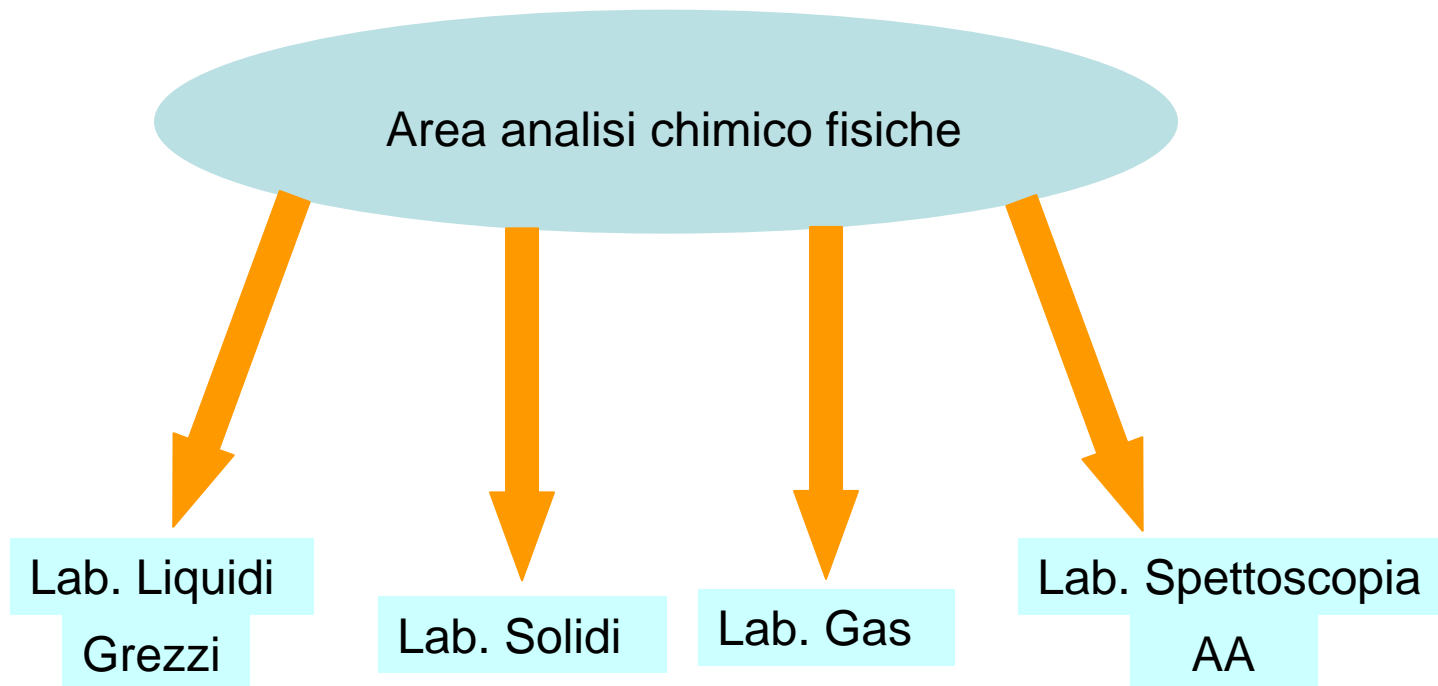


# Caratterizzazione chimico fisica di matrici note, incognite e complesse

M. Priola

priola@ssc.it



# Laboratorio Liquidi

- Benzina
  - Gasolio
  - Biodiesel
  - Olio combustibile
  - Oli vegetali e grassi animali
- Avio
  - Oli lubrificanti
  - Glicoli
  - Emulsioni

