

# FOOD Packages

Bimestrale - N° 32 Mar-Apr 2010 - ANNO VI

edizioni  ARTEK

Overview

## Confezionare carne e pesce

*Meat and fish packaging*

Dossier

## Igiene e disinfestazione

*Health: food and drinks packaging*

Technologies

## Trattamento a fiamma

*Flame treatment*



Patrocinato da



**BIMONTHLY ON TESTING, DESIGN & TECHNOLOGIES IN FOOD PACKAGING**

ISSN 1827-2533

Poste Italiane S.p.a. - Sped. in A.P. - D.L. 353/2003 (conv. in L. 27/02/2004 n°46) art. 1, comma 1, DCB Varese.

# Trattamento a fiamma

**Per utilizzare i film poliolefinici come materiali per il confezionamento alimentare è necessario migliorarne le proprietà di barriera. Il trattamento a fiamma, una valida alternativa al trattamento a corona permette di rivestirli anche con le lacche più difficili da stendere, come quelle base-acqua**

Le proprietà chimico-fisiche delle poliolefine (PE e PP) ne fanno degli ottimi materiali da imballaggio, in virtù di specifiche e uniche performance. Parliamo delle eccellenti proprietà ottiche, della scarsa rigidità, dell'elevata barriera al vapore d'acqua, dell'inerzia ad acidi, oli, alcoli, della resistenza allo stress-cracking e dell'isolamento elettrico. Non meno importante, il costo unitario inferiore rispetto ad altri polimeri come il PET. Tuttavia, le poliolefine presentano una elevata permeabilità ai gas, che ne rende impensabile l'applicazione come materiale tal quale in settori come il food packaging. In questo specifico settore infatti l'elevata barriera all'ossigeno, ad esempio, è una prerogativa essenziale per l'estensione della shelf-life di quei prodotti sensibili all'ossidazione. Per migliorare tale proprietà, si possono ottenere strutture multistrato mediante processi come la


laminazione e la coestruzione, in cui la poliolefina viene unita a ulteriori layers (ad es. PP/EVOH/PE), oppure si possono depositare sottili strati barriera ai gas detti coatings, mediante laccatura. Anche in un'ottica di ottimizzazione dell'imballaggio, l'attuale tendenza è quella di adottare la seconda via, sicuramente più economica e a minore impatto ambientale, visto che, a parità di performance finali, consente di utilizzare un packaging più leggero. La deposizione di coatings incontra però alcuni ostacoli di processo legati alla natura idrofobica delle poliolefine, che presentano una superficie 'recalcitrante', ovvero poco adatta ai trattamenti superficiali. Ciò è dovuto ai bassi valori di energia superficiale ( $\sim 32$  dyne  $\text{cm}^{-1}$ ), che rendono la deposizione di lacche, vernici e inchiostri un'operazione ardua da espletare. Al fine di incrementarne la bagnabilità, ovvero per aumen-

## Flame treatment

*It is necessary to improve the barrier properties of polyolefin films to use them as materials for food packaging. The flame treatment, a valuable alternative to corona treatment, allows to cover them also with lacquers very difficult to apply as those water-based. These are the results of the researchers team of Distam - Department of Food and Microbiologic Sciences and Technologies, Università degli Studi in Milan, who studied the effect of the flame treatment depending on the kind of used gas and of the wrinkles on the polyolefin substrate. More in details, in the first part of testing the flame treatment was made on polypropylene cast small plates (thickness 1mm) using three different fuels (methane, butane and propane) raw or mixed with air. Afterwards it was decided to consider the influence of the*

substrate topography using small plates with 3 different levels of wrinkles. The samples under examination were then flame treated keeping the three main process parameters steady (distance from the flame, mixture air/gas, treatment time). In any case the effect of the treatment was quantified setting the contact angle to the interface solid/liquid/air and defining the surface energy expressed in  $\text{dyne cm}^{-1}$ .


The results obtained up to now show how the flame treatment allows to increase drastically the surface energy of materials hard to wet as polypropylene. However the kind of gas to use and the topography of the sample to treat turned to be two main parameters to consider. Other variables linked to the process conditions (and in particular to the combustion phenomenon) should be considered to maximize the treatment. Among these the air/gas relation of the mixture, the treatment time and the flame area used for the treatment would merit further study.

