

R. PELLIZZER e G. GUIDETTI

ANALISI TERMICHE DIFFERENZIALI  
SU CAMPIONI STANDARD SECONDO IL C.I.P.E.A.

Il programma di ricerche su i minerali argillosi predisposto nell'Istituto di Mineralogia e Petrografica dell'Università di Bologna, diretto dal Prof. Ciro Andreatta, ha richiesto tra l'altro la messa a punto della apparecchiatura per l'analisi termica differenziale (D.T.A.) esistente nell'Istituto stesso e formata dai seguenti elementi:

*a)* apparecchi di termoregolazione e registrazione della Leeds-Northrup rispettivamente con regolatore a programma, termostabilizzatore e registratore multiplo con preamplificatore;

*b)* un fornello verticale, scorrevole su due guide, dell'altezza di mm. 200 e della sezione interna di mm. 36 con resistenze scoperte di cromo-alumel, alimentate con corrente a 130 V (potenza massima 600 W);

*c)* un porta campione in nichel di forma cilindrica con diametro di mm. 26, altezza mm. 22 in cui sono stati praticati quattro pozzetti a sezione circolare di dimensioni identiche ed equidistanti fra di loro. La sezione circolare di ciascun pozzetto si restringe inferiormente in corrispondenza dell'innesto delle termocoppie; il porta campione è inoltre dotato di un coperchio dell'altezza di mm 8;

*d)* termocoppie in Pt-Pt/Rh e Cr-Cr/Al con prolungamenti di cavo compensato.

Per quanto si riferisce la messa a punto dell'apparecchiatura ed in particolare la costruzione e sistemazione del forno, del porta campione e delle termocoppie, pur tenendo conto dei vari dispositivi ed accorgimenti adottati da diversi autori, abbiamo ritenuto opportuno di costruire un forno con le caratteristiche sopra riportate; ciò in quanto si

è ritenuto fondamentale avere un forno a bassa inerzia per ottenere un incremento della temperatura fino a 1000°C il più lineare possibile, anche se ciò avrebbe creato altri inconvenienti dipendenti dalle ridotte dimensioni, del resto superati come ha dimostrato l'esperienza.

