

Università degli Studi di Padova – Dipartimento di Ingegneria Industriale

Corso di Laurea in Ingegneria chimica e dei materiali

***Relazione per la prova finale  
«sviluppo di nanofibre porose per  
applicazioni ambientali»***

Tutor universitario: Prof.ssa Roso

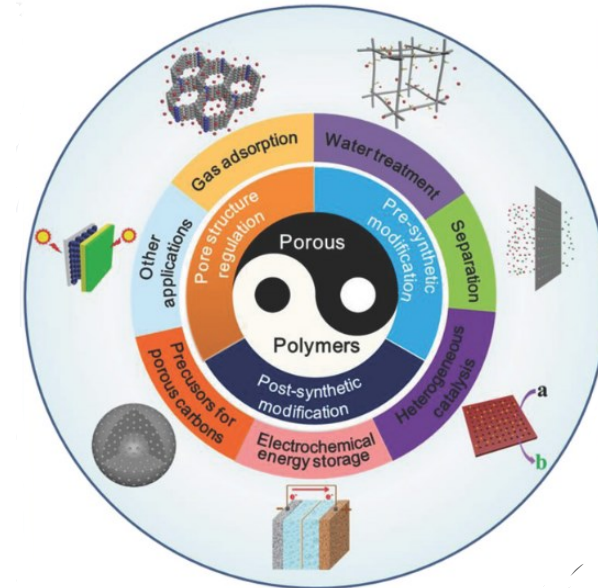
Martina

Laureanda: *Carusi Laura*

Padova, 21/03/2023

Le membrane polimeriche sono una green technology emergente in diversi campi, anche di avanzato interesse tecnologico:

- Membrane per filtrazione;
- Campo biomedico;
- Stoccaggio e conversione dell'energia;
- Campo dell'elettrotecnica;



Per ottimizzare queste membrane e quindi incrementare le loro funzionalità, è necessario che siano nanostrutturate: le nanofibre permettono un incremento del rapporto superficie/volume, quindi possibilità di ottenere membrane con un'elevata area superficiale.

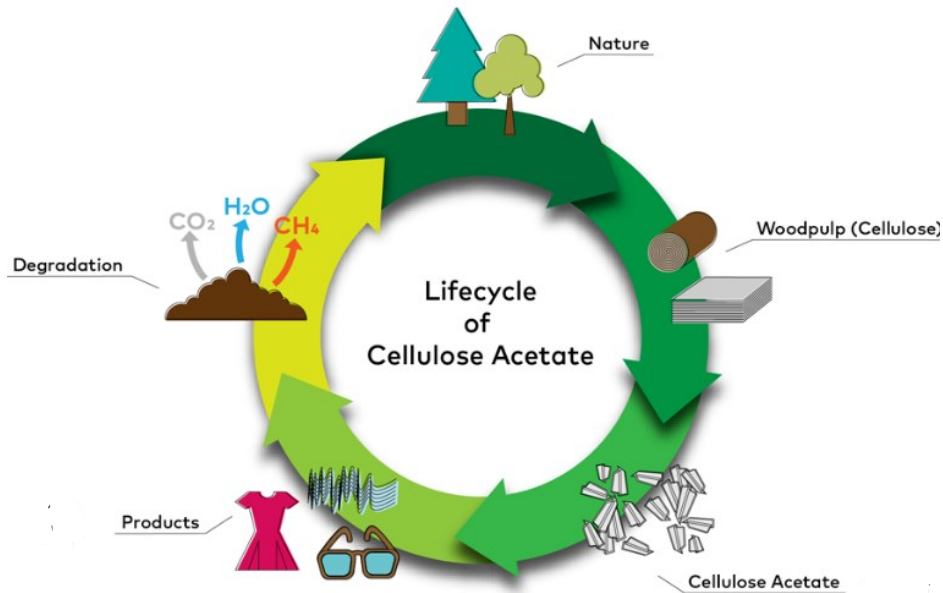
Obiettivo del lavoro: sviluppare nanofibre porose per incrementare l'area superficiale e quindi ottimizzare le membrane.

