

FONDO SOCIALE EUROPEO IN SINERGIA CON IL FONDO EUROPEO DI SVILUPPO  
REGIONALE  
POR 2014-2020 – OBIETTIVO "INVESTIMENTI A FAVORE DELLA CRESCITA E  
DELL'OCCUPAZIONE"  
STRATEGIE REGIONALI PER IL SISTEMA UNIVERSITARIO  
"INNOVAZIONE E RICERCA PER UN VENETO PIÙ COMPETITIVO  
ASSEGNI DI RICERCA - ANNO 2019"  
DGR NR. 1463 DEL 08/10/2019



UNIONE EUROPEA  
Fondo sociale europeo



REGIONE DEL VENETO



POR FSE 2014-2020  
REGIONE DEL VENETO



Organismo  
di Formazione  
accreditato  
dalla Regione  
del Veneto



UNIVERSITÀ  
di **VERONA**



SMART FABRICS: TESSUTI INTEGRATI CON NANOCOMPOSITI PIEZOLETTRICI FLESSIBILI  
PER LA PRODUZIONE DI ENERGIA ELETTRICA DA ENERGIA MECCANICA: SINTESI E  
CARATTERIZZAZIONE CHIMICA DI NANOMATERIALI PIEZOELETTRICI E  
INCORPORAZIONE IN POLIMERI

COD. ENTE 1695 UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI VERONA  
ASSE OCCUPABILITA' - DGR NR. 1463 DEL 08/10/2019

Codice Progetto	<b>1695-0019-1463-2019</b>
Referente progetto	<b>Adolfo Speghini</b>
Assegnista	<b>Nicola Da Roit</b>
Dipartimento	<b>Biotechnologie</b>

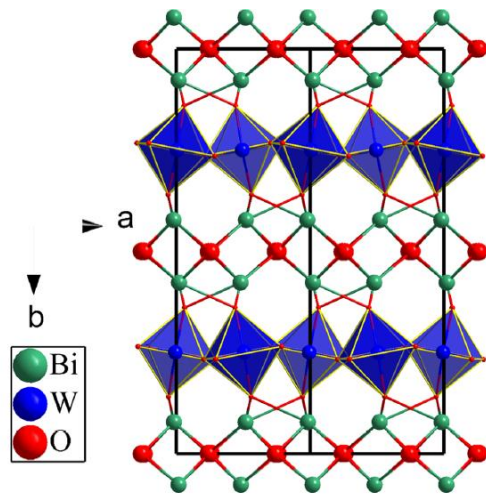


# Scelta del materiale in base alle proprietà fisiche, all' impatto ecologico e all'innovazione: $\text{Bi}_2\text{WO}_6$ e $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$



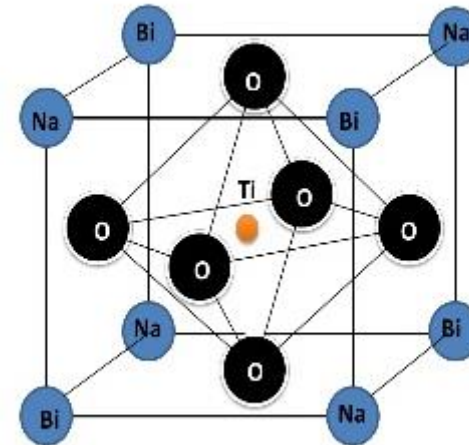
## Proprietà $\text{Bi}_2\text{WO}_6$

- Gruppo spaziale  $P2_1ab$
- $T_c = 960^\circ\text{C}$
- Costante piezoelettrica  $d_{33}^* = 15\text{pC/N}$



## Proprietà $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$

- Gruppo spaziale  $R3ch$
- $T_c = 320^\circ\text{C}$
- Costante piezoelettrica  $d_{33}^* = 15\text{pC/N}$



UNIVERSITÀ  
di VERONA

# Strumenti impiegati per le sintesi idrotermali di $\text{Bi}_2\text{WO}_6$ e $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$

Reattore microonde



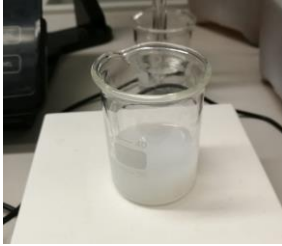
Bombe idrotermali con volume massimo utilizzabile di 30mL e 12mL



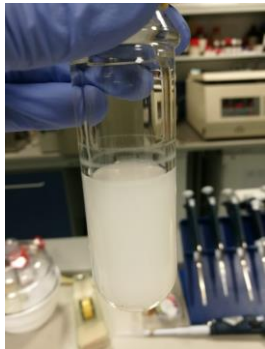
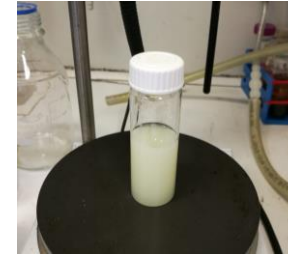
Vial G30 (massimo volume utilizzabile 20mL)



# Sintesi di $\text{Bi}_2\text{WO}_6$ con impiego di bomba idrotermale e reattore microonde



- 2.5 mmol di  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$  sciolte in 5 mL di acqua MilliQ
  - Aggiunta goccia a goccia una soluzione contenente 5 mmol di  $\text{Na}_2\text{WO}_4$  alla soluzione di  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$
  - 10' in agitazione + 10' in sonicazione
  - Controllo pH=1
- Condizioni per sintesi in bomba idrotermale: T= 160 - 190°C e t= 3 - 72h
- Condizioni per sintesi in reattore a microonde: T= 160 - 220°C e t= 20' - 1h

