

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

OTTIMIZZAZIONE DEL TRATTAMENTO SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA

RELATORE: Prof. Fabrizio Dughiero

CORRELATORE: Dr. Illya Kulyk

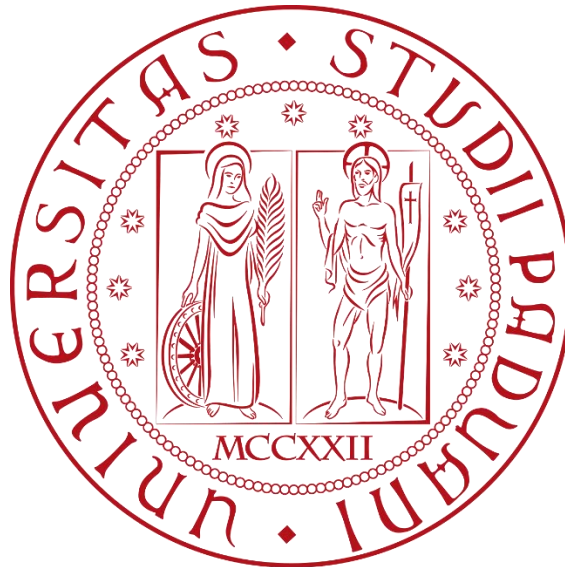
LAUREANDO: Christian Dalla Pria

N° Matricola: 1156668

ANNO ACCADEMICO 2018-19

UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA
Dipartimento di ingegneria industriale

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria dell'Energia Elettrica



TESI DI LAUREA MAGISTRALE

**OTTIMIZZAZIONE DEL TRATTAMENTO SU
MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL
PLASMA FREDDO A PRESSIONE
ATMOSFERICA**

Relatore: Prof. Fabrizio Dughiero

Correlatore: Dr. Ilyia Kulyk

Laureando: Christian Dalla Pria

N° di matricola: 1156668

Anno accademico: 2018/2019

*L'uomo deve preservare nell'idea che l'incomprensibile sia comprensibile;
altrimenti rinunciarebbe a cercare*

-J. W. Goethe-

SOMMARIO

Norme riguardanti la salvaguardia dell'ambiente che stanno diventando via via sempre più stringenti, in aggiunta ad una sensibilità personale che dovrebbe essere insita in ognuno di noi, portano, tra le altre cose, a riflessioni riguardanti i processi adottati in ambito industriale finalizzato al trattamento dei materiali. Oggigiorno la stragrande maggioranza di questi trattamenti viene eseguita tramite solventi chimici altamente inquinanti sia durante il processo che alla fine dello stesso se andiamo a considerare il loro smaltimento. Oltre al fattore ambientale trattamenti di questo tipo comportano uno spreco anche dal punto di vista prettamente energetico in quanto, per fare un esempio, alcuni di essi, in particolare i processi volti al trattamento di tessuti, implicano l'uso di numerose vasche contenenti acqua da dover mantenere a temperature elevati per tempi prolungati.

Una soluzione a questi problemi viene fornita da un tipo di trattamento che, seppur non è ancora diffusa su larga scala soprattutto in Italia, sta prendendo via via sempre più piede; quest'alternativa è data dall'uso del plasma e in particolare, volendo focalizzarsi sull'ambito industriale, il plasma freddo a pressione atmosferica. Questa tecnologia consente innanzitutto di poter svolgere un trattamento eco compatibile in quanto, sfruttando esclusivamente l'aria o al più gas inerti, non produce sostanze di scarto nocive, inoltre è una tecnologia relativamente economica poiché, a fronte di un investimento iniziale oggettivamente elevato, non comporta costi aggiuntivi oltre al costo dell'energia elettrica, che al momento varia tra i 4 e gli 8 centesimi di euro per kilowattora, necessaria ad innescare lo stesso plasma. Come suggerisce anche il nome stesso infatti, sfruttare il plasma a pressione atmosferica ci svincola dall'uso di apparecchiature da vuoto, solitamente associate al concetto di plasma, onerose e complicate da un punto di vista costruttivo.

Sfruttando il plasma freddo a pressione atmosferica, sia in forma diretta che in forma remota, si viene a generare un'atmosfera altamente reattiva che permette appunto il trattamento di diversi materiali al fine di poterli sfruttare al meglio. La finalità del mio lavoro sarà lo studio dell'effetto che tramite questa tecnologia si riesca ad ottenere su determinati materiali, cercando di ottimizzare il processo in termini di tempo e conseguentemente anche di energia, avendo sempre presente che il lavoro svolto debba essere finalizzato ad un ambito industriale, ossia, detto in altri termini, la ricerca svolta non sarà pura ricerca di base bensì una ricerca applicata indirizzata a scopi pratici, il che significa che si cerca di raggiungere un determinato set di parametri che risulti essere il più vantaggioso possibile per l'azienda.

Questa tesi consiste, oltre al sommario iniziale, di cinque capitoli.

Inizialmente viene data una panoramica teorica su cosa effettivamente sia il plasma, si passa poi a focalizzarsi sul plasma freddo a pressione atmosferica e su come esso possa essere generato, successivamente ci si concentrerà sulle applicazioni pratiche che questo tipo di tecnologia consente ed infine verrà esposta la parte sperimentale da me svolta, l'ultimo capitolo è dedicato alle conclusioni.

In coda sono presenti i ringraziamenti e la bibliografia.

Indice

1.	MODI DI GENERAZIONE E TIPI DI PLASMA ATMOSFERICO	1
1.1	IL PLASMA	1
1.2	TEMPERATURE DEI PLASMI: PLASMI TERMICI E NON-TERMICI	4
2.	SORGENTI DI PLASMA ATMOSFERICO	9
2.1	GENERAZIONE DEL PLASMA TRAMITE CAMPI ELETTROMAGNETICI	9
2.1.1	PLASMI DC	10
2.1.2	PLASMA AD ARCO	11
2.1.3	SCARICHE CORONA	11
2.1.4	SCARICHE A BARRIERA DIELETTRICA (DBD)	12
2.1.5	PLASMA RF	13
2.1.6	PLASMA A MICROONDE	14
3.	APPLICAZIONI DEL PLASMA ATMOSFERICO	17
3.1	APPLICAZIONE DEL PLASMA ATMOSFERICO SU POLIMERI	20
3.2	APPLICAZIONE DEL PLASMA ATMOSFERICO SUI METALLI	21
3.3	APPLICAZIONE DEL PLASMA ATMOSFERICO SUL COTONE	22
3.4	APPLICAZIONE DEL PLASMA ATMOSFERICO SUL LEGNO	25
4.	OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE	27
4.1	ACCIAI	30
4.1.1	ACCIAIO PREVERNICIATO (con primer a base di poliestere contenente piccolo quantitativo di resina epossidica)	30
4.1.2	ACCIAIO ZINCATO	46
4.1.3	ACCIAIO INOX	54
4.1.4	CONCLUSIONI GENERALI SUL TRATTAMENTO DEGLI ACCIAI	58
4.2	TESSUTI	59
4.2.1	JEANS	59
4.2.2	CONCLUSIONI GENERALI SUL TRATTAMENTO DEI TESSUTI	82
4.3	SUPERFICI POLIMERICHE	83
4.3.1	GOMMA SBR	83
4.3.2	CONCLUSIONI GENERALI SUL TRATTAMENTO DELLA GOMMA SBR	95
4.3.3	KAPTON	97
4.3.4	CONCLUSIONI GENERALI SUL TRATTAMENTO DEL KAPTON	104
4.3.5	TESSUTO-NON-TESSUTO (TNT)	106
4.3.6	CONCLUSIONI GENERALI SUL TRATTAMENTO DEL T-N-T	107
4.3.7	PELLE	108
4.3.8	COCNLUSIONI GENERALI SUL TRATTAMENTO DELLA PELLE	112

4.4 LEGNI	113
4.4.1 LEGNO MASSICCIO	115
4.4.2 CONCLUSIONI GENERALI SUL TRATTAMENTO DEL LEGNO MASSICCIO	126
5. CONCLUSIONI	127
RINGRAZIAMENTI	129
BIBLIOGRAFIA	131

Elenco delle figure

Fig. 1.1 Benjamin Franklin studia la natura elettrica dei fulmini	1
Fig. 1.2 Passaggi di stato della materia	1
Fig. 1.3 Rappresentazione della ionizzazione di una specie neutra a seguito di collisione con elettrone.....	2
Fig. 1.4 Curva caratteristica V-I per un tubo di scarica.....	3
Fig. 1.5 Esempio di plasma LTE in natura, il plasma solare	5
Fig. 1.6 Esempio di plasma non-LTE in natura, l'aurora boreale	5
Fig. 1.7 Caratteristica pressione-temperatura (transizione non-LTE in plasma termico LTE).....	6
Fig. 1.8 Curva di Paschen per differenti composizioni del gas	8
Fig. 2.1 Rappresentazione circuitale di una scarica in DC	10
Fig. 2.2 Principio di una torcia al plasma (arco traferito e non).....	11
Fig. 2.3 Esempio di applicazione della scarica Corona	11
Fig. 2.4 Principio della DBD.....	13
Fig. 2.5 Esempio pratico scarica DBD: schema di principio macchina Nanofabia	13
Fig. 2.6 Esempio di torcia al plasma freddo	14
Fig. 2.7 Esempio di plasma a microonde	14
Fig. 4.1 Ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm.....	27
Fig. 4.2 Ugello avente uscita circolare di diametro 4 mm.....	28
Fig. 4.3 Ugello avente uscita circolare di diametro 6 mm.....	28
Fig. 4.4 Ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 m.....	29
Fig. 4.5 Acciaio pre-verniciato, ugello circolare 2 mm, pressione d'aria compressa 7 bar, trattamento ottimizzato secondo i vari regimi	32
Fig. 4.6 Acciaio pre-verniciato non trattato al plasma (area dell'immagine ca. 1 mm x 1 mm, ingrandimento 5x)	33
Fig. 4.7 Acciaio pre-verniciato (stessa zona) trattato al plasma (area dell'immagine ca. 1 mm x 1 mm, ingrandimento 5x)	33
Fig. 4.8 Acciaio pre-verniciato non trattato al plasma (area immagine ca. 0.1 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)	34
Fig. 4.9 Acciaio pre-verniciato (stessa zona) trattato al plasma (area immagine ca. 0.07 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)	34
Fig. 4.10 Acciaio pre-verniciato (stessa zona) trattato al plasma e successivamente lavato con l'acqua	34
Fig. 4.11 Acciaio pre-verniciato (stessa zona) trattato al plasma, lavato con l'acqua e successivamente strofinato	35
Fig. 4.12 Acciaio pre-verniciato non trattato al plasma (area immagine ca. 1 mm x 1 mm, ingrandimento 5x)	35
Fig. 4.13 Acciaio pre-verniciato (stessa zona) trattato al plasma (area immagine ca. 0.75 mm x 1 mm, ingrandimento 5x)	35
Fig. 4.14 Acciaio pre-verniciato (stessa zona) trattato al plasma e successivamente lavato con l'acqua	36
Fig. 4.15 Acciaio pre-verniciato (stessa zona) trattato al plasma, lavato con l'acqua e successivamente strofinato	36
Fig. 4.16 Acciaio pre-verniciato non trattato al plasma (area immagine ca. 0.1 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)	36
Fig. 4.17 Acciaio pre-verniciato (zona adiacente) trattato al plasma (area immagine ca. 0.1 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)	37
Fig. 4.18 Acciaio pre-verniciato (zona adiacente) trattato al plasma e successivamente lavato con l'acqua.....	37
Fig. 4.19 Scadenza dell'attivazione di effetto medio sull'acciaio pre-verniciato	38
Fig. 4.20 Scadenza dell'attivazione di effetto massimo sull'acciaio pre-verniciato.....	39
Fig. 4.21 Scadenza dell'attivazione di effetto massimo sull'acciaio pre-verniciato con	

successivo lavaggio del campione.....	40
Fig. 4.22 Acciaio zincato non trattato al plasma (area immagine ca. 0.1 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)	46
Fig. 4.23 Acciaio pre-verniciato (stessa zona) trattato al plasma (area immagine ca. 0.1 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)	47
Fig. 4.24 Acciaio zincato non trattato al plasma (area immagine ca. 0.1 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)	47
Fig. 4.25 Acciaio zincato (stessa zona) trattato al plasma (area immagine ca. 0.1 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)	47
Fig. 4.26 Scadenza dell'attivazione di effetto medio sull'acciaio zincato	49
Fig. 4.27 Scadenza dell'attivazione di effetto massimo sull'acciaio zincato	50
Fig. 4.28 Acciaio inox non trattato al plasma (area immagine ca. 0.1 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)	54
Fig. 4.29 Acciaio inox (zona adiacente) trattato al plasma (area immagine ca. 0.1 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)	55
Fig. 4.30 Acciaio inox non trattato al plasma (area immagine ca. 0.1 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)	55
Fig. 4.31 Acciaio inox (stessa zona) trattato al plasma (area immagine ca. 0.1 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)	55
Fig. 4.32 Scadenza dell'attivazione di effetto medio sull'acciaio inox	56
Fig. 4.33 Tessuto denim, ugello circolare 2 mm, pressione d'aria compressa 7 bar, trattamento ottimizzato.....	60
Fig. 4.34 Trattamento ottimizzato (per decolorazione) su jeans, verifica tolleranza.....	63
Fig. 4.35 Grafico scadenza trattamento (diametro goccia), per campione NT diametro goccia pari a ca. 7 mm.....	66
Fig. 4.36 Grafico scadenza trattamento (tempo di assorbimento della goccia), per campione NT tempo di assorbimento della goccia ca. 2 minuti e 50 secondi	66
Fig. 4.37 Grafico scadenza trattamento su zona ablata con laser (tempo di assorbimento della goccia), per campione NT tempo di assorbimento della goccia ca. 14 minuti	69
Fig. 4.38 Grafico scadenza trattamento su zona non ablata con Laser (tempo di assorbimento della goccia), per campione NT tempo di assorbimento della goccia ca. 6 minuti.....	69
Fig. 4.39 Grafico scadenza trattamento su zona ablata con laser (diametro della goccia), per campione NT diametro della goccia ca. 6 mm	70
Fig. 4.40 Grafico scadenza trattamento su zona non ablata con laser (diametro della goccia), per campione NT diametro della goccia ca. 7 mm	70
Fig. 4.41 Trattamento su jeans, ugello circolare 4 mm, differenti pressioni d'aria compressa	73
Fig. 4.42 Trattamento su jeans, ugello lineare, differenti pressioni d'aria compressa	79
Fig. 4.43 Trattamento su jeans, ugello circolare 6 mm, differenti pressioni d'aria compressa	82
Fig. 4.44 Trattamento su gomma SBR, ugello circolare 2 mm, differenti pressioni d'aria compressa.....	86
Fig. 4.45 Trattamento su gomma SBR, ugello circolare 4 mm, differenti pressioni d'aria compressa.....	89
Fig. 4.46 Trattamento su gomma SBR, ugello lineare, differenti pressioni d'aria compressa	94
Fig. 4.47 Kapton, ugello circolare 2 mm, pressione d'aria compressa 7 bar, trattamento ottimizzato.....	97
Fig. 4.48 Trattamento su kapton, ugello circolare 2 mm, differenti pressioni d'aria compressa.....	98
Fig. 4.49 Trattamento su kapton, ugello circolare 2 mm, pressione d'aria compressa =7 bar, subito dopo il trattamento.....	99
Fig. 4.50 Trattamento su kapton, ugello circolare 2 mm, pressione d'aria compressa =3 bar, subito dopo il trattamento.....	99
Fig. 4.51 Trattamento su kapton, ugello circolare 2 mm, pressione d'aria compressa =7 bar, 3 minuti dopo il trattamento	100

Fig. 4.52	Trattamento su kapton, ugello circolare 2 mm, pressione d'aria compressa =3 bar, 3 minuti dopo il trattamento	100
Fig. 4.53	Trattamento su TNT, ugello circolare 2 mm, differenti pressioni d'aria compressa (7 e 3 bar)	106
Fig. 4.54	Trattamento su TNT, ugello circolare 2 mm, differenti pressioni d'aria compressa.....	107
Fig. 4.55	Pelle tipo liscio bianco, ugello circolare 2 mm, pressione d'aria compressa 7 bar, trattamento ottimizzato.....	108
Fig. 4.56	Trattamento effettuato su legno MDF a differenti pressioni d'aria compressa	113
Fig. 4.57	Valutazione dell'estensione della goccia per trattamenti effettuati su legno MDF a differenti pressioni d'aria compressa.....	114
Fig. 4.58	Trattamento su legno LM, ugello circolare 4 mm, differenti pressioni d'aria compressa	117
Fig. 4.59	Trattamento su legno LM, ugello lineare, differenti pressioni d'aria compressa	119
Fig. 4.60	Trattamento su legno LM, ugello circolare 2 mm, differenti pressioni d'aria compressa	122
Fig. 4.61	Trattamento su legno LM, ugello circolare 6 mm, differenti pressioni d'aria compressa	125

Elenco delle tabelle

Tabella 1.1 Caratteristiche plasma LTE vs. caratteristiche plasma non-LTE.....	7
Tabella 2.1 Potenziali di ionizzazione e densità di specie cariche per diverse sorgenti del plasma	15
Tabella 3.1 Confronto tra le varie tecnologie per il trattamento dei tessuti.....	23
Tabella 4.1 Monitoraggio scadenza dell'attivazione su acciaio pre-verniciato, trattamento in regime "effetto medio"	38
Tabella 4.2 Monitoraggio scadenza dell'attivazione su acciaio pre-verniciato, trattamento in regime "effetto massimo"	39
Tabella 4.3 Monitoraggio scadenza dell'attivazione su acciaio pre-verniciato, trattamento in regime "effetto massimo" con successivo lavaggio del campione	40
Tabella 4.4 Ottimizzazione trattamento, acciaio pre-verniciato, ugello circolare di diametro 4 mm.....	42
Tabella 4.5 Ottimizzazione trattamento, acciaio pre-verniciato, ugello circolare di diametro 6 mm.....	43
Tabella 4.6 Ottimizzazione trattamento, acciaio pre-verniciato, ugello lineare	44
Tabella 4.7 Monitoraggio scadenza dell'attivazione su acciaio zincato, trattamento in regime "effetto medio"	48
Tabella 4.8 Monitoraggio scadenza dell'attivazione su acciaio zincato, trattamento in regime "effetto massimo"	49
Tabella 4.9 Ottimizzazione trattamento, acciaio zincato, ugello circolare di diametro 4 mm.....	51
Tabella 4.10 Ottimizzazione trattamento, acciaio zincato, ugello circolare di diametro 6 mm.....	51
Tabella 4.11 Ottimizzazione trattamento, acciaio zincato, ugello lineare	52
Tabella 4.12 Monitoraggio scadenza dell'attivazione su acciaio inox, trattamento in regime "effetto medio"	56
Tabella 4.13 Ottimizzazione trattamento su tessuto denim per decolorazione.....	59
Tabella 4.14 Ottimizzazione trattamento su tessuto denim per decolorazione.....	59
Tabella 4.15 Ottimizzazione trattamento su tessuto denim per decolorazione.....	59
Tabella 4.16 Ottimizzazione trattamento su tessuto denim per decolorazione.....	60
Tabella 4.17 Verifica della variazione dell'effetto al variare della pressione d'aria compressa su tessuto denim	60
Tabella 4.18 Verifica della variazione dell'effetto al variare della pressione d'aria compressa su tessuto denim	61
Tabella 4.19 Verifica della variazione dell'effetto al variare della pressione d'aria compressa su tessuto denim	61
Tabella 4.20 Ottimizzazione trattamento su tessuto denim per decolorazione.....	61
Tabella 4.21 Verifica della tolleranza del trattamento (in termini di variazione della distanza ugello - campione) su tessuto denim	61
Tabella 4.22 Ottimizzazione trattamento su tessuto denim per decolorazione.....	62
Tabella 4.23 Ottimizzazione trattamento su tessuto denim per decolorazione.....	62
Tabella 4.24 Ottimizzazione trattamento su tessuto denim per decolorazione.....	62
Tabella 4.25 Verifica della tolleranza del trattamento (in termini di variazione della distanza ugello - campione) su tessuto denim	62
Tabella 4.26 Monitoraggio scadenza dell'attivazione su tessuto denim	65
Tabella 4.27 Ottimizzazione trattamento su tessuto denim per attivazione	67
Tabella 4.28 Monitoraggio scadenza dell'attivazione su tessuto denim pre-disegnato	68
Tabella 4.29 Ottimizzazione trattamento, tessuto denim, ugello circolare di diametro 4 mm	71
Tabella 4.30 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su tessuto denim al variare della pressione d'aria compressa, ugello circolare di diametro 4 mm.....	72
Tabella 4.31 Ottimizzazione trattamento, tessuto denim, ugello lineare	74
Tabella 4.32 Ottimizzazione trattamento, tessuto denim, ugello lineare	76
Tabella 4.33 Ottimizzazione trattamento, tessuto denim, ugello lineare.....	78

Tabella 4.34	Verifica variazione dell'effetto del trattamento su tessuto denim al variare della pressione d'aria compressa, ugello lineare.....	79
Tabella 4.35	Ottimizzazione trattamento, tessuto denim, ugello circolare di diametro 6 mm	80
Tabella 4.36	Ottimizzazione trattamento, tessuto denim, ugello circolare di diametro 6 mm	81
Tabella 4.37	Verifica variazione dell'effetto del trattamento su gomma SBR al variare della pressione d'aria compressa	83
Tabella 4.38	Verifica variazione dell'effetto del trattamento su gomma SBR al variare della pressione d'aria compressa, misura della temperatura.....	84
Tabella 4.39	Verifica variazione dell'effetto del trattamento su gomma SBR al variare della pressione d'aria compressa, misura della temperatura.....	85
Tabella 4.40	Verifica variazione dell'effetto del trattamento su gomma SBR al variare della pressione d'aria compressa, misura della temperatura.....	85
Tabella 4.41	Ottimizzazione trattamento, gomma SBR, ugello circolare di diametro 4 mm	87
Tabella 4.42	Verifica variazione dell'effetto del trattamento su gomma SBR al variare della pressione d'aria compressa, ugello circolare di diametro 4 mm	88
Tabella 4.43	Ottimizzazione trattamento, gomma SBR, ugello circolare di diametro 4 mm	90
Tabella 4.44	Ottimizzazione trattamento, gomma SBR, ugello lineare	91
Tabella 4.45	Verifica variazione dell'effetto del trattamento su gomma SBR al variare della pressione d'aria compressa, ugello lineare.....	92
Tabella 4.46	Ottimizzazione trattamento, gomma SBR, ugello lineare	92
Tabella 4.47	Verifica variazione dell'effetto del trattamento su gomma SBR al variare della pressione d'aria compressa, ugello lineare.....	93
Tabella 4.48	Ottimizzazione trattamento, gomma SBR, ugello circolare di diametro 6 mm	95
Tabella 4.49	Verifica variazione dell'effetto del trattamento su kapton al variare della pressione d'aria compressa, misura della temperatura.....	101
Tabella 4.50	Ottimizzazione trattamento, kapton, ugello circolare di diametro 6 mm	102
Tabella 4.51	Verifica variazione dell'effetto del trattamento su kapton al variare della pressione d'aria compressa, ugello circolare di diametro 6 mm	102
Tabella 4.52	Ottimizzazione trattamento, kapton, ugello lineare.....	103
Tabella 4.53	Verifica variazione dell'effetto del trattamento su kapton al variare della pressione d'aria compressa, ugello lineare.....	103
Tabella 4.54	Ottimizzazione trattamento, kapton, ugello circolare di diametro 4 mm	104
Tabella 4.55	Verifica variazione dell'effetto del trattamento su kapton al variare della pressione d'aria compressa, ugello circolare di diametro 4 mm	104
Tabella 4.56	Verifica variazione dell'effetto del trattamento su TNT al variare della pressione d'aria compressa	107
Tabella 4.57	Verifica variazione dell'effetto del trattamento su pelle al variare della pressione d'aria compressa	108
Tabella 4.58	Ottimizzazione trattamento, pelle, ugello circolare di diametro 6 mm	109
Tabella 4.59	Verifica variazione dell'effetto del trattamento su pelle al variare della pressione d'aria compressa, ugello circolare di diametro 6 mm	109
Tabella 4.60	Ottimizzazione trattamento, pelle, ugello circolare di diametro 4 mm	110
Tabella 4.61	Verifica variazione dell'effetto del trattamento su pelle al variare della pressione d'aria compressa, ugello circolare di diametro 4 mm	110
Tabella 4.62	Ottimizzazione trattamento, pelle, ugello lineare	111
Tabella 4.63	Verifica variazione dell'effetto del trattamento su pelle al variare della pressione d'aria compressa, ugello lineare.....	111
Tabella 4.64	Ottimizzazione trattamento, legno massiccio, ugello circolare di diametro 4 mm	115
Tabella 4.65	Verifica variazione dell'effetto del trattamento su legno massiccio al variare della pressione d'aria compressa, ugello circolare di diametro 4 mm	117
Tabella 4.66	Ottimizzazione trattamento, legno massiccio, ugello lineare	118
Tabella 4.67	Verifica variazione dell'effetto del trattamento su legno massiccio al variare della pressione d'aria compressa, ugello lineare.....	119

Tabella 4.68 Ottimizzazione trattamento, legno massiccio	120
Tabella 4.69 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su legno massiccio al variare della pressione d'aria compressa.....	121
Tabella 4.70 Ottimizzazione trattamento, legno massiccio, ugello circolare di diametro 6 mm.....	123
Tabella 4.71 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su legno massiccio al variare della pressione d'aria compressa, ugello circolare di diametro 6 mm.....	125

1. MODI DI GENERAZIONE E TIPI DI PLASMA ATMOSFERICO

1.1 IL PLASMA

Le prime scoperte sulle proprietà delle scariche elettriche nei gas sono attribuibili al celeberrimo esperimento svolto da Benjamin Franklin, scienziato e politico statunitense, grazie al quale egli scoprì la natura elettrica del fulmine (Fig. 1.1). Franklin prese un filo di canapa al quale legò un aquilone a un'estremità, nell'altra estremità appese una chiave, tenuta a distanza tramite un nastro di seta al fine di proteggersi le mani. Durante un temporale portò l'aquilone vicino alle nuvole, in questa maniera osservò un movimento della chiave, dovuto all'accumulo di cariche elettriche, e che questo gli permetteva di caricare una bottiglia di Leida.



Fig. 1.1 Benjamin Franklin studia la natura elettrica dei fulmini

Grazie a questo esperimento si iniziò a studiare e capire la natura elettrica dei fulmini, facendo di fatto iniziare studi e ricerche sul plasma. Questo avvenne il 15 giugno 1752.

Studi più precisi verranno eseguiti dopo più di un secolo, in particolare negli anni successivi al 1870, periodo nel quale il chimico e fisico britannico Sir William Crookes contribuì alla nascita dei primi tubi da vuoto, i tubi di Crookes appunto. Successivamente, fu il chimico e fisico statunitense Irving Langmuir, con i suoi esperimenti riguardanti l'interazione dei plasmi con le pareti dei contenitori nei quali gli stessi plasmi venivano formati (studi che gli valsero il premio Nobel nel 1932), che, nel 1928, diede per primo una definizione del concetto di plasma descrivendolo come un gas ionizzato contenente elettroni liberi e ioni positivi in egual numero, di modo che la carica spaziale risultante sia nulla.

Un vero interesse per questo tipo di tecnologia nacque però alla fine degli anni cinquanta quando, durante la conferenza di Ginevra "Atoms for peace", emerge la possibilità di sfruttare in modo pacifico la fusione nucleare. Poco dopo cominciano anche gli studi riguardanti gli effetti di un campo magnetico sui gas ionizzati intrapresi dal fisico svedese Hannes Alfvén, grazie ai quali ottenne il premio Nobel nel 1970.

Cos'è dunque il plasma? Il plasma è un gas ionizzato, con tale termine intendendo la presenza di almeno un elettrone slegato da un atomo o molecola, contenente varie specie atomiche quali possono essere elettroni liberi e ioni positivi, come descritto dallo stesso Langmuir, ma anche ioni negativi, molecole neutre e radicali. Dal momento in cui aumenta la temperatura, le molecole accrescono la loro energia cinetica. Gli stati della materia progrediscono in questa sequenza: solido, liquido, gas ed infine plasma.

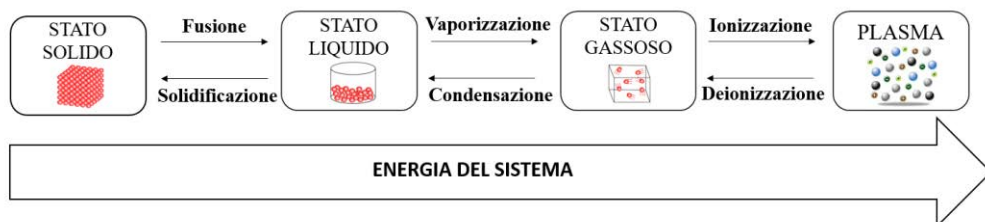


Fig. 1.2 Passaggi di stato della materia

Il plasma dunque è definito essere come il vero e proprio quarto stato della materia (Fig. 1.2) ed è stato stimato costituire oltre il 99,9% di tutta la materia osservabile nell'universo (anche se poco presente sulla Terra). Da un punto di vista macroscopico esso è elettricamente neutro, d'altro canto però contenendo al suo interno cariche libere risulta essere elettro conduttivo e fortemente sensibile a campi elettromagnetici. In base al movimento delle particelle cariche interne al plasma si possono generare concentrazioni locali di carica (positiva o negativa) che possono dare vita ad un campo elettrico, potendo generare, a sua volta, correnti e campi elettro-magnetici.

Il plasma, abbondantemente presente nell'Universo, è possibile crearlo anche artificialmente nelle condizioni d'ambiente terrestre. L'idea di fondo è quella di applicare energia al gas al fine di generare le specie eccitate e gli ioni. Per la ionizzazione può essere utilizzata qualunque forma di energia, sia essa elettrica, termica, dell'irradiazione etc. tuttavia le metodologie di ionizzazione più utili e convenienti sono campi elettrici o elettromagnetici.

I parametri che contribuiscono alla caratterizzazione del plasma sono molteplici. Si inizia dalla densità [$1/m^3$] delle specie componenti quali elettroni (n_e), ioni (n_i) e specie neutre (n_0) grazie al quale può essere definito il grado di ionizzazione come rapporto tra la densità delle specie cariche rispetto a quella del gas neutro $\alpha = n_i/(n_i + n_0)$. Il valore di α aumenta all'aumentare della temperatura, essendo n_i proporzionale alla temperatura, e al diminuire della densità delle specie neutre. In base al valore assunto da tale rapporto il plasma può essere completamente ionizzato ($\alpha=1$) oppure parzialmente ionizzato (valori tipici per plasmi industriali e da laboratorio sono di 10^{-6}); quest'ultima categoria è di maggiore interesse dal punto di vista industriale, come si vedrà nel seguito. Altro parametro fondamentale è la temperatura. Il valore di tale parametro è determinato dall'energia media delle diverse specie presenti all'interno dello stesso plasma. I plasmi quindi, come sistemi multi-componenti, possono presentare temperature multiple.

Tramite campo elettrico, viene trasmessa energia agli elettroni del gas (gli elettroni sono la più mobile tra le specie cariche), successivamente questi trasmettono la propria energia alle specie neutre (più pesanti e statiche) tramite collisioni (Fig. 1.3). Le collisioni seguono leggi probabilistiche e vengono suddivise in:

- *Collisioni elastiche* quando non contribuiscono alla variazione dello stato delle specie neutre ma ne innalzano leggermente l'energia cinetica;
- *Collisioni anelastiche* quando l'energia degli elettroni è sufficiente a modificare lo stato elettronico delle specie neutre determinando la creazione di specie eccitate, o ioni.

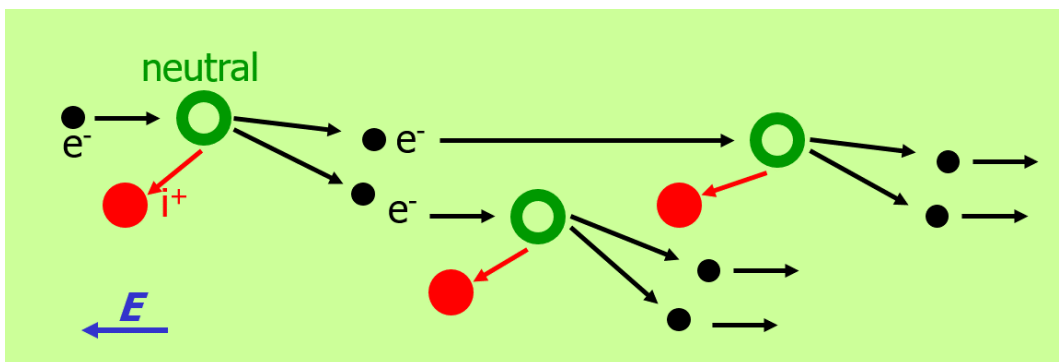


Fig. 1.3 Rappresentazione della ionizzazione di una specie neutra a seguito di collisione con elettrone

La maggior parte delle specie eccitate ha una durata di vita breve e ritornano al loro stato fondamentale tramite l'emissione di un fotone. Le 'specie metastabili' (specie che mantengono la loro condizione fintantoché non vi sia un quantitativo di energia sufficiente a perturbarne l'equilibrio) sono anch'esse specie eccitate ma la loro durata di vita è più lunga in virtù del fatto che il loro decadimento per emissione di radiazioni è ostacolato poiché non sono concesse transizioni al loro stato fondamentale, il decadimento può avvenire solamente per trasferimento di energia mediante collisioni.

Le differenze tra elettroni e particelle pesanti in termini di massa e velocità/mobilità fanno sì che i fenomeni di collisione siano governati dagli elettroni, mentre la temperatura del gas di plasma sia fissata da quella delle particelle pesanti.

Infine un plasma è caratterizzato dalla pressione dell'atmosfera entro cui viene generato, parametro che risulterà di fondamentale importanza volendo applicare il plasma da un punto di vista industriale.

La descrizione elettrica di un plasma al quale viene applicata tensione all'interno di un tubo di scarica è data dalla seguente figura 1.4

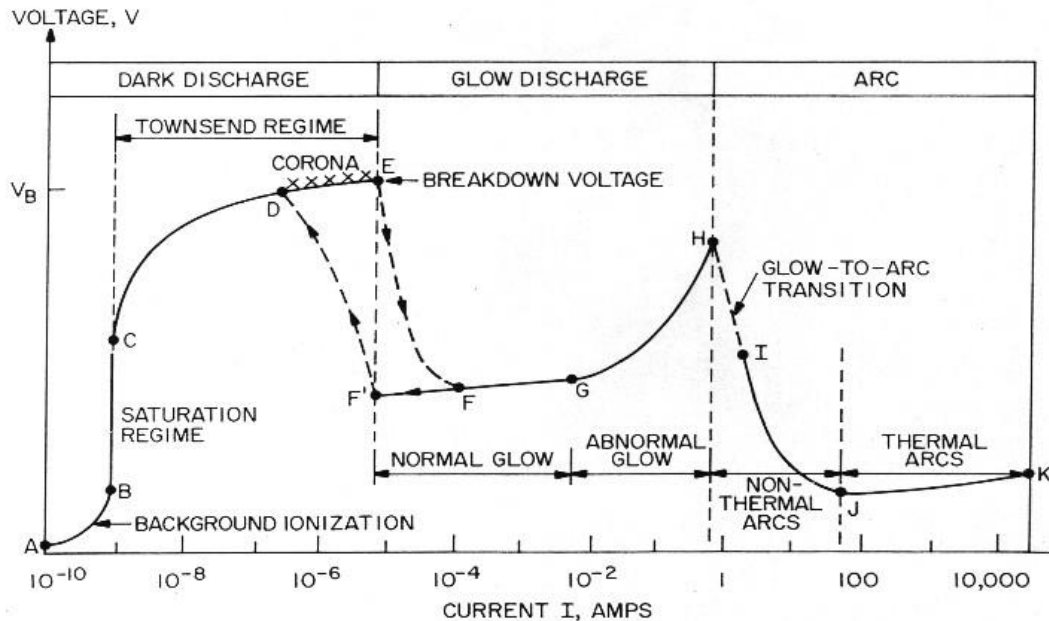


Fig. 1.4 Curva caratteristica V-I per un tubo di scarica

È utile e interessante darne di seguito una breve spiegazione:

A-C regime di saturazione. Passando da A a B sulla curva si hanno bassi livelli di tensione, così come di corrente; questa condizione è dovuta alla ionizzazione di fondo dell'universo dovuta ai raggi cosmici o altre radiazioni ionizzanti.

Il campo elettrico applicato non è ancora in grado di produrre ulteriore ionizzazione. Da B a C si ha il raggiungimento della corrente di saturazione (condizione in cui i portatori di carica estratti sono di numero pari rispetto a quelli inizialmente presenti).

C-E regime di Townsend. Aumentando la tensione applicata, un elettrone acquisisce energia a sufficienza a ionizzare una molecola neutra attraverso urti, generando uno ione positivo ed un elettrone secondario; in altre parole si ha una moltiplicazione a valanga dei portatori di carica. In questa zona non si ha ancora emissione di luce pertanto è chiamata anche scarica oscura.

E-breakdown elettrico. Si definisce breakdown la situazione per cui gli elettroni secondari generati sono in quantità tale da auto-sostenere la scarica. Questo punto rappresenta il massimo della curva caratteristica V-I.

E-H scariche luminose (glow). Oltre la condizione di breakdown si ha un rapido incremento della corrente a seguito di piccole variazioni della tensione applicata, comportando anche l'apparizione di radiazione luminosa. Questo regime si suddivide in due zone: la scarica normale (*normal glow discharge*) corrispondente al tratto F-G nel quale tensione e corrente sono pressoché indipendenti tra loro poiché a fronte di una densità di corrente circa costante aumenta l'area del catodo che viene

interessata dalla scarica, e la scarica anormale (*abnormal glow discharge*) in cui per ottenere una crescita della corrente bisogna aumentare notevolmente la tensione.

H-K arco elettrico. All'aumentare della tensione applicata la densità di corrente diventa sempre maggiore e gli effetti termici sul catodo dovuti alle collisioni ioniche si intensificano sempre più, comportando l'emissione di elettroni per effetto termoionico andando ad aumentare ancora la corrente. All'interno di questo regime si ha una sostanziale divisione che verrà esposta in seguito.

La scelta del tipo di applicazione industriale che si vuole utilizzare dipenderà fortemente dall'intensità della scarica che viene generata, che varia a seconda del regime in cui ci troviamo (scarica oscura, scarica a bagliore, scarica ad arco).

1.2 TEMPERATURE DEI PLASMI: PLASMI TERMICI E NON-TERMICI

In base alla quantità e tipologia di energia apportata al gas chiaramente variano le proprietà stesse del plasma in termini di densità elettronica e temperatura. Questi due parametri permettono di distinguere il plasma in due categorie differenti:

- Plasma in equilibrio termodinamico (o termico) locale (LTE - *Local thermodynamic equilibrium*) – tratto J-K di Fig. 1.4,
- Plasma in non-equilibrio termodinamico (o non-termico) locale (non-LTE – *Non-local thermodynamic equilibrium*) – tratto I-J di Fig. 1.4.

Il plasma LTE richiede che transizioni e reazioni chimiche siano governate da collisioni e non da processi radioattivi. Inoltre tali collisioni devono essere micro-reversibili, il che sta a significare che ogni tipo di collisione deve essere bilanciata dal suo inverso (ad esempio ionizzazione e ricombinazione). Altro requisito è quello che i gradienti locali delle proprietà del plasma (temperatura, densità, conducibilità termica) siano sufficientemente bassi da mantenere il plasma nel suo stato di equilibrio.

Gli elettroni ricevono l'energia dal campo elettrico durante il loro cammino libero e, a causa delle successive collisioni con particelle pesanti, perdono solo una piccola parte di tale energia (perché gli elettroni sono molto più leggeri rispetto le particelle neutre pesanti, di modo che la temperatura degli elettroni può rimanere molto maggiore rispetto a quella dei neutri); perciò la temperatura degli elettroni è inizialmente più alta rispetto quella delle particelle pesanti. Successivamente, le collisioni tra elettroni e specie pesanti equilibra la temperatura complessiva (a meno che tale equilibrio non venga appositamente ostacolato limitando il tempo utile, sfruttando dielettrici o sistemi di raffreddamento). La differenza di temperatura tra elettroni e particelle pesanti è proporzionale al rapporto E/p elevato al quadrato (dove E è il campo elettrico e p è la pressione); per plasmi LTE si hanno bassi valori di E/p . A ragione di queste condizioni per un plasma in LTE la temperatura delle particelle più pesanti è sostanzialmente identica alla temperatura degli elettroni (tipicamente molto elevata, 10000K), garantendo che vi sia una singola temperatura in ogni punto dello spazio. In accordo con la legge di Griem un plasma è LTE se la densità dei suoi elettroni soddisfa la seguente equazione:

$$n_e = 9.10^{23} \left(\frac{E_{21}}{E_{H^+}} \right)^3 \left(\frac{kT}{E_{H^+}} \right) [m^{-3}] \quad (1.1)$$

Dove: E_{21} rappresenta il gap energetico tra lo stato fondamentale e il primo livello eccitato; E_{H^+} è l'energia di ionizzazione di un atomo di idrogeno (pari a 13.58 eV); T è la temperatura del plasma.

L'esempio probabilmente più lampante di un plasma in equilibrio termico in natura è rappresentato dal plasma solare (Fig. 1.5).



Fig. 1.5 Esempio di plasma LTE in natura, il plasma solare

Le condizioni grazie alle quali un plasma è LTE sono piuttosto restrittive, per cui è lecito aspettarsi che molti plasmi esistano in situazioni lontane da queste condizioni di equilibrio; questi sono i cosiddetti plasmi non-LTE. Questo tipo di plasmi sono caratterizzati da differenti temperature e gradi di libertà in relazione alle diverse particelle presenti all'interno del plasma, differenti sono anche le densità degli atomi eccitati, tant'è vero che in questo caso i gradienti interni al gas ionizzato sono molto rilevanti. È la temperatura degli elettroni che è significativamente più elevata rispetto a quella delle particelle pesanti ($T_e \gg T_0$): la temperatura elettronica è del valore di circa 1 eV (circa 11605 K), permettendo loro di innescare i fenomeni di ionizzazione, mentre la temperatura delle specie neutre (pesanti) è prossima alla temperatura ambiente, circa 300K. Come già detto è la temperatura delle particelle pesanti a determinare la temperatura complessiva del gas, i plasmi non-LTE rappresentano infatti i cosiddetti plasma 'freddi'.

In natura un esempio di plasma non-LTE è dato dalle aurore boreali (Fig. 1.6).



Fig. 1.6 Esempio di plasma non-LTE in natura, l'aurora boreale

Per quanto riguarda i plasmi freddi è possibile fare un'ulteriore caratterizzazione: si distinguono plasmi in vuoto o a bassa pressione (*Low Pressure Discharge* o LPD) da plasmi a pressione atmosferica (*Atmospheric Pressure Discharge* o APD). Considerare plasma a basse pressioni oppure a pressione atmosferica comporta alcune differenze: aumentando la pressione il cammino libero medio degli elettroni viene ridotto, in questa maniera diminuisce l'energia acquisita tra un urto e l'altro ma al contempo ne aumenta la frequenza delle collisioni, portando ad un maggiore e più efficiente scambio energetico tra elettroni e specie neutre, cosicché cresce la temperatura di neutri e ioni e viene raggiunto l'equilibrio termico (Fig. 1.7). Inoltre accade che il tratto E-H di Fig. 1.4 si riduce a tal punto che si corre il rischio, senza utilizzare particolari accorgimenti, di passare direttamente dalla scarica oscura all'arco elettrico. L'arco elettrico è utilissimo dal punto di vista industriale se si vuole tagliare o saldare determinati materiali, ma volendo utilizzare il plasma al fine di trattare alcune superfici è utile prevenire la suddetta transizione così da 'proteggere' i materiali trattati.

