

Università degli Studi di Padova – Dipartimento di Ingegneria Industriale

Corso di Laurea in Ingegneria Chimica e dei Materiali

Relazione per la prova finale

***«Produzione ed efficienza di membrane
nanostrutturate contenenti TiO_2 per
rimozione di sostanze inquinanti dalle acque»***

Tutor universitario: Prof.ssa

Martina Roso

Laureando: *Andrea Huang*

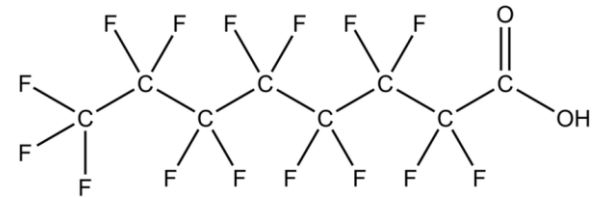
Padova, 07/03/2024

L'acqua è una risorsa preziosa da proteggere: indispensabile per tutti gli esseri viventi (umani, animali e vegetali).

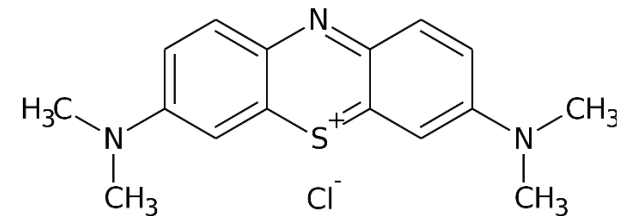
Lo sviluppo del settore industriale ha portato gravi inquinamenti delle acque dovuto alla contaminazione di sostanze chimiche.



- **PFOA**: è un acido carbossilico di sintesi, una particolare tipologia di tensioattivi, difficile da degradare e può accumularsi nel corpo umano.



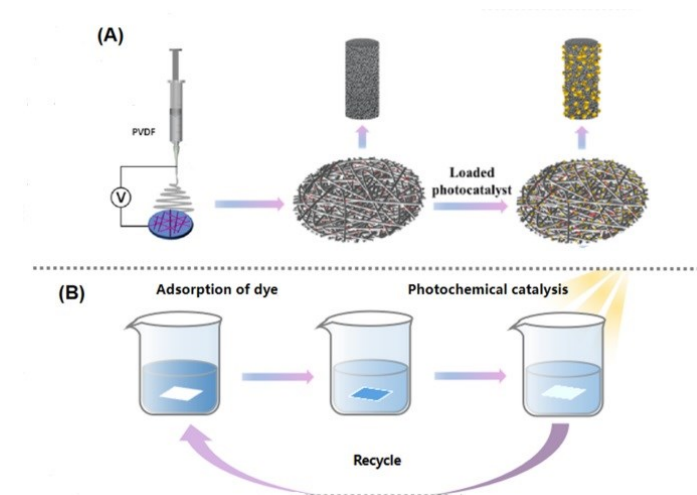
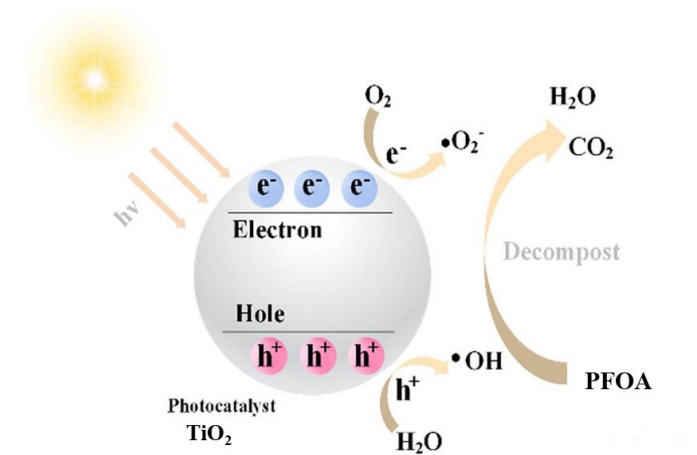
- **Blu di metilene**: è un colorante organico sintetico, molto utilizzato nell'industria tessile, ma è un composto nocivo e cancerogeno.



Obiettivo: produrre e valutare la performance di due membrane nanostrutturate, una per la degradazione fotocatalitica del PFOA e l'altra per l'adsorbimento del blu di metilene dalle soluzioni acquose.

Le fasi del lavoro:

- 1) Preparazione delle soluzioni polimeriche
- 2) Realizzazione delle membrane tramite electrospinning
- 3) Caratterizzazione delle membrane
- 4) Analisi dei test di abbattimento degli inquinanti

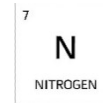


❖ Preparazione della membrana in **PI/TiO₂**

Soluzione strutturale:

- 1.072g di ODA
- 1.186g di PMDA
- 8.145g di DMF

Il tutto viene svolto in un ambiente inerte.



