



UNIVERSITÀ POLITECNICA DELLE MARCHE

FACOLTÀ DI INGEGNERIA

Corso di Laurea triennale in Ingegneria Civile e Ambientale

**PROGETTAZIONE, REALIZZAZIONE E CARATTERIZZAZIONE DI MATERIALI
CON PROPRIETÀ' DEPURANTI.**

**DESIGN, PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF MATERIALS
WITH PURIFYING PROPERTIES.**

Relatrice:

Prof.ssa Maria Letizia Ruello

Tesi di Laurea di:

Filippo Bartolacci

Correlatori:

Natalia Czerwinska

Ing. Nicola Generosi

A.A. 2023/2024

Indice

Riassunto.....	Pag. 1
1. Introduzione.....	Pag. 2
1.1. CARBONI ATTIVI.....	Pag. 2
1.2. BIOCHAR.....	Pag. 2
1.3. ANALOGIE E DIFFERENZE.....	Pag. 2
1.4. ELEMENTI CHIMICI UTILIZZATI NELLA PRODUZIONE DI CARBONI ATTIVI.....	Pag. 2
1.5. SUPERFICIE SPECIFICA DEI CARBONI ATTIVI.....	Pag. 3
1.6. CARBONI ATTIVI DI ORIGINE ECOCOMPATIBILE.....	Pag. 3
1.7. COMPOSTI ORGANICI VOLATILI (COV).....	Pag. 3
1.8. CAPPE DA CUCINA E QUADRO NORMATIVO EUROPEO.....	Pag. 4
1.9. PROCESSO DI PIROLISI.....	Pag. 4
1.10. PIROLIZZATORE E LE SUE COMPONENTI.....	Pag. 5
2. Parte Sperimentale I	Pag. 6
2.1. CAMPIONI ANALIZZATI.....	Pag. 6
2.2. FASE DI ESTRAZIONE DEI CARBONI ATTIVI DAI SUPPORTI.....	Pag. 7-8-9
2.3. INDAGINE SULLA TESSITURA SUPERFICIALE E COMPOSIZIONE ATOMICA (SEM + EDS...	Pag. 10
2.4 SEM ZEISS SUPRA 40.....	Pag. 11
2.5 STRUMENTO PER IL COATING “EMITECH E QUORUM”.....	Pag. 12
2.6 ANALISI EDS.....	Pag. 12
2.7 RISULTATI ANALISI SEM+EDS.....	Pag. 13-28
2.8 LOI TEST E RISULTATI PROVA.....	Pag. 29-30
2.9 ASPETTO DEI CAMPIONI DOPO IL TRATTAMENTO TERMICO.....	Pag. 31
2.10 BET TEST	Pag. 32-33
2.11 TEST COV	Pag. 33-38

2.12 CONSIDERAZIONI	Pag. 39
3. Parte Sperimentale II	Pag. 40
3.1. BIOPOLIMERI ED ELETTROSPINNING	Pag. 40
3.2. PARAMETRI DELL'ELETTROSPINNING.....	Pag. 41
3.3 PREPARAZIONE SOLUZIONI.....	Pag. 42
3.4 ESECUZIONE DELLA FILATURA	Pag. 43-44
3.5 CONSIDERAZIONI	Pag. 45
3.6 RISULTATI – IMMAGINI SEM.....	Pag. 45-49
3.7 CONCLUSIONI SU PROVA SEM	Pag. 50
4. CONCLUSIONI FINALI.....	Pag. 50
5. Bibliografia e Sitografia	Pag. 51-52
o Riferimenti bibliografici	
o Collegamenti a fonti online	
ALLEGATI	Pag. 53-55
INDICE TABELLE	Pag. 56
INDICE FIGURE	Pag. 57
RINGRAZIAMENTI	Pag. 58

RIASSUNTO

La crescente attenzione verso la sostenibilità ambientale e la necessità di tecnologie efficaci per il trattamento di inquinanti hanno spinto la ricerca verso lo sviluppo di materiali con proprietà depuranti. Tra questi, materiali di carbonio porosi come carboni attivi rivestono un ruolo centrale grazie alla loro straordinaria capacità di adsorbimento, derivante dall'elevata area superficiale, dalla struttura porosa e dalla composizione chimico-fisica che permette loro di adsorbire composti inquinanti.

L'oggetto di tale elaborato si concentra sulla progettazione, realizzazione e caratterizzazione di materiali a base di carboni attivi per applicazioni depurative, con particolare attenzione su quello che concerne l'applicazione degli stessi su filtri per cappe da cucina. Le attività svolte includono lo studio di carboni attivi già utilizzati a livello commerciale seguite da un'ampia analisi delle loro caratteristiche strutturali e funzionali attraverso tecniche avanzate come la microscopia elettronica a scansione (SEM) accoppiata alla spettroscopia a dispersione di energia (EDS), la misura dell'area superficiale tramite la tecnica BET e test di adsorbimento di composti organici volatili (COV).

Nella prima parte di tale elaborato si farà una panoramica della terminologia necessaria per la completa interpretazione dei risultati ottenuti nelle successive due sezioni sperimentali.

La PARTE SPERIMENTALE I si occuperà della trattazione delle prove effettuate su dei carboni attivi commerciali, della loro caratterizzazione ed esposizione dei risultati ottenuti.

Infine, nella PARTE SPERIMENTALE II, ci si occuperà della realizzazione e caratterizzazione di supporti in materiale ecocompatibile (acetato di cellulosa) tramite la tecnica dell'elettrofilatura su cui poi far aderire i materiali depuranti.

1. INTRODUZIONE

1.1 CARBONI ATTIVI

I **carboni attivi** sono materiali altamente porosi e adsorbenti, derivati da pirolisi di biomasse ampiamente utilizzati in applicazioni di filtrazione grazie alla loro grande superficie interna, che permette loro di trattenere efficacemente una vasta gamma di composti. Vengono prodotti mediante processi di attivazione fisica o chimica di materiali ricchi di carbonio, come carbone fossile, legno, gusci di noce di cocco, o altre biomasse. La loro struttura porosa è ciò che li rende ideali per catturare particelle e COV attraverso il processo di adsorbimento fisico e chimico.

1.2 BIOCHAR

Il **biochar** è un materiale ricco di carbonio ottenuto dalla pirolisi di biomasse vegetali (legno, residui agricoli, gusci di noce, ecc.) in un ambiente con poco o senza ossigeno. Questo processo termochimico converte il materiale organico in un solido stabile, con una struttura porosa e un alto contenuto di carbonio.

1.3 ANALOGIE E DIFFERENZE

Il **biochar** e il **carbone attivo** condividono una struttura porosa e un alto contenuto di carbonio, derivando entrambi dalla pirolisi di biomasse. Tuttavia, differiscono per applicazioni e caratteristiche: il biochar è prodotto a temperature moderate, ha una porosità inferiore ed è utilizzato principalmente per migliorare il suolo e sequestrare carbonio, mentre il carbone attivo subisce un processo di attivazione a temperature più elevate, sviluppando una struttura porosa molto più fine e un'elevata capacità adsorbente, rendendolo ideale per la depurazione di acqua e aria. Il biochar è più economico e sostenibile, mentre il carbone attivo è specifico per applicazioni industriali e sanitarie.

1.4 ELEMENTI CHIMICI UTILIZZATI NELLA PRODUZIONE DI CARBONI ATTIVI

Oltre al carbonio, i carboni attivi possono contenere altri elementi chimici, come magnesio, silicio e alluminio, che possono essere presenti come ossidi o in piccole quantità nel materiale carbonioso. Questi elementi svolgono diversi ruoli nei meccanismi di adsorbimento e possono migliorare l'efficacia del carbone attivo per specifiche applicazioni:

- **Magnesio:** I composti a base di magnesio, come l'ossido di magnesio (MgO), hanno proprietà adsorbenti moderate e possono essere aggiunti al carbone attivo per aumentare la capacità di trattenere i COV, specialmente quelli acidi, grazie alle sue proprietà basiche.
- **Silicio:** Il silicio, spesso presente sotto forma di ossido di silicio (SiO_2), può essere incorporato nella struttura del carbone attivo per migliorare la sua capacità di adsorbire composti polari. Il biossido di silicio contribuisce anche a rendere il materiale più resistente e ad aumentarne la stabilità meccanica.

- Alluminio: L'ossido di alluminio (Al_2O_3) è utilizzato come supporto o additivo nei carboni attivi per migliorare la capacità di adsorbire COV polari. L'allumina ha proprietà anfotere, il che significa che può interagire sia con composti acidi sia con composti basici, rendendola versatile nell'adsorbimento di diversi tipi di COV.
- Calcio: L'aggiunta di calcio può introdurre gruppi funzionali basici (es. ossidi di calcio) sulla superficie del carbone attivo, che possono interagire con composti acidi o polari tra i COV.

1.5 SUPERFICIE SPECIFICA:

La superficie specifica è un parametro importante che caratterizza il carbone attivo e ne determina la sua reattività. In particolare, la superficie specifica è l'area superficiale per unità di massa, espressa in m^2/g di solidi granulari, polveri o materiali porosi. Viene misurata allo scopo di avere una conoscenza più approfondita del materiale che si vuole caratterizzare. Infatti, dall'entità della superficie specifica di polveri, si può avere un'utile indicazione riguardo al grado di reattività che questa avrà nei vari processi a cui sarà sottoposta.

1.6 CARBONI ATTIVI DI ORIGINE ECOCOMPATIBILE:

La produzione di carbone attivo di origine sostenibile comporta l'uso di materiali precursori rinnovabili e l'adozione di processi rispettosi dell'ambiente. I carboni attivi di origine vegetale rappresentano una soluzione sostenibile e ecocompatibile per applicazioni di adsorbimento in diversi settori, dalla depurazione dell'acqua al trattamento dell'aria. Questi materiali vengono prodotti partendo da biomasse rinnovabili, come gusci di noce di cocco, noccioli di oliva, segatura di legno o altre materie prime di scarto agricolo e forestale.

1.7 COMPOSTI ORGANICI VOLATILI (COV):

I COV sono sostanze a basso punto di ebollizione che evaporano dai solidi o dai liquidi utilizzati nei processi domestici e industriali.

La categoria dei COV include una serie di sostanze (tutte contenenti carbonio, da cui il termine organico) in miscele complesse che evaporano con facilità già a temperature ambiente.

Essi in cucina si generano principalmente durante la preparazione dei cibi, specialmente nei processi che implicano alte temperature come la frittura, la grigliatura e la cottura in forno. Questi composti, caratterizzati da una notevole volatilità, si disperdono facilmente nell'aria e possono influire sulla qualità dell'aria interna, rappresentando un rischio per la salute e contribuendo all'inquinamento indoor.

Durante la trattazione di vari aspetti prestazionali depurativi nei carboni attivi si farà riferimento al reagente denominato MEK (METIL-ETIL-CHETONE), che è una sostanza chimica facente parte, appunto, della categoria dei COV. Esso sarà utile per capire l'affinità chimica da parte dei carboni attivi con questi particolari composti.

1.8 LE CAPPE DA CUCINA E IL QUADRO NORMATIVO EUROPEO

Le cappe da cucina sono dispositivi essenziali per la rimozione di vapori, fumi, odori e particelle derivanti dalla cottura, contribuendo a mantenere un ambiente domestico salubre e a ridurre l'accumulo di contaminanti nell'aria interna. Esistono principalmente due tipologie di cappe: quelle aspiranti, che convogliano l'aria viziata verso l'esterno tramite un sistema di evacuazione, e quelle filtranti, che purificano l'aria attraverso filtri a carbone attivo e la reimmettono nell'ambiente. Entrambe le tipologie sono progettate per garantire prestazioni ottimali e rispettare specifici requisiti tecnici e di sicurezza.

Il quadro normativo dell'Unione Europea regola l'efficienza energetica e l'impatto ambientale delle cappe da cucina principalmente attraverso due regolamenti:

- **Regolamento (UE) n. 65/2014:** stabilisce i requisiti per l'etichettatura energetica delle cappe aspiranti, includendo l'obbligo di fornire informazioni dettagliate sulla classe di efficienza energetica (da A+++ a D), sul consumo energetico annuo (espresso in kWh), sul livello di rumorosità e sull'efficienza di filtrazione dei grassi. Questo regolamento mira a guidare i consumatori verso scelte più consapevoli, favorendo l'adozione di apparecchi più efficienti dal punto di vista energetico.
- **Regolamento (UE) n. 66/2014:** istituisce il sistema di etichettatura ecologica Ecolabel per promuovere prodotti con un ridotto impatto ambientale lungo il loro ciclo di vita. Sebbene l'applicazione di questo marchio sia volontaria, esso rappresenta un indicatore di eccellenza per le cappe da cucina, garantendo prestazioni elevate in termini di efficienza energetica e sostenibilità.

Questi regolamenti hanno contribuito a migliorare significativamente la qualità e la sostenibilità delle cappe da cucina, incentivando i produttori a sviluppare soluzioni tecnologiche innovative e rispettose dell'ambiente.

A fine 2024, l'Unione Europea ha annunciato una imminente revisione dei suddetti regolamenti nel corso del 2025. Si presume che queste modifiche riguarderanno l'origine e la produzione degli stessi carboni attivi presenti nei filtri delle cappe messe in commercio con un focus diretto all'ecocompatibilità.

1.9 PIROLISI:

La pirolisi è un processo termochimico che avviene in assenza di ossigeno (o in condizioni di ossigeno molto limitate), durante il quale i materiali organici vengono decomposti ad alte temperature. Tipicamente, la temperatura operativa varia tra i 300°C e 900°C, a seconda del materiale di partenza e degli obiettivi del processo. La pirolisi può essere suddivisa in diverse fasi:

1. **Essiccazione:** L'umidità residua del materiale viene rimossa sotto i 200°C.
2. **Devolatilizzazione:** Tra i 200°C e i 500°C, i composti organici si decompongono, rilasciando vapori (principalmente COV) e gas.
3. **Formazione del carbone:** Sopra i 500°C, i residui solidi si trasformano in carbone, una struttura ricca di carbonio con porosità variabile.

1.10 PIROLIZZATORE:

Il pirolizzatore è un dispositivo utilizzato per trattare termochimicamente materiali organici attraverso il processo di pirolisi. Questo processo avviene in assenza di ossigeno o con una quantità estremamente limitata di ossigeno o in totale assenza di esso, per evitare la combustione, e si basa sulla decomposizione dei materiali a temperature elevate, generalmente comprese tra i 300°C e i 900°C. Durante la pirolisi, i materiali organici vengono scomposti in tre principali frazioni: un residuo solido, carbone pirolitico o biochar, una fase liquida e una fase gassosa. E' con questo macchinario che in una fase successiva si tratteranno i noccioli di oliva tritati e i fondi di caffè per la produzione dei materiali depuranti.

Il pirolizzatore è costituito da diverse parti. Al centro vi è il reattore a letto rotante, in cui avviene la decomposizione termica grazie alle alte temperature presenti. Lo scorrimento della biomassa all'interno del reattore avviene grazie alla rotazione e ai setti interni. La velocità scorrimento interno può essere regolata tramite il controllo della velocità di rotazione del letto. Il riscaldamento, necessario per raggiungere le temperature operative, è fornito da resistenze elettriche, combustione esterna o altri sistemi. Inoltre, per garantire che il processo avvenga in condizioni controllate, si utilizza un sistema per mantenere un'atmosfera priva di ossigeno, spesso tramite l'immissione di gas inerti come l'azoto o il vapore.



Fig 1. Pirolizzatore presente nel laboratorio

2. Parte sperimentale I

2.1 I CAMPIONI

I campioni analizzati sono stati prelevati direttamente da alcuni filtri a carbone attivo per cappe d'aspirazione da cucina presenti sul mercato. Essi risultano appartenenti a tre tipologie che derivano da tre diversi tipi di supporto per i carboni attivi: MATERASSINI, GRANULI E CERAMICI.

Per i materassini il supporto su cui sono adesi i carboni attivi è un polimero plastico e sono racchiusi in una calza anch'essa polimerica. Mentre quelli granulari sono racchiusi all'interno di un involucro plastico con delle fenditure attraverso cui viene forzato il flusso dell'aria da trattare. Infine, i ceramici sono dei filtri costituiti da un materiale solido su cui è adeso un carbone attivo molto fine, la forma traforata del supporto ceramico permette all'aria di attraversare i filtri stessi.

MATRICE	NOME
MATERASSINI	ULTRASORB
	SARATECH
	MHGS
GRANULI	FCB0157601A
	FCB0023361A
	FCB0137124A
CERAMICI	IMF
	RESET

Tab. 1 Campioni per tipologia

2.2 FASE DI ESTRAZIONE DEI CARBONI DAI LORO SUPPORTI

ASPETTO DEI CAMPIONI IN TAL QUALE:

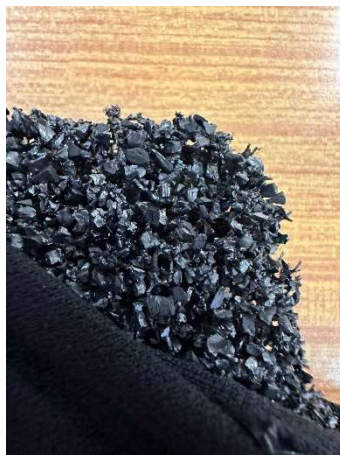
MATERASSINO ULTRASORB



MATERASSINO SARATECH



MATERASSINO MHGS



GRANULI FCB0157601A



GRANULI FCB0023361A



GRANULI FCB0137124A



CARBONE ATTIVO CERAMICO IMF



CARBONE ATTIVO CERAMICO RESET



2.3 INDAGINE SULLA TESSITURA SUPERFICIALE E COMPOSIZIONE ATOMICA (SEM+EDS)

SEM (Scanning Electron Microscopy) + EDS: Il microscopio elettronico a scansione permette di visualizzare la morfologia della superficie del carbone attivo. Con il SEM, si può osservare la distribuzione dei pori, la rugosità e la struttura fisica del materiale, che influiscono direttamente sulla sua capacità adsorbente. L'analisi EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) è una tecnica utilizzata insieme al microscopio elettronico a scansione per identificare e quantificare gli elementi presenti in un campione. Funziona rilevando i raggi X emessi dal campione quando viene colpito da un fascio di elettroni ad alta energia. Ogni elemento emette raggi X a energie specifiche, permettendo di identificare quali elementi sono presenti e in quali proporzioni. È utile per ottenere informazioni sulla composizione chimica superficiale dei materiali, particolarmente nel caso di studi su materiali filtranti, come i carboni attivi.

Un SEM è costituito da:

- **Sorgente di elettroni:** Produce elettroni ad alta energia che saranno usati per l'analisi del campione. Comunemente, la sorgente è un filamento di tungsteno o un'emissione a campo.
- **Colonna elettronica:** formata da una serie di lenti elettromagnetiche che indirizzano il fascio di elettroni verso il campione da analizzare.
- **Campione:** Il campione sottoposto all'analisi viene inserito in un supporto che poi entrerà nella camera del microscopio. I campioni utilizzati nel nostro lavoro sono di forma circolare e caratterizzate da un diametro molto piccolo.
- **Scansione del fascio elettronico:** Il fascio elettronico viene fatto passare sopra la superficie del campione per mezzo di bobine elettromagnetiche che controllano la direzione del fascio.
- **Rivelatore di elettroni:** gli elettroni, dopo aver colpito il campione, generano dei segnali (che possono essere elettroni retro diffusi, raggi X o elettroni secondari) raccolti dal rivelatore
- **Processore di immagini:** un software che permette la traduzione dei segnali raccolti dal rivelatore in immagini su uno schermo di un computer.
- **Supporto elettronico:** dal software scaricabile in un qualsiasi monitor è possibile regolare i parametri del microscopio compreso l'ingrandimento. È possibile anche scegliere un'area in cui si ha bisogno di una maggiore risoluzione.

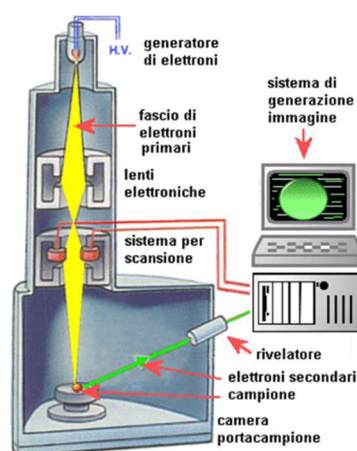


Fig.1 Schema funzionamento SEM

2.4 SEM ZEISS SUPRA 40

Il SEM Zeiss Supra 40 è un microscopio elettronico a scansione (SEM) prodotto dalla Zeiss, capace di offrire un'elevata risoluzione e qualità delle immagini, ed è utilizzato per esaminare campioni a livello nanometrico. Il modello Supra 40 è uno strumento particolarmente indicato per l'analisi di materiali e superfici, combinando prestazioni elevate con una vasta gamma di applicazioni.

