El Secretariado de Infraestructura para la Investigación (SIPI)

INFORMA

Adquisición de PLATAFORMA DE ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO-CALORIMÉTRICO ACOPLADA CON ESPECTROMETRÍA DE MASAS Y ESPECTROSCOPÍA INFRARROJA

El departamento de Química Inorgánica e Ingeniería Química de la UCO ha incorporado una Plataforma de Análisis Termogravimétrico-Calorimétrico Acoplada con Espectrometría de Masas y Espectroscopía Infrarroja con cargo al proyecto EQC2019-006409-P concedido por el Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades a través de las Ayudas para la Adquisición de Equipamiento Científico-Técnico correspondientes al Subprograma Estatal de Infraestructuras de Investigación y Equipamiento Científico-Técnico (Plan Estatal I+D+i 2017-2020) (convocatoria 2019), cofinanciado por la Agencia Estatal de Investigación (AEI) y el Fondo Europeo de Desarrollo Regional (FEDER), cuyo Responsable Científico es el investigador Romero Salguero, Francisco José.

OBJETIVO y FUNCIONALIDAD DEL EQUIPAMIENTO ADQUIRIDO

Características del equipamiento adquirido.

La Plataforma de Análisis Termogravimétrico-Calorimétrico Acoplada con Espectrometría de Masas y Espectroscopía Infrarroja consta de dos configuraciones. La primera de ellas consiste en un sistema de técnicas combinadas formado por un analizador Termogravimétrico TGA8000, una línea de transferencia TL9000e, un Espectrofotómetro de Infrarrojo por Transformada de Fourier Spectrum3, Cromatógrafo de Gases Clarus690 y un Espectrómetro de Masas SQ8T. La segunda configuración está constituida por un analizador simultáneo de Termogravimetría y Calorimetría Diferencial STA8000, una línea de transferencia TL8300e, y un Espectrómetro de Masas SQ8S.

Estas dos configuraciones permiten realizar estudios termogravimétricos desde 15 ºC hasta una temperatura máxima de1600 ºC, mediante el uso de una balanza con sensibilidad de 0.1 microgramos permitiendo medidas de hasta 1300 mg (TGA8000) o 1500 mg (STA8000). El modelo TGA8000 permite realizar análisis de muestras de forma automática gracias a su automuestreador con capacidad para 48 posiciones, enfriamientos de 1600 ºC a 30 ºC en menos de 60 min, y la selección de hasta tres gases o mezcla de gases en una sola experiencia con un rango de flujos entre 2-150 ml/min. Así mismo, este sistema permite la medición de muestras acuosas o volátiles en capsula sellada. El equipo STA8000 permite la medición simultanea de la señal termogravimetría (TG) y la señal de calorimetría diferencial (DTA y DSC).

El espectrofotómetro de Infrarrojo acoplado al TGA8000 permite realizar estudios en el rango espectral es de 8300 a 350 cm^{-1} con una resolución de 0.4cm^{-1} y un paquete de librerías de más de 50000 espectros.

Los espectrofotómetros de masas SQ8S y SQ8T, poseen una fuente de Ionización por impacto electrónico de 10 a 100 eV, garantizando una respuesta uniforme y sin deriva en el tiempo, con un rango de calentamiento comprendido entre 50 ºC y 350 ºC, con un rango de masas de hasta 1200 uma. Con estos espectrofotómetros de masas, se incluye la librería de espectros NIST-2020 y el software de deconvolución AMDIS, que facilita la identificación y diferenciación de picos coeluidos.

El Cromatógrafo de Gases Clarus690 permite la separación de los gases de descomposición procedentes de la línea de transferencia del sistema, en una columna cromatográfica capilar, con enfriamiento del horno ultrarrápido, de 450ºC hasta 50ºC en menos de 2 minutos. Consta de un Inyector Split/Splitless Programable (PSS) - con control electrónico de la neumática (PPC) – que permite la inyección en modo Split/Splitless, PTV y On-column.