# Laboratorio Liquidi

Proprietà fisiche

Densità

Viscosità

Infiammabilità

Lubrificazione

Comportamento a freddo

Proprietà chimiche

o  
composizionali

Zolfo

Acqua

Sedimenti

Asfalteni

Stabilità all'ossidazione

# Laboratorio Solidi

- Carbone
  - Coke di petrolio
  - Biomasse
  - CDR e altri RDF
  - Ceneri
- 
- Olio combustibile
  - Oli vegetali e grassi animali
  - Gasolio

# Laboratorio Solidi

Proprietà chimiche

o

composizionali

CHN

Zolfo

Analisi approssimata

Proprietà fisiche

Potere calorifico

Temperatura di fusione (ceneri)

# Laboratorio Gas

- Gas naturale
- GPL
- Biogas
- Gas tecnici

- Benzina
- Gasolio
- Olio combustibile
- Solventi
- Reperti

# Laboratorio Gas

Proprietà chimiche  
o  
composizionali

Composizione miscele gassose

Composti solforati

Analisi per componente

Policiclici aromatici

PCB

Identificazione di componenti di  
miscele liquide

# Laboratorio Spettroscopia

- Carbone
  - Coke di petrolio
  - Biomasse
  - CDR e altri RDF
  - Ceneri
  - Benzina
  - Gasolio
  - Olio combustibile
  - Oli vegetali
  - Oli lubrificanti
- Solventi
  - Residui/fondami
  - Reperti

# Laboratorio Spettroscopia

Proprietà chimiche

o

composizionali

Elementi (“metalli”)

Fluoro, cloro e zolfo (e alogeni)

FAME

Alchilnitrati

Coloranti

Identificazione sostanze sconosciute

# Attività del laboratorio

Verifica della rispondenza dei combustibili alle specifiche

normative

tecniche

commerciali

Interconnessione fra i quattro laboratori

# Laboratorio Liquidi

Specifica di benzina (EN 228) }  
gasolio (EN 590) } Campagne c/o punti vendita  
olio combustibile (UNI 6579)

Biodiesel (EN 14214)

Oli vegetali (UNI TS 11163)

Oli lubrificanti

# Laboratorio Liquidi

Densità  
Tensione di vapore  
Stabilità all'ossidazione  
Viscosità  
Distillazione  
TAN / TBN  
Residuo carbonioso  
Ceneri  
Sali  
Zolfo  
Rancimat  
Infiammabilità  
Contaminazione  
Tendenza all'intasamento  
del filtro  
Intorbidamento  
Lubricity  
Acqua  
Colore  
Intasamento a  
freddo del filtro  
Asfalteni  
Congelamento  
Scorrimento

Area Analitica

[www.ssc.it](http://www.ssc.it)

Seminario interno SSC  
San Donato Milanese - 17/06/11 -

# Laboratorio Solidi

Potere calorifico  
(anche di liquidi)

C H N

Analisi termogravimetrica

Umidità  
Sostanze volatili  
Ceneri

Fusione delle ceneri

Zolfo

(alte concentrazioni)

# Laboratorio Gas

Composizione di gas naturale, gas tecnici, biogas, GPL



Proprietà fisiche

(potere calorifico, densità, peso molecolare medio, ecc...)

Determinazione concentrazione di composti solforati

naturali

odorizzanti

Intercalibrazione cromatografi

# Laboratorio Gas

Benzina

Benzene

Composti ossigenati

Classi di idrocarburi

Analisi per componente

Determinazione di PCB in oli combustibili e lubrificanti

Determinazione gasolio in olio

Determinazione FAME in olio (MOI)

Determinazione IPA in gasolio

# Laboratorio Spettroscopia

Presenza additivi (Pb e Mn in benzina; P, Ca, Zn in oli lubrificanti)

Presenza “metalli pesanti” di interesse ambientale (Ni, V in oli combustibili; svariati elementi in CDR e biomasse)

Presenza di elementi di interesse tecnologico (macro costituenti delle ceneri; Na, K, Mg, Ca, P in biodiesel e oli vegetali, elementi da usura in lubrificanti)

Assorbimento atomico (fiamma, fornetto)

