

Laboratorio di Analisi Termica e Spettrometria di Massa dei Gas Emessi



Il laboratorio di Analisi Termiche e Spettrometria di Massa dei Gas Emessi si trova nel DSCG - Università di Modena e Reggio Emilia - Via Campi, 103 - I-41100 Modena - Italia. Lo strumento è collocato al piano terra del Dipartimento di Scienze Chimiche e Geologiche, nel locale MO51-00-077b

Analizzatore Termico



L'analizzatore termico è un Seiko SSC 5200 abbinato ad un Modulo TG/DTA 320U. Esso consente di effettuare analisi da temperatura ambiente fino a 1200 °C in atmosfera libera o controllata (flusso massimo del gas 500 ml/min). La misura di peso è effettuata mediante una bilancia differenziale orizzontale su campioni di massimo 200 mg in crogioli di Al₂O₃ or Pt.

Le condizioni sperimentali possono variare nei seguenti intervalli:

Velocità di riscaldamento: 0.01 to 100.00 °C/min
ambito di misura TG: ± 0.1 to ± 200 mg
ambito di misura DTA: ± 2.5 to ± 2500 microV
ambito di misura DTG: ± 0.5 to ± 1000 mg/min
Gas: Elio, Ossigeno ed Argon

La calibrazione è effettuata mediante reagenti standard. L'output è un file ascii ed i dati delle misure possono essere analizzati utilizzando un apposito software della Seiko

Spettrometro di Massa dei Gas Emessi

Lo spettrometro di massa è un GeneSys Quadstar 422 by ESS. I suoi componenti principali sono i seguenti:

Sistema di iniezione: è costituito da un capillare di silicone fuso inerte, riscaldato per evitare la condensazione dei gas. Il campionamento dei gas è effettuato direttamente all'interno del forno dell'analizzatore termico. Richiede atmosfera controllata con un flusso minimo di 50 ml/min. I tempi di trasferimento tra eventi di processo e rivelazione sono inferiori ai 100 mS

Sistema di pompaggio: utilizza una pompa rotativa esterna (2.5 m³/h) ed una pompa turbomolecolare interna (60 l/s)

Range di massa: fino a 200 AMU. I limiti di rivelazione arrivano a una pressione parziale minima di 1x10⁻¹³ mBA

Rivelatori: Faraday & SEM (Secondary Electron Multiplier)

Scansione della massa: è possibile operare in "Analogue scan" o in "MID (Multiple Ion Detection) scan".

La modalità "Analogue scan" consente di effettuare una scansione continua su un range di massa definito (da 1 a 200 UMA); la modalità "MID scan" consente di osservare variazioni di intensità (o concentrazioni reali nel caso che venga effettuata la calibrazione dei picchi) di massimo 64 specie

rispetto al tempo o alla temperatura. In entrambe le modalità è possibile la sottrazione del background.

Tecnica Analitica

Le tecniche di analisi termica sono state applicate pressochè a tutti i settori di ricerca scientifica ed i tipi di sostanze; sin dagli inizi, largo impiego ne è stato fatto negli studi di mineralogia applicata riguardanti argille, prodotti ceramici, ecc.

Secondo la definizione di Mackenzie e dello ICTA (International Confederation of Thermal Analyses) per Analisi Termica si intende un gruppo di tecniche nelle quali una proprietà fisica di una sostanza e/o un suo prodotto di reazione vengono misurati in funzione della temperatura mentre la sostanza è sottoposta ad un programma controllato di riscaldamento.

Le tecniche più utilizzate (disponibili nel nostro laboratorio) sono la Analisi Termogravimetrica (TG), la Analisi Termica Differenziale (DTA) e la Analisi dei Gas Emessi (EGA) durante il riscaldamento.

La **Analisi Termogravimetrica (TG)** consente la determinazione della variazione di massa in funzione della temperatura o del tempo; questa tecnica fornisce informazioni circa la stabilità termica e la composizione del campione e di ogni altro composto intermedio che può formarsi.