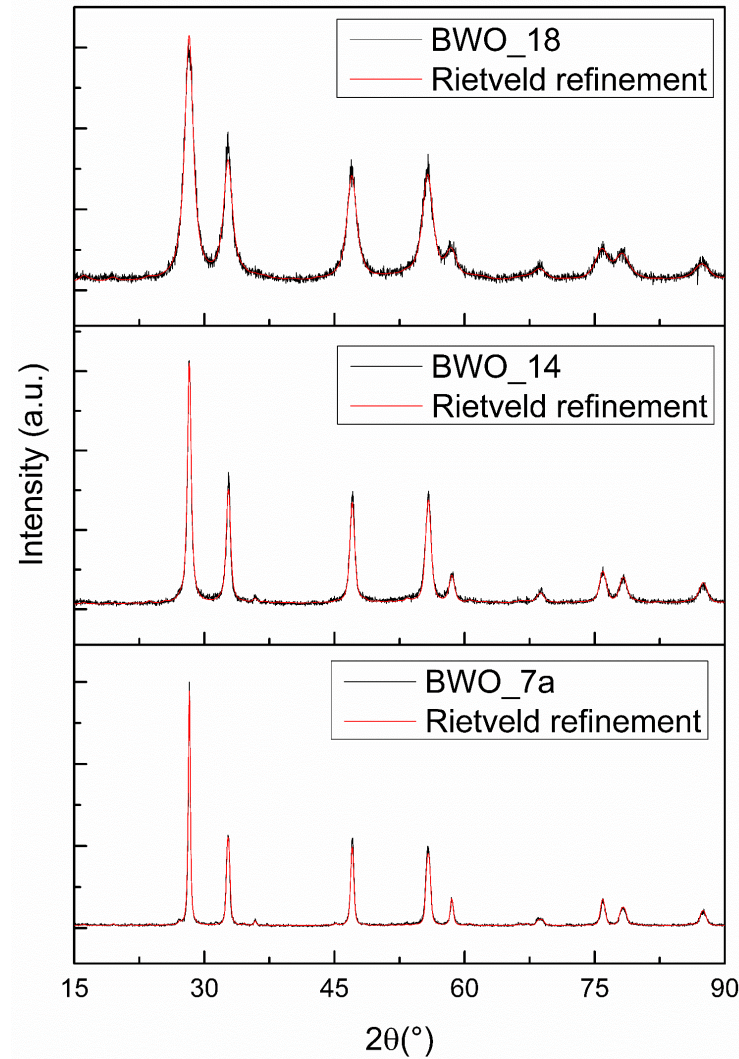


# Sintesi di $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$ con impiego di bomba idrotermale

- 4 mmol di  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$  sciolte in 20 mL di acqua deionizzata
  - Agitazione per 15'
  - Aggiunte 8 mmol di  $\text{Ti}(\text{C}_4\text{H}_9)_4$  alla soluzione di  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$
  - 30' in agitazione
  - Aggiunto NaOH in pellet fino al raggiungimento di una soluzione 12M
- Sintesi idrotermale in bomba idrotermale:  $T=160 - 190^\circ\text{C}$   
e  $t= 3 - 72\text{h}$



# Caratterizzazione diffrattogrammi XRD di $\text{Bi}_2\text{WO}_6$



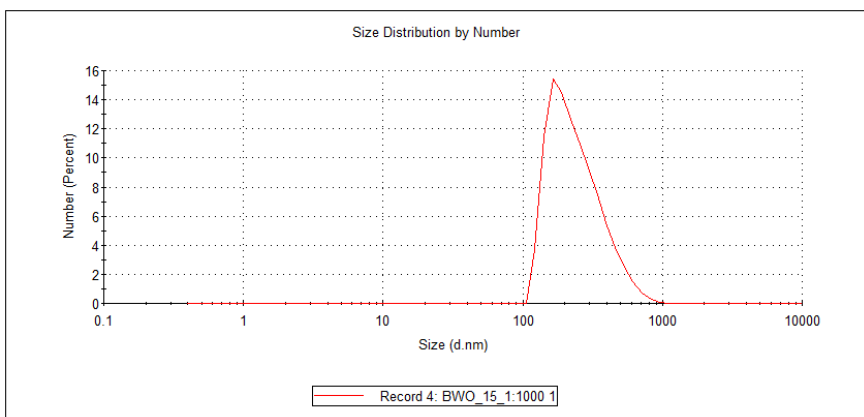
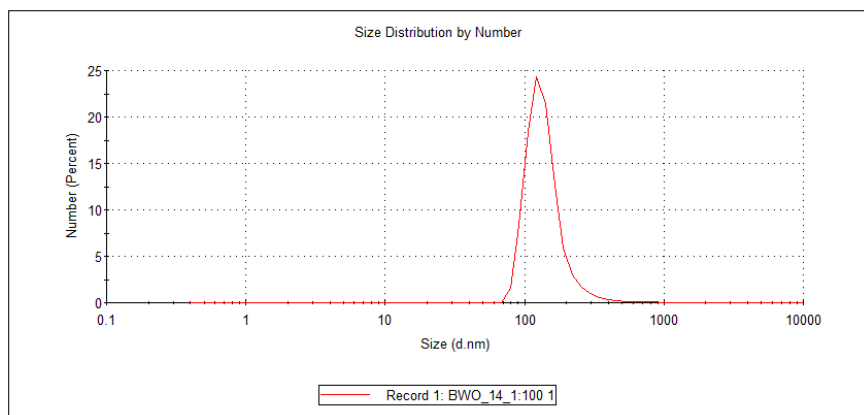
T= 190°C per 1h  
Solvente: etilen glicole  
Crystallite size: 9.6nm

T= 190°C per 1h  
Solvente: acqua deionizzata  
Crystallite size: 25.1nm

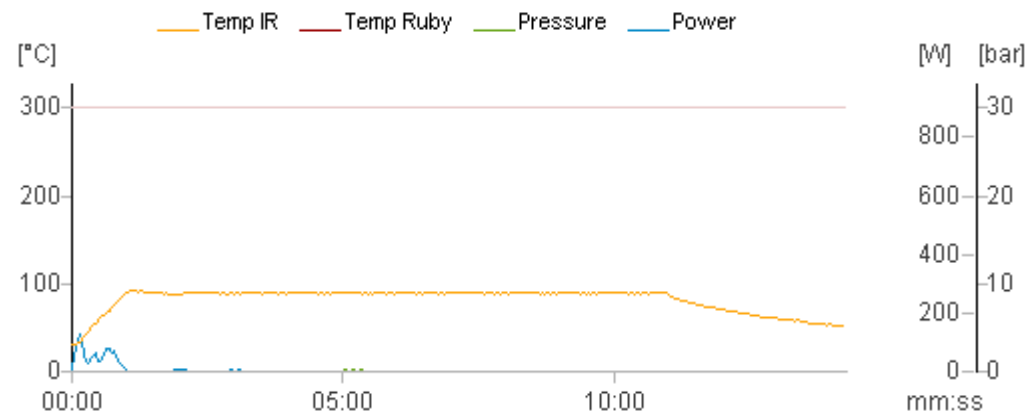
T= 180°C per 1h  
Solvente: acqua deionizzata  
Crystallite size: 57.7nm

# Caratterizzazione nanoparticelle di $\text{Bi}_2\text{WO}_6$ in soluzione con il DLS

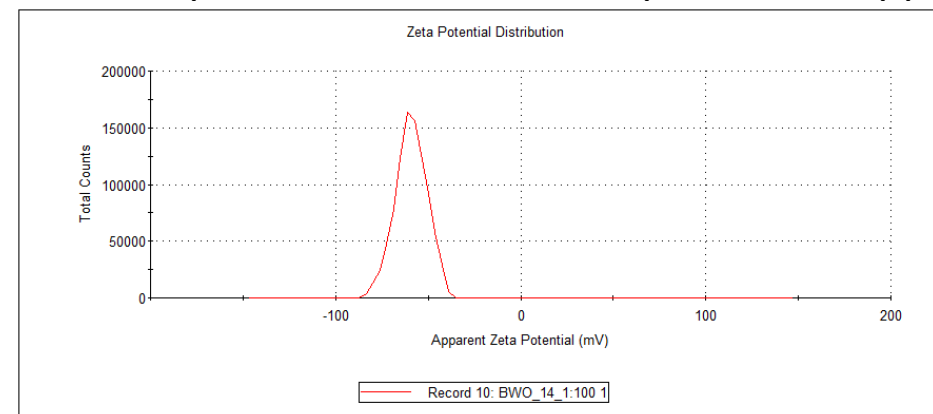
## Distribuzione dimensioni delle nanoparticelle cappate citrato