ICP OES

ICP MS

# Laboratorio Spettroscopia

Contenuto di FAME in gasolio

Alchilnitrati in gasolio

Inquinamento da idrocarburi

Spettroscopia IR

Contenuto di coloranti in prodotti  
denaturati

Spettroscopia UV-Vis

Contenuto di alogeni e zolfo

Piroidrolisi accoppiata  
alla cromatografia ionica

# Laboratorio Spettroscopia

## Analisi “non convenzionali”

- Fondami di combustibili (morchie, particolato)
- Residui di combustione (ceneri, incrostazioni)
- Reperti giudiziari
- Reperti provenienti da incendi

Approccio multi disciplinare

Coordinamento fra i vari laboratori

# Strumentazione

Strumenti dedicati ad una specifica analisi

Maggioranza degli strumenti  
lab. Liquidi e Solidi

Strumenti multiparametrici

maggior versatilità

# ICP OES

Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectroscopy



Range da 50-100  $\mu\text{g/l}$  a %

Soluzioni acquose (anche ad alto contenuto di solidi disciolti)

Solventi organici (kerosene, xilene, etanolo)

# ICP OES

Elementi in FAME, oli combustibili, lubrificanti e oli vegetali  
Mn in benzina

}  
Diluizione del  
campione

Costituenti delle ceneri (carbone, coke, biomasse)

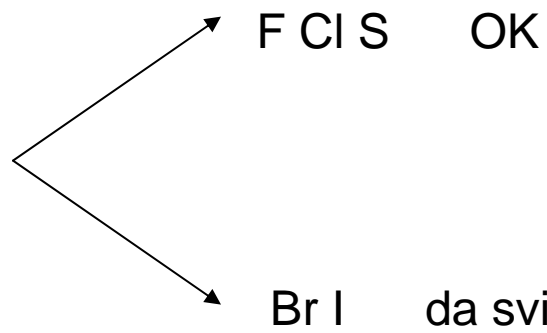
Preparazione  
complessa

# AQF + IC

Automatic Quick Furnace + Ion Chromatography



Determinazione di alogeni e zolfo



F Cl S OK

Br I da sviluppare

# AQF + IC

Campioni solidi e liquidi

Biomasse

RDF

Soluzioni

Sostanze chimiche

- ❖ Campione pirolizzato in corrente di Ar e di vapore d'acqua
- ❖ Combustione in corrente di ossigeno
- ❖ Assorbimento dei fumi sviluppati
- ❖ Analisi mediante IC della soluzione (ICP MS per Br e I)

Determinazione di PVC su filtri di aria ambiente

(Riv. Comb., vol. 63, n°2)

# ICP MS

Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry



Tavola periodica degli elementi

Range da 1 a 1000  $\mu\text{g/l}$

Solamente soluzioni acquose

Area Analitica

[www.ssc.it](http://www.ssc.it)

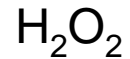
Seminario interno SSC  
San Donato Milanese - 17/06/11 -