La configuración 1 permite la realización de ensayos con las técnicas combinadas TG-FTIR-GC-MS y la configuración dos el uso de técnicas combinadas ATG/DSC-MS.

Valor añadido e impacto científico-tecnológico de la adquisición

La adquisición de la termobalanza acoplada con un sistema de doble brazo y balanza proporcionaría la posibilidad de realizar ensayos sin restar blanco. Esto es extremadamente importante en cualquier ensayo para minimizar las fuentes de error, pero sobre todo cuando se realizan ciclos en el tiempo o ensayos de larga duración. Esta característica permite evitar la ejecución de un blanco posterior con la consiguiente ganancia de tiempo además de ahorrar gases de purga.
- Adicionalmente, al incorporar robot porta-muestras puede trabajar desatendidamente si así se desea, incrementando la productividad para los numerosos usuarios de la técnica en el IUNAN.
- También la incorporación del sistema de alta resolución permitirá la determinación de pérdidas de masas solapadas.
- El acoplamiento de la termobalanza a un FTIR y al espectrómetro de masas permitirá a los investigadores del Instituto analizar on-line los gases desprendidos de la muestra al aumentar la temperatura, dando valiosa información acerca de la procedencia o contenido de la muestra. El objetivo principal de los experimentos TGA+FTIR+MS es estudiar los procesos de descomposición. En contraste con eso, los perfiles de temperatura de las mediciones DSC+FTIR+MS están diseñados para evitar la degradación térmica de la muestra o para permanecer al máximo a la temperatura de procesamiento de, por ejemplo, polímeros. El objetivo principal de las investigaciones de DSC es analizar las transiciones de fase como la fusión y la cristalización o los cambios estructurales. Pero incluso en investigaciones como estas, a veces evolucionan sustancias gaseosas como la humedad o los solventes adsorbidos. Estos podrán ser caracterizados utilizando los equipos acoplados de FTIR y MS.
- También y gracias a la tecnología de DSC modulado que se especifica para el equipo TGA-DSC, se podrían determinar la Cp de las muestras a altas temperaturas, lo que como norma general es complicado ya que los DSC puros convencionales solamente llegan hasta 700ºC.
- El uso del "*modo pulsado de gas*" permitirá inyectar una cantidad definida de gas en el flujo de gas de purga de la termobalanza (TGA/DSC) y luego monitorear los cambios correspondientes en la masa de la muestra, la entalpía o los gases evolucionados. Gracias a ello se podrán completar tres novedosos ensayos con prestaciones de alto valor: (i) Inyección de un gas que se adsorbe en la superficie de la muestra: este modo ofrece los medios para estudiar los fenómenos de adsorción/desorción a presión atmosférica y a una temperatura específica. (ii) Inyección de un gas que reacciona químicamente con la muestra: este modo brinda la oportunidad de investigar todos los tipos de reacciones de gas sólido en extensiones de reacción incrementales (por ejemplo, control gradual de procesos catalíticos mediante suministro pulsado del gas reactivo). (iii) Inyección de un gas inerte: dado que se conoce la cantidad de gas inyectado, este modo se puede utilizar para calibrar los instrumentos TGA/DSC+MS+FTIR acoplados con fines de cuantificación.

Técnicas o investigaciones que el equipo permitirá desarrollar o abordar.