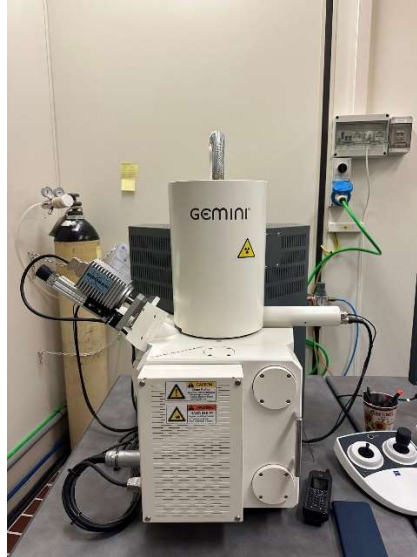


Fig. 2 Zeiss Supra 40

I campioni per poter essere sottoposti all'analisi SEM richiedono una particolare preparazione che consiste nel loro rivestimento con un sottile strato di oro o di un altro metallo conduttivo. Questo trattamento è essenziale per migliorare la qualità dell'immagine e garantire un'analisi accurata dei materiali, soprattutto per campioni non conduttivi ed assume il nome di "coating".

Poiché i campioni non conduttivi (ad esempio, polimeri, ceramiche o materiali biologici) tendono ad accumulare cariche elettriche quando esposti al fascio di elettroni del SEM. Questo effetto, noto come "charging", causa artefatti e distorsioni nelle immagini. La doratura fornisce un sottile strato conduttivo che dissipa le cariche accumulate, migliorando l'acquisizione delle immagini.

2.5 STRUMENTO PER IL COATING “EMITECH E QUORUM”

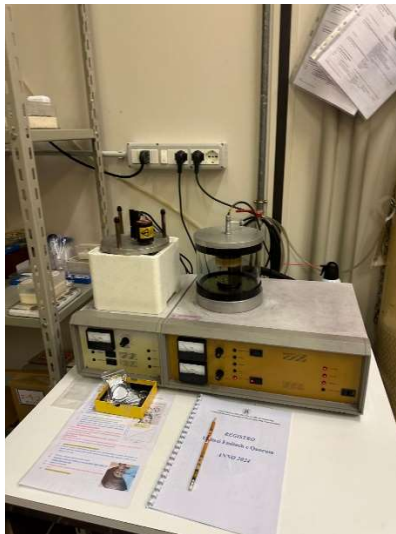


Fig. 3 Strumento per il coating

2.6 ANALISI EDS

Lo strumento SEM ZEISS SUPRA 40 è compatibile con l'EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy), una tecnica che consente di analizzare la composizione elementare dei campioni, determinando la presenza di vari elementi e loro distribuzione sulla superficie del campione.

PRESENTAZIONE RISULTATI

N.B. Ad ogni immagine SEM corrisponde un diagramma di risposta EDS di composizione elementare. Come si può vedere sono riportati prima i valori medi dei componenti e successivamente i diagrammi delle analisi EDS corrispondenti ai punti dove è stata effettuata l'indagine.

Il punto esatto del campione a cui corrisponde l'analisi di composizione EDS è indicato tramite una piccola croce verde. Quando la stessa è posizionata in basso a sinistra nel fotogramma significa che l'analisi si riferisce alla composizione media del fotogramma stesso. Quando invece è presente una freccia nel fotogramma essa sta ad indicare il punto esatto a cui si riferisce il grafico di risposta EDS.

Per quanto concerne la presentazione dei dati relativi alla composizione atomica nelle tabelle sono presenti i dati puntuali di composizione percentuale nel caso in cui l'analisi stessa sia stata effettuata in un singolo punto ove sia stato reputato sufficiente e nel caso in cui invece siano state effettuate più strisciate per lo stesso campione essi rappresentano i contenuti medi (media aritmetica) percentuali.

2.7 RISULTATI ANALISI SEM+EDS

ULTRASORB

ANALISI SEM

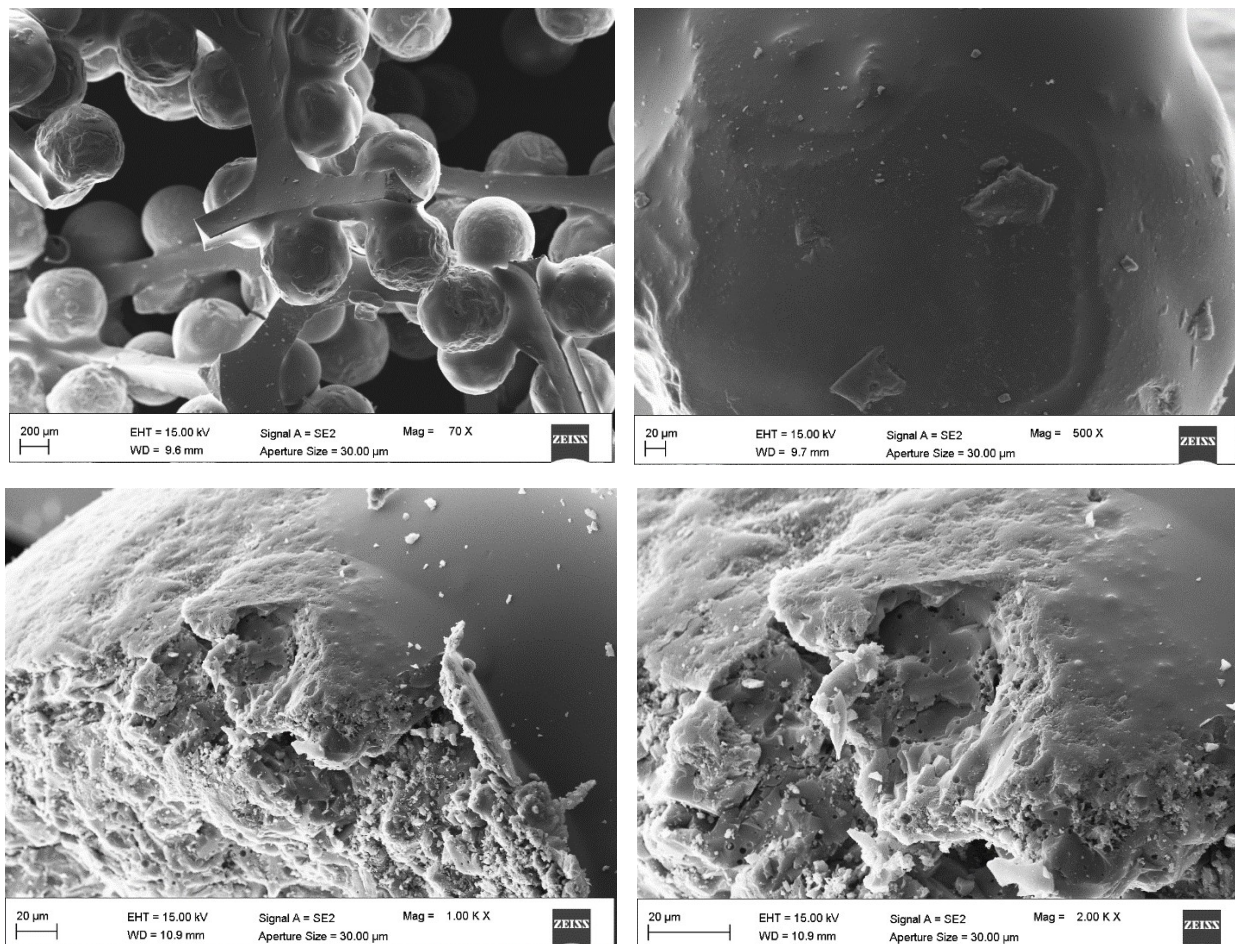


Fig. 5 Immagini SEM ULTRASORB

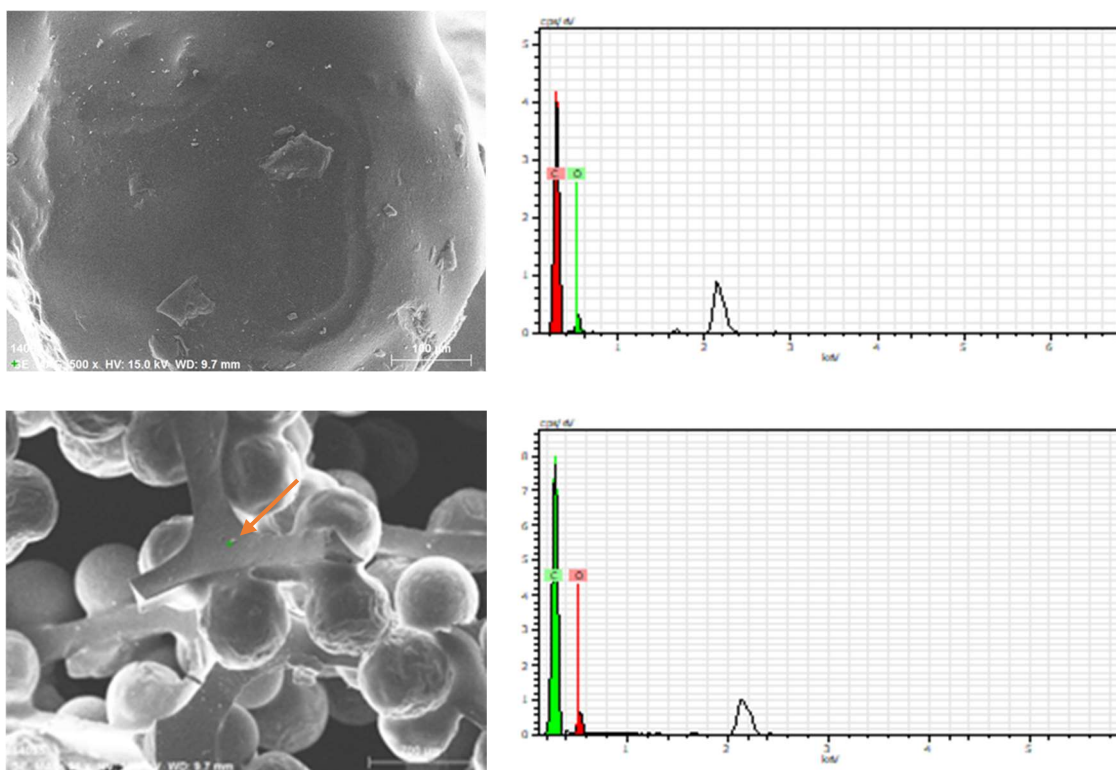


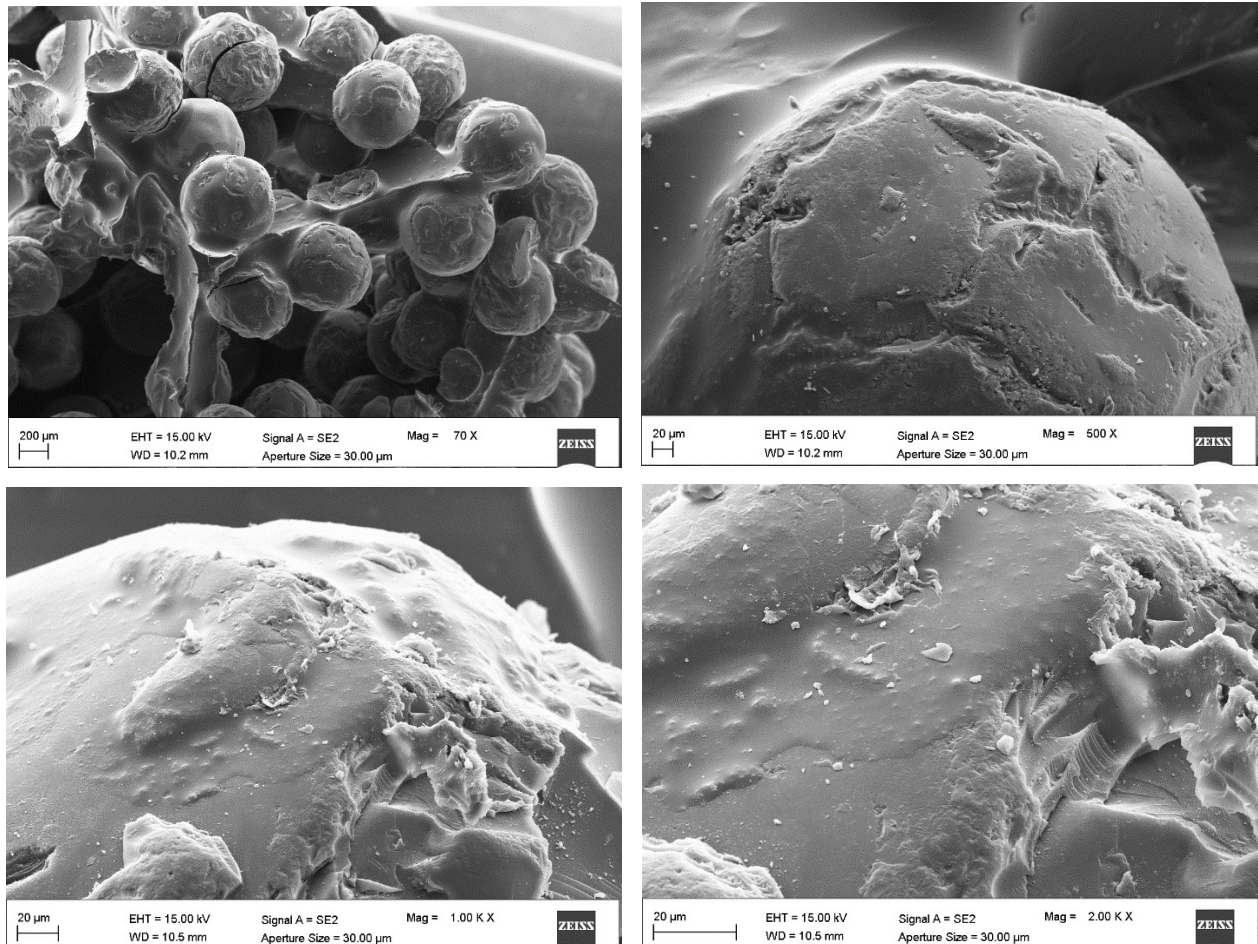
Fig 6 Immagini analisi SEM + diagramma di risposta di composizione EDS

Per questo campione sono state effettuate due prove su due punti differenti. I risultati dell'analisi EDS per il carbone ULTRASORB rappresentano le medie aritmetiche delle due rilevazioni puntuali:

C [%]	O [%]	ALTRI ELEMENTI [%]
85,53	14,47	Non rilevati ulteriori elementi

Il campione appare come un insieme di grappoli sferoidali caratterizzati da una tessitura superficiale piuttosto omogenea. L'analisi EDS ha rilevato un alto tenore carbonioso (85,53%) e per la restante parte ossigeno per quanto riguarda la composizione chimica atomica.

ANALISI SEM

*Fig. 7 Immagini SEM SARATECH*

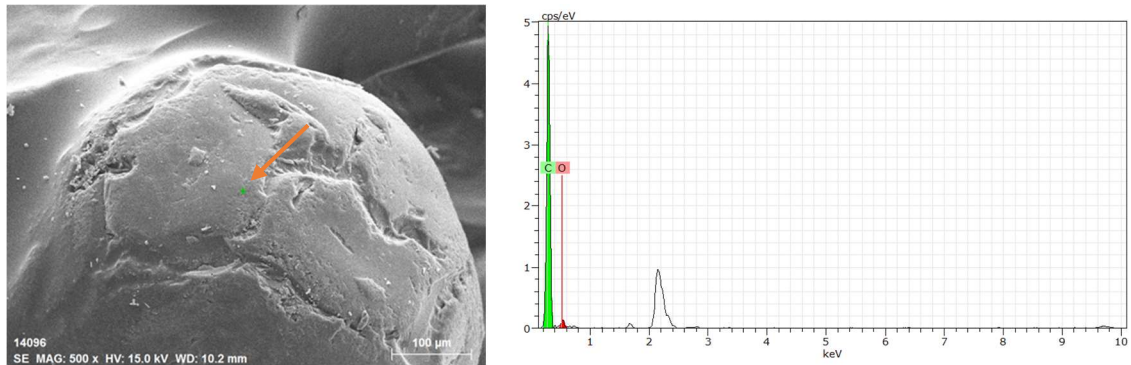
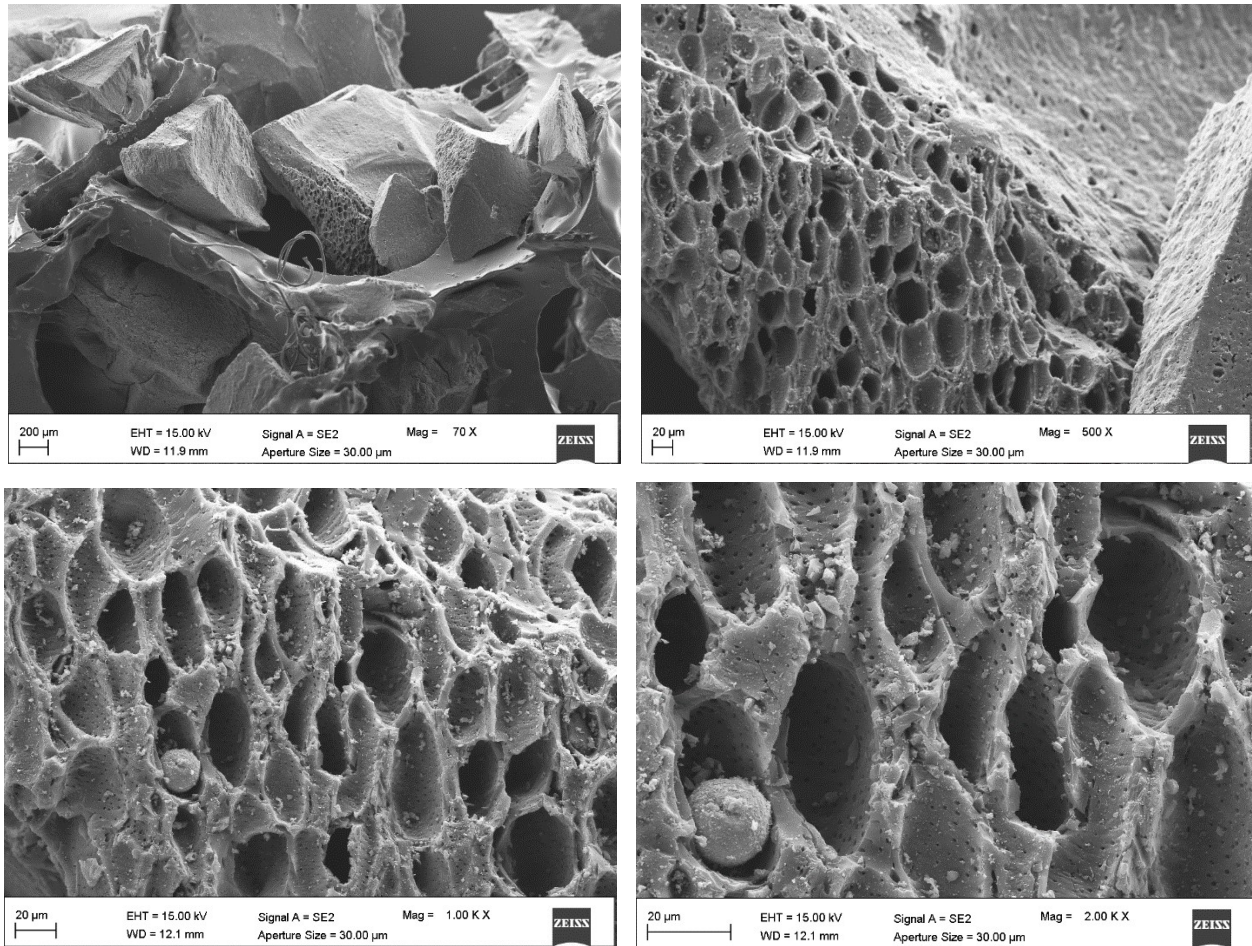


Fig 8. Immagine SEM + diagramma di risposta di composizione EDS

C [%]	O [%]	ALTRI ELEMENTI [%]
93,38	6,62	Non rilevati ulteriori elementi

La tessitura superficiale appare omogenea e ben distribuita, per questo è stato sufficiente lo sviluppo delle due analisi in un solo punto rappresentativo del campione.