Anyway flame treatment turns to be a valid option to corona treatment for polyolefin surfaces. There are many reasons: its stability in the course of time, the quick material activation, the absence of mechanical damages (microholes) and of ozone and the fact that the treatment is only on the surface that avoids the back side effect. 

tarne i valori di energia superficiale ( $\text{dyne cm}^{-1}$ ), i film poliolefinici destinati all'imballaggio flessibile subiscono in prevalenza il cosiddetto *trattamento a corona*, che consiste in una scarica elettrica caratterizzata da alto voltaggio ed alta tensione per promuovere la ionizzazione della superficie del substrato plastico. Il risultato è una maggiore affinità del substrato verso il liquido depositato. Una valida alternativa al trattamento a corona, ad oggi non sfruttata pienamente, è il *trattamento a fiamma*. Come suggerisce il nome stesso, tale trattamento consiste in una miscela aria/gas che, grazie alle numerose specie radicaliche associate al processo della combustione, garantisce l'attivazione della superficie trattata.

Dalle prove preliminari sembra essere l'unico in grado di garantire la successiva deposizione di lacche difficilmente stendibili, come quelle 'base-acqua', a causa degli alti valori di tensione superficiale. Per verificare tale ipotesi, un team di ricercatori del Distam - Dipartimento di Scienze e Tecnologie Alimentari e Microbiologiche, Università degli Studi di Milano, ha studiato l'effetto del trattamento a fiamma in funzione del tipo di gas utilizzato e della rugosità del substrato poliolefinico. Più in particolare, nella prima parte della sperimentazione il trattamento a fiamma è stato realizzato su piastrine di polipropilene cast

(spessore 1 mm) utilizzando tre differenti combustibili (metano, butano e propano), tal quali o miscelati con aria. Successivamente, invece, si è deciso di considerare l'influenza della topografia del substrato utilizzando piastrine a tre differenti livelli di rugosità. I campioni in esame sono poi stati trattati a fiamma mantenendo costanti i principali tre parametri di processo (distanza dalla fiamma, miscela aria/gas, durata del trattamento). L'effetto del trattamento è stato in ogni caso quantificato mediante determinazione dell'angolo di contatto all'interfaccia solido/liquido/aria e attraverso la definizione dell'energia superficiale espressa in  $\text{dyne cm}^{-1}$ .

I risultati finora ottenuti mostrano come il trattamento a fiamma permetta di incrementare drasticamente l'energia superficiale di materiali scarsamente bagnabili come il polipropilene. Tuttavia, a tale scopo il tipo di gas da utilizzare e la topografia del campione da trattare sono risultati essere due parametri fondamentali da considerare. Altre variabili legate alle condizioni di processo (e in particolare al fenomeno della combustione) dovrebbero essere prese in considerazione ai fini di massimizzare il trattamento. Fra queste, il rapporto aria/gas della miscela, il tempo di trattamento e la zona della fiamma usata per il trattamento stesso meritano ulteriore approfondimento. Il trattamento a fiamma risulta comunque essere una valida alternativa al trattamento a corona per le superfici poliolefiniche. Le ragioni sono numerose: la sua stabilità nel tempo, l'elevata velocità di attivazione del materiale, l'assenza di danni meccanici (microfori) e di ozono e il fatto che il trattamento sia solo superficiale, il che evita il back side effect. 



**TEAM**

S. Farris, S. Pozzoli, P. Biagioni,  
S. Mancinelli, A. Angeli, L. Piergiovanni

**LABORATORI**

Distam - Dipartimento di Scienze e  
Tecnologie Alimentari e Microbiologiche,  
Università degli Studi di Milano;  
LNESS, Dipartimento di Fisica,  
Politecnico di Milano;  
esseCI srl - Narni (TR)

**CAMPIONI**

Lastrine PP-cast (70 mm x 70 mm x  
1mm); Trattatore a fiamma (prototipo  
di laboratorio).