Importante:
la viscosità ≥ 60 poise.

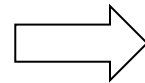
Soluzione catalitica:

- 4.5g di TBT
- 8.124g di acido acetico
- 1.652g di PVP
- 11.16g di etanolo

❖ Preparazione della membrana in **PVDF/Borosilicato**

Soluzione 1:

- 0.1g di TiO₂
- 4.8g di Acetone
- 2g di PVDF



Viene lasciata miscelare per almeno 1 ora a 50°C.

Viene aggiunta una altra miscela composta da 1g di vetro borosilicato (BoSi) e 3.2g di DMF.



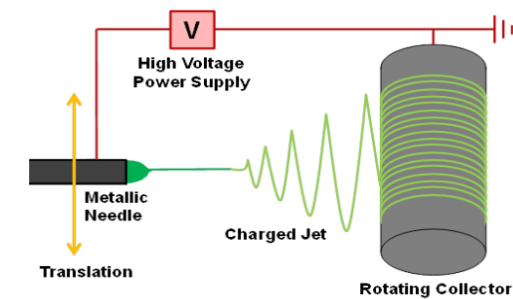
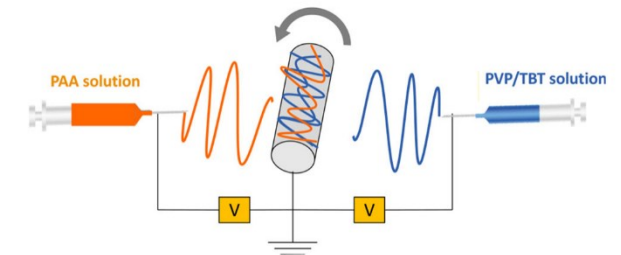
Condizioni di elettrofilatura:

- Membrana in PI/TiO₂:

Materiale	Portata [mL/h]	Voltaggio [kV]	Distanza [cm]	Diametro ago [mm]	Umidità rel. [%]	Tempo [h]
PAA	1	18	15	1.2	32-40%	5
TBT+PVP	1.5	11	10	0.7	32-40%	5

- Membrana in PVDF/Borosilicato:

Materiale	Portata [mL/h]	Voltaggio [kV]	Distanza [cm]	Diametro ago [mm]	Umidità rel. [%]	Tempo [h]
PVDF	2	13-14	15	1.2	60-68%	5



➤ Membrana in PAA-PVP/TBT → PI/TiO₂

Il **trattamento termico** fino a 400°C permette:

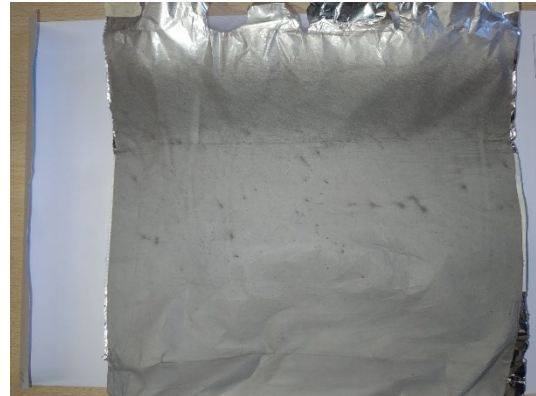
- L'imidizzazione dell'acido poliamico in fibre di poliimmidi
- La degradazione del polimero di supporto PVP
- L'attivazione del catalizzatore



