



Ricerca di Sistema elettrico

Sistemi di filtrazione ceramici catalizzati per la rimozione del particolato dalle emissioni gassose di impianti di combustione a biomassa

Vincenzo Palma, Eugenio Meloni

SISTEMI DI FILTRAZIONE CERAMICI CATALIZZATI PER LA RIMOZIONE DEL PARTICOLATO DALLE EMISSIONI GASSOSE DI IMPIANTI DI COMBUSTIONE A BIOMASSA

Vincenzo Palma, Eugenio Meloni (Università degli Studi di Salerno)

Settembre 2015

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico – ENEA

Piano Annuale di Realizzazione 2014

Area: Produzione di Energia Elettrica e protezione dell'ambiente

Progetto: Sviluppo di sistemi per la produzione di energia elettrica da biomasse e l'upgrading dei biocombustibili

Obiettivo: Sviluppo di sistemi di produzione dell'energia elettrica e riduzione dell'impatto ambientale

Responsabile del Progetto: Vito Pignatelli, ENEA

Il presente documento descrive le attività di ricerca svolte all'interno dell'Accordo di collaborazione *“Sistemi catalitici per il clean-up di biocombustibili e la riduzione dell'impatto ambientale”*

Responsabile scientifico ENEA: Vincenzo Gerardi

Responsabile scientifico Università degli Studi di Salerno: Vincenzo Palma

Indice

SOMMARIO.....	5
1 INTRODUZIONE.....	7
2 DESCRIZIONE DELLE ATTIVITÀ SVOLTE E RISULTATI.....	8
2.1 MATERIALI.....	8
2.2 ATTIVITÀ SPERIMENTALI.....	9
2.2.1 <i>Prove di accumulo e rigenerazione dei filtri catalitici</i>	9
2.2.2 <i>Ottimizzazione della procedura sperimentale di modifica della porosità delle matrici ceramiche</i>	10
2.2.3 <i>Determinazione del carico di rottura a compressione dei monoliti dopo trattamento acido</i>	13
2.2.4 <i>Preparazione dei filtri catalitici</i>	14
2.2.5 <i>Caratterizzazione dei filtri catalitici</i>	14
2.2.6 <i>Realizzazione e fornitura di filtri wall flow ad ENEA</i>	17
2.2.7 <i>Prova di rigenerazione dei filtri catalitici preparati</i>	19
3 CONCLUSIONI.....	20
4 RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI	22
BREVE CURRICULUM DEL GRUPPO DI RICERCA.....	23

Elenco delle Figure

Figura 1. Wall Flow Filters utilizzati, prodotti dalla PIRELLI ECO TECHNOLOGIES.....	8
Figura 2. Immagine SEM di particolato carbonioso emesso da caldaia a biomassa	8
Figura 3. Immagine SEM di particolato carbonioso emesso da motore Diesel.....	9
Figura 4. Andamento delle perdite di carico (DP) e della temperatura durante una prova di accumulo e rigenerazione del filtro wall flow Pirelli con il 20% in peso di ferrite di rame	10
Figura 5. Immagini SEM di filtri in SiC non catalitici al variare del tempo di trattamento nella soluzione acida	12
Figura 6. Prova di compressione di un monolite in SiC dopo immersione per 30 minuti nella soluzione acida	13
Figura 7. Prova di compressione di un monolite in SiC dopo immersione per 35 minuti nella soluzione acida	14
Figura 8. Immagine SEM di un filtro catalitico col 20% in peso di ferrite di rame,	15
Figura 9. Mappatura delle specie attive sul filtro catalitico	16
Figura 10. Andamento della perdita di peso in % durante i test d' adesione effettuati sui monoliti al 20% di $CuFe_2O_4$, con porosità modificata	17
Figura 11. Monolite in SiC con diametro = 26 mm	18
Figura 12. (A) monolite in SiC con d = 26 mm, (B) monolite in SiC con d = 30 mm.....	18
Figura 13: monolite in SiC con diametro = 29 mm	19

Sommario

La presente attività di ricerca si inserisce in un programma triennale di sperimentazione riguardante sistemi di filtrazione ceramici catalizzati per la rimozione del particolato dalle emissioni gassose di impianti di combustione a biomassa. L'attività è stata la naturale prosecuzione del lavoro già svolto e portato a termine nelle due precedenti annualità. La principale novità delle attività svolte in questa annualità è stata l'ottimizzazione della procedura che consente di modificare la porosità iniziale di supporti in carburo di silicio, consentendo in tal modo la preparazione di filtri catalitici Wall Flow che, a parità di carico di specie attive, sono caratterizzati da minori perdite di carico e, quindi, da minori frequenze di rigenerazione.

Nella prima parte della presente annualità, si è proceduto con la validazione sperimentale dei risultati ottenuti nella precedente e la verifica di ulteriori parametri quali:

- temperatura minima di attivazione del catalizzatore a base di ferrite di rame (CuFe_2O_4);
- perdite di carico dei sistemi di filtrazione in relazione alla portata dei fumi per unità di volume del filtro, alla porosità e alle caratteristiche geometriche dei filtri;
- efficienza di abbattimento di particolato e CO nei fumi di combustione, in relazione alla porosità del filtro e alla percentuale di catalizzatore depositato sulla matrice filtrante;
- frequenza di rigenerazione dei supporti filtranti.

Durante questa annualità, a valle del lavoro svolto in precedenza, l'attenzione è stata rivolta ai filtri catalitici con il 20% in peso di ferrite di rame. I risultati ottenuti provando i filtri catalitici in Carburo di Silicio (SiC) in configurazione Wall Flow allo scarico del motore Diesel presente nel nostro laboratorio hanno confermato le loro buone prestazioni in termini di attività catalitica nei confronti dell'ossidazione del particolato carbonioso, già mostrate durante la precedente annualità.

In particolare le prove hanno evidenziato che i filtri caricati col 20% in peso di ferrite di Rame hanno una temperatura di attivazione di circa 400°C.

Più nel dettaglio, i risultati di tali test hanno confermato che i filtri in configurazione Wall Flow sono caratterizzati da un'efficienza di filtrazione superiore al 90%, consentendo quindi l'abbattimento di quasi tutto il particolato emesso, e che in circa 20 minuti si ottiene la loro completa rigenerazione.

Al fine di ridurre le perdite di carico, e quindi ridurre la frequenza delle rigenerazioni dei filtri catalitici, già nella scorsa annualità è stata messa a punto una procedura di preparazione che consente di aumentare la porosità della matrice ceramica di partenza. In questa annualità la procedura è stata ulteriormente migliorata, individuando in particolare la durata ottimale del trattamento acido che consente di aumentarne la porosità senza inficiarne la resistenza meccanica. A tal scopo è stato misurato il carico di rottura dei monoliti al variare del tempo di immersione nella soluzione acida utilizzata per erodere dall'interno i supporti ceramici ed aumentarne la porosità. I risultati dei test effettuati hanno evidenziato che il carico di rottura non diminuisce sensibilmente all'aumentare del tempo di immersione fino a 30 minuti, per poi diminuire. In seguito a questi risultati è stato individuato quale parametro ottimale un tempo di trattamento nella soluzione acida di 30 minuti, in corrispondenza del quale la porosità iniziale (pari a circa 17 micron) delle matrici ceramiche viene aumentata a circa 25 micron.

Determinata la procedura di erosione dei supporti ceramici in carburo di silicio, sono stati preparati e caratterizzati, mediante diverse tecniche, vari filtri catalitici al 20% in peso di ferrite di rame. Le tecniche utilizzate sono state:

- misura dell'area superficiale (BET);
- Porosimetria a Penetrazione di Mercurio;
- analisi SEM e SEM-EDX;
- prove di adesione agli ultrasuoni.

In particolare la porosimetria a penetrazione di mercurio effettuata su un campione di filtro al 20% in peso di ferrite di rame ha evidenziato l'effettivo aumento della porosità dei campioni che, a parità di carico di catalizzatore, sono passati da un diametro medio dei pori di circa 13 micron a circa 17,5 micron.

Le analisi SEM e SEM-EDX hanno confermato l'effettivo aumento della porosità del filtro.

In particolare le immagini SEM hanno evidenziato il ricoprimento del supporto con le specie attive e la buona ed omogenea distribuzione del catalizzatore sui granuli di carburo di silicio. Inoltre sempre dalle stesse immagini si evince che le specie attive si depositano all'interno del filtro diminuendo il diametro medio dei pori e non occludendo le porosità. Le immagini SEM, inoltre, mostrano chiaramente l'assoluta mancanza di crepe e rotture interne dovute all'immersione dei monoliti in SiC nella soluzione acida.

Le analisi EDX, inoltre, evidenziano che sul filtro catalitico sono presenti non solo C, O e Si (i costituenti del supporto), ma anche Cu e Fe (i costituenti delle specie attive): in tal modo si è avuta l'ulteriore conferma che con la procedura di preparazione messa a punto è possibile depositare le specie attive sul supporto in SiC senza la preliminare deposizione di nessun washcoat.