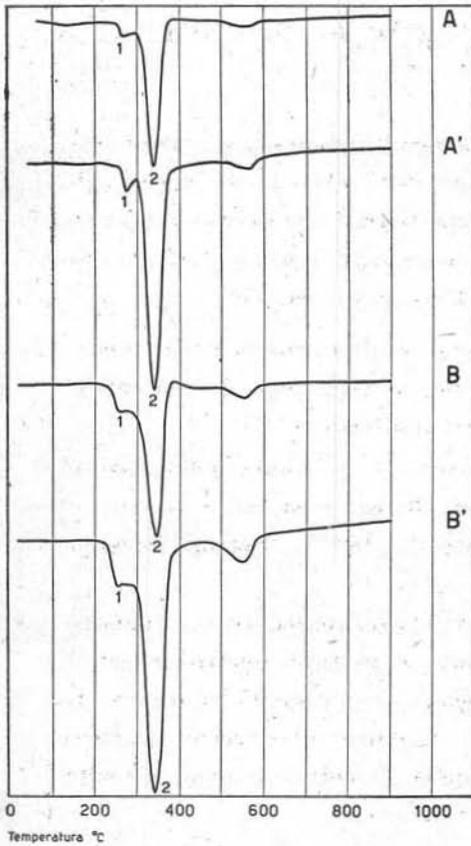


Fig. 1

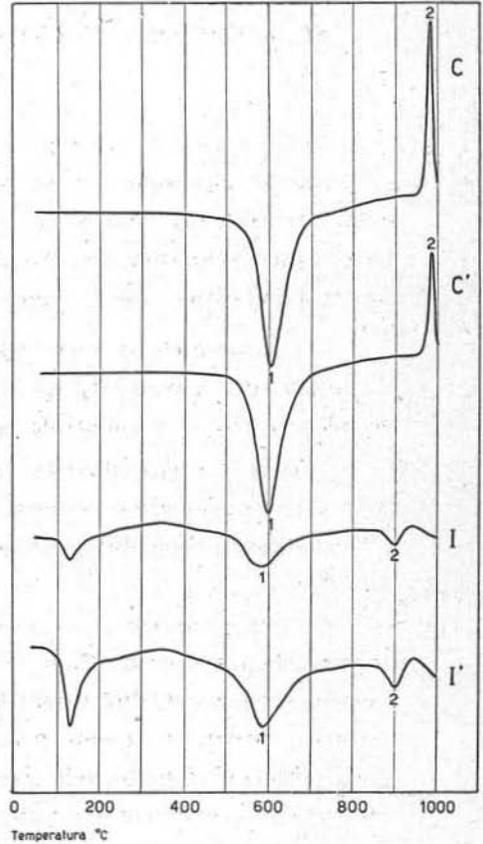


Fig. 2

Il porta campione sistemato al centro del forno è sospeso su refrattario attraverso il quale passano le termocoppie coassiali e centrate rispettivamente ai pozzetti. Si è inoltre avuta particolare cura che le saldature fra gli elementi di ciascuna delle termocoppie fossero il più possibile identiche.

In un primo tempo è stata eseguita una serie di prove su materiale inerte e precisamente allumina pura calcinata (0,33 gr per ogni pozzetto) operando fino a 1000°C con incremento di 10°C al minuto; le



Fig. 3

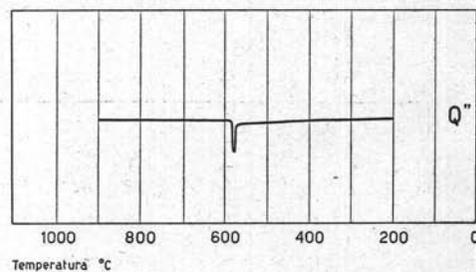
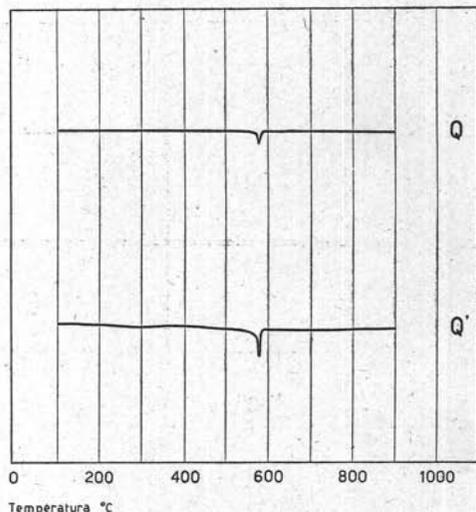


Fig. 4

prove sono state ripetute fino ad ottenere termogrammi con andamento perfettamente lineare.

Successivamente si sono presi in esame i seguenti campioni gentilmente forniti dal Prof. Gallitelli, cui desideriamo esprimere un vivo ringraziamento:

TABELLA I

Campione	Peso	Termocoppie Pt-Pt/Rh				Termocoppie Cr-Cr/Al			
		Termogramma	Picco 1	Picco 2	Picco 3	Termogramma	Picco 1	Picco 2	Picco 3
BAUXITE	S: gr 0,18 I: gr 0,15	A	273	339	—	A'	271	340	—
BAYERITE	S: gr 0,18 I: gr 0,15	B	255	342	—	B'	253	341	—
Na-MONTMORILLONITE	S: gr 0,33	M	720	889	—	M'	723	890	—
Ca-MONTMORILLONITE	S: gr 0,33	M <sub>1</sub>	459	709	894	M <sub>1</sub> '	461	712	894
CAOLINITE	S: gr 0,33	C	603	981	—	C'	600	983	—
ILLITE	S: gr 0,33	I	582	900	—	I'	584	900	—
QUARZO	S: gr 0,33	Q	575	—	—	Q'	575	—	—

La temperatura dei picchi è in °C

S = sostanza

I = inerte,

*Bauxite*, Dott. Hosking;

*Bayerite*, Maculay Inst. Soil Research Aberdeen;

*Caolinite* dello Zettlitz;

*Na-Montmorillonite* Wyoming Bentonite, Maculay Inst. Soil Research Aberdeen;

*Ca-Montmorillonite* Mississipi Bentonite, Maculay Inst. Soil Research Aberdeen;

*Illite* Illinois, R. E. Grim Geol. Survey U.S.A.;

*Quarzo*, C. Andreatta, Bologna.