➤ Membrana in PVDF/Borosilicato

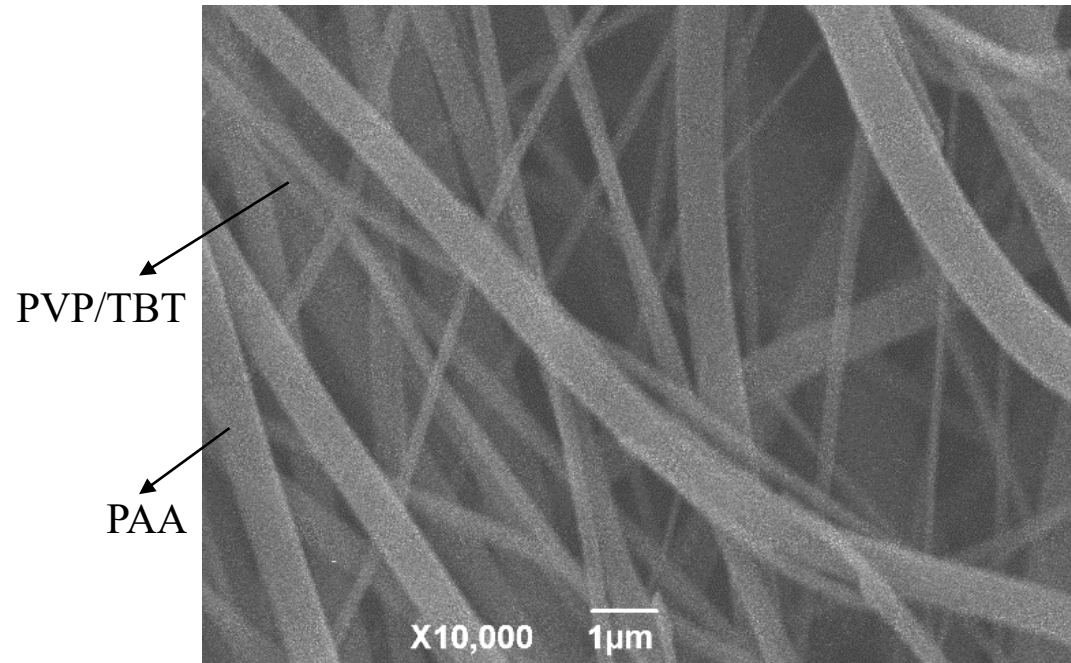
L'**attivazione alcalina** mediante la soda caustica (NaOH) consente:

- Di creare una membrana ad elevata porosità
- La formazione di ioni Na⁺ sulla superficie
- L'aumento del numero di gruppi OH⁻



SEM

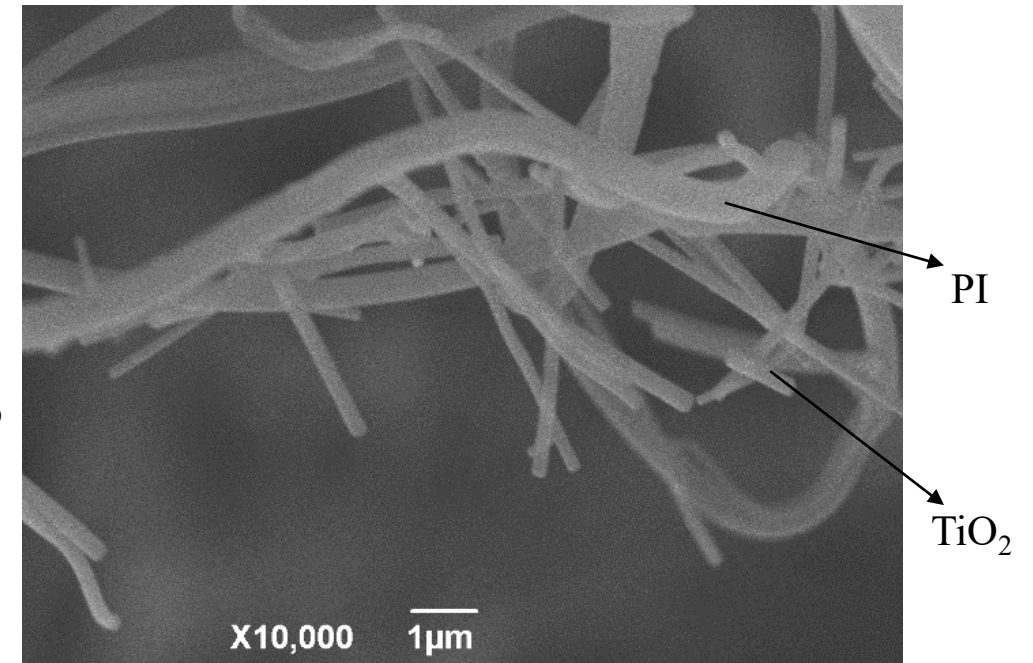
Membrana PAA-PVP/TBT



Materiale	Diametro medio	Deviazione standard
PAA	720 nm	90 nm
PVP/TBT	200 nm	35 nm