# ICP MS

Mineralizzazione

Forno a microonde

Acidi



Analisi Totalquant

residui, morchie, materiali sconosciuti

# Reformulyzer

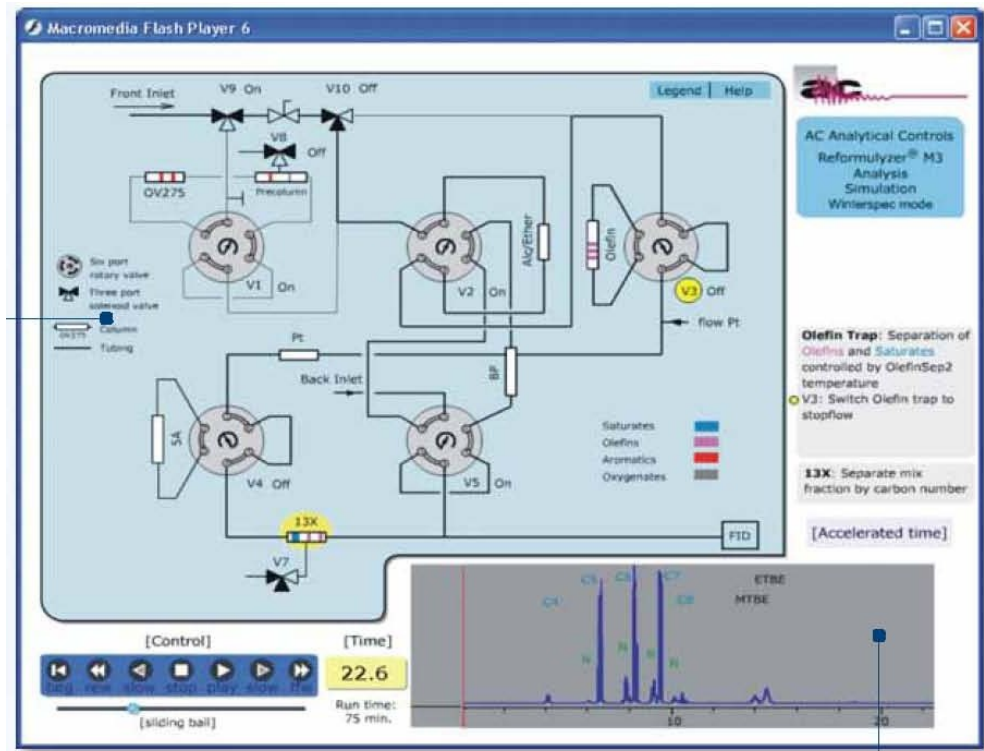


Analisi di benzine

# Reformulyzer

Benzene  
Aromatici  
Ossigenati  
Insaturi  
Saturi

in un'unica corsa cromatografica



Area Analitica

Seminario interno SSC  
San Donato Milanese - 17/06/11 -

[www.ssc.it](http://www.ssc.it)