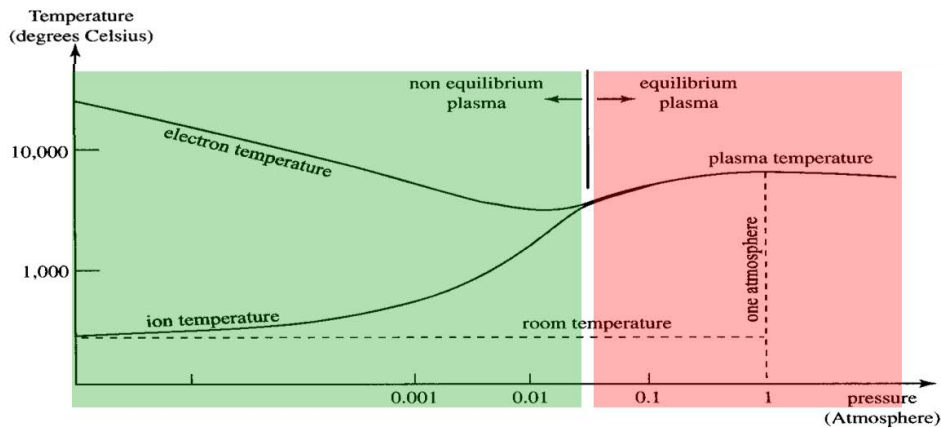


Fig. 1.7 Caratteristica pressione-temperatura (transizione non-LTE in plasma termico LTE)

Il fatto di poter generare plasmi non termici anche a pressione atmosferica è reso possibile dall'utilizzo di impulsi o di un dielettrico da interporre tra gli elettrodi, in maniera tale da non consentire all'intero sistema di giungere all'equilibrio termico.

È possibile inoltre definire un ulteriore parametro al fine di spiegare la differenza tra plasma LTE e plasma non-LTE.

Assumiamo innanzitutto di considerare un sistema chiuso. Com'è noto dalla legge sull'entropia, se un sistema chiuso si trova, in un dato istante, in una condizione di non equilibrio, l'entropia di tale sistema continuerà a crescere fintantoché il sistema raggiungerà uno stato di completo equilibrio, nel quale l'entropia raggiungerà il suo valore massimo. Fatta questa considerazione è chiaro come l'entropia possa essere considerata come un indice di discostamento dalla condizione di equilibrio di un sistema chiuso. Ora, immaginando che lo stato di un sistema chiuso si sviluppi nel tempo raggiungendo il proprio equilibrio dopo un tempo sufficientemente lungo, possiamo definire la totale entropia di questo ipotetico sistema LTE come \bar{s}_t e calcolare un "coefficiente di non-equilibrio" come segue:

$$\eta_t = 1.0 - \frac{s_t}{\bar{s}_t} \quad (1.2)$$

Dove s_t è il livello di entropia del sistema e, come detto, \bar{s}_t è il livello di entropia di un sistema LTE che chiaramente sarà più grande di qualunque sistema chiuso in condizioni non-LTE. η_t avrà valori compresi nell'intervallo $1 > \eta_t \geq 0$. È chiaro quindi come più il valore del coefficiente di non-equilibrio sarà prossimo allo 0 e più il sistema sarà prossimo alla condizione LTE, al contrario, più il coefficiente di non-equilibrio sarà prossimo a 1 e più il sistema sarà distante dalla condizione LTE.

η_t dunque descrive la distanza dalla condizione LTE dell'intero sistema considerando fotoni, elettroni e ioni. In tabella 1.1 sono esposte le principali differenze tra plasma LTE e plasma non-LTE.

Tabella 1.1 Caratteristiche plasma LTE vs. caratteristiche plasma non-LTE

Plasma LTE	Plasma non-LTE
$T_e = T_h$	$T_e \gg T_h$
Alta densità elettronica: $10^{21} \div 10^{26} [m^{-3}]$	Bassa densità elettronica: $< 10^{19} [m^{-3}]$
η_t prossimo a 1 (idealmente uguale a 1)	η_t tendente sempre più allo 0 tanto più ci si discosta dalla condizione LTE
Es. Plasma ad arco: $T_e = T_h \approx 10000 K$	Es. Scarica a bagliore: $T_e \approx 10000 \div 100000 K$; $T_h \approx 300 \div 1000 K$

Chiaramente il passare dal plasma in vuoto a quello a pressione atmosferica ha comportato una modifica sostanziale delle apparecchiature utilizzate. Innanzitutto si ha da considerare la tensione alla quale viene generato il plasma, tale tensione prende il nome di *tensione di breakdown*. Le condizioni per il breakdown a differenti pressioni del gas preso in esame sono state studiate per la prima volta dal fisico tedesco F. Paschen, il quale ha descritto la correlazione tra tensione di breakdown, pressione e distanza tra gli elettrodi ($V_B = f(pd)$), a seconda del gas utilizzato, mediante la celebre ‘curva di Paschen’ (Fig. 1.8). Qualunque sia il gas considerato, la curva di Paschen presenta una concavità verso l’alto, indicando che si ha sempre un valore ottimale del prodotto pd per il quale sia il valore minimo di V_B ; da entrambe le parti rispetto al minimo la tensione di *breakdown* cresce. La cosiddetta ‘*legge di Paschen*’, formulata, chiaramente dallo stesso Paschen, nel 1889, descrive in via analitica quanto detto precedentemente:

$$V_b = \frac{B(pd)}{\ln[A(pd)] - \ln\left[1 + \frac{1}{\gamma_{se}}\right]} \quad (1.3)$$

Dove: d è la distanza tra gli elettrodi, p la pressione, A e B costanti sperimentali dipendenti dalla tipologia di gas e γ_{se} Il coefficiente di elettroni secondari al catodo. La tensione di *breakdown* quindi dipende essenzialmente da due fattori che sono la pressione e la distanza tra gli elettrodi. Volendo fissare la tensione per poter lavorare con plasmi a pressione atmosferica ci si dovrà concentrare sulla distanza tra gli elettrodi, che, in questo caso particolare, non potrà essere elevata (tipicamente è limitata a qualche millimetro). Utilizzando aria a temperatura ambiente: $A = 15 [cm^{-1}Torr^{-1}]$; $B = 365 [V cm^{-1} Torr^{-1}]$ e $\gamma_{se} = 10^{-2}$ (considerando elettrodi in Cu). Per pressione atmosferica (0.1 MPa = 760 Torr) e ipotizzando una distanza tra gli elettrodi di 0.1 cm, si ha una tensione di *breakdown* DC di ca. 3 kV.

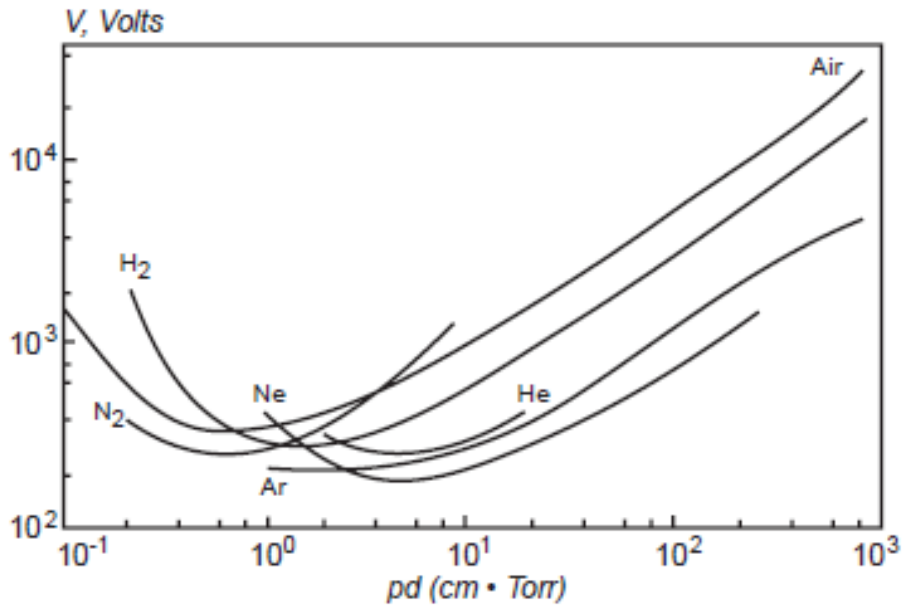


Fig. 1.8 Curva di Paschen per differenti composizioni del gas

È proprio il plasma freddo atmosferico la tecnologia utilizzata per lo svolgimento di questo lavoro.

Le caratteristiche essenziali che conferiscono al plasma freddo atmosferico particolare fascino per quanto riguarda chimica e scienza dei materiali sono:

1. Concentrazioni rilevanti di specie ad alto contenuto energetico e reattive chimicamente (elettroni, ioni, atomi, radicali, stati eccitati e fotoni di differente lunghezza d'onda);
2. La relativa semplicità realizzativa (seppur non banale) di sistemi finalizzati alla sua generazione discendente dal fatto che la temperatura del gas è prossima alla temperatura ambiente e la pressione atmosferica esclude la necessità di camere e pompe da vuoto (abbassando notevolmente anche i costi di esercizio).
3. Basse temperature di esercizio.
4. Forte prevalenza di azione chimica sulla superficie dovuta all'azione di radicali liberi rispetto quella di ioni e elettroni; un plasma freddo atmosferico infatti agisce dal punto di vista chimico sulla superficie trattata, quest'ultima non viene bombardata fisicamente da ioni ed elettroni nella misura significativa.
5. Capacità di operare in maniera stabile e uniforme anche con elevati volumi di gas.
6. Possibilità di trattare un oggetto da remoto e quindi, di conseguenza, possibilità di trattare oggetti che presentano complesse geometrie tridimensionali.

L'inconveniente legato a questo tipo di plasma sta negli sforzi che richiede nei processi di ottimizzazione a causa dell'elevato numero di parametri che entrano in gioco.

Le sorgenti per il plasma freddo atmosferico sono varie e disparate, nel successivo capitolo verrà portata una breve panoramica. [1, 2, 3, 4, 5, 6, 7]

2. SORGENTI DI PLASMA ATMOSFERICO

2.1 GENERAZIONE DEL PLASMA TRAMITE CAMPI ELETTROMAGNETICI

Come già accennato precedentemente, i campi elettromagnetici sono la via più percorribile per poter generare plasma, anche se il fatto di voler considerare plasmi freddi a pressione atmosferica porta alcune complicazioni.

In sistemi DC, il *breakdown* del gas ha luogo grazie ad un campo elettrico stazionario generato tra gli elettrodi. Ciò nonostante, a causa dell'alta frequenza di collisione tra le particelle che si instaura in gas ad alta pressione (con la terminologia 'alta pressione' si intende anche pressione atmosferica, alta rispetto alle condizioni di vuoto generalmente considerate trattando plasma) risulta quasi impossibile generare plasma freddo non-LTE mediante semplice potenza DC. Solitamente il *breakdown* in DC inizia come scarica transitoria sotto forma di scintilla e, a potenze più alte, essa diventa un arco caldo ad alta corrente.

I gas possono anche essere ionizzati mediante campi elettromagnetici oscillanti aventi ampiezza sufficiente ad innescare il *breakdown*. Ad alte frequenze, campi in AC consentono di 'pompate' potenza selettivamente per gli elettroni in maniera tale da produrre plasma in non-equilibrio termodinamico locale in gas ad alta pressione; il motivo di questo risiede nella grande differenza di mobilità tra elettroni e ioni. La potenza in AC può anche essere irradiata all'interno del plasma senza la necessità di avere elettrodi (scariche 'electrodless'). Una soluzione alternativa è quella di coprire un elettrodo, o anche entrambi, con uno strato di materiale dielettrico, in modo tale da prevenire la formazione di una corrente ohmica lasciando passare la sola corrente di spostamento. Il principio visto per le scariche in DC è ugualmente applicabile, con alcune semplificazioni, anche per i *breakdown* in AC. Una volta innescato l'arco con una corrente considerevole, il voltaggio cala significativamente (in virtù del fatto che dal momento in cui viene innescato l'arco gli elettroni hanno una 'corsia preferenziale' nella quale poter fluire). Per precisazione, solitamente negli studi del *breakdown* in AC ci si riferisca al valore efficace della tensione (V_{rms}) piuttosto che alla tensione picco-picco, per quanto riguarda le forme d'onda sinusoidali i due valori sono legati dalla semplice relazione $V_{PP} = 2\sqrt{2}V_{rms}$. Ad alte pressioni, gli elettroni hanno molte collisioni per oscillazione, così che il movimento degli elettroni e la perdita degli elettroni è maggiormente controllata dalla diffusione. Sotto queste condizioni assume particolare importanza, oltre che all'ampiezza del campo elettrico, anche la fase del movimento degli elettroni rispetto al campo elettrico AC. La velocità degli elettroni che oscillano è 'controllata dalla mobilità', e la mobilità dipende dal gas.

Una tipica caratteristica delle scariche a pressione atmosferica ad alte tensioni tra due elettrodi separati da qualche millimetro è la formazione di archi locali filamentari. Questi filamenti sono denominati *streamers*; essi sono generalmente più probabili in gas molecolari piuttosto che gas atomici perché in presenza di molecole le modalità con le quali esse si scambiano potenza sono più variegata rispetto al caso di soli atomi (rotazione, vibrazione, eccitazione, dissociazione e ionizzazione contro eccitazione e ionizzazione). Le proprietà degli *streamers*, quali ad esempio la velocità di propagazione e il diametro, sono prevalentemente correlati alla tensione applicata, alla distanza tra gli elettrodi e al contenuto molecolare del gas. Gli *streamers* rendono il plasma fortemente non uniforme e non sono utilizzabili per il trattamento superficiale dei materiali poiché col loro calore possono danneggiare la superficie stessa. Sono state però sviluppate varie tecniche al fine di poter evitare la formazione di un arco:

- I. Usare campi in alternata ad alta frequenza oppure campi in continua pulsati;
- II. Usare una barriera dielettrica posta su elettrodi alimentati in AC;
- III. Usare alte portate di flusso del gas. La portata del flusso controlla il tempo di permanenza della particella nel plasma e il valore della potenza per ogni particella. Il flusso del gas provoca anche un'azione di raffreddamento, influenza la lunghezza del flusso di plasma e può prevenire la formazione di un arco;

- IV. Usare geometrie particolari degli elettrodi che permettano di generare campi elettrici locali ad alta intensità per poter diminuire la tensione di *breakdown* e stabilizzare una scarica uniforme sulla superficie degli elettrodi, tuttavia pur con queste configurazioni la formazione di archi non è impossibile, si avrà bisogno di ottimizzare anche la potenza applicata;
- V. Selezionare gas adatti.

Per poter evitare la formazione di archi ed ottenere un plasma atmosferico uniforme si dovrà solitamente studiare una combinazione opportuna di questi fattori.

Le sorgenti di plasma freddo atmosferico, dunque, possono essere classificate a seconda della modalità di eccitamento, esistono infatti:

- Scariche in corrente continua (DC) e a bassa frequenza;
- Plasmi eccitati tramite onde a radio frequenza (RF);
- Scariche a microonde.

2.1.1 PLASMI DC

La scarica in DC è una sorgente di plasma basica e facilmente riproducibile. Tipicamente la sua configurazione è data da un catodo negativo da un lato e un anodo positivo dall'altra, i due sono separati da un gap 'riempito' da gas. Il plasma viene generato applicando ai due elettrodi una tensione in continua. In questa maniera si fa in modo che alcuni degli atomi e delle molecole presenti nel gas vengano ionizzati, la corrente che si viene a generare verrà 'guidata' dal campo elettrico. La corrente dovrà essere continua per tutta la lunghezza della scarica. Una rappresentazione tipica della relazione tra tensione di scarica e corrente di scarica può essere ripresa dalla figura 1.4.

Mentre una rappresentazione circuitale su come si ottiene questa scarica può essere data nel modo seguente (Fig. 2.1):

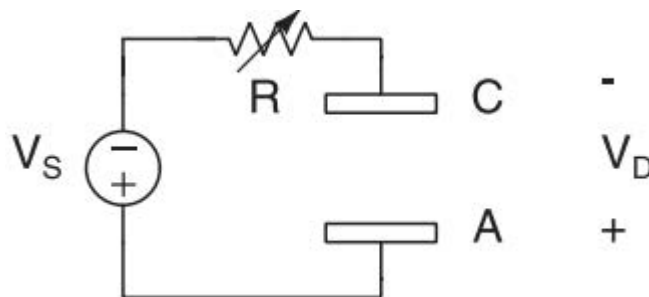


Fig. 2.1 Rappresentazione circuitale di una scarica in DC

La resistenza variabile presentata nello schema è fornita per poter controllare la scarica. Variando la resistenza R o la tensione applicata V_S si ottiene la curva in figura 9. La tensione di scarica sarà pertanto:

$$V_D = V_S - I_D R \quad (2.1)$$

Le scariche in DC o a bassa frequenza possono lavorare sia in maniera continuativa che pulsata. Le categorie più diffuse appartenenti a questa categoria sono il plasma ad arco (che può essere trasferito o non), plasma con scarica Corona e plasma con scarica a barriera dielettrica. L'utilizzo di una sorgente pulsante fa sì che l'intero sistema non abbia tempo sufficiente affinché venga raggiunto l'equilibrio.

2.1.2 PLASMA AD ARCO

Le torce che sfruttano plasma ad arco sono sempre costituite da tre elementi essenziali: catodo, sistema di iniezione del gas e ugello per indirizzare il plasma. La distinzione accennata prima tra arco trasferito e non sta nel fatto che per l'arco trasferito l'anodo è costituito dallo stesso campione, mentre per l'arco non-trasferito l'anodo è rappresentato dall'ugello (Fig. 2.2). Questa tecnologia è prevalentemente LTE e viene usata per taglio e saldatura di metalli, ma sono state sviluppate anche torce non-LTE a bassa potenza e bassa temperatura.

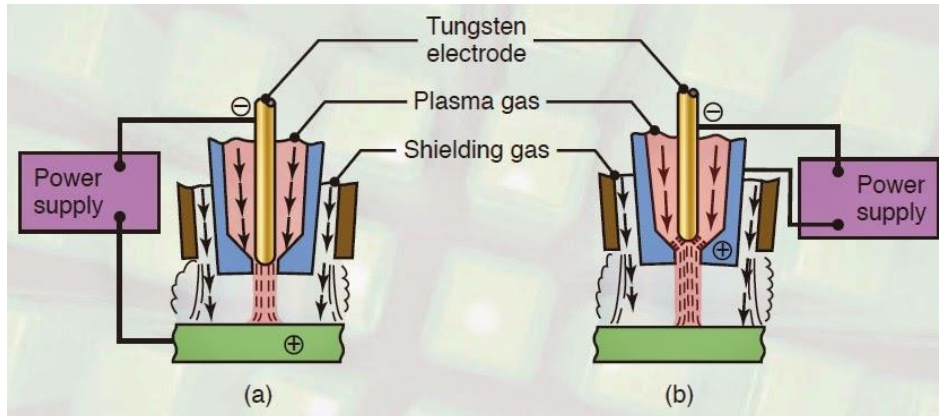


Fig. 2.2 Principio di una torcia al plasma (arco trasferito e non)

2.1.3 SCARICHE CORONA

La scarica *Corona* è una scarica non-LTE con bassa densità di corrente alimentata da una sorgente DC pulsante. Il dispositivo per generare tale scarica consiste in un catodo a filo ed un anodo che è il materiale trattato. Il nome 'Corona' deriva dal fatto che il plasma genera una corona luminosa attorno alla punta del catodo, il suo colore dipende dal tipo di gas nel quale si trova, ad esempio in aria la corona è blu (Fig. 2.3). La scarica Corona è sempre non-uniforme poiché un forte campo elettrico, la ionizzazione e la luminosità sono presenti in prossimità di un solo elettrodo. Se la tensione applicata al filo è negativa (scarica corona negativa), gli ioni positivi vengono accelerati attraverso il filo dove elettroni secondari sono emessi e accelerati all'interno del plasma: questo fronte in movimento di elettroni ad alta energia (circa 10eV) seguito da una coda di elettroni a bassa energia è chiamato 'streamer'. La polarità dell'elettrodo dove si ha il campo elettrico comunque differenzia la corona positiva da quella negativa. La durata dell'impulso è più corta del tempo necessario alla nascita dell'arco: quando termina ogni arco, la scarica si estingue prima che diventi troppo conduttiva.



Fig. 2.3 Esempio di applicazione della scarica Corona

2.1.4 SCARICHE A BARRIERA DIELETTRICA (DBD)

Date le ridotte dimensioni del canale di ionizzazione il problema più rilevante del corona riguarda l'estensione delle superfici trattate, al fine di incrementarla il catodo viene sostituito da un elettrodo planare posto in parallelo al materiale trattato. Tale sistema genera micro-archi (*streamers*) perpendicolari al divario tra gli elettrodi. Il fatto che questi micro-archi nascano sempre nello stesso posto genera un problema legato alla non omogeneità del trattamento del materiale, oltre al fatto che gli archi rischiano di rovinare il materiale, come soluzione si interpone una 'barriera' dielettrica tra gli elettrodi. Tale configurazione prende appunto il nome di *Dielectric Barrier Discharge* (DBD) ed è formata da due elettrodi metallici planari e paralleli tra loro oppure concentrici, almeno uno di questi elettrodi è coperto da uno strato dielettrico (Fig. 2.4). La presenza del dielettrico richiede la presenza di un voltaggio pulsante per ottenere la scarica: la quantità di corrente che viene trasmessa tramite il dielettrico è determinata dalla costante dielettrica stessa, lo spessore e la derivata temporale del potenziale. Tra i dielettrici più utilizzati vi sono vetro, silice, materiali ceramici, sottili strati di silicone o polimerici. Una volta che il campo elettrico applicato è sufficiente a generare il breakdown (3 kV/mm per l'aria) in molti gas si osserva un elevato numero di micro-scariche alla pressione di 1 atm. Queste micro-scariche hanno durata breve (tipicamente qualche ns) e sono separate nello spazio; grazie alla presenza del dielettrico però si riesce ad ottenere una deposizione di carica relativamente estesa perché con esso si ottiene una superficie molto maggiore della sezione delle micro-scariche. La dinamica con la quale si genera la scarica in una DBD è la seguente: le scariche sono attivate localmente dove si supera il campo di breakdown per fluttuazioni o imperfezione degli elettrodi, la scarica genera rapidamente una valanga elettronica che si va a depositare sul dielettrico distribuendosi su uno strato superficiale maggiore rispetto al canale della scarica, grazie a questo accumulo di carica viene diminuito il campo elettrico su una regione estesa impedendo a nuove scariche di generarsi nel volume circostante. Il dielettrico ha una doppia funzione: limita la quantità di carica e l'energia impartita singolarmente da ogni scarica e inoltre distribuisce le micro-scariche su tutta la superficie dell'elettrodo. Ogni scarica può trasportare una carica di circa 100 pC ed energie di qualche μJ ; questi numeri comportano un riscaldamento locale in aria molto modesto, solitamente pari ad una decina di gradi. Varie ricerche svolte sulle DBD hanno consentito di comprendere come possano essere modulate le caratteristiche della scarica mediante l'utilizzo di particolari proprietà dei gas, andando a variare pressione e temperatura, ottimizzando la geometria degli elettrodi, come ad esempio nel caso della macchina Nanofabia (Fig. 2.5) nella quale la particolare geometria degli elettrodi ha consentito il trattamento di materiali tessili in ambito industriale [8], e le proprietà del dielettrico. Il raggio della micro-scarica ad esempio è inversamente proporzionale alla densità del gas e dipende dalla derivata del coefficiente di ionizzazione effettivo rispetto al campo elettrico ridotto al valore di breakdown.

Questo tipo di scarica fu sviluppata per la prima volta da Siemens nel 1857, successivamente, all'inizio del XX secolo, la tecnologia è stata sviluppata e migliorata tanto da produrre i primi impianti industriali di questo tipo. La distanza tra i due elettrodi è limitata a pochi millimetri per garantire la stabilità del plasma, quest'ultimo fluisce nel gap tra i due. Come detto, in questo caso, la sorgente deve essere necessariamente pulsante (o sinusoidale), generalmente a frequenze comprese tra 0.05-500 kHz. A volte i DBD sono chiamati '*scariche silenziose*' a causa dell'assenza di scintille (che vengono accompagnate da surriscaldamento locale e rumore). L'ampiezza dei campi di applicazione delle DBD è da ricercare nel fatto che operano in condizioni fortemente fuori dall'equilibrio termico a pressione atmosferica di differenti gas (aria inclusa), a livelli ragionevoli di alta potenza senza usare sistemi di alimentazione pulsanti sofisticati.

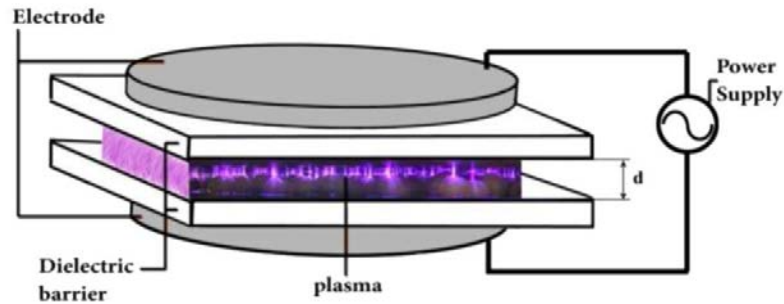


Fig. 2.4 Principio della DBD

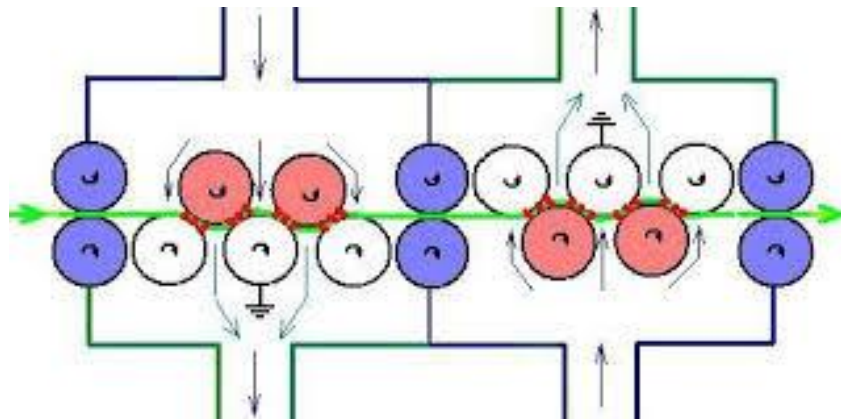


Fig. 2.5 Esempio pratico scarica DBD: schema di principio macchina Nanofabia

2.1.5 PLASMA RF

In base alla loro struttura, le sorgenti RF possono lavorare sia a bassa che ad alta potenza.

Per quanto riguarda l'alta potenza, la generazione viene fatta a frequenze superiori a 1 MHz. Viene usato principalmente per analisi spettroscopiche e per lo smaltimento di rifiuti, si tratta di plasmi LTE ad alta temperatura.

Il plasma RF più diffuso tra quelli a bassa potenza invece è il cosiddetto *Atmospheric Pressure Plasma Jet* (APPJ). Il sistema consiste in due elettrodi concentrici attraverso i quali viene fatto fluire un determinato gas. Applicando una potenza RF all'elettrodo interno, viene accesa la scarica ionizzando il gas fluente. Questo gas ionizzato esce poi attraverso l'ugello a velocità di circa 12 m/s. La bassa potenza iniettata garantisce una scarica stabile evitando la nascita di archi. In questo caso la temperatura in uscita del gas ionizzato è di circa 150 °C (Fig. 2.6).

Tra le DBD e le APPJ si collocano le torce al plasma freddo. L'elettrodo RF è un ago in acciaio inossidabile. Un tubo di quarzo viene inserito tra il catodo e l'anodo per garantire al plasma sia stabilità che omogeneità. Il plasma scorre tra il divario tra il catodo e il tubo dielettrico.

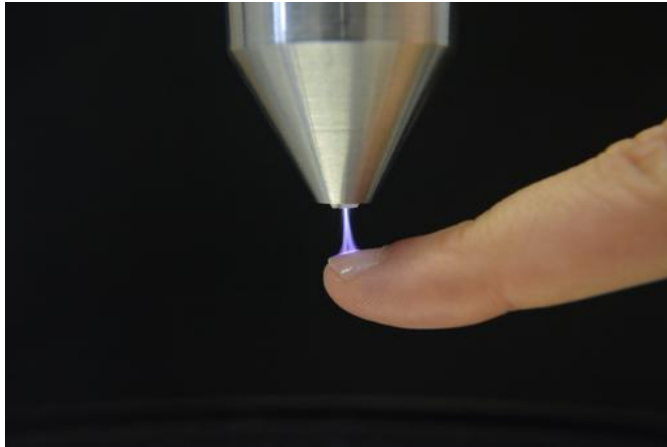


Fig. 2.6 Esempio di torcia al plasma freddo

2.1.6 PLASMA A MICROONDE

Di sorgenti per il plasma a microonde (*Microwave Induced Plasma-MIP*) ne esistono varie, ma il principio fondamentale sul quale si basano è sempre lo stesso (Fig. 2.7). Le microonde vengono guidate attraverso il sistema trasmettendo energia agli elettroni del plasma, in questa maniera si verificano urti elastici tra elettroni (che rimbalzano per la loro massa piccola e vengono accelerati) e particelle pesanti (che rimangono pressoché ferme e si scaldano leggermente). Dopo parecchie collisioni elastiche (che seguono leggi probabilistiche), gli elettroni raggiungono un livello di energia tale da produrre collisioni anelastiche che finalmente ionizzano il gas, a questo punto il gas parzialmente ionizzato diventa plasma e supporta la propagazione delle microonde. Le componenti che costituiscono questo tipo di apparecchi consiste in: sorgente di microonde, sistema di guida delle microonde, sistema di iniezione del gas e sistema di accensione per la ionizzazione. Il punto chiave di questa tecnologia è l'accensione della scarica. Infatti, un'auto-accensione della scarica assicura condizioni operative flessibili e consente l'industrializzazione del processo. I MIPs atmosferici possono essere classificati in tre categorie:

1. Plasmi a cavità risonanti
2. Torce ad espansione libera
3. Microplasmi

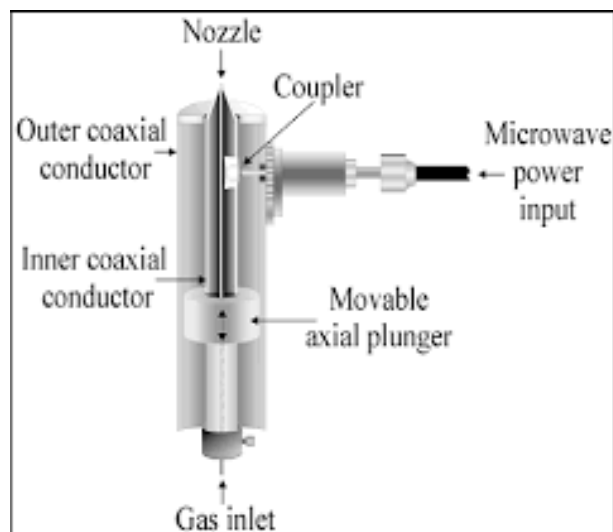


Fig. 2.7 Esempio di plasma a microonde

Vengono riportati nella seguente tabella 2.1 i potenziali di ionizzazione e la densità di specie cariche per il plasma a bassa pressione e per le principali tipologie di plasma atmosferico

Tabella 2.1 Potenziali di ionizzazione e densità di specie cariche per diverse sorgenti del plasma

Sorgente	V [kV]	Densità [cm ⁻³]
Scariche a bassa pressione	0.2-0.8	10 ⁸ -10 ¹³
Arco e torce al plasma	10-50	10 ¹⁶ -10 ¹⁹
Corona	10-50	10 ⁹ -10 ¹³
Scariche a barriera dielettrica	5-25	10 ¹² -10 ¹⁵
Plasma jet	0.05-0.2	10 ¹¹ -10 ¹²

Il plasma APPJ, come caratteristiche, risulta essere abbastanza simile a quello generato con sistemi a bassa pressione ed è quindi quello che meglio si presta alla sua sostituzione. [2, 3, 6, 7, 8, 9, 10, 11]

3. APPLICAZIONI DEL PLASMA ATMOSFERICO

I plasmi freddi a pressione atmosferica sono in grado di produrre un'atmosfera fortemente reattiva, questa loro caratteristica fa sì che tale tecnologia risulti essere particolarmente affascinante nell'ambito della modifica dei materiali. Le modifiche avvengono esclusivamente nella zona superficiale del materiale trattato e vengono sfruttate per diversi scopi quali pulizia delle superfici, erosione e funzionalizzazione.

La pulizia delle superfici consiste nella rimozione di contaminanti dal substrato del materiale trattato quali oli, polveri, agenti chimici e biologici; il plasma viene utilizzato anche nell'ambito della pulizia dei gas. Il principio sul quale si basa il processo in questione può essere descritto come segue: le molecole contaminanti sono decomposte tramite collisioni con le specie ad alta energia del plasma generando specie radicali che vanno a ricombinarsi in composti inerti. Questa tecnologia sta prendendo via via sempre più piede a causa delle sempre più stringenti normative ambientali perché permette di limitare l'uso di determinati solventi di tipo chimico.

Il meccanismo di rimozione non è ancora ben identificato anche perché il tasso di rimozione dipende da numerosi parametri quali la composizione del plasma, la natura stessa del substrato e le condizioni di esercizio (potenza, flusso del gas, posizione del substrato...). Volendo rendere affidabile e riproducibile un processo che sfrutta plasma a pressione atmosferica anziché in vuoto occorre utilizzare come gas l'elio, introducendo piccole quantità di ossigeno che genera la principale azione erosiva.

Volendo però concentrarsi sui processi industriali, assume particolare interesse l'utilizzo dell'aria come gas di processo a costo nullo; è proprio l'aria viene utilizzata per alimentare il jet di plasma in questo lavoro di tesi.

Il processo di attivazione (funzionalizzazione) consiste in una serie di operazioni che hanno lo scopo di predisporre la superficie del substrato del materiale trattato a successivi trattamenti variandone l'energia superficiale, favorendone ad esempio la bagnabilità e/o migliorarne le proprietà di adesione. In base alla composizione del gas utilizzato, il plasma introduce nuovi gruppi sulla superficie. L'efficacia di questo trattamento può essere caratterizzato in base a due metodi differenti: la misura dell'angolo di contatto tra la superficie del materiale sottoposto a trattamento e un liquido (solitamente acqua), angolo di contatto maggiore di 90° identifica una superficie idrofobica, mentre se l'angolo risulta essere minore di 90° significa che la superficie è idrofila; oppure la valutazione dell'energia superficiale tramite inchiostri calibrati. Questo processo deve essere eseguito prima del successivo trattamento, in quanto l'attivazione superficiale non è permanente, pur presentando tempi di stabilità anche piuttosto lunghi, è dunque preferibile integrare questo processo lungo le linee di produzione industriale.

Il plasma inoltre può essere utilizzato come mezzo chimico reattivo per avviare reazioni di polimerizzazione, in questa maniera possono essere ottenuti depositi funzionali sulla superficie del substrato mantenendone inalterate le proprietà intrinseche, con la finalità di ottenere determinate funzioni sulla superficie dei materiali. I reagenti utilizzati, chiamati precursori, possono essere iniettati direttamente nella scarica (modalità *diretta*), oppure introdotti nella regione successiva alla scarica dove sopravvivono solo le specie attive con tempi di vita lunghi. A seconda del precursore utilizzato e dello scopo viene scelta l'una o l'altra modalità.

Infine reattori al plasma possono essere utilizzati al fine di fondere oppure, grazie all'aggiunta di ossidi formatori di vetro, vetrificare i rifiuti, favorendone lo smaltimento.

I processi che sono maggiormente interessanti dal punto di vista del lavoro che sarà discusso in questa tesi sono il miglioramento della bagnabilità di una superficie e il miglioramento della sua capacità di adesione; queste due caratteristiche sono intimamente legate tra loro. Se consideriamo una normale operazione di incollaggio l'adesivo e l'aderente dovranno entrare in stretto contatto velocemente. Si

voglia ora esaminare fino a che punto gli adesivi penetrano nei pori di una superficie andando ad esaminare le equazioni che descrivono la bagnabilità di una superficie da parte dei polimeri e la penetrazione dei liquidi in un poro. La penetrazione di un liquido in un poro è descritta dalla *Legge di Poiseuille*:

$$x \frac{dx}{dt} = \frac{r^2 P}{8\eta} \quad (3.1)$$

Dove x è la distanza alla quale l'adesivo può penetrare nel poro, P è la pressione capillare, t è il tempo, r è il raggio del poro e η è la viscosità del polimero alla temperatura dell'operazione di incollaggio. La pressione capillare è data da:

$$P = \frac{2\gamma_{LV} \cos\theta}{r} \quad (3.2)$$

Dove θ è l'angolo di contatto descritto in precedenza e γ_{LV} è la tensione interfacciale liquido-vapore dell'adesivo. Schonhorn, Frisch e Kwei svolsero lavori riguardo la bagnabilità di una superficie polimerica, proprietà che viene descritta dall'equazione sviluppata da Newmann:

$$\cos\theta(t) = \cos\theta_{\infty} [1 - ae^{-ct}] \quad (3.3)$$

Dove $\cos\theta_{\infty}$ e $\cos\theta(t)$ sono rispettivamente i coseni dell'angolo di contatto al tempo infinito e al tempo t . Combinando queste equazioni si trova:

$$x^2(t) = \frac{r\gamma_{LV} \cos\theta_{\infty}}{2\eta} \left[t - \frac{a}{c} + \frac{ae^{-ct}}{c} \right] \quad (3.3)$$

Dove a e c sono parametri da poter aggiustare. Questa equazione descrive la distanza alla quale il poro è penetrato dall'adesivo, dando un'idea dei parametri necessari all'espulsione dell'aria da un poro e il suo rimpiazzamento da parte dell'adesivo. La profondità di penetrazione è inversamente proporzionale al raggio del poro.

Consideriamo la situazione in cui vi siano due superfici da incollare l'una sull'altra; per natura entrambe le superfici non saranno perfettamente lisce ma presenteranno delle increspature. Superfici del genere inoltre non necessariamente saranno completamente pulite. Probabilmente vi sono dei contaminanti che causano uno *'strato limite debole'*. Ci si può inoltre aspettare che il fondo dei pori presenti in superficie possa non essere 'pieno', lasciando dei vuoti. Il legame aderente-adesivo può quindi avere delle lacune all'interfaccia, ognuna delle quali agisce come punto di concentrazione dello stress: una superficie priva di lacune presenterà linee di forza continue, al contrario la presenza di difetti non permette a queste linee di esserlo. Tuttavia, non potendosi esse interrompere, si propagano attorno al difetto e aumentano in intensità. Vuoti o legami deboli sul materiale aumentano la forza applicata alla periferia del difetto, causandone spesso un aumento. Perciò, ottenere una buona bagnabilità della superficie comporta l'eliminazione di difetti all'interfaccia di modo che la forza di legame sia più vicina possibile a quella teorica. Al fine di ottenere una buona adesione quindi i difetti all'interfaccia devono essere minimizzati o eliminati per permettere un contatto 'intimo' tra aderente e adesivo. Uno stretto contatto accade quando l'adesivo diffonde spontaneamente sulla superficie per massimizzare il contatto interfacciale; la diffusione (spontanea o no) può essere misurata tramite l'angolo di contatto.

Volendo considerare un processo di incollaggio dal punto di vista industriale, è facile pensare come i materiali trattati presentino uno discostamento dalla condizione ideale piuttosto rilevante. Una superficie metallica ad esempio sarà indubbiamente coperta da un ossido, che non ha di certo caratteristiche chimiche buone per quanto riguarda un buon legame aderente. Inoltre un altro problema è dato dal fatto che solitamente sulla parte superiore del metallo ossidato vi sia uno strato di molecole organiche assorbite. Questo strato diventa problematico nel momento in cui reagisce con l'atmosfera

andando ad esempio ad assorbire l'acqua in essa presente. Dipendentemente quindi dal metallo usato, dalle condizioni di processo ecc. lo strato di contaminanti che copre il metallo stesso può variare da pochi micron (2.54 μm) ad alcune decine di micron (25 μm). A causa di questo quando un adesivo è portato in contatto con ciò che si pensa essere una 'superficie ad alta energia', in realtà la stessa superficie avrà una bassa energia a causa dei contaminanti. Una situazione simile può essere osservata su materiali polimerici (plastiche). La maggior parte dei materiali polimerici utilizzati in industria infatti si trova sotto forma di composti. Inoltre, in aggiunta alle contaminazioni, molte plastiche non presentano un singolo peso molecolare, ma possono presentare una distribuzione del peso molecolare piuttosto ampia o addirittura si ha che molecole di peso minore possono fiorire sulla superficie. È chiaro quindi come le superfici debbano essere preparate prima di essere sottoposte a processi industriali.

Voglio ora concentrarmi su alcune applicazioni specifiche riguardanti diverse tipologie di materiali che sono stati trattati durante il lavoro svolto per questa tesi.

3.1 APPLICAZIONE DEL PLASMA ATMOSFERICO SU POLIMERI

Ciò che serve per produrre una superficie polimerica migliore per l'incollaggio è:

- Lo strato limite debole composto da molecole di piccolo peso essudate dal polimero deve essere eliminato; in alternativa deve essere modificato chimicamente per fornire uno strato coeso e resistente ben legato alla superficie del polimero.
- L'energia superficiale deve essere maggiore della tensione superficiale dell'adesivo.
- La superficie del polimero deve essere migliorata per permettere un'azione capillare dell'adesivo.

Il trattamento sui polimeri tramite plasmi non-LTE comporta cambiamenti significativi sulle loro proprietà superficiali, in particolare: energia superficiale, bagnabilità, adesione, resistenza elettrica di superficie, tangente di perdita dielettrica, permittività dielettrica, attività catalitica, parametri tribologici, assorbimento di gas e caratteristiche di permeabilità. Oggigiorno i trattamenti al plasma su superfici polimeriche sono ampiamente utilizzate in numerose applicazioni che variano ad esempio dalla pittura nell'industria tessile alla stampa su materiali di rivestimento sintetici.