Trattamento termico

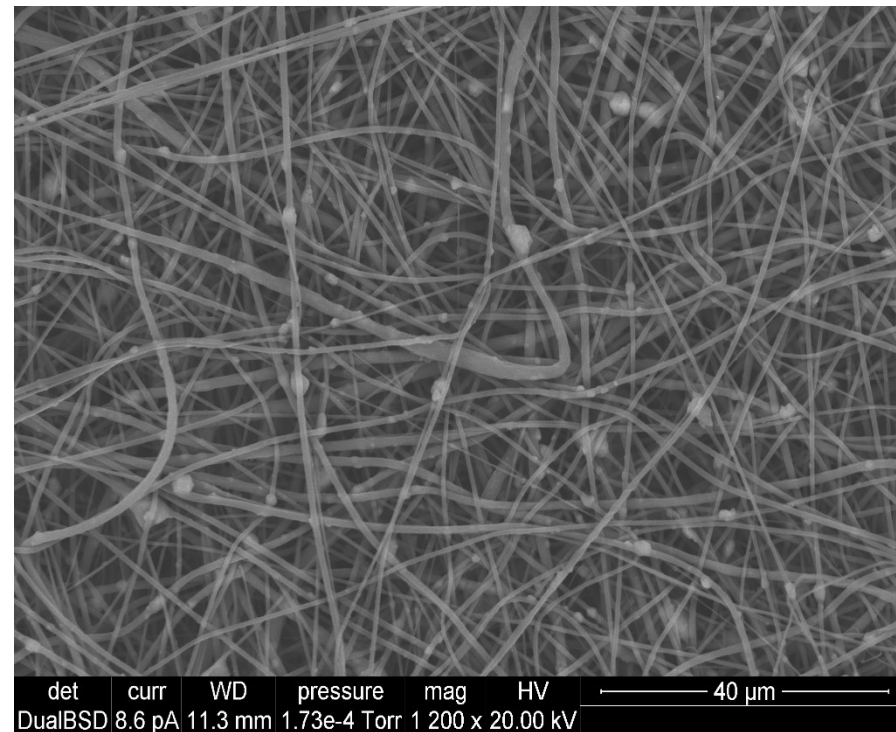
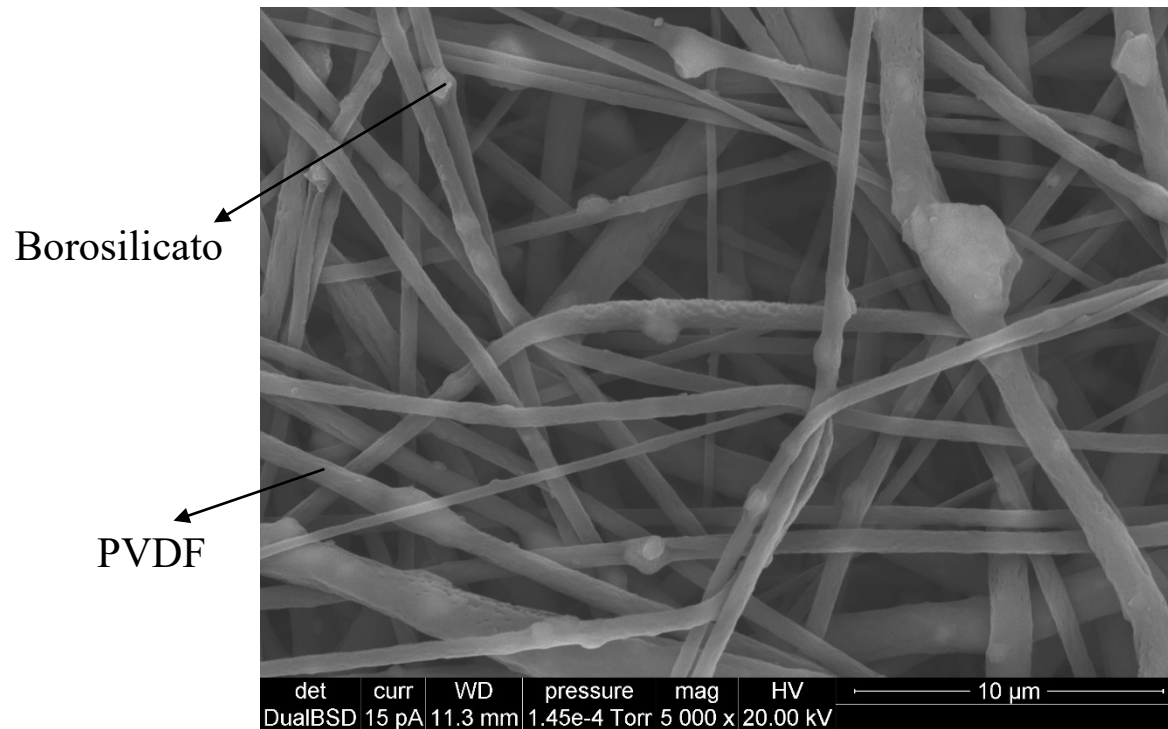
Membrana PI/TiO₂