La adquisición del equipo solicitado contribuirá de manera fundamental al avance y mayor éxito de los Proyectos de investigación que desarrollan los investigadores del IUNAN. Estos proyectos engloban hasta 22 diferentes líneas de investigación de 15 grupos de investigación. Los Proyectos en curso que se beneficiarían de este equipamiento se incluyen proyectos tanto de carácter nacional e internacional, con financiación tanto pública (Gobierno de España, Unión Europea) como privada (Fundaciones, Empresas). Estos Proyectos y Contratos se enmarcan en las dos macro-líneas del IUNAN cuyos grupos avalan la presente solicitud: "Procesos basados en nanomateriales para la mejora del medio ambiente y la producción eficiente" y "Nanomateriales para la conversión y almacenamiento de energía": El equipo multi-técnica TGA/DSC con acoplamiento a analizadores MS e FTIR solventará las dificultades actuales de las investigaciones desarrolladas en estas macro-líneas a la hora de detectar e identificar la composición de materiales de diversa naturaleza en su forma original, así como los cambios que sufren cuando son sometidos a tratamientos térmicos de alta temperatura. Los campos de aplicación de esta plataforma son tan amplios que prácticamente influirán sobre la mayor parte de los grupos del IUNAN: i) Monitorización de Descomposición: Deshidratación, Estabilidad, Solventes Residuales, Pirólisis (FQM-383, FQM-175,

FQM-162, FQM-346, FQM-288, FQM-186). ii) Reacciones sólido-gas: Combustión, Oxidación, Adsopción, Desorción, Catálisis (FQM-383, FQM-162, FQM-346, FQM-391). iii) Análisis composicional: Contenido de polímeros, Análisis aproximado, Aglutinantes, Contenido cenizas. iv) Identificación: Composición gases, fragmentaciones, Interacciones sólido-gas, Sublimación.

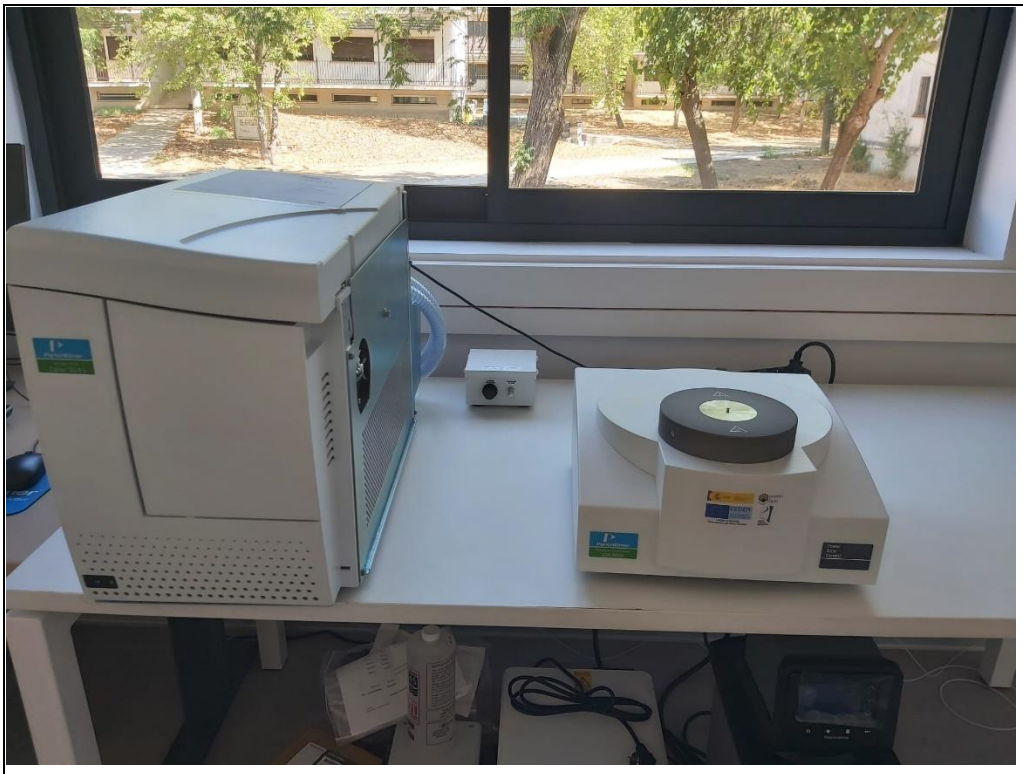
Equipo responsable y potencial de utilización por parte de otros grupos de investigación.