La **Analisi Termica Differenziale (DTA)** è una tecnica nella quale la temperatura di un campione è confrontata con quella di un materiale termicamente inerte; le variazioni di temperatura del campione sono dovute a transizioni entalpiche endotermiche o esotermiche oppure a reazioni causate da cambiamenti di fase, fusione, sublimazione, ecc.

La **Analisi dei Gas Emessi (EGA)** serve a determinare la natura e la quantità di prodotto volatile formatosi durante il riscaldamento (definizione dello ICTA). Vi sono numerose tecniche per l'analisi dei gas, ma le più utilizzate sono analisi IR (infrarosso) e spettrometria di massa (MS). Nel nostro laboratorio è disponibile quest'ultima tecnica.

Tipici problemi risolvibili mediante analisi termiche:

determinazione quantitativa della concentrazione di volatili (H₂O+, H₂O-, CO₂, SO₃, ecc.)
identificazione qualitativa e determinazione quantitativa dei minerali dei vari gruppi (silicati, carbonati, fosfati, borati, solfati, cloruri ecc.) presenti nelle rocce
determinazione quantitativa dei componenti maggiori delle materie prime non metalliche (argille, bauxiti, carbonati, silicati di magnesio etc.) durante il controllo di qualità
Stima dei gas emessi (MS-EGA Analyses) durante la reazione termica ed identificazione delle impurezze (carbonati, solfuri, materia organica, ecc.)
ricerca di correlazioni tra proprietà di una roccia e minerali in essa contenuti, possibilmente indicative della esistenza di idrocarburi, mineralizzazioni da metalli preziosi, ecc.
rapida stima della stabilità termica di materiali naturali e sintetici utilizzati nell'industria: bentoniti (impiegate nelle fonderie), catalizzatori e adsorbenti (zeoliti o zeolititi), materiali per la protezione dei reattori atomici e chimici, diamanti sintetici ecc.
[Ultimo aggiornamento: 07/11/2012 15:43:48]

Preparazione Campioni



Quando il campione è solido, è generalmente preferibile macinarlo fino ad ottenere una polvere fine (granulometria inferiore a 2 micron); tuttavia è possibile analizzare anche cristalli singoli (di 2-3 mm di diametro).

I principali fattori da tenere in considerazione durante la preparazione del campione sono:

1) Massa del campione - può influire sia sui risultati della TGA (TG e DTA) sia sui risultati della MS-EGA in quanto da essa dipendono: i) l'entità delle reazioni endotermiche ed esotermiche; ii) il grado di diffusione del gas emesso nei vuoti che circondano le particelle solide; iii) l'esistenza di elevati gradienti termici attraverso il campione, specie se quest'ultimo è caratterizzato da una bassa conduttività termica.

2) Granulometria del campione - Una granulometria disomogenea può causare variazioni nella diffusione dei gas emessi, che possono alterare la velocità di reazione e di conseguenza la forma della curva. In linea generale si può affermare che: i) una diminuzione di granulometria del campione abbassa sia la temperatura alla quale incomincia la decomposizione termica, sia la temperatura alla quale la reazione viene completata; ii) un campione costituito da cristalli o particelle grandi e caratterizzato da un basso rapporto area superficiale/massa decompone più lentamente di un campione di uguale massa ma costituito da particelle molto piccole.

3) Compressione del campione - La compressione di una polvere può avere diversi effetti: i) può intensificare la curva DTA poichè favorisce sia la aderenza del campione al crogiolo, sia la coesione tra grani, aumentando così la conduttività termica; ii) può causare una diminuzione della diffusione dei gas emessi.

In conclusione, tenendo in considerazione sia gli effetti negativi sia gli effetti positivi sopra descritti, si può dire che non esiste una maniera standard per preparare il campione; di volta in volta la preparazione va effettuata secondo le caratteristiche fisiche del campione stesso, in modo da evidenziare gli aspetti più interessanti della curva TGA.