Materiale	Diametro medio	Deviazione standard
PI	500 nm	70 nm
TiO ₂	220 nm	35 nm

SEM

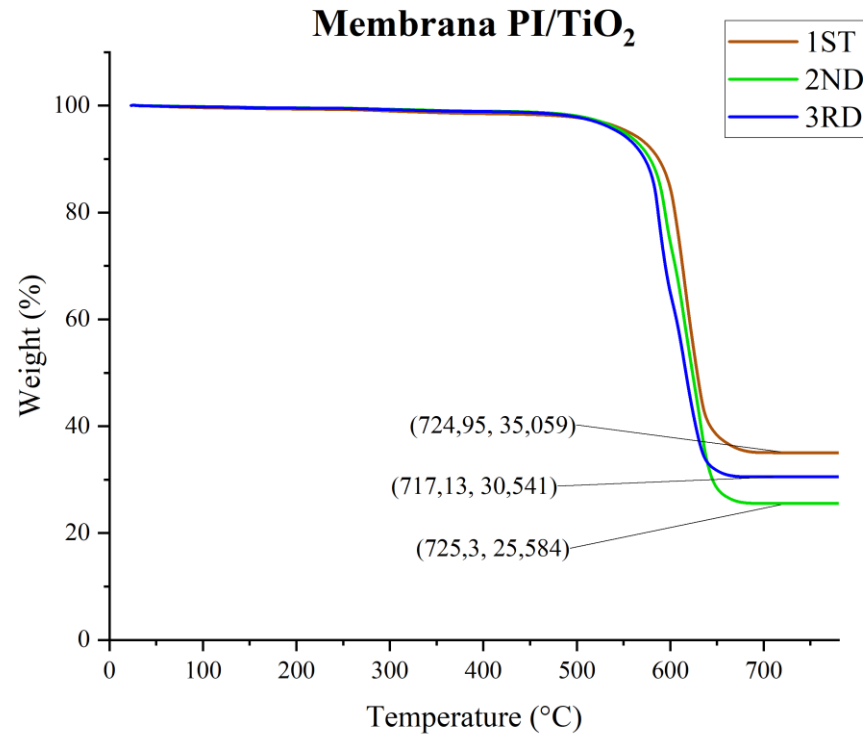
- Membrana PVDF/borosilicato



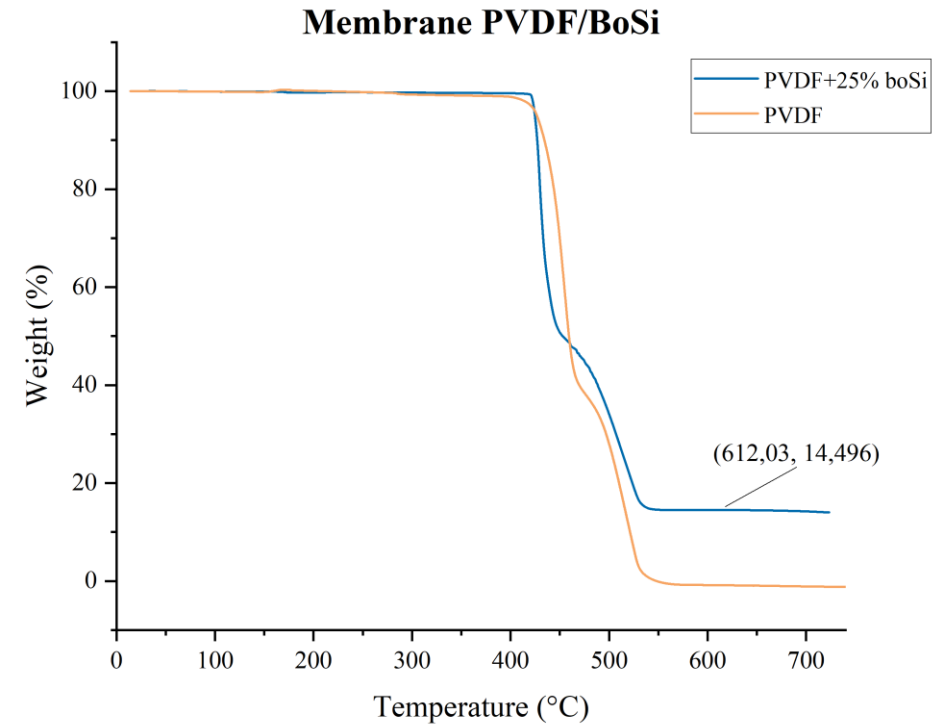
Materiale	Diametro medio	Deviazione standard
PVDF	720 nm	200 nm

Si possono notare che le nanofibre sono cariche di nanoparticelle di vetro borosilicato e sono distribuite in modo uniformi formando piccoli agglomerati lungo le fibre.

TGA



- La membrana è stata suddivisa in tre pezzi.
- La quantità di catalizzatore effettivamente depositata è di circa 30%.