Sono stati poi appositamente preparati vari filtri catalitici che sono stati inviati al Centro Ricerche ENEA di Saluggia per essere testati allo scarico della caldaia a biomassa. I filtri sono stati opportunamente dimensionati così come richiesto da ENEA. In particolare sono stati preparati ed inviati i filtri in tre tranches.

Prima tranche, filtri con diametro di 26 mm:

- n.2 lunghezza 12,5 cm, carica CuFe_2O_4 20%wt, porosità standard;
- n.2 lunghezza 6 cm, carica CuFe_2O_4 20%wt, porosità standard;
- n.2 lunghezza 12,5 cm, carica CuFe_2O_4 20%wt, porosità max ottenuta tramite immersione nella soluzione acida per 30 minuti;
- n.2 lunghezza 6 cm, carica CuFe_2O_4 20%wt, porosità max ottenuta tramite immersione nella soluzione acida per 30 minuti;

Seconda tranche, filtri catalizzati col 20% in peso di Ferrite di rame e porosità iniziale del supporto di 24 micron:

- n.2 lunghezza 12,5 cm, diametro 26 mm;
- n.2 lunghezza 6 cm, diametro 26 mm;
- n.2 lunghezza 12,5 cm, diametro 30 mm;
- n.2 lunghezza 6 cm, diametro 30 mm.

Terza tranche:

- n. 2 con carica di CuFe_2O_4 al 20% wt., porosità standard, lunghezza 125 mm, diametro 29 mm;
- n. 2 con carica di CuFe_2O_4 al 20% wt., porosità standard, lunghezza 60 mm, diametro 29 mm;
- n. 2 con carica di CuFe_2O_4 al 20% wt., porosità maggiorata a 24 micron, lunghezza 125mm, diametro 29 mm;
- n. 2 con carica di CuFe_2O_4 al 20% wt., porosità maggiorata a 24 micron, lunghezza 60 mm, diametro 29 mm.

Parallelamente alle prove effettuate al Centro ENEA di Saluggia, i filtri catalitici caratterizzati dall'aumento della porosità iniziale sono stati testati allo scarico del motore Diesel presente in laboratorio. In particolare i risultati relativi al filtro caricato col 20% in peso di ferrite di rame, confrontati con quelli ottenuti nella precedente annualità e nella prima parte della presente attività di ricerca, hanno evidenziato i seguenti risultati:

- i filtri sono caratterizzati da perdite di carico iniziali più basse;
- l'aumento delle perdite di carico avviene in un tempo maggiore, come era prevedibile;
- la temperatura di attivazione è rimasta invariata a circa 400°C;
- l'efficienza di filtrazione è sempre superiore al 90%.

1 Introduzione

Le attività di ricerca previste dall'Accordo di Collaborazione stipulato tra ENEA e il DIIN sono state svolte all'interno del Piano Annuale di Realizzazione 2014, per quanto attiene all'Area "Produzione di energia elettrica e protezione dell'ambiente", tematica di ricerca "Studi e sperimentazioni sui potenziali sviluppi delle energie rinnovabili", progetto "Energia elettrica da biomasse: sviluppo di sistemi per la produzione di energia elettrica e l'upgrading dei biocombustibili"; nello specifico, si sono riferite all'obiettivo "Sviluppo di sistemi di clean-up e di upgrading di biocombustibili e riduzione dell'impatto ambientale" con lo studio per lo "Sviluppo di dispositivi catalitici per il clean-up di biocombustibili e riduzione dell'impatto ambientale".

Più in particolare, l'attività di ricerca descritta nella presente relazione ha riguardato lo studio di dispositivi filtranti catalitici per l'abbattimento del particolato fine prodotti a seguito della combustione della biomassa lignocellulosica.

L'attività è stata la naturale prosecuzione delle attività già portate a termine nella scorsa annualità.

La principale novità delle attività svolte in questa annualità è stata l'ottimizzazione della procedura che consente di modificare la porosità iniziale di supporti in carburo di silicio, consentendo in tal modo la preparazione di filtri catalitici Wall Flow che, a parità di carico di specie attive, sono caratterizzati da minori perdite di carico e, quindi, da minori frequenze di rigenerazione.

In particolare l'attività svolta ha riguardato:

- Validazione dei risultati ottenuti nella precedente annualità, in relazione all'efficienza di abbattimento di particolato nei fumi di combustione, in relazione al carico di catalizzatore impregnato sui filtri;
- Preparazione e fornitura al Centro ENEA Saluggia di ulteriori dispositivi filtranti con geometria simile a quelli analizzati durante la precedente annualità;
- Definizione della configurazione e della porosità ottimale per le matrici ceramiche dei filtri wall flow, soprattutto in relazione alle perdite di carico e all'efficienza di abbattimento degli inquinanti presi in esame;
- Caratterizzazione dei campioni dei nuovi materiali realizzati mediante individuazione del carico di rottura;
- Caratterizzazione dei campioni dei nuovi materiali realizzati, mediante misura delle proprietà porosimetriche e tessiturali, ottenute da misure di adsorbimento di N₂ a 77K e di Porosimetria a Penetrazione di Mercurio, per la determinazione dell'area superficiale (BET), della porosità e della distribuzione porosimetrica;
- Caratterizzazione dei campioni dei nuovi materiali realizzati mediante analisi SEM e SEM-EDX;
- Realizzazione e fornitura di nuovi dispositivi filtranti specificamente modificati nelle loro caratteristiche porosimetriche e tessiturali, da testare all'interno della linea sperimentale installata presso il Centro Ricerche ENEA di Saluggia;
- Caratterizzazione dei dispositivi filtranti catalitici mediante misura dell'area superficiale (BET), Porosimetria a Penetrazione di Mercurio, analisi SEM e SEM-EDX;
- Verifica delle prestazioni dei sistemi catalitici per l'abbattimento del particolato carbonioso emesso dal motore diesel e comparazione con i risultati ottenuti nella precedente annualità.

2 Descrizione delle attività svolte e risultati

2.1 Materiali

I filtri Wall Flow utilizzati nel nostro lavoro di ricerca sono monoliti interamente in carburo di silicio (SiC) e sono stati realizzati dalla PIRELLI ECO TECHNOLOGIES. Hanno forma di parallelepipedo e presentano canali di filtrazione a base quadrata, come mostrato nella **Errore. L'origine riferimento non è stata trovata.**, e sono stati opportunamente sagomati per essere alloggiati all'interno del reattore utilizzato nel nostro laboratorio:

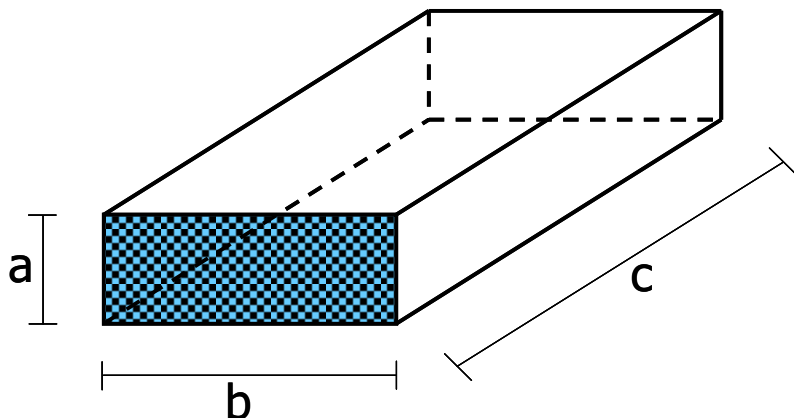


Figura 1. Wall Flow Filters utilizzati, prodotti dalla PIRELLI ECO TECHNOLOGIES

Di seguito sono riportate le dimensioni caratteristiche e i numeri di canali presenti nei filtri utilizzati.

Tabella 1. Caratteristiche geometriche dei filtri utilizzati

N. di canali totali	N. di canali aperti	Lato dei canali (L) [mm]	Spessore parete filtrante [mm]	altezza [mm]	larghezza [mm]	lunghezza [mm]
585	277	1,5	0,6	36	80	124

Le attività preliminari alle prove di attività catalitica allo scarico del motore Diesel hanno riguardato anche la caratterizzazione del particolato carbonioso emesso dal motore Diesel ed emesso dalla caldaia a biomassa presente presso il Centro Ricerche ENEA di Saluggia. In particolare sono state effettuate analisi SEM su vari campioni. Le immagini sono mostrate nella **Errore. L'origine riferimento non è stata trovata.** e Figura 3.