## Trattamento termico per il ricoprimento con citrato

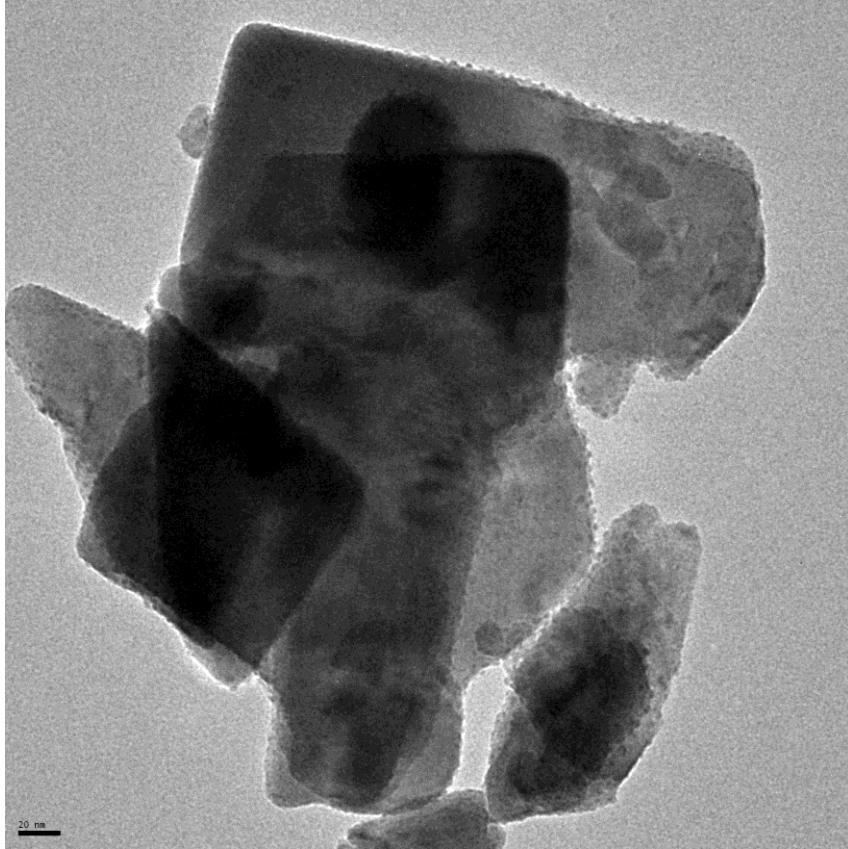


## Distribuzione potenziale Z delle nanoparticelle cappate citrato

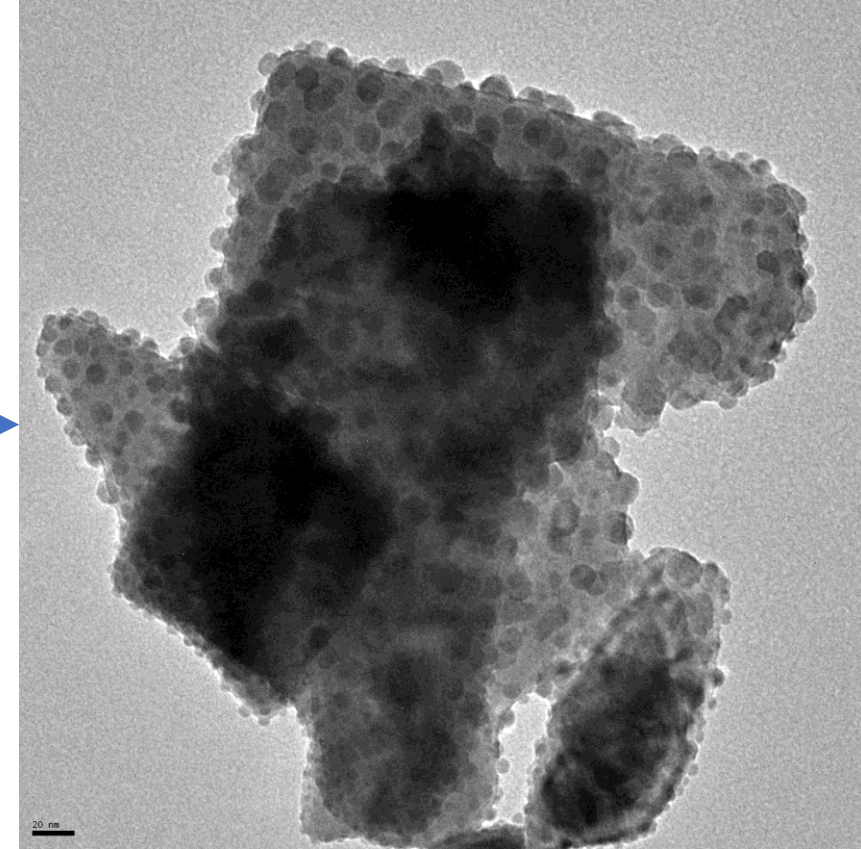
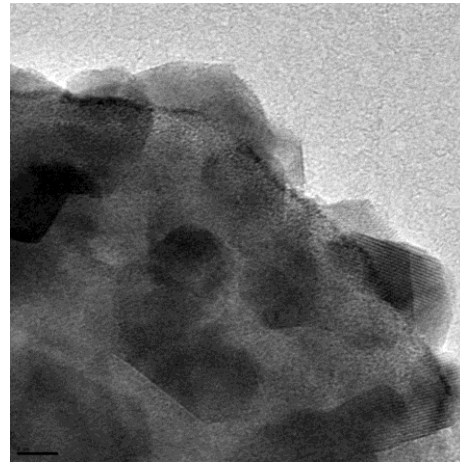