Si è scelto di operare in questo modo:

1. Preparazione di differenti soluzioni ottenute dall'unione dell'acetato di cellulosa con diversi solventi in concentrazioni differenti;
2. Realizzazione delle membrane tramite elettrofilatura;
3. Caratterizzazione delle membrane tramite SEM;

Preparazione delle soluzioni: sostanze chimiche utilizzate e loro proprietà

1. Polimero: **Acetato di Cellulosa**  $\Rightarrow$  si è scelto questo polimero poiché:



- È un polimero di origine naturale, quindi **biodegradabile**;
- È resistente, tenace e stabile con ottima processabilità;
- viene usato in diversi impieghi: filtri per sigarette, industria tessile, mercato dell'imbballaggio e produzione di etichette;

## 2. Solventi utilizzati:

Solventi	Tensione di vapore [Kpa]	Miscibilità con H <sub>2</sub> O [g/l]
DMAc	0.33	miscibile
Acetone	24	Completamente miscibile
Acetato di Etile	10	85.3
DCM	58.1	13
1-Butanolo	0.58	77

Sono state evidenziate queste due proprietà dei solventi, in quanto sono quelle che principalmente interessano il meccanismo dei processi di separazione di fase: TIPS e VIPS (NIPS).

- **TIPS:** principalmente influenzato dalla tensione di vapore;
- **VIPS:** qui entra in gioco principalmente il rapporto con le molecole di acqua;

Le soluzioni sono state ottenute combinando prima il polimero con un sistema binario di solventi, poi con un sistema ternario di solventi.

## 1. Sistema binario di solventi:

Soluzione	Polimero	Concentrazione polimero (%)	Solvente n.1	Solvente n.2	Rapporto solventi
Soluzione (1)	Acetato di cellulosa	15	Acetone	DMAc	2:1
Soluzione (2)	Acetato di cellulosa	12	Acetone	1-Butanolo	2:1
Soluzione (3)	Acetato di cellulosa	12	Acetone	1-Butanolo	3:2
Soluzione (4)	Acetato di cellulosa	15	Acetone	1-Butanolo	2:1
Soluzione (5)	Acetato di cellulosa	15	Acetone	1-Butanolo	3:2

## 2. Sistema ternario di solventi:

Soluzione	polimero	Concentrazione polimero	Solvente n.1	Solvente n.2	Solvente n.3	Rapporto solventi
Soluzione (6)	Acetato di cellulosa	15	Acetone	DMAc	Acetato di etile	1:1:2
<b>Soluzione (7)</b>	Acetato di cellulosa	15	Acetone	DMAc	Acetato di etile	1:1:4
Soluzione (8)	Acetato di cellulosa	15	Acetone	DMAc	Acetato di etile	1:1:6
Soluzione (9)	Acetato di cellulosa	15	DMAc	DCM	Acetato di etile	1:1:1
<b>Soluzione (10)</b>	Acetato di cellulosa	15	DMAc	DCM	Acetato di etile	1:1:3

Per mescolare queste soluzioni è stato usato un agitatore magnetico: circa 24h ad una temperatura di circa 40-50°C e 500 rpm (giri/minuto).

Parametri fissi elettrofilatura:

1. Soluzioni ottenute con un sistema binario di solventi:

Flusso [ml/h]	Voltaggio [kV]	Diametro ago [mm]	Velocità collettore [rpm]
6	20	48	70

2. Soluzioni ottenute con un sistema ternario di solventi:

Flusso [ml/h]	Voltaggio [kV]	Diametro ago [mm]	Velocità collettore [rpm]
1	10	17,6	70