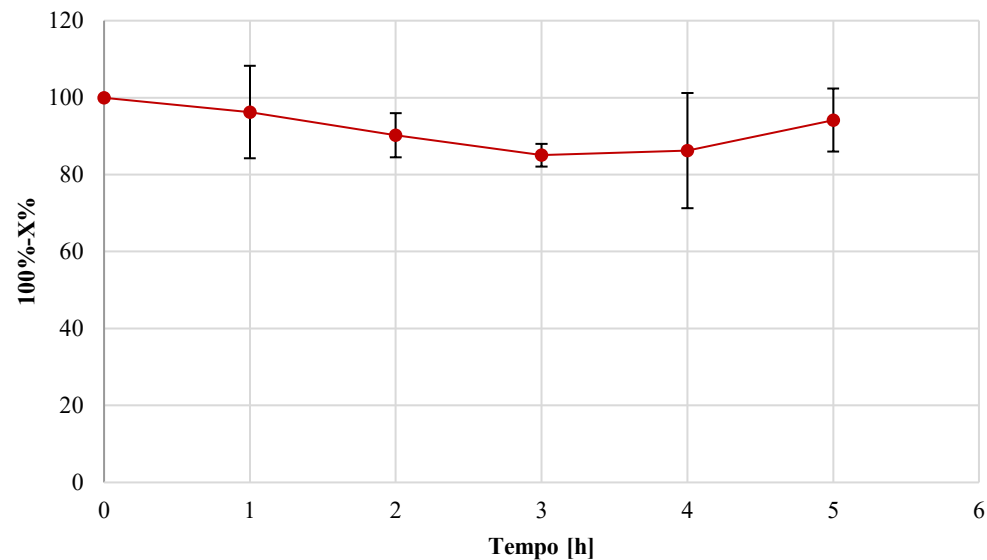
- Il grafico riporta la TGA di due membrane.
- La quantità di vetro borosilicato effettivamente depositato è di circa 14.5%.

Adsorbimento di PFOA

I campioni di PFOA sono stati analizzati mediante HPLC.

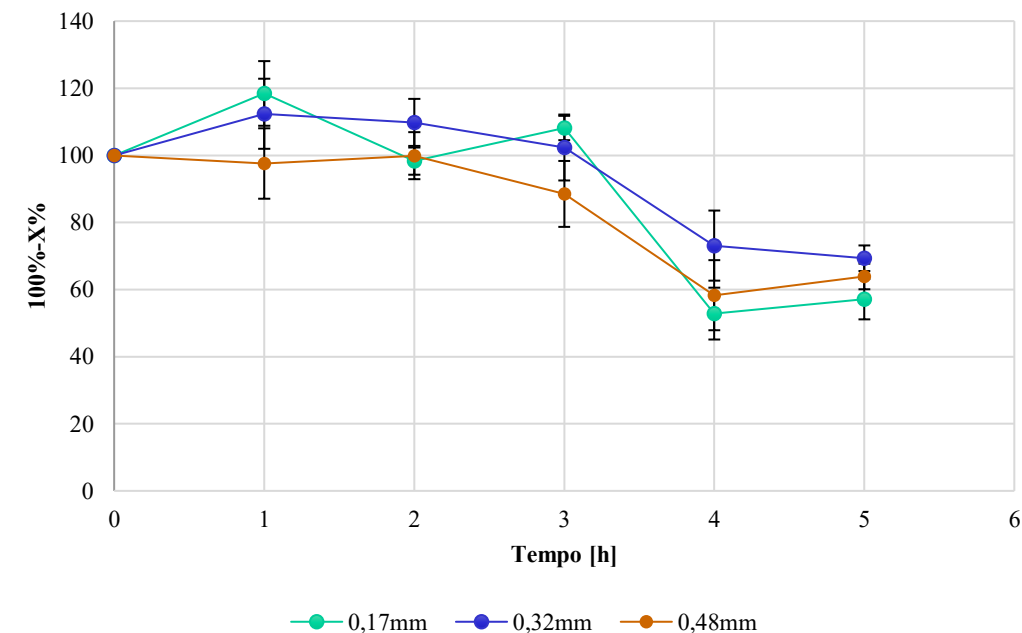
Test preliminari: sono utilizzati come riferimenti per valutare l'efficienza del processo fotocatalitico.

Test bianco no UV no membrana



- La conversione massima è di circa 15%.
- Si nota il fenomeno di desorbimento.