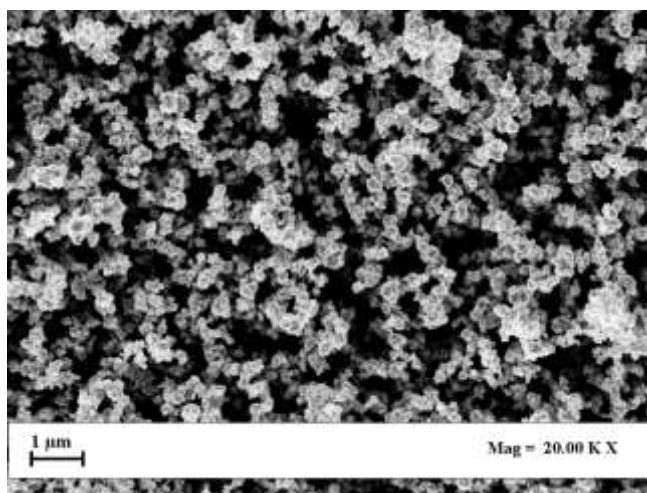


Figura 2. Immagine SEM di particolato carbonioso emesso da caldaia a biomassa

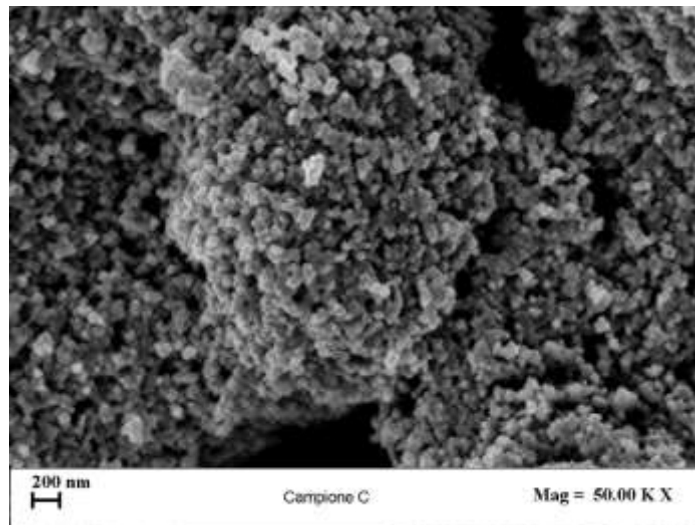


Figura 3. Immagine SEM di particolato carbonioso emesso da motore Diesel

Le immagini SEM della **Errore. L'origine riferimento non è stata trovata.** e della Figura 3 evidenziano che le due tipologie di particolato hanno la medesima struttura a grappolo e hanno pressappoco le stesse dimensioni medie (circa 50 nm), anche se il particolato emesso dalla caldaia a biomassa ha un maggior contenuto di metalli pesanti adsorbiti sulla matrice carboniosa.

2.2 Attività sperimentali

2.2.1 Prove di accumulo e rigenerazione dei filtri catalitici

Durante questa annualità, a valle del lavoro svolto in precedenza, l'attenzione è stata rivolta ai filtri catalitici con il 20% in peso di ferrite di rame. Le prove di accumulo del particolato carbonioso sui filtri catalitici col 20% in peso di ferrite di rame sono state effettuate allo scarico del motore Diesel presente in laboratorio (Palma et al., 2013) utilizzando condizioni operative del motore corrispondenti a 1500 rpm e P_{olio} di 30 bar, con una portata inviata al filtro di 100 L/min ed un carico massimo di soot sul filtro pari a circa 5 g/L. La rigenerazione è stata effettuata utilizzando le microonde come mezzo per aumentare la temperatura del filtro a valori a cui avviene l'ossidazione del particolato alle condizioni operative di 1500 rpm con una P_{olio} di 1 bar e con una portata inviata al filtro di 30 L/min. Durante la fase di rigenerazione, la potenza erogata dal generatore è stata fissata manualmente al 50%.

Le prove di accumulo hanno mostrato le diverse fasi in cui avviene la deposizione del soot nel filtro. Nella prima fase (durante i primi minuti della prova) il particolato carbonioso inizia a riempire i pori presenti nelle pareti filtranti del WFF, il che causa un rapido aumento del DP attraverso il filtro. Col procedere della prova il particolato si disperde sempre più in profondità nei pori delle pareti filtranti, causando una significativa diminuzione della porosità ed un ulteriore aumento del DP: la porosità e la permeabilità delle pareti filtranti diminuiscono avvicinandosi ai loro valori di saturazione ed il processo di filtrazione entra nella seconda fase, in cui si forma uno strato di soot sulle superfici esterne delle pareti filtranti. Una volta che una quantità critica di soot si è accumulata sulle pareti dei canali del filtro, lo strato di soot raggiunge uno spessore apprezzabile ed inizia ad agire esso stesso come un filtro (terza fase). Da questo punto in poi si osserva un incremento nella pendenza della curva delle perdite di carico. Quando il valore delle perdite di carico raggiunge il valore critico, viene avviata la fase di rigenerazione, tramite l'accensione del generatore di microonde.

Gli ultimi minuti della fase di accumulo insieme alla fase di rigenerazione assistita da microonde sono mostrati nella Figura 4. Le perdite di carico (DP) attraverso il filtro e la temperatura dei gas in uscita dal filtro sono riportati in funzione del tempo.

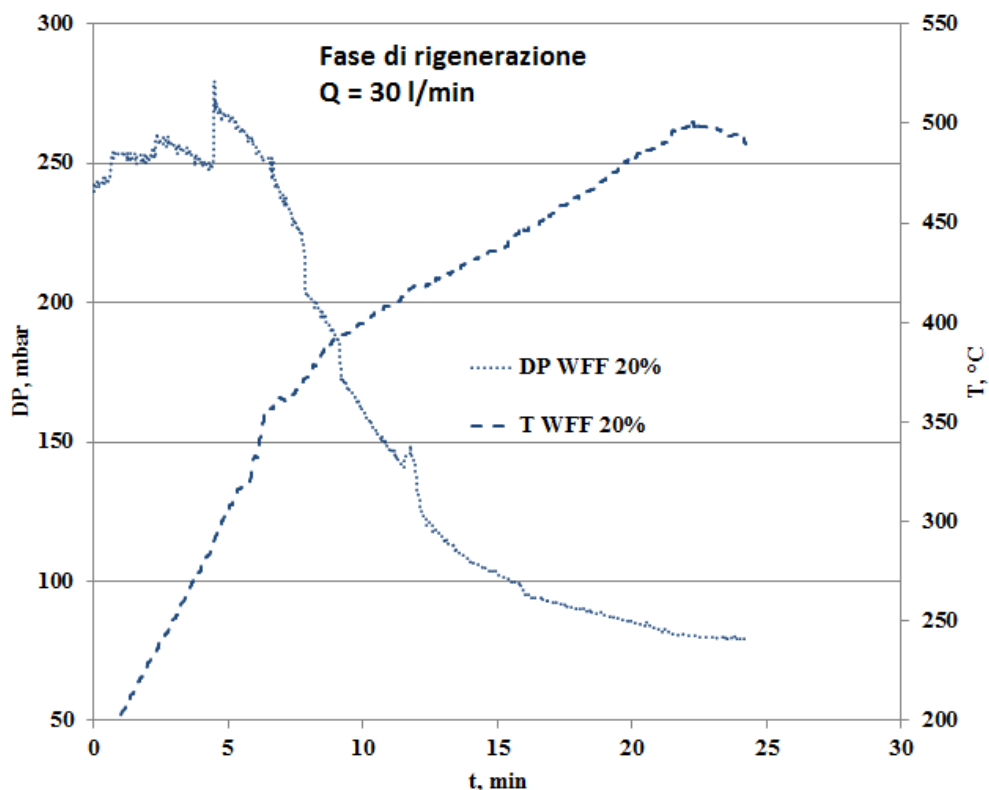


Figura 4. Andamento delle perdite di carico (DP) e della temperatura durante una prova di accumulo e rigenerazione del filtro wall flow Pirelli con il 20% in peso di ferrite di rame

La Figura 4 mostra che nella fase di rigenerazione l’applicazione delle microonde genera un aumento della temperatura del filtro e conseguentemente anche dei gas di scarico, ed il simultaneo aumento delle perdite di carico attraverso il filtro. Si può notare che la temperatura di attivazione del filtro catalitico col 20% in peso di ferrite di rame, valutata in corrispondenza dell’inizio della diminuzione del DP, è di circa 400°C (quindi circa 200°C in meno rispetto alla temperatura di combustione del particolato) e che sono necessari circa 20 minuti per la completa rigenerazione del filtro. Altro dato importante è che l’efficienza di filtrazione è superiore al 90%. Le prove effettuate hanno confermato in pieno l’efficacia dei filtri catalitici preparati durante la scorsa annualità nei confronti dell’abbattimento del particolato carbonioso, sia in termini di efficienza di filtrazione che in termini di diminuzione della temperatura di combustione del particolato.