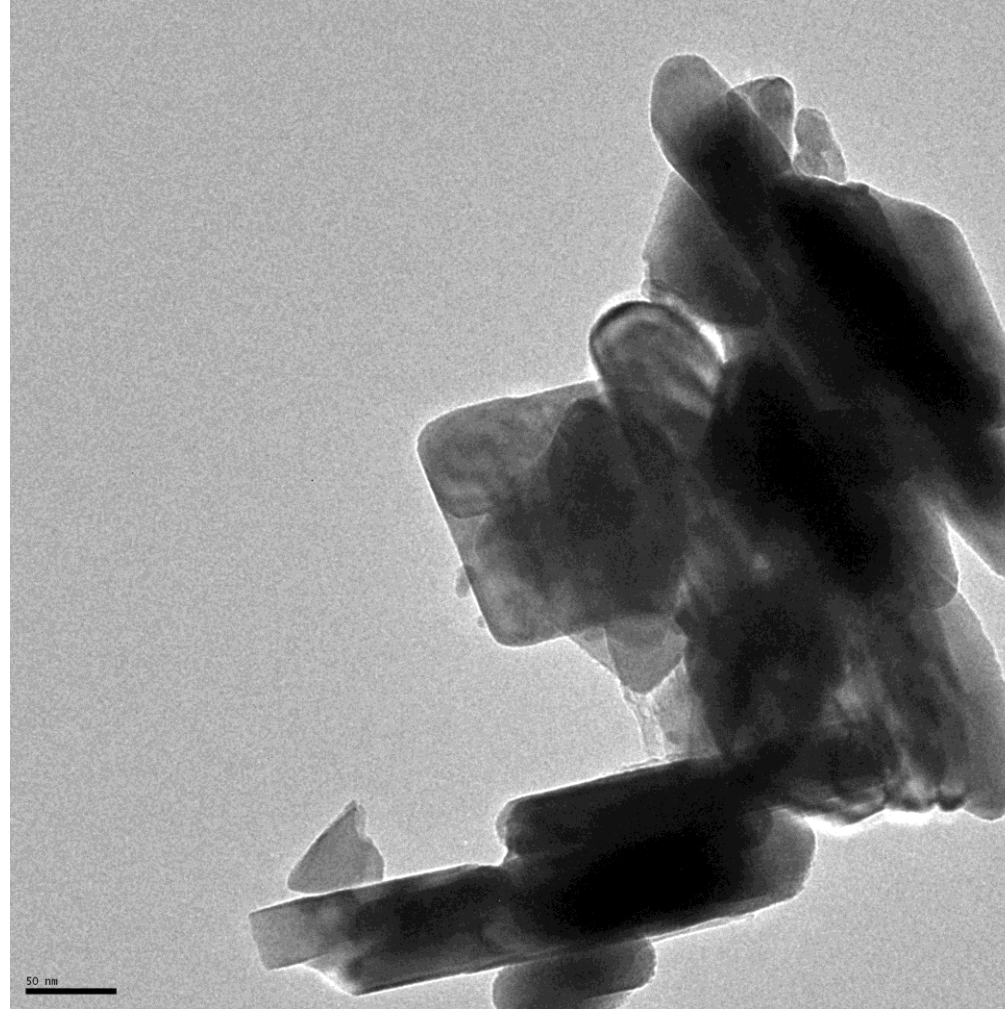
# Caratterizzazione nanoparticelle di $\text{Bi}_2\text{WO}_6$ con microscopia TEM



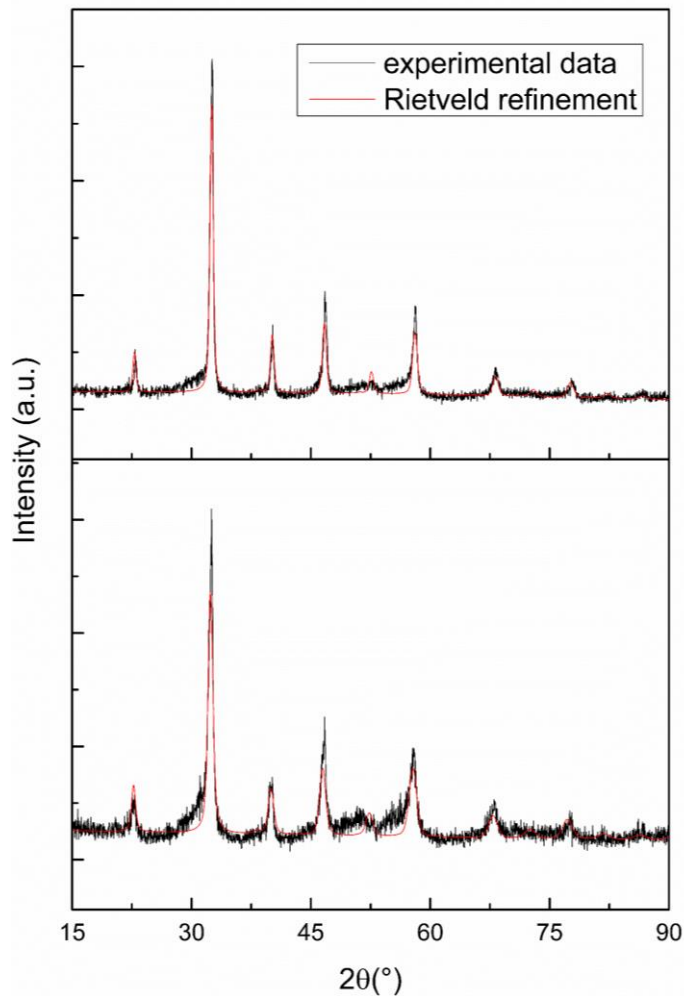
Formazione di bismuto metallico con l'analisi ad alta risoluzione TEM



# Caratterizzazione nanoparticelle di $\text{Bi}_2\text{WO}_6$ con microscopia TEM



# Caratterizzazione diffrattogrammi XRD di $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$



BNT\_9:

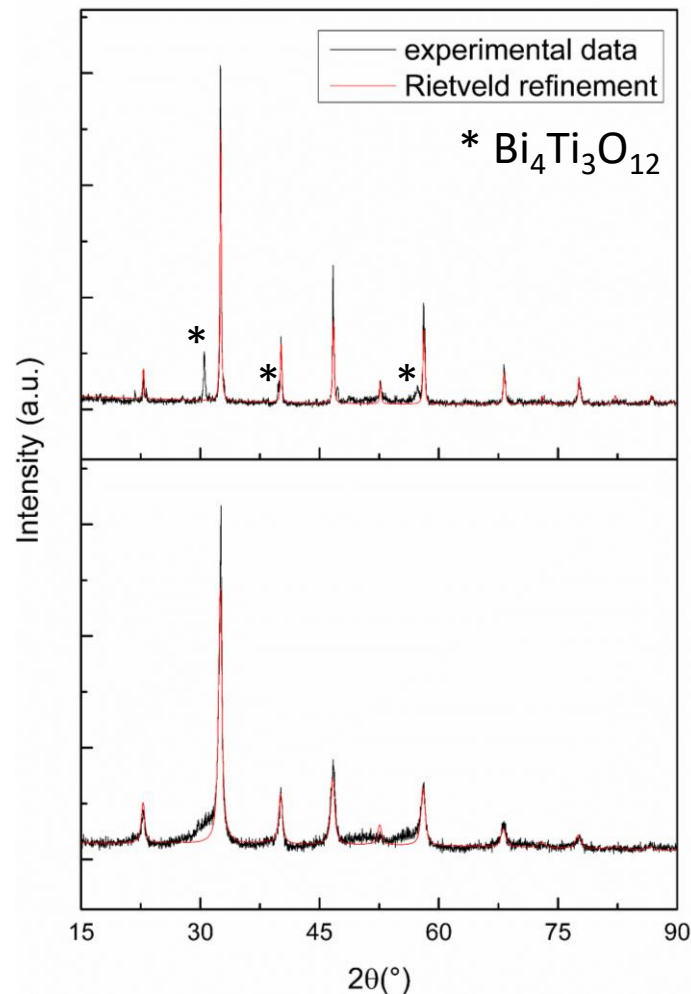
16M, t=20h, T=180°C

Crystallite size: 35.0nm

BNT\_7:

12M, t=20h, T=180°C

Crystallite size: 23.2nm



BNT\_calcinato:

t=5h, T=500°C

Crystallite size: 100.3nm

BNT\_8:

