla vernice conduttiva. Ho quindi utilizzato i tre sistemi su due campioni, uno in pomice e uno ottenuto a partire da ceneri volanti e vetro.

Le misure sul campione in pomice, materiale isolante elettrico, sono risultate abbastanza equivalenti.

Sul campione realizzato a partire da ceneri volanti e vetro, invece, i tre sistemi di prova hanno portato a risultati completamente diversi.

In particolare, la criticità, nella misura del valore della resistenza, di un ottimo contatto fra elettrodi di prova e materiale, porta a un valore misurato molto più basso con il sistema di verniciatura.

Si è quindi visto che l'effetto della resistenza di contatto è molto importante in tale caso, dove il materiale ha mostrato una resistività, ottenuta con la verniciatura, confrontabile ai valori di resistività di un semiconduttore.

Tali prove sono importanti in un'ottica di economia circolare che punta a sfruttare tutti i sottoprodotti di processo. Infatti, i campioni (tranne quello in pomice, utilizzato come confronto) sono stati realizzati a partire da scarti che altrimenti troverebbero scarso impiego industriale.



# Bibliografia

- [1] M. Cosimo, tesi di laurea “Tecniche di trattamento dei rifiuti”, relatore prof. A. Ficarella, Università del Salento, A.A. 2007-2008
- [2] Massimiliano De Antoni Migliorati, appunti del corso di Depurazione Chimica, “La termodistruzione: impianti e tecnologie”, Università degli Studi di Padova, A.A. 2006/2007
- [3] Slides del corso di “Industrial Plasma Technologies”, prof. L. Cordaro e P. Sonato, Dipartimento di Ingegneria Industriale, Facoltà di Ingegneria, Università degli Studi di Padova, A.A. 2018-2019
- [4] G. Napolano, tesi di laurea “Gassificazione di rifiuti solidi urbani con torcia al plasma”, relatore prof. A. Lancia, Università degli Studi di Napoli “Federico II”, A.A. 2012/2013
- [5] C. Schiavo, tesi di laurea “Utilizzo di torce al plasma per lo smaltimento di rifiuti solidi”, relatore prof. M. Fabbicino, Università degli Studi di Napoli “Federico II”, A.A. 2013/2014
- [6] I. M. M. M. Ponsot, Y. Pontikes, G. Baldi, R. K. Chinnam, R. Detsch, A. R. Boccaccini, E. Bernardo, “Magnetic Glass Ceramics by Sintering of Borosilicate Glass and Inorganic Waste”, *Materials* 2014, 7, 5565-5580
- [7] A. Rincòn, D. Desideri, E. Bernardo, “Functional glass-ceramic foams from ‘inorganic gel casting’ and sintering of glass/slag mixtures”, *Journal of Cleaner Production* 187 (2018) 250-256
- [8] D. Desideri, T. Cavallin, A. Maschio, “Development of an improved version of sample holder for measuring the shielding effectiveness of planar films”, *International Journal of Applied Electromagnetics and Mechanics* 45 (2014) 273-278
- [9] A. Maschio, E. Bernardo, D. Desideri, M. Marangoni, I. Ponsot, Y. Pontikes, “Shielding effectiveness of construction material”, *International Journal of Applied Electromagnetics and Mechanics* 52 (2016) 137-144
- [10] D. Rampazzo, tesi di laurea “Prove di misura di efficienza di schermatura con cella TEM coassiale”, relatore prof. D. Desideri, Università degli Studi di Padova, A.A. 2010-2011
- [11] P. R. Monich, A. R. Rincòn, D. Höllen, E. Bernardo, “Porous glass-ceramics from alkali activation and sinter-crystallization of mixtures of waste glass and residues from plasma processing of municipal solid waste”, *Journal of Cleaner Production* 188 (2018) 871-878
- [12] P. R. Monich, D. Desideri, E. Bernardo, “Low temperature upcycling of vitreous byproduct of the MSW plasma processing into multifunctional porous glass-ceramics”, *Advances in Applied Ceramics*, vol. 118, 2019
- [13] P. R. Monich, A. R. Romero, D. Desideri, E. Bernardo, “Waste-derived glass-ceramics fired in nitrogen: stabilization and functionalization”
- [14] A. R. Romero, N. Toniolo, A. R. Boccaccini, E. Bernardo, “Glass-Ceramics Foams from ‘Weak Alkali Activation’ and Gel-Casting of Waste Glass/Fly Ash Mixtures”, *Materials*, 2019, 12, 588

- [15] Europomice, sito internet: <https://www.europomice.it/prodotti/pomice/> , 2019
- [16] A. Dalle Vedove, tesi di laurea “Materiali vetroceramici cellulari da miscele di rifiuti industriali”, relatore prof. E. Bernardo, Università degli Studi di Padova, A.A. 2013-2014
- [17] ] R. Holm, *Electric Contacts – Theory and Application*, IV edizione, Springer-Verlag Berlin/Heidelberg/New York, 1967
- [18] P. Bertocchi, tesi di laurea “Analisi teorica e caratterizzazione sperimentale di contatti elettrici per applicazioni nel settore ferroviario”, relatore prof. A. Dolara, Politecnico di Milano, A.A. 2013-2014