Il trattamento al plasma su polimeri può essere eseguito tramite plasma non-LTE operando sia a basse pressioni sia ad alte pressioni. Scariche non-LTE a pressione atmosferica (pressione alta chiaramente rispetto alle situazioni di vuoto) sono solitamente sufficienti per trattamenti meno specifici di polimeri volti alla pulizia della superficie, variazioni sulla bagnabilità e così via. Rendendosi conto del rilevante interesse pratico nell'ultimo ventennio sono state intraprese numerose ricerche nell'ambito appunto del trattamento al plasma sui polimeri. I processi chimici negli strati fini superficiali polimerici sono stimolati da tutte le maggiori componenti del plasma, in particolare da elettroni, ioni, particelle eccitate, radicali e radiazioni UV. I principali prodotti primari che si ottengono a seguito di questo tipo di trattamento consistono in radicali liberi, composti organici non saturati, collegamenti incrociati tra macromolecole polimeriche, prodotti dalla distruzione di catene polimeriche e prodotti gassosi. I processi che avvengono sullo strato superficiale polimerico sono essenzialmente legati alla rottura di determinati legami all'interno di macromolecole polimeriche oppure a ricombinazioni provocate dall'energia rilasciata dalle reazioni chimiche. Gli effetti che il trattamento al plasma provoca sulla superficie polimerica si riscontrano come detto su di uno strato relativamente fino, questo perché l'energia degli elettroni e degli ioni del plasma sono limitate e i coefficienti di estinzione delle radiazioni UV (coefficiente che quantifica l'assorbimento della radiazione) nei polimeri sono alti. Il plasma non-termico penetra all'interno del polimero ad una profondità di qualche μm (esperimenti condotti nei primi anni 70 hanno stimato questa profondità a circa $2 \mu\text{m}$); è vero anche che la catena polimerica sulla superficie ha un grado di libertà più alto rispetto ad una posta nelle 'profondità' del materiale rendendola quindi maggiormente soggetta a modifiche chimiche e strutturali.

Si vedono ora più nel dettaglio alcune modifiche che il trattamento al plasma comporta su una superficie polimerica. Uno di questi come detto è la modifica della bagnabilità della superficie, questa, insieme alla modifica sulle proprietà di adesione, è il risultato più importante dato da questo trattamento. Come già discusso precedentemente un trattamento di questo tipo può portare il materiale polimerico ad essere sia più idrofilo che più idrofobico. Il trattamento di polimeri per mezzo di plasma contenente ossigeno porta ad una diminuzione dell'angolo di contatto e conseguentemente ad un aumento della bagnabilità. L'interazione con il plasma contenente ossigeno comporta la formazione di gruppi polari sulla superficie polimerica che portano ad un innalzamento dell'energia superficiale del polimero ed appunto una crescita significativa della sua bagnabilità e adesione a metalli e altri composti organici. Questa caratteristica è stato visto essere dovuta, tramite spettroscopia fotoelettronica, al fatto che l'ossidazione del polimero porta alla formazione sulla suddetta superficie di particolari legami atomici, corrispondenti a gruppi specifici quali ad esempio perossidi, alcoli, aldeidi o gruppi carbossi-acidi, tra l'ossigeno appunto e gli agenti contaminanti. I composti che si vengono a creare sono caratterizzati da basso peso molecolare e diventano dunque in grado di 'fuggire' lasciando una superficie sensibilmente più pulita.

Ad ogni modo il trattamento con un plasma contenente ossigeno su di un polimero comporta sempre, oltre che all'ossidazione dello stesso, anche al suo etching; comportando questo che il grado di ossidazione dipende dalla sua propria composizione e struttura ed inoltre che risultati diversi possono essere ottenuti al variare delle condizioni di lavoro (potenza di scarica, parametri del plasma ecc.). Chiaramente l'ossigeno non è l'unico gas utilizzabile, tant'è vero che al variare del gas utilizzato cambia anche l'effetto: utilizzando aria, ossigeno, azoto e ammoniaca si trasforma una superficie inizialmente idrofobica in una idrofila; se invece vengono utilizzati plasmii contenenti fluoro si aumentano le proprietà idrofobiche del materiale trattato. La bagnabilità è inoltre aumentata all'aumentare della pressione del gas, della corrente di scarica e al tempo di trattamento. Riguardo quest'ultima variabile, è stato osservato che i principali miglioramenti sulle proprietà idrofile è solitamente avvenuto per tempi di trattamento che variano tra 30 e 120 secondi. Man mano che passa il tempo a seguito del trattamento il miglioramento delle proprietà idrofile diminuisce.

Come visto precedentemente, strettamente legato alla bagnabilità vi è la modifica delle proprietà di adesione, che può essere vista come una generalizzazione della prima. Questo processo è usato ampiamente nella pratica per l'incollaggio dei polimeri in varie combinazioni e per la fabbricazione di materiali particolari. Le proprietà di contatto dei polimeri sono spesso migliorate grazie alla deposizione di particolari film polimerici caratterizzati da importanti proprietà di contatto rispetto al polimero principale. Anche in questo caso il miglioramento dell'adesione è legato all'accrescimento dell'energia superficiale del materiale sottoposto a trattamento.

Le tecnologie maggiormente studiate e sviluppate per la lavorazione di questo tipo di materiali sono principalmente due: trattamenti a scarica Corona (*Corona Discharge Treatments - CDT*) e trattamenti che sfruttano plasma a pressione atmosferica tramite scariche a barriera dielettrica (*Atmospheric Pressure Plasma-Dielectric Barrier - APP-DB*). Le conclusioni avute da questo tipo di sperimentazioni sono generalmente: l'APP-DB garantisce un miglior controllo sulla chimica finale della superficie trattata e anche maggior efficienza rispetto la CDT; la chimica risultante sulla superficie trattata dipende pesantemente dal gas utilizzato nel plasma e dal suo dosaggio; l'APP-DB produce superfici maggiormente bagnabili rispetto il CDT; i risultati ottenuti variano a seconda del tempo di esposizione al plasma e la potenza inerente al plasma. [12, 13, 14]

3.2 APPLICAZIONE DEL PLASMA ATMOSFERICO SUI METALLI

Precedentemente sono state velocemente esposte le caratteristiche con le quali si presenta la maggior parte delle superfici metalliche a livello industriale. Affinché sia affidabile da un punto di vista dell'adesione la superficie di un metallo deve essere pulita e ottimizzata da un punto di vista chimico e morfologico. Il problema principale legato alle superfici metalliche è appunto la facilità con la quale queste si ossidano, ma l'ossigeno non è l'unica impurità che contamina il metallo, può essere necessario rimuovere anche altre sostanze quali grassi, oli, cere o siliconi. I trattamenti al plasma atmosferico sono utilizzati per la pulizia dei metalli essenzialmente per due motivi:

- Rimuove gli strati organici (contaminanti contenenti carbonio). Questi vengono prima bombardati chimicamente per essere poi spazzati via sotto pressione, grazie all'energia associata alle particelle di plasma le particelle organiche sono rotte in particelle più piccole e stabile e perciò possono appunto essere asportate. Come già specificato anche per quanto riguarda i polimeri il plasma agisce a livello di pochi nm quindi ovviamente impurità più profonde non possono essere asportate con questa tecnologia.
- Riduce gli ossidi. L'ossido del metallo viene fatto reagire chimicamente con il gas di processo del plasma, solitamente idrogeno puro o una miscela di argon e azoto.

Gli altri obiettivi del processo al plasma sono quello di attivare la superficie trattata oppure di depositarvi ad esempio uno strato sottile polimerico.

Dal punto di vista sperimentale, come anche per i polimeri, sostanziali differenze nei risultati ottenuti sono state notate a seconda del tempo di esposizione al plasma del materiale e delle caratteristiche proprie del plasma quali ad esempio la sua potenza. In particolare, a titolo di esempio, è stato dimostrato che per un trattamento al plasma atmosferico di una lastra di alluminio, per determinate condizioni, al fine di ottenere una modifica uniforme del materiale erano necessari almeno 10 secondi di esposizione. [1, 15, 16, 17]

3.3 APPLICAZIONE DEL PLASMA ATMOSFERICO SUL COTONE

Il plasma atmosferico nell'ambito del tessile non si propone come una tecnologia che comporta delle novità in termini di risultati che si possono ottenere, bensì come un'alternativa alle tecnologie già esistenti. Sfruttare il plasma atmosferico per il trattamento di tessuti, in particolare del cotone, infatti porta a risultati, dal punto di vista dell'effetto che si può ottenere, paragonabili a quelli ottenuti mediante le tecniche che attualmente vengono utilizzate nella maggioranza dei casi, ma in termini di impatto ambientale il miglioramento che il plasma atmosferico è in grado di apportare è sostanziale ed oggettivo. I trattamenti più significativi e utili che possono essere applicati sono la decolorazione, la sbizzimatura e l'aumento della bagnabilità; di seguito ne verrà esposta una breve introduzione.

Negli ultimi anni le industrie tessili e dell'abbigliamento si sono sviluppate in prodotti tessili sbiaditi poiché sono diventati molto popolari soprattutto tra i clienti più giovani. Il processo di sbiadimento è infatti un processo essenziale di finitura che fornisce un aspetto vissuto e vintage ai prodotti tessili e di abbigliamento. Spronate da questo, le industrie hanno ricercato svariate tecnologie per ottenere questo effetto. La decolorazione del cotone mediante plasma atmosferico è infatti un tema che sta prendendo via via sempre più piede a causa appunto della sua importanza dal punto di vista commerciale. I metodi tradizionali di decolorazione, quali ad esempio la levigatura, la sabbiatura, la spazzolatura, il prelavaggio, il risciacquo, il lavaggio a pietra, il lavaggio a sabbia, il lavaggio a pietra con enzimi e il candeggio, sfruttano sostanze chimiche che possono causare in primo luogo problemi a livello di inquinamento ambientale, e inoltre utilizzando queste tecnologie non si ha un controllo completo sull'uniformità della decolorazione; ognuno di questi procedimenti, in definitiva, causa svariati problemi (che sono esposti in seguito in Tabella 3.1). Considerando tutto questo il trattamento al plasma atmosferico si propone come valida alternativa alle tecnologie già esistenti sopracitate. Fondamentalmente il plasma viene sfruttato per produrre ozono ed altri radicali ossidanti che andranno ad interagire con le molecole di colorante presenti sulla superficie del tessuto. Dal punto di vista dell'omogeneità è stato dimostrato che l'effetto della decolorazione tramite plasma è controllabile in seguito ad un'accurata selezione di determinati parametri del trattamento.

Dal confronto esposto in Tabella 3.1 si evince come il trattamento al plasma possa costituire un'alternativa importante ai trattamenti tradizionali. Il trattamento al plasma ha dimostrato di aver successo nella modifica delle performance del materiale senza alterare le proprietà interne ma solo quelle superficiali, inoltre tramite plasma, come esposto in Tabella 2, si ha un trattamento totalmente a secco senza usare agenti chimici. Perciò, oltre che vantaggi prettamente pratici, il trattamento al plasma porta anche a molti benefici dal punto di vista ambientale.

L'azione del plasma fa sì che si formi un'atmosfera di elettroni ad alta energia. Alcuni di questi elettroni reagiscono con l'umidità presente nell'aria e viene generata una miscela di radicali. Allo stesso tempo altri elettroni reagiscono con le molecole di ossigeno nell'aria, come risultato di queste reazioni vengono generati radicali di ossigeno e molecole di ozono. A causa dell'alta solubilità dell'ozono in acqua, l'ozono generato in queste reazioni viene prontamente dissolto nell'umidità dell'aria e diventa quindi un ossidante; i radicali OH, generati dopo la dissoluzione dell'ozono, costituiscono una specie molto importante per quanto riguarda la decolorazione del tessuto.

Durante queste reazioni causate dal plasma si genera una combinazione di particelle cariche, radicali liberi e raggi UV. Questi ultimi contribuiscono loro stessi alla formazione di radicali OH. I radicali OH sono in grado di ossidare le molecole di colorante producendo radicali organici che sono altamente reattivi e possono essere ossidati ulteriormente.

A seguito di tutto ciò, l'effetto di decolorazione di tessuto tinto può essere raggiunto.

Come riprova del fatto che tramite plasma atmosferico si ottenga un trattamento verde che rispetta l'ambiente basti pensare che molecole quali ozono, ossido d'azoto, sostanze organiche gassose e diossido di zolfo sono sostanze presenti nell'aria che col tempo contribuiscono ad una decolorazione naturale di vari coloranti se lasciati esposti all'aria atmosferica [18, 19, 20].

Tabella 3.1 Confronto tra le varie tecnologie per il trattamento dei tessuti

Metodi	Vantaggi	Svantaggi
<i>AGENTI OSSIDANTI (ES. PEROSSIDO DI IDROGENO O IPOCLORITO DI SODIO)</i>	Processo operativo veloce; applicazione semplice	Molto costoso; acque reflue; inquinamento dell'acqua; problemi di smaltimento; uso eccessivo di sostanze chimiche nocive; alto consumo di energia elettrica; consumo di tempo; incapacità di produrre design standard; non applicabile a qualunque tessuto; mancanza di qualità
<i>TRATTAMENTO MECCANICO (ES. LAVAGGIO CON PIETRE)</i>	Risultato morbido e lubrificato; tessuto morbido e flessibile	Risultato non 'forte'; può causare qualche acqua reflua; problemi di smaltimento a causa di concentrazione di pietra pomice; abrasione della superficie del tessuto
TRATTAMENTO AL PLASMA	Basso costo; trattamento veloce; assenza di rifiuti solidi; assenza di inquinamento dell'aria; assenza di inquinamento dell'acqua; trattamento a secco; possibilità di trattare un'ampia gamma di tessuti	Studio e modifica dei parametri di trattamento prima di procedere allo stesso; limitazioni dal punto di vista del design che si può creare

Un altro problema legato alla produzione di un tessuto è la bozzima. Il cosiddetto processo di imbozzimatura, per l'industria tessile, consiste nel trattare l'ordito usando sostanze collanti (bozzime appunto), quali ad esempio l'amido, al fine di rendere il filato più resistente e liscio. Benché l'imbozzimatura porta questi benefici, i materiali collosi che si attaccano alla superficie del tessuto formano un film sottile che ne altera le proprietà di maneggiabilità e di bagnabilità. Perciò, prima di procedere con altri processi quali il lavaggio e la tintura, la bozzima va rimossa (sbozzimatura). Normalmente, i materiali di bozzima possono essere rimossi tramite trattamenti con enzimi. Tuttavia non sempre la bozzima viene rimossa al 100% poiché l'effettivo tasso di rimozione della sostanza dipende da alcuni parametri del processo di sbozzimatura quali la temperatura, il pH e il tempo di trattamento. Inoltre, un tale trattamento produce acque reflue che andranno successivamente trattate a causa di discorsi legati all'ambiente. Anche se effettivamente il costo della bozzima è ridotto, a questo vanno ad aggiungersi i costi legati al consumo di energia per mantenere la temperatura dell'acqua alta durante il processo di sbozzimatura e per trattare l'acqua di scarto. A causa di questo i processi che sono in grado di ridurre i consumi energetici e, più in generale, i costi dovuti alla sbozzimatura sono

sicuramente ben visti dalle industrie. A questo proposito un jet al plasma a pressione atmosferica risulta essere piuttosto interessante.

Per dare un'idea di quanto possa essere costoso il processo di sbazzimatura tramite enzimi portando un esempio concreto, prima il tessuto è trattato con l'enzima scelto ad una temperatura di 70 °C, successivamente viene risciacquato in acqua a 100 °C per bloccare l'azione dell'enzima e poi viene continuamente risciacquato sotto acqua corrente fredda per 15 minuti, per concludere il tessuto viene essiccato in forno a 75 °C [21].

Il plasma freddo atmosferico si propone come valida alternativa agli enzimi in quanto consente una notevole riduzione di volume di acqua utilizzato, di tempo speso per il processo e di temperatura alla quale scaldare l'acqua (e chiaramente ciò porta un risparmio in termini di energia utilizzata). Il 'bombardamento' della superficie (chiaramente col plasma viene modificata solo la zona superficiale 'toccata' dallo stesso) con radicali attivi ossidanti generati col plasma fa sì che possa avvenire una modifica sulla superficie del tessuto e in particolare attiva la bozzima stessa, in questa maniera un unico lavaggio con acqua a temperatura ambiente può essere in grado di rimuoverla. Oltre agli oggettivi benefici ambientali, è stato dimostrato anche che con un trattamento al plasma si può ottenere un risultato di sbazzimatura migliore rispetto ad un trattamento con enzimi: misurando la sbazzimatura come percentuale di peso 'perso' dal tessuto dopo il trattamento (il peso perso chiaramente è correlato alla rimozione della bozzima), sotto determinate condizioni del trattamento al plasma in termini di scelta dei parametri si può ottenere una sbazzimatura del 150% rispetto alla sbazzimatura con enzimi [10]. Se da una parte è stato quindi dimostrato l'effettiva utilità di un trattamento al plasma sulla sbazzimatura di un tessuto, è vero anche il plasma comporta anche un'azione di *etching* che rende le fibre del tessuto ruvide. Un trattamento mediante plasma atmosferico però, aumenta anche la bagnabilità del tessuto stesso, rispetto ad un trattamento con enzimi.

Come sempre le difficoltà più grandi riguardo un trattamento con un jet al plasma atmosferico stanno nella scelta dei giusti parametri da poter utilizzare. A tal proposito è stato dimostrato che i parametri modificabili (non sono stati considerati tutti i parametri chiaramente) possono essere classificati, in base al livello di importanza nel processo di trattamento, secondo questo ordine: distanza jet-campione > potenza di accensione > concentrazione di ossigeno > tempo di trattamento. La distanza jet-campione è chiaramente la distanza, perpendicolare, tra l'uscita del jet al plasma e la superficie del campione da trattare, più ci si allontana dal campione e minore sarà l'effetto decolorante poiché la maggior parte delle specie attive che incidono appunto nell'effetto di decolorazione non hanno lunga vita (ad esempio i radicali di ossigeno vivono solamente per circa 10 µs). In questo caso il compromesso sta tra un livello di decolorazione ritenuto accettabile e il fatto di voler evitare danni al tessuto (quali ad esempio bruciature e/o abrasione alle fibre) che si possono avere lavorando troppo vicini al campione (chiaramente sempre in relazione anche agli altri parametri). La potenza di accensione incide direttamente sulla scarica che genera il plasma. Una potenza di accensione maggiore genera specie attive in maggior concentrazione che quindi decolorano maggiormente il tessuto ed inoltre si ha che l'effetto di sbazzimatura avviene più rapidamente rispetto che avere potenze più basse. La concentrazione di ossigeno incide poiché la reazione che provoca decolorazione e sbazzimatura è proprio l'ossidazione. È anche vero però che una quantità di ossigeno eccessiva fornita continuamente può portare al rischio che le specie attive reagiscano più con l'ossigeno stesso piuttosto che con il substrato che si vuole trattare. Per quanto riguarda il tempo di trattamento è chiaro che per ottenere un risultato soddisfacente bisogna trattare per un tempo sufficiente affinché si abbia un accumulo sufficiente di specie attive sulla superficie del campione. La reazione che si va a sviluppare però non prosegue all'infinito, da un certo momento in poi (livello critico) il tessuto raggiunge la saturazione; inoltre può accadere che venga raggiunto un livello di decolorazione e/o sbazzimatura piuttosto elevato già nei primi minuti (ad esempio come risultato di un esperimento viene riportato che circa il 90% della reazione che porta alla degradazione del colorante sul tessuto viene completata entro i primi 5 minuti di trattamento su un tempo complessivo di 60 minuti) [22]. Il trattamento con plasma atmosferico finalizzato alla sbazzimatura risulta utile anche per eliminare eventuali impurità presenti nel tessuto. Oltre a tutto questo, tramite il plasma si ottiene anche un aumento sostanziale per quanto riguarda la bagnabilità del campione.

Un ulteriore vantaggio dato da un trattamento al plasma atmosferico freddo sui tessuti rispetto ad un trattamento enzimatico è che si può ottenere effetto di decolorazione e di preparazione alla sbizzimatura contemporaneamente senza aver bisogno di separare i processi. [21, 22, 23, 24, 25]

3.4 APPLICAZIONE DEL PLASMA ATMOSFERICO SUL LEGNO

Così come è stato spiegato anche per altri materiali, anche per quanto concerne il legno un trattamento tramite plasma freddo a pressione atmosferica non si propone come tecnologia alternativa in termini di risultati ottenuti, bensì come alternativa nell'ottica del voler aumentare l'efficienza dell'intero processo (sarà esposto in seguito cosa si intende per processo di trattamento del legno e le effettive finalità che questo processo si pone) sia da un punto di vista energetico, che economico e anche ambientale.

Storicamente il legno è considerato essere un materiale degno di nota per quanto riguarda diverse applicazioni, tra le quali ad esempio la costruzione e la fornitura di mobili, a causa della sua elevata rinnovabilità e resistenza, è un materiale avente buone proprietà di isolamento termico ed inoltre è un materiale che viene spesso scelto in ambito casalingo puramente per il suo aspetto visivo.

Tuttavia, negli ultimi decenni, esso è stato gradualmente sostituito da materiali quali cemento, acciaio e polimeri sintetici. Recentemente però le industrie si sono viste costrette a diminuire l'uso di materiali a fonti fossili in favore di materiali verdi e rinnovabili, come per l'appunto lo è il legno; quest'ultimo dunque si è ritrovato ad avere un interesse piuttosto rilevante da parte delle industrie.

Il legno è costituito da cellulosa, emicellulosa, lignina e sostanze estrattive, la combinazione delle proprietà chimiche di questi componenti costituiscono le proprietà del legno stesso. Delle componenti citate, cellulosa ed emicellulosa sono idrofile, mentre lignina e sostanze estrattive sono idrofobe. Approssimativamente il legno è composto per il 70% da componenti idrofile, questa costituzione, in aggiunta alla natura porosa del materiale, fa sì che il legno abbia una forte affinità con l'acqua e l'umidità. Acqua e umidità purtroppo sono nemiche del legno, nel senso che un pezzo di legno esposto all'umidità per lungo tempo tende a gonfiarsi e a deformarsi in quanto i polimeri delle pareti cellulari contengono gruppi ossidrilici e altri gruppi contenenti ossigeno che attirano l'acqua attraverso legami con l'idrogeno, in questa maniera l'umidità gonfia le pareti cellulari e il legno si espande finché queste pareti sono sature d'acqua; inoltre l'umidità crea un ambiente favorevole per molti organismi che causano degradazione del legno stesso. La degradazione del legno può essere anche dovuta all'esposizione dello stesso ai raggi ultravioletti, i quali inducono degradazione fotochimica principalmente nella lignina causando una variazione nel colore del materiale e una diminuzione nella forza di legame delle fibre del legno. Perciò, al fine di preservare l'integrità di materiale legnoso è necessario far sì che essi non si bagnino e che siano protetti superficialmente, in maniera tale da poterli utilizzare in applicazioni esterne. Esistono vari metodi per preservare il legno, oltre al mantenerlo in ambienti secchi banalmente; i più tradizionali sfruttano sostanze chimiche bagnanti le quali però, oltre ad essere dannose per l'uomo, causano vari problemi dal punto di vista ambientale; strettamente legato a quest'ultimo fatto si ha un considerevole innalzamento dei costi dovuto appunto allo smaltimento di queste sostanze tossiche. Un altro svantaggio derivante dall'uso di sostanze chimiche consiste nelle lunghe tempistiche necessarie a svolgere questo processo (viene fatto in vari step), questo provoca un ulteriore incremento nei costi di produzione, limitandone perciò le applicazioni industriali. Un'alternativa alle sostanze chimiche è data dal trattamento termico, il quale però va a degradare le proprietà meccaniche del materiale trattato ed inoltre ne riduce l'idrofilia che, come vedremo in seguito, può comportare problemi. Un trattamento termico infatti fa sì che le sostanze estrattive del legno migrino in superficie formando uno strato limite debole impedendo la penetrazione di sostanze utili a rivestire il legno stesso. Le alte temperature inoltre degradano le macromolecole costitutive del legno quali ad esempio le emicellulose e lignina. L'unica via percorribile per evitare i problemi sopracitati consiste nell'idrofobizzazione del legno. Anche questo processo può essere effettuato tramite sostanze chimiche oppure deposizione di composti idrofobici sulla superficie del materiale. In alternativa a ciò, come protezione viene anche utilizzata la tinteggiatura, la quale però ha breve durata in quanto le modifiche strutturali che il legno subisce principalmente a causa dell'umidità generano crepe sulla vernice. Per evitare questo fenomeno si può minimizzare la deformazione del legno tramite trattamenti termici, con le problematiche precedentemente esposte.

In quest'ottica entrano in gioco tecniche che sfruttano il plasma freddo a pressione atmosferica. Il plasma freddo infatti si presenta come un processo a secco, eco-compatibile e avente una durata di trattamento relativamente breve (alcuni minuti). Per quanto riguarda l'idrofobizzazione il plasma freddo è utilizzato per sviluppare una deposizione chimica al vapore oppure per consentire l'inizio di un processo di polimerizzazione, entrambi i casi permettono di realizzare una protezione aggiuntiva. Quest'ultimo processo è totalmente differente rispetto a ciò che si può ottenere mediante sostanze chimiche, pur utilizzando uno stesso monomero in entrambi i casi; a cambiare infatti è il processo di formazione del polimero. Tramite plasma freddo si va a frammentare il monomero, creare siti attivi e ricombinare i frammenti attivi. La tecnologia utilizzata per la deposizione di polimeri idrofobici è solitamente il DBD oppure jet remoti che sfruttano precursori.

Un trattamento tramite plasma freddo può essere utilizzato anche con la finalità di aumentare la bagnabilità del legno al fine di aumentarne le proprietà di adesione sia per quanto riguarda collanti, utili ad esempio a migliorare l'incollaggio tra legno e rivestimenti protettivi, che di coloranti. Un trattamento al plasma infatti provoca un aumento della polarità della superficie del legno tramite reazioni di ossidazione superficiali appunto, che comportano la formazione di gruppi funzionali che migliorano la bagnabilità e l'idrofilia del campione trattato. Un trattamento al plasma freddo può essere utilizzato anche al fine di restaurare le proprietà idrofile del legno perdute a seguito di trattamenti chimici o termici.

Per sopperire alle problematiche derivanti dall'utilizzo del legno si può anche utilizzare un altro tipo di materiale chiamato *Wood-polymer composites* (WPC) o legno composito. Il WPC è un materiale artificiale prodotto per estrusione a caldo andando a legare fibre naturali di legno polverizzato a una resina formata da polimeri e additivi. Grazie a questa composizione si ottiene un materiale molto simile al legno da punto di vista prettamente visivo, ma guadagnando una resistenza attribuibile alle resine plastiche. Esso infatti non si deforma, è impermeabile all'acqua (caratteristica garantita dalla presenza di polimeri), resiste ai raggi UV, alle variazioni di temperatura, a grossi carichi e all'abrasione. È stato dimostrato che le proprietà superficiali del WPC sono determinate dalle matrici polimeriche, pertanto il materiale presenta una bassa tensione superficiale che comporta basse proprietà di adesione; al fine di migliorare quest'ultima proprietà è dunque necessario attivare la superficie del materiale. L'attivazione del WPC comporta notevoli vantaggi: principalmente consente di rivestire il materiale con un rivestimento protettivo al fine di poterlo sfruttare in maniera migliore (da un punto di vista dell'aspetto visivo e della durabilità) in ambienti esterni (pavimenti, rivestimenti e infissi)¹. L'attivazione della superficie può essere ottenuta tramite trattamento al plasma, grazie al quale si generano gruppi funzionali sulla superficie e si aumenta la rugosità della stessa, in maniera tale da migliorarne le proprietà di adesione. [26, 27, 28, 29, 30, 31, 32]

Sono ora elencati gli effetti che il plasma freddo a pressione atmosferica ha su prodotti in legno, in maniera tale da ricapitolare quanto detto precedentemente e aggiungere altri effetti ottenibili:

- Pulizia della superficie (decompone e rimuove sostanze quali ad esempio oli e resine)
- Rimozione della polvere del legno dalle micro cavità superficiali
- Attivazione superficiale: incremento della bagnabilità, aumento della velocità e di profondità d'assorbimento di liquidi, resine e coloranti, ottimizzazione dell'assorbimento di agenti antibatterici, miglioramento nell'assorbimento e nella penetrazione delle colle con conseguente riduzione del tempo di incollaggio
- Riduzione del tempo di essiccazione e di asciugatura
- Risparmio economico su colle, coloranti e componenti dei bagni
- Riduzione della migrazione delle resine verso la superficie
- Ottimizzazione della conservazione di prodotti in legno nel tempo.

¹ L'inserimento del WPC è stato fatto per completezza in un discorso riguardante i legni industriali, un'applicazione al plasma freddo atmosferico su questo tipo di materiali chiaramente si pone a metà tra un trattamento eseguito sul legno e un trattamento eseguito su di un polimero

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

Si passa ora a descrivere quanto fatto sperimentalmente riguardo il lavoro di tesi, in particolare verrà presentato il lavoro svolto suddiviso per le diverse tipologie di materiali che sono stati studiati.

Lo strumento utilizzato consiste in un jet al plasma freddo a pressione atmosferica al cui interno viene generato il plasma tramite arco pulsato, il jet è chiaramente costituito da un elettrodo centrale e un cilindro esterno formato dall'ugello attraverso il quale fluisce l'aria. La scarica viene generata mediante un generatore di potenza a 250 W (non modificabile).

Questo jet è stato prodotto da *Tigres Dr. Gerstenberg GmbH*, modello "Bluster MEF".

I parametri grazie ai quali verranno caratterizzati tutti i trattamenti successivamente esposti sono i seguenti:

- Distanza ugello – superficie del campione (d);
- Velocità di movimento del campione (v);
- Spostamento tra le tracce di passaggio del plasma (s);
- Numero di ripetizioni del trattamento (r);
- Pressione dell'aria compressa nel jet (p).

Il flusso dell'aria all'interno del jet varia tra 7 litri per minuto (LPM) alla pressione di 7 bar e 4 LPM alla pressione dell'aria compressa di 3 bar.

Infine verranno studiati i vari trattamenti anche al variare del tipo di ugello utilizzato, in particolare:

- Ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm

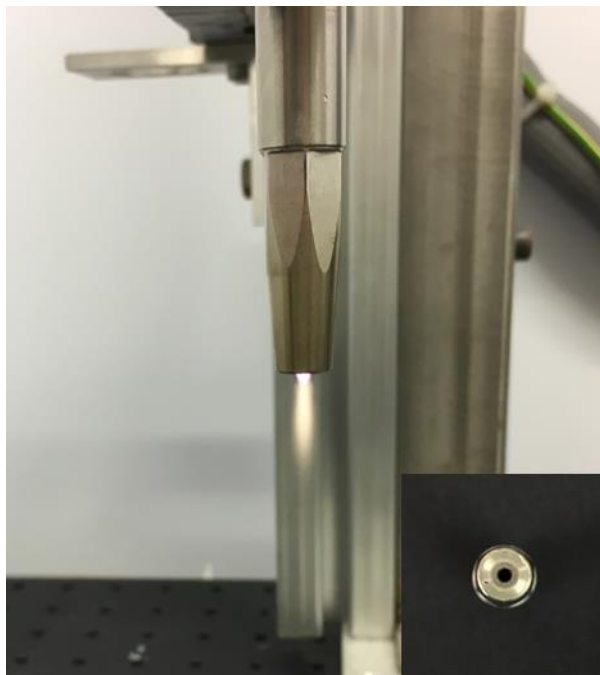


Fig. 4.1 Ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

- Ugello avente uscita circolare di diametro 4 mm

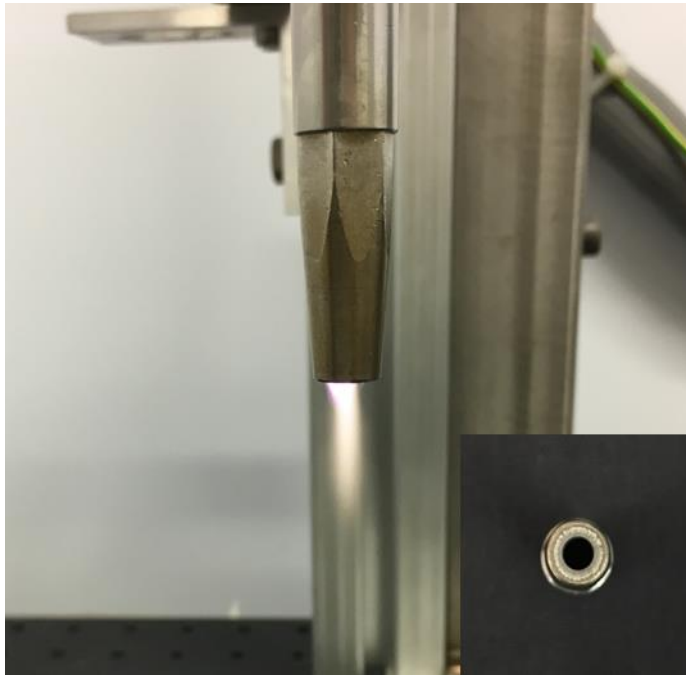


Fig. 4.2 Ugello avente uscita circolare di diametro 4 mm

- Ugello avente uscita circolare di diametro 6 mm

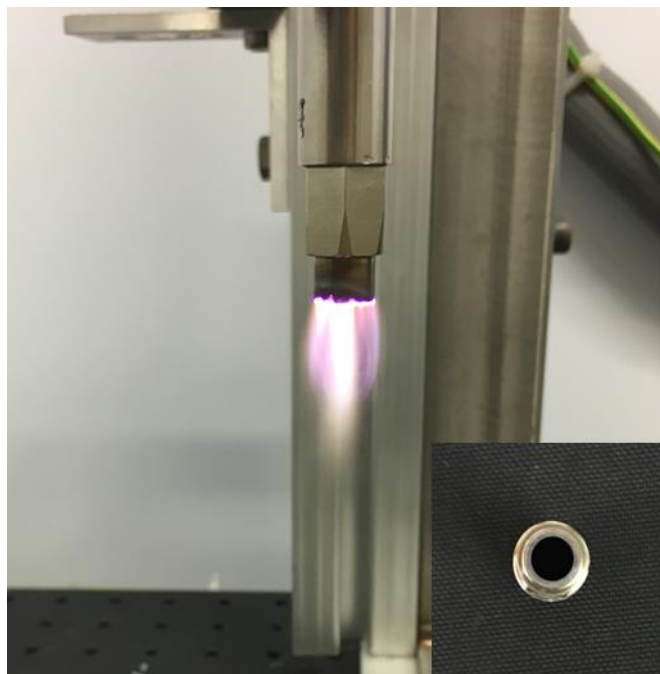


Fig. 4.3 Ugello avente uscita circolare di diametro 6 mm

- Ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 mm

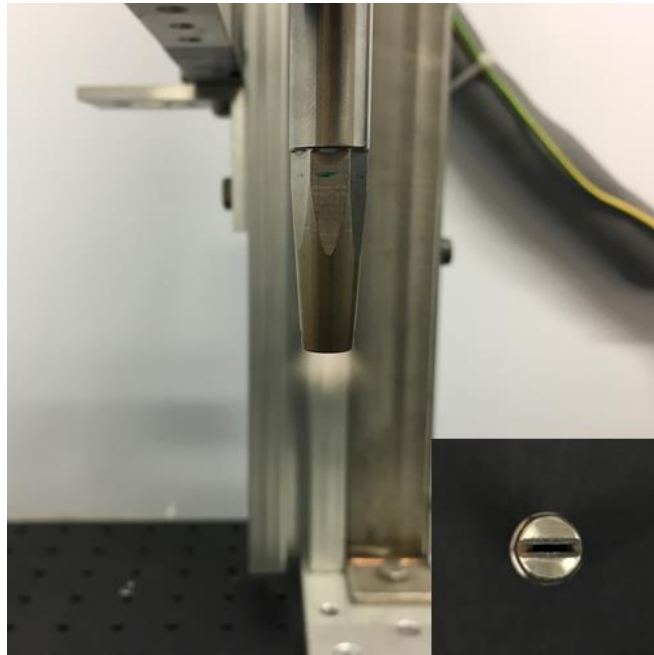


Fig. 4.4 Ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 m

Qualora non dovesse essere specificato il trattamento viene effettuato utilizzando l'ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm e pressione d'aria compressa nel jet pari a 7 bar.

Altri strumenti adoperati per le varie prove e misure sono stati:

- Acqua demineralizzata o mescolata insieme a inchiostro, usata tramite pipetta da ca. 50 μ l
- Set di inchiostri tarati Arcotest [®] utili a misurare l'energia superficiale dei materiali
- Termometro IR Fluke
- Termocoppia di tipo K ²

² La termocoppia di tipo K misura la temperatura entro un intervallo che va da -270°C a +1372°C, all'interno di un intervallo compreso tra -40°C e +1372°C la precisione della termocoppia è $\pm 1\%$ oppure 1°C a seconda di quale sia più grande tra i due valori

4.1 ACCIAI

Il primo lavoro svolto, riguarda uno studio volto al miglioramento della bagnabilità su diversi materiali metallici, in particolare acciaio preverniciato, acciaio zincato e acciaio inox.

4.1.1 ACCIAIO PREVERNICIATO (con primer a base di poliestere contenente piccolo quantitativo di resina epossidica)

Prima dello studio dei trattamenti al plasma, è stato valutato lo stato della superficie del campione di lamiera di acciaio pre-verniciato. L'allargamento della goccia d'acqua (di ca. 50 μ L) sul campione Non Trattato (NT) al plasma è di circa $5 \div 6$ mm. In termini di energia superficiale questo valore corrisponde a ca. 36 mN/m.

Eseguendo trattamenti con plasma del tipo remoto (con un jet al plasma) è stato osservato che l'allargamento della goccia dovuto al trattamento plasma può variare (in funzione di parametri di trattamento e tipologia di campione) fino a ca. 20 mm. L'attivazione forte richiede energia e tempo di trattamento corrispondentemente alti, con impatto sul costo dell'impianto di plasma e sul costo di processo.

Saranno investigati 2 casi caratteristici su tutte le tipologie di campioni:

- trattamento in regime effetto medio di trattamento plasma, i parametri di tale trattamento saranno ottimizzati per minimizzare i costi di un eventuale applicazione del plasma a livello industriale;
- trattamento in regime effetto massimo ottenibile con trattamento plasma, per scoprire il limite dell'applicazione al plasma e il massimo miglioramento che il plasma può apportare all'energia superficiale del materiale trattato. L'effetto massimo si realizza senza ulteriore ottimizzazione di parametri del trattamento al plasma, visto che il suo ruolo è puramente indicativo e che da un punto di vista pratico può essere improponibile per l'elevato costo che comporterebbe una macchina al plasma in queste condizioni.

Per l'effetto medio è stato considerato un trattamento che produce un'estensione della goccia fino a $10 \div 11$ mm. Tale trattamento è stato ottimizzato poi per minimizzare la del jet al plasma in un impianto industriale. Nella fase di ottimizzazione sono stati eseguite una serie di prove con variazione di parametri in questi limiti:

- | | |
|--|---------------------------------|
| - distanza ugello – superficie del campione: | $5 \div 10$ mm; |
| - velocità di movimento del campione: | $1 \div 10$ m/min; |
| - spostamento fra le tracce di passaggio plasma: | $2 \div 4$ mm; |
| - numero di ripetizioni trattamento: | $1 \div 8$; |
| - pressione di aria compressa in jet: | $6 \div 8$ bar; |
| - potenza del plasma assorbita dalla rete: | 250 W; |
| - tipo di ugello: | uscita circolare del diam. 2 mm |

Per minimizzare la quantità dei jet in un'eventuale macchina industriale per produrre l'effetto medio, si cercava, soprattutto, di aumentare il valore di spostamento (distanza da una riga di passaggio del jet all'altra), che si traduce in distanza fra i jet montati in macchina plasma industriale e, quindi, in numero di jet necessari.

Per quanto riguarda l'energia superficiale dei campioni di acciaio pre-verniciato, come anche per l'acciaio zincato e per l'acciaio inox è stato verificato che, tramite set di inchiostri tarati, qualunque sia stato il trattamento effettuato, supera gli 84 mN/m (valore massimo verificabile dal set di inchiostri a disposizione), in particolare si può supporre che tale valore venga abbondantemente superato già col trattamento in regime "effetto medio". Per tale ragione nel seguito i risultati ottenuti dai vari trattamenti sono riportati in funzione del diametro della goccia applicata sul campione.

Per questa tipologia di materiale il plasma tratta lo strato di polimero (primer) presente sull'acciaio invece del metallo (come nel caso di acciaio zincato o acciaio INOX) e, quindi, il meccanismo fisico-chimico e il risultato di trattamento ha diversa natura (più caratteristica per polimeri).

4.1.1.1 Ottimizzazione del trattamento al plasma

Come risultato di molteplici prove è stato stabilito il miglior set di parametri per produrre effetto medio con estensione goccia di 10 mm, - il set ottimizzato per effetto medio (Fig. 4.5):

- distanza ugello – superficie del campione: 7 mm;
- velocità di movimento del campione: 10 m/min;
- spostamento fra le righe di passaggio plasma: 4 mm;
- numero di ripetizioni trattamento: 3;
- pressione di aria compressa in jet: 7 bar;
- potenza del plasma assorbita dalla rete: 250 W;
- tipo di ugello: uscita circolare del diam. 2 mm.

Si nota che il trattamento produce un piccolo quantitativo di micro polvere sulla superficie, alla quale è dovuto in parte l'aumento di energia superficiale del campione di acciaio pre-verniciato. Tale polvere (al limite di visibilità attraverso microscopio ottico con ingrandimento 5x, vedi Fig. 21) può essere strofinata oppure lavata via dal campione con l'acqua, con conseguente diminuzione dell'effetto idrofilo (da 10 mm a 9 mm). Per tale ragione, anche a livello industriale, per poter mantenere inalterate le proprietà del materiale ottenute in seguito al trattamento al plasma è necessario non strofinare la superficie.

Successivamente è stata investigata la possibilità di produrre effetto massimo (Fig. 4.5). Come risultato è stato stabilito il set di parametri per produrre l'estensione goccia 20 mm:

- distanza ugello – superficie del campione: 5 mm;
- velocità di movimento del campione: 1 m/min;
- spostamento fra le righe di passaggio plasma: 2 mm;
- numero di ripetizioni trattamento: 4;
- pressione di aria compressa in jet: 7 bar;
- potenza del plasma assorbita dalla rete: 250 W;
- tipo di ugello: uscita circolare del diam. 2 mm;

Un trattamento con questi parametri produce un forte degrado del primer, con produzione della polvere micrometrica sulla superficie in notevole quantità e conseguente variazione del colore di campione dal grigio al bianco crema. La presenza di tale polvere può essere fortemente diminuita con lo strofinio o quasi completamente eliminata con lavaggio, con significativa riduzione dell'energia superficiale del campione (diametro goccia sulla superficie trattata cambia da 20 mm a 9 mm).