12M, t=60h, T=180°C

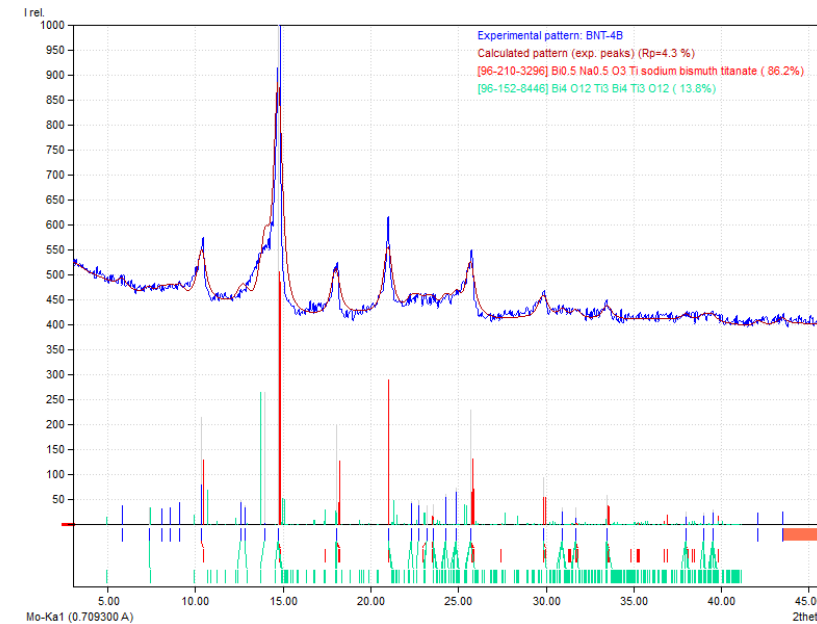
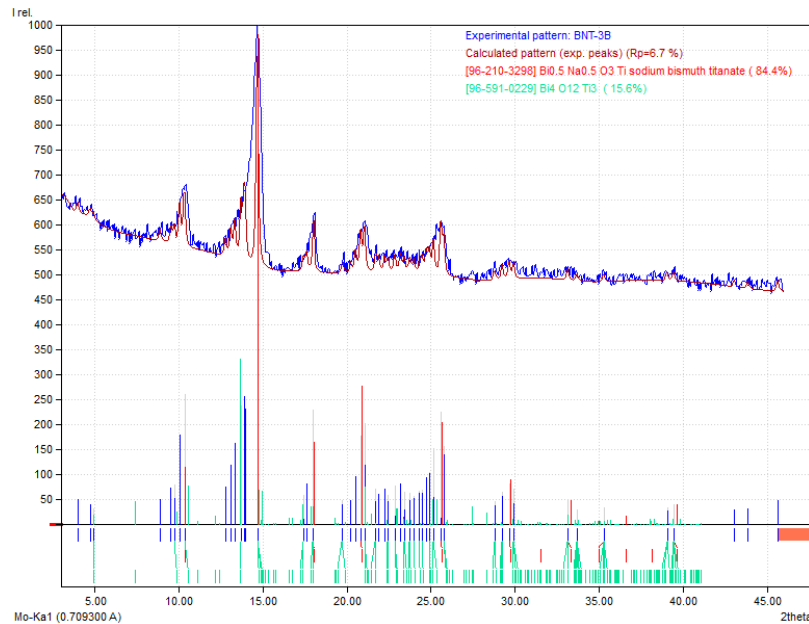
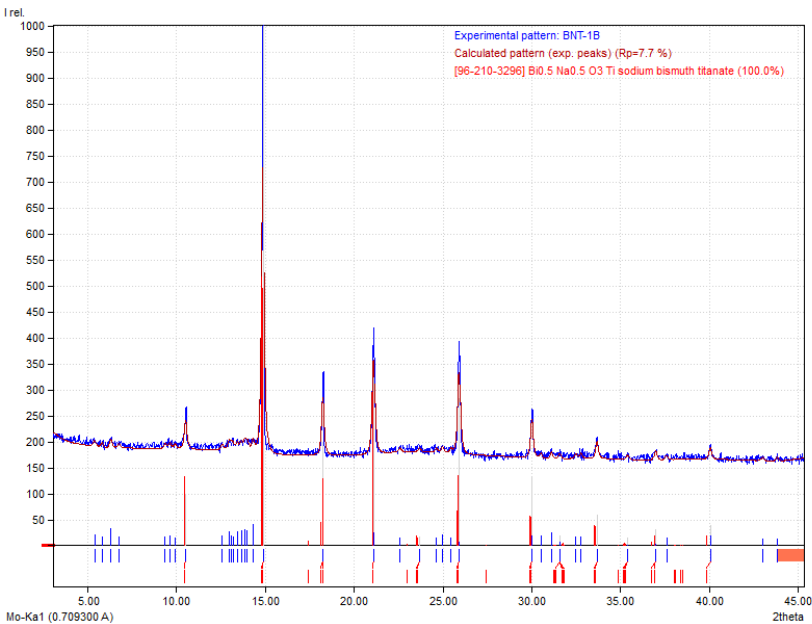
Crystallite size: 27.1nm

# Caratterizzazione diffrattogrammi XRD di $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$

Sintesi con concentrazione diluita 1:2  
dei precursori con  $T=160^\circ\text{C}$  e  $t=8\text{h}$

Sintesi con concentrazione diluita 1:2  
dei precursori con  $T=140^\circ\text{C}$  e  $t=72\text{h}$

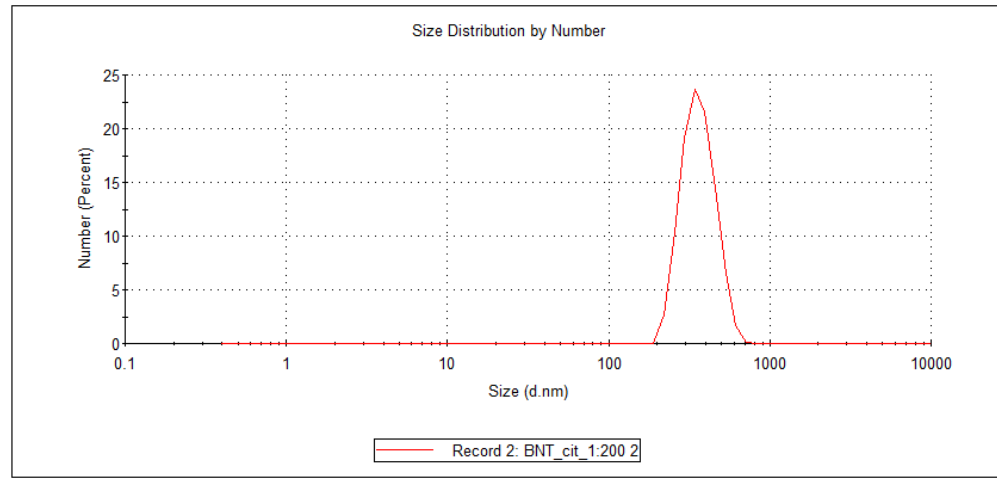
Sintesi con concentrazione diluita 1:2  
Precursore  $\text{TiO}_2$  a  $T=160^\circ\text{C}$  e  $t=8\text{h}$