2.2.2 Ottimizzazione della procedura sperimentale di modifica della porosità delle matrici ceramiche

Uno degli obiettivi dell’attività di ricerca da effettuare in questa annualità è quello di definire la porosità ottimale dei sistemi filtranti da utilizzare per l’abbattimento delle emissioni inquinanti (particolato carbonioso e CO) allo scarico di una caldaia a biomassa. Gli studi effettuati nella precedente annualità circa le varie configurazioni geometriche, le varie tipologie di supporti, e le varie specie attive, hanno permesso di concludere che, in relazione alle prestazioni richieste in termini di efficienza di filtrazione (per l’abbattimento del particolato carbonioso) e di riduzione del CO, la configurazione ottimale è la seguente:

- Il sistema filtrante deve avere la configurazione geometrica di tipo Wall Flow, in quanto consente di avere efficienze di filtrazioni superiori al 95%;
- Il supporto deve essere in carburo di silicio (SiC), in quanto a differenza di altre matrici ceramiche (es. cordierite), tale materiale è caratterizzato da canali paralleli con pareti porose, il che consente il passaggio dei gas e non delle particelle solide. Inoltre il SiC ha una elevata conducibilità termica, il che consente di avere una più omogenea distribuzione della temperatura durante la fase di rigenerazione, evitando in tal modo l’instaurarsi di hot spots che potrebbero portare alla sua rottura.

Nonostante sia caratterizzata da elevate superfici filtranti, i supporti ceramici in carburo di silicio attualmente in commercio in configurazione geometrica Wall Flow non risultano ancora compatibili nella specifica applicazione richiesta, poiché sono caratterizzati da dimensioni medie dei pori molto piccole, pari a circa 15-17 micrometri, che diminuiscono dopo la deposizione del catalizzatore, che ha l'ulteriore effetto di incrementarne le perdite di carico. A tal proposito sono stati effettuati studi e prove di laboratorio per modificare la porosità e il diametro medio dei pori nei campioni ancora non catalizzati. Grazie alla sua eccellente inerzia chimica, il Carburo di Silicio (SiC) cristallino è stabile in tutte le soluzioni chimiche acquose conosciute utilizzate per la sua incisione (V.J. Jennings, 1969), fatta eccezione per l'acido fosforico a 215 °C (Jr., 1960) (R.C. Ellis, 1960) e la soluzione alcalina di $K_3Fe(CN)_6$ a temperature superiori a 100 °C (J.M. Harris, 1969). L'attacco con l'acido fosforico, tuttavia, è poco pratico in quanto la reazione di erosione è lenta e si forma uno strato di biossido di silicio sulla superficie del granulo di SiC che provoca la progressiva interruzione della reazione chimica. Harris et al. (J.M. Harris, 1969) nella loro attività sperimentale sono riusciti ad incidere un campione di SiC in $K_3Fe(CN)_6$, e hanno rilevato che solo la parte silicica è stata erosa, mentre la parte carbonica non è stata intaccata.

Siccome, come già detto, il SiC è inerte in soluzioni acquose erodenti, può essere inciso chimicamente dopo averlo reso amorfo (J.A. Edmond, 1986) (D. Alok, 1995). Henkel et al. (T. Henkel, 2000) hanno eroso un campione di SiC esponendolo dapprima a ioni Xe^+ ad alte dosi e successivamente immergendolo in una miscela 1:1 bollente di $HF:HNO_3$. Non è stato riscontrato nessun significativo deterioramento della qualità dei cristalli di SiC e la rugosità superficiale è stata ridotta da 1,7 a 0,9 nm. Alok e Baliga (D. Alok, 1995) hanno dimostrato che è possibile erodere campioni di SiC producendo sulla sua superficie delle trincee con una profondità di 0,3-0,8 μm , tramite immersione in una miscela 1:1 di $HF:HNO_3$ alla temperatura di circa 45 °C. Data la semplicità di realizzazione in laboratorio, a parità di risultati in termini di erosione e di non deterioramento della qualità dei cristalli di SiC, il metodo proposto da Alok e Baliga è stato ritenuto idoneo alla sperimentazione in laboratorio.

E' stato così messo a punto un metodo sperimentale che, partendo da un trattamento dei supporti in SiC in un bagno acido, consente di aumentare in modo controllato il diametro medio dei pori. I campioni di SiC sono stati immersi nella soluzione acida erodente per un tempo variabile da 5 a 30 minuti; al termine di ogni immersione sono state valutate le loro caratteristiche porosimetriche. I risultati sono riportati nella Tabella 2, in cui è riportata la variazione del diametro medio dei pori col tempo di impregnazione.

Tabella 2. Diametro medio dei pori in funzione del tempo di impregnazione nella soluzione acida

	Diametro medio dei pori (μm)
Filtro tal quale non catalitico	17,0
Filtro dopo 2 minuti di impregnazione	18,0
Filtro dopo 4 minuti di impregnazione	19,0
Filtro dopo 6 minuti di impregnazione	20,0
Filtro dopo 8 minuti di impregnazione	21,0
Filtro dopo 10 minuti di impregnazione	22,0
Filtro dopo 20 minuti di impregnazione	23,0
Filtro dopo 30 minuti di impregnazione	24,0
Filtro dopo 35 minuti di impregnazione	24,5

Come si evince dai risultati riportati nella tabella 2, con tale metodo si ottiene una velocità di erosione pari a 0,5 $\mu m/min$ per i primi 10 minuti di trattamento, mentre per tempi maggiori la velocità di erosione è di 0,1 $\mu m/min$. Per verificare l'assenza di crepe e rotture causate dall'attacco acido, sono state effettuate analisi SEM dei campioni di SiC trattati al variare della durata del trattamento acido, e i risultati sono mostrati nella **Errore. L'origine riferimento non è stata trovata..**

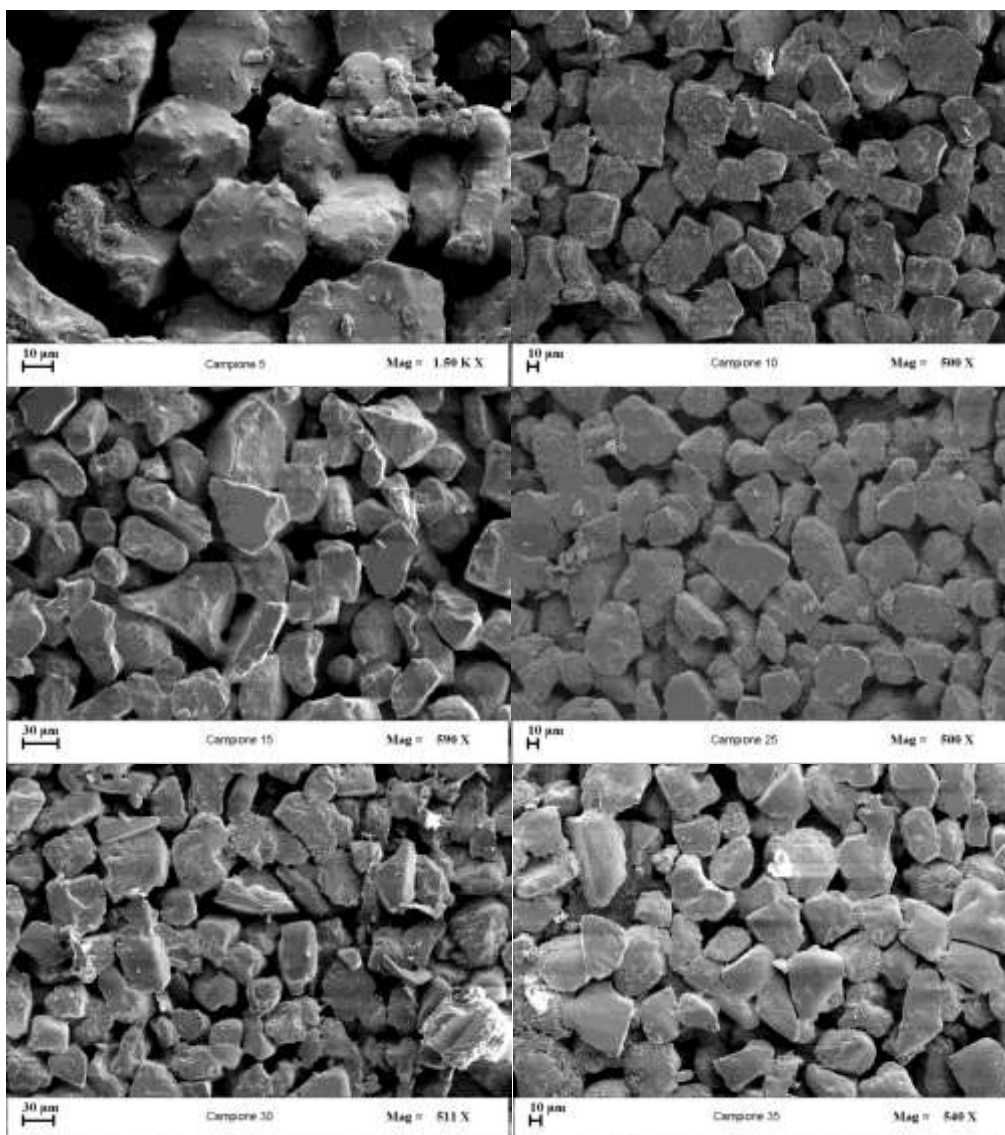


Figura 5. Immagini SEM di filtri in SiC non catalitici al variare del tempo di trattamento nella soluzione acida

Le immagini SEM mostrate nella **Errore. L'origine riferimento non è stata trovata.**, evidenziano chiaramente la progressiva erosione dei grani e soprattutto confermano l'aumento del diametro medio dei pori all'aumentare del tempo di immersione, in linea con quanto riscontrato dalle indagini porosimetriche (mostrate nei paragrafi successivi). Dalle immagini SEM è, però, possibile osservare che, nonostante non ci siano crepe e rotture interne dovute all'immersione dei monoliti in SiC nella soluzione acida, è evidente la formazione di piccole scaglie sui grani per tempi di immersione superiori a 25 minuti, segno del loro progressivo indebolimento.