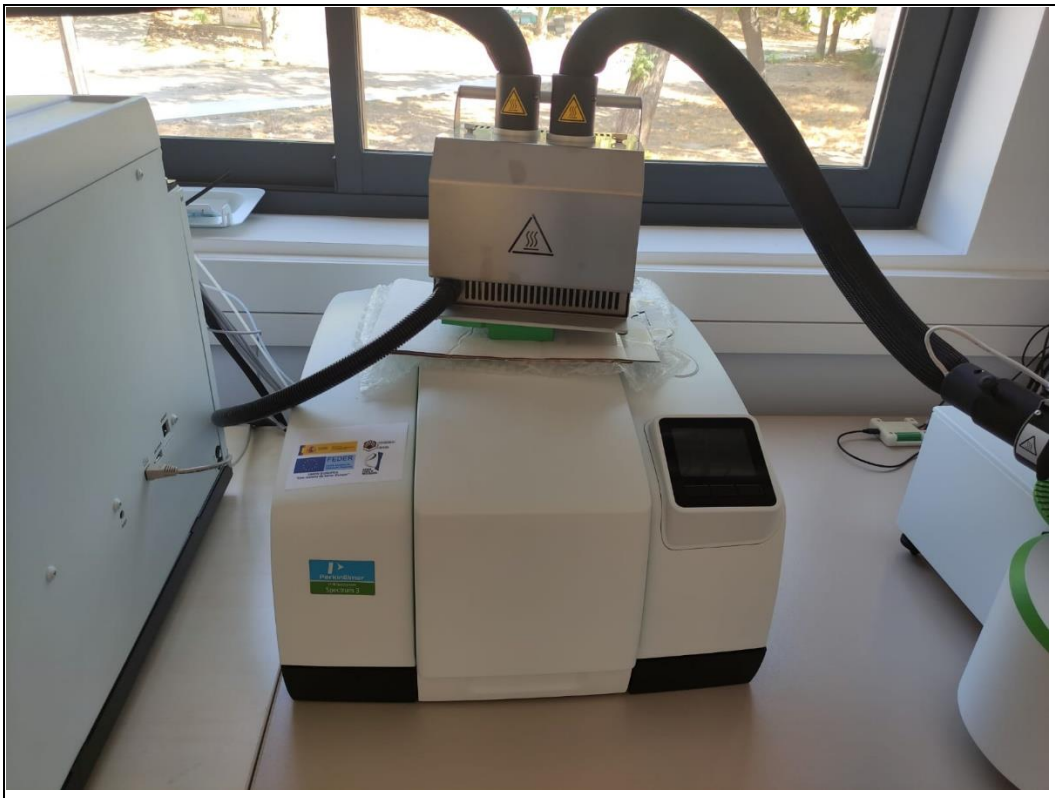
El grupo FQM-175 será el responsable del equipo descrito siendo el Prof. Rafael Trócoli Jiménez la persona responsable del equipo (iq2trjir@uco.es, 957218621).