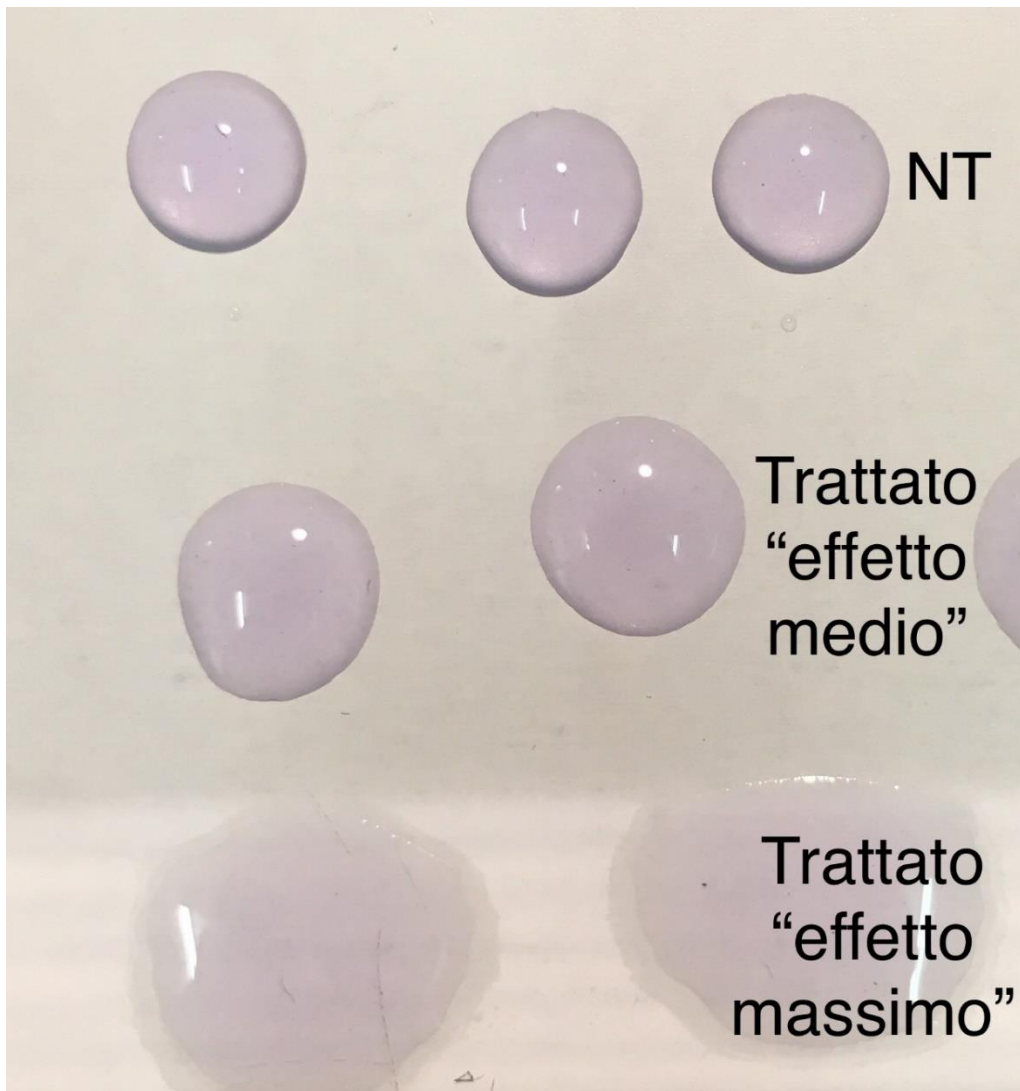


Fig. 4.5 Acciaio pre-verniciato, ugello circolare 2 mm, pressione d'aria compressa 7 bar, trattamento ottimizzato secondo i vari regimi

4.1.1.2 Analisi con microscopia ottica

Sono di seguito esposte le analisi della superficie con microscopia ottica al fine di controllare l'effetto del plasma sulla morfologia dei campioni. È stata analizzata la stessa zona di campioni non trattati (NT) e trattati (T) con plasma, di area ca. 0.5 cm x 0.5 cm, applicando ingrandimenti 5x, 10x, 20x, 50x e 100x. In seguito sono riportate le immagini più significative a seconda delle varie prove effettuate.

- Trattamento in regime “effetto medio”

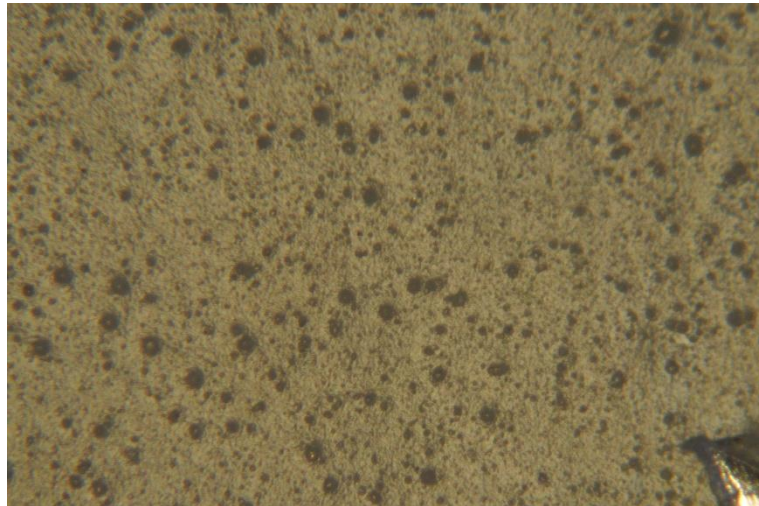


Fig. 4.6 Acciaio pre-verniciato non trattato al plasma (area dell'immagine ca. 1 mm x 1 mm, ingrandimento 5x)

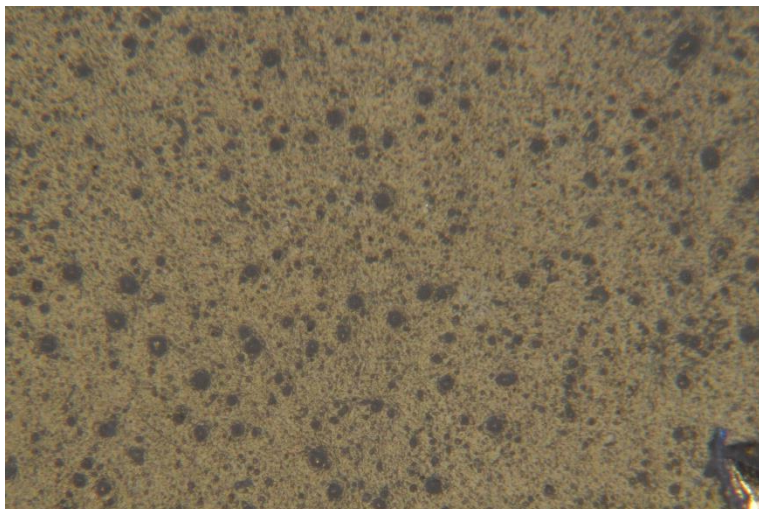


Fig. 4.7 Acciaio pre-verniciato (stessa zona) trattato al plasma (area dell'immagine ca. 1 mm x 1 mm, ingrandimento 5x)

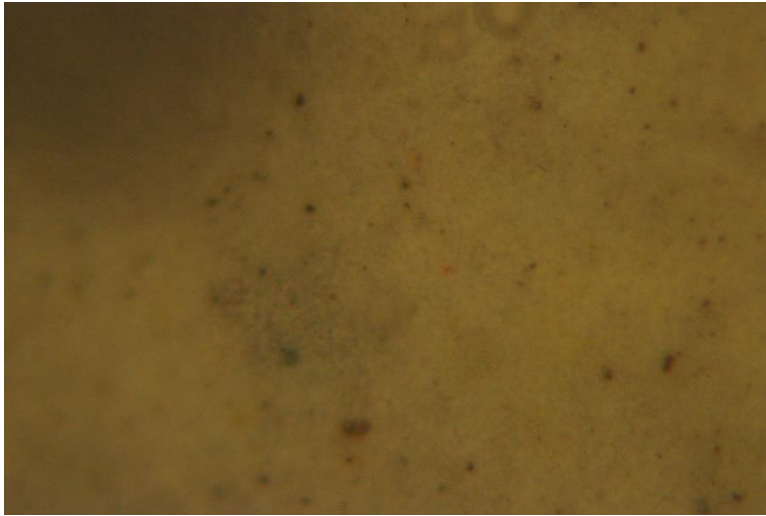


Fig. 4.8 Acciaio pre-verniciato non trattato al plasma (area immagine ca. 0.1 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)

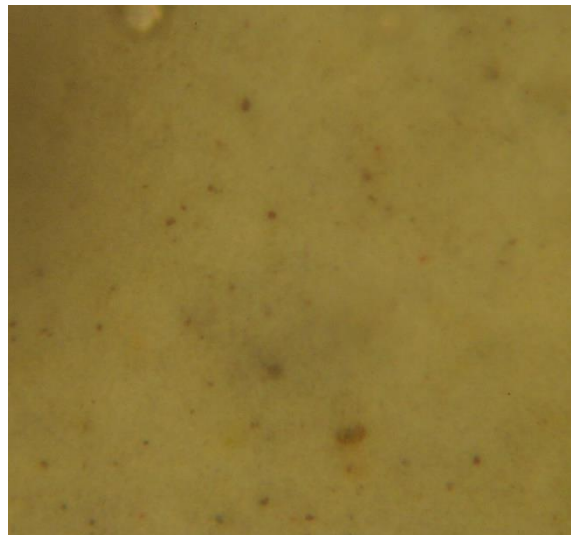


Fig. 4.9 Acciaio pre-verniciato (stessa zona) trattato al plasma (area immagine ca. 0.07 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)

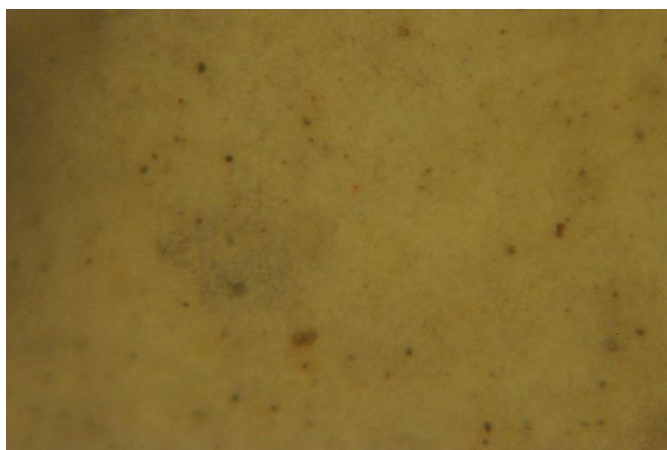


Fig. 4.10 Acciaio pre-verniciato (stessa zona) trattato al plasma e successivamente lavato con l'acqua

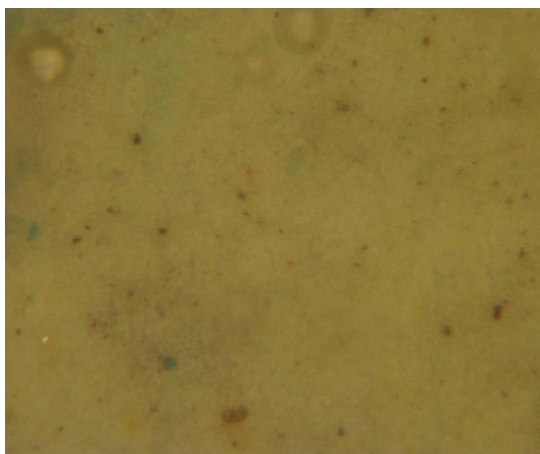


Fig. 4.11 Acciaio pre-verniciato (stessa zona) trattato al plasma, lavato con l'acqua e successivamente strofinato

- Trattamento in regime “effetto massimo”

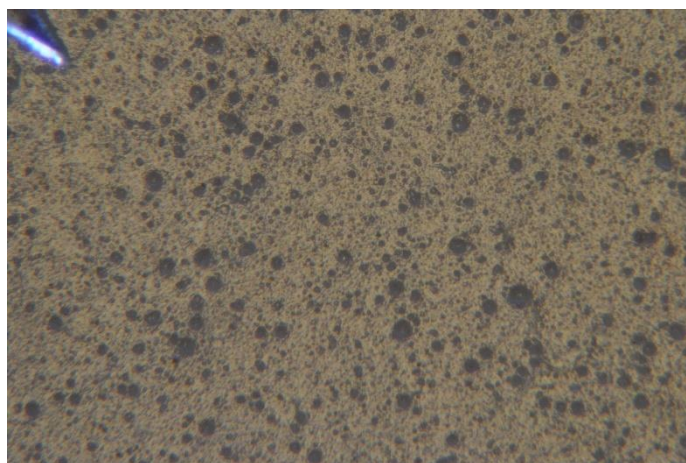


Fig. 4.12 Acciaio pre-verniciato non trattato al plasma (area immagine ca. 1 mm x 1 mm, ingrandimento 5x)



Fig. 4.13 Acciaio pre-verniciato (stessa zona) trattato al plasma (area immagine ca. 0.75 mm x 1 mm, ingrandimento 5x)



Fig. 4.14 Acciaio pre-verniciato (stessa zona) trattato al plasma e successivamente lavato con l'acqua



Fig. 4.15 Acciaio pre-verniciato (stessa zona) trattato al plasma, lavato con l'acqua e successivamente strofinato

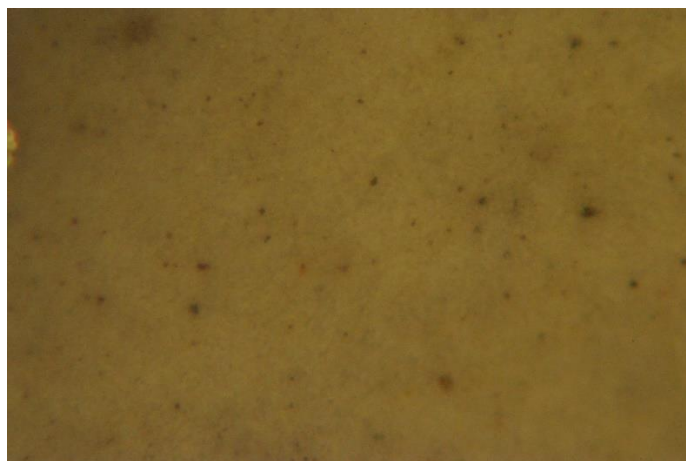


Fig. 4.16 Acciaio pre-verniciato non trattato al plasma (area immagine ca. 0.1 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)

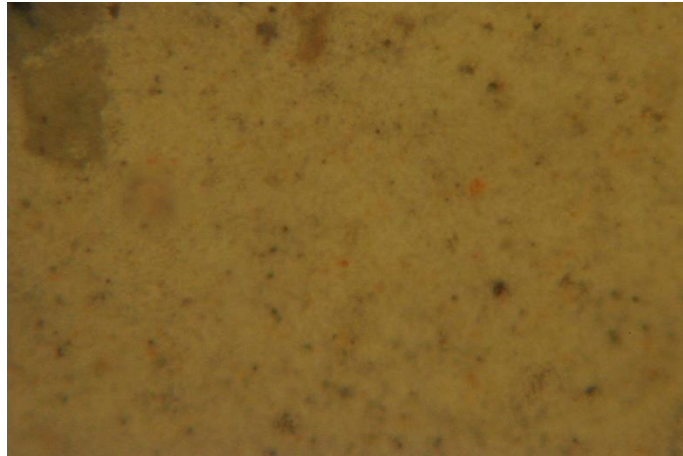


Fig. 4.17 Acciaio pre-verniciato (zona adiacente) trattato al plasma (area immagine ca. 0.1 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)

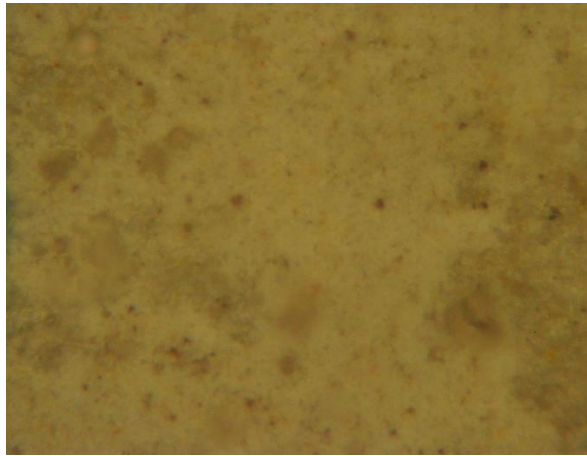


Fig. 4.18 Acciaio pre-verniciato (zona adiacente) trattato al plasma e successivamente lavato con l'acqua

Tramite il trattamento del campione in regime di effetto massimo la formazione della micro polvere sulla superficie di primer (pre-verniciatura) è ben apprezzabile soprattutto a ingrandimenti minori (x5) (Fig. 4.12), eliminata successivamente con lavaggio e/o strofinamento (Fig. 4.13 e 4.14), con corrispondente riduzione d'idrofilia del campione da 20 mm a 9 mm.

Dagli studi con microscopia ottica si può concludere che l'unica tipologia di imperfezioni non ben adese alla superficie di primer è la polvere generata dall'instabilità chimica del primer stesso, fortemente aumentata con trattamento al plasma.

4.1.1.2 Monitoraggio della scadenza dell'effetto plasma

È stata monitorata la scadenza del trattamento al plasma per i diversi materiali in diversi intervalli temporali.

- Trattamento in regime "effetto medio"

Il campione è stato sottoposto a trattamento ottimizzato (vedi sopra), dopo di questo è stata verificata l'estensione della goccia applicata sul campione in diversi momenti (Tabella 4.1, Fig. 4.19): subito dopo trattamento³, dopo 10 min, 20 min, 30 min, 45 min, 1 ora, 2 ore, 3 ore. Per ogni prova è stata usata una diversa zona del campione (trattato in modo omogeneo su tutta la sua area).

³ Questa misura è stata effettuata dopo circa 30 secondi

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

L'umidità dell'ambiente durante lo studio della scadenza dell'attivazione era del 41%.

Tabella 4.1 Monitoraggio scadenza dell'attivazione su acciaio pre-verniciato, trattamento in regime "effetto medio"

Tempo di campionamento [min]	Estensione goccia [mm]
0.5	10
10	10
20	10
30	9
45	9
60	9
120	8
180	8

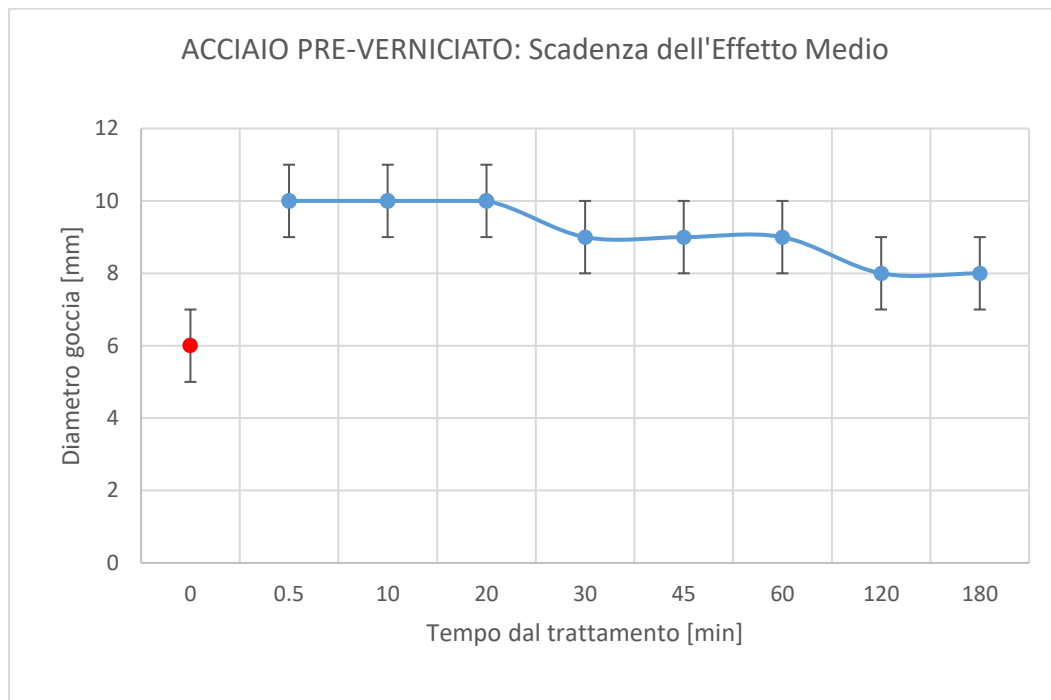


Fig. 4.19 Scadenza dell'attivazione di effetto medio sull'acciaio pre-verniciato

Come si vede dai risultati di monitoraggio, l'energia superficiale del campione trattato con plasma per produrre effetto medio, è stabile per primi 20 min.

- Trattamento in regime "effetto massimo"

Il campione è stato sottoposto a trattamento ottimizzato (vedi sopra), dopo di questo è stata verificata l'estensione della goccia applicata sul campione in diversi momenti (Tabella 4.2, Fig. 4.20): subito dopo trattamento⁴, dopo 10 min, 20 min, 30 min, 45 min, 1 ora, 2 ore, 3 ore. Per ogni prova è stata usata una diversa zona del campione (trattato in modo omogeneo su tutta la sua area).

L'umidità dell'ambiente nel momento in cui è stato effettuato il trattamento era del 40%.

⁴ Questa misura è stata effettuata dopo circa 30 secondi

Tabella 4.2 Monitoraggio scadenza dell'attivazione su acciaio pre-verniciato, trattamento in regime "effetto massimo"

Tempo di campionamento [min]	Estensione goccia [mm]
0.5	20
10	20
20	18
30	16
45	16
60	16
120	14
180	12

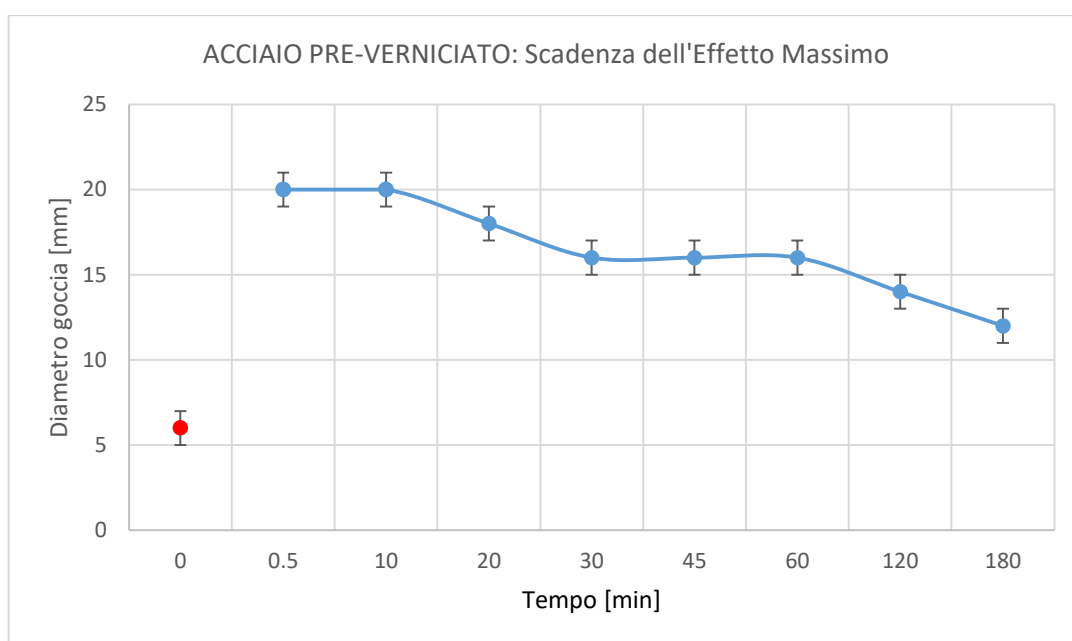


Fig. 4.20 Scadenza dell'attivazione di effetto massimo sull'acciaio pre-verniciato

Come si vede da risultati di monitoraggio, l'energia superficiale del campione trattato con plasma per produrre effetto massimo (campione non lavato), è stabile per primi 10 min.

- Trattamento in regime "effetto massimo" con successivo lavaggio del campione

Il campione è stato sottoposto a trattamento ottimizzato (vedi sopra), successivamente il campione è stato lavato; dopo di questo è stata verificata l'estensione della goccia applicata sul campione in diversi momenti (Tabella 4.3, Fig. 4.21): subito dopo trattamento⁵, dopo 10 min, 20 min, 30 min, 45 min, 1 ora, 2 ore, 3 ore. Per ogni prova è stata usata una diversa zona del campione (trattato in modo omogeneo su tutta la sua area).

L'umidità dell'ambiente nel momento in cui è stato effettuato il trattamento era del 39%.

⁵ Questa misura è stata effettuata dopo circa 2 minuti e 30 secondi, questo tempo è stato occupato dallo strofinamento del campione finalizzato alla rimozione della polvere

Tabella 4.3 Monitoraggio scadenza dell'attivazione su acciaio pre-verniciato, trattamento in regime "effetto massimo" con successivo lavaggio del campione

Tempo di campionamento [min]	Estensione goccia [mm]
0.5	9
10	9
20	9
30	9
45	9
60	9
120	8
180	8

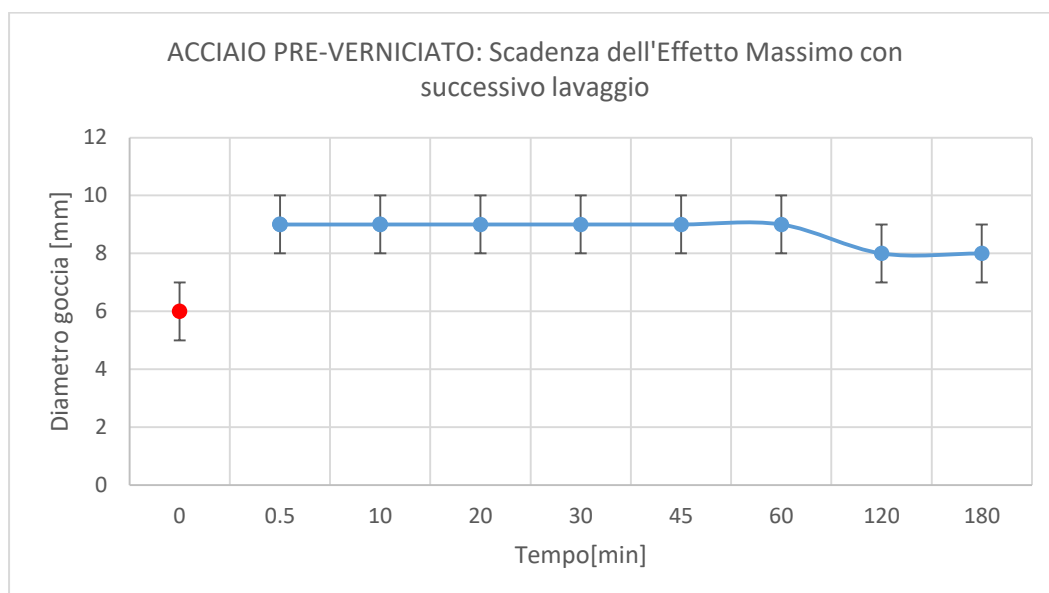


Fig. 4.21 Scadenza dell'attivazione di effetto massimo sull'acciaio pre-verniciato con successivo lavaggio del campione

Come si vede da risultati di monitoraggio, l'energia superficiale del campione trattato con plasma per produrre effetto massimo, e successivamente lavato), ha energia superficiale significativamente più bassa (dimensione goccia è diminuita da 20 a 9 mm) ed è stabile per primi 60 min.

4.1.1.3 Approfondimento sul ruolo di micro polvere nel caso di trattamento plasma in regime "effetto medio"

Sono state eseguite ulteriori prove al fine di verificare l'influenza della micro polvere sullo stato della superficie del primer (con e senza trattamento al plasma):

- 1) valutazione dell'estensione goccia sul campione NT prima e dopo lo strofinamento;
- 2) valutazione dell'estensione goccia su campione T prima e dopo lo strofinamento.

In risultato di queste analisi si è verificata una minima presenza di polvere anche su campione NT. Nel caso di eliminazione della polvere sul campione NT si nota una variazione del diametro della goccia da ca. 6 mm a ca. 5,5 mm. Si può concludere che la rimozione di polvere effettuata prima o dopo trattamento, in ogni caso leggermente diminuisce l'idrofilia della superficie. L'iniziale presenza (su NT) della polvere, probabilmente caratteristica del primer, successivamente aumentata con trattamento

plasma, influisce sull'idrofilia della superficie in proporzione alla sua quantità (non significativa su NT e aumentata per T). La quantità di polvere formata con trattamento in regime "effetto massimo" porta alla variazione del colore e ad estensione goccia più forte (20 mm). L'effetto idrofilo è dovuto in questo caso più alla formazione della polvere, che ad attivazione della superficie, ed è meno stabile - comincia a scadere dopo 10 min, e in 3 ore diminuisce per 40%. Il trattamento in regime "effetto medio" produce minor polvere e minor idrofilia (estensione goccia 10 mm), ma è più stabile - comincia a scadere dopo 20 min, e in 3 ore diminuisce per 20%.

4.1.1.4 Verifica della tolleranza

In ragione del fatto, che prendendo in considerazione un trattamento in industria, non è assolutamente garantita una perfetta planarità del materiale trattato e neppure possono essere escluse vibrazioni del materiale stesso dovute ai movimenti della macchina sul quale esso è posizionato, sono state eseguite varie prove al fine di verificare la tolleranza del risultato del trattamento ottimizzato in regime "effetto medio" di acciaio preverniciato per variazione della distanza ugello - campione nel range ± 2 mm (dal valore ottimizzato di 7 mm). Sono state effettuate tre differenti prove variando la distanza ugello - campione: 5 mm; 7 mm; 9 mm. Per la distanza di 9 mm si sono evidenziate differenze di ca. $0,5 \div 1$ mm di diametro goccia in meno (rispetto ai 10 mm per distanza ottimizzata di 7 mm) e, invece, ca. la stessa differenza in più per distanza 5 mm.

Si considera perfettamente accettabile la tolleranza ± 1 mm, che al limite può essere allargata a ± 2 mm.

4.1.1.5 Verifica del risultato a differenti pressioni

Poiché è ragionevole supporre che la pressione alla quale viene fatto fluire il getto d'aria all'interno del jet non sia perfettamente costante, sono state effettuate le prove di trattamento plasma ottimizzato su acciaio pre-verniciato in regime "effetto medio", con pressione d'aria compressa leggermente variata. Mentre per pressione di 7 bar il diametro della goccia è 10 mm, con pressione di 6 bar la goccia sulla superficie del campione presentava diametro 9 mm.

La pressione in linea d'aria compressa deve essere mantenuta a 7 bar. Eventuale riduzione (a 6 bar) comporta leggera diminuzione dell'energia superficiale del campione.

La variazione del risultato del trattamento per differenti pressioni dell'aria compressa all'interno del jet verrà studiata successivamente più nel dettaglio.

4.1.1.6 Studio dell'influenza dell'umidità dell'aria

Sono state eseguite le prove al fine di verificare l'influenza dell'umidità dell'aria all'esterno dalla quale si alimenta il compressore, su risultati prodotti con trattamento al plasma atmosferico di acciaio pre-verniciato in regime "effetto medio" e "effetto massimo". Sono state effettuate differenti prove con umidità dell'aria all'esterno del RH 40% e del RH 70%. Le prove hanno portato allo stesso risultato in termini di diametro della goccia, i.e. ca. 10 mm in regime "effetto medio" e ca. 20 mm in regime "effetto massimo" (senza aver strofinato la micro polvere creatasi) e ca. 9 mm in regime "effetto massimo" strofinando la micro polvere generata.

Queste prove permettono di concludere che le variazioni dell'umidità nel range RH 40 \div 70% non influisce sul risultato di trattamento.

4.1.1.7 Ottimizzazione trattamento per diversi ugelli

Terminato il lavoro svolto per l'azienda come precedentemente detto, è stata studiata l'ottimizzazione trattamento tramite jet al plasma freddo a pressione atmosferica al variare dell'ugello utilizzato.

- Ugello avente uscita circolare di diametro 4 mm

I parametri con cui confrontare i risultati ottenuti sono: $d=7$ mm; $v=10$ m/min; $s=4$ mm; $r=3$; ossia i parametri ottimizzati (in regime 'effetto medio') utilizzando un ugello con uscita circolare di diametro 2 mm, per i quali si ottiene un diametro della goccia applicata di ca. 10 mm.

Tabella 4.4 Ottimizzazione trattamento, acciaio pre-verniciato, ugello circolare di diametro 4 mm

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
7	10	4	3	Diametro goccia ca. 10 mm
7	10	4	2	Diametro goccia ca. 9 mm
6	10	4	3	Diametro goccia ca. 10 mm
7	10	5	3	Diametro goccia ca. 10 mm
7	10	6	3	Diametro goccia ca. 10 mm
7	10	7	3	Diametro goccia ca. 9 mm
7	12	6	3	Diametro goccia ca. 10 mm
7	13	6	3	Diametro goccia ca. 9 mm

I parametri ottimizzati, con questo tipo di ugello, sono: $d=7$ mm; $v=12$ m/min; $s=6$ mm; $r=3$.
Si può notare come cambiando tipo di ugello, in questo caso si possa:

1. Aumentare s da 4 mm a 6 mm
2. Ridurre r da 3 a 1
1. Aumentare v da 10 m/min a 12 m/min

Per questi motivi, si può concludere che, utilizzando un ugello avente uscita circolare di diametro 4 mm, si possa ridurre il tempo del trattamento, raggiungendo lo stesso risultato in termini di attivazione superficiale (espresso in diametro della goccia applicata sulla superficie), di un fattore 1.8.

- Ugello avente uscita circolare di diametro 6 mm

I parametri con cui confrontare i risultati ottenuti sono: $d=7$ mm; $v=10$ m/min; $s=4$ mm; $r=3$; ossia i parametri ottimizzati (in regime 'effetto medio') utilizzando un ugello con uscita circolare di diametro 2 mm, per i quali si ottiene un diametro della goccia applicata di ca. 10 mm.

Tabella 4.5 Ottimizzazione trattamento, acciaio pre-verniciato, ugello circolare di diametro 6 mm

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
7	10	4	3	Diametro goccia ca. 10 mm, ma rovina leggermente la superficie
10	10	4	3	Diametro goccia ca. 11 mm
10	10	8	3	Diametro goccia ca. 13 mm, ma la goccia è molto irregolare
10	30	8	3	Diametro goccia ca. 7 mm
10	20	8	3	Diametro goccia ca. 10 mm, ma la goccia è irregolare
10	20	6	3	Diametro goccia ca. 11 mm, ma la goccia è irregolare
10	20	5	3	Diametro goccia ca. 10 mm
10	20	5	2	Diametro goccia ca. 10 mm
10	20	5	1	Diametro goccia ca. 9 mm
10	23	5	2	Diametro goccia ca. 9 mm

I parametri ottimizzati, con questo tipo di ugello, sono: d=10 mm; v=20 m/min; s=5 mm; r=2.
Si può notare come cambiando tipo di ugello, in questo caso si possa:

1. Aumentare s da 4 mm a 5 mm
2. Ridurre r da 3 a 2
3. Aumentare v da 10 m/min a 20 m/min

Per questi motivi, si può concludere che, utilizzando un ugello avente uscita circolare di diametro 6 mm, si possa ridurre il tempo del trattamento, raggiungendo lo stesso risultato in termini di attivazione superficiale (espresso in diametro della goccia applicata sulla superficie), di un fattore 3.75.

- Ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 mm

I parametri con cui confrontare i risultati ottenuti sono: d=7 mm; v=10 m/min; s=4 mm; r=3; ossia i parametri ottimizzati (in regime 'effetto medio') utilizzando un ugello con uscita circolare di diametro 2 mm, per i quali si ottiene un diametro della goccia applicata di ca. 10 mm.

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

Tabella 4.6 Ottimizzazione trattamento, acciaio pre-verniciato, ugello lineare

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
5	10	4	3	Diametro goccia ca. 10 mm
4	10	4	3	Diametro goccia ca. 11 mm
4	10	4	2	Diametro goccia ca. 11 mm
4	10	4	1	Diametro goccia ca. 10 mm
4	10	6	1	Diametro goccia ca. 10 mm
4	15	6	1	Diametro goccia ca. 9 mm
4	13	6	1	Diametro goccia ca. 9 mm
4	12	6	1	Diametro goccia ca. 9 mm
4	10	7	1	Diametro goccia ca. 9 mm

I parametri ottimizzati, con questo tipo di ugello, sono: $d=4$ mm; $v=10$ m/min; $s=6$ mm; $r=1$.
Si può notare come cambiando tipo di ugello, in questo caso si possa:

1. Aumentare s da 4 mm a 6 mm
2. Ridurre r da 3 a 1

Per questi motivi, si può concludere che, utilizzando un ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 mm, si possa ridurre il tempo del trattamento, raggiungendo lo stesso risultato in termini di attivazione superficiale (espresso in diametro della goccia applicata sulla superficie), di un fattore 4.5, anche se bisogna ridurre la distanza tra campione trattato e jet; se a livello industriale può essere accettata questa riduzione della d , il guadagno in termini di tempo è decisamente considerevole.

4.1.1.8 Conclusione generale sul trattamento plasma di acciaio pre-verniciato

In risultato di tutti gli studi svolti si conclude che il trattamento di acciaio preverniciato con jet di plasma atmosferico freddo ha due effetti principali sulla superficie del primer:

- 1) aumento dell'energia superficiale di polimero (poliestere con presenza di resina epossidica);
- 2) parziale decomposizione del polimero con la produzione di polvere caratterizzata dall'alta energia superficiale.

Nel trattamento in regime "effetto medio" si produce soprattutto attivazione della superficie del polimero a livello importante (diametro della goccia d'acqua passa da 6 a 10 mm), invece la decomposizione del polimero in questo caso è l'effetto secondario. La rimozione della polvere prodotta (lavando e/o strofinando la superficie) non incide significativamente sul risultato. Trattamento in regime "effetto medio" può essere considerato trattamento non distruttivo.

L'effetto medio è stabile per possibili variazioni delle condizioni di trattamento:

- è accettabile la variazione della distanza ugello – campione nel range ± 1 mm (eventualmente anche ± 2 mm);
- è accettabile la variazione della pressione in linea di aria compressa nel range $6 \div 7$ bar;
- è accettabile la variazione dell'umidità dell'ambiente esterno (dove si alimenta il compressore) nel range RH $40 \div 70\%$.

Con alta energia del plasma applicata in trattamento (regime “effetto massimo”) si produce maggior idrofilia della superficie (diametro della goccia d’acqua passa da 6 a 20 mm) dovuta in gran parte, però, alla generazione della polvere (come risultato della decomposizione del polimero). La polvere ha scarsa adesione alla superficie di primer e può essere in gran parte rimossa (lavando e/o strofinando la superficie). In questo caso l’energia superficiale prodotta diminuisce in maniera importante (fino a diametro goccia 9 mm). Trattamento in regime “effetto massimo” può essere considerato trattamento distruttivo.

Dai risultati ottenuti si può inoltre concludere che i parametri ottimizzati per il trattamento tramite jet al plasma freddo a pressione atmosferica sull’acciaio preverniciato per i vari ugelli utilizzati sono (pressione di aria compressa nel jet pari a 7 bar):

- ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm: $d=7$ mm; $v=10$ m/min; $s=4$ mm; $r=3$;
- ugello avente uscita circolare di diametro 4 mm: $d=7$ mm; $v=12$ m/min; $s=6$ mm; $r=3$;
- ugello avente uscita circolare di diametro 6 mm: $d=10$ mm; $v=20$ m/min; $s=5$ mm; $r=2$;
- ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 mm: $d=4$ mm; $v=10$ m/min; $s=6$ mm; $r=1$;

tutti questi differenti set di parametri sono stati ottimizzati, per i vari ugelli, in base al trattamento in regime “effetto medio” ottenendo perciò un diametro della goccia applicata sulla superficie del campione pari a ca. 10 mm.

Si può concludere che a parità di risultato ottenuto l’ugello che consente di impiegare il minor tempo per il trattamento del campione è l’ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 mm, permettendo di ridurre il tempo di trattamento di un fattore 4.5 rispetto al trattamento che utilizza l’ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm.

4.1.2 ACCIAIO ZINCATO

In modo analogo è stato studiato l'acciaio zincato.

4.1.2.1 Ottimizzazione di trattamento plasma

Come risultato delle prove è stato stabilito il miglior set di parametri per produrre effetto medio con estensione della goccia di 11 mm, - il set ottimizzato per effetto medio:

- distanza ugello – superficie del campione: 10 mm;
- velocità di movimento del campione: 10 m/min;
- spostamento fra le righe di passaggio plasma: 4 mm;
- numero di ripetizioni trattamento: 2;
- pressione di aria compressa in jet: 7 bar;
- potenza del plasma assorbita dalla rete: 250 W;
- tipo di ugello: uscita circolare del diam. 2 mm.

Successivamente è stata investigata la possibilità di portare il livello di effetto massimo. Come risultato è stato stabilito il set di parametri per produrre l'estensione goccia di 14 mm:

- distanza ugello – superficie del campione: 7 mm;
- velocità di movimento del campione: 5 m/min;
- spostamento fra le tracce di trattamento su campione: 2 mm;
- numero di ripetizioni trattamento: 4;
- pressione di aria compressa in jet: 7 bar;
- potenza del plasma assorbita dalla rete: 250 W;
- tipo di ugello: uscita circolare del diam. 2 mm;

4.1.2.2 Analisi con microscopia ottica

Sono di seguito esposte analisi della superficie con microscopia ottica al fine di controllare effetto del plasma sulla morfologia dei campioni. È stata analizzata la stessa zona di campioni non trattati (NT) e trattati (T) con plasma, di area 0.5 cm x 0.5 cm, applicando ingrandimenti 5x, 10x, 20x, 50x e 100x. In seguito sono riportati immagini più significative a seconda delle varie prove effettuate.

