

# Stazione Sperimentale per i Combustibili

**I - 20097 SAN DONATO MILANESE MI**

**Uffici** : Viale Alcide De Gasperi, 3  
**Laboratori** : Via Galileo Galilei, 1  
CCIAA 1670290 (REA)

Tel : +39 02 516041  
Fax : +39.02.514286  
E-mail : mail@ssc.it  
P.I./C.F. : 00880300157  
Sito web : www.ssc.it

Rapporto di prova n. 200706023

30 agosto 2007

## STUDIO TERMOGRAVIMETRICO SU UN CAMPIONE

Con ordine ricevuto in data 27 agosto 2007, la CIS srl, via Walter Tobagi, 16, 51037 Montale (Pistoia), ha richiesto alla Stazione sperimentale per i Combustibili di effettuare prove di analisi termogravimetrica su un campione denominato:

- carbone attivo.

Il campione è stato fornito dal Committente.



## PARTE SPERIMENTALE

### APPARECCHIATURE

E' stato utilizzato un analizzatore termogravimetrico TGA850 della stazione di termoanalisi TA8000 Mettler (All. 1).

Il Committente ha fornito due metodi di prova come riferimento (NSTM Norit Standard Method e ASTM D 5832-98) ed ha indicato alcune modifiche a tali metodi. Seguendo tali indicazioni dunque sul campione sono state effettuate 3 prove:

- isoterma di 30 min a 25 °C, rampa di riscaldamento da 25 a 150 °C con una velocità di 10 °C/min e isoterma di 10 min a 150 °C;
- isoterma di 30 min a 25 °C, rampa di riscaldamento da 25 a 450 °C con una velocità di 10 °C/min e isoterma di 10 min a 450 °C;
- isoterma di 30 min a 25 °C, rampa di riscaldamento da 25 a 850 °C con una velocità di 10 °C/min e isoterma di 10 min a 850 °C.

Le prove sono state condotte in flusso di elio a 60 ml/min.

### • **RISULTATI**

#### • ***Carbone attivo: prova a 150 °C***

#### • **Prova TG n 2652**

- quantità di campione: 18,9909mg
- crogiolo: platino, aperto
- flusso: He, 60 ml/min

Durante il periodo di isoterma a 25 °C si osserva una lieve diminuzione di peso del campione dovuta molto probabilmente al trascinarsi dell'umidità causata dal flusso di elio. La Fig. 1 riporta la curva ottenuta dalla prova termogravimetrica durante lo stadio di riscaldamento. La curva nera mostra la perdita di peso del campione durante il riscaldamento; la curva rossa riporta l'andamento della derivata prima della perdita di peso (DTG).

Il campione perde complessivamente il 2,80% del peso che ha all'inizio del riscaldamento (e dunque dopo il periodo di isoterma a 25 °C).