Gas: metano, propano (GPL), butano

**ANALISI**

Angolo di contatto ed energia  
superficiale (OCA 15 + Video-Based  
Optical Contact Angle Meter,  
Germany);

Rugosità (atomic force microscopy,  
Alpha-SNOM, WITec GmbH, Germany)

**SCOPO**

Valutazione dell'effetto del  
trattamento a fiamma in funzione del  
tipo di gas utilizzato e della rugosità  
del substrato poliolefinico

**RISULTATI**

Il trattamento a fiamma permette di  
incrementare drasticamente l'energia  
superficiale di materiali scarsamente  
bagnabili come il polipropilene. Si pone  
dunque come una valida alternativa al  
trattamento a corona per le superfici  
poliolefiniche

**Trattamento a fiamma**

Nella prima fase dello studio vengono utilizzati tre differenti gas (metano, butano e propano), che hanno evidenziato un differente comportamento in termini di efficacia nell'attivazione della superficie. Come si può notare dai dati riportati nella Tabella 1, sebbene tutti i gas abbiano prodotto un aumento del valore di energia superficiale rispetto al campione tal quale, il propano si è rivelato il più efficace, riuscendo ad attivare in misura più consistente il substrato in esame. L'effetto minore, invece, si è registrato per il butano, mentre il metano si colloca in una posizione intermedia, a parità di condizioni di trattamento. Da un'analisi più approfondita, inoltre, è possibile notare come il trattamento a fiamma determini un aumento della componente polare da un valore prossimo a zero per il campione tal quale a un valore massimo di circa 7.55 dyne cm<sup>-1</sup> per i campioni trattati utilizzando il GPL. Questi dati confermano come

Parametro	GAS				
	PP t.q.	Butano	Metano	GPL	GPL+ Aria
Energia superficiale (dyne cm <sup>-1</sup> )	29.37 (±1.9)	36.21 (±2.3)	38.72 (±2.13)	39.8 (±1.8)	44.30 (±2.45)
Componente polare (dyne cm <sup>-1</sup> )	0.36	7.01	5.91	7.55	12.25
Componente dispersa (dyne cm <sup>-1</sup> )	29.01	29.2	32.82	32.28	32.06

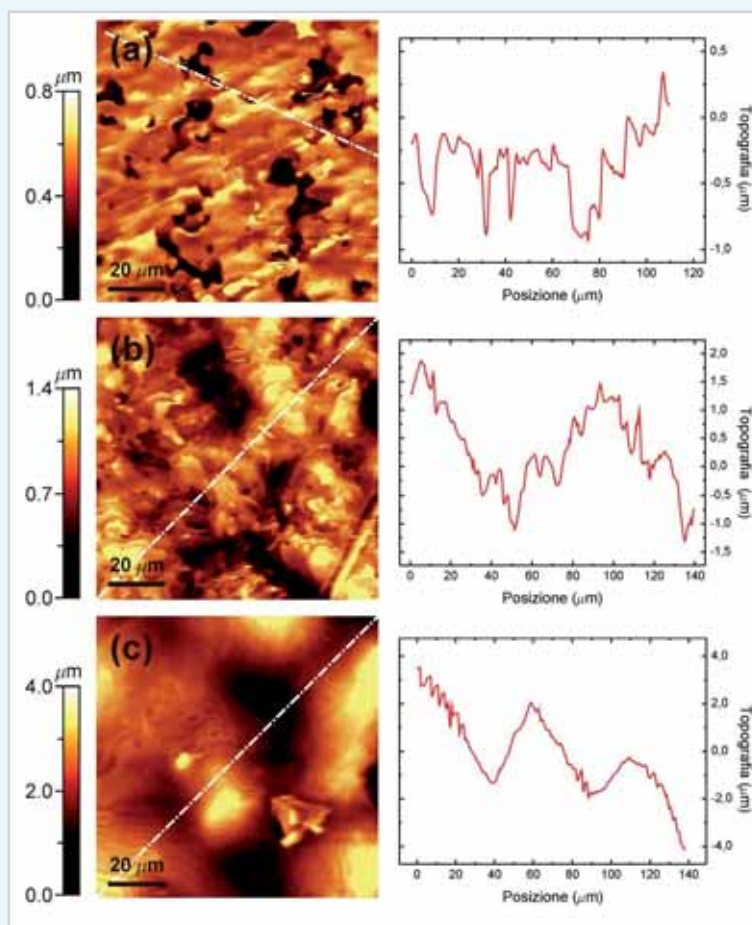
**Tabella 1: Valori di energia superficiale (dyne cm<sup>-1</sup>) e relative componenti dei provini tal quali e in seguito a trattamento a fiamma con diversi gas.**