- Trattamento in regime “effetto medio”

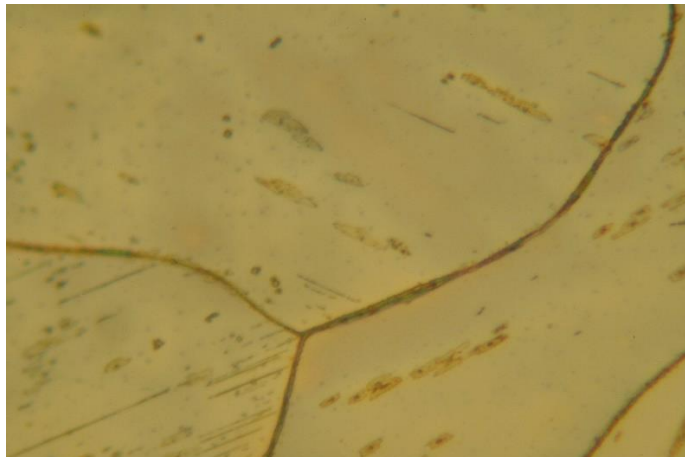


Fig. 4.22 Acciaio zincato non trattato al plasma (area immagine ca. 0.1 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)

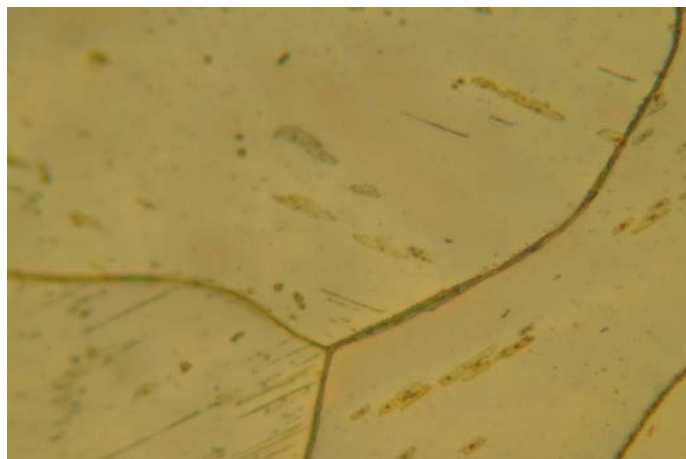


Fig. 4.23 Acciaio pre-verniciato (stessa zona) trattato al plasma (area immagine ca. 0.1 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)

- Trattamento in regime “effetto massimo”

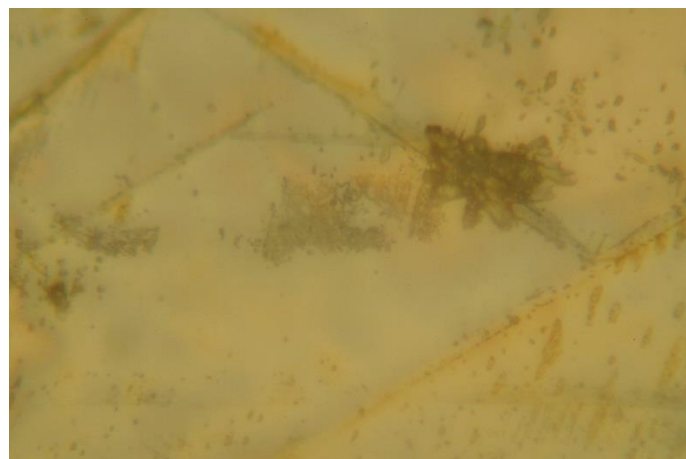


Fig. 4.24 Acciaio zincato non trattato al plasma (area immagine ca. 0.1 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)

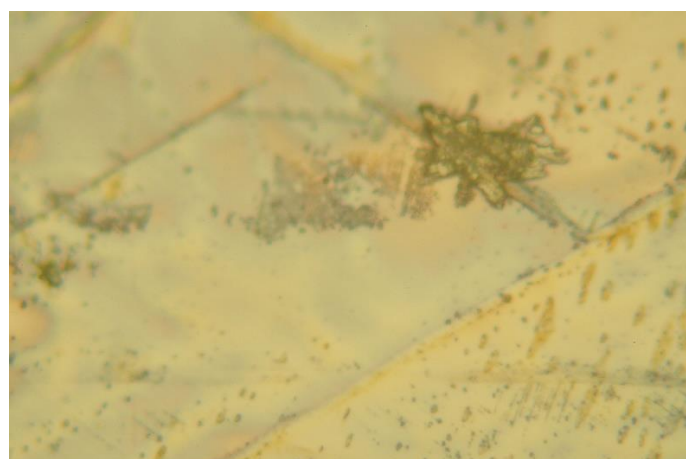


Fig. 4.25 Acciaio zincato (stessa zona) trattato al plasma (area immagine ca. 0.1 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)

Dagli studi con microscopia ottica, in riferimento alla precisione del microscopio utilizzato, non si notano visivamente sostanziali differenze tra il campione T e NT (Fig. 4.21 – Fig. 4.22 per “effetto medio” e Fig. 4.23 – Fig. 4.24 per “effetto massimo”) riconducibili alla pulizia dello stesso campione, si può pertanto concludere che il trattamento col plasma atmosferico produce come effetto solo attivazione chimica.

4.1.2.3 Monitoraggio della scadenza dell'effetto plasma

È stata monitorata la scadenza del trattamento al plasma per i diversi materiali in diversi intervalli temporali.

- Trattamento in regime “effetto medio”

Il campione è stato sottoposto a trattamento ottimizzato (vedi sopra), dopo di questo è stata verificata l'estensione della goccia applicata sul campione in diversi momenti (Tabella 4.7, Fig. 4.26): subito dopo trattamento⁶, dopo 10 min, 20 min, 30 min, 45 min, 1 ora, 2 ore, 3 ore. Per ogni prova è stata usata diversa zona del campione (trattato in modo omogeneo su tutta sua area).

L'umidità dell'ambiente nel momento in cui è stato effettuato il trattamento era del 47%

Tabella 4.7 Monitoraggio scadenza dell'attivazione su acciaio zincato, trattamento in regime "effetto medio"

Tempo di campionamento [min]	Estensione goccia [mm]
0.5	11
10	11
20	10
30	10
45	9
60	9
120	8
180	8

⁶ Questa misura è stata effettuata dopo circa 30 secondi

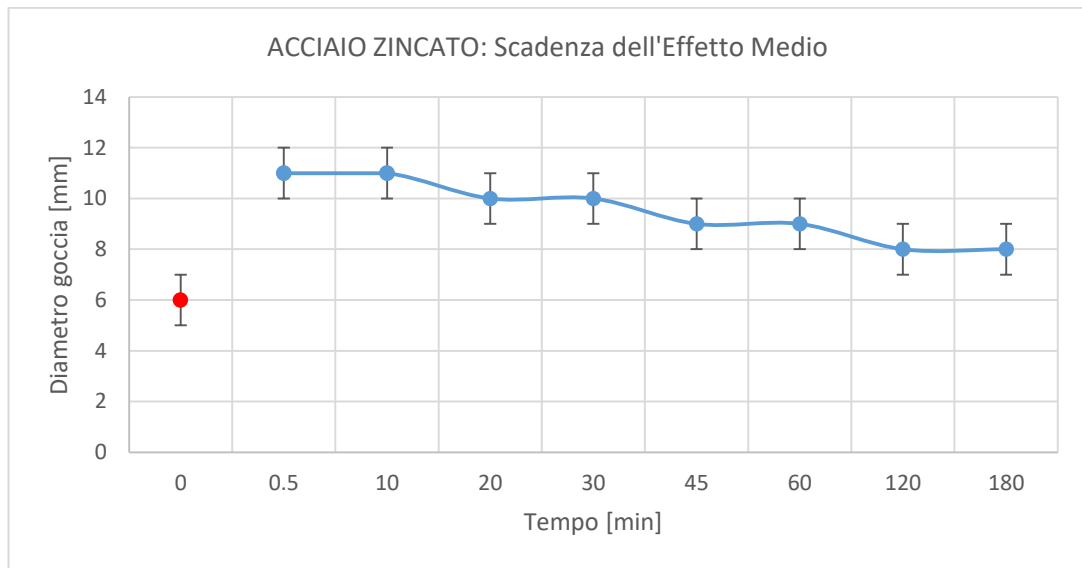


Fig. 4.26 Scadenza dell'attivazione di effetto medio sull'acciaio zincato

Come si vede da risultati di monitoraggio, l'energia superficiale del campione trattato con plasma per produrre effetto medio, è stabile per primi 10 min.

- Trattamento in regime "effetto massimo"

Il campione è stato sottoposto a trattamento ottimizzato (vedi sopra), dopo di questo è stata verificata l'estensione della goccia applicata sul campione in diversi momenti (Tabella 4.8, Fig. 4.27): subito dopo trattamento⁷, dopo 10 min, 20 min, 30 min, 45 min, 1 ora, 2 ore, 3 ore. Per ogni prova è stata usata diversa zona del campione (trattato in modo omogeneo su tutta sua area). L'umidità dell'ambiente nel momento in cui è stato effettuato il trattamento era del 30%.

Tabella 4.8 Monitoraggio scadenza dell'attivazione su acciaio zincato, trattamento in regime "effetto massimo"

Tempo di campionamento [min]	Estensione goccia [mm]
0.5	13
10	11
20	11
30	11
45	11
60	10
120	9
180	9

⁷ Questa misura è stata effettuata dopo circa 30 secondi

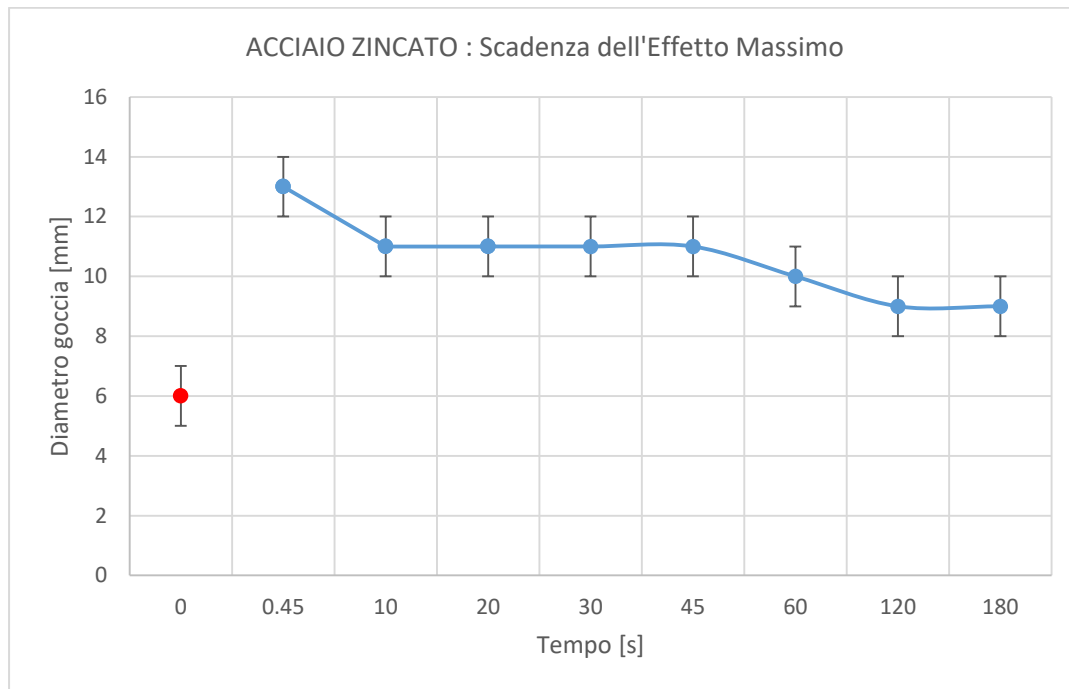


Fig. 4.27 Scadenza dell'attivazione di effetto massimo sull'acciaio zincato

Come si vede da risultati di monitoraggio, l'energia superficiale del campione trattato con plasma per produrre effetto massimo, decade già dopo 10 minuti, per poi mantenersi stabile per i successivi 35 minuti.

4.1.2.4 Verifica della tolleranza

In ragione del fatto che prendendo in considerazione un trattamento in industria non è assolutamente garantita una perfetta planarità del materiale trattato e neppure possono essere escluse vibrazioni del materiale stesso dovute ai movimenti della macchina sul quale esso è posizionato, sono state eseguite le prove al fine di verificare la tolleranza del risultato del trattamento ottimizzato in regime "effetto medio" di acciaio zincato per variazione della distanza ugello - campione nel range ± 2 mm (dal valore ottimizzato di 10 mm). Sono state effettuate tre differenti prove variando la distanza ugello - campione: 8 mm; 10 mm; 12 mm.

Si considera perfettamente accettabile la tolleranza ± 2 mm.

4.1.2.5 Verifica del risultato a differenti pressioni

Poiché è ragionevole supporre che la pressione alla quale viene fatto fluire il getto d'aria all'interno del jet non sia perfettamente costante, sono state effettuate le prove di trattamento plasma ottimizzato su acciaio zincato in regime "effetto medio", con pressione d'aria compressa leggermente variata. Mentre per pressione di 7 bar il diametro della goccia è 11 mm, con pressione di 6 bar la goccia sulla superficie del campione presentava diametro 10 mm.

La pressione in linea d'aria compressa deve essere mantenuta a 7 bar. Eventuale riduzione (a 6 bar) comporta leggera diminuzione dell'energia superficiale del campione.

Così come per l'acciaio preverniciato, lo studio sul diverso risultato ottenuto dal trattamento al variare della pressione dell'aria compressa all'interno del jet verrà studiato più nel dettaglio in seguito.

4.1.2.6 Studio dell'influenza dell'umidità dell'aria

Sono state eseguite le prove al fine di verificare l'influenza dell'umidità dell'aria all'esterno da quale si alimenta il compressore, su risultati prodotti con trattamento al plasma atmosferico di acciaio preverniciato in regime "effetto medio" e "effetto massimo". Sono state effettuate differenti prove con

umidità dell'aria all'esterno del RH 30% e del RH 70%. Le prove hanno portato allo stesso risultato in termini di diametro della goccia, i.e. ca. 10 mm in regime “effetto medio” e ca. 13 mm in regime “effetto massimo”.

Queste prove permettono di concludere che le variazioni dell'umidità nel range RH 30 ÷ 70% non influisce sul risultato di trattamento.

4.1.2.7 Ottimizzazione trattamento per diversi ugelli

Terminato il lavoro svolto per l'azienda come precedentemente detto, è stato studiato il trattamento tramite jet al plasma freddo a pressione atmosferica al variare dell'ugello utilizzato.

- Ugello avente uscita circolare di diametro 4 mm

I parametri con cui confrontare i risultati ottenuti sono: d=10 mm; v=10 m/min; s=4 mm; r=2; ossia i parametri ottimizzati (in regime ‘effetto medio’) utilizzando un ugello con uscita circolare di diametro 2 mm, per i quali si ottiene un diametro della goccia applicata di ca. 11 mm.

Tabella 4.9 Ottimizzazione trattamento, acciaio zincato, ugello circolare di diametro 4 mm

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
10	10	4	2	Diametro goccia ca. 10 mm
10	15	4	2	Diametro goccia ca. 10 mm
10	10	4	1	Diametro goccia ca. 10 mm
10	10	5	1	Diametro goccia ca. 9 mm
8	10	4	1	Diametro goccia ca. 10 mm

Si può quindi concludere che, con questo tipo di ugello, non si riesca a migliorare le prestazioni del trattamento in termini di tempo impiegato dal trattamento stesso.

- Ugello avente uscita circolare di diametro 6 mm

I parametri con cui confrontare i risultati ottenuti sono: d=10 mm; v=10 m/min; s=4 mm; r=2; ossia i parametri ottimizzati (in regime ‘effetto medio’) utilizzando un ugello con uscita circolare di diametro 2 mm, per i quali si ottiene un diametro della goccia applicata di ca. 11 mm.

Tabella 4.10 Ottimizzazione trattamento, acciaio zincato, ugello circolare di diametro 6 mm

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
7	10	4	3	Diametro goccia ca. 11 mm
7	15	4	3	Diametro goccia ca. 11 mm
7	20	4	3	Diametro goccia ca. 11 mm
7	25	4	3	Diametro goccia ca. 11 mm
7	30	4	3	Diametro goccia ca. 11 mm
7	30	4	2	Diametro goccia ca. 10 mm

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

7	30	5	3	Diametro goccia ca. 10 mm
10	30	4	3	Diametro goccia ca. 10 mm

I parametri ottimizzati, con questo tipo di ugello, sono: $d=7$ mm; $v=30$ m/min; $s=4$ mm; $r=3$.

Si può notare come cambiando tipo di ugello, in questo caso si possa aumentare v da 10 m/min a 30 m/min.

Si può quindi concludere che, utilizzando un ugello avente uscita circolare di diametro 6 mm, si possa ridurre il tempo del trattamento, pur dovendo aumentare r da 2 a 3, raggiungendo lo stesso risultato in termini di attivazione superficiale (espresso in diametro della goccia applicata sulla superficie), di un fattore 2.

- Ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 mm

I parametri con cui confrontare i risultati ottenuti sono: $d=10$ mm; $v=10$ m/min; $s=4$ mm; $r=2$; ossia i parametri ottimizzati (in regime 'effetto medio') utilizzando un ugello con uscita circolare di diametro 2 mm, per i quali si ottiene un diametro della goccia applicata di ca. 11 mm. Sono in seguito esposti i risultati ottenuti.

Tabella 4.11 Ottimizzazione trattamento, acciaio zincato, ugello lineare

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
5	10	4	2	Diametro goccia ca. 10 mm
4	10	4	2	Diametro goccia ca. 12 mm
4	20	4	2	Diametro goccia ca. 12 mm
4	20	4	1	Diametro goccia ca. 11 mm
4	20	5	1	Diametro goccia ca. 11 mm
4	20	6	1	Diametro goccia ca. 11 mm
4	20	7	1	Diametro goccia ca. 10 mm
4	23	6	1	Diametro goccia ca. 10 mm
3	20	6	1	Diametro goccia ca. 11 mm

I parametri ottimizzati, con questo tipo di ugello, sono: $d=4$ mm; $v=20$ m/min; $s=6$ mm; $r=1$.

Si può notare come cambiando tipo di ugello, in questo caso si possa:

1. Aumentare la v da 10 m/min a 20 m/min
2. Aumentare s da 4 mm a 6 mm
3. Ridurre r da 2 a 1

Per questi motivi, si può concludere che, utilizzando un ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 mm, si possa ridurre il tempo del trattamento, raggiungendo lo stesso risultato in termini di attivazione superficiale (espresso in diametro della goccia applicata sulla superficie), di un fattore 6, anche se bisogna ridurre la distanza tra campione trattato e jet; se a livello industriale può essere accettata questa riduzione della d , il guadagno in termini di tempo è decisamente considerevole.

4.1.2.8 Conclusione generale sul trattamento plasma di acciaio zincato

In risultato di tutti gli studi svolti si conclude che il trattamento di acciaio zincato con jet di plasma atmosferico freddo ha un principale effetto sulla superficie del acciaio zincato:

- aumento dell'energia superficiale.

Nel trattamento in regime "effetto medio" si produce un'importante attivazione della superficie dell'acciaio (diametro della goccia d'acqua passa da 6 a 11 mm)

L'effetto medio è stabile per possibili variazioni delle condizioni di trattamento:

- è accettabile la variazione della distanza ugello – campione nel range ± 2 mm;
- è accettabile la variazione della pressione in linea di aria compressa nel range $6 \div 7$ bar;
- è accettabile la variazione dell'umidità dell'ambiente esterno (dove si alimenta il compressore) nel range RH $30 \div 70\%$.

Con alta energia del plasma applicata in trattamento (regime "effetto massimo") si produce maggior idrofilia della superficie (diametro della goccia d'acqua passa da 6 a 13 mm).

Dai risultati ottenuti si può inoltre concludere che i parametri ottimizzati per il trattamento tramite jet al plasma freddo a pressione atmosferica sull'acciaio zincato per i vari ugelli utilizzati sono (pressione di aria compressa nel jet pari a 7 bar):

- ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm: $d=10$ mm; $v=10$ m/min; $s=4$ mm; $r=2$;
- ugello avente uscita circolare di diametro 4 mm: ---
- ugello avente uscita circolare di diametro 6 mm: $d=7$ mm; $v=30$ m/min; $s=4$ mm; $r=3$;
- ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 mm: $d=4$ mm; $v=20$ m/min; $s=6$ mm; $r=1$;

tutti questi differenti set di parametri sono stati ottimizzati, per i vari ugelli, in base al trattamento in regime "effetto medio" ottenendo perciò un diametro della goccia applicata sulla superficie del campione pari a ca. 11 mm.

Si può concludere che a parità di risultato ottenuto l'ugello che consente di impiegare il minor tempo per il trattamento del campione è l'ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 mm, permettendo di ridurre il tempo di trattamento di un fattore 6 rispetto al trattamento che utilizza l'ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm.

4.1.3 ACCIAIO INOX

In modo analogo è stato studiato l'acciaio inox.

A differenza di altri 2 materiali, acciaio INOX, a causa della sua relativamente bassa conducibilità termica, presenta deformazioni dovute al trattamento plasma, quali provocano leggera variazione di risultati di trattamento. Per questo motivo non sono state eseguite le prove di scadenza del "effetto massimo".

4.1.3.1 Ottimizzazione di trattamento plasma

Come risultato di molteplici prove è stato stabilito il miglior set di parametri per produrre effetto medio con estensione goccia di 11 mm, - il set ottimizzato per effetto medio:

- distanza ugello – superficie del campione: 7 mm;
- velocità di movimento del campione: 4 m/min;
- spostamento fra le righe di passaggio plasma: 2 mm;
- numero di ripetizioni trattamento: 4;
- pressione di aria compressa in jet: 7 bar;
- potenza del plasma assorbita dalla rete: 250 W;
- tipo di ugello: uscita circolare del diam. 2 mm.

Successivamente è stata investigata la possibilità di portare livello di effetto al massimo. In risultato è stato stabilito il set di parametri per produrre l'estensione goccia di 15 mm:

- distanza ugello – superficie del campione: 5 mm;
- velocità di movimento del campione: 1 m/min;
- spostamento fra le tracce di trattamento su campione: 2 mm;
- numero di ripetizioni trattamento: 4;
- pressione di aria compressa in jet: 7 bar;
- potenza del plasma assorbita dalla rete: 250 W;
- tipo di ugello: uscita circolare del diam. 2 mm;

4.1.3.2 Analisi con microscopia ottica

Sono di seguito esposte analisi della superficie con microscopia ottica al fine di controllare effetto del plasma sulla morfologia dei campioni. È stata analizzata la stessa zona di campioni non trattati (NT) e trattati (T) con plasma, di area 0.5 cm x 0.5 cm, applicando ingrandimenti 5x, 10x, 20x, 50x e 100x. In seguito sono riportati immagini più significative a seconda delle varie prove effettuate.

- Trattamento in regime "effetto medio"

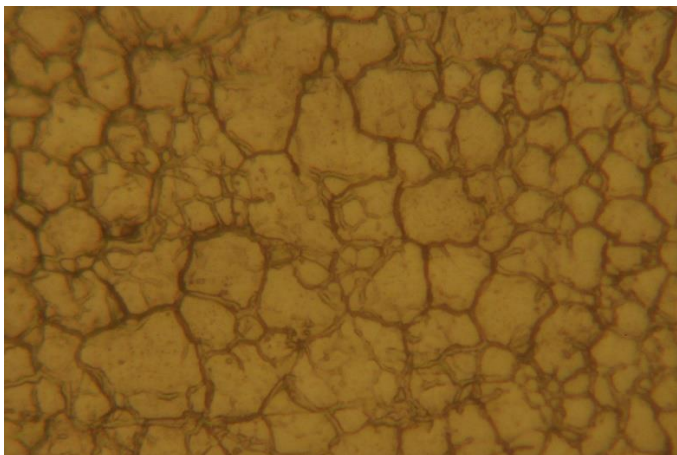


Fig. 4.28 Acciaio inox non trattato al plasma (area immagine ca. 0.1 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)

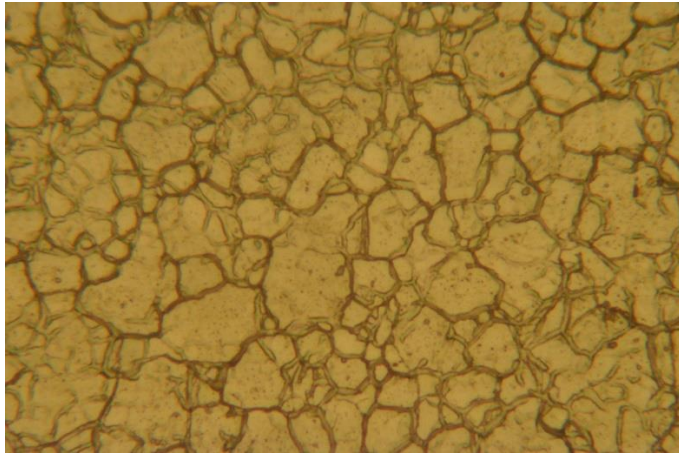


Fig. 4.29 Acciaio inox (zona adiacente) trattato al plasma (area immagine ca. 0.1 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)

- Trattamento in regime “effetto massimo”

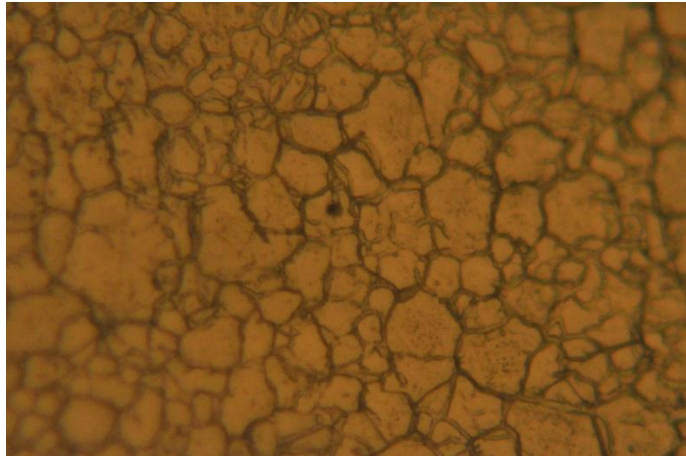


Fig. 4.30 Acciaio inox non trattato al plasma (area immagine ca. 0.1 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)

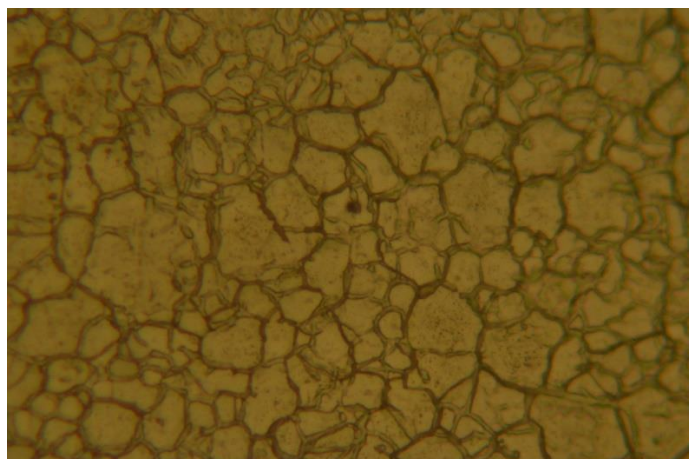


Fig. 4.31 Acciaio inox (stessa zona) trattato al plasma (area immagine ca. 0.1 mm x 0.1 mm, ingrandimento 50x)

Dagli studi con microscopia ottica, in riferimento alla precisione del microscopio utilizzato, non si notano visivamente sostanziali differenze tra il campione trattato e non riconducibili alla pulizia dello stesso campione (Fig. 4.27 – Fig. 4.28 per “effetto medio” e Fig. 4.29 – Fig. 4.30 per “effetto massimo”), si può pertanto concludere che il trattamento col plasma atmosferico produca come effetto solo attivazione chimica.

4.1.3.3 Monitoraggio della scadenza dell'effetto plasma

Per essere sicuri che il valore dell'attivazione della superficie raggiunto col trattamento al plasma non diminuisca (non scada) significativamente dal momento di fine trattamento al momento di incollaggio, i campioni trattati sono stati monitorati con diversi intervalli temporali.

- Trattamento in regime "effetto medio"

Il campione è stato sottoposto a trattamento ottimizzato (vedi sopra), dopo di questo è stata verificata l'estensione della goccia applicata sul campione in diversi momenti: subito dopo trattamento⁸, dopo 10 min, 20 min, 30 min, 45 min, 1 ora, 2 ore, 3 ore. Per ogni prova è stata usata diversa zona del campione (trattato in modo omogeneo su tutta sua area). L'umidità dell'ambiente nel momento in cui è stato effettuato il trattamento era del 30%.

Tabella 4.12 Monitoraggio scadenza dell'attivazione su acciaio inox, trattamento in regime "effetto medio"

Tempo di campionamento [min]	Estensione goccia [mm]
0.5	13
10	11
20	10
30	10
45	10
60	10
120	9
180	9

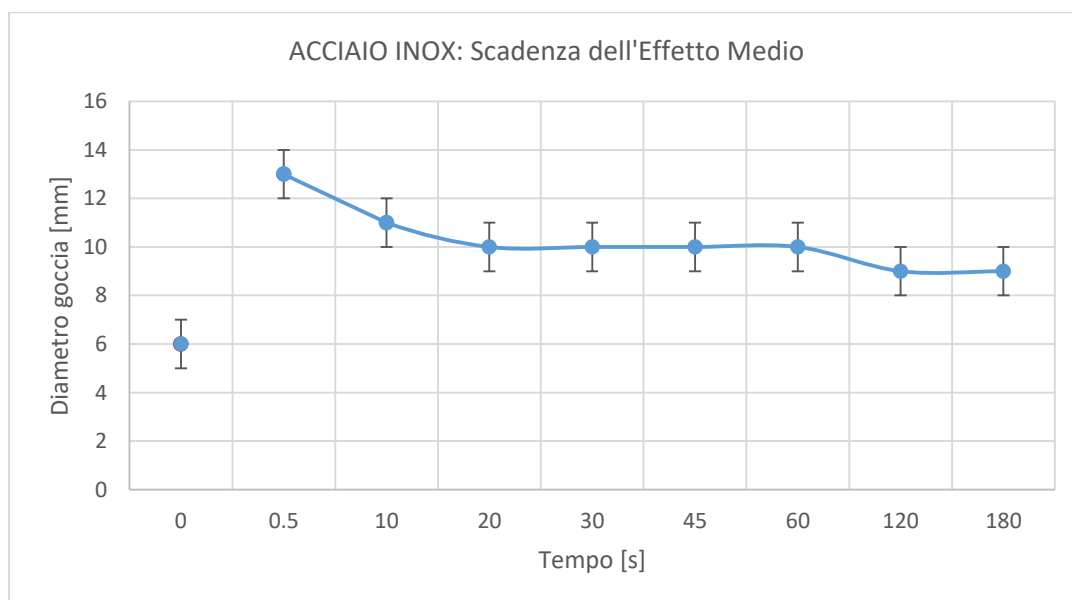


Fig. 4.32 Scadenza dell'attivazione di effetto medio sull'acciaio inox

Come si vede dai risultati di monitoraggio, l'energia superficiale del campione trattato col plasma per produrre effetto medio, decade già nei primi 20 minuti, per poi mantenersi stabile per i successivi 40 minuti.

⁸ La misura è stata effettuata dopo ca. 30 secondi

4.1.3.4 Verifica della tolleranza

In ragione del fatto che prendendo in considerazione un trattamento in industria non è assolutamente garantita una perfetta planarità del materiale trattato e neppure possono essere escluse vibrazioni del materiale stesso dovute ai movimenti della macchina sul quale esso è posizionato, sono state eseguite le prove al fine di verificare la tolleranza del risultato del trattamento ottimizzato in regime “effetto medio” di acciaio inox per variazione della distanza ugello - campione nel range ± 2 mm (dal valore ottimizzato di 7 mm). Sono state effettuate tre differenti prove variando la distanza ugello - campione: 5 mm; 7 mm; 9 mm. Tutte le prove hanno portato come risultato un diametro della goccia costante a ca. 13 mm.

Si considera perfettamente accettabile la tolleranza ± 2 mm.

4.1.3.5 Verifica del risultato a differenti pressioni

Poiché è ragionevole supporre che la pressione alla quale viene fatto fluire il getto d'aria all'interno del jet non sia perfettamente costante, sono state effettuate le prove di trattamento plasma ottimizzato su acciaio inox in regime “effetto medio”, con pressione d'aria compressa leggermente variata. Per pressione di 7 bar il diametro della goccia è 13 mm, con pressione di 6 bar la goccia sulla superficie del campione presentava diametro pressoché invariato rispetto al caso precedente.

La pressione in linea d'aria compressa può essere variata nel range 6 - 7 bar.

Così come per gli altri acciai, anche per questo materiale uno studio più approfondito riguardo i diversi risultati ottenibili tramite trattamento al plasma freddo a pressione atmosferica al variare della pressione dell'aria compressa all'interno del jet verrà esposto in seguito.

4.1.3.6 Studio dell'influenza dell'umidità dell'aria

Sono state eseguite le prove al fine di verificare l'influenza dell'umidità dell'aria all'esterno dalla quale si alimenta il compressore, su risultati prodotti con trattamento al plasma atmosferico di acciaio inox in regime “effetto medio” e “effetto massimo”. Sono state effettuate differenti prove con umidità dell'aria all'esterno del RH 36% e del RH 70%. Le prove hanno portato allo stesso risultato in termini di diametro della goccia, i.e. ca. 13 mm in regime “effetto medio” e ca. 15 mm in regime “effetto massimo”.

Queste prove permettono di concludere che le variazioni dell'umidità nel range RH 36 ÷ 70% non influisce sul risultato di trattamento.

4.1.3.7 Ottimizzazione trattamento per diversi ugelli

Considerato lo scarso interesse dal punto di vista industriale verso questo materiale, in questo caso non è stato studiato il trattamento per diversi ugelli.

4.1.3.8 Conclusione generale sul trattamento plasma di acciaio inox

In risultato di tutti gli studi svolti si conclude che il trattamento di acciaio inox con jet di plasma atmosferico freddo ha un principale effetto sulla superficie dell'acciaio:

- aumento dell'energia superficiale.

Nel trattamento in regime "effetto medio" si produce un'importante attivazione della superficie dell'acciaio (diametro della goccia d'acqua passa da 6 a 13 mm)

L'effetto medio è stabile per possibili variazioni delle condizioni di trattamento:

- è accettabile la variazione della distanza ugello – campione nel range ± 2 mm;
- è accettabile la variazione della pressione in linea di aria compressa nel range $6 \div 7$ bar;
- è accettabile la variazione dell'umidità dell'ambiente esterno (dove si alimenta il compressore) nel range RH $36 \div 70\%$.

Con alta energia del plasma applicata in trattamento (regime "effetto massimo") si produce maggior idrofilia della superficie (diametro della goccia d'acqua passa da 6 a 15 mm).

4.1.4 CONCLUSIONI GENERALI SUL TRATTAMENTO DEGLI ACCIAI

L'ottimizzazione di trattamento plasma su 3 tipi di materiali (acciaio pre-verniciato, acciaio zincato e inox) ha dimostrato la possibilità di ottenere una forte attivazione della superficie. Il caso preverniciato è diverso, in quanto la superficie è polimerica (primer a base di poliestere contenente piccolo quantitativo di resina epossidica) ed è soggetta a parziale degrado (formazione della polvere micrometrica) provocato da trattamento plasma. Sono state studiate la stabilità e le tolleranze dei risultati di trattamento alle variazioni di parametri controllabili durante trattamento plasma.

Per quel che riguarda le diverse tipologie di ugelli utilizzabili, per tutte le diverse tipologie di acciai trattati, l'ugello migliore è risultato essere l'ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 mm, grazie al quale, pur imponendo una distanza ugello – campione trattata ridotta rispetto agli altri casi, consente di ridurre notevolmente il tempo impiegato per il trattamento.

4.2 TESSUTI

Viene ora presentato il lavoro svolto al fine di studiare il trattamento al plasma su diversi tessuti utilizzati in ambito industriale.

4.2.1 JEANS

È ora presentato il lavoro svolto al fine di studiare il trattamento al plasma sul jeans, concentrandosi principalmente sull'aumento della bagnabilità del campione, il che può essere sfruttato agli scopi precedentemente esposti, e anche sulla decolorazione dello stesso campione.

4.2.1.1 OTTIMIZZAZIONE TRATTAMENTO - DECOLORAZIONE

La prima parte di questa ricerca è stata basata sullo studio riguardo la decolorazione del tessuto ottenibile tramite trattamento con jet al plasma freddo a pressione atmosferica.

- Umidità dell'aria nell'ambiente (punto di prelievo aria dal compressore) 79%

Tabella 4.13 Ottimizzazione trattamento su tessuto denim per decolorazione

Campione	d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r
A	5	20	1	10
B	5	20	1	15
C	5	20	1	13
D	5	20	1	12

In queste prove è stato variato esclusivamente il numero di ripetizioni del trattamento effettuato, data la vicinanza ugello-campione e la velocità di movimento del campione relativamente bassa, il campione presenta segni di bruciatura (colorazione marroncina) all'aumentare di r.

- Umidità dell'aria nell'ambiente 63%

Tabella 4.14 Ottimizzazione trattamento su tessuto denim per decolorazione

Campione	d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r
E	5	30	1	15
F	5	25	1	15
G	5	25	1	13

- Umidità dell'aria nell'ambiente 60%

Tabella 4.15 Ottimizzazione trattamento su tessuto denim per decolorazione

Campione	d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r
H	5	20	1	10
I	5	25	1	10
J	6	25	1	10
K	6	25	1	13

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

La prova H è stata eseguita in condizioni uguali ad A per poter vedere se, con una variazione di umidità di ca. 20%, vari il risultato; così non è stato. Queste prove (E-K) sono state eseguite con lo scopo di capire come varia il risultato variando i parametri in maniera coerente tra loro.

Tabella 4.16 Ottimizzazione trattamento su tessuto denim per decolorazione

Campione	d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r
L	5	25	1	10
M	7	25	1	10
N	7	20	1	10
O	7	20	1	15



Fig. 4.33 Tessuto denim, ugello circolare 2 mm, pressione d'aria compressa 7 bar, trattamento ottimizzato

In Fig. 4.33 è riportato il trattamento effettuato alle condizioni del campione O, si può notare come, oltre alla decolorazione, si ottenga anche un forte attivazione superficiale.

Queste prove sono state effettuate allo scopo di trovare una configurazione ottimale cercando di aumentare d a 7 mm.

- Sono ora effettuate delle prove 'particolari' per poter vedere se e come la pressione dia aria nel jet possa incidere sul risultato finale (umidità 68%)

Tabella 4.17 Verifica della variazione dell'effetto al variare della pressione d'aria compressa su tessuto denim

Campione	d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	p [bar]
P	5	20	1	10	6
Q	5	20	1	10	5
R	5	20	1	10	7

Si nota che man mano che la pressione cala il jeans risulta essere sempre più 'bruciato', questo fatto ha portato alla seguente riflessione: l'aumentare della pressione del flusso (o la velocità reciproca tra ugello e campione) comporta una maggiore efficienza del trattamento col jet al plasma in termini di azione chimica rispetto a quella termica, con ciò intendendo che un flusso d'aria a pressione minore comporta un aumento dell'azione termica rispetto a quella chimica del jet e di conseguenza comporta un maggior

surriscaldamento del campione trattato. Questo potrebbe essere dovuto al fatto che un minor flusso non è in grado di smaltire il calore generato all'interno del jet.

- L'umidità dell'aria varia tra il 74% e il 71%

Tabella 4.18 Verifica della variazione dell'effetto al variare della pressione d'aria compressa su tessuto denim

Campione	d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r
T	7	20	1	15
U	7	15	1	15
V	7	15	1	10

La prova T è stata effettuata con lo scopo di verificare se si presenta nuovamente lo stesso risultato ottenuto in O (mantenendo inalterati tutti i parametri); la risposta è stata affermativa. In U e V è stata valutata la correlazione tra v e r.

- Le successive tre prove sono state effettuate al fine di avere su di uno stesso campione tre strisce vicine tra loro trattate alle stesse identiche condizioni andando a variare solo la pressione, così da poterne valutare meglio gli effetti

Tabella 4.19 Verifica della variazione dell'effetto al variare della pressione d'aria compressa su tessuto denim

Campione	d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	p [bar]
W	7	20	1	15	7
X	7	20	1	15	5
Y	7	20	1	15	3

Almeno dal punto di vista sperimentale è stata confermata la teoria precedente, ossia che a pressioni più basse il tessuto si brucia di più, prevale l'effetto termico rispetto quello chimico; da verificare anche con prove su bagnabilità.

- Questa prova è stata effettuata per valutare l'effetto al diminuire di r

Tabella 4.20 Ottimizzazione trattamento su tessuto denim per decolorazione

Campione	d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r
Z	7	20	1	13

- Queste prove sono state effettuate per poter valutare la tolleranza su d di ± 1 mm

Tabella 4.21 Verifica della tolleranza del trattamento (in termini di variazione della distanza ugello - campione) su tessuto denim

Campione	d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r
A1	6	20	1	15
A2	7	20	1	15
A3	8	20	1	15

Tolleranza non accettabile, riprovo a vedere la tolleranza su 'distanza media' di 8 mm.

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

- Umidità dell'aria 74%

Tabella 4.22 Ottimizzazione trattamento su tessuto denim per decolorazione

Campione	d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r
a	5	25	1	15
b	7	25	1	15
c	7	20	1	15
d	7	20	1	12

- Umidità dell'aria 75%

Tabella 4.23 Ottimizzazione trattamento su tessuto denim per decolorazione

Campione	d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r
e	5	25	1	13
f	5	25	1	10
g	5	25	1	12
h	6	25	1	12
i	7	25	1	12

- Umidità dell'aria 80%

Tabella 4.24 Ottimizzazione trattamento su tessuto denim per decolorazione

Campione	d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r
j	8	25	1	12

A seguito di svariate prove sono stati ritenuti soddisfacenti i risultati delle prove h, i e j

4.2.1.2 VERIFICA DELLA TOLLERANZA

Dopo aver 'creato' un piano inclinato con un'inclinazione tale da garantire una distanza di ± 1 mm in termini di distanza ugello-campione tra l'inizio del piano e la fine, è stata verificata la tolleranza del trattamento al plasma su un campione di jeans appunto al variare della sola d (Tabella 4.25).

Parametri mantenuti costanti:

Pressione di aria compressa in jet (p): 7 bar; potenza del plasma assorbita dalla rete (P): 250 W; tipo di ugello: uscita circolare di 2 mm.

Tabella 4.25 Verifica della tolleranza del trattamento (in termini di variazione della distanza ugello - campione) su tessuto denim

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r
6	25	1	12
7	25	1	12
8	25	1	12

Il risultato è stato ritenuto accettabile (Fig. 4.34).



Fig. 4.34 Trattamento ottimizzato (per decolorazione) su jeans, verifica tolleranza

4.2.1.3 VERIFICA SCADENZA

È stato trattato un campione usando i seguenti parametri:

- distanza ugello – superficie del campione: 7 mm;
- velocità di movimento del campione: 25 m/min;
- spostamento fra le tracce di trattamento su campione: 1 mm;
- numero di ripetizioni trattamento: 12;
- pressione di aria compressa in jet: 7 bar;
- potenza del plasma assorbita dalla rete: 250 W;
- tipo di ugello: uscita circolare del diam. 2 mm;

dopodiché è stato verificato il tempo impiegato dal tessuto ad assorbire una goccia d'acqua in diversi momenti (Tabella 4.26, Fig. 4.35, Fig. 4.36): subito dopo il trattamento, dopo 15 min, 30 min, 45 min, 1 ora, 1 ora e 15 min, 1 ora e 30 min, 1 ora e 45 min, 2 ore, 2 ore e 30 min, 3 ore. L'umidità dell'ambiente durante il trattamento era del 63%.

Il campione Non Trattato presentava un tempo di assorbimento di ca. 2 minuti e 50 secondi, con un'estensione della goccia pari a ca. 7 mm.

Tabella 4.26 Monitoraggio scadenza dell'attivazione su tessuto denim

Tempo di Campionamento [giorni]	Tempo di Assorbimento della goccia (approx.) [s]	Estensione Diametro della goccia (approx.) [cm]
0	0	2
0.01	0	2
0.02	0	2
0.03	0	2
0.04	0	2
0.05	0	2
0.06	0	2
0.07	0	2
0.08	0	2
0.09	0	2
0.1	0	2
0.11	0	2
0.125	0	2
1.125	0	2
2.04	1	2
2.125	4	1.9
3.04	10	1.7
3.125	10	1.7
6	18	1.5
7	15	1.6
8	15	1.6
9	16	1.6
10	13	1.6
13	16	1.5
14	15	1.5
15	15	1.5
16	15	1.5
17	17	1.5
20	16	1.5
21	16	1.5
22	15	1.5
23	16	1.5
24	15	1.6
43	22	1.5

Per una più immediata interpretazione della tabella riporto i primi valori del tempo di campionamento espressi in minuti e ore: subito dopo il trattamento, 15 min, 30 min, 45 min, 1 ora, 1 ora e 15 min, 1 ora e 30 min, 1 ora e 45 min, 2 ore, 2 ore e 15 min, 2 ore e 30 min, 2 ore e 45 min, 3 ore, 27 ore, 49 ore, 51 ore, 73 ore, 75 ore.