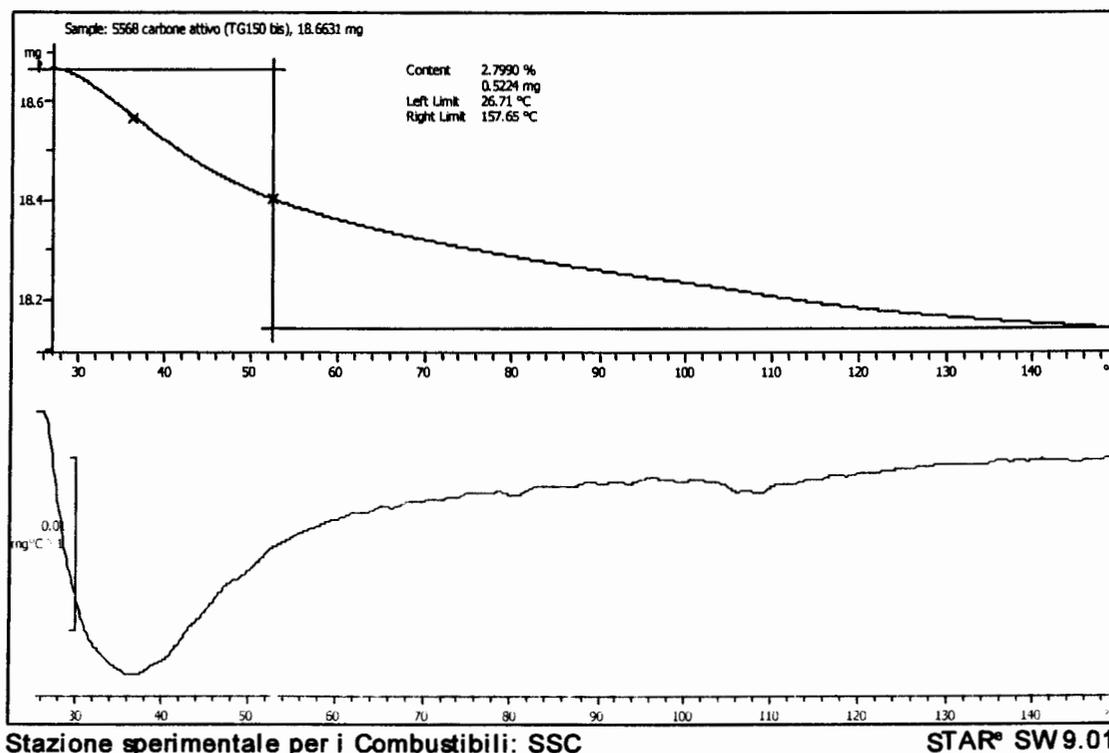


Fig. 1

- **Carbone attivo: prova a 450 °C**
- **Prova TG n 2651**
  - quantità di campione: 19,7621 mg
  - crogiolo: platino, aperto
  - flusso: elio, 60 ml/min

Durante il periodo di isoterma a 25 °C si osserva una lieve diminuzione di peso del campione dovuta molto probabilmente al trascinarsi dell'umidità causata dal flusso di elio. La Fig. 2 riporta la curva ottenuta dalla prova termogravimetrica durante lo stadio di riscaldamento. La curva nera mostra la perdita di peso del campione durante il riscaldamento; la curva rossa riporta l'andamento della derivata prima della perdita di peso (DTG).

Il campione perde complessivamente il 4,88% del peso che ha all'inizio del riscaldamento (e dunque dopo il periodo di isoterma a 25 °C).