**Liquidi utilizzati: acqua e diiodometano.**

	Campione L non trattato [Angolo °]	Campione M non trattato [Angolo °]	Campione H non trattato [Angolo °]
<b>Media</b>	108.57	100.0417	91.377
<b>Dev.St.</b>	2.8151	4.24884	1.6258
<b>C.V.</b>	2.5927	4.247071	1.7792

**Tabella 2: Valori di angolo di contatto (liquido utilizzato: acqua) di tre tipologie di provini in PP cast tal quali a tre diversi gradi di rugosità: L (bassa), M (media), H (alta). I valori medi indicati derivano da 10 repliche.**

il trattamento a fiamma intervenga nell'attivazione della superficie del substrato mediante l'innesto di gruppi polari sulla catena poliolefinica attraverso reazioni di tipo ossidativo. Ed è proprio aumentando la componente polare che risulterà più attiva la superficie del substrato rispetto ad altre facce polari, come ad esempio quelle dei coatings 'base-acqua'. Infine, come confermato dall'ultima colonna della Tabella 1, pre-miscelando secondo un rapporto stechiometrico ben definito il gas selezionato a un flusso di aria esterno è possibile ottenere risultati ancora migliori. Infatti, la presenza dell'ossigeno all'interno dell'aria consente un'ossidazione più spinta e, in ultima istanza, una maggiore attivazione superficiale. Dalle varie prove effettuate è emerso che il rapporto aria/gas risulta essere una variabile fondamentale, che bisogna considerare attentamente per un'adeguata riuscita del trattamento. Nella fase successiva sono state considerate tre tipologie di provini, differenti per la topografia superficiale. In particolare, un'attenta analisi al microscopio a forza atomica (AFM) ha consentito di quantificare i tre diversi gradi di rugosità di tre provini di PP cast. I campioni lisci (L, Figura 1a) hanno evidenziato una rugosità dell'ordine di 390 nm; i campioni a rugosità media (M, Figura 1b) dell'ordine di 550 nm; infine, quelli a rugosità elevata (H, Figura 1c) dell'ordine di 1.34  $\mu\text{m}$ . Diversi sono anche i rispettivi valori di angolo di contatto, come riportato in Tabella 2. Come si può intuire, le tre differenti tipologie di substrato evidenziano già in partenza bagnabilità differenti. In particolare, i provini a rugosità più elevata appaiono i più idonei alla deposizione di coatings. Ciononostante, i valori di angolo di contatto misurati sono comunque troppo alti per garantire una laccatura idonea. Per questo motivo, il successivo trattamento della superficie risulta essere un passaggio obbligato al fine di attivare la superficie aumentando l'energia superficiale e quindi garantire l'adeguata adesione substrato/coating. I valori di energia superficiale dei campioni a bassa (L) e alta



**Figura 1: Immagini AFM della superficie di tre differenti tipologie di provini di PP cast: (a) bassa rugosità; (b) media rugosità; (c) alta rugosità**

(H) rugosità ottenuti dopo il trattamento a fiamma (miscela aria/GPL) dimostrano come l'attivazione più consistente (ovvero l'innalzamento di energia superficiale più evidente) sia stato registrato per i provini ad alta rugosità (H), mentre non è stato possibile riscontrare una differenza significativa tra i provini a bassa (L) e media (M) rugosità, i cui valori di energia superficiale si aggirano attorno ai 45  $\text{dyne cm}^{-1}$ .

I migliori risultati ottenuti per i provini ad elevata rugosità confermano quanto già riportato in letteratura, ovvero che la suscettibilità al trattamento a fiamma aumenta all'aumentare della superficie unitaria esposta, ovvero all'aumentare della rugosità. I campioni ad elevata rugosità, in seguito al trattamento, hanno evidenziato un angolo di contatto pari a circa  $\sim 66^\circ$ , contro i  $\sim 97^\circ$  dello stesso provino non trattato.