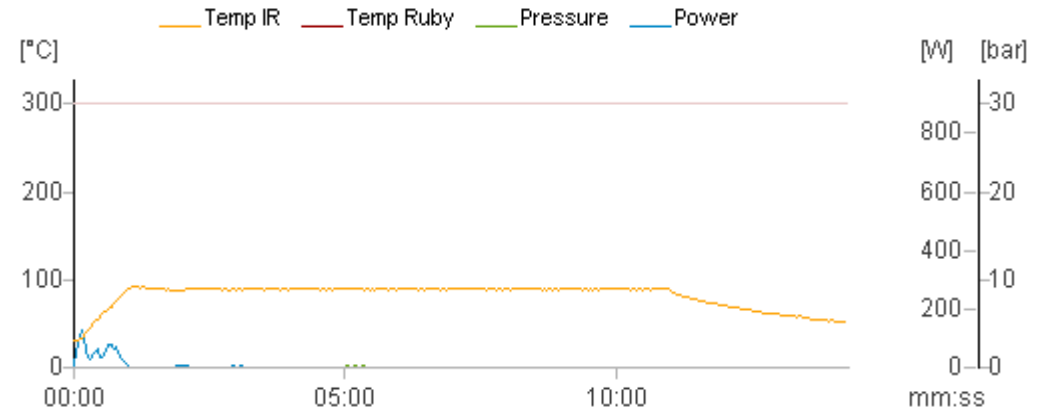
UNIVERSITÀ  
di VERONA

# Caratterizzazione nanoparticelle di $\text{Bi}_2\text{WO}_6$ in soluzione con il DLS

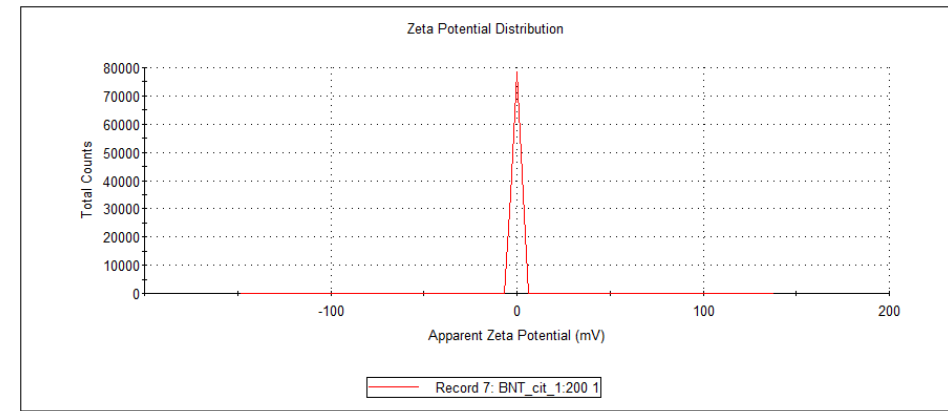
## Distribuzione dimensioni delle nanoparticelle cappate citrato



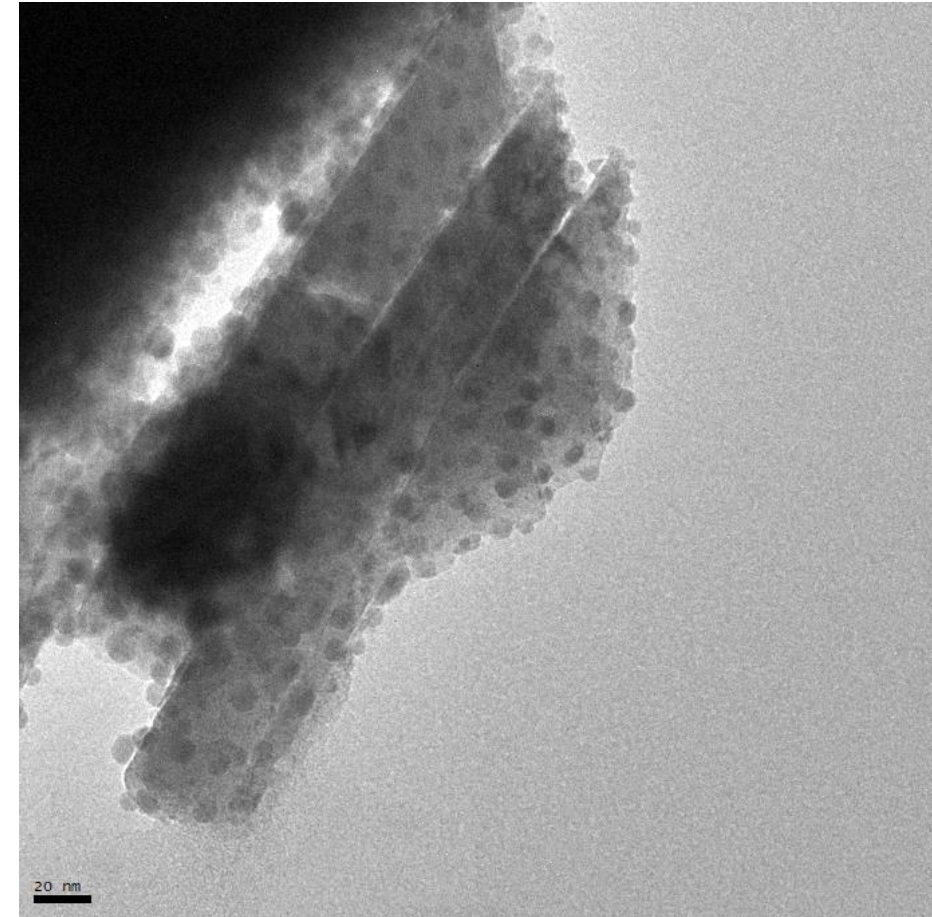
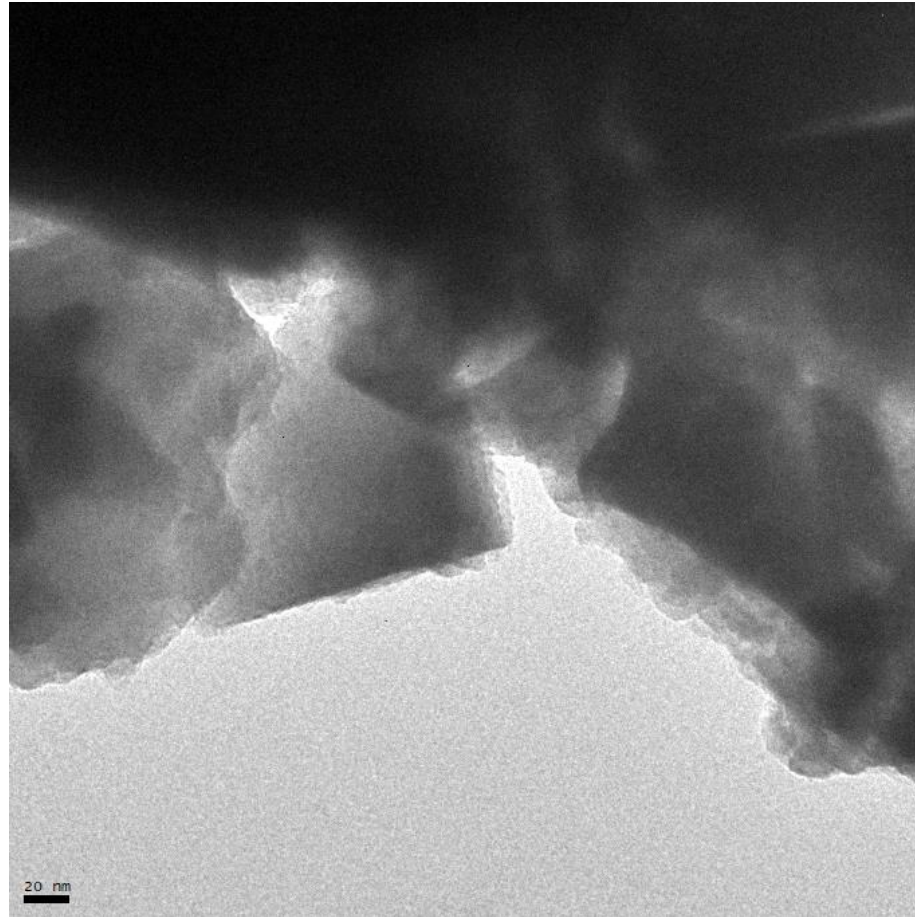
## Trattamento termico per il ricoprimento con citrato