Un altro importante parametro che è stato valutato è la variazione dell'area superficiale specifica, calcolata col metodo BET, al variare della durata del trattamento acido. I risultati sono mostrati nella Tabella 3.

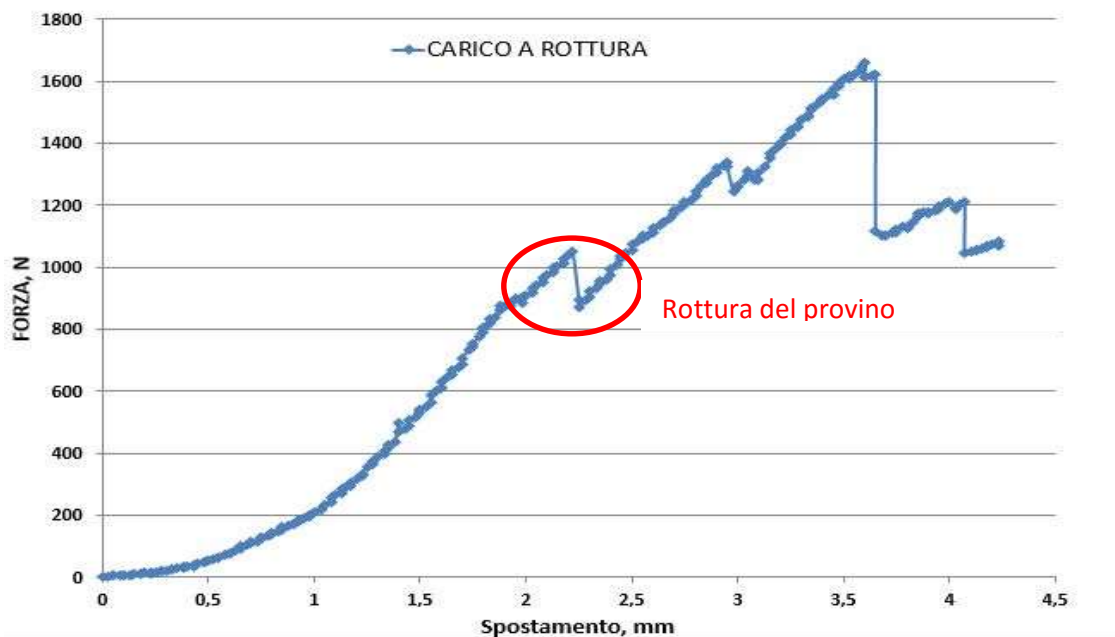
Tabella 3. Area Superficiale Specifica di monoliti in SiC al variare della durata del trattamento acido

Durata del trattamento acido (min)	Area Superficiale Specifica (BET), m ² /g
0	0,35
5	1,87
30	2,16

I dati mostrati nella Tabella 3 evidenziano l'aumento dell'area superficiale specifica dei monoliti all'aumentare della durata del trattamento acido. Questo non è un risultato inaspettato, in quanto l'erosione causata dalla soluzione acida genera rugosità sulla superficie dei grani ed all'interno delle porosità, aumentando in tal modo la superficie specifica.

2.2.3 Determinazione del carico di rottura a compressione dei monoliti dopo trattamento acido

La determinazione del carico di rottura a compressione dei monoliti non catalitici al variare della durata del trattamento acido è stata effettuata mediante l'utilizzo di una pressa: i vari campioni, aventi superficie di circa 100 mm², sono stati posti tra due piatti piani orizzontali. I valori della forza applicata, espressa in Newton, e dello spostamento, espresso in mm, sono stati continuamente registrati mediante apposito software. I risultati sono mostrati nella **Errore. L'origine riferimento non è stata trovata.** e nella **Errore. L'origine riferimento non è stata trovata.** per monoliti trattati per 30 e 35 minuti rispettivamente nella



soluzione acida.

Figura 6. Prova di compressione di un monolite in SiC dopo immersione per 30 minuti nella soluzione acida

I risultati delle prove di resistenza a compressione mostrano che il carico di rottura del materiale ceramico non varia fino ad un tempo di trattamento acido di 30 minuti, ed è pari a circa 10 N/mm², mentre diminuisce per tempi superiori, ed in particolare è pari a circa 8 N/mm² per una durata del trattamento acido di 35 minuti.

A valle di tutte le prove effettuate sui monoliti non catalitici in SiC al variare della durata del trattamento acido, si può quindi concludere che la durata ottimale del processo di erosione è di 30 minuti, in corrispondenza del quale il diametro medio dei pori è di circa 24 micron.

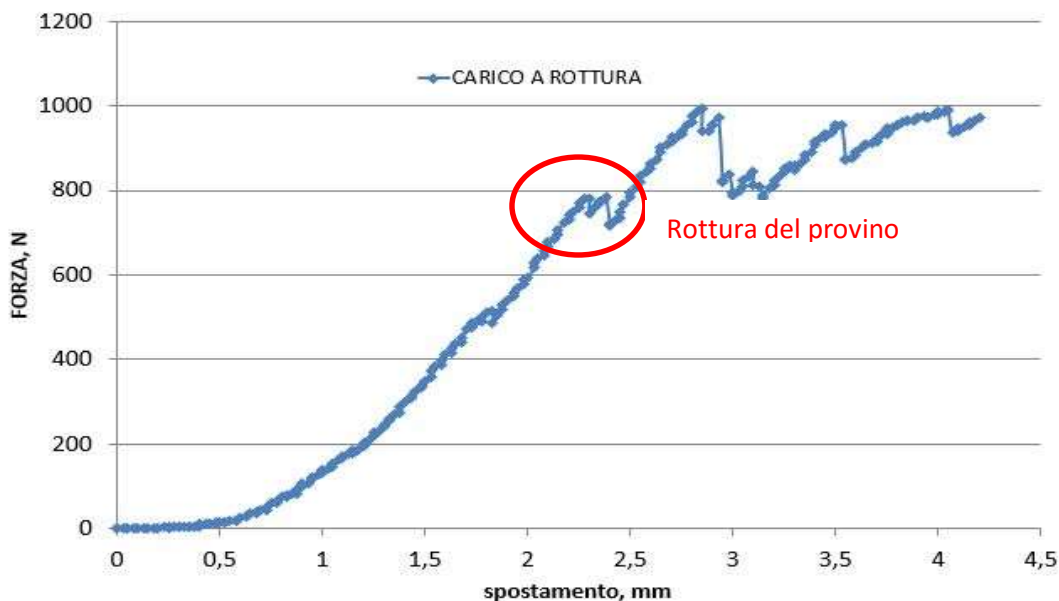


Figura 7. Prova di compressione di un monolite in SiC dopo immersione per 35 minuti nella soluzione acida

2.2.4 Preparazione dei filtri catalitici

I filtri catalitici sono stati preparati mediante ripetuti cicli di impregnazione dei supporti in SiC preventivamente sottoposti a trattamento acido per 30 minuti, nella soluzione acquosa dei precursori (Nitrato di ferro e nitrato di rame, nelle giuste proporzioni), essiccazione in stufa e calcinazione in muffola, fino ad ottenere il carico voluto di specie attive: nello specifico sono stati preparati filtri con un carico di specie attive (CuFe_2O_4) pari al 20% in peso. La procedura di preparazione, ottimizzata durante le precedenti attività di ricerca (Palma et al., 2015), consente di ottenere una omogenea dispersione delle specie attive sul supporto poroso, senza occludere i pori anche alle più elevate concentrazioni di specie attive deposte, e non comporta la formazione di crepe sul supporto in SiC, che ne comprometterebbero l'uso.

2.2.5 Caratterizzazione dei filtri catalitici

Determinata la procedura di erosione dei supporti ceramici in carburo di silicio, sono stati preparati e caratterizzati, mediante diverse tecniche, vari filtri catalitici al 20% in peso di ferrite di rame.

Le tecniche utilizzate sono state:

- misura dell'area superficiale (BET);
- Porosimetria a Penetrazione di Mercurio;
- analisi SEM e SEM-EDX;
- prove di adesione agli ultrasuoni.

Mediante l'uso dello strumento SORPTOMETER Kelvin 1040 Costech è stata ricavata l'Area Superficiale Specifica (SSA), applicando il metodo BET.