ANALISI SEM

*Fig. 9 Immagini SEM MHGS*

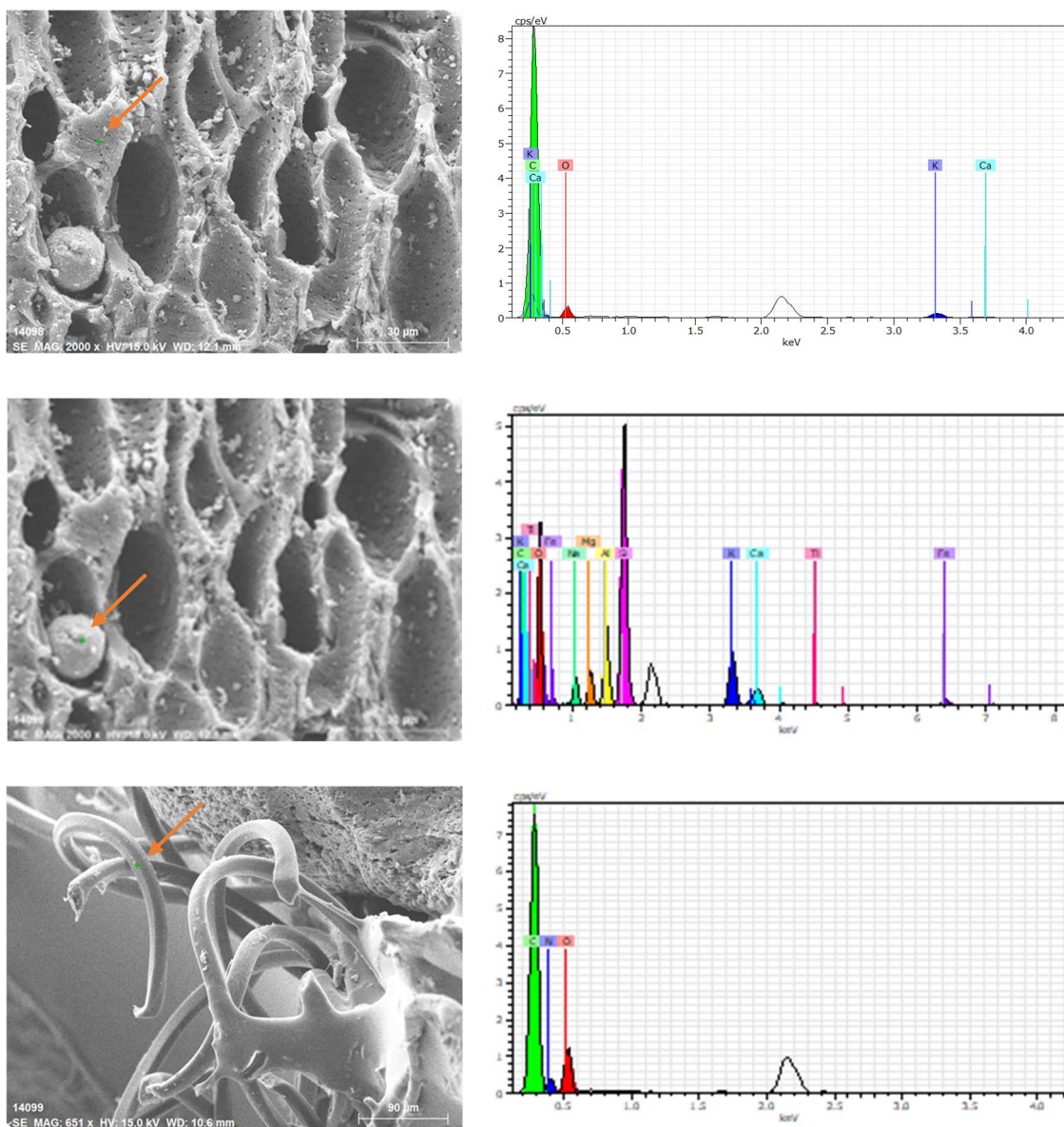
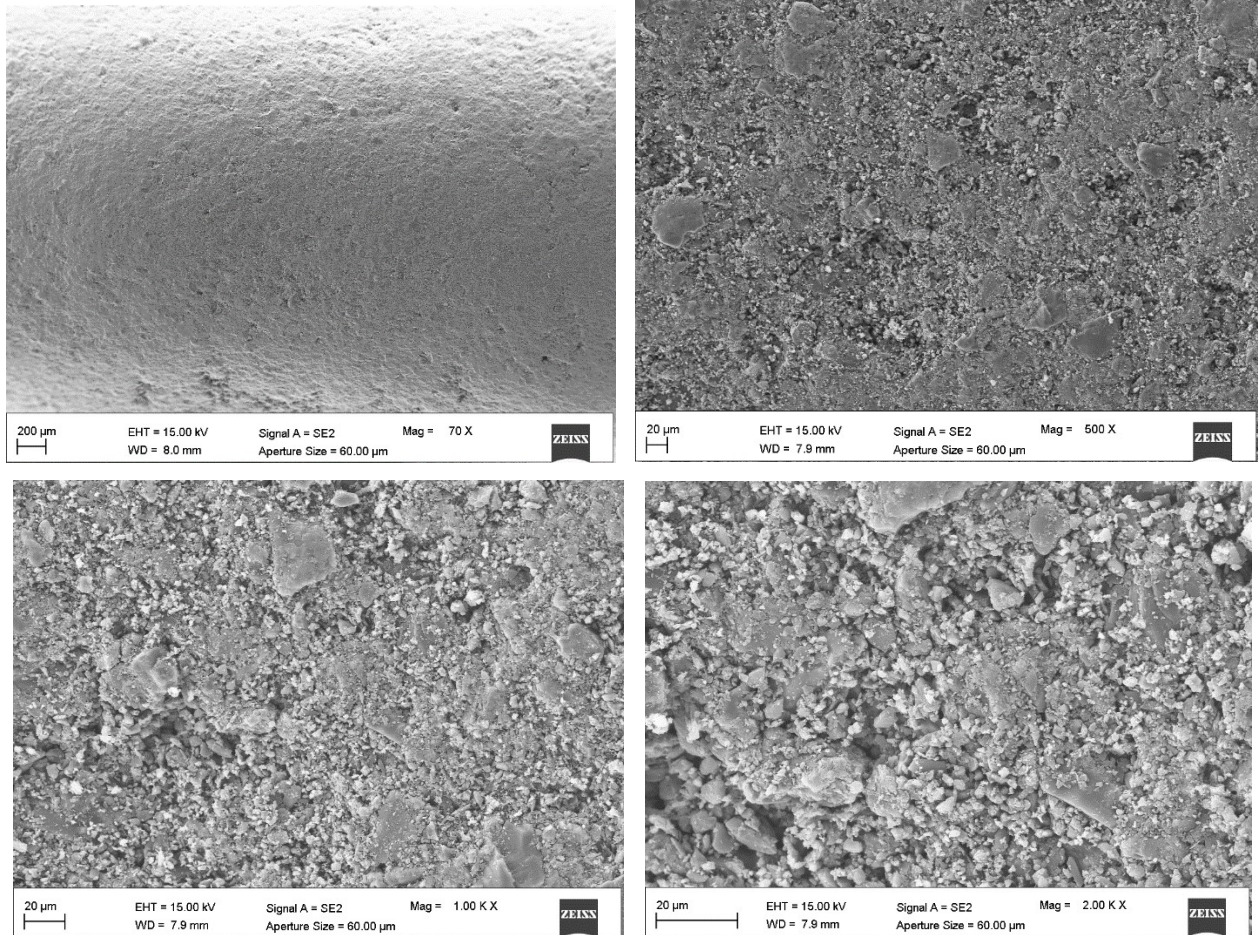


Fig. 10 Immagini SEM + diagramma di risposta di composizione EDS

C [%]	O [%]	ALTRI ELEMENTI [%]
59.32	25.47	K 2.20 Si 13.95 Na 2.28

Per il campione in analisi sono state prese in considerazione più immagini data la complessa distribuzione della tessitura superficiale che ha messo in luce una maggiore presenza di pori. Nel secondo fotogramma la freccia sta ad indicare un'inclusione sferica, sicuramente un'impurità, il grafico EDS infatti da una risposta diversa dalle altre due.

ANALISI SEM

*Fig. 11 Immagini SEM FCB0157601A*

ANALISI EDS

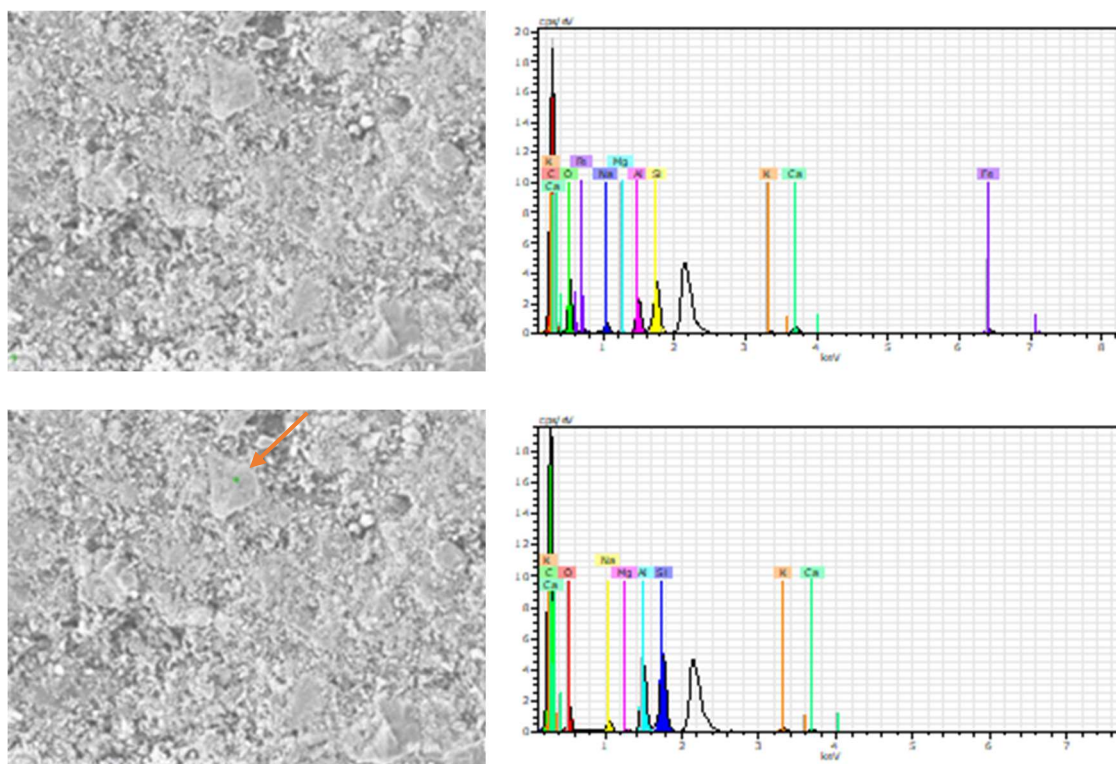
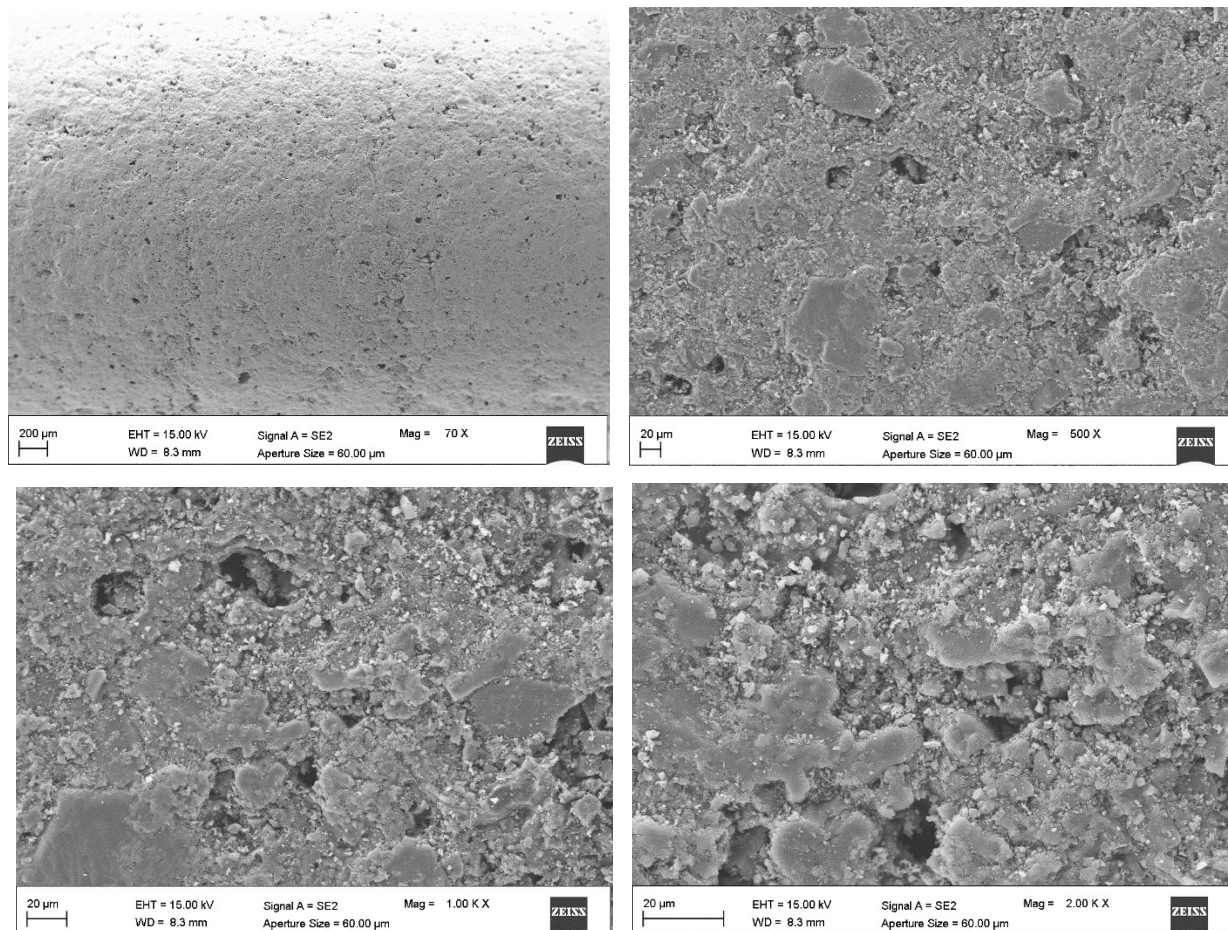


Fig. 12 Immagini SEM + diagrammi di risposta di composizione EDS

C [%]	O [%]	ALTRI ELEMENTI [%]
81.15	13.12	Si 2.42 Al 1.78

Questo carbone attivo granulare è caratterizzato da una struttura compatta e una tessitura superficiale omogenea. È contraddistinto da un alto tenore carbonioso di composizione (>80%), un basso contenuto di ossigeno, da un lieve contenuto di silicio e alluminio.

ANALISI SEM

*Fig. 13 Immagini SEM FCB0023361A*

ANALISI EDS

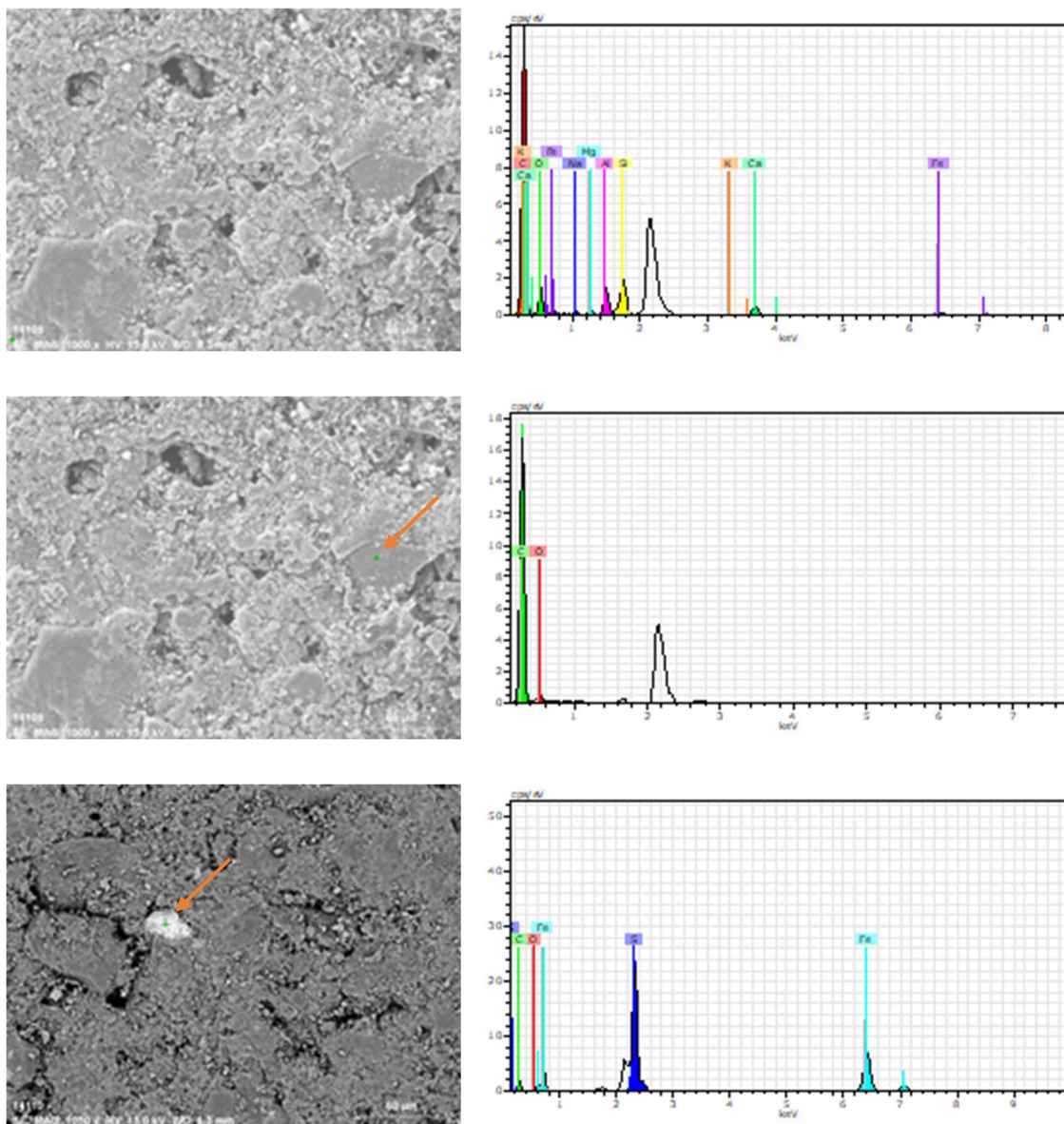


Fig. 14 Immagini SEM + diagrammi di risposta di composizione EDS

C [%]	O [%]	ALTRI ELEMENTI [%]
72,65	9,12	Si 12,47 Mg 2,42 Al 1,17

Questo campione è contraddistinto da un alto tenore di carbonio atomico (72,65%), da un piccolo contenuto di ossigeno e un abbondante presenza di silicio seguita da quantità minori di magnesio e alluminio.