Si è ritenuto di eseguire le analisi per i suddetti campioni inserendo sempre le termocoppie di Pt-Pt/Rh per la termoregolazione e per la registrazione dell'incremento di temperatura, mentre per la registrazione della differenza di temperatura si sono usate per ciascun campione termocoppie differenziali sia di Pt-Pt/Rh, sia di Cr-Cr/Al. Si è ritenuto inoltre di eseguire le suddette analisi sia con campioni puri, sia con campioni mescolati con inerte (allumina pura arroventata).

I termogrammi ottenuti sono riprodotti nelle figure 1, 2, 3 e 4 e nella tabella I sono riportati i dati delle temperature corrispondenti ai picchi contrassegnati nei relativi termogrammi. Per quanto riguarda le curve del quarzo desideriamo mettere in evidenza l'esattezza della registrazione, essendosi ottenuto il picco corrispondente alla trasformazione quarzo  $\alpha \rightleftharpoons \beta$  tanto in riscaldamento quanto in raffreddamento alla temperatura di 575°C.

Dall'esame dei dati riportati nella tabella I si può rilevare come i valori corrispondenti alle temperature dei diversi picchi di ciascun campione rientrino perfettamente nei limiti ammessi dal « Comité International pour l'étude des argiles ». Riportiamo allo scopo la tabella pubblicata per conto del suddetto Comitato a cura di R. C. MacKenzie (tabella II). Ciò anche perchè i dati in essa contenuti non sono stati ancora riportati, per quanto ci risulta, nella letteratura italiana.

TABELLA II

Bauxite		Bayerite		Caolinite	Mississippi Bentonite			Wioming Bentonite	
Picco 1	Picco 2	Picco 1	Picco 2		Picco 1	Picco 2	Picco 3	Picco 1	Picco 2
—	—	288	425	645	466	730	900	737	900
—	—	243	340	638	461	720	865	730	876
270	350	249	330	620	460	705	901	722	909
273	346	270	344	614	—	721	888	738	900
279	338	231	317	607	442	664	879	708	899
—	395	—	380	615	—	710	—	730	—
268	362	248	360	573	460	680	900	705	902
275	359	250	354	602	460	692	909	711	898
—	—	265	365	622	465	695	880	728	910
—	—	275	367	650	479	717	900	750	892
—	—	260	355	610	463	711	869	723	863
308	430	290	419	620	483	705	908	740	920
278	379	258	366	621	463	695	896	713	895
278	360	255	360	583	478	695	897	712	905
248	335	230	333	587	459	675	878	689	880
258	360	233	340	588	458	674	886	700	892
265	355	240	350	620	485	715	905	725	880
265	352	246	343	622	477	714	898	728	907
—	339	239	329	597	473	692	890	709	898
260	345	240	335	603	470	710	885	720	890
248	316	225	303	585	438	698	882	713	890
282	374	258	354	611	490	728	910	743	918
278	356	257	349	610	490	712	900	729	910
285	377	271	385	643	—	732	888	741	893
245	340	235	338	600	460	680	900	700	900
284	374	277	382	589	494	705	922	714	918
259	370	247	358	614	466	705	870	722	889
260	310	—	—	573	—	672	855	688	857
—	—	—	—	584	445	688	880	708	880
282	378	268	371	618	487	709	920	728	927
272	354	253	353	606	465	698	906	720	895
253	365	236	356	611	468	707	909	729	915

La temperatura dei picchi è in °C.