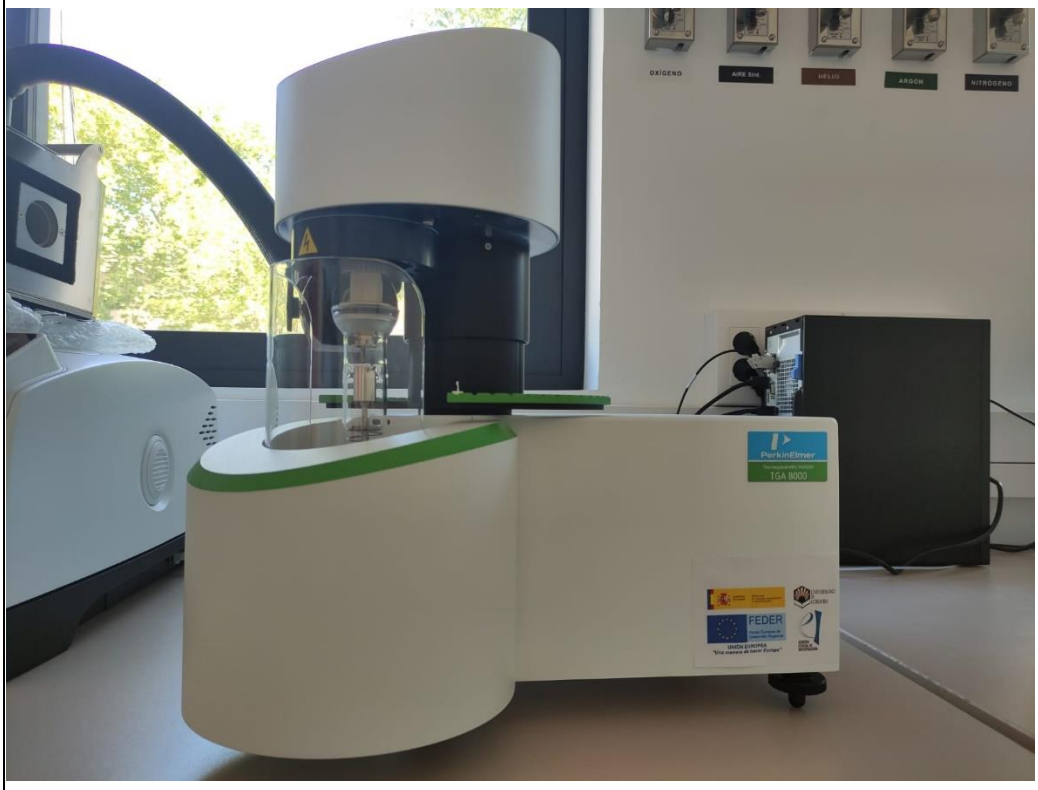
Como se ha descrito anteriormente este equipo se ha incorporado al IUNAN, compuesto por 15 grupos de investigación. Todos ellos tendrán acceso al equipo y su potencial utilización incluye:

-Catálisis heterogénea (materiales para producción de hidrógeno, biorrefinería): Analizar la estabilidad térmica, la estructura física y determinación de composición atómica de catalizadores para conseguir una elevada actividad y selectividad.
- Almacenamiento de energía (materiales para baterías, supercondensadores y celdas de combustible): Estudio del comportamiento térmico de los componentes de sistemas avanzados de almacenamiento de energía a través del conocimiento de la capacidad calorífica. Análisis composicional de los electrodos desarrollados para baterías recargables, ultracondensadores y celdas de combustible.
- Construcción sostenible (materiales para construcción y patrimonio). Para los materiales de construcción y biomasa es una gran herramienta para el desarrollo y control de calidad a partir de los análisis de determinación de pureza, descomposición, corrosión, pirolisis…
- Medio ambiente (procesos de descontaminación y valorización). Analizar los procesos de adsorción y desorción de contaminantes en materiales avanzados. Identificación de componentes de contaminantes orgánicos e inorgánicos y estudio composicional de materiales adsorbentes. Estudio de procesos de descomposición térmica y pirólisis de residuos orgánicos. Transformación de residuos inorgánicos y procesos de vitrificación

Adicionalmente, se espera la colaboración con grupos externos, así como con empresas interesadas debido a las características únicas del equipo adquirido, no existiendo actualmente en España ningún espectrómetro de masas acoplado a una termobalanza con la capacidad de analizar hasta 300 unidades de masa atómica (uma) mediante MS acoplado, 1200 uma son alcanzadas con el equipo descrito.




PerkinElmer
Spectrum 3
FEDER


OXÍGENO
AIRE Sint.
HELIO
ARGÓN
NITRÓGENO
PerkinElmer
TGA 8000
FEDER