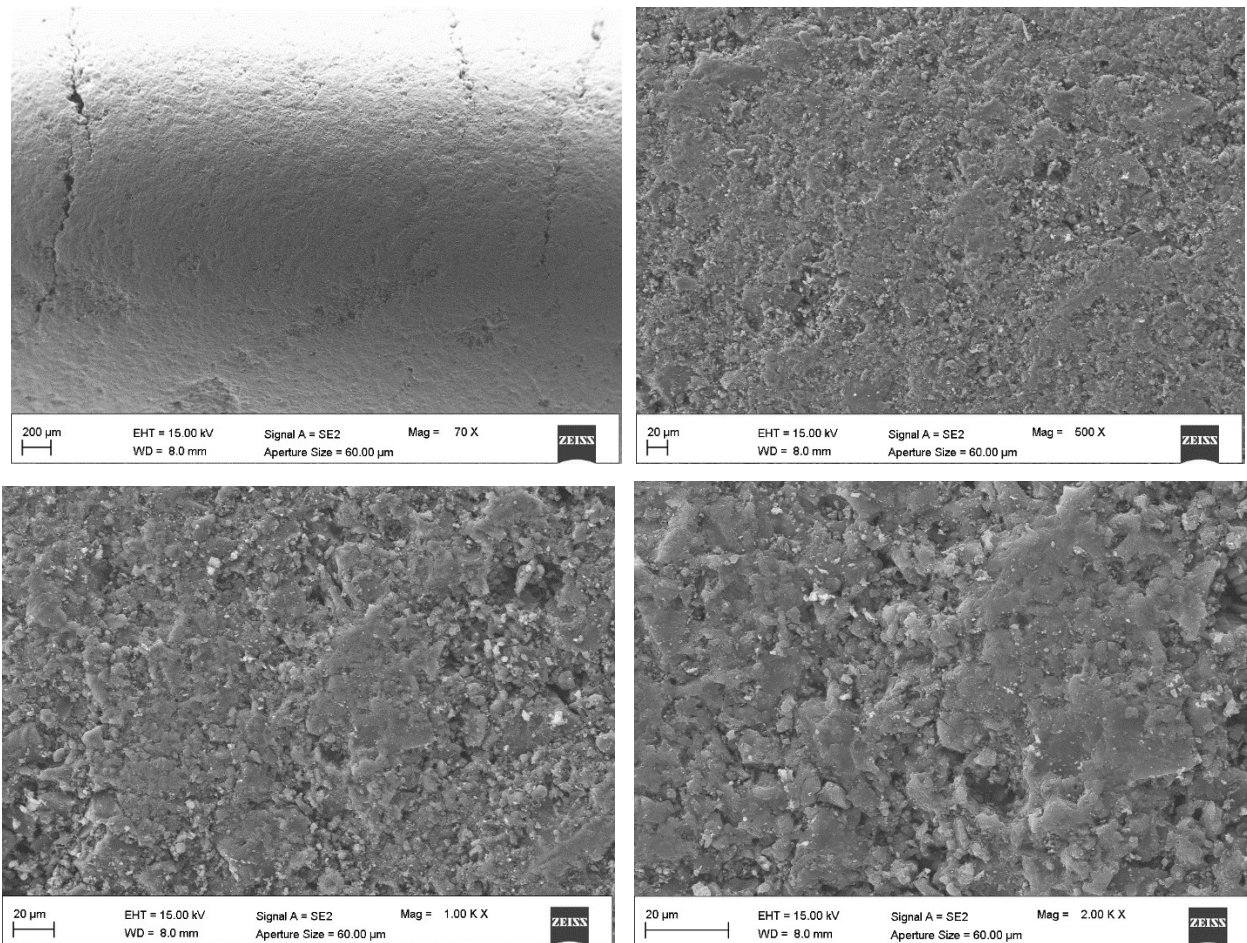


Fig. 15 Immagini SEM FCB0137124A

ANALISI EDS

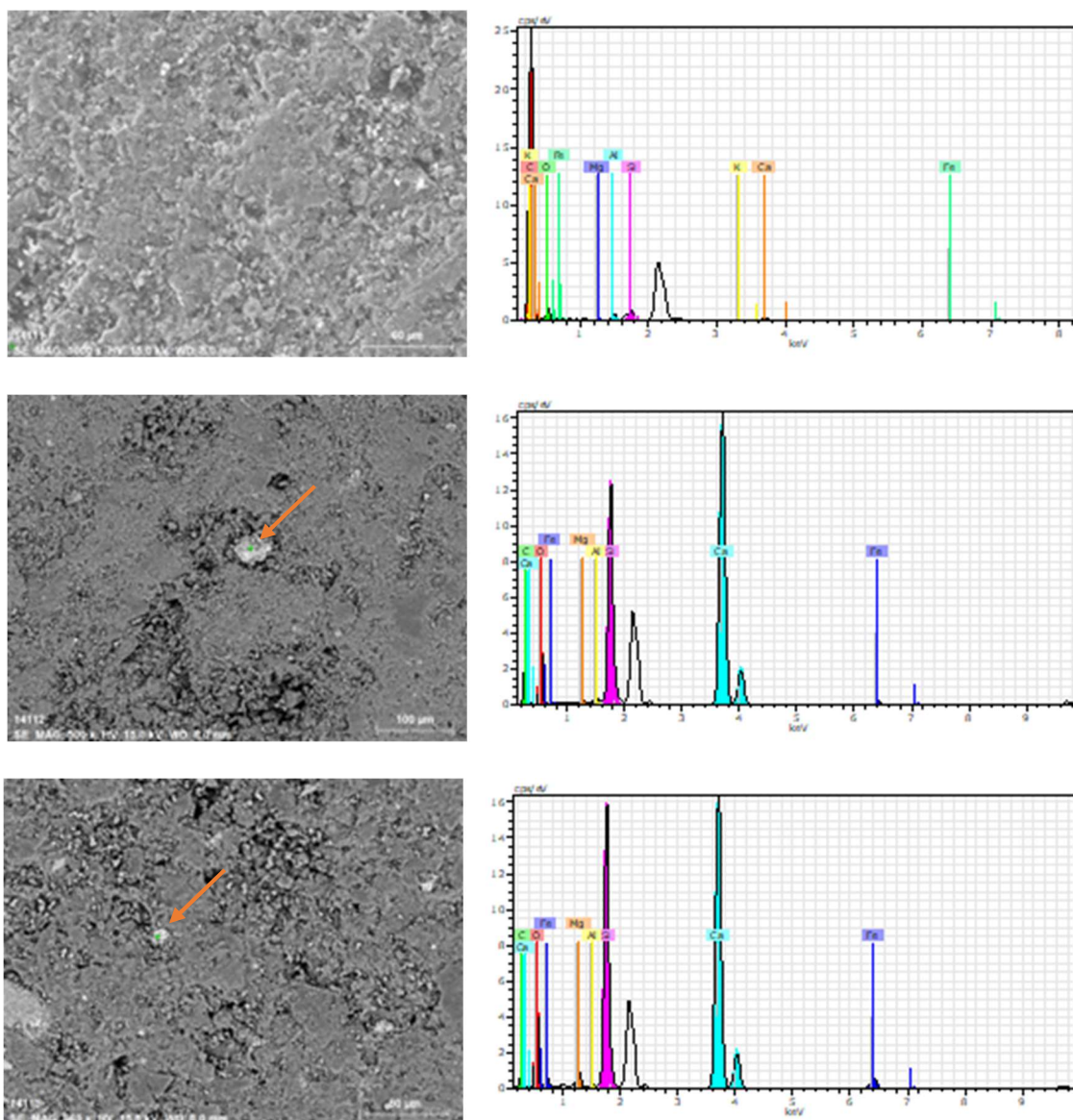
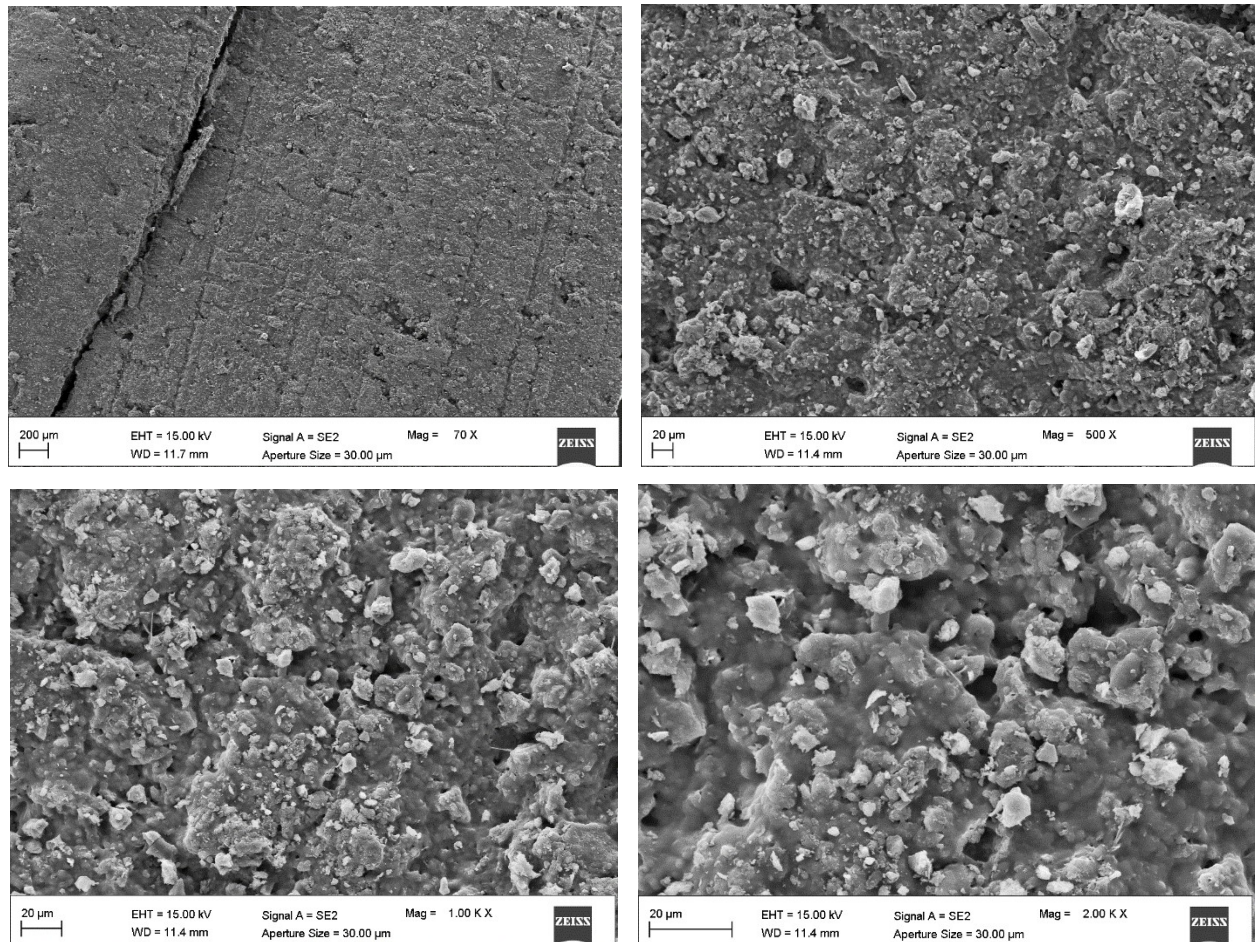


Fig. 16 Immagini SEM + diagramma di risposta di composizione EDS

C [%]	O [%]	ALTRI ELEMENTI [%]
47,36	29,37	Ca 13,91 Si 7,55

Da quanto emerso dall'analisi SEM possiamo apprezzare una tessitura superficiale omogenea e compatta, dall'analisi EDS è emerso che l'aliquota di composizione carboniosa sia poco minore del 50% (47.36%), l'ossigeno si attesta al 29.37% mentre apprezziamo una quantità di calcio del 13.91% e una discreta percentuale di silicio (7.55%).

ANALISI SEM

*Fig.17 Immagini SEM IMF*

ANALISI EDS

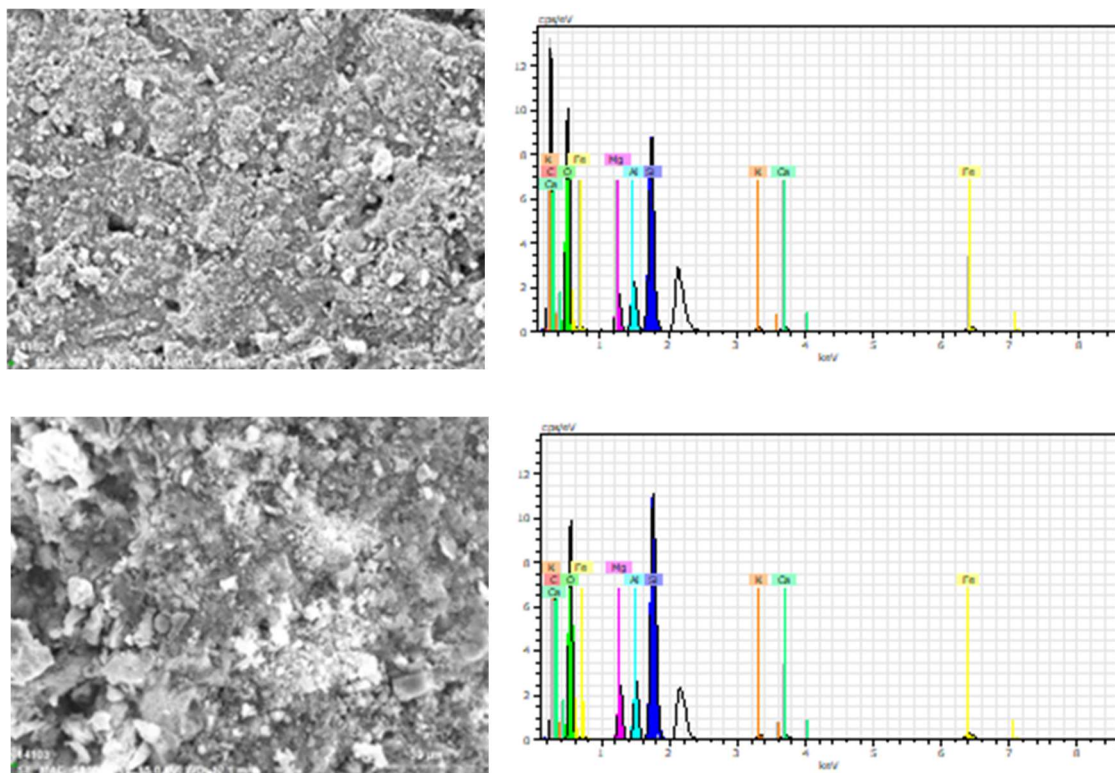


Fig. 18 Immagini SEM + diagramma di risposta di composizione EDS

C [%]	O [%]	ALTRI ELEMENTI [%]
56,26	34,26	Si 5,50 Al 1,35 Mg 1,42

Questo carbone caratterizzato da una alta compattezza al tatto, all'analisi SEM si osserva la presenza di pori distribuiti omogeneamente su tutta la superficie che risulta avere un aspetto ruvido. La composizione risulta essere per più del 50% costituita da carbonio con la presenza di alcuni metalli.

RESET

ANALISI SEM

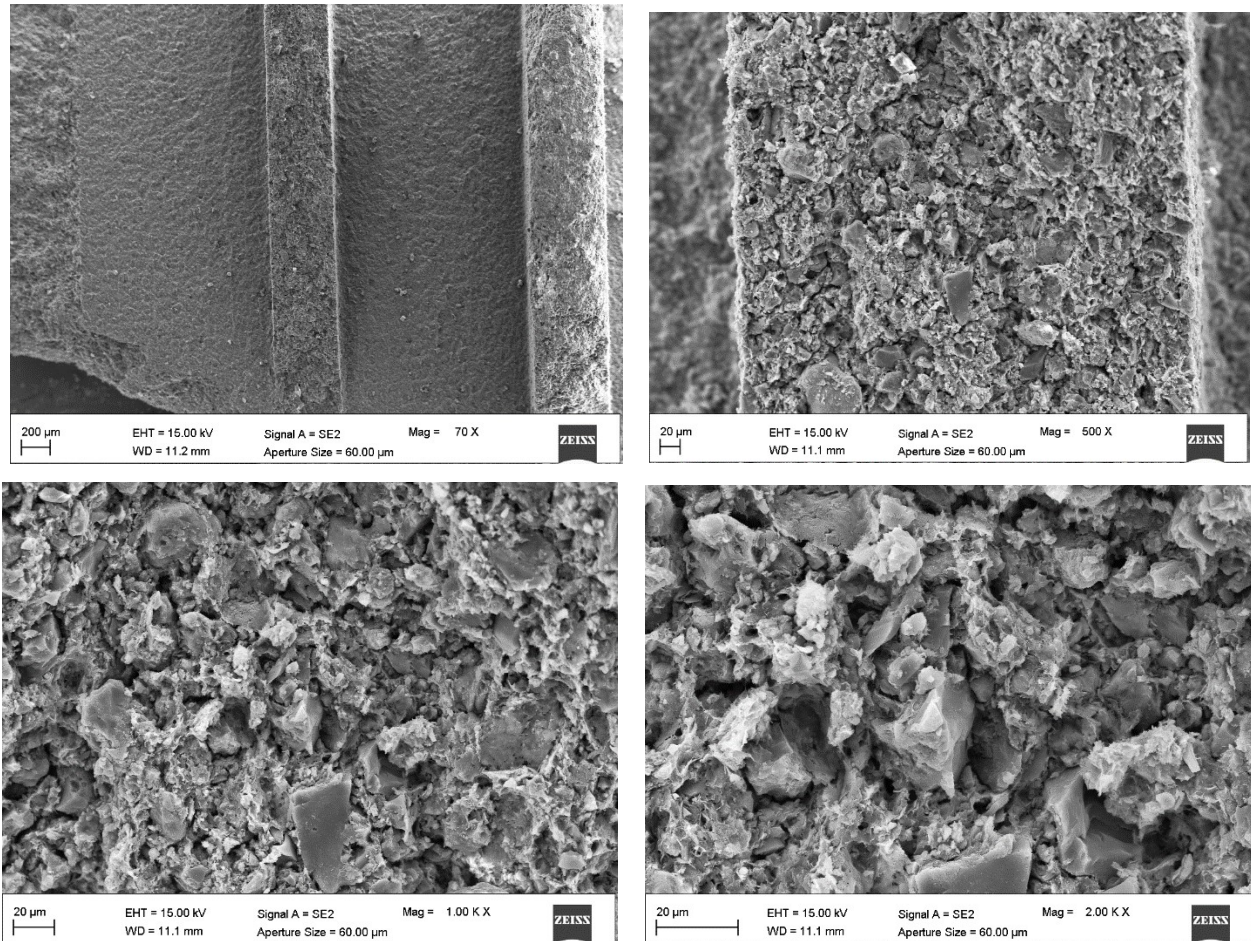


Fig. 19 Immagini SEM RESET

ANALISI EDS

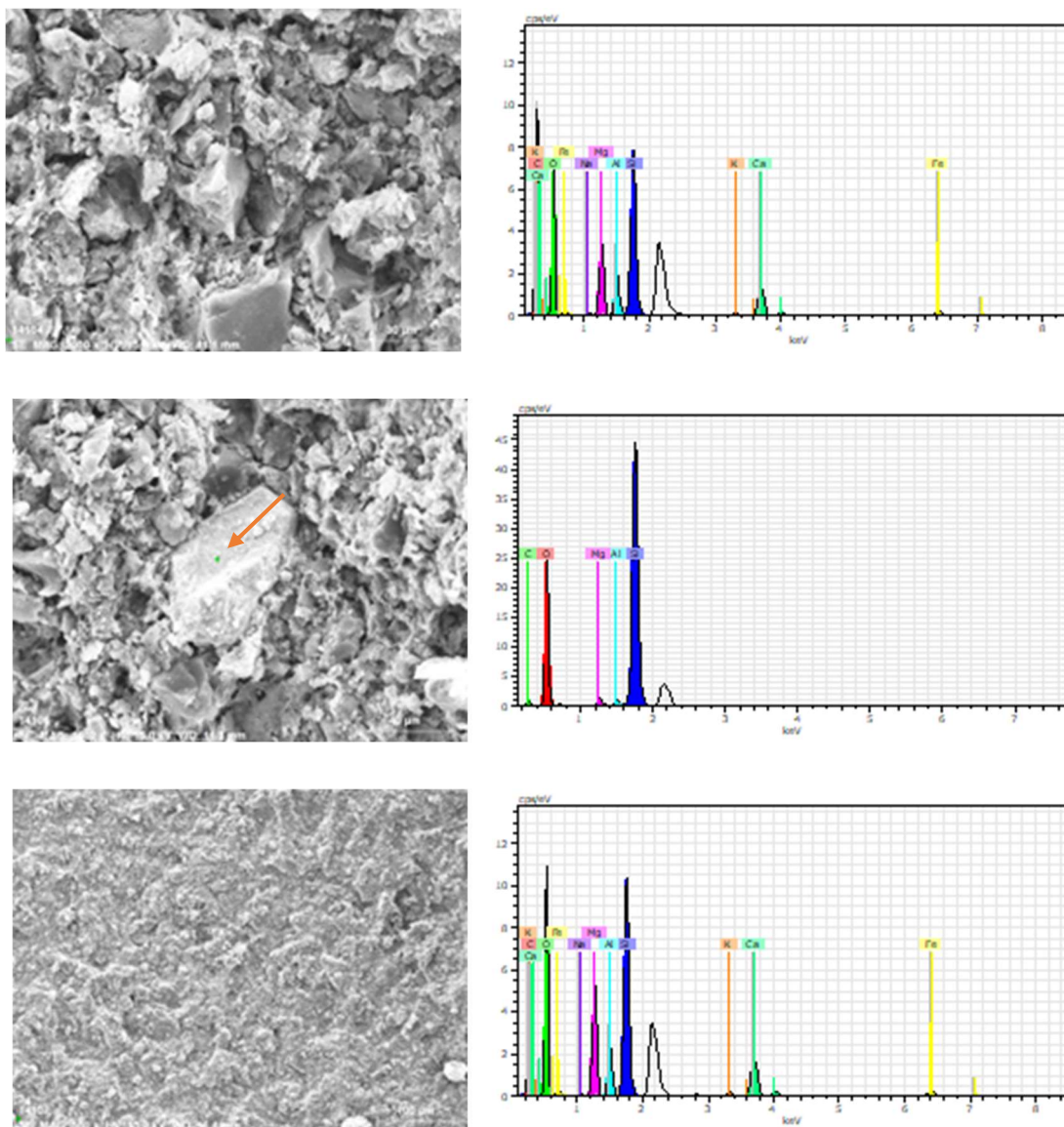


Fig. 20 Immagini SEM + diagramma di risposta di composizione EDS

C [%]	O [%]	ALTRI ELEMENTI [%]
38,9	43,2	Si 12,47 Mg 2,42 Al 1,17 Ca 1,4

Il risultato dell'analisi SEM evidenzia una tessitura superficiale scabra e dall'aspetto ruvido, inoltre l'EDS ci ridà una composizione carboniosa poco marcata rispetto gli altri campioni del 38,9% con l'ossigeno che si attesta al 43,2%. I componenti minori sono il silicio (12,47%), l'alluminio (1,17%), il calcio(1,4%) e il magnesio (0,33%).