Tabella 4. Area Superficiale Specifica di un monolite in SiC catalitico, dopo 30 minuti di trattamento acido, col 20% in peso di ferrite di rame

Campione	Area Superficiale Specifica (BET), m^2/g
Monolite in SiC tal quale	0,35
Monolite in SiC tal quale, dopo 30 minuti di trattamento acido	2,16
Monolite in SiC, dopo 30 minuti di trattamento acido, col 20% in peso di ferrite di rame	0,43

I risultati mostrati nella Tabella 4 evidenziano che la deposizione delle specie attive sul monolite in SiC trattato per 30 minuti nella soluzione acida comporta la diminuzione dell'area superficiale. Tale risultato potrebbe essere dovuto al fatto che le specie attive, durante la fase di deposizione, occupano le rugosità superficiali causate dalla soluzione acida. Tale risultato, però, non inficia l'utilizzo di tali filtri catalitici nei sistemi di abbattimento del particolato carbonioso, poiché si tratta di sistemi catalitici solido-solido-gas, in cui è importante il contatto tra il soot, il catalizzatore e l'ossigeno dei gas di scarico.

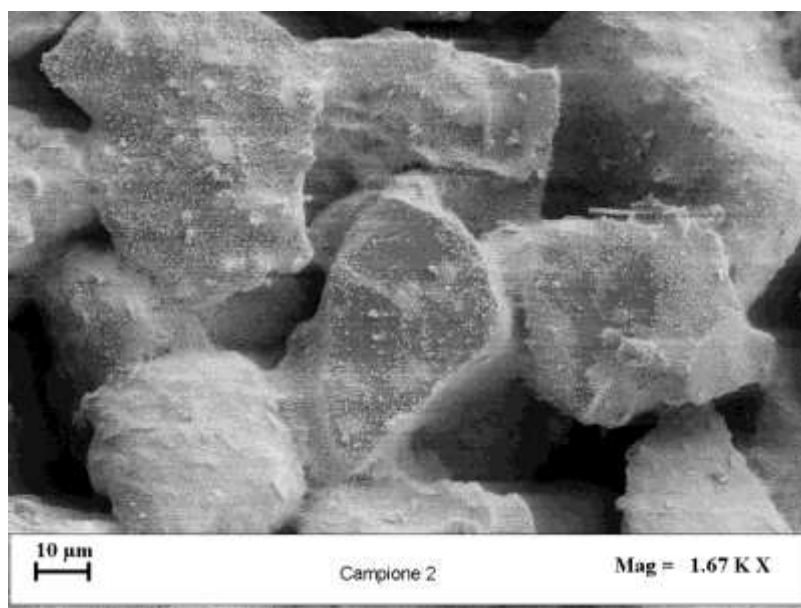
Le caratteristiche porosimetriche dei filtri catalitici sono state rilevate con la tecnica a penetrazione di mercurio, che consente di valutare la dimensione media dei pori, tramite l'utilizzo degli strumenti "PASCAL 140" e "PASCAL 240" della THERMO FINNIGAN. Il diametro medio dei pori è riportato nella Tabella 5.

Tabella 5. Diametro medio dei pori

	Diametro medio dei pori (μm)
Filtro non catalitico	17,00
Filtro col 20% in peso di ferrite di rame	13,30
Filtro non catalitico dopo 30 minuti di trattamento acido	24,00
Filtro dopo 30 minuti di trattamento acido e catalizzato col 20% in peso di ferrite di rame	17,25

Dai dati riportati nella Tabella 5 si evince che il trattamento acido, comportando l'aumento del diametro medio dei pori della matrice ceramica (da 17 a 24 micron) comporta, come ci si aspetterebbe, anche l'aumento del diametro medio dei pori del filtro catalitico col 20% in peso di ferrite di rame (da 13,3 a 17,25 micron). Questo risultato comporta la diminuzione delle perdite di carico del filtro applicato allo scarico di un sistema di combustione, con conseguente diminuzione della frequenza di rigenerazione e senza inficiarne l'efficienza di filtrazione.

Utilizzando il microscopio elettronico a scansione (SEM) si è verificata la struttura del filtro catalitico, e in particolare tramite l'analisi EDX sono state verificate le specie presenti su di esso. Le analisi SEM e SEM-EDX (**Errore. L'origine riferimento non è stata trovata.** e **Errore. L'origine riferimento non è stata trovata.**) hanno



confermato l'effettivo aumento della porosità del filtro.

Figura 8. Immagine SEM di un filtro catalitico col 20% in peso di ferrite di rame, immerso nella soluzione acida per 30 minuti

In particolare dalla **Errore. L'origine riferimento non è stata trovata.** è evidente il ricoprimento del supporto con le specie attive e la buona ed omogenea distribuzione del catalizzatore sui granuli di carburo di silicio. Inoltre sempre dalla **Errore. L'origine riferimento non è stata trovata.** si evince che le specie attive si depositano all'interno del filtro diminuendo il diametro medio dei pori e non occludendo le porosità. Le immagini SEM, inoltre, mostrano chiaramente l'assoluta mancanza di crepe e rotture interne dovute all'immersione dei monoliti in SiC nella soluzione acida.

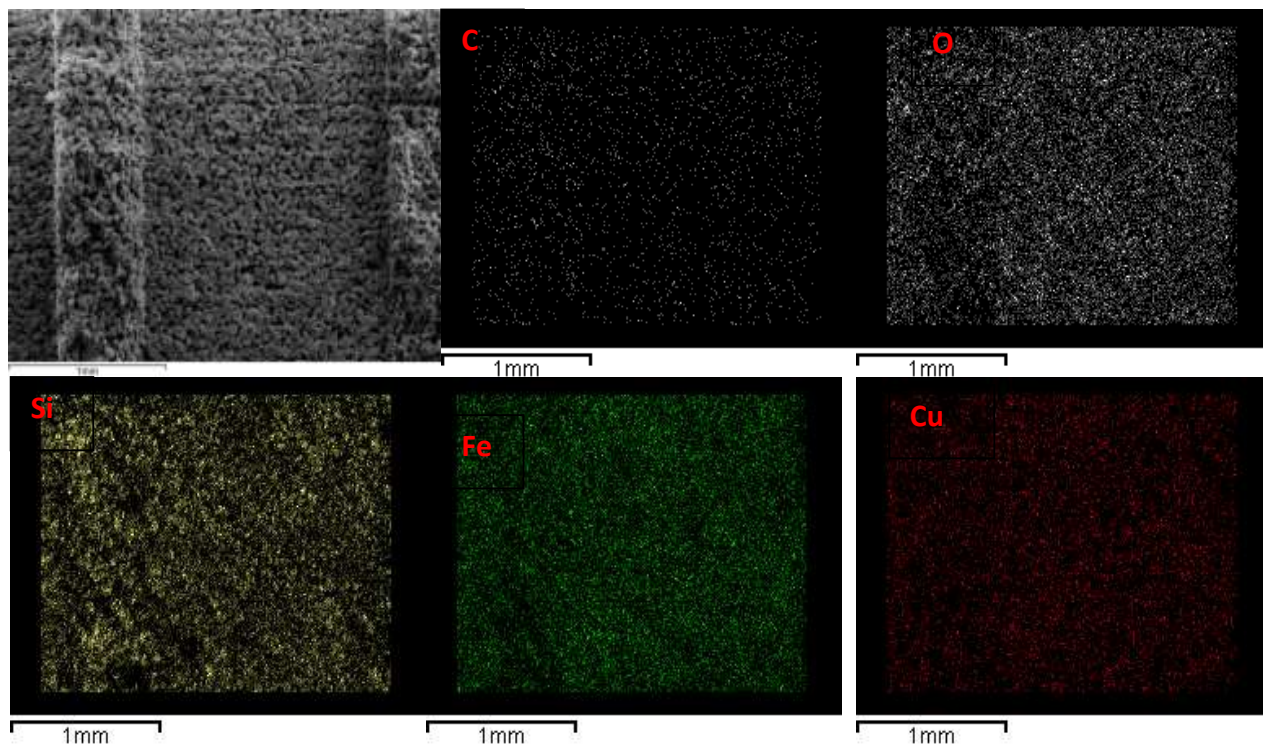


Figura 9. Mappatura delle specie attive sul filtro catalitico

La **Errore. L'origine riferimento non è stata trovata.**, inoltre, evidenzia che sul filtro catalitico sono presenti non solo C, O e Si (i costituenti del supporto), ma anche Cu e Fe (i costituenti delle specie attive): in tal modo si è avuta l'ulteriore conferma che con la procedura di preparazione messa a punto è possibile depositare le specie attive sul supporto in SiC senza la preliminare deposizione di nessun washcoat.