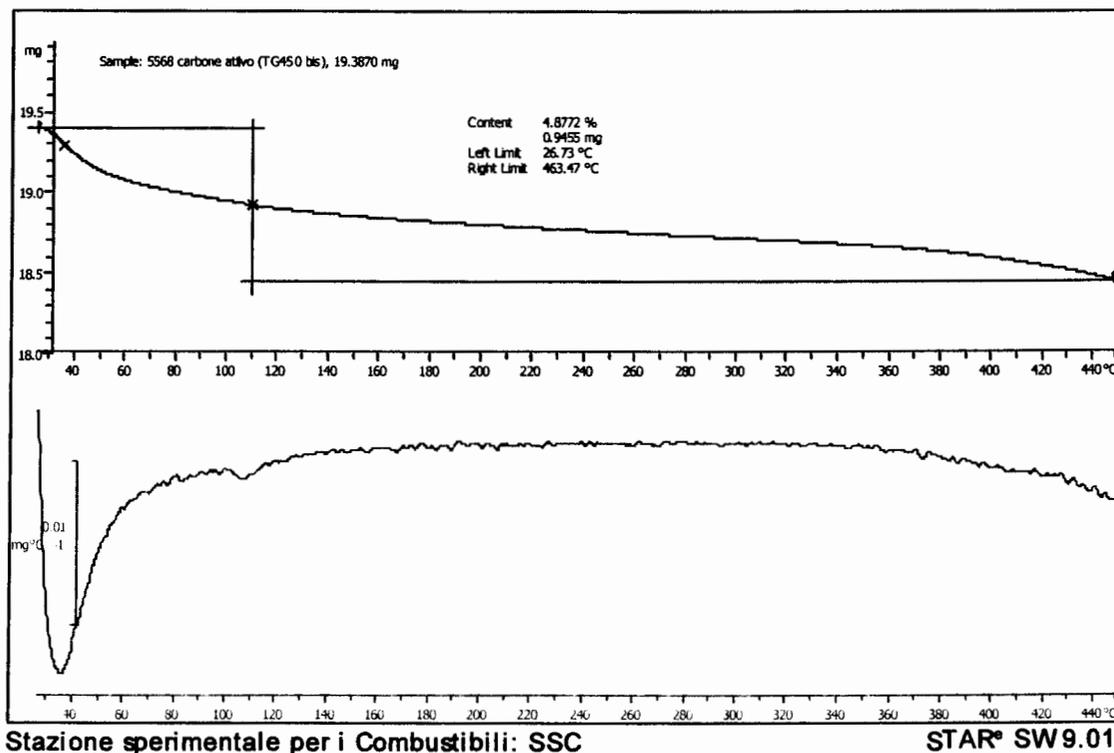


Fig. 2

- **Carbone attivo: prova a 850 °C**
- **Prova TG n 2652**
  - quantità di campione: 19,2958 mg
  - crogiolo: platino, aperto
  - flusso: elio, 60 ml/min

Durante il periodo di isoterma a 25 °C si osserva una lieve diminuzione di peso del campione dovuta molto probabilmente al trascinarsi dell'umidità causata dal flusso di elio. La Fig. 3 riporta la curva ottenuta dalla prova termogravimetrica durante lo stadio di riscaldamento. La curva nera mostra la perdita di peso del campione durante il riscaldamento; la curva rossa riporta l'andamento della derivata prima della perdita di peso (DTG).

Il campione perde complessivamente il 28,91% del peso che ha all'inizio del riscaldamento (e dunque dopo il periodo di isoterma a 25 °C).