2.8 LOI TEST E RISULTATI PROVA

La Loss on Ignition (LOI), o “perdita per accensione”, è un test utilizzato per misurare la quantità di materiali volatili presenti in un campione solido. Consiste nel pesare il campione, scaldarlo a temperature elevate (solitamente tra 500°C e 750°C) al fine di eliminare le sostanze volatili (come acqua, anidride carbonica o materiali organici), e poi pesarlo di nuovo. La differenza di peso prima e dopo la combustione coincide con la quantità di sostanze volatili eliminate.

Nel caso dei campioni in oggetto, il test Loss of Ignition (LOI) può fornire informazioni sulla quantità di materiali volatili presenti nella matrice carboniosa, come acqua residua, composti organici non completamente carbonizzati o eventuali impurità. Un alto valore di LOI può indicare una maggiore quantità di sostanze volatili, che potrebbe influenzare negativamente la capacità adsorbente del carbone attivo.

In sostanza, il LOI può essere un indicatore della purezza del carbone e della sua efficienza come materiale adsorbente. Una bassa perdita per accensione è generalmente desiderabile, poiché suggerisce che la maggior parte della massa del carbone è composta da carbonio attivo stabile, utile per le applicazioni di filtrazione o adsorbimento.

I risultati del test LOI forniscono un'indicazione cruciale sulla qualità, la composizione e la stabilità termica dei carboni attivi. Essi aiutano a valutare se il materiale è stato adeguatamente attivato, se presenta impurità significative e se è adatto per applicazioni specifiche come la depurazione o il trattamento dell'aria. Un'analisi completa, eventualmente integrata con altre tecniche (es. BET per la porosità o EDS per la composizione chimica), può offrire una caratterizzazione più dettagliata del materiale.

PROCEDURA

Ogni campione di carbone attivo è stato inserito in un crogiolo, ovvero un contenitore concavo in materiale ceramico e resistente alle alte temperature. Precedentemente tutti i crogioli sono stati condizionati in stufa a 110° C per 60 minuti al fine di eliminare l'umidità adesa sulla superficie del crogiolo stesso. È stato successivamente pesato 1 grammo di ciascun campione e ciascun sistema crogiolo + campione. I crogioli sono stati inseriti nella muffola a temperatura ambiente ed è stata impostata una temperatura di riscaldamento di 500°C. Una volta raggiunta tale temperatura, essa è stata mantenuta costante per 1h. A questo punto la temperatura è stata innalzata a 750°C e una volta raggiunta questa, è stata mantenuta per un'ulteriore ora. Il riscaldamento è avvenuto gradualmente in modo tale da consentire tutti i processi chimici lentamente.

RISULTATI DELLA PROVA

m _{iniziale}	m _{finale}	IGNITION LOSS
(g)	(g)	(%)
1,00	0,0028	99,72%
1,00	0,0006	99,94%
1,00	0,0179	98,21%
1,00	0,2038	79,62%
1,00	0,1158	88,42%
1,00	0,0869	91,31%
1,00	0,3569	64,31%
1,00	0,4484	55,16%

Tab. 1 Risultati prova LOI

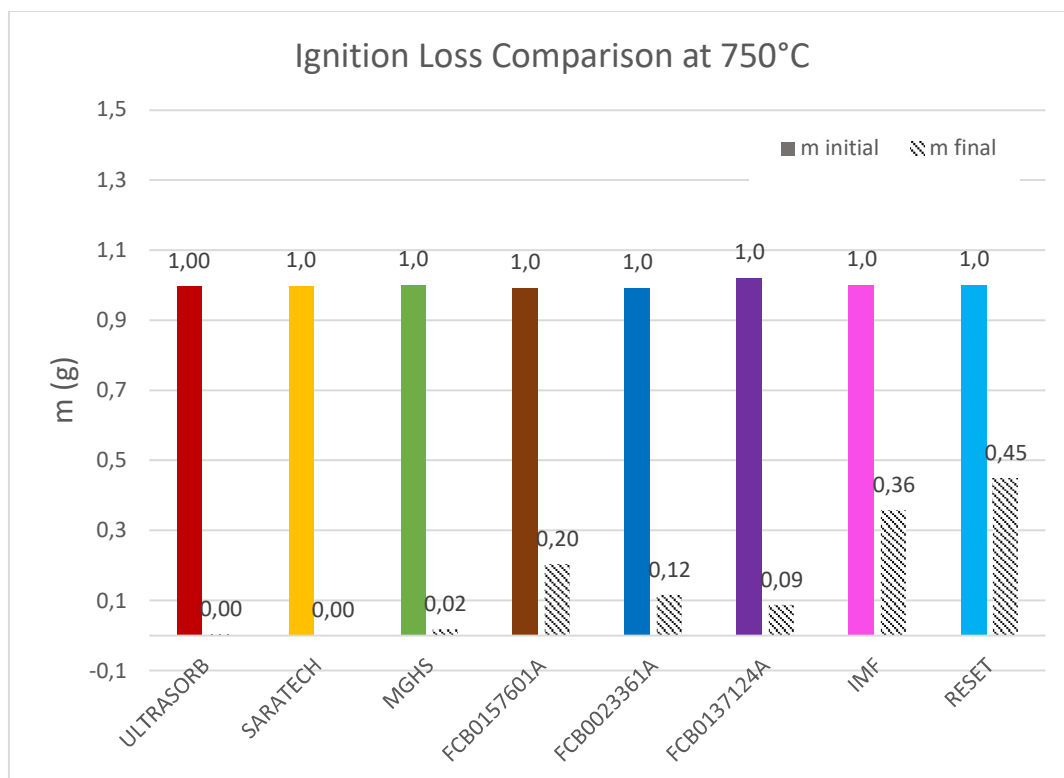


Fig 21 Istogramma in cui si compara la massa iniziale con quella finale ottenute nel test LOI.

Dai risultati riportati nella tabella dei risultati e nell'istogramma sovrastante notiamo che i primi tre campioni della categoria "MATERASSINI" risultano i carboni attivi che hanno perso circa la totalità della massa iniziale. Questo sicuramente è dovuto alla composizione chimica del supporto a cui sono adesi i materiali depuranti che risulta polimerica e che funge da supporto al materiale depurante stesso.

2.9 ASPETTO DEI CAMPIONI DOPO IL TRATTAMENTO TERMICO



Fig. 22 Ceneri dei carboni attivi della tipologia "MATERASSINI"

Possiamo notare come a parità di massa di partenza con tutti gli altri carboni le ceneri presenti risultano assai scarse.



Fig. 23 Ceneri dei carboni attivi della tipologia "GRANULI"

Per questa tipologia di carboni la perdita di massa risulta meno evidente e apprezziamo che dal colore iniziale nero essi hanno assunto una colorazione tendente al maroncino/rosso,



Fig. 24 Ceneri dei carboni attivi della tipologia "CERAMICI"

Per questa tipologia di campioni la perdita di massa è risultata minore di tutte le altre tipologie, anche qui notiamo un cambiamento di colore.

2.10 BET TEST

BET (Brunauer-Emmett-Teller): Questa tecnica misura l'area superficiale specifica del carbone attivo. Una maggiore area superficiale significa una maggiore capacità di adsorbire molecole. Il metodo BET fornisce informazioni sulla porosità e sulla struttura del materiale, che sono cruciali per capire le proprietà adsorbenti del carbone.

Risultati analisi dell'area superficiale BET

L'analisi dell'area superficiale BET è stata condotta per determinare l'area superficiale specifica dei campioni di carbone attivo. Questa analisi è fondamentale per comprendere la capacità di adsorbimento dei filtri in oggetto. Di seguito sono riportati i valori dell'area superficiale per ciascun campione.

Quello che ci aspettiamo, alla luce dei risultati ottenuti, è che per valori di superficie specifica maggiori otterremo valori di assorbimento maggiori.

	BET TEST		
	SUPERFICIE SPECIFICA (m ² /g)	SUPERFICIE MICROPORI (m ² /g)	VOLUME MICROPORI (cm ³ /g)
ULTRASORB	734,37	610,53	0,30
SARATECH	699,12	584,14	0,28
MHGS	354,29	291,52	0,14
FCB0157601A	394,28	212,48	0,10
FCB0023361A	394,28	212,48	0,10
FCB0137124A	553,08	466,38	0,23
IMF	609,25	307,16	0,15
RESET	504,68	214,44	0,10

Tab. 2 Risultati analisi BET

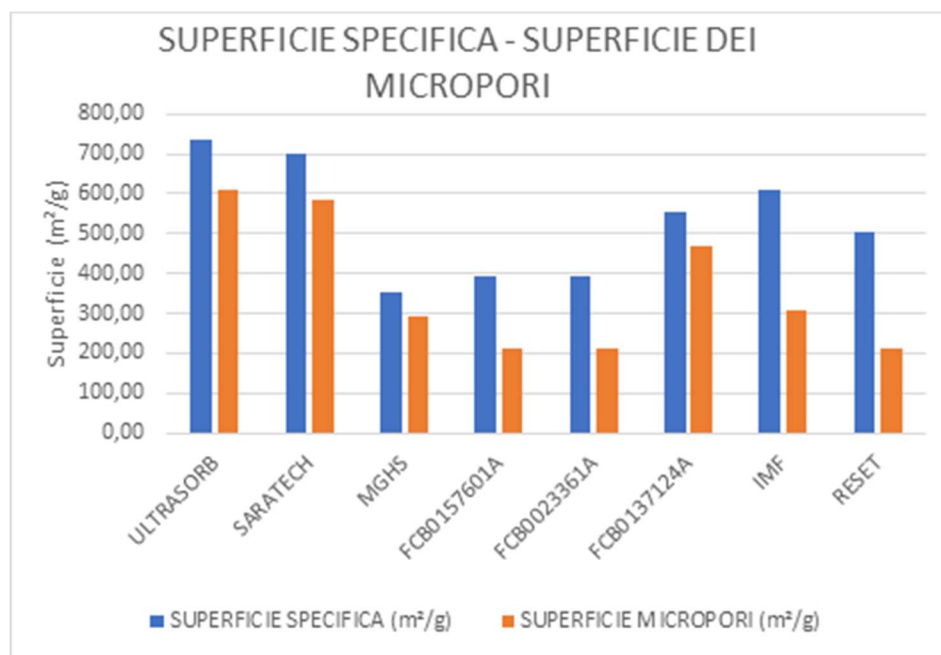


Fig. 25 Istogramma relazione superficie specifica con superficie dei micropori

Dai risultati della tabella soprariportata si evince che i campioni con una superficie specifica maggiore sono ULTRASORB (734,37 m²/g), SARATECH (699,12 m²/g), FCB0137124A (553,08 m²/g) e IMF (609,25 m²/g).

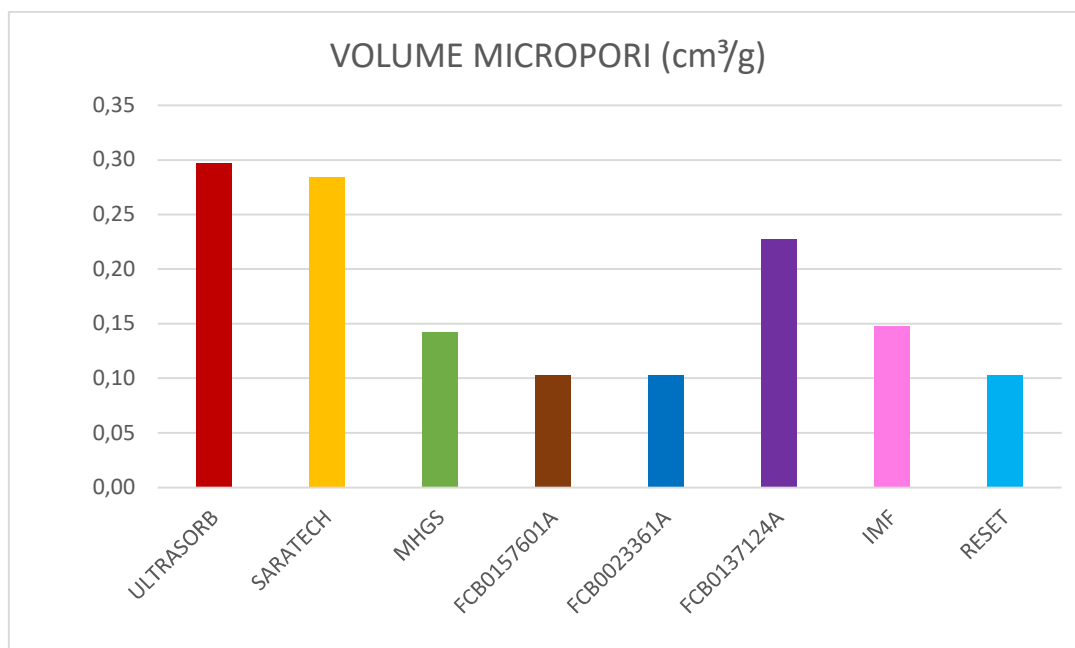


Fig. 26 Volume dei micropori dei campioni

Nel grafico sovrastante possiamo notare i valori per ciascun campione riguardo il volume dei micropori. I carboni che presentano maggiori valori di volume dei micropori sono ULTRASORB, SARATECH (categoria materassini) e FCB0137124A.

2.11 TEST COV

Il COV test consiste nel misurare la concentrazione in ppm (parti per milione) di un composto organico volatile che viene iniettato nella camera di prova, di 17 litri, sigillata dall'ambiente circostante e che viene tenuto miscelato in esso grazie ad un sistema di ventilazione. Il reagente usato per questa prova è il MEK (metiletilchetone), ne viene utilizzato per ciascuna prova un volume di 1 µl. Tramite un sensore PID (fotoionizzatore), viene misurata la concentrazione di tale composto nel volume della camera di prova, tale misura viene effettuata in automatico a step di un minuto per un totale di trenta minuti. Ne ricaviamo delle curve concentrazione/tempo che possono essere confrontate per stabilire l'effettivo adsorbimento del COV da parte del carbone attivo.

Come primo test abbiamo effettuato la prova con l'iniezione del MEK e ne abbiamo misurato la concentrazione nel tempo, senza inserire all'interno della camera nessun materiale adsorbente. Questa prima curva rappresenta il nostro "bianco" (blank), o decadimento naturale, che andremo a sottrarre alla curva di decadimento della concentrazione dei vari campioni per ricavare il loro adsorbimento. Per tutti i campioni sono state effettuate almeno due prove.

CURVE DI ADSORBIMENTO

Queste curve rappresentano l'andamento della concentrazione del MEK iniettato nella camera di controllo in funzione del tempo. Esse rappresentano dunque la concentrazione di composto organico volatile che il campione è capace di adsorbire sulla propria superficie specifica. Esso risulta essere un utile parametro per stimare l'efficienza funzionale del campione. Il sensore PID fornisce dati in ppm (parti per milione). Le curve in ascissa presentano la percentuale riferita ai ppm totali iniettati nel volume a $t=0$ s, tramite il semplice calcolo

$$C = (Ct/C0 \times 100)$$

(Dove Ct- concentrazione in tempo x e C0 concentrazione iniziale)

abbiamo ricavato la concentrazione di MEK presente nel volume di controllo minuto per minuto.

Per ogni campione abbiamo poi plottato la concentrazione in funzione del tempo all'interno del grafico. La percentuale adsorbita dal campione sarà calcolata come $\%MEK_{iniziale} - \%MEK_{finale}$.

Ogni prova è stata eseguita per una durata continua di 30 minuti.

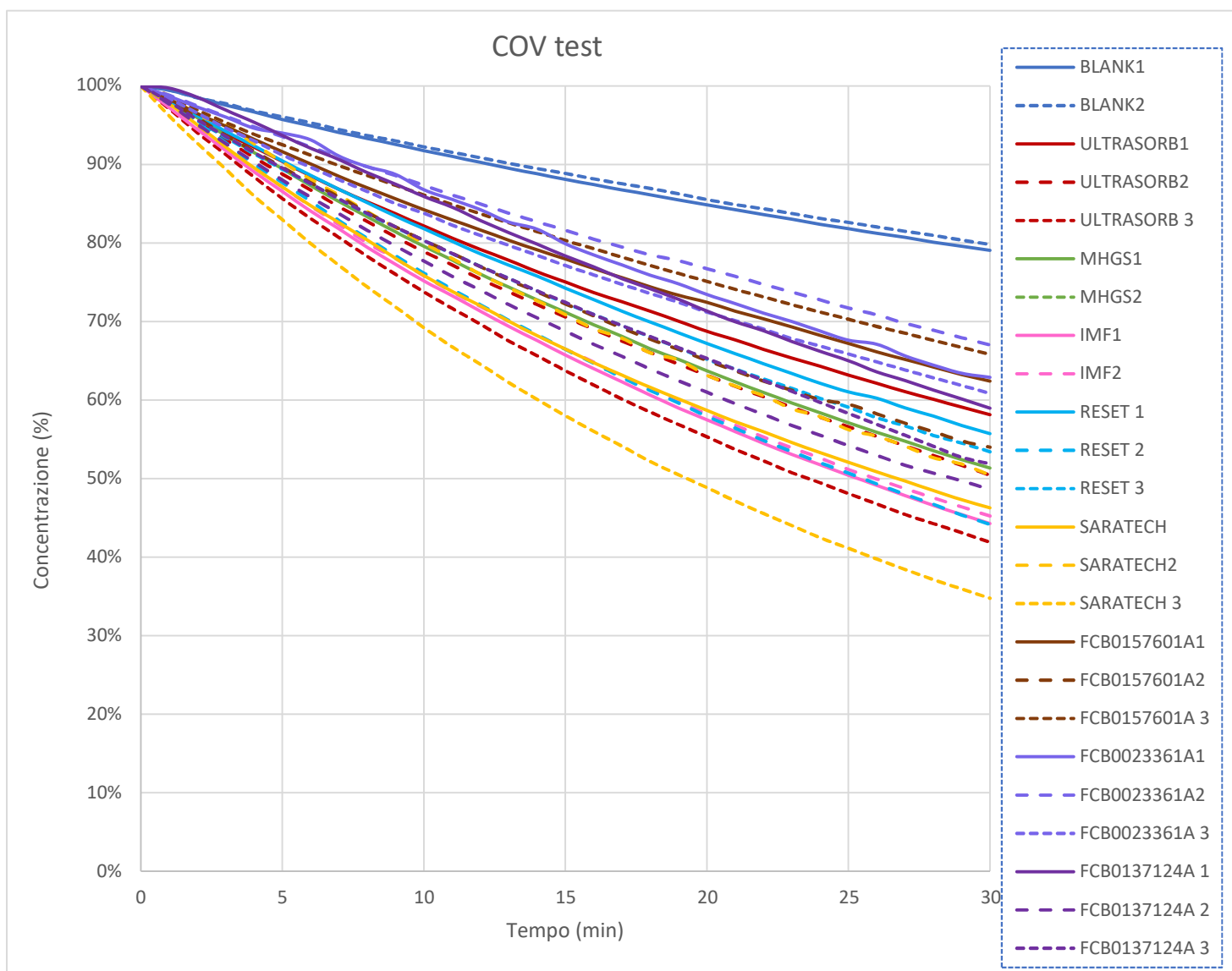


Fig. 27 Curve di decadimento della concentrazione

Per ogni campione sono state effettuate due prove e laddove sono state rilevate differenze tra adsorbimenti a 30 minuti maggiori del 5% attribuibili a variazioni causate da condizioni differenti (umidità relativa, temperatura), ne è stata effettuata una terza. Un indice di bontà dei risultati sono sicuramente le curve relative al bianco (blank, nella camera non è stato inserito nessun campione di carbone attivo) che risultano avere medesimo comportamento nel tempo e stessa concentrazione finale.