## Distribuzione potenziale Z delle nanoparticelle cappate citrato



# Caratterizzazione nanoparticelle di $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$ con microscopia TEM



# PVDF (polivinil diene difluoruro): proprietà e miglioramento della fase $\beta$

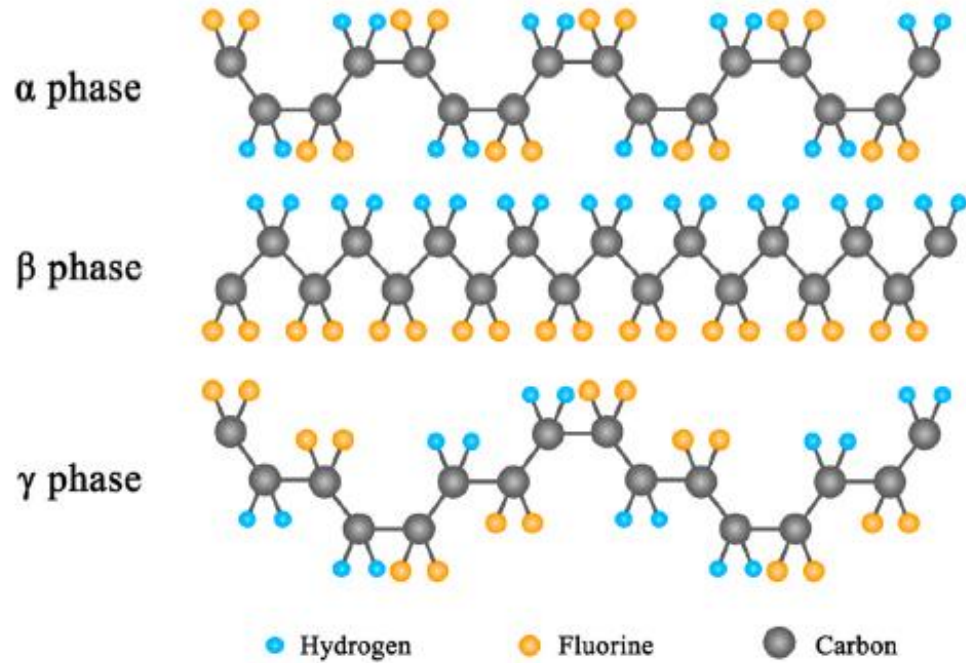


Fig. 1. Semi-crystalline  $\alpha$ ,  $\beta$ , and  $\gamma$  conformations of PVDF.

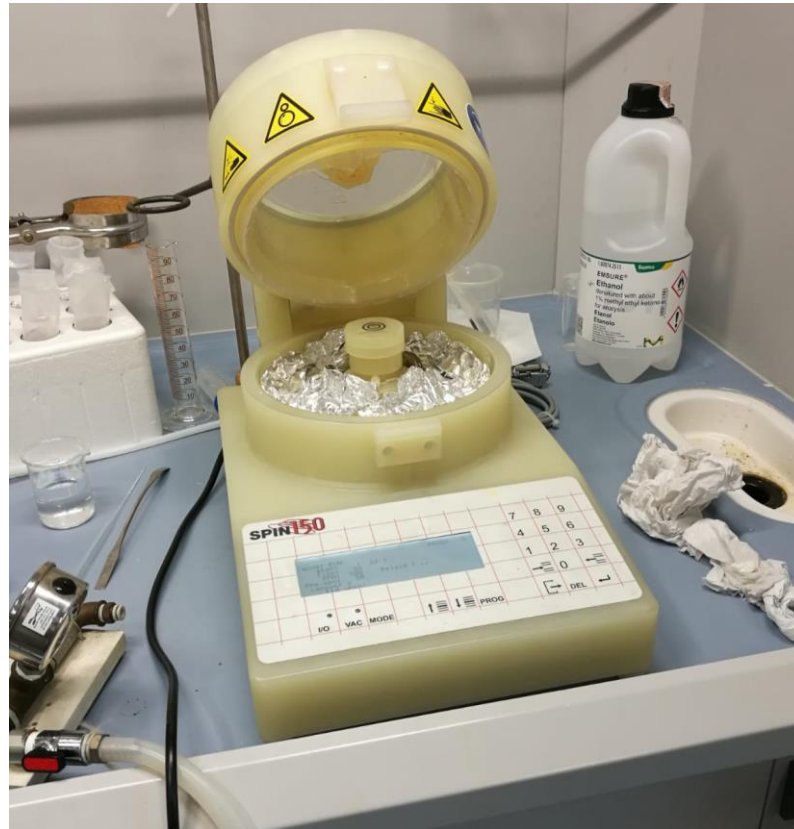
- Self-polarization del polimero
- Miglioramento della % di fase  $\beta$  variando i seguenti parametri:
  1. Accelerazione e velocità dello spinning
  2. Abbassamento della T di quenching del film depositato
  3. Inserimento di nanoparticelle nella matrice