L'adesione delle specie attive al supporto in SiC trattato per 30 minuti nella soluzione acida è stata verificata attraverso prove di stress meccanico ad ultrasuoni, effettuate utilizzando un bagno ad ultrasuoni Cp104 (EIA SpA). La procedura prevede che un campione di peso noto venga sottoposto ad una serie di cicli consistenti nelle seguenti fasi:

- 1) Immersione in un beaker contenente etere di petrolio (Carlo Erba) e posto in un bagno ad ultrasuoni CP104 (EIA SpA):
 - T=20°C
 - f=40 Hz
 - P=60%Pn
 - durata ciclo= 5 minuti
- 2) Essiccazione in muffola a 120°C fino a completa asciugatura
- 3) Il campione viene ripesato e si valuta la perdita di peso in percentuale

$$\text{perdita di peso(in \%)} = \frac{\text{peso iniziale} - \text{peso finale}}{\text{peso iniziale}} * 100$$

I cicli terminano quando il campione non presenta più perdite di peso. I risultati sono mostrati nella Figura 10:

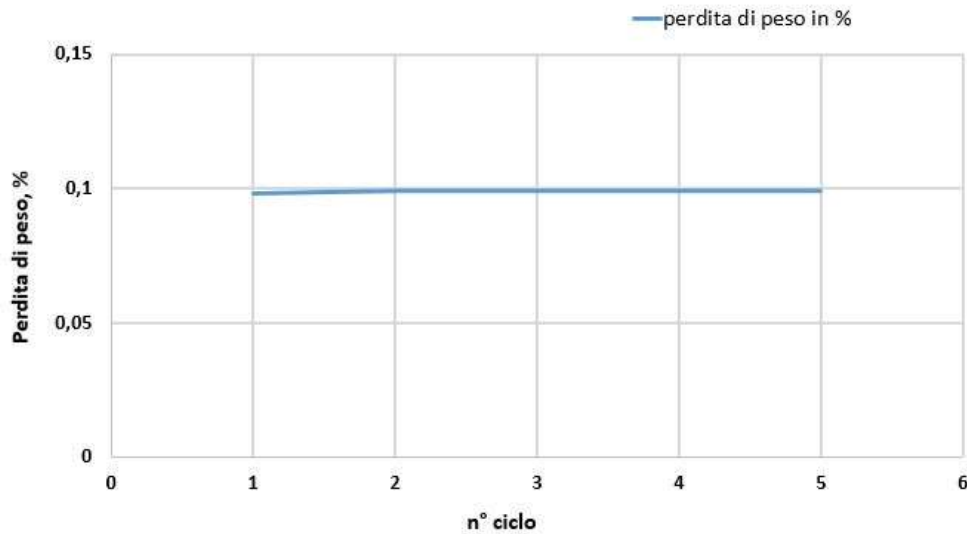


Figura 10. Andamento della perdita di peso in % durante i test d'adesione effettuati sui monoliti al 20% di CuFe_2O_4 , con porosità modificata

I risultati delle prove di adesione delle specie attive, mostrati nella Figura 10, mostrano che la perdita di peso, dopo 5 cicli, è di circa lo 0,1%.

Tale valore molto basso conferma la bontà della procedura di preparazione messa a punto, che consente di depositare direttamente la specie attiva sui supporti senza utilizzo di wash-coat.

2.2.6 Realizzazione e fornitura di filtri wall flow ad ENEA

A partire da campioni di materiale già in nostro possesso, e a valle dell'attività svolta nella precedente annualità, sono stati opportunamente realizzati, in base alle dimensioni della linea sperimentale fornite da ENEA, i filtri catalitici da provare direttamente allo scarico della caldaia in possesso del ENEA UTTS - Saluggia Research Center sito in Saluggia (VC).

In particolare sono stati preparati ed inviati i filtri in tre tranche.

Prima tranche, filtri con diametro di 26 mm:

- n.2 lunghezza 125 mm, carica CuFe_2O_4 20%wt, porosità standard;
- n.2 lunghezza 60 mm, carica CuFe_2O_4 20%wt, porosità standard;
- n.2 lunghezza 125 mm, carica CuFe_2O_4 20%wt, porosità max ottenuta tramite immersione nella soluzione acida per 30 minuti;
- n.2 lunghezza 60 mm, carica CuFe_2O_4 20%wt, porosità max ottenuta tramite immersione nella soluzione acida per 30 minuti;

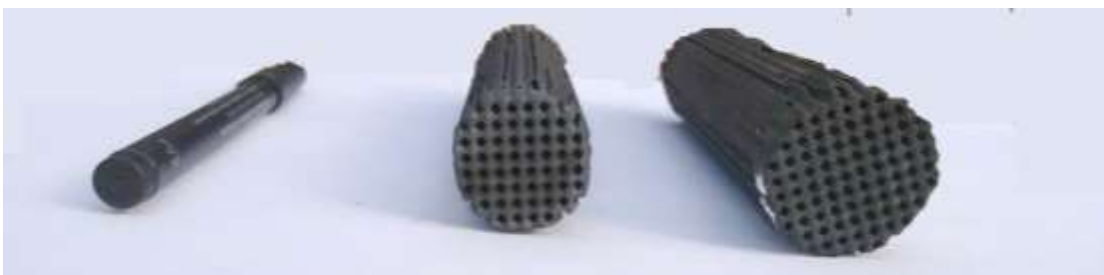


Figura 11. Monolite in SiC con diametro = 26 mm

Seconda tranche, filtri catalizzati col 20% in peso di Ferrite di rame e porosità iniziale del supporto di 24 micron:

- n.2 lunghezza 125 mm, diametro 26 mm;
- n.2 lunghezza 60 mm, diametro 26 mm;
- n.2 lunghezza 125 mm, diametro 30 mm;
- n.2 lunghezza 60 mm, diametro 30 mm.



Figura 12. (A) monolite in SiC con d = 26 mm, (B) monolite in SiC con d = 30 mm

Terza tranche:

- n. 2 con carica di CuFe_2O_4 al 20% wt, porosità standard, lunghezza 125 mm, diametro 29 mm;
- n. 2 con carica di CuFe_2O_4 al 20% wt, porosità standard, lunghezza 60 mm, diametro 29 mm;

- n. 2 con carica di CuFe_2O_4 al 20% wt, porosità maggiorata a 24 micron, lunghezza 125 mm, diametro 29 mm;
- n. 2 con carica di CuFe_2O_4 al 20% wt, porosità maggiorata a 24 micron, lunghezza 60 mm, diametro 29 mm.



Figura 13: monolite in SiC con diametro = 29 mm

2.2.7 Prova di rigenerazione dei filtri catalitici preparati

Parallelamente alle prove effettuate al Centro ENEA di Saluggia, i filtri catalitici caratterizzati dall'aumento della porosità iniziale sono stati testati allo scarico del motore Diesel presente in laboratorio. In particolare i risultati relativi al filtro caricato col 20% in peso di ferrite di rame, confrontati con quelli ottenuti nella precedente annualità e nella prima parte della presente attività di ricerca, hanno evidenziato i seguenti risultati:

- i filtri sono caratterizzati da perdite di carico iniziali più basse;
- le perdite di carico aumentano più lentamente durante la fase di accumulo, aumentando quindi la frequenza delle rigenerazioni;
- l'aumento delle perdite di carico avviene in un tempo maggiore, come era prevedibile;
- la temperatura di attivazione è rimasta invariata a circa 400°C;
- l'efficienza di filtrazione è sempre superiore al 90%.

3 Conclusioni

La presente attività di ricerca si inserisce in un programma triennale di sperimentazione riguardante sistemi di filtrazione ceramici catalizzati per la rimozione del particolato dalle emissioni gassose di impianti di combustione a biomassa. L'attività è stata la naturale prosecuzione del lavoro già svolto e portato a termine nelle due precedenti annualità. La principale novità delle attività svolte in questa annualità è stata l'ottimizzazione della procedura che consente di modificare la porosità iniziale di supporti in carburo di silicio, consentendo in tal modo la preparazione di filtri catalitici Wall Flow che, a parità di carico di specie attive, sono caratterizzati da minori perdite di carico e, quindi, da minori frequenze di rigenerazione.

Nella prima parte della presente annualità, si è proceduto con la validazione sperimentale dei risultati ottenuti nella precedente e la verifica di ulteriori parametri quali:

- temperatura minima di attivazione del catalizzatore a base di ferrite di rame (CuFe_2O_4);
- perdite di carico dei sistemi di filtrazione in relazione alla portata dei fumi per unità di volume del filtro, alla porosità e alle caratteristiche geometriche dei filtri;
- efficienza di abbattimento di particolato e CO nei fumi di combustione, in relazione alla porosità del filtro e alla percentuale di catalizzatore depositato sulla matrice filtrante;
- frequenza di rigenerazione dei supporti filtranti.

Sono stati, inoltre, confrontati le diverse tipologie di particolato carbonioso oggetto dello studio (emesso dalla caldaia a biomassa ed emesso dal motore Diesel) e le indagini hanno rilevato che presentano la stessa struttura a grappolo e pressappoco le stesse dimensioni medie (circa 50 nm), anche se il particolato emesso dalla caldaia a biomassa ha un maggior contenuto di metalli pesanti adsorbiti sulla matrice carboniosa.