VALORI DI ADSORBIMENTO MEDIO DOPO 30 MINUTI

	PRIMA MISURAZIONE	SECONDA MISURAZIONE	TERZA MISURAZIONE	MEDIA	DEVIAZIONE STANDARD
ULTRASORB	42	49	58	50	8,02
SARATECH	54	50	65	56	7,77
MHGS	49	50	/	50	0,71
IMF	56	56	/	56	0
RESET	43	55	47	48	6,11
FCB0137124A	50	50	48	49	1,15
FCB0023361A	34	34	41	36	4,04
FCB0157601A	37	45	34	39	5,69

Tab. 3 Adsorbimenti a 30 minuti di tutte le prove

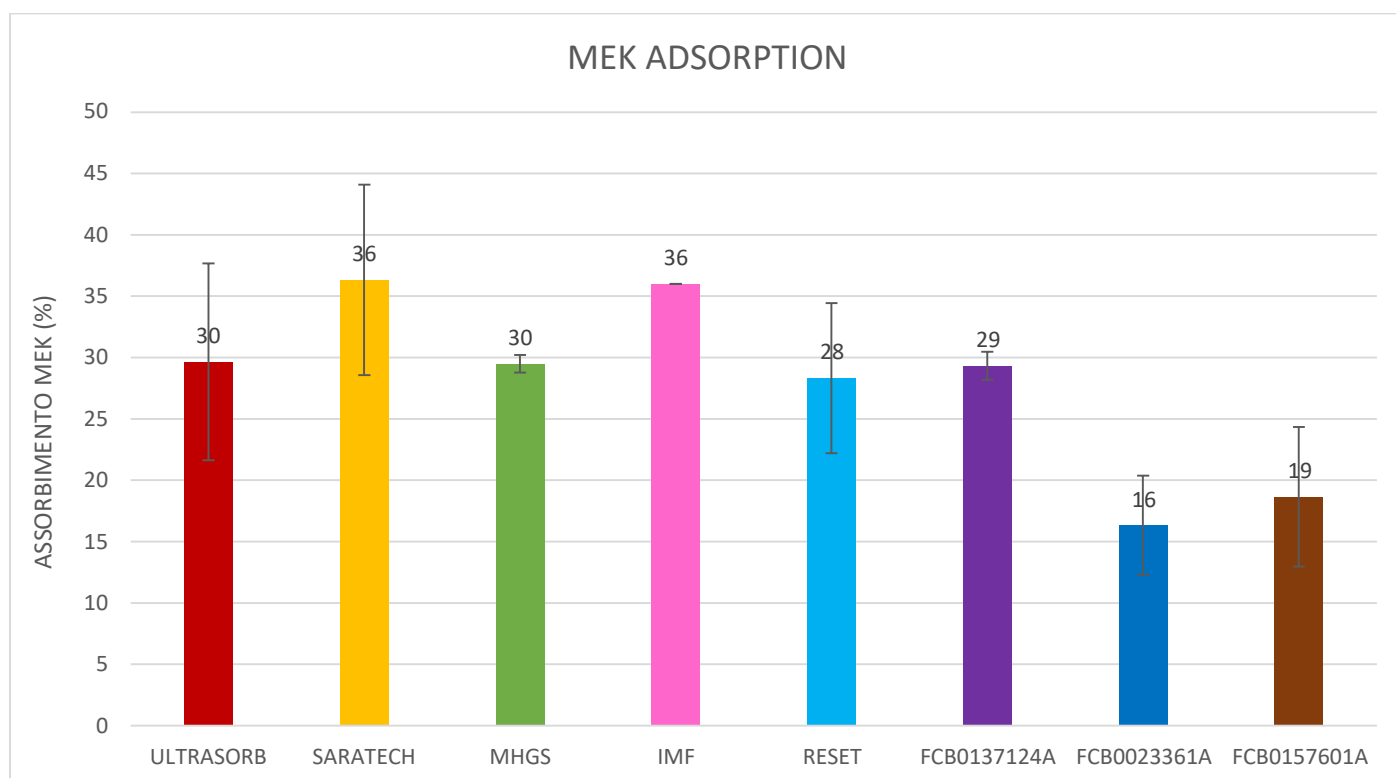


Fig. 28 Istogrammi di adsorbimento medio del MEK di tutti i campioni

	PRIMA MISURAZIONE	ADSORBIMENTO NETTO	SECONDA MISURAZIONE	TERZA MISURAZIONE	ADSORBIMENTO NETTO
ULTRASORB	42	22	49	58	29
SARATECH	54	34	50	65	30
MHGS	49	29	50	/	30
IMF	56	36	56	/	36
RESET	43	23	55	47	35
FCB0137124A	50	30	50	48	30
FCB0023361A	34	14	34	41	14
FCB0157601A	37	17	45	34	25

Tab. 4 Adsorbimenti dei campioni per ciascuna misurazione

N.B. Con adsorbimento netto si intende la percentuale di concentrazione media di MEK delle 2 o 3 prove meno la concentrazione presente nella prova senza carbone attivo (bianco) dovuta al naturale decadimento della stessa.

NOME CAMPIONE	PERCENTUALE DOPO 30 MINUTI	ADSORBIMENTO	MEDIA	ADSORBIMENTO NETTO	BET SUPERFICIE SPECIFICA (m ² /g)
BLANK 1	80%	20%	20%	/	/
BLANK 2	80%	20%			
ULTRASORB 1	58%	42%	50%	30%	734,37
ULTRASORB 2	51%	49%			
ULTRASORB 3	42%	58%			
SARATECH 1	46%	54%	56%	36%	699,12
SARATECH 2	50%	50%			
SARATECH 3	35%	65%			
MHGS 1	51%	49%	50%	30%	354,29
MHGS 2	50%	50%			
IMF 1	44%	56%	56%	36%	609,25
IMF 2	44%	56%			
RESET 1	57%	43%	48%	28%	504,68
RESET 2	45%	55%			
RESET 3	53%	47%			
FCB0137124A 1	50%	50%	49%	29%	553,08
FCB0137124A 2	50%	50%			
FCB0137124A 3	52%	48%			
FCB0023361A 1	66%	34%	36%	16%	434,63
FCB0023361A 2	67%	34%			
FCB0023361A 3	59%	41%			
FCB0157601A 1	63%	37%	39%	19%	394,28
FCB0157601A 2	55%	45%			
FCB0157601A 3	66%	34%			

Tab. 5 Risultato di tutte le prove per ciascun campione

CONCLUSIONI

Dalla precedente tabella possiamo desumere che i carboni con maggiori prestazioni depuranti sono quelli che appartengono alla categoria dei materassini: ULTRASORB, SARATECH E MHGS, che sono stati in grado di adsorbire la concentrazione rispettivamente del 30%, 36% e 30% del MEK immesso all'interno del volume di controllo. Per ULTRASORB e SARATECH apprezziamo le maggiori misure di superficie specifica, superficie e volume dei micropori rilevate nel BET TEST. La loro composizione risulta essere non interamente composta da materiale depurante, come anche confermato dalla prova LOI che per questa tipologia di campioni ha messo in luce una quasi totale di perdita di massa dovuta alla combustione delle parti volatili che costituiscono il supporto di natura termoplastica. A seguire è apprezzabile la capacità di adsorbimento dei carboni attivi ceramici di cui il carbone IMF spicca sugli altri con una percentuale di adsorbimento del 36% alla pari del SARATECH. Nel mentre i carboni granulari hanno avuto un comportamento meno buono per quanto riguarda l'adsorbimento del MEK, questo già intuibile dal risultato sotto la media degli altri campioni sotto il punto di vista delle superfici specifiche. Per loro, la migliore prestazione risulta essere quella dell'FCB0137124A, questo giustificabile dall'alta superficie specifica rilevata e anche dalla superficie e volume dei micropori.

	CAMPIO NE	mVOLATI LE(%)	SUPERF ICIE SPECIFI CA (m ² /g)	SUPERFI CIE MICROP ORI (m ² /g)	VOLUM E MICROP ORI (cm ³ /g)	PERCENTU ALE DI ADSORBIM ENTO ASSOLUTO DOPO 30'	C [%]	O [%]	ALTRI ELEMENT I [%]
MATERA SSINI	ULTRASO RB	100%	734,37	610,53	0,30	30%	85, 89	14, 11	*
	SARATEC H	100%	699,12	584,14	0,28	36%	93, 38	6,6 2	*
	MGHS	98%	354,29	291,52	0,14	30%	59, 32	25, 47	K 2,20 Si 13,95 Na 2,28
GRANULI	FCB0157 601A	79%	394,28	212,48	0,10	19%	81, 15	13, 12	Si 2,42 Al 1,78
	FCB0023 361A	88%	394,28	212,48	0,10	14%	72, 65	9,1 2	Si 12,47 Mg 2,42 Al 1,17
	FCB0137 124A	91%	553,08	466,38	0,23	30%	47, 36	29, 37	Ca 13,91 Si 7,55
CERAMIC I	IMF	64%	609,25	307,16	0,15	36%	56, 25	34, 26	Si 5,50 Al 1,35 Mg 1,42
	RESET	55%	504,68	214,44	0,10	28%	40, 61	42, 96	Si 12,47 Mg 2,42 Al 1,17
*** L'analisi non ha trovato ulteriori componenti									

Tab.6 Risultati delle misure BET e COV per ciascun campione e composizione chimica elementare EDS.

2.12 CONSIDERAZIONI

Per quanto riguarda i materiali presi in esame è necessario sottolineare come suggerito dalla tabella nella pagina precedente, che i migliori adsorbimenti del MEK sono quasi sempre attribuibili a carboni con elevati valori di superfici specifiche e superfici-volumi dei micropori. È altresì doveroso constatare che anche quando i risultati della prova BET non consegnano valori importanti, le prestazioni ottimali nella depurazione possono essere ascrivibili alla composizione elementare del materiale. Di fatti si notano per i campioni FCB0137124A e IMF i componenti come il calcio, silicio, magnesio e alluminio che risultano appunto avere buone prestazioni disinquinanti.

In questa parte di elaborato sono stati trattati aspetti metodologici necessari alla caratterizzazione dei materiali in nostro possesso. Questa trattazione ci è e sarà necessaria per poter capire quali sono i possibili aspetti di un materiale depurante sui quali intervenire per ottenere un prodotto dalle prestazioni ottimali in una futura fase di sviluppo degli stessi che però possano soddisfare requisiti in ambito ecologico e ecocompatibile.

3. Parte sperimentale II

3.1 BIOPOLIMERI ED ELETTROSPINNING:

ACETATO DI CELLULOSA

L'**acetato di cellulosa (CA)** è un materiale polimerico derivato dalla cellulosa, il più abbondante biopolimero naturale presente nelle piante. Questo composto è ottenuto tramite la reazione della cellulosa con anidride acetica o acido acetico in presenza di catalizzatori, un processo che introduce gruppi acetati lungo la catena polimerica. Grazie alla sua combinazione unica di proprietà, l'acetato di cellulosa è considerato un materiale versatile e altamente funzionale. È **biodegradabile**, **rinnovabile** e non tossico, rendendolo una scelta sostenibile per numerose applicazioni.

ELETTROSPINNING

L'elettrofilatura, nota anche come electrospinning, è una tecnica che consente di ottenere fibre estremamente sottili a partire da un polimero in stato fluido, reso tale tramite fusione o dissoluzione in appositi solventi. Questo metodo permette di produrre fibre con diametri estremamente piccoli, spesso inferiori al micron e talvolta dell'ordine di pochi nanometri. Sebbene il principio del processo sia relativamente semplice, il suo controllo risulta complesso a causa dei numerosi parametri che ne influenzano il risultato.

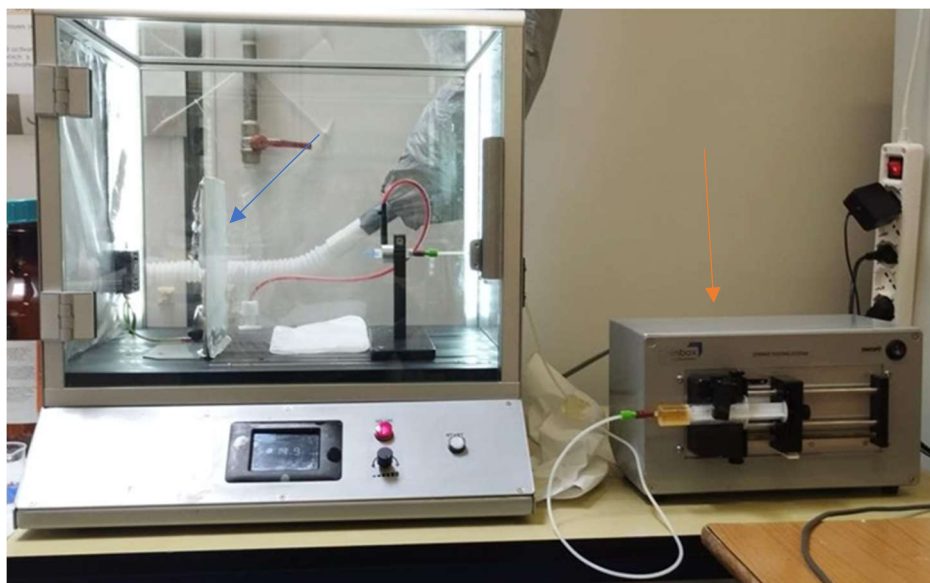


Fig. 29 Elettrospinning presente nel laboratorio

Il procedimento prevede l'uso di una siringa riempita con una soluzione composta dal polimero e dal solvente. Questa soluzione viene estrusa grazie a una pompa volumetrica (freccia arancione nell'immagine sopra), la quale è collegata a un ago con diametro interno variabile, direttamente o tramite un tubo di piccole dimensioni. La pompa garantisce un flusso costante, generalmente di pochi millilitri al minuto, ed è controllata da un computer che consente di regolare sia il flusso che il volume totale della soluzione da processare.

A una certa distanza dall'ago è posizionato un collettore (freccia blu nella fotografia), solitamente costituito da un materiale metallico, su cui le fibre vengono raccolte. Tra l'ago e il collettore viene applicato un campo elettrico di alta tensione (tipicamente compreso tra 5 kV e 30 kV) generato da un apposito dispositivo. Questo campo carica elettricamente entrambi gli elementi, permettendo la formazione delle fibre.

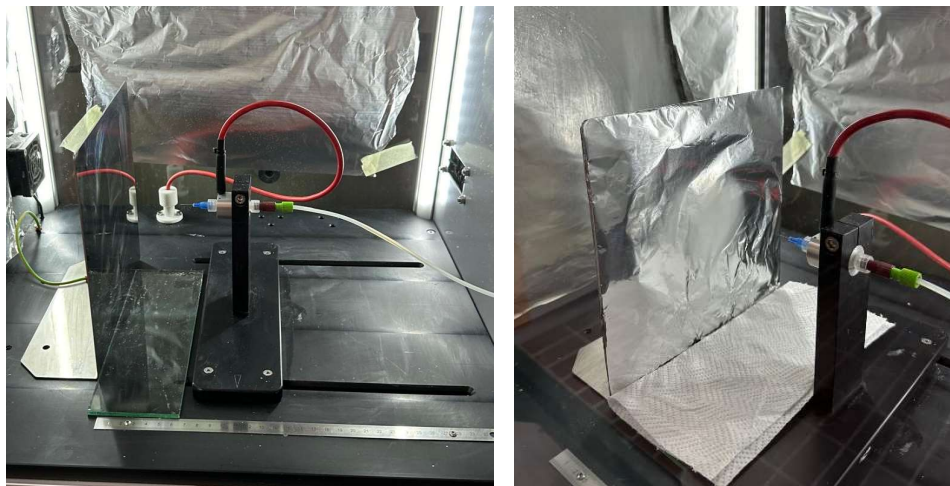


Fig. 30 A sx ago + collettore, a dx collettore coperto da carta di alluminio

3.2 PARAMETRI DELL'ELETTROSPINNING

I principali parametri che influenzano il processo di elettrofilatura sono i seguenti:

- Portata del flusso: rappresenta la quantità di soluzione erogata nell'unità di tempo, espressa in ml/min.
- Distanza tra ago e collettore: parametro cruciale per garantire che il solvente abbia il tempo necessario per evaporare completamente.
- Voltaggio: strettamente legato alla soluzione utilizzata e, di conseguenza, al tipo di polimero impiegato.
- Temperatura: influisce sulla viscosità della soluzione e sul comportamento del solvente.
- Umidità: può condizionare l'evaporazione del solvente e la formazione delle fibre.
- Concentrazione del polimero e natura della soluzione: la composizione chimica della soluzione influisce sulle proprietà finali delle fibre.
- Volume totale da elettrofilare: determina la quantità complessiva di materiale processato.
- Diametro della siringa: incide sul flusso e sulla pressione della soluzione.
- Dimensione interna ed esterna dell'ago: influenza la distribuzione della soluzione e la stabilità del getto.

Nel caso in cui si utilizzino soluzioni diverse per produrre filtri distinti, è fondamentale pulire accuratamente o sostituire l'ago impiegato. Questo deve essere fatto utilizzando il solvente della soluzione successiva, per rimuovere eventuali residui solidificati di polimero che potrebbero compromettere la corretta formazione delle fibre e la qualità del filtro finale.

3.3 PREPARAZIONE SOLUZIONI

Per effettuare l'elettrofilatura è stato necessario la composizione di diverse soluzioni di acetato di cellulosa con differenti concentrazioni e differenti solventi per poter fare un controllo su quale soluzione fosse la più appropriata e che ci desse dei risultati. I solventi utilizzati per la composizione dei vari design sono stati l'acqua, l'acetone e l'etanolo. L'unico composto comune a tutte le soluzioni è stato l'acetato di cellulosa. Per ciascun design sono state preparate due soluzioni da sottoporre ciascuna alla filatura con diametri di ago differente.



Fig. 31 Acetato di cellulosa in polvere



Fig. 32 Preparazione soluzione solvente



Fig. 33 Miscelazione e riscaldamento soluzioni

3.4 ESECUZIONE DELLA FILATURA

L'esecuzione della filatura di ogni singolo mix design è eseguita in due parti: due per ogni tipologia di mix.

La prima con un ago dal diametro interno di 0.42 mm (22 Gauge blue, ago 1) e con un flusso di 5 ml/ora, la seconda prova invece con un ago dal diametro interno 0.84mm (18 sea green, ago 2) con la stessa portata. Sul collettore viene posizionato un foglio metallico (comune carta di alluminio) su cui si andranno a depositare i fili costituiti da acetato di cellulosa.