Membrane 0,17, 0,32, 0,48 [mm]

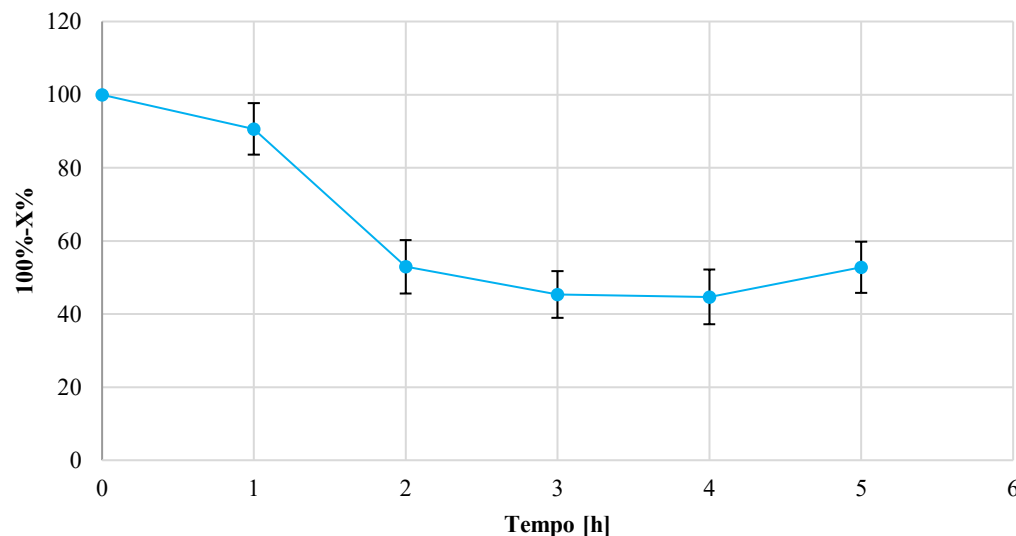


- Per le tre membrane la conversione raggiunta al termine del test è di circa 35-40%.

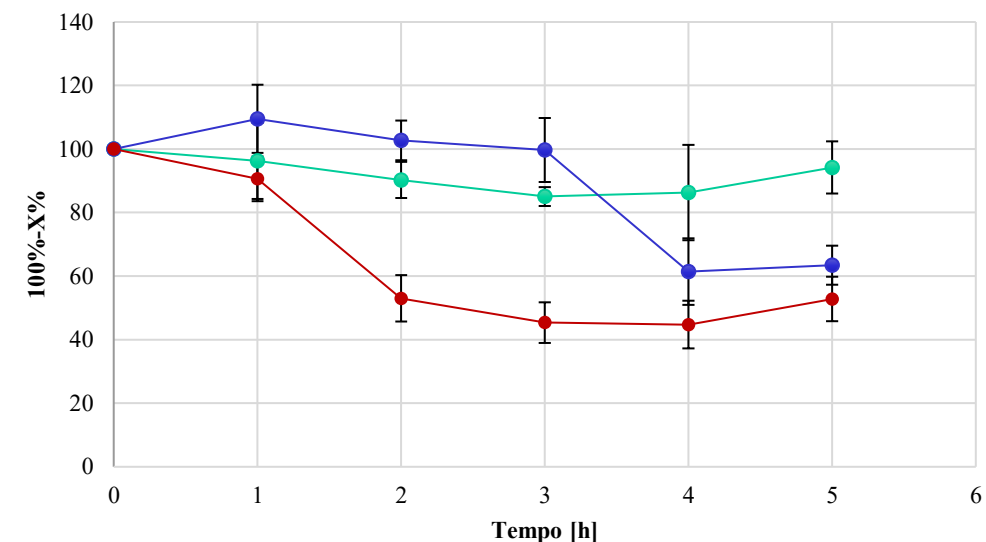
Degradazione fotocatalitica di PFOA

L'esperimento viene condotto in presenza della membrana e della lampada UV.

