



EPS

Escola Politècnica

UdG

Superior

Projecte/Treball Fi de Carrera

Estudi: Enginyeria Industrial. Pla 2002

Títol: Anàlisi tèrmica de la descomposició del carbonat càlcic

Document: Resum

Alumne: Núria Butchosa Robles

Director/Tutor: Jordi Farjas Silva

Departament: Física

Àrea: Física Aplicada

Convocatòria (mes/any): setembre/2009

ANÀLISI TÈRMICA DE LA DESCOMPOSICIÓ DEL CARBONAT CÀLCIC

RESUM

Sota la denominació d'anàlisi tèrmica s'engloba un conjunt de tècniques analítiques que permeten monitoritzar l'evolució de les transformacions que tenen lloc en una mostra sòlida o líquida quan es sotmet a un programa de temperatura constant, d'escalfament o de refredament controlat. Per aquesta raó, l'anàlisi tèrmica s'ha emprat abundantment en l'estudi de la cinètica de les reaccions químiques en fase sòlida i líquida.

En el context de l'anàlisi tèrmica, existeixen les tècniques d'anàlisi cinètica que tenen com objectiu determinar els paràmetres cinètics de la transformació objecte d'estudi a partir de les mesures experimentals. Els paràmetres cinètics controlen la velocitat de transformació i a partir de la seva determinació es pot fer la predicció de l'evolució de la transformació en funció del tractament tèrmic al que es sotmet la mostra. A més, l'estudi cinètic i els paràmetres cinètics que se'n deriven aporta informació sobre la naturalesa de la transformació o reacció que té lloc.

En aquest projecte s'ha emprat per primera vegada una nova tècnica d'anàlisi tèrmica desenvolupada pel Grup de Recerca en Materials (GRM) de la UdG. Per a dur a terme aquesta tasca s'ha analitzat una reacció ben coneguda, la descomposició del carbonat càlcic en atmosfera inert.

En particular s'han fet un conjunt de mesures en condicions isoterms a diferents temperatures i en condicions d'escalfament continu a diferents velocitats. Per a la realització d'aquestes mesures s'empraran tres tècniques diferents: calorimetria diferencial de rastreig (DSC), termogravimetria (TGA) i anàlisis de la composició dels gasos generats en un forn per espectroscòpia de masses (EGA).

A partir dels resultats experimentals s'han obtingut els paràmetres cinètics de la transformació per diferents mètodes: Aproximació de Kissinger, Mètode isoconversional de Vyazovkin i un nou mètode desenvolupat pel GRM, l'anàlisi de l'amplada de pic.

Finalment els resultats experimentals s'han ajustat a un model cinètic i se n'ha comprovat la bondat amb un nou mètode desenvolupat pel GRM, la Corba universal.

Amb l'anàlisi dels resultats experimentals obtinguts s'ha pogut concloure que un augment de la massa de CaCO_3 emprada en els experiments provoca un retard en la descomposició que s'evidencia en l'augment de la temperatura de pic observat.

Aquest retard de la reacció es deu a que un augment de la massa de CaCO_3 genera un major gruix de mostra i un major pressió parcial de CO_2 durant la descomposició. Al haver-hi més pressió parcial de CO_2 la velocitat de la reacció inversa a la descomposició augmenta, fent disminuir així la velocitat total de la descomposició.

Malgrat que s'esperava una acceleració de la descomposició al reduir la pressió parcial de CO_2 , al augmentar el cabal d' N_2 la reacció no ha provocat la disminució de la temperatura de pic esperada demostrant-se que per un cabal de 40 ml/min d' N_2 la pressió parcial de CO_2 que es genera a la superfície de la mostra quan la massa d'aquesta és de 10 mg és negligible.

S'ha comprovat experimentalment que amplada mitja dels pics que caracteritzen la descomposició del CaCO_3 no depèn de la massa de la mostra, aquesta només afecta a la constant cinètica de la reacció, no al model que segueix. Això fa de l'estudi de l'amplada de pic un mètode molt útil ja que permet separar les dues contribucions.

Tot i la bondat de l'ajust de Kissinger, l'estudi de l'amplada de pic ha permès veure que la reacció de descomposició del CaCO_3 es desvia de la cinètica senzilla en determinades condicions i que el model de Kissinger ho detecta. El nou mètode aplicat si que detecta aquestes desviacions, concordant les energies d'activació obtingudes amb les que s'han calculat pel mètode de Vyazovkin, poc emprat en anàlisi tèrmica per la seva dificultat de càlcul.

El nou mètode de la corba universal permet detectar, que tot i haver obtingut energies d'activació divergents, totes les sèries d'experiments s'ajusten al mateix model cinètic, essent aquest d'ordre n amb $n=0,36$. gràcies a que l'energia d'activació no afecta el nou model desenvolupat.

Dels experiments realitzats per espectrometria de masses al buit se n'extreu que en el buit s'aconsegueix evitar la cinètica complexa en la descomposició del CaCO_3 , ja que s'evita la presència d'una pressió parcial de CO_2 o una pressió total a l'interior del forn que iniciïn la reacció inversa a la descomposició.

Finalment, cal destacar que en aquest projecte s'ha comprovat la utilitat del nou mètode d'anàlisi desenvolupat pel GRM, que s'ha aplicat per primer cop en el tractament de resultats experimentals. Aquest mètode permetrà predir en experiències futures el comportament de la reacció per a diferents condicions de treball.