Soluzi one	Concentrazione	Mix design	Tipo di ago	Voltaggio (kV)	Velocità flusso (ml/min)	Distanza ago-collettore (cm)	Caratteristiche e comportamento	T(°)	UR (%)
S1(1)	5% w/v	CA(1.67g)+Acetone(30ml)+water(3ml)	22 Gauge blue	10	0.083	5	La soluzione ottura l'ago. Cambiamo l'ago con uno dal diametro maggiore	18,7	62.2
S1(2)	5% w/v	CA(1.67g)+Acetone(30ml)+water(3ml)	18 sea green	10	0.083	5	Con questo diametro la prova è sembrata andar meglio ma qualche volta l'ago si è otturato allo stesso modo.	18,7	62.2
S2(1)	5% w/v	CA(1.67g)+Acetone(27ml)+Ehanol(3ml)+water(3ml)	22 Gauge blue	10	0.083	5	Confrontando con l'S1(1) il risultato è stato simile anche peggiore	18,7	62.2

S2(2)	5% w/v	CA(1.67g)+A cetone(27m l)+Ehanol(3 ml)+water(3 ml)	18 sea green	10	0.083	5	Con questo diametro la prova è sembrata andar meglio ma qualche volta l'ago si è otturato allo stesso modo.	18, 7	62. 2
S3(1)	5% w/v	CA(1,67g)+A cetone (23ml)+Etha nol(7ml)+w ater(3ml)	22 Gauge blue	10	0.083	5	Il piccolo diametro dell'ago non ha permesso un flusso regolare alla soluzione facendo occludere l'ago.	18, 8	42. 2
S3(2)	5% w/v	CA(1,67g)+A cetone (23ml)+Etha nol(7ml)+w ater(3ml)	18 sea green	10	0.083	5	Con il diametro Maggiore il flusso è stato più regolare.	18, 8	42. 2
S4(1)	5% w/v	CA(1,67g)+A cetone (20ml)+Etha nol(10ml)+ water(3ml)	22 Gauge blue	10	0.083	5	In questo caso il risultato è stato migliore	18, 8	42. 2
S4(2)	5% w/v	CA(1,67g)+A cetone (20ml)+Etha nol(10ml)+ water(3ml)	18 sea green	10	0.083	5	Il diametro maggiore ha permesso un miglior flusso nell'ago.	18, 8	42. 2

Tab. 7 Composizione soluzioni e parametri elettrospinning

3.5 CONSIDERAZIONI

Il test effettuato ha evidenziato una viscosità troppo elevata di quasi tutte le soluzioni che tendevano a solidificarsi troppo rapidamente e quindi ad ostruire l'ago impedendo la fuoriuscita di ulteriore soluzione. Di conseguenza era necessario stoppare di continuo l'iniezione per rimuovere il materiale che occludeva l'ago per poi far ripartire il flusso.

Dopo aver effettuato la filatura con tutti i mix design preparati è stato necessario il controllo di tutti i fogli di alluminio al SEM per verificare l'effettiva creazione dei filamenti a noi necessari per la creazione del supporto.

3.6 RISULTATI - Immagini SEM

Fig. 34: S1 (ago 1)

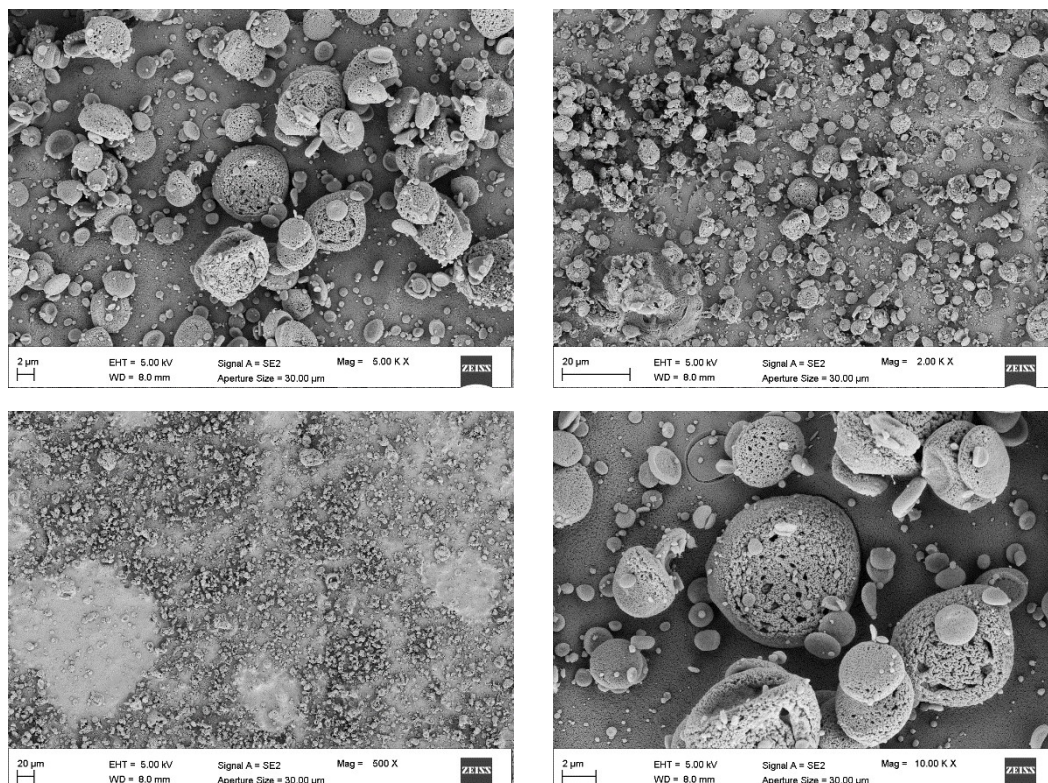


Fig. 35: S1 (ago 2)

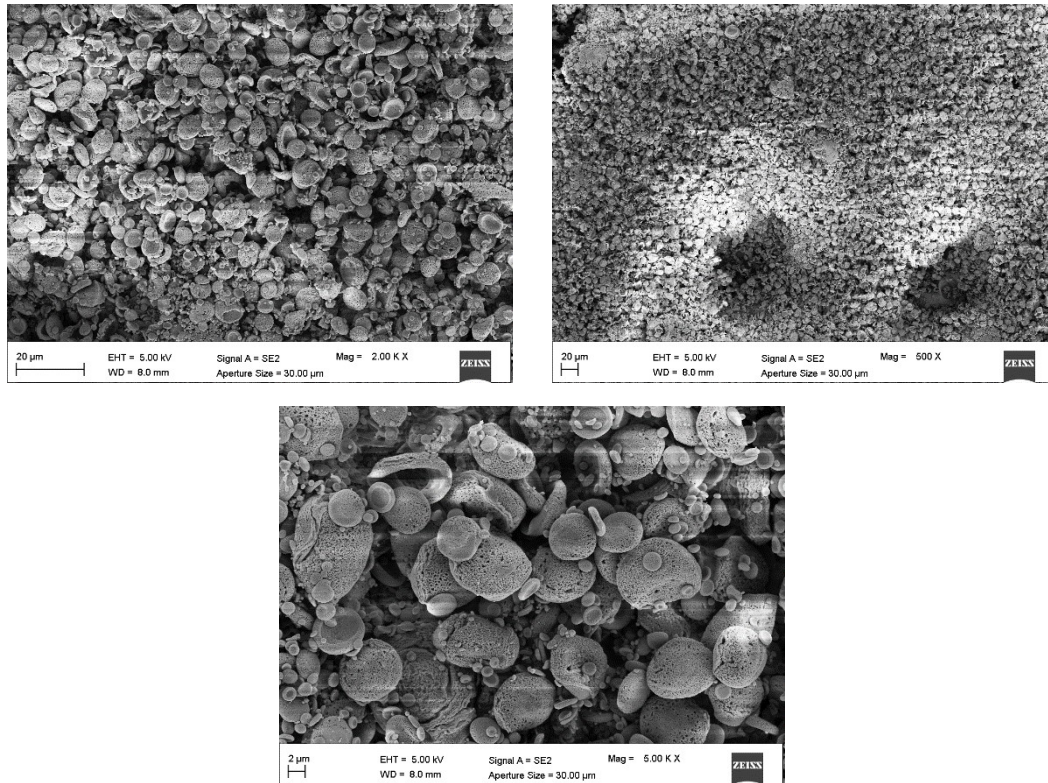


Fig. 36: S2 (ago 1)

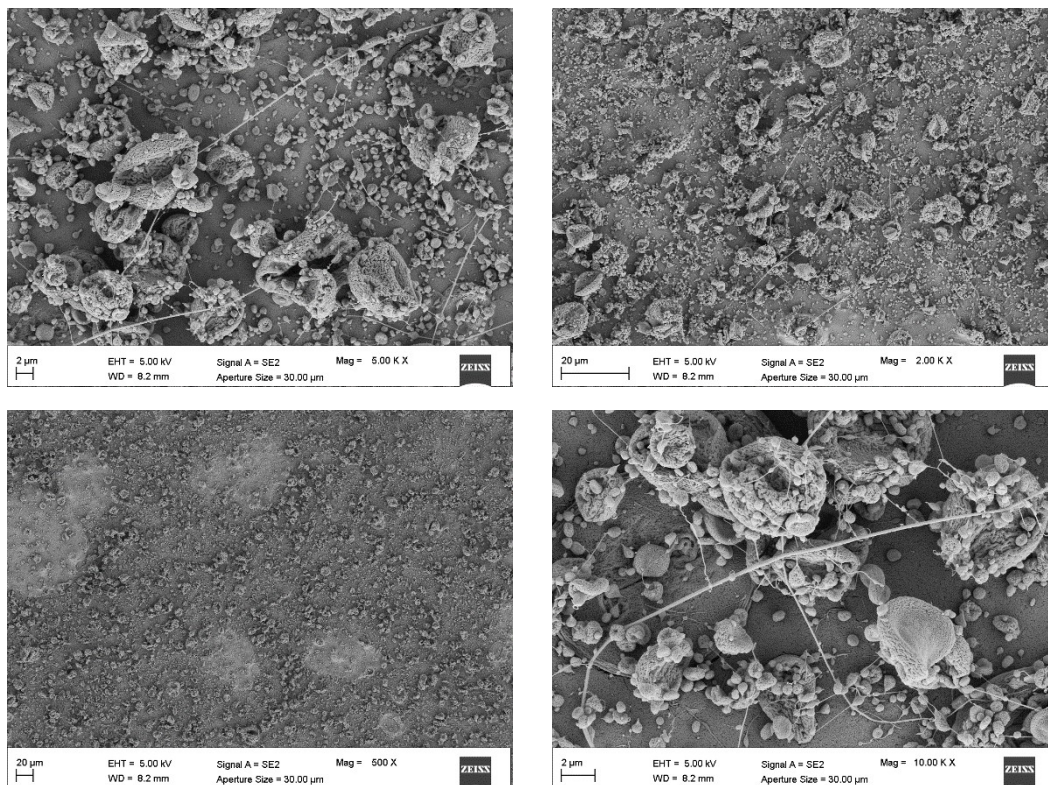


Fig. 37: S2 (ago2)

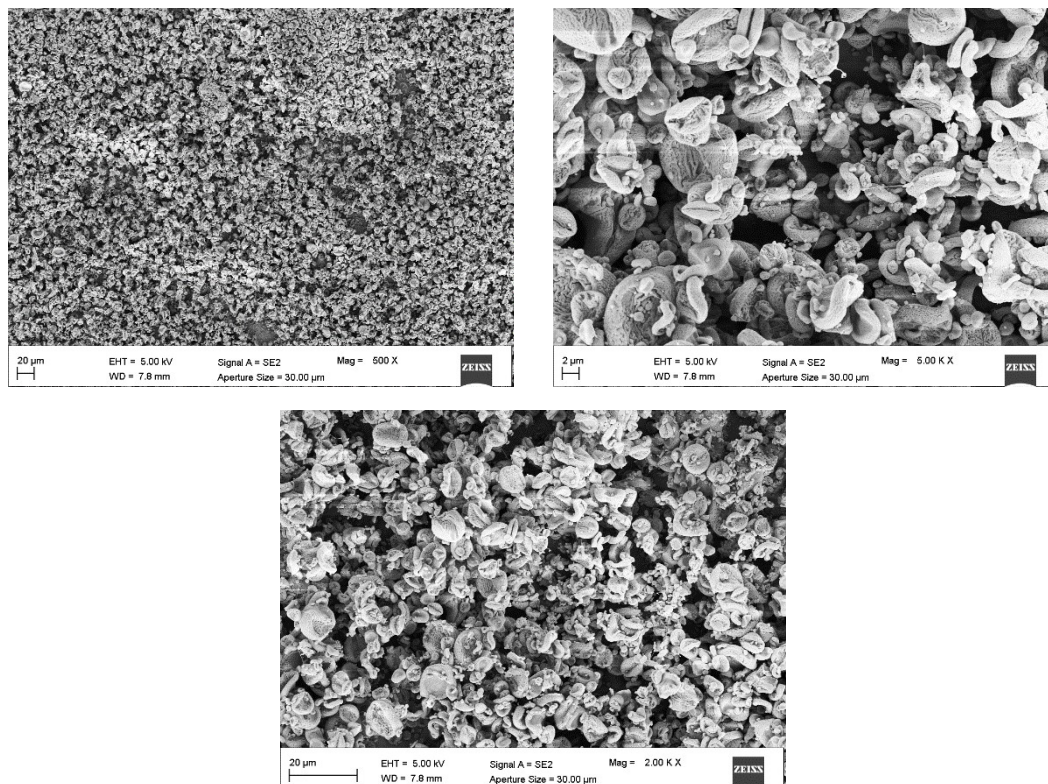


Fig. 38: S3 (ago1)

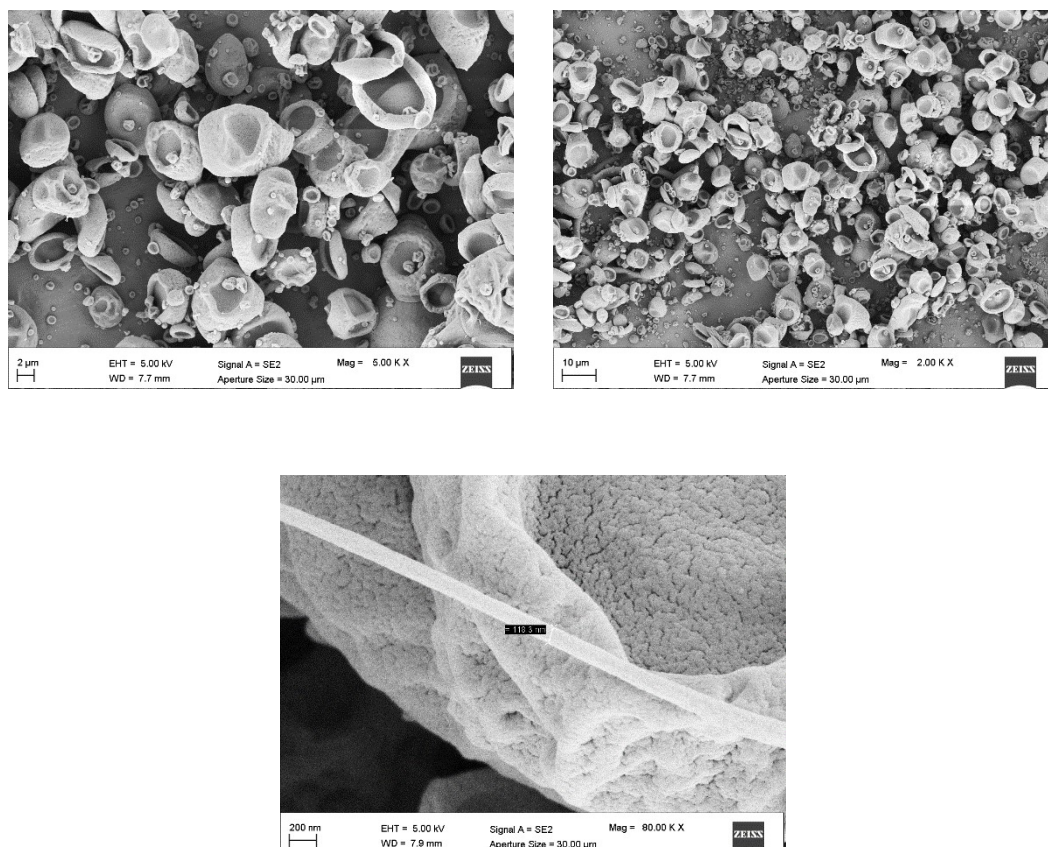


Fig. 39: S3 (ago 2)

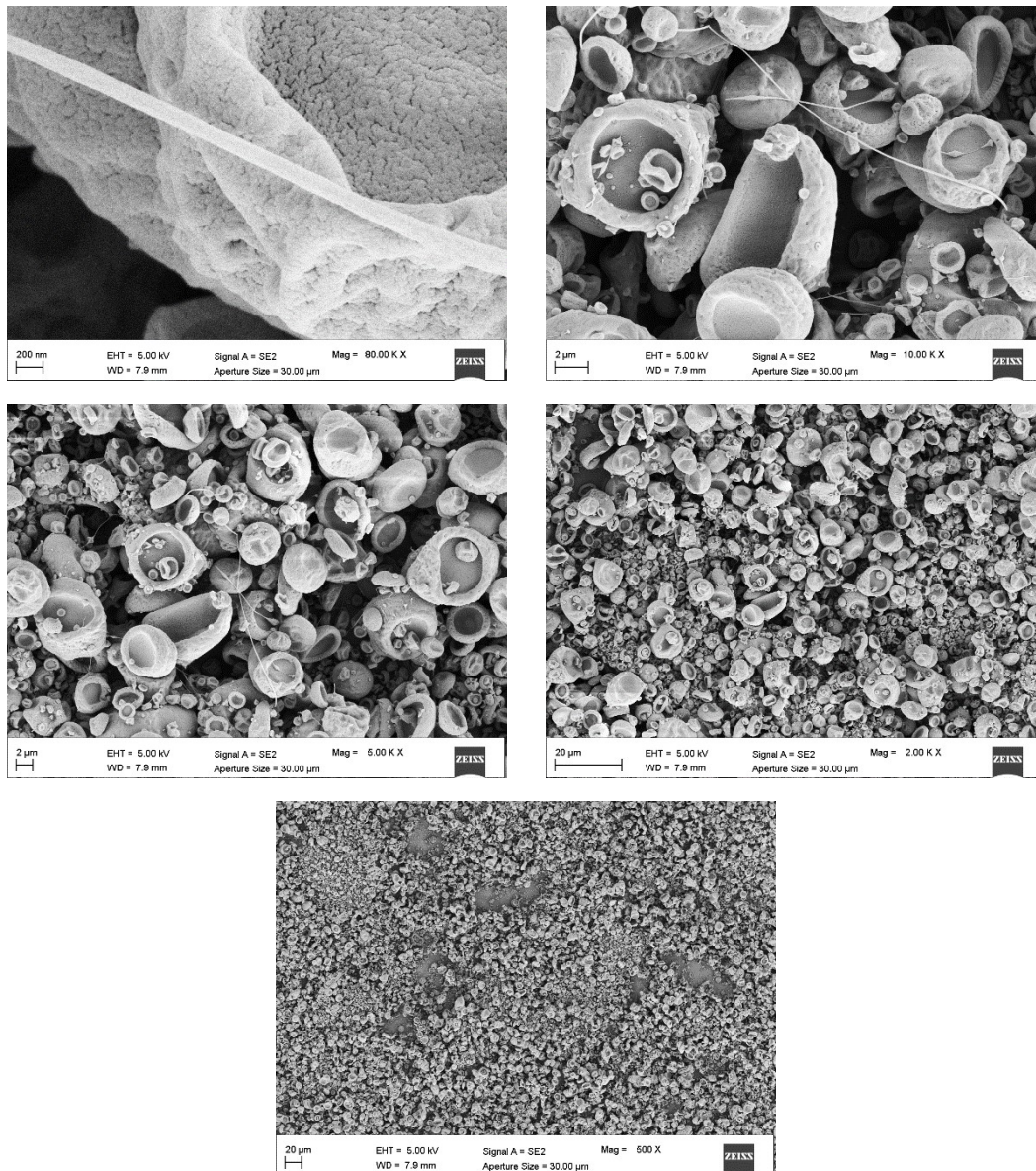


Fig. 40: S4 (ago 1)