Membrane 30% TiO₂



Confronto dei test

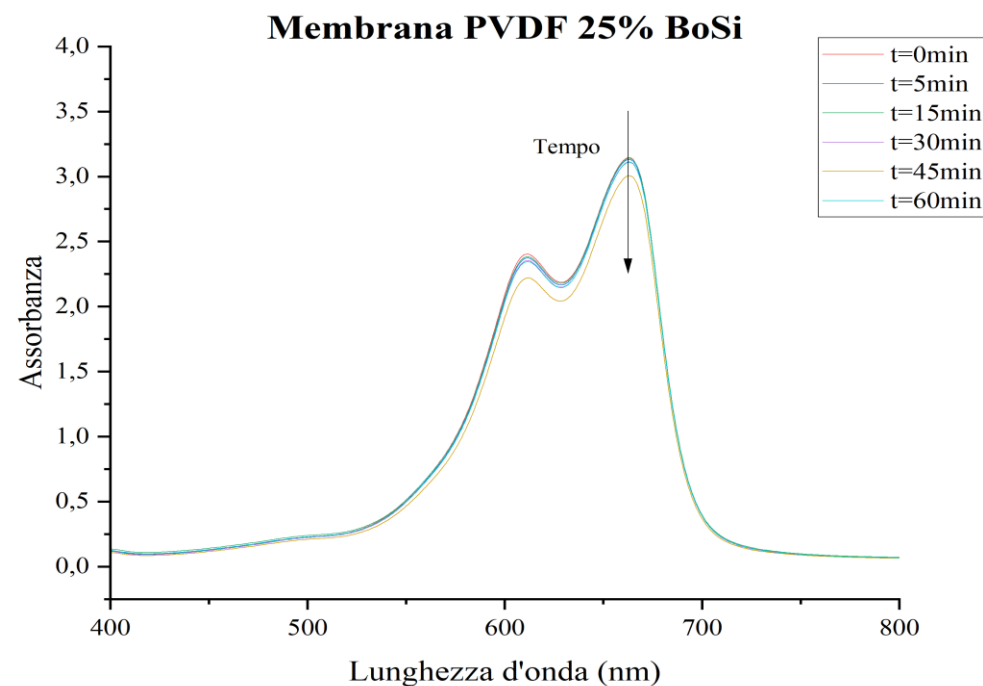


- I processi di ossidazione avanzata usati: Fenton, persolfato attivato e fotocatalisi eterogenea.
- La conversione massima è pari a circa 55-60%.

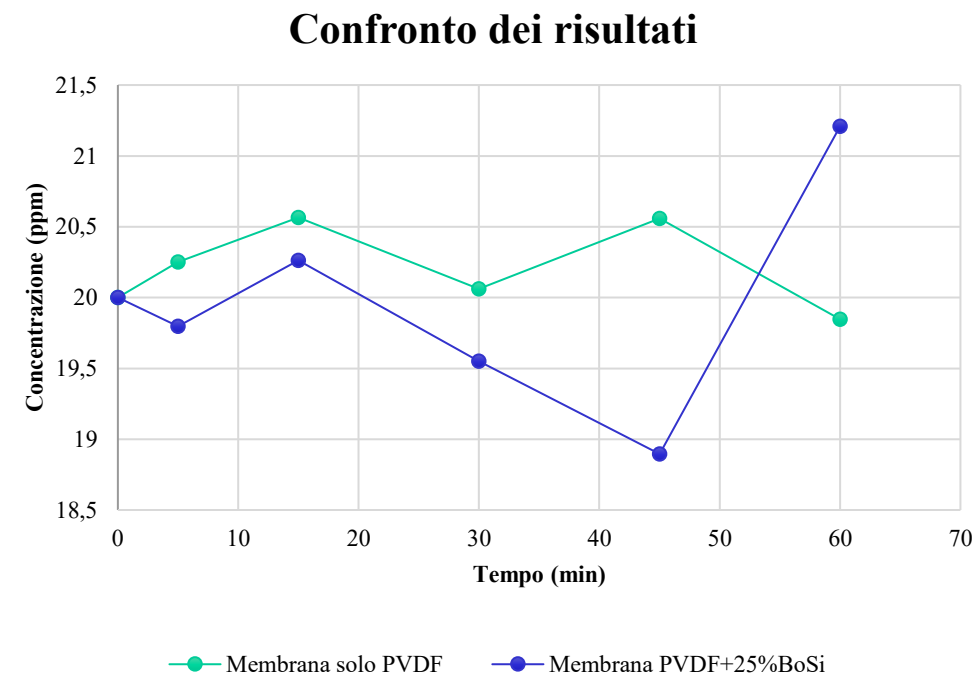
- Nel test con membrana e UV si nota un incremento della velocità di reazione.

Adsorbimento di blu di metilene

I risultati sono stati esaminati attraverso la spettroscopia UV-visibile



- Si osserva un calo lieve dell'assorbanza con il passare del tempo.



- Nel test con la membrana in PVDF/BoSi, la conversione massima è di circa 6%.

Conclusioni:

- Per l'adsorbimento di PFOA, in questo caso lo spessore delle membrane ha influenzato poco l'abbattimento.
- In generale le membrane contenenti circa 30% di TiO_2 hanno raggiunto un abbattimento di circa 55-60%.
- Per le prove di adsorbimento di metilene blu, il test ha fornito risultati poco soddisfacenti.

Considerazioni per i lavori futuri:

- Per la rimozione del colorante, necessita di un'ottimizzazione dei parametri di elettrofilatura e uno studio più approfondito sull'adsorbimento del blu di metilene sul borosilicato.
- Per un abbattimento completo di PFOA si potrebbe:
 - sviluppare membrane depositando un maggior quantitativo di TiO_2 ;
 - realizzare membrane con uno spessore maggiore;
 - analizzare anche i sottoprodotti di degradazione di PFOA.

Grazie per l'attenzione