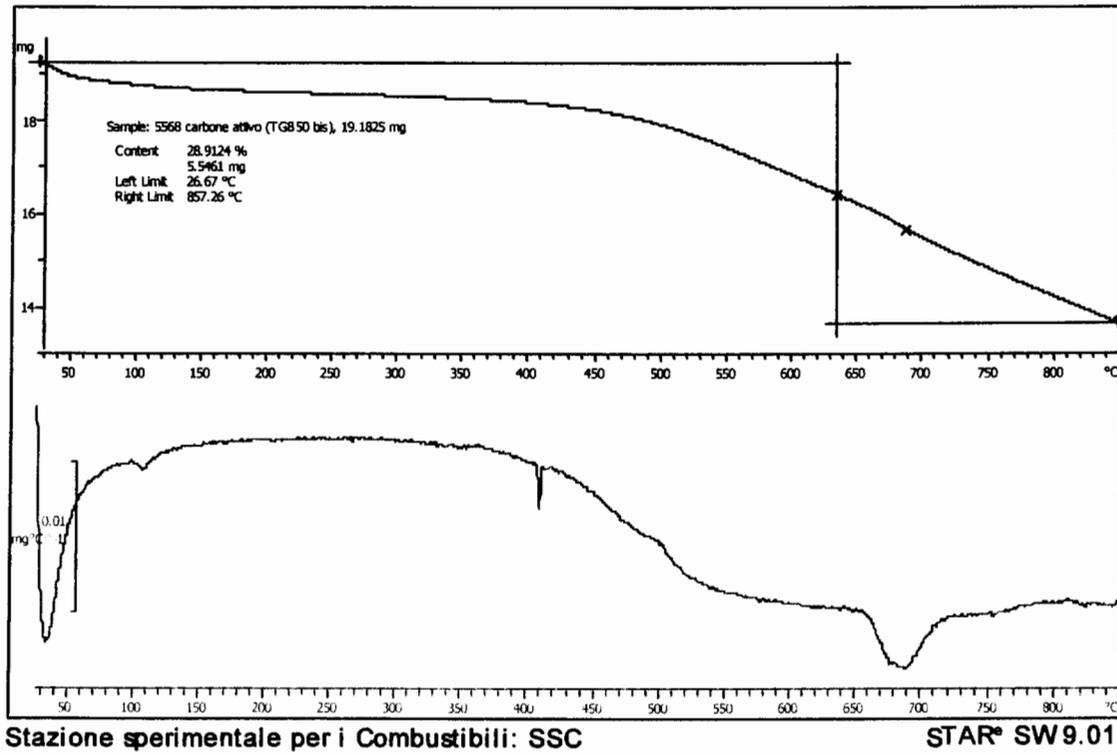


Fig. 3

Ovviamente i dati si riferiscono al campione analizzato nelle condizioni adottate.

IL RESP. DELLA SPERIMENTAZIONE

dott. Angelo Lunghi

IL DIRETTORE SCIENTIFICO

dott. Paolo Cardillo, EurChem

## **Allegato 1**

### ***Termogravimetria (TG)***

La termogravimetria (TG) è basata sulla misura, in funzione della temperatura  $T$  o del tempo  $t$ , del peso di un campione posto in un apposito forno riscaldato a velocità costante. Per ottenere utili informazioni da questa tecnica, il campione deve liberare prodotti volatili. La curva termogravimetrica risultante fornisce informazioni sulla stabilità termica del campione iniziale, sulla stabilità termica e sulla composizione degli intermedi e sulla composizione di un eventuale residuo.

In una reazione di decomposizione si possono individuare due temperature caratteristiche:  $T_i$  che è definita temperatura iniziale di decomposizione e  $T_f$  che è la temperatura finale.  $T_i$  è la temperatura a cui la perdita di peso raggiunge il valore corrispondente alla sensibilità dello strumento;  $T_f$  è la temperatura a cui la perdita di peso raggiunge il suo massimo valore, corrispondente alla decomposizione completa. Le variazioni di peso del campione possono essere valutate quantitativamente dalla differenza di livello sulla curva.

Le termobalance sono costituite essenzialmente da: un forno, un programmatore di temperatura, un registratore, una bilancia.

Le variazioni di peso del campione sono misurate valutando o la forza necessaria per riportare in posizione orizzontale il braccio della bilancia o valutando la deflessione di quest'ultimo. Il peso misurato dalla bilancia, opportunamente amplificato, viene registrato contemporaneamente alla temperatura misurata da una termocoppia posta in contatto con il campione o il portacampione.

Analogamente ad altre tecniche strumentali anche la TG risente di numerosi fattori che possono influenzare la precisione, l'accuratezza e la riproducibilità delle misure. I fattori che più influenzano una curva TG sono soprattutto strumentali (velocità di riscaldamento, atmosfera nel forno e nel portacampione, geometria del forno e del portacampione, natura del portacampione) o direttamente dipendenti dal campione (quantità, solubilità nel campione dei gas svolti, dimensioni delle particelle, impaccamento del campione, conducibilità termica). Tra questi fattori quelli più studiati sono la velocità di riscaldamento e l'atmosfera nel forno.

In termini generali, un aumento della velocità di riscaldamento aumenta le temperature  $T_i$  e  $T_f$  anche se la variazione di peso rimane immutata. L'effetto dell'atmosfera del forno sulla curva TG dipende soprattutto da:

- a) tipo di reazione
- b) natura dei prodotti di decomposizione
- c) tipo di atmosfera impiegata

Per valutare la stabilità termica ai fini della sicurezza le prove TG si effettuano normalmente in atmosfera ossidante (aria) e/o in atmosfera inerte (azoto). E' così possibile distinguere soprattutto una reazione di decomposizione da una di ossidazione (combustione).