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

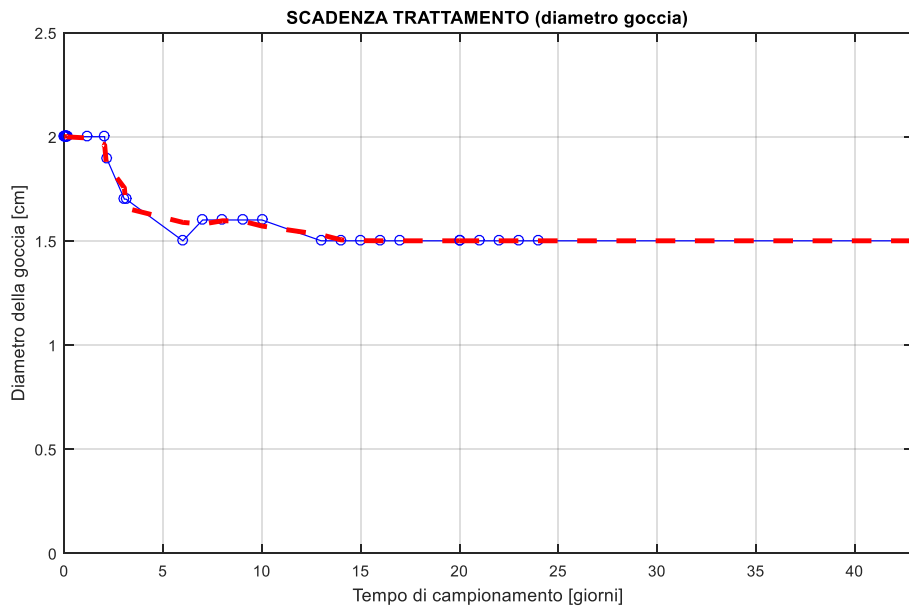


Fig. 4.35 Grafico scadenza trattamento (diametro goccia), per campione NT diametro goccia pari a ca. 7 mm

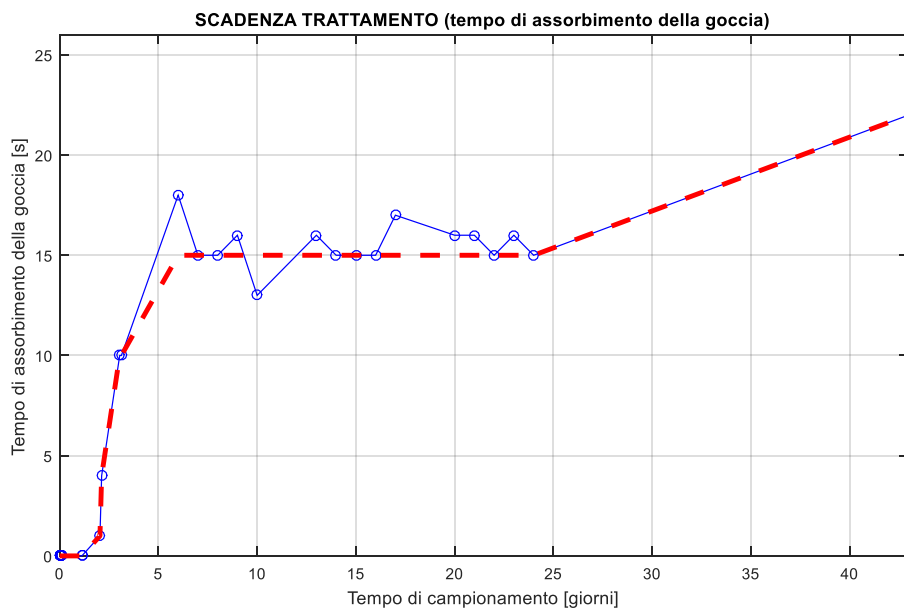


Fig. 4.36 Grafico scadenza trattamento (tempo di assorbimento della goccia), per campione NT tempo di assorbimento della goccia ca. 2 minuti e 50 secondi

4.2.1.4 PROVE ATTIVAZIONE DENIM PRE-DISEGNATO

Sono di eseguito esposti i risultati delle prove eseguite al fine di verificare il livello di attivazione (espresso come tempo di assorbimento della goccia) su campioni pre-disegnati con laser. Gli obiettivi da raggiungere sono l'assorbimento immediato della goccia e l'assenza di decolorazione del campione.

- Parametri mantenuti costanti:

Pressione di aria compressa in jet (p): 7 bar (a meno che non vengano specificati altri valori); potenza del plasma assorbita dalla rete (P): 250 W; tipo di ugello: uscita circolare di 2 mm.

- Parametri variabili:

distanza ugello-superficie del campione (d); velocità di movimento del campione (v); spostamento tra le tracce di passaggio del plasma (s); numero di ripetizioni trattamento (r).

Tabella 4.27 Ottimizzazione trattamento su tessuto denim per attivazione

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Decolorazione	Tempo di Assorbimento goccia
15	25	1	1	no	2 min e 50 s (come nt)
10	30	1	1	leggerissima	1 min e 50 s
12	30	1	1	no	1 min e 50 s
12	20	1	1	no	1 min e 40 s
12	10	1	1	no	30 s
12	20	1	3	no	17 s
12	15	1	3	no	5 s
12	10	1	3	leggera	subito
12	13	1	3	leggerissima	subito
12	13	1	2	no	quasi subito (1-2 s)

Come risultati per un trattamento pre-ottimizzato sono dunque stati scelti:

- d=12 mm
- v=13 m/min
- s=1 mm
- r=3

Si ipotizza che i processi di decolorazione e di attivazione non siano separabili totalmente, perché forse derivano dall'azione degli stessi radicali. Perciò abbiamo mantenuto i parametri sopraindicati (pre-ottimizzazione) per trattare i campioni da presentare in industria per farli valutare.

4.2.1.5 SCADENZA ATTIVAZIONE DENIM PRE-DISEGNATO

È stata misurata la scadenza di un campione trattato con i parametri pre-ottimizzati precedentemente indicati considerando separatamente zone ablate dal laser e zone non ablate (Tabella 4.28, Fig. 4.37, Fig. 4.38, Fig. 4.39, Fig. 4.40). Il campione Non Trattato presentava un tempo di assorbimento di ca. 14 minuti nella zona ablatata col laser e ca. 6 minuti nella zona non ablatata.

Tabella 4.28 Monitoraggio scadenza dell'attivazione su tessuto denim pre-disegnato

Tempo di Campionamento [giorni]	Tempo di Assorbimento goccia, zona ablatata con laser (approx.) [s]	Tempo di Assorbimento goccia, zona non ablatata con laser (approx.) [s]	Diametro goccia, zona ablatata con laser (approx.) [mm]	Diametro goccia, zona non ablatata con laser (approx.) [mm]
0	0	0	15	15
0.125	0	0	15	15
1	15	15	15	15
4	23	23	15	15
5	20	20	15	15
6	20	20	15	15
7	20	20	15	15
8	20	20	15	15
11	22	22	15	14
12	22	22	15	14
13	17	22	15	15
14	20	22	15	15
15	15	15	15	15
34	20	20	15	15

Per una più immediata interpretazione della tabella riporto i primi due valori del tempo di campionamento espressi in minuti e ore: subito dopo il trattamento, 3 ore.

È importante notare come, tramite trattamento con plasma atmosferico, gli effetti sul jeans, in termini di tempo di assorbimento della goccia e di diametro della stessa, siano pressoché omogenei tra zone ablate con laser e zone non ablate, mentre, per un campione non trattato⁹, le due zone presentavano comportamenti differenti.

⁹ chiaramente col termine ‘non trattato’ si intende un campione non sottoposto a trattamento tramite plasma, ciò non esclude che il campione sia stato precedentemente trattato tramite laser

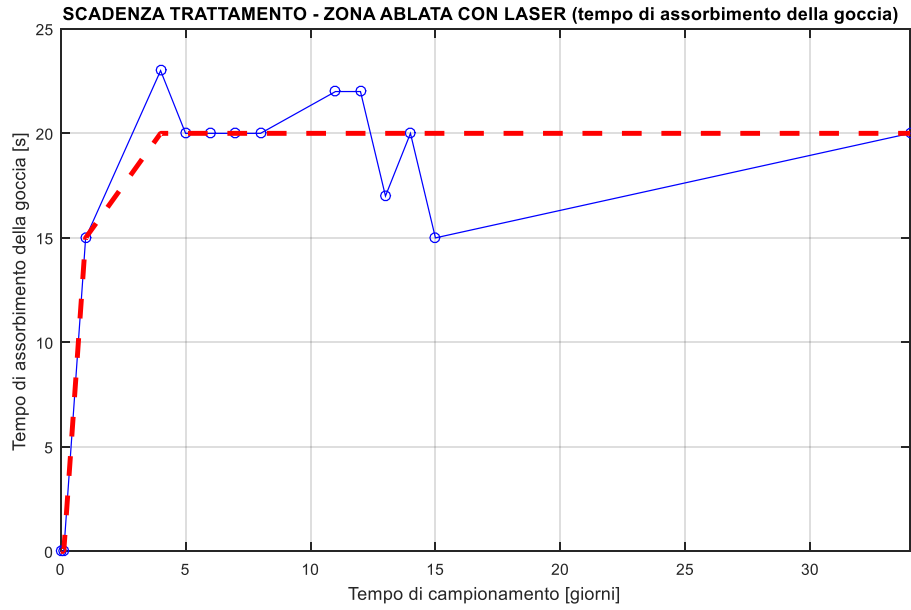


Fig. 4.37 Grafico scadenza trattamento su zona ablata con laser (tempo di assorbimento della goccia), per campione NT tempo di assorbimento della goccia ca. 14 minuti

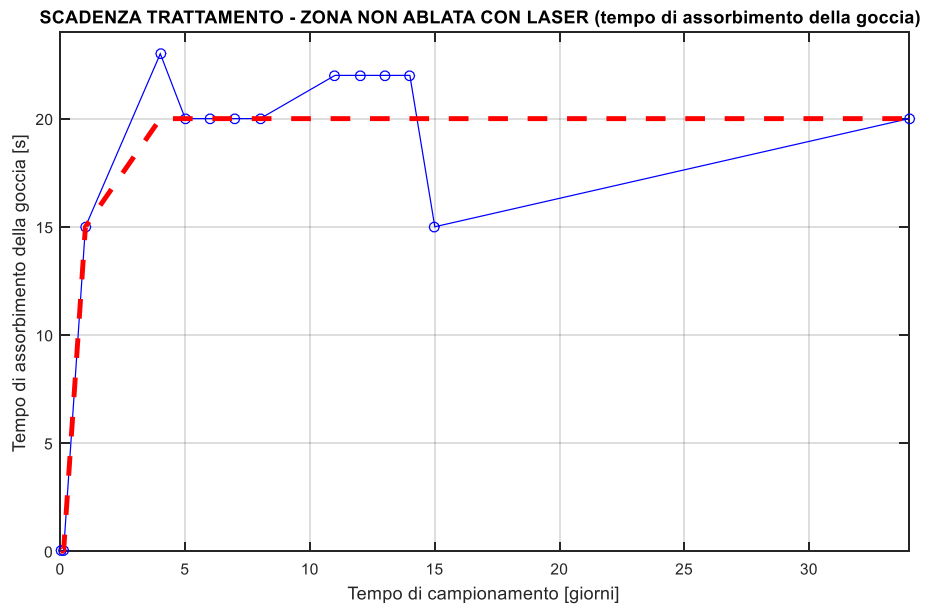


Fig. 4.38 Grafico scadenza trattamento su zona non ablata con Laser (tempo di assorbimento della goccia), per campione NT tempo di assorbimento della goccia ca. 6 minuti

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

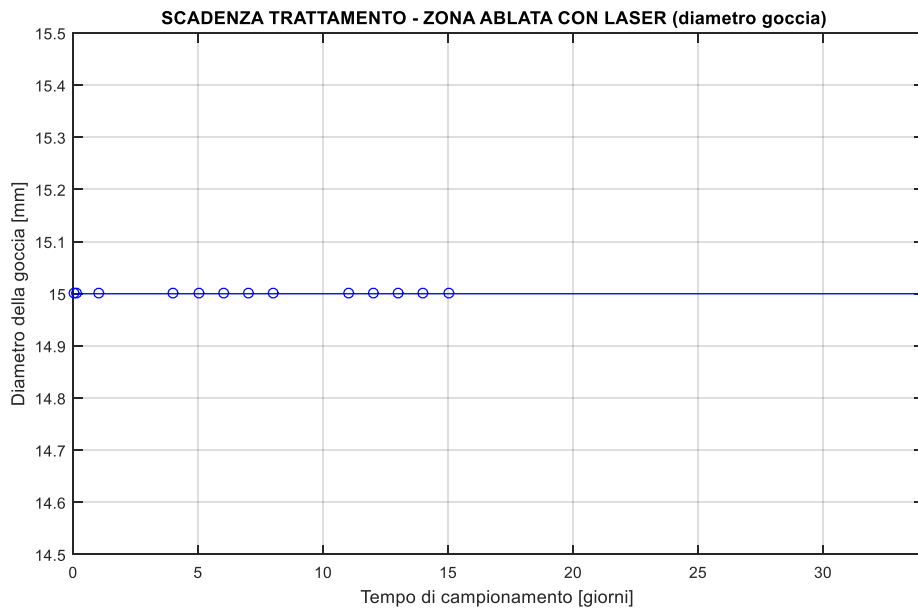


Fig. 4.39 Grafico scadenza trattamento su zona ablata con laser (diametro della goccia), per campione NT diametro della goccia ca. 6 mm

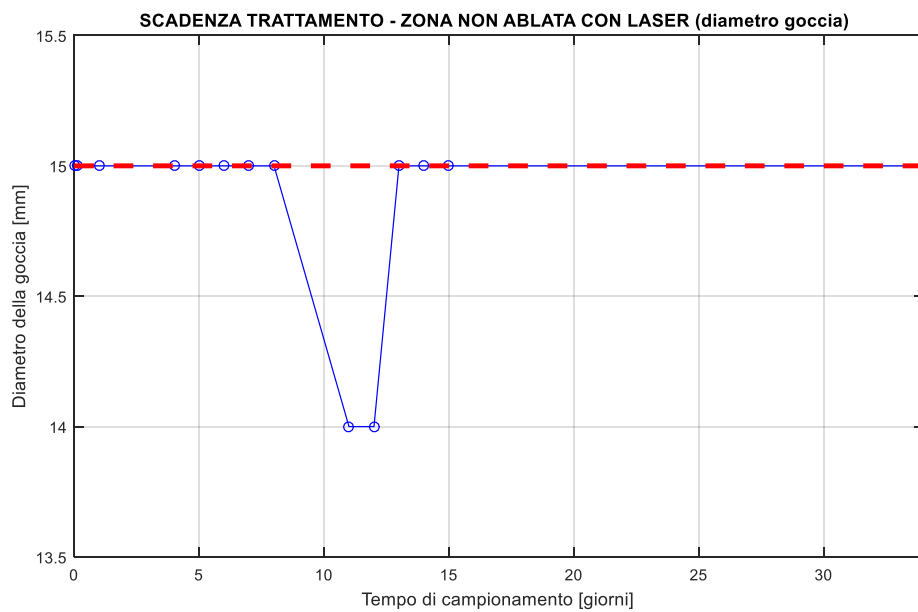


Fig. 4.40 Grafico scadenza trattamento su zona non ablata con laser (diametro della goccia), per campione NT diametro della goccia ca. 7 mm

4.2.1.6 Ottimizzazione trattamento per diversi ugelli

Si è voluto ora studiare l'ottimizzazione del trattamento al plasma andando a variare l'ugello utilizzato.

- Ugello avente uscita circolare di diametro 4 mm

Tabella 4.29 Ottimizzazione trattamento, tessuto denim, ugello circolare di diametro 4 mm

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
7	25	1	12	Sono stati testati gli stessi parametri ritenuti ottimali utilizzando un ugello avente uscita circolare di diametro pari a 2 mm. Non si notano segni di decolorazione e/o bruciatura e il campione risulta essere più idrofilico, presentando un diametro della goccia pari a ca. 10 mm (contro i 6 mm di un campione NT)
5	25	1	12	Non si notano segni di decolorazione e/o bruciatura evidenti. Diametro goccia: ca. 10 mm
5	10	1	12	Leggera decolorazione. Idrofilicità aumentata in maniera importante, dopo pochi istanti la goccia sulla superficie del jeans essa si espande fino a ca. 25 mm
5	10	1	15	Si ha decolorazione. Dopo pochi istanti la goccia si espande fino a ca. 30 mm
3	10	1	15	Si brucia

Si può già notare come, avendo cambiato il tipo di ugello, si riesca comunque ad ottenere sia un effetto di decolorazione sia un aumento dell'idrofilicità del campione, per ottenere risultati simili ai casi

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

precedenti (con differente ugello) o che comunque si possano ritenere soddisfacenti i parametri da utilizzare sono certamente più proibitivi da un punto di vista industriale. Considerando infatti come parametri ottimi: $d=5$ mm, $v=10$ m/min, $s=1$, $r=15$ (i parametri precedentemente ritenuti ottimi erano $d=7$ mm, $v=25$ m/min, $s=1$, $r=12$); si ha che il tempo impiegato per il trattamento risulta aumentato circa di un fattore pari a 3.75 ed inoltre, avendo $d=3$ mm, potrebbero nascere problemi dovuti alla 'sicurezza' del campione e alla tolleranza del trattamento. Tutto questo è probabilmente da ricollegarsi al fatto che aumentando la sezione di uscita dell'ugello il flusso uscente ha portata maggiore ma velocità di uscita minore, il che comporta un aumento dell'effetto termico generato dal plasma a discapito dell'effetto chimico.

Sono stati infine cercati altri parametri per i quali il 'livello' di decolorazione sia ritenuto ottimo, i parametri ritenuti ottimi sono stati identificati quali: $d=4$ mm; $v=10$ m/min; $s=1$; $r=15$.

Si è voluto ora verificare come varia l'effetto del trattamento al variare della pressione dell'aria compressa nel jet.

Tabella 4.30 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su tessuto denim al variare della pressione d'aria compressa, ugello circolare di diametro 4 mm

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	p [bar]	Commenti
5	10	1	15	7	
5	10	1	15	5	Ho dovuto interrompere il trattamento a $r=7$ perché il campione si stava bruciando ai lati
5	10	1	15	3	Per gli stessi motivi del caso precedente il trattamento è stato interrotto a $r=7$

Al fine di dimostrare la diversità nel trattamento, in termini di decolorazione e/o bruciatura dello stesso, ossia in termini di rapporto tra effetto chimico del jet al plasma ed effetto termico, al variare della pressione dell'aria compressa nel jet, sono state svolte differenti prove, al termine delle quali il risultato presentato in Fig. 4.41 (parametri mantenuti costanti: $d=4$ mm; $v=10$ m/min; $s=1$; $r=15$).



Fig. 4.41 Trattamento su jeans, ugello circolare 4 mm, differenti pressioni d'aria compressa

Da notare come, utilizzando una pressione pari a 3 bar la bruciatura sul campione sembra essere minore rispetto alle prove effettuate a pressioni maggiori, scontrandosi con i risultati ottenuti precedentemente. Questo può essere spiegato col fatto che, essendo come detto che ora la velocità del flusso d'aria uscente dal jet è minore rispetto a prima, il jet utilizzato potrebbe non sostenere pressioni così basse.¹⁰

¹⁰ Il problema dovuto alle bruciature sui bordi dei campioni sfruttando basse pressioni di aria compressa nel jet è stato risolto ponendo una striscia di kapton sugli stessi bordi.

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

- Ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 mm

Sono in seguito esposte le prove effettuate con i relativi risultati ottenuti.

Tabella 4.31 Ottimizzazione trattamento, tessuto denim, ugello lineare

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
7	25	1	12	Ripetuti i parametri ritenuti ottimi utilizzando un ugello circolare di diametro 2 mm. Non si ha decolorazione; diametro goccia ca. 8 mm; tempo di assorbimento della goccia ca. 4 minuti e 30 secondi.
5	25	1	12	Non si ha decolorazione; diametro goccia ca. 10 mm; tempo di assorbimento della goccia ca. 1 minuto.
5	10	1	12	Leggerissima decolorazione; diametro della goccia ca. 25 mm; tempo di assorbimento della goccia ca. 20 secondi.
3	10	1	12	Brucia il campione; trattamento interrotto a r=6.
3	30	1	12	Leggera bruciatura, poca decolorazione; diametro goccia ca. 25 mm; tempo di assorbimento della goccia ca. 0
2	30	1	12	Leggera bruciatura, poca decolorazione; diametro della goccia ca. 25 mm; tempo di assorbimento della goccia ca. 0
3	20	1	12	Leggera bruciatura, poca decolorazione; diametro della

OTTIMIZZAZIONE DEL TRATTAMENTO SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL
PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA

				goccia ca. 25 mm; tempo di assorbimento della goccia ca. 0
4	10	1	12	Brucia
4	20	1	12	Poca decolorazione; diametro della goccia ca. 20 mm; tempo di assorbimento della goccia ca. 5 secondi
4	15	1	12	Leggera decolorazione; diametro della goccia ca. 25 mm; tempo di assorbimento della goccia ca. 5 secondi
4	15	1	15	Decolorazione non ancora sufficiente; diametro della goccia ca. 25 mm; tempo di assorbimento della goccia ca. 5 secondi
4	15	1	20	Decolorazione sì, ma leggera bruciatura (marroncino); diametro della goccia ca. 25 mm; tempo di assorbimento della goccia ca. 0
4	15	3	20	Leggerissima decolorazione; diametro della goccia ca. 20 mm; tempo di assorbimento della goccia ca. 10 secondi
4	15	2	20	Poca decolorazione; diametro della goccia ca. 25 mm; tempo di assorbimento della goccia ca. 10 secondi
4	15	1	18	Decolorazione sì ma leggera bruciatura;

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

				diametro della goccia ca. 35 mm; tempo di assorbimento della goccia ca. 0
4	20	1	20	Decolorazione buona

Principalmente a causa dell'impossibilità di aumentare la v , in quanto questo comporta tempi di trattamento molto più lunghi rispetto al primo caso studiato (ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm) risultando quindi inadatto ad applicazioni industriali, si è deciso di concentrarsi sull'attivazione superficiale del jeans (espressa in termini di diametro della goccia applicata e tempo di assorbimento della stessa), lasciando da parte la decolorazione.

Si è quindi voluto continuare lo studio riguardo l'attivazione superficiale del jeans (concentrandosi sul tempo di assorbimento della goccia).

I parametri di riferimento, ossia quei parametri per cui si aveva assorbimento istantaneo della goccia utilizzando un ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm (pre-ottimizzati), sono: $d=12$ mm; $v=13$ m/min; $s=1$; $r=3$.

Tabella 4.32 Ottimizzazione trattamento, tessuto denim, ugello lineare

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
12	13	1	3	Non si ha nessun effetto, d troppo grande
6	15	2	3	Tempo di assorbimento della goccia maggiore a 1 minuto
3	20	2	3	Tempo di assorbimento della goccia ca. 20 secondi e brucia
4	13	1	3	Tempo di assorbimento della goccia ca. 30 secondi e brucia
5	20	1	3	Tempo di assorbimento della goccia ca. 1 minuto
4	20	1	5	Tempo di assorbimento della goccia ca. 7 secondi
3	30	1	5	Tempo di assorbimento della goccia ca. 15 secondi
4	30	1	7	Tempo di assorbimento della goccia ca. 7 s con estensione della goccia di ca. 35 mm

3	30	1	7	Tempo di assorbimento della goccia ca. 5 s con estensione della goccia di ca. 40 mm
---	----	---	---	--

Considerando i parametri pre-ottimizzati ottenuti utilizzando l'ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm si può notare che, sfruttando l'ugello con uscita lineare, utilizzando una $v=30$ m/min si guadagna in termini di tempo di un fattore ca. 2.3, ciò significa che il numero di ripetizioni "massime" (intendendo il numero di ripetizioni le quali, se superato, si perde in termini di tempo del trattamento pur utilizzando $v=30$ m/min) è 7. In ragione di queste considerazioni si deduce che, utilizzando i parametri che hanno portato ad un risultato migliore in termini di tempo di assorbimento della goccia ($d=3$ mm; $v=30$ m/min; $s=1$ mm; $r=7$), non si raggiunga alcun miglioramento in termini di tempo del trattamento utilizzando l'ugello con uscita lineare ed inoltre non si raggiungono gli stessi risultati appunto in termini di tempo di assorbimento della goccia.

Come detto prima, i parametri ottenuti con ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm, sono pre-ottimizzati. È stato verificato che i parametri ottimali in termini di tempo di assorbimento della goccia, utilizzando un ugello con uscita circolare di diametro 2 mm, sono: $d=12$ mm; $v=10$ m/min; $s=1$ mm; $r=3$; che portano ad un assorbimento istantaneo della goccia con una decolorazione leggerissima.

Confrontando i parametri ottenuti con ugello lineare con i parametri ottimali derivanti da un trattamento fatto con ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm si nota come si possa ottenere un guadagno in termini di tempo del trattamento pari ad un fattore 0.7, ma non si riesca ad ottenere un risultato altrettanto soddisfacenti in termini di tempo di assorbimento della goccia.

Si è dunque passati ad ottimizzare il trattamento concentrandosi sull'attivazione superficiale e non sulla decolorazione con questo tipo di ugello.

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

Tabella 4.33 Ottimizzazione trattamento, tessuto denim, ugello lineare

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
3	30	1	10	Decolorazione
3	30	3	12	Tempo di assorbimento della goccia ca. 20 s con estensione della goccia di ca. 25 mm
3	10	1	3	Decolorazione
3	20	1	5	Tempo di assorbimento della goccia ca. 5 s con estensione della goccia di ca. 25 mm, leggera decolorazione
4	15	1	10	Tempo di assorbimento della goccia ca. 5 s con estensione della goccia di ca. 30 mm, leggera decolorazione
4	30	1	15	Tempo di assorbimento della goccia ca. 5 s con estensione della goccia di ca. 35 mm, leggerissima decolorazione
4	30	1	20	Tempo di assorbimento della goccia ca. 0 s con estensione della goccia di ca. 40 mm, ma si ha decolorazione

Volendo cercare dei parametri per cui si abbia una buona attivazione superficiale senza avere decolorazione, si è concluso che i parametri ottimizzati per un trattamento che ha come scopo l'attivazione superficiale del jeans senza provocarne la decolorazione usando un ugello con uscita lineare 1 mm x 8 mm sono: d=4 mm; v=30 m/min; s=1 mm; r= 13.

Sono quindi stati utilizzati questi parametri per valutare l'effetto del trattamento a differenti valori di pressione dell'aria compressa nel jet.

Tabella 4.34 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su tessuto denim al variare della pressione d'aria compressa, ugello lineare

d=4 mm v=30 m/min s=1 mm r=13		
Pressione dell'aria compressa nel jet [bar]	Tempo di assorbimento della goccia, approx. [s]	Estensione della goccia applicata sulla superficie trattata, approx. [mm]
7	5	30
6	6	25
5	17	25
4	22	25
3	22	25

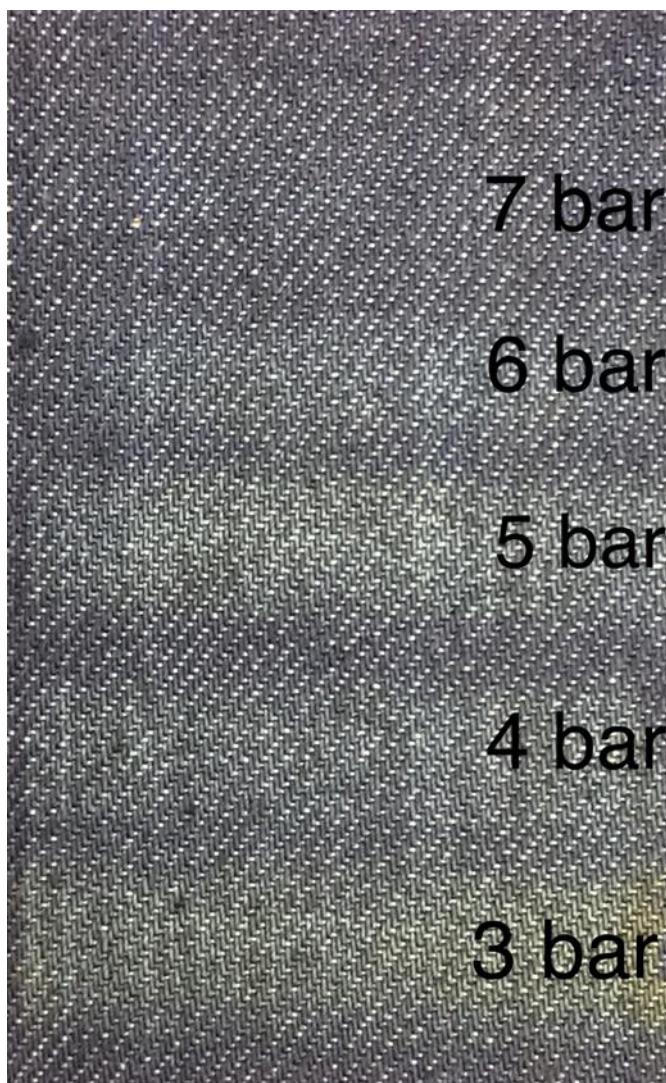


Fig. 4.42 Trattamento su jeans, ugello lineare, differenti pressioni d'aria compressa

È stato quindi confermato, anche con questo tipo di ugello, che al diminuire della pressione dell'aria compressa nel jet diminuisca l'effetto chimico (espresso come tempo di assorbimento della goccia ed estensione della stessa) e aumenti l'effetto termico (si possono infatti notare segni di bruciatura via via più evidenti, Fig. 4.42).

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

- Ugello avente uscita circolare di diametro 6 mm

Attivazione:

Tabella 4.35 Ottimizzazione trattamento, tessuto denim, ugello circolare di diametro 6 mm

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
12	13	1	3	Tempo di assorbimento goccia > 2 minuti
8	10	1	3	Tempo di assorbimento goccia 1 minuto e 15 secondi, con alone della goccia ca. 20 mm, ma presenta segni di bruciatura
10	10	1	5	Tempo di assorbimento goccia ca. 1 minuto, con alone della goccia ca. 20 mm, ma presenta segni di bruciatura leggeri
12	10	1	7	Tempo di assorbimento goccia ca. 52 secondi, con alone della goccia ca. 20 mm
12	5	1	7	Tempo di assorbimento goccia 48 secondi, con alone della goccia ca. 20 mm
12	5	1	10	Tempo di assorbimento della goccia 45 secondi, con alone della goccia ca. 15 mm, ma presenta segni di bruciatura leggeri

Non si riesce ad ottenere un buon livello di attivazione, soprattutto impiegando tempi di trattamento ragionevoli (se confrontati con altri ugelli), passo dunque a concentrarmi sulla decolorazione:

Tabella 4.36 Ottimizzazione trattamento, tessuto denim, ugello circolare di diametro 6 mm

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
7	20	1	15	Diventa marroncino
10	20	1	15	Decolorazione leggerissima, quasi nulla
10	10	1	15	Decolorazione leggerissima, quasi nulla
8	10	1	15	Diventa marroncino
8	30	1	15	Decolorazione leggerissima
7	30	1	20	Decolorazione leggerissima

Anche per quanto riguarda la decolorazione non si riescono ad ottenere risultati soddisfacenti, con l'aggravante che si tende a bruciare il campione molto facilmente.

Si è voluto ora studiare l'effetto del trattamento al variare della pressione di aria compressa all'interno del jet (Fig. 4.43), in questo caso verrà presentato esclusivamente il risultato ottenuto per via grafica, dal momento che è stato notato che, utilizzando questo tipo di ugello, non si ottengono risultati interessanti né in termini di attivazione superficiale né in termini di decolorazione:

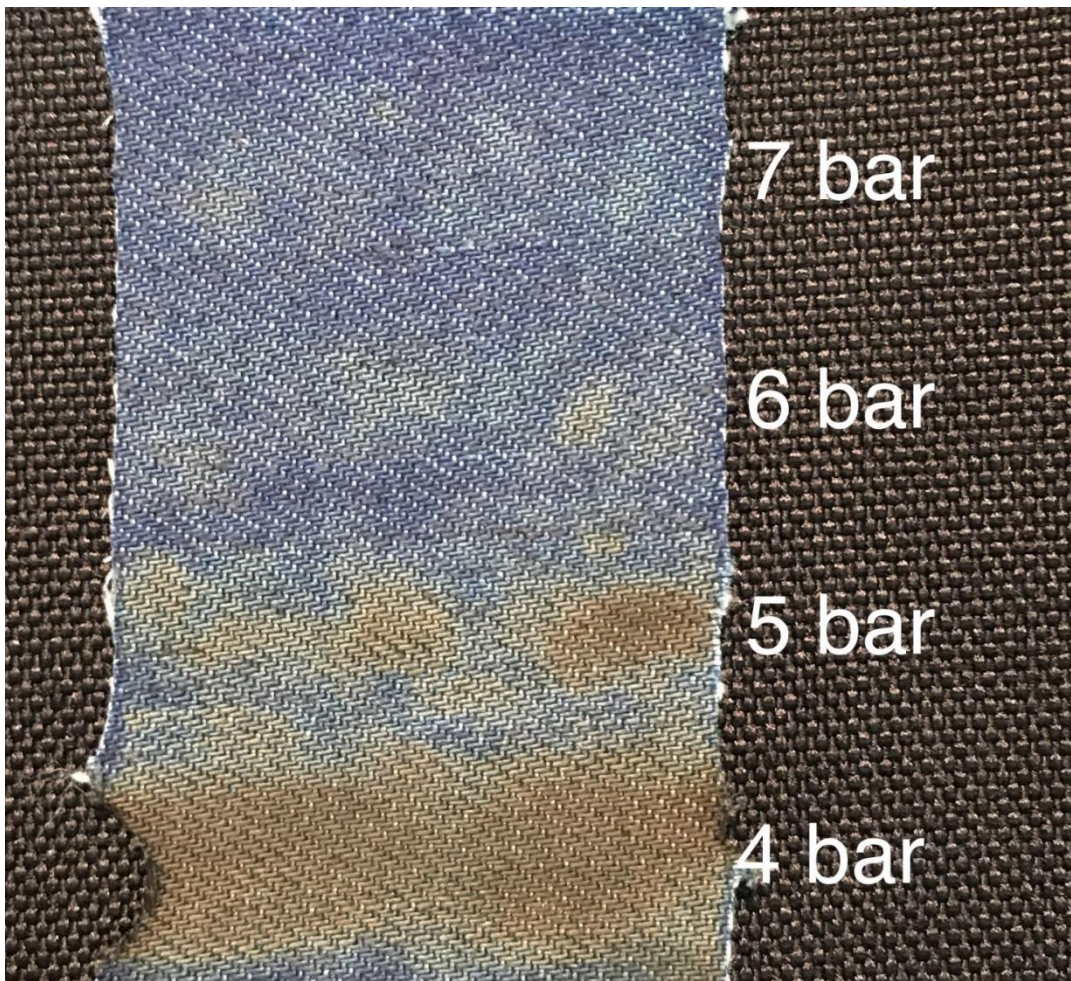


Fig. 4.43 Trattamento su jeans, ugello circolare 6 mm, differenti pressioni d' aria compressa

Per pressione di aria compressa nel jet pari a 3 bar non è stato possibile presentare alcunché in quanto il campione risultava essersi rovinato in maniera troppo pesante.

4.2.2 CONCLUSIONI GENERALI SUL TRATTAMENTO DEI TESSUTI

L'ottimizzazione di un trattamento al plasma sul jeans ha dimostrato la possibilità di ottenere un ottimo risultato sia in termini di livello di decolorazione sia in termini di attivazione superficiale (si passa da un campione NT che presenta un tempo di assorbimento pari a ca. 2 minuti e 50 secondi con un estensione della goccia di ca. 7 mm ad un campione trattato con parametri ottimali che presenta un tempo di assorbimento di ca. 0 s e un'estensione della goccia di ca. 20 mm). Per quel che riguarda le diverse tipologie di ugello utilizzabile, questo materiale si discosta dagli altri studiati in quanto ha la necessità di utilizzare l'ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm per poter ottenere risultati soddisfacenti per entrambi gli effetti suddetti, senza provocare le bruciature del tessuto denim.

4.3 SUPERFICI POLIMERICHE

Viene ora presentato il lavoro svolto al fine di studiare il trattamento al plasma su materiali polimerici utilizzati in ambito industriale.

4.3.1 GOMMA SBR

È ora presentato il lavoro svolto al fine di studiare il trattamento al plasma sulla gomma SBR, concentrandosi principalmente sull'aumento della bagnabilità del campione, il che può essere sfruttato agli scopi precedentemente esposti. Lo studio è iniziato sotto commissione per una nota azienda precedentemente alla data di inizio del mio lavoro di tesi, successivamente la ricerca è stata portata avanti in maniera indipendente.

4.3.1.1 OTTIMIZZAZIONE TRATTAMENTO

L'ottimizzazione del trattamento finalizzato all'attivazione superficiale del campione utilizzando un ugello avente uscita circolare con diametro pari a 2 mm era già stata effettuata prima del mio arrivo, i parametri trovati sono: $d=7.5$ mm; $v=5$ m/min; $s=3$ mm; $r=2$.

Io ho iniziato il lavoro su questo tipo di materiale studiando l'effetto del trattamento al plasma freddo atmosferico al variare della pressione di aria iniettata nel jet.

In questo caso, data la conformazione della superficie del campione dopo il trattamento, non è stato possibile valutare l'azione del jet tramite il set di inchiostri tarati, ci si è quindi concentrati sul diametro della goccia applicata sulla superficie del campione e sulla temperatura della stessa superficie misurata tramite termometro IR Fluke. Sono in seguito esposte le varie prove effettuate con i relativi risultati ottenuti.

Tabella 4.37 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su gomma SBR al variare della pressione d'aria compressa

$d=7.5$ mm $v=5$ m/min $s=3$ mm $r=2$	
Pressione [bar]	Commenti
7	Diametro della goccia applicata sulla superficie del campione trattato pari a ca. 10 mm
3	Diametro della goccia applicata sulla superficie del campione trattato pari a ca. 9 mm, la superficie del campione inoltre presenta segni di bruciatura evidenti
$d=7.5$ mm $v=5$ m/min $s=1$ mm (al fine di ottenere una maggior omogeneità sulla zona trattata) $r=2$	
Pressione [bar]	Commenti
2.5	Si possono notare sulla superficie del campione segni di bruciatura ancor più evidenti rispetto al caso precedente, in ragione di ciò non ho ritenuto sensato misurare il diametro della goccia applicata sulla superficie del campione
$d=7.5$ mm $v=5$ m/min $s=1$ mm $r=2$	
Pressione [bar]	Commenti
7	Diametro della goccia applicata sulla superficie del campione trattato pari a ca. 10 mm
3	Diametro della goccia applicata sulla superficie del campione trattato pari a ca. 7 mm
$d=7.5$ mm $v=5$ m/min $s=1$ mm $r=2$	

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

Pressione [bar]	Commenti
7	Diametro della goccia applicata sulla superficie del campione trattato pari a ca. 10 mm
3	Diametro della goccia applicata sulla superficie del campione trattato pari a ca. 8 mm

In entrambi gli ultimi due casi si nota come diminuendo la pressione il diametro della goccia cala, indicando una minor incidenza dell'effetto chimico.

Si vuole ora andare a misurare la temperatura della superficie del campione dopo il trattamento, campione 4:

Tabella 4.38 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su gomma SBR al variare della pressione d'aria compressa, misura della temperatura

d=7.5 mm v=5 m/min s=1 mm r=1 (al fine di ottenere una minor variazione di pressione tra inizio e fine trattamento)	
Pressione [bar]	Temperatura [°C]
7	35.5
6	37.1
5	39.3
4	41.1
3	44.9
2.5	47.5

Si può notare come al diminuire della pressione è stata misurata una temperatura crescente sulla superficie trattata del campione, indicando come l'effetto termico del jet al plasma cresca al diminuire della pressione di aria compressa nel jet.

Sono stati successivamente eseguiti dei trattamenti su due campioni in parallelo a differenti valori di pressione (Fig. 4.44); il voler trattare due campioni insieme in parallelo è giustificato dal fatto che, una volta terminati tutti i trattamenti, un campione verrà utilizzato per valutare l'estensione della goccia applicata sulla sua superficie, mentre l'altro verrà lasciato così com'è, in maniera tale da poter ottenere una foto comparativa dei due effetti. Questa prova è stata eseguita due volte per avere una maggiore casistica: campioni 5 & 6 e campioni 8 & 9. Nel secondo caso, C 8 & 9, la temperatura della superficie trattata è stata valutata sia direttamente tramite il termometro Fluke IR, sia mediante termocoppia. Il campione 7 è stato utilizzato per verificare in maniera più accurata la temperatura della superficie in alcuni casi. Sono ora riportati i risultati ottenuti insieme ad una foto dimostrativa.

Parametri costanti: d=7.5 mm, v=5 m/min, s=1 mm, r=2.

Temperature dei campioni Non Trattati (NT):

- campioni 6 & 7 → 26.5 °C
- campioni 8 & 9 → direttamente con termometro Fluke IR 26 °C, tramite termocoppia 25 °C

Tabella 4.39 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su gomma SBR al variare della pressione d'aria compressa, misura della temperatura

Campioni 6 & 7	
Pressioni [bar]	Temperature [°C]
7	38.6
6	40.5
5	43
4	46.4
3	50.3

Tabella 4.40 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su gomma SBR al variare della pressione d'aria compressa, misura della temperatura

Campioni 8 & 9		
Pressioni [bar]	Temperature misurate direttamente con termometro Fluke IR [°C]	Temperature misurate tramite termocoppia [°C]
7	38.2	38.2
6	39.2	38.5
5	43.4	43.4
4	48	48.1
3	51	49

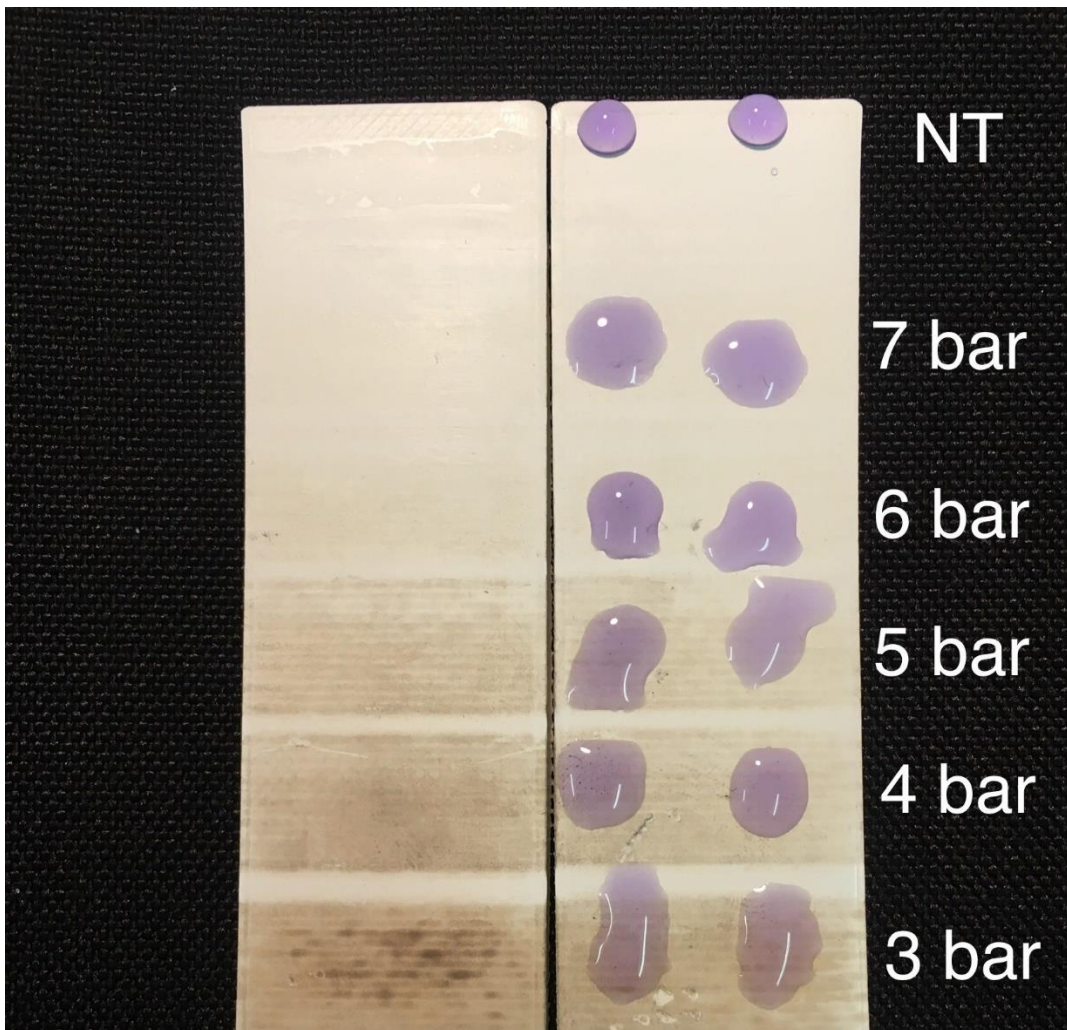


Fig. 4.44 Trattamento su gomma SBR, ugello circolare 2 mm, differenti pressioni d'aria compressa

Si può notare come, per tutte le prove effettuate, lo sbalzo termico sulla superficie del campione che si ha tra il trattamento effettuato con pressione dell'aria compressa nel jet a 7 bar e con il trattamento effettuato a 3 bar è di circa 12 °C. Per quanto riguarda l'estensione della goccia applicata sulla superficie trattata si ha una diminuzione di circa 2 mm tra un trattamento e l'altro (ca. 10 mm con trattamento effettuato a 7 bar e ca. 8 mm con trattamento effettuato a 3 bar).