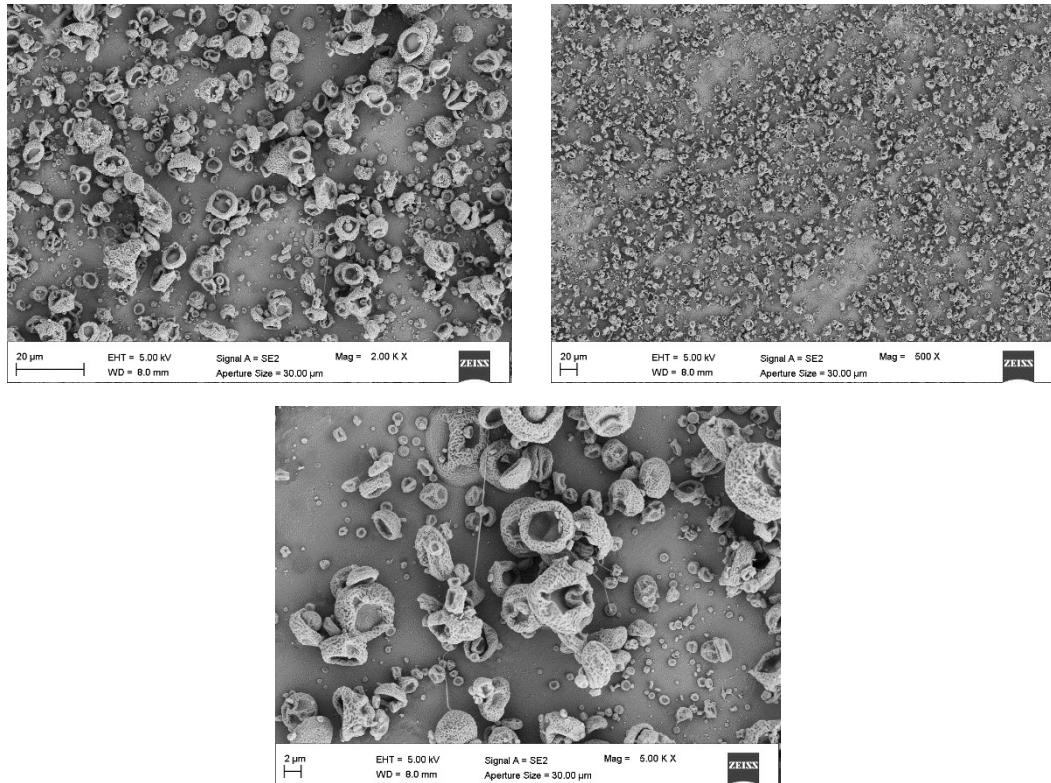
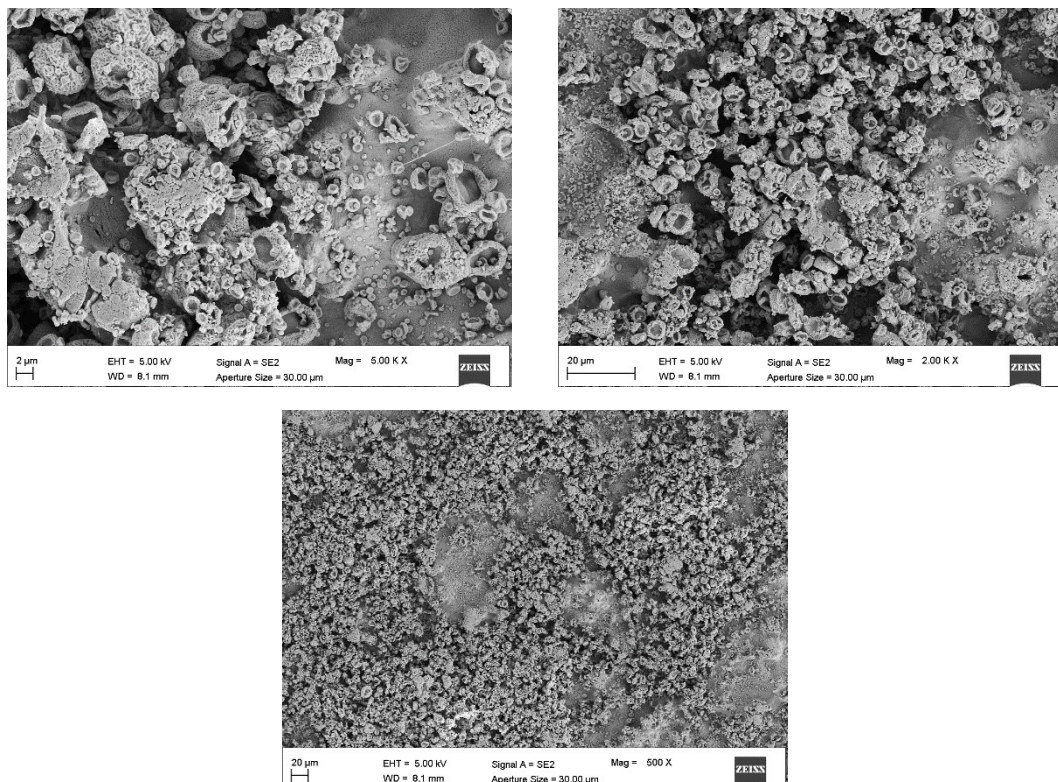


Fig. 41: S4 (ago 2)



3.7 Conclusioni su prova SEM

Le immagini SEM dei vari campioni hanno portato alla luce il completo insuccesso della produzione di fibre o filamenti durante l'elettrospinning da parte dell'acetato di cellulosa.

4. CONCLUSIONI FINALI

Lo scopo della prima parte dell'elaborato è stato quello di caratterizzare tutte le tipologie di carbone attivo commerciale messe a nostra disposizione da parte di ELICA S.P.A., società produttrice di cappe d'aspirazione da cucina, che essa monta all'interno dei suoi prodotti commercializzati. Sono stati caratterizzati per quanto riguarda le principali caratteristiche chimico-fisiche che concernono prestazioni depurative. Essi ci fungeranno da metro di paragone per poter controllare i possibili materiali depuranti alternativi e di origine ecocompatibile da poter realizzare come eventuali sostituti ai primi.

L'unione europea, come già detto, si sta apprestando alla revisione di alcuni regolamenti riguardanti degli aspetti della produzione di elettrodomestici al fine di incrementare quelli che sono i lati ecologici ed ecocompatibili nella stessa. Ecco qui che i risultati ottenuti in questo elaborato possono offrire supporto metodologico e ideativo al controllo e allo sviluppo futuro di tutti quei materiali che da poter sottoporre alla pirolisi tramite pirolizzatore.

A tal fine, nella seconda parte dell'elaborato, sono stati studiati degli approcci alla produzione di materiali (fibre di acetato di cellulosa) di origine ecologica che possono supportare la futura creazione di elementi depuranti.

Per il futuro, sarebbe utile studiare e sviluppare soluzioni di acetato di cellulosa che possono portare alla realizzazione di fibre da poter utilizzare come base su cui poter far aderire i carboni attivi e creare così materiale depurante pronto per essere utilizzato in varie applicazioni, dal campo domestico civile a quello industriale.

6. Bibliografia

1. Brunauer, S., Emmett, P. H., & Teller, E. (1938). Adsorption of Gases in Multimolecular Layers. *Journal of the American Chemical Society*, 60(2), 309–319. [Metodo BET per l'analisi dell'area superficiale specifica].
2. Goldstein, J., Newbury, D. E., Joy, D. C., et al. (2017). *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*. Springer. [Tecniche SEM e EDS per la caratterizzazione dei materiali].
3. European Union. (2014). *Regolamento (UE) n. 65/2014*: Requisiti per l'etichettatura energetica delle cappe aspiranti. Gazzetta Ufficiale dell'Unione Europea L 29, 1.2.2014.
4. European Union. (2014). *Regolamento (UE) n. 66/2014*: Etichettatura ecologica Ecolabel per prodotti a ridotto impatto ambientale. Gazzetta Ufficiale dell'Unione Europea L 27, 30.1.2014.
5. IUPAC. (1994). Glossary of Terms Used in Physical Organic Chemistry. *Pure and Applied Chemistry*, 66(5), 1077–1184. [Definizioni di composti organici volatili (COV)].
6. Marsh, H., & Rodríguez-Reinoso, F. (2006). *Activated Carbon*. Elsevier. [Proprietà e applicazioni dei carboni attivi].
7. Smisek, M., & Cerny, S. (1970). *Active Carbon: Manufacture, Properties, and Applications*. Elsevier. [Metodi di produzione e caratteristiche dei carboni attivi].

Sitografia

1. Unione Europea:

- Regolamento (UE) n. 65/2014: http://data.europa.eu/eli/reg_del/2014/65/oj
- Regolamento (UE) n. 66/2014: <http://data.europa.eu/eli/reg/2014/66/oj>

2. Metil-etil-chetone (MEK):

- Scheda di sicurezza chimica MEK: <https://www.cdc.gov/niosh/ipcsneng/neng0179.html>

3. Tecniche avanzate:

- Descrizione del metodo BET: <https://www.micromeritics.com/>
- Approfondimento su SEM ed EDS: <https://www.zeiss.com/microscopy/int/home.html>

4. Caratteristiche dei carboni attivi:

- Applicazioni dei carboni attivi: <https://activated-carbon.com>
- Approfondimenti sul biochar: <https://biochar-international.org>

ALLEGATI

SCHEDE TECNICHE DEI CARBONI ATTIVI COMMERCIALI

Tab. 8 SCHEDA TECNICA MATERASSINI

FILTRI MATERASSINO			
TIPOLOGIA MATERASSINO	weight per unit area [g/m ²] according to DIN EN 12127	content of activated carbon [g/m ²]	thickness [mm]
Ultrasorb-11	2200 ± 300	1700 ± 200	11,0 ± 0,5
Saratex 2700	2850 ± 250	-	10,0 ± 1,0
MHGS-11	2000 ± 200	1400 ± 200	11,0 ± 0,5

Tab.9 SCHEDA TECNICA GRANULI

FILTRI GRANULI			
ANALISI TIPICHE/UNITA' DI MISURA	AC20	AC90	METODO
Densità apparente [Kg/Mc]	600±60	420±20	ASTM 2854-89
Diámetro dell'estruso [mm]	4	3-4	
Umidità [%]	2 max	3 max	ASTM 2887-88
Resistenza all'abrasione [%]	98 min	90 min	ASTM 3802-89
Area superficiale [Mq/g]	600 min	1150 min	BET con Azoto
Indice CCl ₄ [%]	35 min	80 min	ASTM 3467-89
Punto di accensione [°C]	480 max	480 max	ASTM 3466-88

N.B. Non è stata fornita la scheda tecnica dei filtri ceramici.

Tab.10 SCHEDA TECNICA ULTRASORB

Il filtro di dimensioni 268x148x10 mm è un filtro in schiuma poliuretanica a celle aperte, ricoperta da carboni attivi granulari inserita in calza nera di poliammide (Nylon).

Technical Data* (status 02/14)

	Value	Unit	Method
Physical properties:			
Dimension	max 1900 x 850	mm	
Thickness	10 +/-0,5	mm	
Area weight	2200+/- 300	g/m²	
Adsorbent content	1700+/-300	g/m²	
Operating temperature	-40 to +100	°C	
Pressure drop:			ISO 11155-1, 2x10mm
Pressure drop @ 0.35 m/s	< 10	Pa	
Pressure drop @ 0.7 m/s	< 25	Pa	
Pressure drop @ 1 m/s	< 40	Pa	
Pressure drop @ 1.5 m/s	< 80	Pa	
Toluene adsorption performance:			ISO 11155-2 2x10mm
Initial removal efficiency	> 94	%	10 ppm toluene @ 0.35 m/s, 23 °C, 50 %RH
Time until 50 % breakthrough	> 12	h	
Initial removal efficiency	> 98	%	4x10mm
Time until 50 % breakthrough	> 12	h	10 ppm toluene @ 0.73 m/s, 23 °C, 50 %RH
Flammability:			
Flammability (edge)	Class K1		DIN 53438, part 2 DIN 53438, part 3 UL94V, 20mm IEST WG31
Flammability (area)	Class F1		

*Data refer to semifinished material; the final products will be cut to required dimensions

Depending on specific applications, additional information can be provided:

1. Pressure drop curves for specific flow rates or the complete curve
2. Adsorption performance (including complete breakthrough curves) under various conditions, such as:
 - Single or multiple layers
 - Different gaseous contaminants (toluene, butane, various hydrocarbons)
 - Various flow rates
 - Various challenge concentrations
 - Various temperature and relative humidity

Tab. 11 SCHEDA TECNICA SARATECH

Il filtro di dimensioni 266x166x10 mm è un filtro in schiuma poliuretanica a celle aperte, ricoperta da carboni attivi granulari inserita in calza nera di poliammide (Nylon).

TECHNICAL DATA (PRELIMINARY DATA SHEET)			
Specified value	Value	Unit	Test method
Maximal size	1800 x 850	mm	
Thickness	10 +/- 1	mm	DIN EN ISO 5084
Area weight	2700 +/- 250	g/m2	DIN EN 12127
Adsorbent content	2250 +/- 250	g/m2	
Pressure loss @ 0,35 m/s @ 0,73 m/s @ 1,0 m/s	< 15 < 40 < 60	Pa	ISO 11155/1, 20 mm
Typical values	Value	Unit	Test method
Adsorption data @ 80 ppmv Toluene @ 0,73 m/s Initial efficiency Time 90% efficiency Time 50% efficiency	99 2,7 3,6	% h h	ISO 11155/2, 40 mm
Complementary values	Value	Unit	Test method
Flammability Edge Area Vertical Outgassing Operating temperature	K1 F1 V-0 very low -40 to +100	Class Class Class Class °C	DIN 53438/2, 20 mm DIN 53438/3, 20 mm UL94 V, 20 mm IEST WG 31

Tab. 12 SCHEDA TECNICA MHGS

Il filtro di dimensioni 364x148x11 mm è un filtro in schiuma poliuretanica a celle aperte, ricoperta da carboni attivi granulari inserita in calza nera di poliammide (Nylon).

FILTRO LAVABILE MHGS

Composizione del materiale:
schiuma poliuretanica a celle aperte, ricoperta da carboni attivi granulari inserita in calza nera di poliammide (Nylon).

Caratteristiche fisiche

Dimensioni max foglio	0,85 x 1 Mt.
<u>Spessore 6 mm (± 0,5)</u>	
Grammatura per strato	1500 ± 150 gr/ Mq.
Grammatura Carbone Attivo	1100 ± 100 gr/ Mq.
n-Butane adsorption (mg/cm ²)	> 1.50
(80ppm n-Butan, V=0,17 m/s 23°C 50% umid. rel.)	
Perdite di Carico a 0,8 m/s	≤ 20 Pa
Classe di infiammabilità (DIN 53438 Part 3)	F1
<u>Spessore 11 mm (± 0,5)</u>	
Grammatura per strato	2000 ± 200 gr/ Mq.
Grammatura Carbone Attivo	1400 ± 200 gr/ Mq.
n-Butane adsorption (mg/cm ²)	> 2.00
(80ppm n-Butan, V=0,17 m/s 23°C 50% umid. rel.)	
Perdite di Carico a 0,8 m/s	≤ 30 Pa
Classe di infiammabilità (DIN 53438 Part 3)	F1

Indice delle tabelle

<i>Tab. 1 Risultati prova LOI</i>	29
<i>Tab. 2 Risultati analisi BET</i>	32
<i>Tab. 3 Adsorbimenti a 30 minuti di tutte le prove</i>	35
<i>Tab. 4 Adsorbimenti dei campioni per ciascuna misurazione</i>	36
<i>Tab. 5 Risultato di tutte le prove per ciascun campione</i>	37
<i>Tab.6 Risultati delle misure BET e COV per ciascun campione e composizione chimica elementare EDS.</i>	38
<i>Tab. 7 Composizione soluzioni e parametri elettrospinning</i>	44
<i>Tab. 8 SCHEDA TECNICA MATERASSINI</i>	53
<i>Tab. 9 SCHEDA TECNICA GRANULI</i>	53
<i>Tab. 10 SCHEDA TECNICA ULTRASORB</i>	54
<i>Tab. 11 SCHEDA TECNICA SARATECH</i>	54
<i>Tab. 12 SCHEDA TECNICA MHGS</i>	55

Indice delle figure

<i>Fig.1 Pirolizzatore presente nel laboratorio</i>	5
<i>Fig.2 Schema funzionamento SEM</i>	10
<i>Fig.3 Zeiss Supra 40</i>	11
<i>Fig.4 Strumento per il coating</i>	12
<i>Fig.5 Immagini SEM ULTRASORB</i>	13
<i>Fig.6 Immagini analisi SEM + diagramma di risposta di composizione EDS ULTRASORB.....</i>	14
<i>Fig.7 Immagini SEM SARATECH</i>	15
<i>Fig.8 Immagine SEM + diagramma di risposta di composizione EDS SARATECH</i>	16
<i>Fig.9 Immagini SEM MHGS</i>	17
<i>Fig.10 Immagine SEM + diagramma di risposta di composizione EDS MHGS</i>	18
<i>Fig.11 Immagine SEM FCB0157601A</i>	19
<i>Fig.12 Immagine SEM + diagramma di risposta di composizione EDS FCB0157601A</i>	20

Fig.13 Immagine SEM FCB0023361A	21
Fig.14 Immagine SEM + diagramma di risposta di composizione EDS FCB0023361A	22
Fig.15 Immagine SEM FCB0137124A	23
Fig.16 Immagine SEM + diagramma di risposta di composizione EDS FCB0137124A	24
Fig.17 Immagine SEM IMF	25
Fig.18 Immagine SEM + diagramma di risposta di composizione EDS IMF	26
Fig.19 Immagine SEM RESET	27
Fig.20 Immagine SEM + diagramma di risposta di composizione EDS RESET	28
Fig.21 Istogramma in cui si compara le masse iniziali con quelle finali ottenute nel test LOI.	30
Fig.22 Ceneri dei carboni attivi della tipologia "MATERASSINI"	31
Fig.23 Ceneri dei carboni attivi della tipologia "GRANULI"	31
Fig.24 Ceneri dei carboni attivi della tipologia "CERAMICI"	31
Fig.25 Istogramma relazione superficie specifica con superficie dei micropori	32
Fig.26 Volume dei micropori dei campioni	33
Fig.27 Curve di decadimento della concentrazione	34
Fig.28 Istogrammi di adsorbimento medio del MEK di tutti i campioni	35
Fig.29 Elettrospinning presente nel laboratorio	40
Fig.30 A sx ago + collettore, a dx collettore coperto da carta di alluminio	41
Fig.31 Acetato di cellulosa in polvere	42
Fig.32 Preparazione soluzione solvente	42
Fig.33 Miscelazione e riscaldamento soluzioni	42
Fig.34 S1(AGO 1)	45
Fig.35 S1(AGO 2)	46
Fig.36 S2(AGO 1)	46
Fig.37 S2(AGO 2)	47
Fig.38 S3(AGO 1)	47
Fig.39 S3(AGO 2)	48
Fig.40 S4(1)	49
Fig.41 S4(2)	49

RINGRAZIAMENTI

Alla mia relatrice, la Professoressa Maria Letizia Ruello, per avermi dato la possibilità di completare questo mio percorso di studi, fornendomi la possibilità di espletare tirocinio all'interno dell'università e da cui ho potuto trarre importanti lezioni.

Ai miei correlatori, Natalia Czerwinska e Nicola Generosi, che hanno saputo supportarmi in ogni aspetto di questo tirocinio, nonché per la stesura della tesi per la quale sono stati fondamentali. Sono stati presenti, mi hanno aiutato e saputo trasmettere le loro conoscenze.

Ai miei genitori, due persone esemplari a cui devo tutto. Presenti, da sempre, nel bene e nel male e a cui dedico questo mio piccolo successo di vita. Mia madre Roberta, una donna di una forza unica e dalle grandi idee, che mi ha trasmesso sempre la forza per rialzarmi da ogni mia caduta e mio padre Marco, il modello di uomo che prendo da esempio per la sua serietà e dedizione al lavoro. A entrambi loro due devo la mia ambizione nei confronti della vita.

A mio fratello Tommaso, persona che stimo moltissimo, per la sua voglia di mettersi in gioco senza timori nella sua realizzazione lavorativa e personale che un po' mi sta trasmettendo per osmosi nonostante la lontananza.

A mia nonna Maria, una forza della natura, una seconda mamma e la persona da cui ho imparato molti valori su cui ho fondato la mia vita. A mio zio Rossano, uomo semplice e di cuore, più che uno zio un amicone, sempre stato presente con un amore incondizionato per la famiglia. Ai miei nonni paterni, Gabriella e Fernando, sempre presenti con uno sguardo da lontano. Per ultimo, ma non per importanza, a mio nonno Primo, non più con me da molti anni ma che sarebbe fiero della persona che sono oggi.

Ai miei due compagni di corso e inoltre grandissimi amici, Omar e Alessandra, che non smetterò mai di ringraziare per tutti gli aiuti che hanno saputo darmi e voluto offrirmi. A Sofia, un'amica ma quasi una sorella, che nonostante tante situazioni abbiano tentato di allontanarci è sempre stata presente. A Paolo, Francesco, detto Dels, e Andrea, compagni di "stuficchiamenti" e tutti appassionati di MPG. A Matteo e Lucia, persone su cui posso contare in momenti difficili.

A tutto il gruppo di Montefano e Recanati, persone da cui prendo esempio per la loro maturità e che hanno scandito le mie uscite negli ultimi anni.

Infine, un grazie a tutte quelle persone che hanno saputo darmi una lezione, sia positiva che negativa, all'università e in tutti gli altri campi della vita.

Alla vita, che per quanto ci abbia fatto a pugni, mi ha sempre teso la mano per permettermi di rialzarmi.

“Dopo tanta
nebbia
a una
a una
si svelano
le stelle [...]”