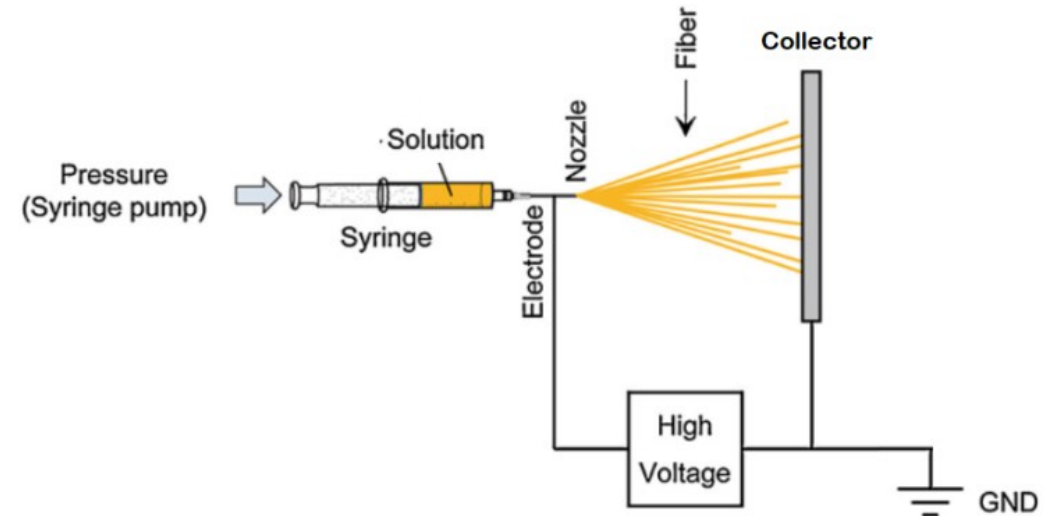
L'unico parametro che è stato fatto variare per ogni soluzione: l'umidità

Alta umidità [%]	Umidità a T ambiente [%]	Bassa umidità [%]
~ 90	~ 60	~ 30



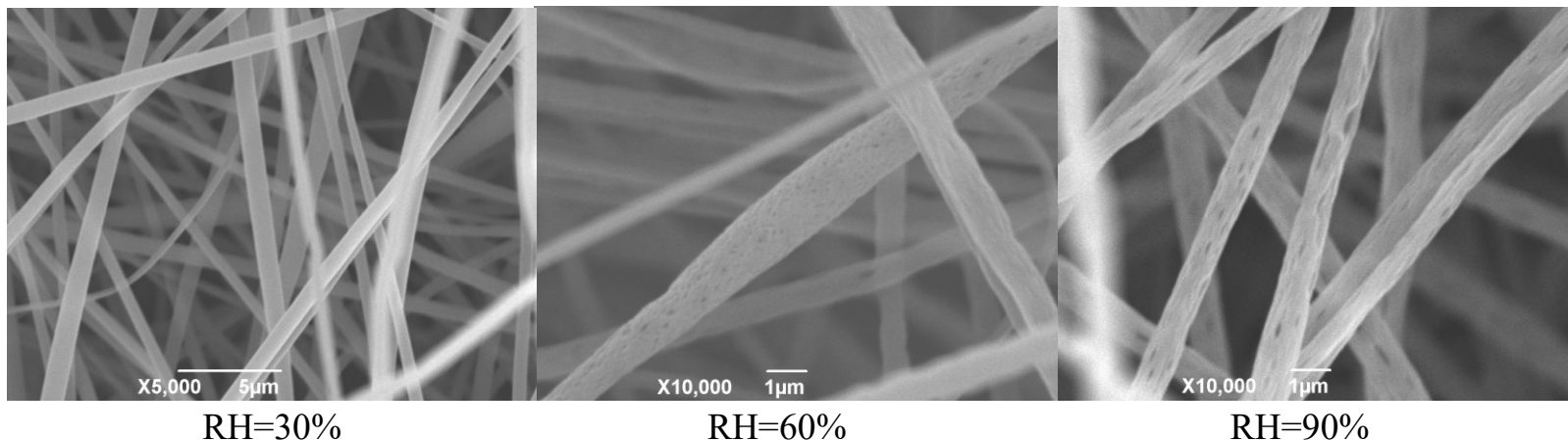
## Elettrofilatura:

- Preparazione della siringa che viene posizionata sulla pompa volumetrica;
- Connessione del collettore ad un motore che ne garantisce la rotazione;
- Impostazione dei parametri di lavoro;