Osservando i risultati ottenuti si può supporre che al diminuire della pressione dell'aria compressa all'interno del jet, mantenendo inalterati tutti gli altri parametri, comporti un aumento dell'effetto termico assieme ad una diminuzione dell'effetto chimico.

4.3.1.2 Ottimizzazione trattamento per diversi ugelli

Successivamente è stata studiata l'ottimizzazione del trattamento utilizzando però in questo caso diverse tipologie di ugello.

- Ugello avente uscita circolare di diametro 4 mm

Sono in seguito esposte le prove effettuate con i relativi risultati ottenuti.

Tabella 4.41 Ottimizzazione trattamento, gomma SBR, ugello circolare di diametro 4 mm

Campione	d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
C16	7.5	8	1	2	Sono stati testati gli stessi parametri ritenuti ottimali utilizzando un ugello avente uscita circolare di diametro pari a 2 mm. Non si notano segni bruciatura e risulta essere più idrofilico, presentando un diametro della goccia pari a ca. 8 mm (contro gli 11 mm di un campione trattato con gli stessi parametri ma usando un ugello avente uscita circolare di diametro pari a 2 mm)
	<i>Si vuole ora cercare di ottimizzare il trattamento al fine di ottenere un diametro della goccia pari a ca. 11 mm come nel caso in cui si utilizzava un ugello avente uscita circolare di diametro pari a 2 mm.</i>				
	5	8	1	2	Diametro goccia ca. 9 mm
	5	5	1	2	Diametro goccia ca. 9 mm
C17	5	5	1	3	Diametro goccia ca. 9 mm
	4	5	1	3	Diametro goccia ca. 9 mm

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

	4	1	1	3	È stato interrotto il trattamento a $r=1$ perché il campione presentava segni di bruciatura importanti
	4	3	1	3	Diametro goccia ca. 9 mm, ma il campione ingiallisce
	3	3	1	3	Diametro goccia ca. 9 mm, ma il campione ingiallisce
	3	3	1	2	Diametro goccia ca. 9 mm

Dai risultati ottenuti emerge come, utilizzando questo tipo di ugello rispetto ai casi precedenti, non si riesca ad ottenere un risultato, in termini di diametro della goccia applicata sulla superficie del campione, pari al precedente senza andare a bruciare la superficie del campione stesso. Tutto questo è probabilmente da ricollegarsi al fatto che aumentando la sezione di uscita dell'ugello il flusso uscente ha portata maggiore ma velocità di uscita minore, il che comporta un aumento dell'effetto termico generato dal plasma a discapito dell'effetto chimico.

Su C18 sono state effettuate altre due prove al fine di vedere il comportamento a pressione dell'aria compressa nel jet più bassa e per misurare la temperatura del campione dopo il trattamento.

Sono stati infine trattati due campioni (C19 e C20) in parallelo andando a variare la p e misurandone poi la temperatura e il diametro della goccia applicata (Fig. 4.45).

Tabella 4.42 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su gomma SBR al variare della pressione d'aria compressa, ugello circolare di diametro 4 mm

d= 5 mm; v= 5 m/min; s= 1; r= 2		
Pressione dell'aria compressa nel jet [bar]	Temperatura superficiale [°C] (misurata tramite termometro Fluke IR)	Diametro della goccia [mm]
7	46	9
6	47.6	9
5	55.1	8
4	56.1	8
3	51	8

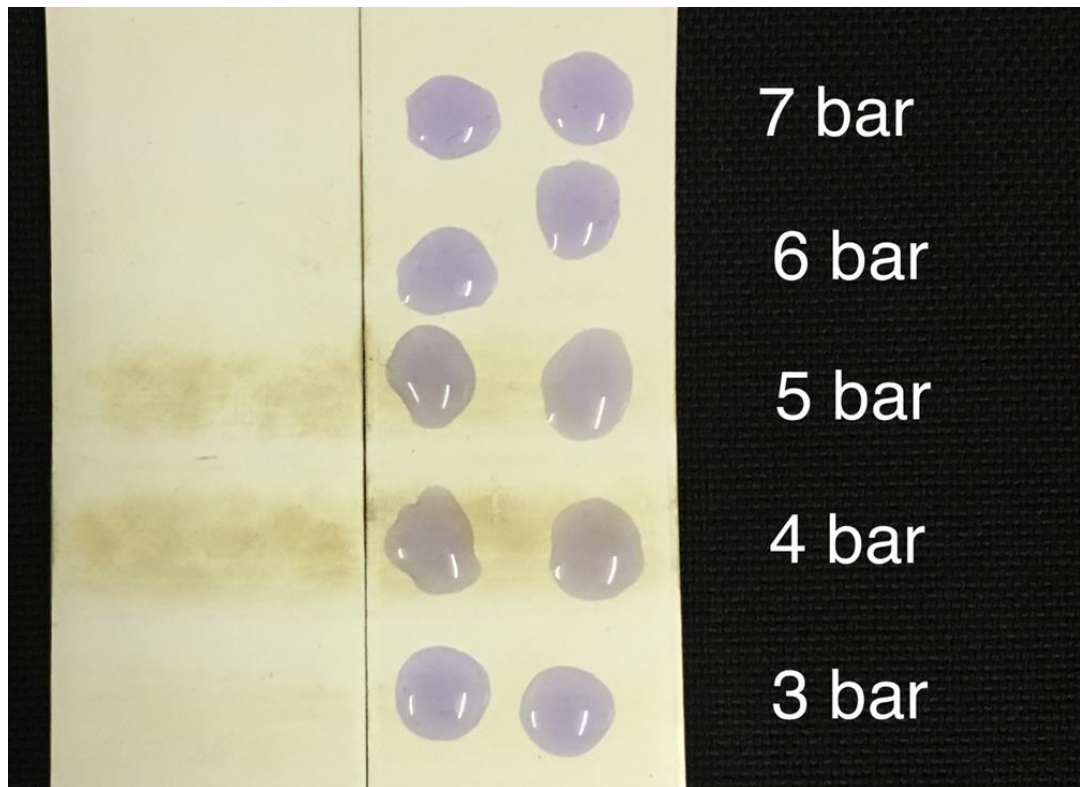


Fig. 4.45 Trattamento su gomma SBR, ugello circolare 4 mm, differenti pressioni d'aria compressa

Da notare come, utilizzando una pressione pari a 3 bar la bruciatura sul campione sembra essere minore rispetto alle prove effettuate a pressioni maggiori, scontrandosi con i risultati ottenuti precedentemente. Questo può essere spiegato col fatto che, essendo come detto che ora la velocità del flusso d'aria uscente dal jet è minore rispetto a prima, il jet utilizzato potrebbe non sostenere pressioni così basse. Si vede però inoltre come le temperature che si verificano in questo caso siano più elevate rispetto alle prove effettuate con un ugello differente, andando quindi a confermare come sia accentuato l'effetto termico.

Si è proceduto infine col completare l'ottimizzazione del trattamento.

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

Tabella 4.43 Ottimizzazione trattamento, gomma SBR, ugello circolare di diametro 4 mm

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
6	5	3	2	Diametro goccia ca. 9 mm
4	5	3	1	Diametro goccia ca. 11 mm
4	5	3	1	Diametro goccia ca. 10 mm
3	5	3	1	Diametro goccia ca. 11 mm
3	10	3	1	Diametro goccia ca. 10 mm
3	7	3	1	<i>Diametro goccia ca. 11 mm</i>
3	8	3	1	Diametro goccia ca. 10 mm
3	7	4	1	Diametro goccia ca. 11 mm, però la goccia è irregolare
3	7	5	1	Nelle strisce trattate si vede che l'estensione della goccia fino a ca. 11 mm, ma la goccia è molto irregolare

I parametri per i quali si riesce ad ottenere lo stesso risultato in termini di attivazione superficiale (espresso come diametro della goccia applicata sulla superficie) rispetto al caso in cui veniva utilizzato un ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm sono: $d=3$ mm; $v=7$ m/min; $s=3$ mm; $r=1$.

Si può pertanto concludere che, utilizzando un ugello avente uscita circolare di diametro 4 mm, si riesce ad ottenere lo stesso risultato ottenuto tramite un ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm in termini di attivazione superficiale riducendo il tempo di trattamento di un fattore 2,8, pur dovendo diminuire di molto la distanza tra campione trattato e ugello.

- Ugello avente uscita lineare di dimensioni 1 mm x 8 mm

Sono in seguito esposte le prove effettuate con i relativi risultati ottenuti al fine di ottimizzare il processo di trattamento.

Tabella 4.44 Ottimizzazione trattamento, gomma SBR, ugello lineare

Campione	d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
C18	7.5	8	1	2	Sono stati testati gli stessi parametri ritenuti ottimali utilizzando un ugello avente uscita circolare di diametro pari a 2 mm. In questo caso però il diametro della goccia applicata sulla superficie del campione è risultata essere ca. 7 mm
	3	8	1	2	Diametro goccia ca. 10 mm
C21	5	8	1	2	Diametro goccia ca. 11 mm
	4	8	1	2	Diametro goccia ca. 11 mm
	4	10	1	2	Diametro goccia ca. 10 mm
	4	8	1	1	Diametro goccia ca. 11 mm

I parametri ritenuti ottimi sono quindi: d= 4 mm; v= 8 m/min; s= 1 mm; r= 1.

Osservando i risultati ottenuti si può notare come, utilizzando un ugello differente rispetto ai casi precedenti, per ottenere un risultato in termini di effetto chimico del jet (esprimibile attraverso il diametro della goccia applicata sulla superficie del campione) simile ai casi precedenti, si debba quasi dimezzare la distanza tra ugello e campione trattato ma, poiché si può utilizzare r=1 piuttosto che r=2, il tempo di trattamento risulta dimezzato.

Si è voluto ora osservare l'effetto del trattamento utilizzando i parametri ottimi con pressione dell'aria compressa nel jet pari a 3 bar:

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

Tabella 4.45 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su gomma SBR al variare della pressione d'aria compressa, ugello lineare

Campione	d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
C22	4	8	1	1	Diametro goccia ca. 9 mm; bruciature sulla superficie
	4	8	1	2	Diametro goccia ca. 9 mm; bruciature sulla superficie ancor più evidenti

È stato poi verificato se il diametro della goccia applicata sulla superficie del campione trattata con i parametri ottimali con una pressione dell'aria compressa nel jet pari a 7 bar si mantenga inalterato almeno per mezz'ora. La verifica ha portato esito negativo in quanto dopo un quarto d'ora il diametro della goccia era pari a ca. 10 mm, mentre dopo mezz'ora era di ca. 8 mm.

A questo punto, considerando il fatto che chiaramente avendo uscita dell'ugello lineare la 'striscia' trattata avrà ampiezza maggiore rispetto ai casi precedenti (in particolare è stato visto essere larga 3 mm), ci si è concentrati sull'aumentare lo spostamento s.

Tabella 4.46 Ottimizzazione trattamento, gomma SBR, ugello lineare

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
4	8	3	1	Diametro goccia tra 9 e 10 mm
4	5	3	1	Diametro goccia ca. 11 mm
4	5	4	1	Diametro goccia ca. 10 mm
3	8	3	1	Diametro goccia ca. 11 mm
2	8	3	1	Brucia
3	10	3	1	Diametro goccia ca. 10 mm
3	8	4	1	Diametro goccia ca. 10 mm
2	10	3	1	Diametro goccia ca. 10 mm
2	8	3	1	Diametro goccia ca. 11 mm
2	8	4	1	Diametro goccia ca. 10 mm
2	15	2	1	Diametro goccia ca. 10 mm
2	20	1	1	Diametro goccia ca. 10 mm
2	30	1	1	Diametro goccia ca. 10 mm

Lavorando con d=2 mm, al diminuire della pressione dell'aria compressa nel jet, anche durante un singolo trattamento, emergono segni di bruciatura.

I parametri ritenuti essere ottimali sono dunque: $d=3$ mm; $v=8$ m/min; $s=3$ mm; $r=1$.

Notando quindi come, rispetto al caso in cui era stato utilizzato un ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm, si ottengano risultati migliori in termini di estensione del diametro della goccia applicata sul materiale e il tempo impiegato diminuisce, pur dovendo lavorare ad una distanza ugello-campione molto ravvicinata. Parametri ottimali in termini di attivazione superficiale (espressa in estensione del diametro della goccia applicata) utilizzando un ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm: $d=7.5$ mm; $v=5$ m/min; $s=3$ mm; $r=2$. In conclusione quindi, se la macchina utilizzata in industria permette di lavorare ad una distanza ugello-campione di soli 3 mm, questo tipo di trattamento, utilizzando un ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 mm permette di ridurre il tempo del trattamento stesso di 3.2 volte rispetto al trattamento effettuato con un ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm.

Sono stati ora trattati due campioni in parallelo (C24 & C25), al fine di valutare contemporaneamente temperatura della superficie (misurata tramite termometro IR Fluke) e diametro della goccia applicata a differenti pressioni di aria compressa nel jet (Fig. 4.46).

Il campione NT presentava una temperatura di 27.5 °C e diametro della goccia di 5 mm.

Tabella 4.47 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su gomma SBR al variare della pressione d'aria compressa, ugello lineare

d= 3 mm v=8 m/min s=3 mm r=1		
Pressione dell'aria compressa nel jet [bar]	Temperatura superficiale [°C] (misurata tramite termometro Fluke IR)	Diametro della goccia [mm]
7	30.5	11
6	32.5	11
5	40	10
4	41.6	10
3	40.1	9

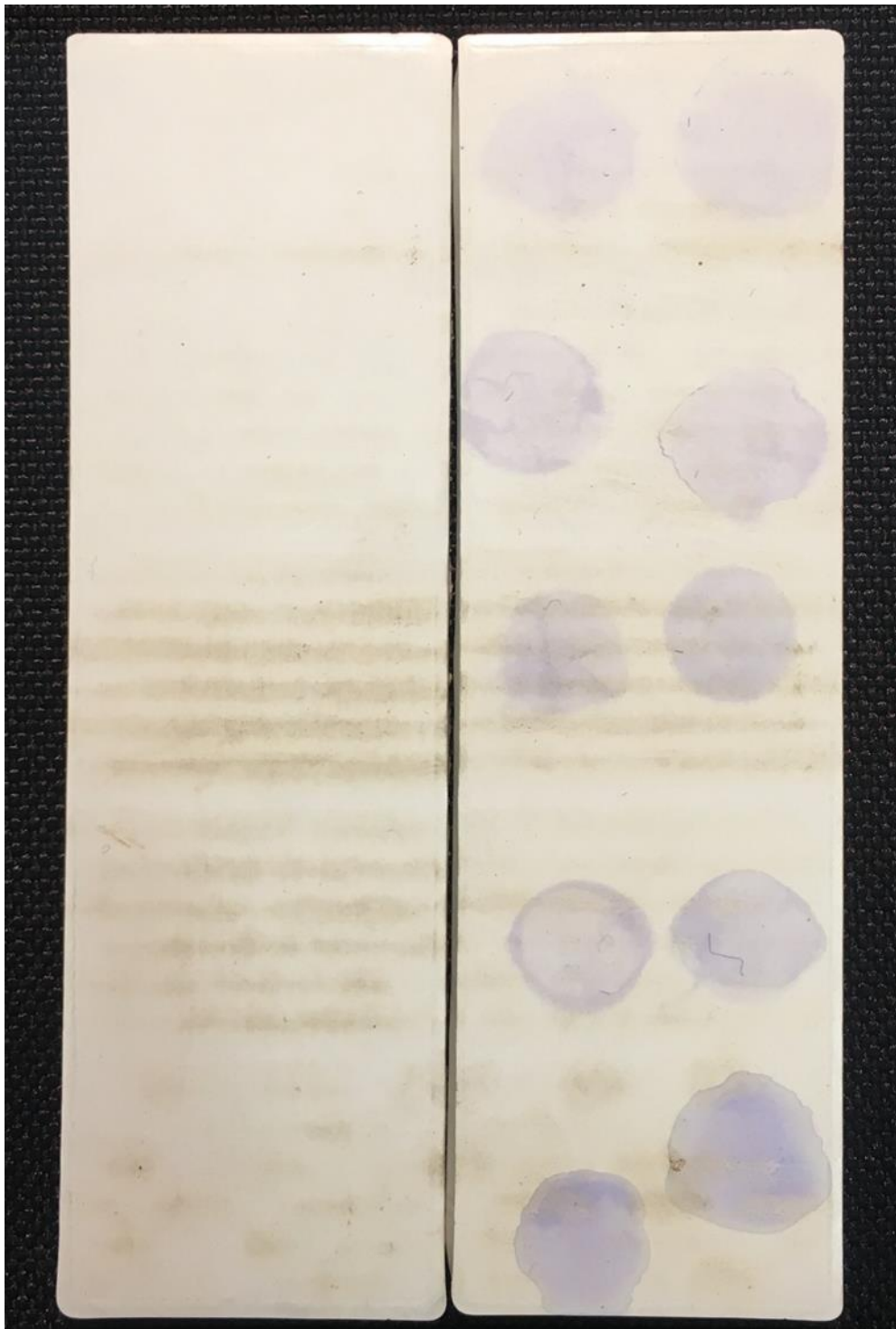


Fig. 4.46 Trattamento su gomma SBR, ugello lineare, differenti pressioni d'aria compressa

Anche utilizzando questo tipo di ugello si può notare come al livello di pressione più basso, 3 bar, l'efficienza del jet caldi, sia in termini di effetto termico che di effetto chimico. Fino alla pressione di 4 bar comunque è stato confermato il trend precedentemente osservata ossia che al calare della pressione dell'aria compressa nel jet peggiori l'efficienza in termini di effetto chimico del jet mentre aumenta l'effetto termico.

- Ugello avente uscita circolare di diametro 6 mm

I parametri considerati di riferimento sono quelli ottimizzati per un trattamento utilizzando un ugello avente uscita lineare di diametro 2 mm, ossia: $d=7.5$ mm; $v=5$ m/min; $s=3$ mm; $r=2$.

Sono in seguito esposti i risultati ottenuti.

Tabella 4.48 Ottimizzazione trattamento, gomma SBR, ugello circolare di diametro 6 mm

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
7.5	5	3	2	Diametro goccia ca. 9 mm
5	5	3	2	Diametro goccia ca. 10 mm
4	5	3	1	Diametro goccia ca. 10 mm
4	10	3	1	Diametro goccia ca. 10 mm
3	10	3	1	Diametro goccia ca. 11 mm
3	10	4	1	Diametro goccia ca. 10 mm
3	15	3	1	Diametro goccia ca. 10 mm
3	12	3	1	Diametro goccia ca. 10 mm

I parametri per i quali si riesce ad ottenere lo stesso risultato in termini di attivazione superficiale (espresso come diametro della goccia applicata sulla superficie) rispetto al caso in cui veniva utilizzato un ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm sono: $d=3$ mm; $v=10$ m/min; $s=3$ mm; $r=1$.

Si può pertanto concludere che, utilizzando un ugello avente uscita circolare di diametro 6 mm, si riesce ad ottenere lo stesso risultato ottenuto tramite un ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm in termini di attivazione superficiale riducendo il tempo di trattamento di un fattore 4, pur dovendo diminuire di molto la distanza tra campione trattato e ugello.

4.3.2 CONCLUSIONI GENERALI SUL TRATTAMENTO DELLA GOMMA SBR

L'ottimizzazione del trattamento al plasma su questo tipo di gomma ha dimostrato la possibilità di ottenere una buona attivazione superficiale in termini di bagnabilità, riuscendo ad aumentare il diametro della goccia applicata sul campione da un diametro di ca. 6 mm ad un diametro di ca. 11 mm.

Dai risultati ottenuti si può inoltre concludere che i parametri ottimizzati per il trattamento tramite jet al plasma freddo a pressione atmosferica sulla gomma SBR per i vari ugelli utilizzati sono (pressione di aria compressa nel jet pari a 7 bar):

- ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm: $d=7.5$ mm; $v=5$ m/min; $s=3$ mm; $r=2$;
- ugello avente uscita circolare di diametro 4 mm: $d=3$ mm; $v=7$ m/min; $s=3$ mm; $r=1$;
- ugello avente uscita circolare di diametro 6 mm: $d=3$ mm; $v=10$ m/min; $s=3$ mm; $r=1$;
- ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 mm: $d=3$ mm; $v=8$ m/min; $s=3$ mm; $r=1$;

tutti questi differenti set di parametri sono stati ottimizzati, per i vari ugelli, al fine di ottenere un diametro della goccia applicata sulla superficie del campione pari a ca. 11 mm.

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

Si può concludere che pur riuscendo ad ottenere un risultato migliore in termini di tempo impiegato per il trattamento utilizzando l'ugello avente uscita circolare di diametro 6 mm, è comunque da preferirsi l'ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 mm poiché tramite esso si riesce ad ottenere un trattamento meno invasivo e più tollerante per variazioni di distanza ugello – campione trattato.

4.3.3 KAPTON

È ora presentato il lavoro svolto al fine di studiare il trattamento al plasma sul Kapton, concentrandosi principalmente sull'aumento della bagnabilità del campione, il che può essere sfruttato agli scopi precedentemente esposti. La ricerca è stata portata avanti in maniera indipendente.

Per un campione Non Trattato il diametro della goccia applicata sulla superficie risulta essere di ca. 6 mm.

L'ottimizzazione del trattamento tramite jet al plasma freddo atmosferico su questo materiale era già stata ottimizzata prima del mio arrivo, i parametri ottimizzati sono: $d=10$ mm; $v=5$ m/min; $s=1$ mm; $r=1$; grazie ai quali è possibile ottenere un diametro della goccia di ca. 15 mm (Fig. 4.47).

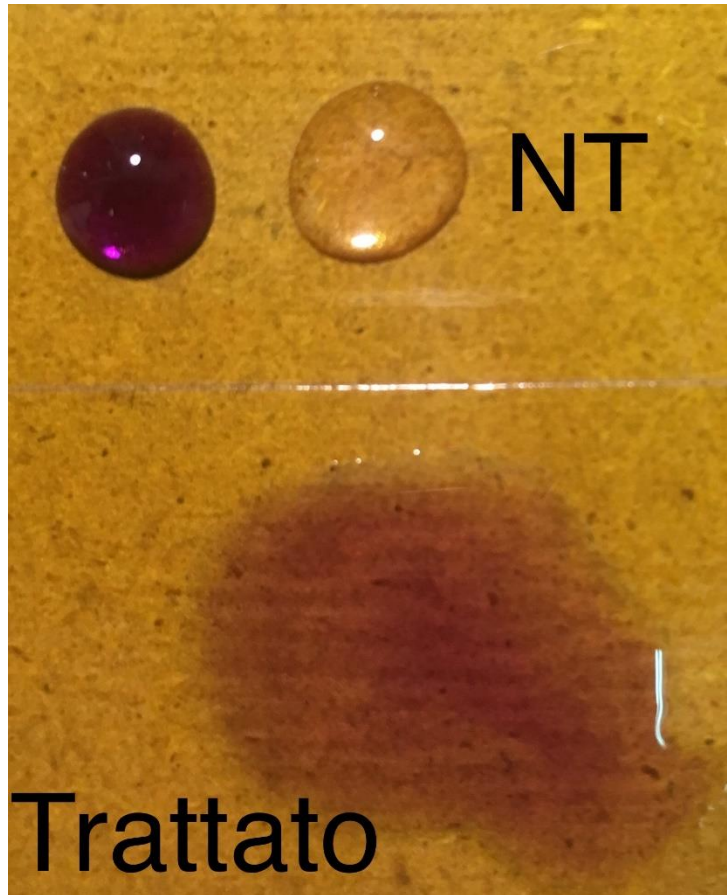


Fig. 4.47 Kapton, ugello circolare 2 mm, pressione d'aria compressa 7 bar, trattamento ottimizzato

Sono in seguito esposte le prove effettuate al fine di studiare l'effetto del trattamento al plasma atmosferico al variare della pressione di aria iniettata nel jet.

- Parametri costanti: $d=10$ mm; $v=5$ m/min; $s=1$ mm; $r=1$.
- Pressioni di aria compressa nel jet valutate: 7 bar e 3 bar.

Il diametro della goccia applicata non è variato al variare della pressione (ca. 15 mm).

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

Sono poi state eseguite molteplici prove al fine di valutare se, diminuendo l'energia del trattamento, si riesca a notare una differenza di diametro della goccia applicata sulla superficie tra trattamenti a differenti pressioni.

- Parametri costanti: $d=10$ mm; $v=10$ m/min; $s=1$; $r=1$.
- Pressioni valutate: 7 bar & 3 bar.

In questo caso, pur rimanendo invariato il diametro della goccia per i due trattamenti (ca. 13 mm), è stata misurata una differenza di temperatura di ca. 5 °C (35.5 °C avendo utilizzato $p=7$ bar e 40 °C avendo utilizzato $p=3$ bar).

- Parametri costanti: $d=10$ mm; $v=20$ m/min; $s=1$; $r=1$.
- Pressioni valutate: 7 bar & 3 bar.

Il diametro della goccia è rimasto invariato a ca. 11 mm.

- Parametri costanti: $d=10$ mm; $v=30$ m/min; $s=1$; $r=1$.
- Pressioni valutate: 7 bar & 3 bar.

Il diametro della goccia è rimasto invariato a ca. 10 mm.

- Parametri costanti: $d=12$ mm; $v=10$ m/min; $s=1$; $r=1$.
- Pressioni valutate: 7 bar & 3 bar.

Il diametro della goccia in questo caso è variato, ma in maniera opposta a come ci si aspettava, ca. 8 mm avendo utilizzato $p=7$ bar e ca. 9 mm avendo utilizzato $p=3$ mm (Fig. 4.48).



Fig. 4.48 Trattamento su kapton, ugello circolare 2 mm, differenti pressioni d'aria compressa

- Parametri costanti: $d=12$ mm; $v=10$ m/min; $s=1$; $r=1$.
- Pressioni valutate: 7 bar & 3 bar.

Il diametro della goccia è stato misurato in due differenti momenti: subito dopo il trattamento e dopo aver aspettato 3 minuti dalla fine del trattamento.

Il diametro della goccia valutato subito dopo il trattamento presenta una differenza di ca. 1 mm tra i due trattamenti, ca. 8 mm con $p=7$ bar e ca. 9 mm con $p=3$ bar (Fig. 4.49 e Fig. 4.50).



Fig. 4.49 Trattamento su kapton, ugello circolare 2 mm, pressione d'aria compressa =7 bar, subito dopo il trattamento



Fig. 4.50 Trattamento su kapton, ugello circolare 2 mm, pressione d'aria compressa =3 bar, subito dopo il trattamento

Il diametro della goccia misurato dopo 3 minuti dalla fine del trattamento invece presenta una differenza ancor più marcata tra i due trattamenti, ca. 8 mm per $p=7$ bar e ca. 10 mm per $p=3$ bar (Fig. 4.51 e Fig. 4.52).



Fig. 4.51 Trattamento su kapton, ugello circolare 2 mm, pressione d'aria compressa =7 bar, 3 minuti dopo il trattamento



Fig. 4.52 Trattamento su kapton, ugello circolare 2 mm, pressione d'aria compressa =3 bar, 3 minuti dopo il trattamento

È stata dunque confermata la considerazione fatta precedentemente.

È stata inoltre fatta una prova per verificare la temperatura della superficie del campione dopo il trattamento per diversi valori di pressione.

Tabella 4.49 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su kapton al variare della pressione d'aria compressa, misura della temperatura

d=10 mm v=10 m/min s=1 mm r=1	
Pressione [bar]	Temperatura (misurata tramite termometro Fluke IR) [°C]
7	34
6	36.3
5	36.7
4	37.2
3	45.1

È stato dunque confermato come, anche per il Kapton, una diminuzione della pressione dell'aria compressa nel jet comporti un aumento dell'effetto termico.

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

Successivamente è stata studiata l'ottimizzazione del trattamento utilizzando però in questo caso diverse tipologie di ugello.

- Ugello avente uscita circolare di diametro 6 mm

Tabella 4.50 Ottimizzazione trattamento, kapton, ugello circolare di diametro 6 mm

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Diametro della goccia applicata, approx. [mm]
10	5	1	1	13
8	5	1	1	13
6	5	1	1	13
3	5	1	1	15
3	5	3	1	15
3	5	5	1	13
3	5	4	1	13
3	10	3	1	14
3	8	3	1	14
3	7	3	1	15

I parametri ritenuti ottimi sono quindi: d=3 mm; v=7 m/min; s=3 mm; r=1.

In questa maniera aumenta il tempo del trattamento di un fattore circa pari a 0.5 rispetto al caso in cui veniva utilizzato l'ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm, inoltre questo ugello ci costringe a lavoro ad una distanza ugello – campione molto ridotta.

Con questo set di parametri è stato valutato l'effetto del trattamento al variare della pressione dell'aria compressa nel jet. Il campione non trattato presentava una temperatura superficiale pari a 27.4 °C.

Tabella 4.51 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su kapton al variare della pressione d'aria compressa, ugello circolare di diametro 6 mm

d=3 mm v=7 m/min s=3 mm r=1		
p [bar]	Temperatura (misurata con termometro IR Fluke) [°C]	Diametro della goccia applicata, approx. [mm]
7	28	15
6	29	15
5	29.3	15
4	30.1	14
3	---	---

Ad una pressione dell'aria compressa nel jet pari a 3 bar non è stato possibile effettuare alcuna misura in quanto il campione bruciava.

È stato confermato anche in questo caso che al diminuire della pressione dell'aria compressa nel jet diminuisca l'effetto chimico (espresso tramite diametro della goccia applicata sul campione) e aumenti l'effetto termico (espresso come temperatura superficiale).

- Ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 mm

Tabella 4.52 Ottimizzazione trattamento, kapton, ugello lineare

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Diametro della goccia applicata, approx. [mm]
3	5	3	1	14
3	5	2	1	14
3	5	1	1	15
3	7	1	1	14
3	3	4	1	15
3	5	4	1	14
3	4	4	1	14
2	4	4	1	15
2	5	4	1	15
2	7	4	1	15
2	7	5	1	13
2	10	4	1	13

I parametri ritenuti ottimi sono quindi: d=2 mm; v=7 m/min; s=4 mm; r=1.

Permettendo quindi di ridurre il tempo di trattamento di un fattore 5.6 rispetto al caso in cui veniva utilizzato l'ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm.

È stato poi valutato l'effetto del trattamento al variare della pressione dell'aria compressa nel jet. Il campione non trattato presentava una temperatura superficiale pari a 23.6 °C.

Tabella 4.53 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su kapton al variare della pressione d'aria compressa, ugello lineare

d=3 mm v=5 m/min s=1 mm r=1		
p [bar]	Temperatura (misurata con termometro IR Fluke) [°C]	Diametro della goccia applicata, approx. [mm]
7	27.7	15
6	29.1	15
5	30.3	15
4	33.9	14
3	35.3	13

Ad una pressione dell'aria compressa nel jet pari a 3 bar sono stati notati alcuni segni di bruciatura.

È stato confermato anche in questo caso che al diminuire della pressione dell'aria compressa nel jet diminuisca l'effetto chimico (espresso tramite diametro della goccia applicata sul campione) e aumenti l'effetto termico (espresso come temperatura superficiale).

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

- Ugello avente uscita circolare di diametro 4 mm

Tabella 4.54 Ottimizzazione trattamento, kapton, ugello circolare di diametro 4 mm

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Diametro della goccia applicata, approx. [mm]
10	5	1	1	13
8	5	1	1	14
6	5	1	1	15
6	5	3	1	13
6	5	2	1	15
6	7	2	1	14
5	7	2	1	14
3	7	2	1	14

I parametri ritenuti ottimi sono quindi: d=6 mm; v=5 m/min; s=2 mm; r=1.

Con questo set di parametri è stato valutato l'effetto del trattamento al variare della pressione dell'aria compressa nel jet. Il campione non trattato presentava una temperatura superficiale pari a 31.3 °C.

Tabella 4.55 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su kapton al variare della pressione d'aria compressa, ugello circolare di diametro 4 mm

d=6 mm v=5 m/min s=2 mm r=1		
p [bar]	Temperatura (misurata con termometro IR Fluke) [°C]	Diametro della goccia applicata, approx. [mm]
7	32.4	15
6	33	15
5	38.8	15
4	34.5	15
3	35.6	14

È stato confermato anche in questo caso che al diminuire della pressione dell'aria compressa nel jet diminuisca l'effetto chimico (espresso tramite diametro della goccia applicata sul campione) e aumenti l'effetto termico (espresso come temperatura superficiale).

4.3.4 CONCLUSIONI GENERALI SUL TRATTAMENTO DEL KAPTON

L'ottimizzazione del trattamento al plasma sul kapton ha dimostrato la possibilità di ottenere una forte attivazione superficiale del campione, permettendo di aumentare il diametro della goccia applicata sul campione da ca. 6 mm a 15 mm.

Dai risultati ottenuti si può inoltre concludere che i parametri ottimizzati per il trattamento tramite jet al plasma freddo a pressione atmosferica sul kapton per i vari ugelli utilizzati sono (pressione di aria compressa nel jet pari a 7 bar):

- ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm: d=10 mm; v=5 m/min; s=1 mm; r=1;
- ugello avente uscita circolare di diametro 4 mm: d=6 mm; v=5 m/min; s=2 mm; r=1;
- ugello avente uscita circolare di diametro 6 mm: d=3 mm; v=7 m/min; s=3 mm; r=1;
- ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 mm: d=2 mm; v=7 m/min; s=4 mm; r=1;

tutti questi differenti set di parametri sono stati ottimizzati, per i vari ugelli, al fine di ottenere un diametro della goccia applicata sulla superficie del campione pari a ca. 15 mm.

Si può concludere che a parità di risultato ottenuto l'ugello che consente di impiegare il minor tempo per il trattamento del campione è l'ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 mm, permettendo di ridurre il tempo di trattamento di un fattore 5.6 rispetto al trattamento che utilizza l'ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm.

4.3.5 TESSUTO-NON-TESSUTO (TNT)

È ora presentato il lavoro svolto al fine di studiare il trattamento al plasma sul Tessuto-Non-Tessuto (TNT). In questo caso ci si è concentrati a studiare l'effetto del trattamento al plasma freddo atmosferico al variare della pressione dell'aria compressa iniettata nel jet, non sull'ottimizzazione del trattamento; è stato utilizzato l'ugello circolare di diametro 2 mm.

Per prima cosa sono state eseguite alcune prove per arrivare ad avere un'ottimizzazione di massima dei parametri da utilizzare.

– Prima prova (Fig. 4.53):

Parametri costanti: $d=5$ mm; $v=10$ m/min; $s=1$; $r=10$.

Pressioni valutate: 7 bar & 3 bar.

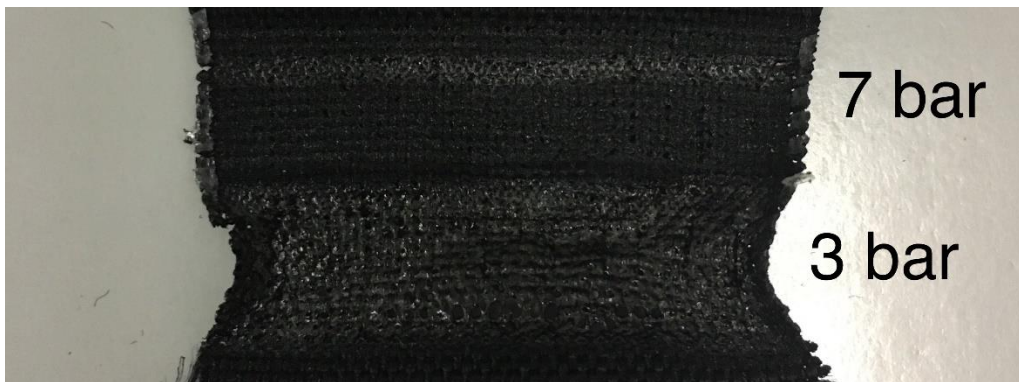


Fig. 4.53 Trattamento su TNT, ugello circolare 2 mm, differenti pressioni d'aria compressa (7 e 3 bar)¹¹

Avendo trattato il campione a pressione minore (3 bar), mantenendo gli altri parametri valutati invariati rispetto al trattamento effettuato a 7 bar, si è dovuto interrompere il trattamento ad un numero di ripetizioni pari a 8 perché il campione si è completamente rotto/sfaldato.

Si vuole ora cercare un set di parametri per cui a 3 bar non si sfaldi il campione.

– Seconda prova:

Parametri costanti: $d=5$ mm; $v=10$ m/min; $s=1$; $r=3$.

Pressioni valutate: 7 bar & 3 bar.

In questo caso il campione rimane intatto con entrambi i trattamenti, il diametro della goccia applicata sulla superficie è uguale in entrambi i casi (ca. 12 mm) però a livello visivo si nota una differenza in termini di 'sbiancamento'.

Si vuole ora cercare un set di parametri per cui, trattando il campione con una pressione dell'aria compressa nel jet pari a 7 bar, il campione non presenti segni eccessivi dal punto di vista visivo dovuti al trattamento al plasma.

– Terza prova:

Parametri costanti: $d=5$ mm; $v=20$ m/min; $s=1$; $r=3$.

Pressioni valutate: 7 bar & 3 bar.

¹¹ la striscia più chiara che si nota sulla zona del campione trattata a 7 bar è dovuta ai passaggi del jet in quella zona nei momenti in cui il jet si riposizionava tra una ripetizione e l'altra del trattamento effettuato a 3 bar

In questo caso il campione rimane intatto con entrambi i trattamenti, il diametro della goccia applicata in superficie cambia nei due casi (ca. 10 mm con $p=7$ bar e ca. 8 mm con $p=3$ bar), dal punto di vista visivo a 7 bar si nota un leggerissimo sbiancamento però a 3 bar si nota una differenza piuttosto marcata.

– Quarta prova:

Parametri costanti: $d=5$ mm; $v=20$ m/min; $s=1$; $r=1$

Pressioni valutate: 7 bar & 3 bar.

In questo caso, pur notandosi una leggera differenza dal punto di vista visivo, il diametro della goccia applicata risulta invariato (ca. 7 mm) per entrambi i trattamenti.

Il set di parametri scelto è: $d=5$ mm; $v=20$ m/min; $s=1$; $r=3$.

Con questo set di parametri è stato trattato uno stesso campione, in zone differenti ovviamente, valutando temperatura della superficie e diametro della goccia applicata, adottando le seguenti pressioni: 7 bar; 6 bar; 5 bar; 4 bar; 3 bar (Fig. 4.54).

Tabella 4.56 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su TNT al variare della pressione d'aria compressa

Pressione	Temperatura (valutata con termometro IR Fluke)	Diametro goccia
7 bar	31.2 °C	ca. 10 mm
6 bar	32 °C	ca. 10 mm
5 bar	33.8 °C	ca. 9 mm
4 bar	35.3 °C	ca. 8 mm
3 bar	38.5 °C	ca. 8 mm

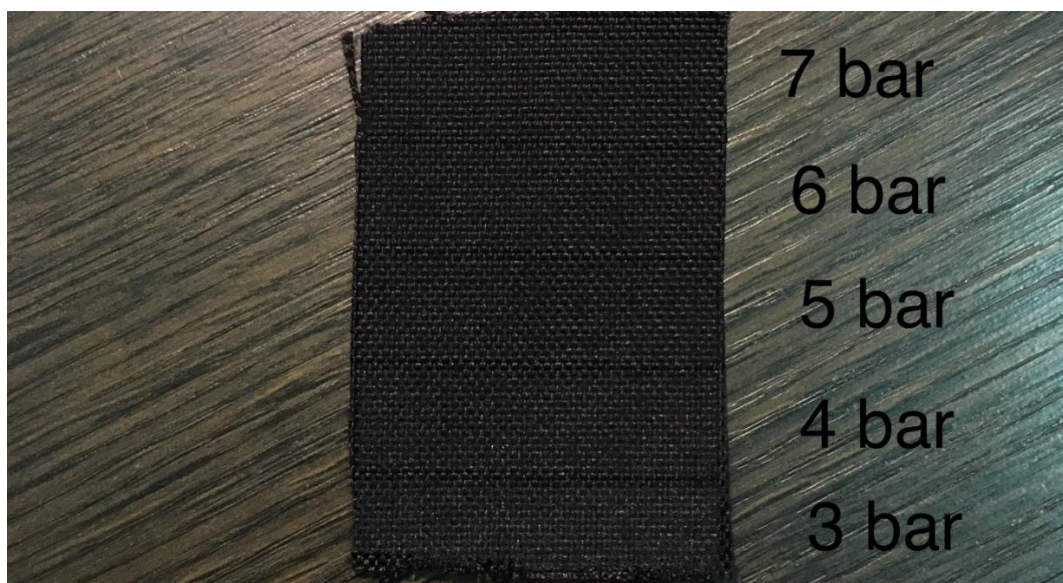


Fig. 4.54 Trattamento su TNT, ugello circolare 2 mm, differenti pressioni d'aria compressa

4.3.6 CONCLUSIONI GENERALI SUL TRATTAMENTO DEL T-N-T

Questo studio ha confermato il trend osservato precedentemente con altri materiali, ossia che, diminuendo la pressione dell'aria compressa all'interno del jet, pur mantenendo invariati i restanti parametri, si osserva una temperatura crescente della superficie del campione (aumento di ca. 7°C) e anche una diminuzione del diametro della goccia applicata sulla superficie del campione (diminuzione di ca. 2 mm), stando ad indicare come una diminuzione della pressione comporti una diminuzione dell'effetto chimico del plasma e un aumento dell'effetto termico dello stesso.