## Proprietà piezoelettriche:

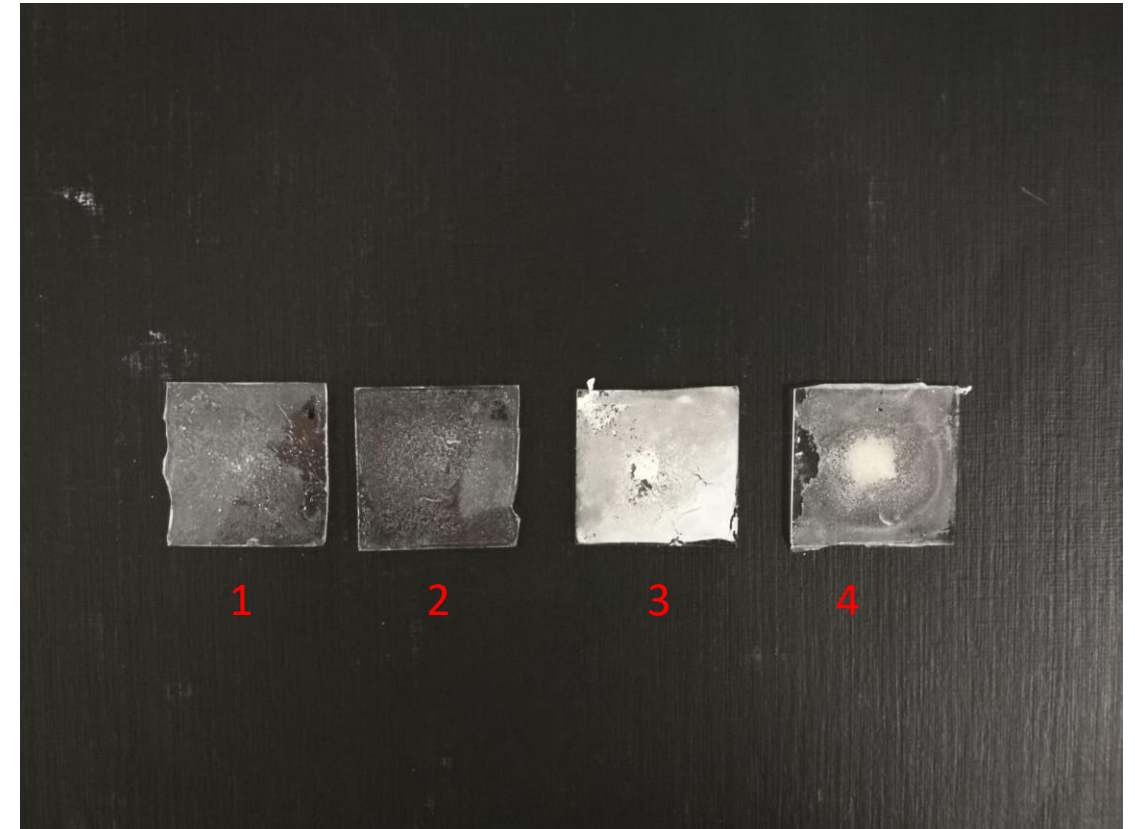
- Costante piezoelettrica  $d_{33}^* = -40$  pC/N

# Prove di spin coating con PVDF e composito polimero-nanoparticelle

Spin coater (università di Venezia)



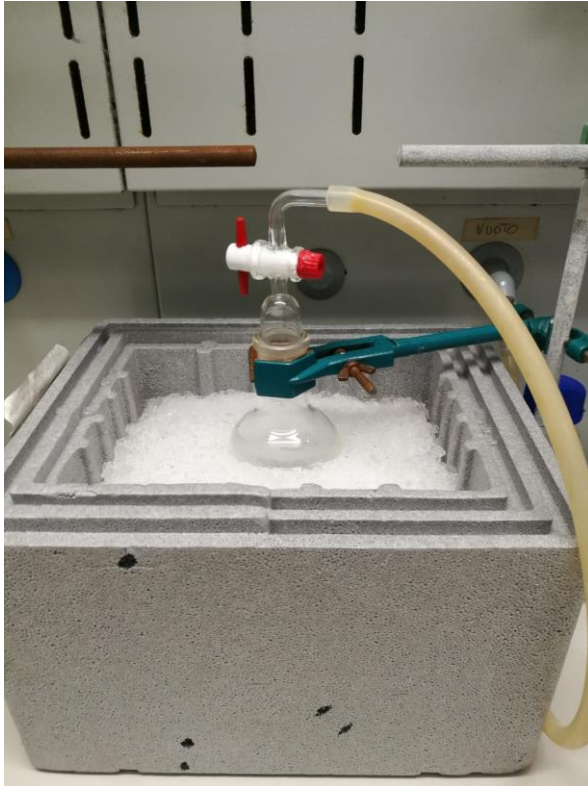
PVDF concentrato al 5% con varie prove di essicamento





# Prove di drop casting con PVDF e composito polimero-nanoparticelle

Quenching del composito  
a  $T=0^{\circ}\text{C}$  e in vuoto



Quenching del composito a  
temperatura ambiente in  
piastra petri



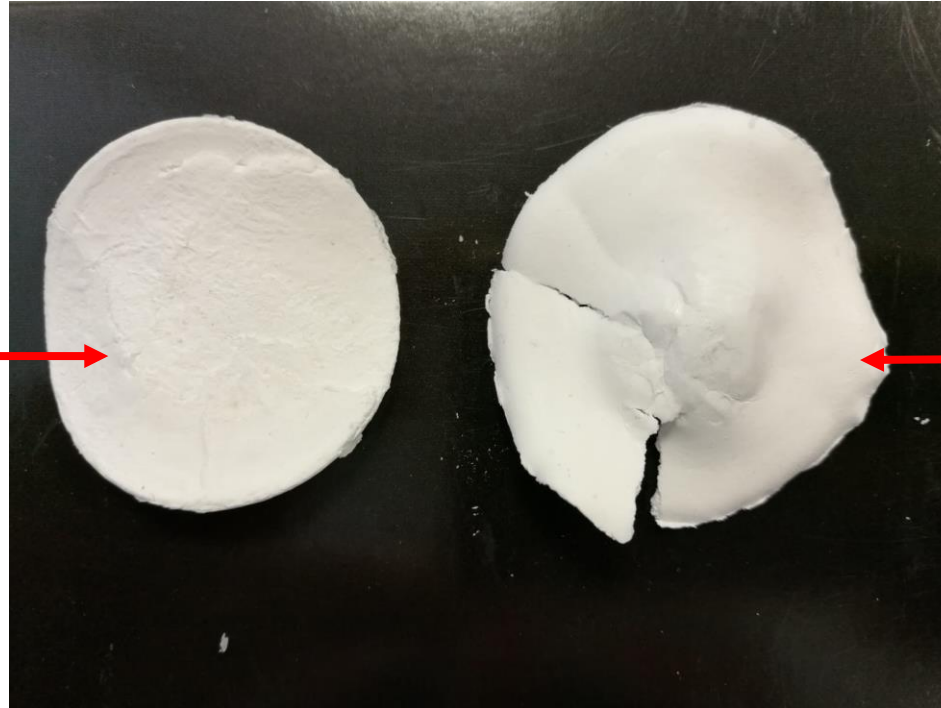
Quenching del composito a  
temperatura ambiente in  
vetrino 2.5cm x 2.5cm

# Prove di elasticità composito polimero-nanoparticelle

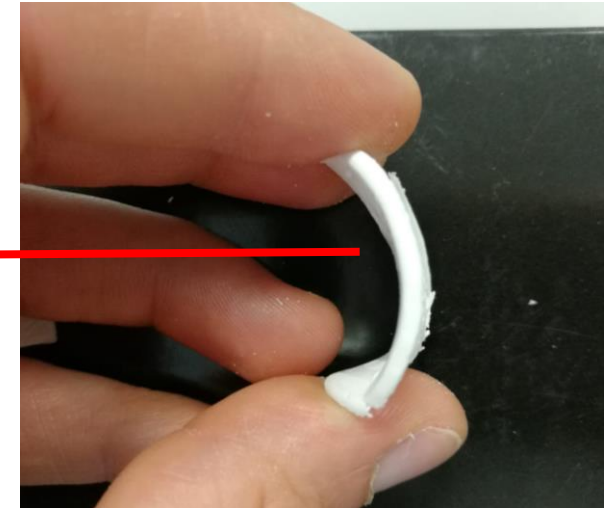
Composito non completamente asciutto



Post prove di piegamento del polimero



Composito completamente asciutto





# GRAZIE PER L'ATTENZIONE



UNIVERSITÀ  
di **VERONA**