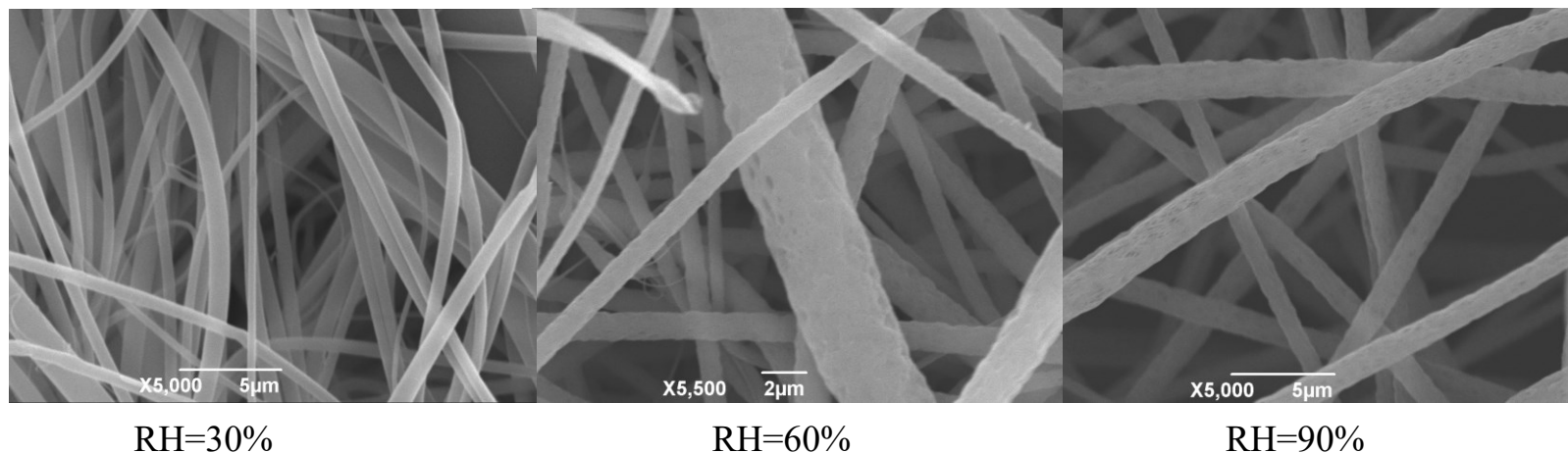


Le membrane ottenute sono state successivamente caratterizzate tramite il microscopio elettronico a scansione (SEM) e le analisi BET, per misurare la superficie specifica e la porosità delle membrane.

Soluzione composta da: 15% CA, Acetone-DMAc-EA (1:1:4)



Soluzione composta da: 15%CA, DCM-DMAc-EA (1:1:3)



Dai risultati ottenuti tramite il SEM si è potuto constatare che le uniche soluzioni che ci hanno permesso di ottenere pori sono le due riportate ed in particolare abbiamo ottenuto porosità solo in condizioni di umidità relativa del 60 e del 90%.

Con le soluzioni realizzate con un sistema binario di solventi non abbiamo ottenuto pori in nessun campione.

L'ottenimento di una determinata morfologia superficiale delle nanofibre è influenzata principalmente da:

1. Umidità;
2. Tensione di vapore del solvente;
3. Interazione tra le molecole del solvente e le molecole di acqua;

In particolare, dai risultati ottenuti, si è compreso che:

- La condizione ottimale di umidità relativa è quella intorno al 90%, anche se si riescono ad ottenere pori ad una più bassa percentuale di umidità come il 60%;
- È molto difficile, quasi impossibile, ottenere pori ad una percentuale di umidità del 30%;
- La volatilità del solvente non è l'unica ragione che ci permette di ottenere pori;
- In presenza di umidità relativa elevata, i solventi con bassa tensione di vapore e la loro interazione con le molecole di acqua, giocano un ruolo fondamentale nell'indurre i pori;