4.3.7 PELLE

È ora presentato il lavoro svolto al fine di studiare il trattamento al plasma sulla pelle del tipo liscio bianco.

Sono state effettuate svariate prove al fine di studiare l'effetto del trattamento tramite jet al plasma freddo a pressione atmosferica sfruttando diversi ugelli.

Per tutti i casi studiati è stato per prima cosa ottimizzato il trattamento, successivamente è stato studiato l'effetto del trattamento al variare della pressione dell'aria compressa nel jet.

Il diametro della goccia applicata su di un campione Non Trattato (NT) è pari a ca. 6 mm.

- Ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm

Il trattamento era stato precedentemente ottimizzato e sono ora stati confermati i parametri precedentemente trovati: $d=10$ mm; $v=8$ m/min; $s=3$ mm; $r=2$; ottenendo un diametro della goccia applicata sulla superficie pari a ca. 9 mm (Fig. 4.55).

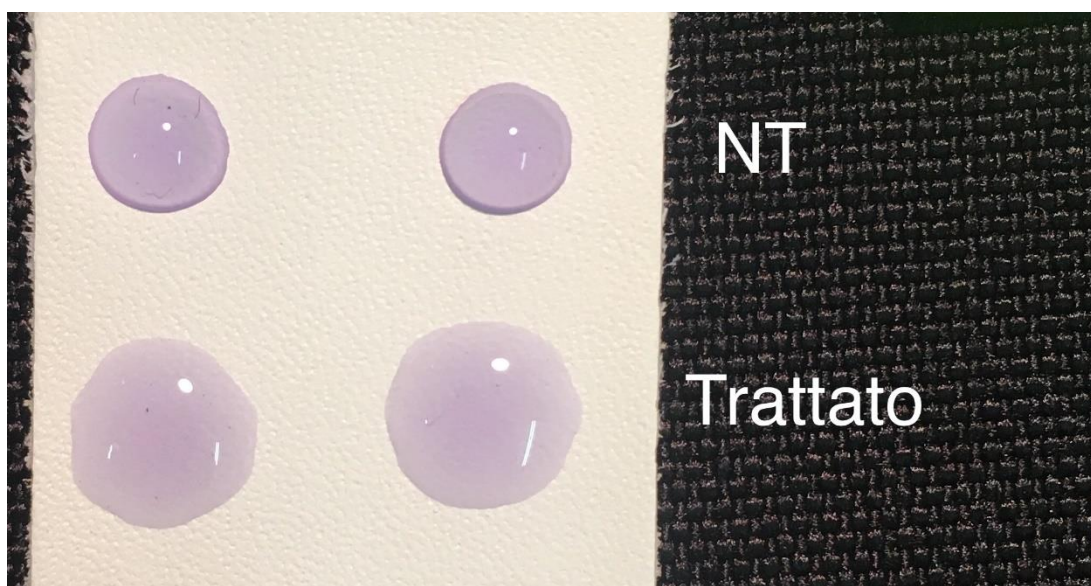


Fig. 4.55 Pelle tipo liscio bianco, ugello circolare 2 mm, pressione d'aria compressa 7 bar, trattamento ottimizzato

Utilizzando questo set di parametri è stato studiato l'effetto del trattamento a differenti pressioni dell'aria compressa nel jet. La temperatura superficiale della zona trattata è stata misurata tramite termometro IR Fluke. Il campione NT presentava una temperatura di 24.7 °C.

Tabella 4.57 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su pelle al variare della pressione d'aria compressa

d=10 mm v=8 m/min s=3 mm r=2		
Pressione [bar]	Temperatura [°C]	Diametro della goccia, approx. [mm]
7	29.5	9
6	30.0	9
5	31.2	9
4	32.5	8
3	34.8	8

Lo studio dell'effetto del trattamento a differenti pressioni dell'aria compressa nel jet ha confermato che, al diminuire della pressione stessa, diminuisca l'effetto chimico del jet, dimostrato dalla

diminuzione del diametro della goccia applicata in superficie, e aumenti l'effetto termico dello stesso, dimostrato dall'innalzamento della temperatura superficiale.

- Ugello avente uscita circolare di diametro 6 mm

Si è proceduto inizialmente all'ottimizzazione del trattamento; in seguito sono esposti i risultati ottenuti.

Tabella 4.58 Ottimizzazione trattamento, pelle, ugello circolare di diametro 6 mm

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
10	8	3	2	Diametro goccia ca. 9 mm
10	10	3	2	Diametro goccia ca. 9 mm
10	20	3	2	Diametro goccia ca. 8 mm
10	10	5	2	Diametro goccia ca. 8 mm
10	10	3	1	Diametro goccia ca. 8 mm
5	10	3	2	Diametro goccia ca. 9 mm
5	20	3	2	Diametro goccia ca. 9 mm
5	30	3	2	Diametro goccia ca. 9 mm
5	30	3	1	Diametro goccia ca. 9 mm
5	30	5	1	Diametro goccia ca. 8 mm
5	30	4	1	Diametro goccia ca. 8 mm
3	30	5	1	Diametro goccia ca. 8 mm
3	30	4	1	Diametro goccia ca. 9 mm

I parametri ottimizzati sono dunque i seguenti: d=3 mm; v=30 m/min; s=4 mm; r=1; grazie ai quali si ottiene un diametro della goccia applicata sulla superficie del campione pari a ca. 9 mm.

Utilizzando questo set di parametri è stato studiato l'effetto del trattamento a differenti pressioni dell'aria compressa nel jet. La temperatura superficiale della zona trattata è stata misurata tramite termometro IR Fluke. Il campione NT presentava una temperatura di 26.3 °C.

Tabella 4.59 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su pelle al variare della pressione d'aria compressa, ugello circolare di diametro 6 mm

d=3 mm v=30 m/min s=4 mm r=1		
Pressione [bar]	Temperatura [°C]	Diametro della goccia, approx. [mm]
7	27.5	9
6	27.5	9
5	28	8.5
4	29	8
3	29.5	8

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

Lo studio dell'effetto del trattamento a differenti pressioni dell'aria compressa nel jet ha confermato che, al diminuire della pressione stessa, diminuisca l'effetto chimico del jet, dimostrato dalla diminuzione del diametro della goccia applicata in superficie, e aumenti l'effetto termico dello stesso, dimostrato dall'innalzamento della temperatura superficiale.

- Uscita avente uscita circolare di diametro 4 mm

Si è proceduto inizialmente all'ottimizzazione del trattamento; in seguito sono esposti i risultati ottenuti.

Tabella 4.60 Ottimizzazione trattamento, pelle, ugello circolare di diametro 4 mm

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
10	8	3	2	Diametro goccia ca. 8 mm
3	30	4	1	Diametro goccia ca. 8 mm
3	30	5	1	Diametro goccia ca. 8 mm
5	30	4	1	Diametro goccia ca. 8 mm
3	20	4	1	Diametro goccia ca. 8 mm
3	20	3	1	Diametro goccia ca. 8 mm
3	15	3	1	Diametro goccia ca. 9 mm

I parametri ottimizzati sono dunque i seguenti: d=3 mm; v=15 m/min; s=3 mm; r=1; grazie ai quali si ottiene un diametro della goccia applicata sulla superficie del campione pari a ca. 9 mm.

Utilizzando questo set di parametri è stato studiato l'effetto del trattamento a differenti pressioni dell'aria compressa nel jet. La temperatura superficiale della zona trattata è stata misurata tramite termometro IR Fluke. Il campione NT presentava una temperatura di 21.5 °C.

Tabella 4.61 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su pelle al variare della pressione d'aria compressa, ugello circolare di diametro 4 mm

d=3 mm v=15 m/min s=3 mm r=1		
Pressione [bar]	Temperatura [°C]	Diametro della goccia, approx. [mm]
7	26.2	9
6	27.3	9
5	27.6	9
4	28.4	9
3	29.4	8

Lo studio dell'effetto del trattamento a differenti pressioni dell'aria compressa nel jet ha confermato che, al diminuire della pressione stessa, diminuisca l'effetto chimico del jet, dimostrato dalla diminuzione del diametro della goccia applicata in superficie, e aumenti l'effetto termico dello stesso, dimostrato dall'innalzamento della temperatura superficiale.

- Ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 mm

Si è proceduto inizialmente all'ottimizzazione del trattamento; in seguito sono esposti i risultati ottenuti.

Tabella 4.62 Ottimizzazione trattamento, pelle, ugello lineare

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
3	10	3	1	Diametro goccia ca. 9 mm
3	15	3	1	Diametro goccia ca. 9 mm
3	30	3	1	Diametro goccia ca. 8 mm
3	20	3	1	Diametro goccia ca. 9 mm
3	25	3	1	Diametro goccia ca. 8 mm
3	20	5	1	Diametro goccia ca. 8 mm
3	20	4	1	Diametro goccia ca. 9 mm
2	30	4	1	Diametro goccia ca. 9 mm
2	30	5	1	Diametro goccia ca. 9 mm
2	30	6	1	Diametro goccia ca. 9 mm
2	30	7	1	Diametro goccia ca. 8 mm

I parametri ottimizzati sono dunque i seguenti: d=2 mm; v=30 m/min; s=6 mm; r=1; grazie ai quali si ottiene un diametro della goccia applicata sulla superficie del campione pari a ca. 9 mm.

Utilizzando questo set di parametri è stato studiato l'effetto del trattamento a differenti pressioni dell'aria compressa nel jet. La temperatura superficiale della zona trattata è stata misurata tramite termometro IR Fluke. Il campione NT presentava una temperatura di 26.2 °C.

Tabella 4.63 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su pelle al variare della pressione d'aria compressa, ugello lineare

d=3 mm v=20 m/min s=4 mm r=1		
Pressione [bar]	Temperatura [°C]	Diametro della goccia, approx. [mm]
7	27.3	9
6	30.3	9
5	30.5	8
4	32.2	7
3	32.9	7

Lo studio dell'effetto del trattamento a differenti pressioni dell'aria compressa nel jet ha confermato che, al diminuire della pressione stessa, diminuisca l'effetto chimico del jet, dimostrato dalla diminuzione del diametro della goccia applicata in superficie, e aumenti l'effetto termico dello stesso, dimostrato dall'innalzamento della temperatura superficiale.

4.3.8 COCNLUSIONI GENERALI SUL TRATTAMENTO DELLA PELLE

L'ottimizzazione del trattamento al plasma sulla pelle del tipo liscia bianca ha dimostrato la possibilità di ottenere una buona attivazione della superficie, portando il diametro della goccia applicata sulla superficie del campione da ca. 6 mm a ca. 9 mm.

Dai risultati ottenuti si può inoltre concludere che i parametri ottimizzati per il trattamento tramite jet al plasma freddo a pressione atmosferica sulla pelle per i vari ugelli utilizzati sono (pressione di aria compressa nel jet pari a 7 bar):

- ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm: $d=10$ mm; $v=8$ m/min; $s=3$ mm; $r=2$;
- ugello avente uscita circolare di diametro 4 mm: $d=3$ mm; $v=15$ m/min; $s=3$ mm; $r=1$;
- ugello avente uscita circolare di diametro 6 mm: $d=3$ mm; $v=30$ m/min; $s=4$ mm; $r=1$;
- ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 mm: $d=2$ mm; $v=30$ m/min; $s=6$ mm; $r=1$;

Tutti questi differenti set di parametri sono stati ottimizzati, per i vari ugelli, al fine di ottenere un diametro della goccia applicata sulla superficie del campione pari a ca. 9 mm.

Si può concludere che a parità di risultato ottenuto l'ugello che consente di impiegare il minor tempo per il trattamento del campione è l'ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 mm, permettendo di ridurre il tempo di trattamento di un fattore 15 rispetto al trattamento che utilizza l'ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm.

4.4 LEGNI

Come prima cosa sono state effettuate varie prove al fine di valutare come varia l'effetto del trattamento al plasma atmosferico sulla superficie del legno al variare della pressione dell'aria compressa all'interno del jet sui pannelli MDF.

In questo caso è stato studiato l'effetto di bruciatura che si ha sul campione e l'estensione della goccia applicata sulla superficie trattata (Fig. 4.56 e Fig. 4.57).

Parametri mantenuti costanti: $d=5$ mm, $v=20$ m/min, $s=1$ mm, $r=1$.

Pressioni valutate: 7 bar, 6 bar, 5 bar, 4 bar e 3 bar.

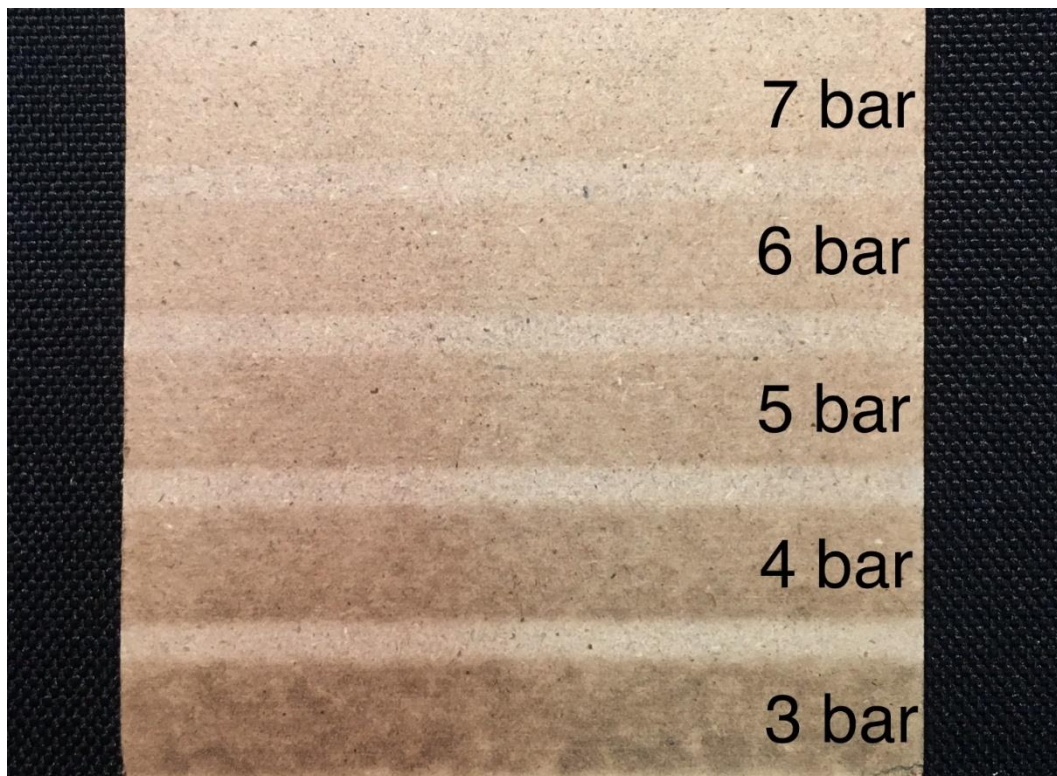


Fig. 4.56 Trattamento effettuato su legno MDF a differenti pressioni d'aria compressa

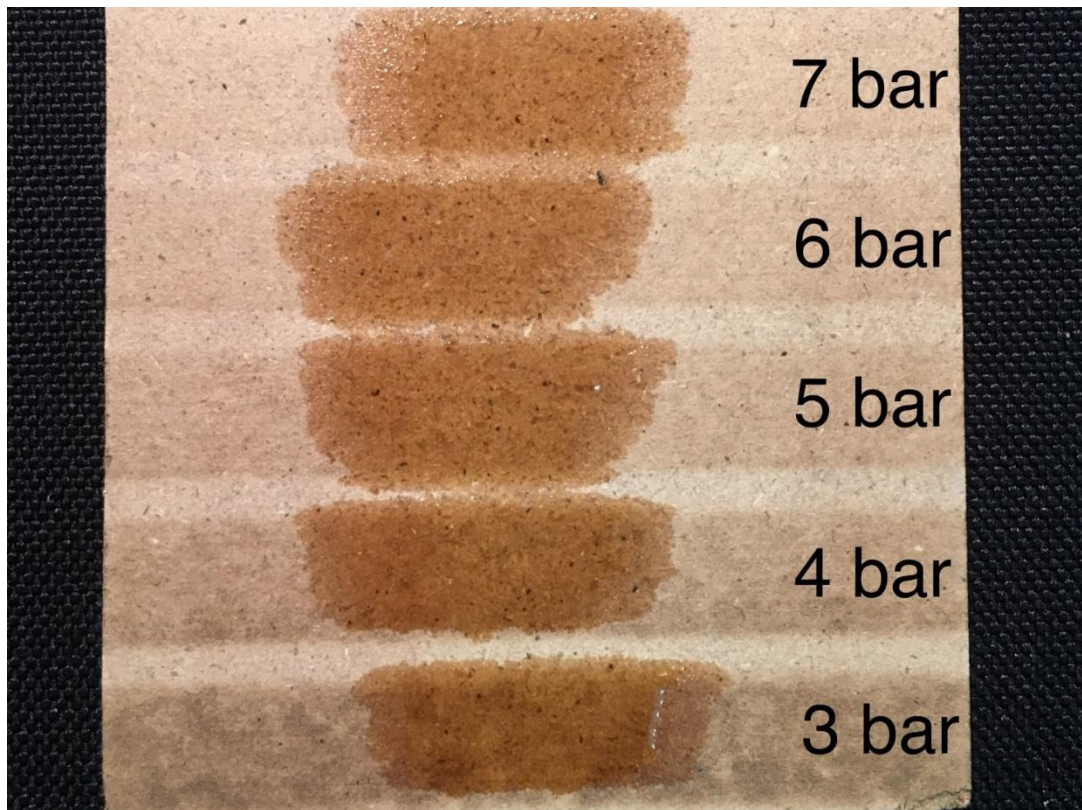


Fig. 4.57 Valutazione dell'estensione della goccia per trattamenti effettuati su legno MDF a differenti pressioni d'aria compressa

Come si può notare dalle foto, diminuendo la pressione si ha un effetto di bruciatura via via più accentuato, mentre per quanto riguarda l'estensione della goccia non si notano sostanziali differenze.

4.4.1 LEGNO MASSICCIO

Caratteristiche da Non Trattato (NT):

- diametro goccia ca. 5 mm
- tempo di assorbimento della goccia ca. 1 minuto e 30 secondi
- estensione della goccia assorbita ca. 20 mm.

4.4.1.1 Ottimizzazione trattamenti per diversi ugelli

Si è ora proceduto allo studio del trattamento tramite jet al plasma atmosferico su questo materiale usando vari ugelli dello stesso jet.

- Ugello avente uscita circolare di diametro 4 mm

Come prima cosa si è cercato di ottimizzare il trattamento, in seguito sono esposti i risultati ottenuti.

Tabella 4.64 Ottimizzazione trattamento, legno massiccio, ugello circolare di diametro 4 mm

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
10	10	2	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 10 s; estensione della goccia assorbita ca. 15 mm
8	10	2	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 3 s; estensione della goccia assorbita ca. 35 mm
8	5	2	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 2 s; estensione della goccia assorbita ca. 40 mm
7	5	2	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 2 s; estensione della goccia assorbita non chiara
7	10	2	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 4 s; estensione della goccia assorbita ca. 40 mm

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

6	5	2	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 0 s; estensione della goccia assorbita ca. 40 mm; MA leggera bruciatura
6	10	2	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 2 s; estensione della goccia assorbita ca. 30 mm
6	10	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 0 s; estensione della goccia assorbita ca. 40 mm
6	10	4	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 4 s; estensione della goccia assorbita ca. 40 mm
6	10	4	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 7 s; estensione della goccia assorbita ca. 30 mm
6	15	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 5 s; estensione della goccia assorbita ca. 40 mm
6	20	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 5 s; estensione della goccia assorbita ca. 40 mm
6	17	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 5 s; estensione della goccia assorbita ca. 40 mm
6	12	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 2 s; estensione della goccia assorbita ca. 40 mm

I parametri ottimizzati con questo tipo di ugello (ugello circolare di diametro 4 mm) sono quindi: $d=6$ mm; $v=10$ m/min; $s=3$ mm; $r=1$.

Con questo set di parametri è stato valutato l'effetto del trattamento a differenti pressioni di aria compressa nel jet (Fig. 4.58).

Tabella 4.65 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su legno massiccio al variare della pressione d'aria compressa, ugello circolare di diametro 4 mm

d=6 mm v=10 m/min s=3 mm r=1		
Pressione [bar]	Tempo di assorbimento della goccia, approx. [s]	Estensione della goccia assorbita, approx. [mm]
7	0	40
6	5	40
5	20	30
4	20	20
3	30	20



Fig. 4.58 Trattamento su legno LM, ugello circolare 4 mm, differenti pressioni d'aria compressa

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

- Ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 mm

Come prima cosa si è cercato di ottimizzare il trattamento, in seguito sono esposti i risultati ottenuti.

Tabella 4.66 Ottimizzazione trattamento, legno massiccio, ugello lineare

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
5	10	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 15 s; estensione della goccia assorbita ca. 40 mm
5	5	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 10 s; estensione della goccia assorbita ca. 40 mm
3	5	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 0 s; estensione della goccia assorbita ca. 40 mm; ma brucia
3	10	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 0 s; estensione della goccia assorbita ca. 40 mm; leggera bruciatura
3	20	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 0 s; estensione della goccia assorbita ca. 40 mm; leggerissima bruciatura
4	20	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 0 s; estensione della goccia assorbita ca. 40 mm
4	20	4	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 5 s; estensione della goccia assorbita ca. 40 mm

4	25	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 2 s; estensione della goccia assorbita ca. 35 mm
---	----	---	---	---

I parametri ottimizzati con questo tipo di ugello (ugello lineare 1 mm x 8 mm) sono quindi: $d=4$ mm; $v=20$ m/min; $s=3$ mm; $r=1$.

Con questo set di parametri è stato valutato l'effetto del trattamento a differenti pressioni di aria compressa nel jet (Fig. 4.59).

Tabella 4.67 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su legno massiccio al variare della pressione d'aria compressa, ugello lineare

d=4 mm v=20 m/min s=3 mm r=1		
Pressione [bar]	Tempo di assorbimento della goccia, approx. [s]	Estensione della goccia assorbita, approx. [mm]
7	0	40
6	4	40
5	15	35
4	10	35
3	12	35



Fig. 4.59 Trattamento su legno LM, ugello lineare, differenti pressioni d'aria compressa

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

- Ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm

Come prima cosa si è cercato di ottimizzare il trattamento, in seguito sono esposti i risultati ottenuti.

Tabella 4.68 Ottimizzazione trattamento, legno massiccio

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
10	10	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 15 s; estensione della goccia assorbita ca. 20 mm
10	10	2	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 5 s; estensione della goccia assorbita ca. 30 mm
8	10	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 0 s; estensione della goccia assorbita ca. 35 mm; brucia
8	20	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 5 s; estensione della goccia assorbita ca. 25 mm; leggera bruciatura
8	20	2	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 2 s; estensione della goccia assorbita ca. 25 mm; leggerissima bruciatura
8	30	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 20 s; estensione della goccia assorbita ca. 25 mm
9	10	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 10 s; estensione della goccia assorbita ca. 30 mm; leggerissimi segni di bruciatura

9	10	2	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 0 s; estensione della goccia assorbita ca. 25 mm
9	20	2	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 0 s; estensione della goccia assorbita ca. 25 mm
9	30	2	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 5 s; estensione della goccia assorbita ca. 25 mm
9	25	2	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 5 s; estensione della goccia assorbita ca. 25 mm
9	22	2	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 3 s; estensione della goccia assorbita ca. 25 mm

I parametri ottimizzati con questo tipo di ugello (ugello circolare 2 mm) sono quindi: $d=9$ mm; $v=20$ m/min; $s=2$ mm; $r=1$.

Con questo set di parametri è stato valutato l'effetto del trattamento a differenti pressioni di aria compressa nel jet (Fig. 4.60).

Tabella 4.69 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su legno massiccio al variare della pressione d'aria compressa

d=9 mm v=20 m/min s=2 mm r=1		
Pressione [bar]	Tempo di assorbimento della goccia, approx. [s]	Estensione della goccia assorbita, approx. [mm]
7	0	25
6	0	25
5	5	25
4	5	25
3	10	20

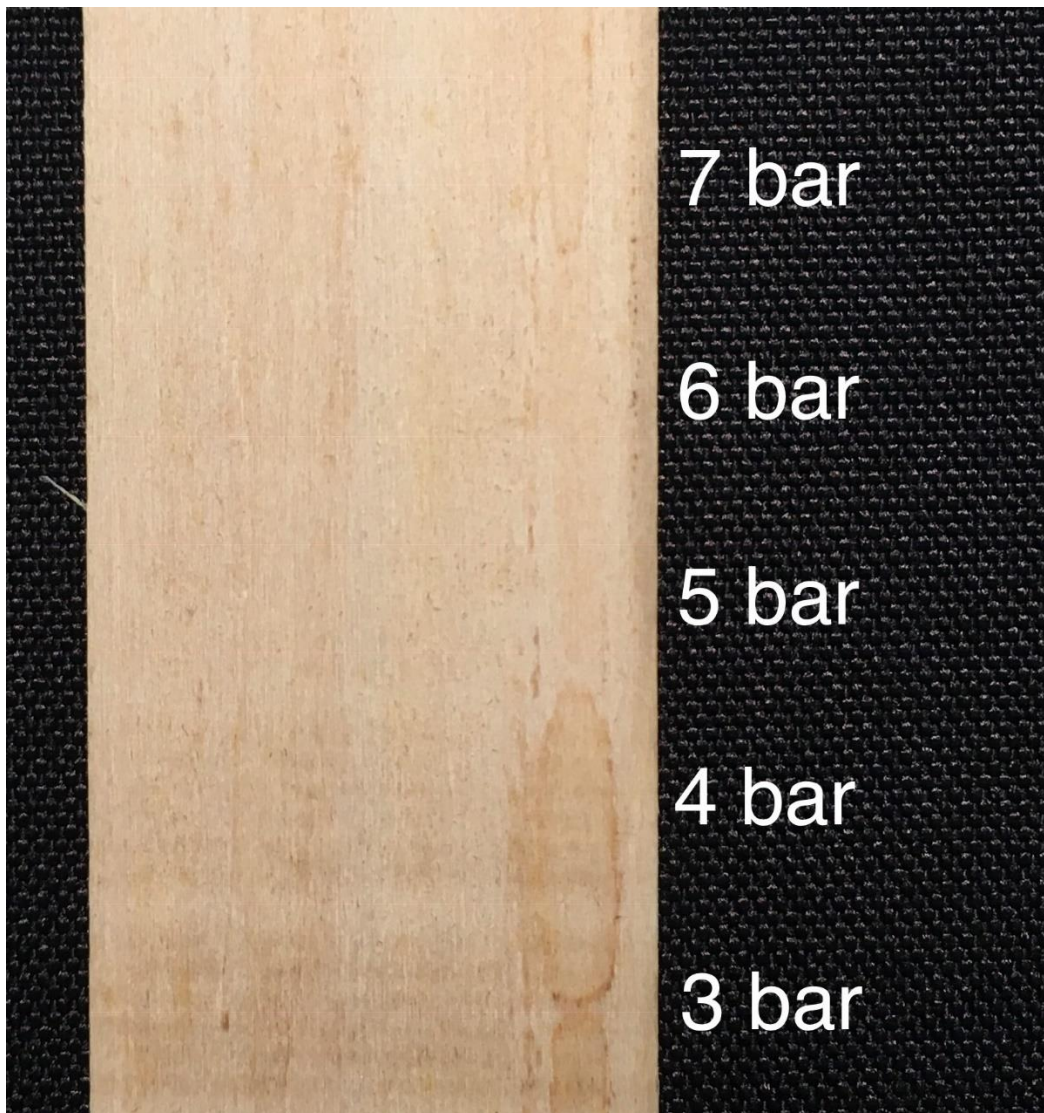


Fig. 4.60 Trattamento su legno LM, ugello circolare 2 mm, differenti pressioni d'aria compressa

- Ugello avente uscita circolare di diametro 6 mm

Come prima cosa si è cercato di ottimizzare il trattamento, in seguito sono esposti i risultati ottenuti.

Tabella 4.70 Ottimizzazione trattamento, legno massiccio, ugello circolare di diametro 6 mm

d [mm]	v [m/min]	s [mm]	r	Commenti
10	10	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 30 s; estensione della goccia assorbita ca. 30 mm
5	10	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 5 s; estensione della goccia assorbita ca. 30 mm; brucia
5	20	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 15 s; estensione della goccia assorbita ca. 35 mm; brucia leggermente
5	30	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 30 s; estensione della goccia assorbita ca. 35 mm
6	10	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 15 s; estensione della goccia assorbita ca. 30 mm
7	10	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 40 s; estensione della goccia assorbita ca. 35 mm; brucia leggermente
3	30	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 40 s; estensione della goccia assorbita ca. 35 mm; brucia leggermente
8	10	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 25 s; estensione della goccia assorbita ca. 35 mm; brucia leggermente
9	20	2	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 0 s; estensione della goccia assorbita ca. 25 mm
9	10	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 30 s; estensione della goccia assorbita ca. 30 mm

4. OTTIMIZZAZIONE DEI TRATTAMENTI SU MATERIALI INDUSTRIALI TRAMITE JET AL PLASMA FREDDO A PRESSIONE ATMOSFERICA: PARTE SPERIMENTALE

9	5	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 10 s; estensione della goccia assorbita ca. 30 mm; brucia leggermente
9	10	2	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 45 s; estensione della goccia assorbita ca. 30 mm
9	5	2	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 30 s; estensione della goccia assorbita ca. 30 mm; brucia leggermente
9	10	2	2	Tempo di assorbimento della goccia ca. 20 s; estensione della goccia assorbita ca. 30 mm
9	10	1	2	Tempo di assorbimento della goccia ca. 5 s; estensione della goccia assorbita ca. 30 mm; brucia
9	20	1	2	Tempo di assorbimento della goccia ca. 15 s; estensione della goccia assorbita ca. 30 mm; leggerissima bruciatura
9	30	1	3	Tempo di assorbimento della goccia ca. 5 s; estensione della goccia assorbita ca. 30 mm
8	30	1	3	Tempo di assorbimento della goccia ca. 10 s; estensione della goccia assorbita ca. 30 mm, brucia leggermente
9	30	1	4	Tempo di assorbimento della goccia ca. 5 s; estensione della goccia assorbita ca. 30 mm; brucia leggermente
9	30	1	5	Tempo di assorbimento della goccia ca. 5 s; estensione della goccia assorbita ca. 30 mm; brucia leggermente
10	5	3	1	Tempo di assorbimento della goccia ca. 30 s; estensione della goccia assorbita ca. 30 mm

Dai risultati ottenuti si può dunque notare come, utilizzando questo tipo di ugello (circolare 6 mm), non si riesca ad ottenere un assorbimento pressoché istantaneo della goccia, tantomeno senza bruciare il campione. Ciò potrebbe essere spiegato dal fatto che essendo l'uscita dell'ugello relativamente larga, con questo tipo di ugello non si riesca a smaltire il calore prodotto dalla scarica (interna all'ugello) in maniera sufficiente tale da rendere effettuabile un trattamento su questo tipo di materiale.

L'ottimizzazione del trattamento, pur non avendo raggiunto gli stessi risultati in termini di attivazione superficiale ottenuti utilizzando le altre tipologie di ugello, si è ottenuta grazie ai seguenti parametri: $d=9$ mm; $v=30$ m/min; $s=1$ mm; $r=3$; che comportano un tempo di assorbimento della goccia di ca. 5 s.

Si è comunque voluto studiare l'effetto ottenuto dal trattamento tramite jet al plasma freddo atmosferico al variare della pressione di aria compressa nel jet (Fig. 4.61). I parametri utilizzati per questo studio sono: $d=9$ mm; $v=10$ m/min; $s=3$ mm; $r=1$.

Tabella 4.71 Verifica variazione dell'effetto del trattamento su legno massiccio al variare della pressione d'aria compressa, ugello circolare di diametro 6 mm

d=9 mm v=10 m/min s=3 mm r=1		
Pressione [bar]	Tempo di assorbimento della goccia, approx. [s]	Estensione della goccia assorbita, approx. [mm]
7	20	30
6	20	30
5	30	30
4	30	25
3	> 90	30



Fig. 4.61 Trattamento su legno LM, ugello circolare 6 mm, differenti pressioni d'aria compressa

4.4.2 CONCLUSIONI GENERALI SUL TRATTAMENTO DEL LEGNO MASSICCIO

L'ottimizzazione del trattamento al plasma sul legno massiccio ha dimostrato la possibilità di ottenere una forte attivazione della superficie, abbassando il tempo di assorbimento della goccia sulla stessa superficie da 1 minuto e 30 secondi a ca. 0 secondi ed un diametro della goccia che passa da 5 mm ad avere un alone di ca. 25 mm.

Dai risultati ottenuti si può inoltre concludere che i parametri ottimizzati per il trattamento tramite jet al plasma freddo a pressione atmosferica sulla pelle per i vari ugelli utilizzati sono (pressione di aria compressa nel jet pari a 7 bar):

- ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm: $d=9$ mm; $v=20$ m/min; $s=2$ mm; $r=1$;
- ugello avente uscita circolare di diametro 4 mm: $d=6$ mm; $v=10$ m/min; $s=3$ mm; $r=1$;
- ugello avente uscita circolare di diametro 6 mm: ---
- ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 mm: $d=4$ mm; $v=20$ m/min; $s=3$ mm; $r=1$;

tutti questi differenti set di parametri sono stati ottimizzati, per i vari ugelli, al fine di ottenere un assorbimento della goccia pressoché istantaneo.

Si può concludere che a parità di risultato ottenuto l'ugello che consente di impiegare il minor tempo per il trattamento del campione è l'ugello avente uscita lineare 1 mm x 8 mm, permettendo di ridurre il tempo di trattamento di un fattore 1.5 rispetto al trattamento che utilizza l'ugello avente uscita circolare di diametro 2 mm, pur dovendo ridurre anche la distanza ugello – campione trattato.

5. CONCLUSIONI

Lo scopo del lavoro della tesi è di ottimizzare il trattamento tramite il jet al plasma freddo a pressione atmosferica precedentemente descritto su diversi materiali: metalli, tessuti, pelli e legni.

Il risultato ottenuto è stato una forte attivazione superficiale in termini di aumento dell'idrofilia dei vari materiali e anche un effetto di decolorazione del tessuto denim.

L'ottimizzazione del trattamento, ottenuta tramite lo studio dei vari parametri messi in gioco, ha permesso di ridurre il più possibile il tempo del trattamento, al fine di renderlo sempre più interessante dal punto di vista industriale.

Speciale attenzione è stata dedicata a minimizzare l'effetto termico del trattamento al plasma, che permette di aumentare l'efficienza del trattamento (l'effetto chimico), in particolare nel caso di materiale singolare (tessuto denim) sul quale è possibile avere 2 effetti diversi (attivazione e anche decolorazione).

L'ottimizzazione dei parametri permette di minimizzare l'effetto termico su tutti materiali, aumentando la resa dell'effetto chimico (attivazione). Un altro scopo dell'ottimizzazione è stato minimizzare il tempo del trattamento, importante per applicazioni in industria.

I risultati più importanti sono:

- **ugello lineare è più produttivo nel senso del tempo impiegato nel trattamento su diversi materiali;**
- **ugello lineare deve essere applicato a distanze ridotte dal campione (3 – 6 mm);**
- **per trattamento del tessuto denim è più indicato l'applicazione dell'ugello circolare con diametro 2 mm;**
- **per l'attivazione del denim è vantaggioso posizionare il jet a distanze più grandi, di ca. 12 mm;**
- **per decolorazione del denim è vantaggioso posizionare jet a distanze di ca. 7 mm;**
- **per tutte le applicazioni è preferibile applicare la pressione d'aria compressa di 7 bar.**

Il lavoro sarà in parte (ottimizzazione di parametri del jet per decolorazione di denim) presentato in Workshop "Atmospheric Plasma for Industry" (Padua University, 23.05.19).

L'effetto della variazione di pressione dell'aria compressa nel jet sull'effetto chimico del trattamento (attivazione o decolorazione) e sull'effetto termico sul materiale sarà approfondito in continuazione della ricerca.

RINGRAZIAMENTI

Ringrazio il mio relatore, il professor Fabrizio Dughiero, per avermi dato la possibilità di studiare un argomento così interessante ed affascinante sia dal punto di vista teorico che dal punto di vista applicativo.

Ringrazio il mio correlatore, il dottor Illya Kulyk, per avermi affiancato durante questi sei mesi, per il supporto e per l'aiuto datomi e per tutto ciò che mi ha insegnato.

Ringrazio i miei genitori, Stefano e Alessandra, e tutta la mia famiglia, per l'educazione ricevuta e per non avermi mai fatto mancare niente, so che su di voi potrò sempre contare.

Ringrazio la mia ragazza Elisa per il supporto e la vicinanza che continuamente mi dimostri, sei la mia sicurezza.

Ringrazio tutti i miei amici, per tutti i bei momenti passati insieme e per tutti quelli che ancora devono arrivare, per voi ci sarò sempre.

Ringrazio tutte le persone afferenti al laboratorio di elettrotermia dell'Università di Padova i quali non mi hanno mai fatto mancare aiuto e consigli in caso di bisogno.

Ringrazio tutte le persone incontrate durante il mio percorso che mi hanno aiutato ad essere ciò che sono.

BIBLIOGRAFIA

- [1] A. Friedman, *Plasma Chemistry*, New York, Cambridge University Press, 2008
- [2] M. Scapinello, *Studio di processi al plasma freddo a pressione atmosferica per il trattamento delle fibre tessili*, Università degli studi di Padova, 2012
- [3] C. Tendero, C. Tixier, P. Tristant, J. Desmaison, P. Leprince, “Atmospheric pressure plasmas: A review”, Elsevier B.V., 2005
- [4] E. Buratin, *Caratterizzazione di una torcia a plasma atmosferico per deposizione di film sottili da precursori liquidi*, Università degli studi di Padova, 2013
- [5] F. Fanelli, F. Fracassi, “Atmospheric pressure non-equilibrium plasma jet technology: general features, specificities and applications in surface processing of materials”, Elsevier B.V., 2017
- [6] L. Bardos, H. Barankova, “Cold atmospheric plasma: Sources, processes, and applications”, Elsevier B.V., 2010
- [7] Z.Q. Wu, B.A. Zhang, Y.B. Qiu, S.C. Li, “Estimating the departure from LTE of non-LTE plasmas”, Pergamon, China, 2001
- [8] I. Kulyk, M. Stefan, “Atmospheric Plasma Innovative Roll-to-Roll Machine for Continuous Materials”, World Academy of Science, Engineering and Technology International Journal of Mechanical and Mechatronics Engineering, 2012
- [9] S. Gottardello, *Trattamento superficiale di materiali metallici mediante plasma a pressione atmosferica: ottimizzazione del processo e caratterizzazione dei prodotti*, Università degli studi di Padova, 2012
- [10] G. Vergari, *Review sui Plasmi a pressione atmosferica*, Università degli studi di Padova, 2009
- [11] J. T. Gudmundsson, A. Hecimovic, “Foundations of DC plasma sources, Plasma Sources Sci. Technol.”, 2017
- [12] N. Sprang, D. Theirich, J. Engemann, “Plasma and ion beam surface treatment of polyethylene, Elsevier”, 1995
- [13] J.B. Lynch, P.D. Spence, D.E. Baker, T.A. Postlethwaite, “Atmospheric pressure plasma treatment of polyethylene via a pulse dielectric barrier discharge: comparison using various gas composition versus corona discharge in air”, Inc J Appl Polym Sci, 1999
- [14] O. Kwon, S. Tang, S. Myung, N. Lu, H. Choi, “Surface characteristics of polypropylene film treated by an atmospheric pressure plasma”, Elsevier, 2004
- [15] V. Prysiazhnyi, P. Vasina, N.R. Panyala, J. Havel, M. Cernak, “Air DCSBD plasma treatment of Al surface at atmospheric pressure”, Elsevier, 2012
- [16] O. Goosens, E. Dekempeneer, D. Vangeneugden, R. Van de Leest, C. Leys, “Application of atmospheric pressure dielectric barrier discharges in deposition, cleaning and activation”, Elsevier, 2001
- [17] A.V. Pocius, “Adhesion and adhesive technology”, New York, 1997, pp.130-133, pp. 143-181

- [18] C. Kan, H. Cheung, Q. Chan, "A study of plasma-induced ozone treatment on the colour fading of dyed cotton", Elsevier B.V, 2015
- [19] Paul M. Whitmore, Glen R. Cass, *Studies in Conservation*, Vol. 34, No. 2, Taylor & Francis, 1989, pp. 85-97
- [20] H. F. Cheung, C. W. Kan, C. W. M. Yuen, J. Yip, M. C. Law, "Colour Fading of Textile Fabric by Plasma Treatment, Institute of Textiles and Clothing", The Hong Kong Polytechnic University, Hung Hom, Kowloon 852, Hong Kong, 2012
- [21] C. W. Kan, C. W. M. Yuen, "Effect of atmospheric pressure plasma treatment on the desizing and subsequent colour fading process of cotton denim fabric, Institute of Textiles and Clothing", The Hong Kong Polytechnic University, Hung Hom, Kowloon, Hong Kong, 2012
- [22] A. P. S. Crema, N. A. Debacher, *The use of organic degradation byproducts of non-thermal plasma in drug synthesis*, Chemistry Department Universidade Federal de Santa Catarina, Fliruanópolis, Brazil
- [23] C. W. Kan, C. F. Lam, C. K. Chan, S. P. Ng, "Using atmospheric pressure plasma treatment for treating grey cotton fabric", Elsevier B. V., Hong Kong, 2013
- [24] Z. Cai, Y. J. Hwang, M. McCord, Y. Qiu, "Desizing of cotton fabrics by helium atmospheric pressure plasma", China, North Carolina
- [25] P. Ma, X. Wang, W. Xu, G. Cao, "Application of Corona Discharge on Desizing of Polyvinyl Alcohol on Cotton Fabrics", Wiley InterScience, 2009
- [26] N. Shiraishi, D. N.-S. Hon, "Wood and Cellulosic Chemistry", Clemson University, South Carolina, Kyoto University, Japan, CRC Press, 2000
- [27] M. Bigan, B. Mutel, "Cold remote plasma modification of wood: Optimization process using experimental design", France, Elsevier, 2018
- [28] L. Podgorski, B. Chevet, L. Onic, A. Merlin, "Modification of wood wettability by plasma and corona treatments", France, Elsevier, 1999
- [29] R. Wascher, G. Avramidis, U. Vetter, R. Damm, F. Peters, H. Militz, W. Viöl, "Plasma induced effects within the bulk material of wood veneers", Germany, Elsevier, 2014
- [30] W. Chen, X. Zhou, X. Zhang, M. Feizbakhshan, Y. Cao, S. Shi, T. Nguyen, M. Chen, "Fast formation of hydrophobic coating on wood surface via an energy-saving dielectric barrier discharges plasma", China, Canada, Elsevier, 2018
- [31] W. Chen, X. Zhou, X. Zhang, J. Bian, S. Shi, T. Nguyen, M. Chen, J. Wan, "Fast enhancement of hydrophobicity of polar wood surface using low-pressure dielectric barrier discharges (DBD) plasma", China, Elsevier, 2017
- [32] B. Hünnekens, G. Avramidis, G. Ohms, A. Krause, W. Viöl, H. Militz, "Impact of plasma treatment under atmospheric pressure on surface chemistry and surface morphology of extruded and injection-molded wood-polymer composites (WPC)", Germany, Elsevier, 2018