Durante questa annualità, a valle del lavoro svolto in precedenza, l'attenzione è stata rivolta ai filtri catalitici con il 20% in peso di ferrite di rame. I risultati ottenuti provando i filtri catalitici in Carburo di Silicio (SiC) in configurazione Wall Flow allo scarico del motore Diesel presente nel nostro laboratorio hanno confermato le loro buone prestazioni in termini di attività catalitica nei confronti dell'ossidazione del particolato carbonioso, già mostrate durante la precedente annualità.

In particolare le prove hanno evidenziato che i filtri caricati col 20% in peso di ferrite di Rame hanno una temperatura di attivazione di circa 400°C.

Più nel dettaglio, i risultati di tali test hanno confermato che i filtri in configurazione Wall Flow sono caratterizzati da un'efficienza di filtrazione superiore al 90%, consentendo quindi l'abbattimento di quasi tutto il particolato emesso, e che in circa 20 minuti si ottiene la loro completa rigenerazione.

Al fine di ridurre le perdite di carico, e quindi ridurre la frequenza delle rigenerazioni dei filtri catalitici, già nella scorsa annualità è stata messa a punto una procedura di preparazione che consente di aumentare la porosità della matrice ceramica di partenza. In questa annualità la procedura è stata ulteriormente migliorata, individuando in particolare la durata ottimale del trattamento acido che consente di aumentarne la porosità senza inficiarne la resistenza meccanica. A tal scopo è stato misurato il carico di rottura dei monoliti al variare del tempo di immersione nella soluzione acida utilizzata per erodere dall'interno i supporti ceramici ed aumentarne la porosità. I risultati dei test effettuati hanno evidenziato che il carico di rottura non diminuisce sensibilmente all'aumentare del tempo di immersione fino a 30 minuti, per poi diminuire. In seguito a questi risultati è stato individuato quale parametro ottimale un tempo di trattamento nella soluzione acida di 30 minuti, in corrispondenza del quale la porosità iniziale (pari a circa 17 micron) delle matrici ceramiche viene aumentata a circa 25 micron.

Determinata la procedura di erosione dei supporti ceramici in carburo di silicio, sono stati preparati e caratterizzati, mediante diverse tecniche, vari filtri catalitici al 20% in peso di ferrite di rame. Le tecniche utilizzate sono state:

- misura dell'area superficiale (BET);
- Porosimetria a Penetrazione di Mercurio;
- analisi SEM e SEM-EDX;
- prove di adesione agli ultrasuoni.

In particolare la porosimetria a penetrazione di mercurio effettuata su un campione di filtro al 20% in peso di ferrite di rame ha evidenziato l'effettivo aumento della porosità dei campioni che, a parità di carico di catalizzatore, sono passati da un diametro medio dei pori di circa 13 micron a circa 17,5 micron.

Le analisi SEM e SEM-EDX hanno confermato l'effettivo aumento della porosità del filtro.

In particolare le immagini SEM hanno evidenziato il ricoprimento del supporto con le specie attive e la buona ed omogenea distribuzione del catalizzatore sui granuli di carburo di silicio. Inoltre sempre dalle stesse immagini si evince che le specie attive si depositano all'interno del filtro diminuendo il diametro medio dei pori e non occludendo le porosità. Le immagini SEM, inoltre, mostrano chiaramente l'assoluta mancanza di crepe e rotture interne dovute all'immersione dei monoliti in SiC nella soluzione acida.

Le analisi EDX, inoltre, evidenziano che sul filtro catalitico sono presenti non solo C, O e Si (i costituenti del supporto), ma anche Cu e Fe (i costituenti delle specie attive): in tal modo si è avuta l'ulteriore conferma che con la procedura di preparazione messa a punto è possibile depositare le specie attive sul supporto in SiC senza la preliminare deposizione di nessun washcoat.

I risultati delle prove di adesione delle specie attive hanno mostrato che la perdita di peso, dopo 5 cicli, è di circa lo 0,1%. Tale valore molto basso conferma la bontà della procedura di preparazione messa a punto, che consente di depositare direttamente la specie attiva sui supporti senza utilizzo di wash-coat.

Sono stati poi appositamente preparati vari filtri catalitici che sono stati inviati al Centro Ricerche ENEA di Saluggia per essere testati allo scarico della caldaia a biomassa. I filtri sono stati opportunamente dimensionati così come richiesto da ENEA. In particolare sono stati preparati ed inviati i filtri in tre tranches.

Parallelamente alle prove effettuate al Centro ENEA di Saluggia, i filtri catalitici caratterizzati dall'aumento della porosità iniziale sono stati testati allo scarico del motore Diesel presente in laboratorio. In particolare i risultati relativi al filtro caricato col 20% in peso di ferrite di rame, confrontati con quelli ottenuti nella precedente annualità e nella prima parte della presente attività di ricerca, hanno evidenziato i seguenti risultati:

- i filtri sono caratterizzati da perdite di carico iniziali più basse;
- l'aumento delle perdite di carico avviene in un tempo maggiore, come era prevedibile;
- la temperatura di attivazione è rimasta invariata a circa 400°C;
- l'efficienza di filtrazione è sempre superiore al 90%.

4 Riferimenti bibliografici

- D. Alok, B. B. (1995). *J. Electron. Mater.* 24 , 311.
- J.A. Edmond, J. P. (1986). *J. Electrochem. Soc.* 133 , 650.
- J.M. Harris, H. G. (1969). *J. Electrochem. Soc.* 116 , 672.
- Jr., J. F. (1960). Silicon Carbide, Pergamon Press, New York, 403.
- R.C. Ellis. (1960). Silicon Carbide, Pergamon Press, New York, 420.
- T. Henkel, G. F. (2000). *Mater. Sci. Forum* 338–342 , 481.
- V.J. Jennings. (1969). *Mater. Res. Bull.* 4 , S199.
- Vincenzo Palma, P. C. (2013). Study of the catalyst load for a microwave susceptible catalytic DPF. *Catalysis Today*, 185-193.
- Vincenzo Palma, P. C. (2015). Catalytic DPF microwave assisted active regeneration. *Fuel*, 50-61.

Breve Curriculum del Gruppo di Ricerca

Vincenzo Palma

Vincenzo Palma, attualmente Professore Associato di Chimica Industriale e Tecnologica (SSD ING/IND 27), si è laureato nel 1991 in Chimica Industriale con il massimo dei voti, presso l'Università degli Studi di Napoli "Federico II" discutendo una tesi sperimentale dal titolo "Studio di un catalizzatore a base di Cu/K/V per l'abbattimento catalitico del particolato carbonioso".

Dal Settembre 1995 ad Ottobre 2005 è stato ricercatore di Chimica Industriale presso il Dipartimento di Ingegneria Chimica e Alimentare dell'Università degli Studi di Salerno.

Dal 5 Ottobre 2005 è in servizio presso lo stesso Dipartimento di Ingegneria Chimica e Alimentare dell'Università degli Studi di Salerno in qualità di professore associato ed è titolare dei corsi di Chimica Industriale e di Catalisi Industriale del C.d.S. in Ingegneria Chimica della stessa Facoltà.

La sua attività di ricerca si svolge essenzialmente nel campo della catalisi eterogenea, con particolare attenzione sia ai processi catalitici di abbattimento di inquinanti gassosi provenienti dai processi di combustione di combustibili fossili, sia all'intensificazione di processo nella conversione di idrocarburi per la produzione di gas di sintesi.

L'attività scientifica nel corso degli anni si è ampliata su diversi argomenti, quali lo studio della combustione catalitica e non di carboni e di loro miscele, lo studio di catalizzatori monolitici a base di perovskiti per la reazione di combustione catalitica di metano, la caratterizzazione cinetica di monoliti commerciali per la reazione di riduzione catalitica selettiva di NO_x (processo SCR) e lo sviluppo, a partire dalla formulazione del catalizzatore in polvere, di filtri catalitici per l'abbattimento di particolato carbonioso emesso da bruciatori di gasolio e da motori Diesel. Più recentemente, una parte delle attività ha considerato l'applicazione delle microonde alla catalisi eterogenea, in particolare è stata studiata la rigenerazione assistita di filtri ceramici, catalitici e non, impiegati nella filtrazione del particolato carbonioso.

Eugenio Meloni

Eugenio Meloni si è laureato il 29 Marzo 2001 in Ingegneria Chimica presso l'Università degli Studi di Salerno col voto di 106/110, discutendo una tesi sperimentale dal titolo "Schiume ceramiche catalitiche autorigeneranti per l'abbattimento di particolato carbonioso".

Negli anni successivi al conseguimento della laurea, ha lavorato come collaboratore scientifico presso il Dipartimento di Ingegneria Chimica e Alimentare dell'Università degli Studi di Salerno, sotto la guida del Prof. Paolo Ciambelli e del Prof. Vincenzo Palma nella messa a punto di un impianto da laboratorio per lo studio delle fasi di filtrazione e rigenerazione di Filtri Wall Flow in Carburo di Silicio utilizzati per l'abbattimento del particolato carbonioso emesso dai motori Diesel. Al momento continua ad occuparsi della problematica.