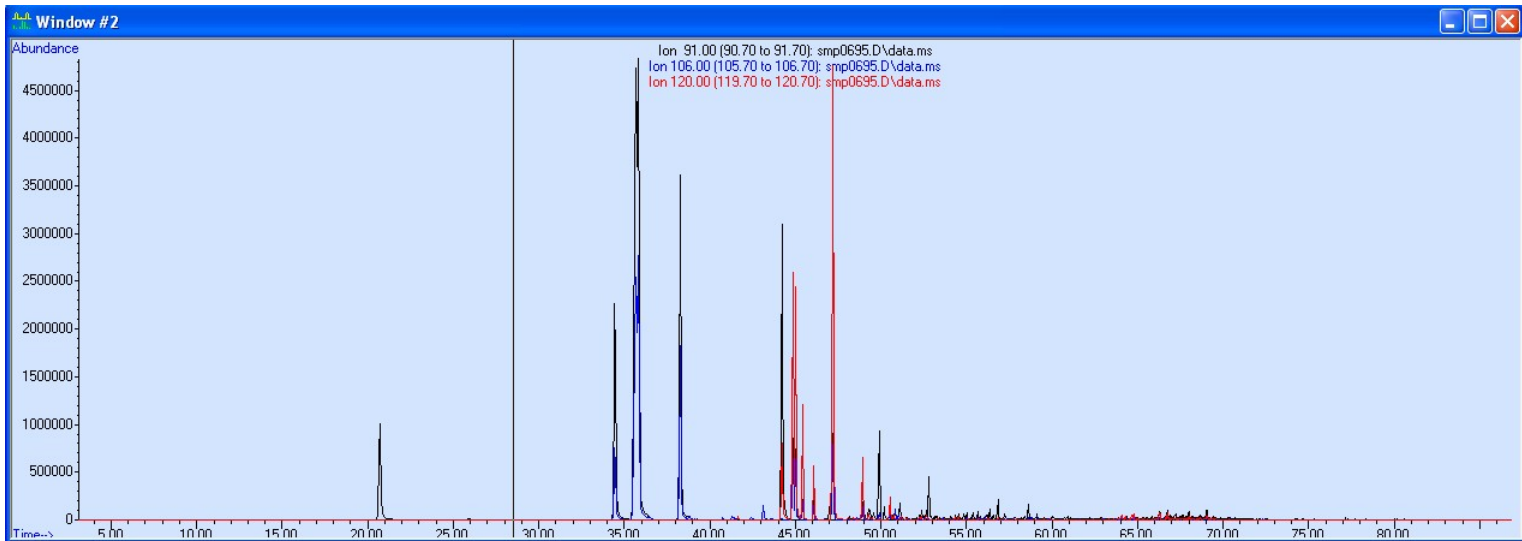
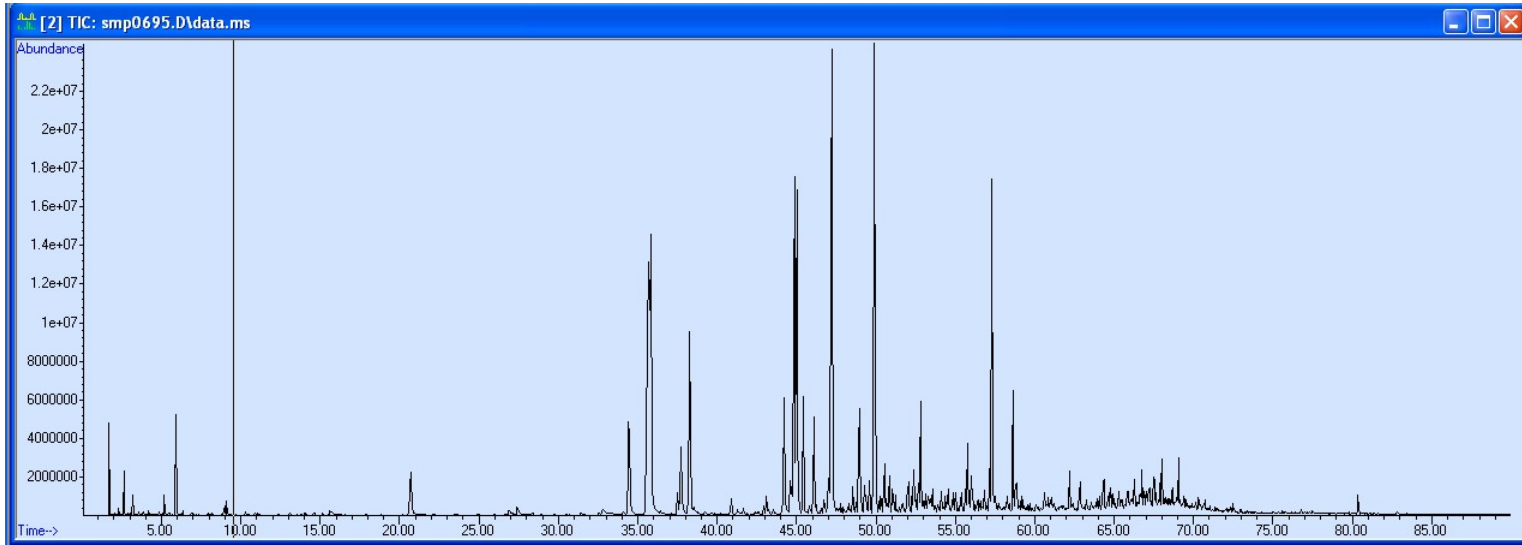
# GC MS

## Gas Chromatography Mass Spectrometry



Combinazione di una efficace tecnica separativa (GC) con un detector universale, sensibile e che è in grado di identificare la molecola che dà origine al segnale

# GC MS

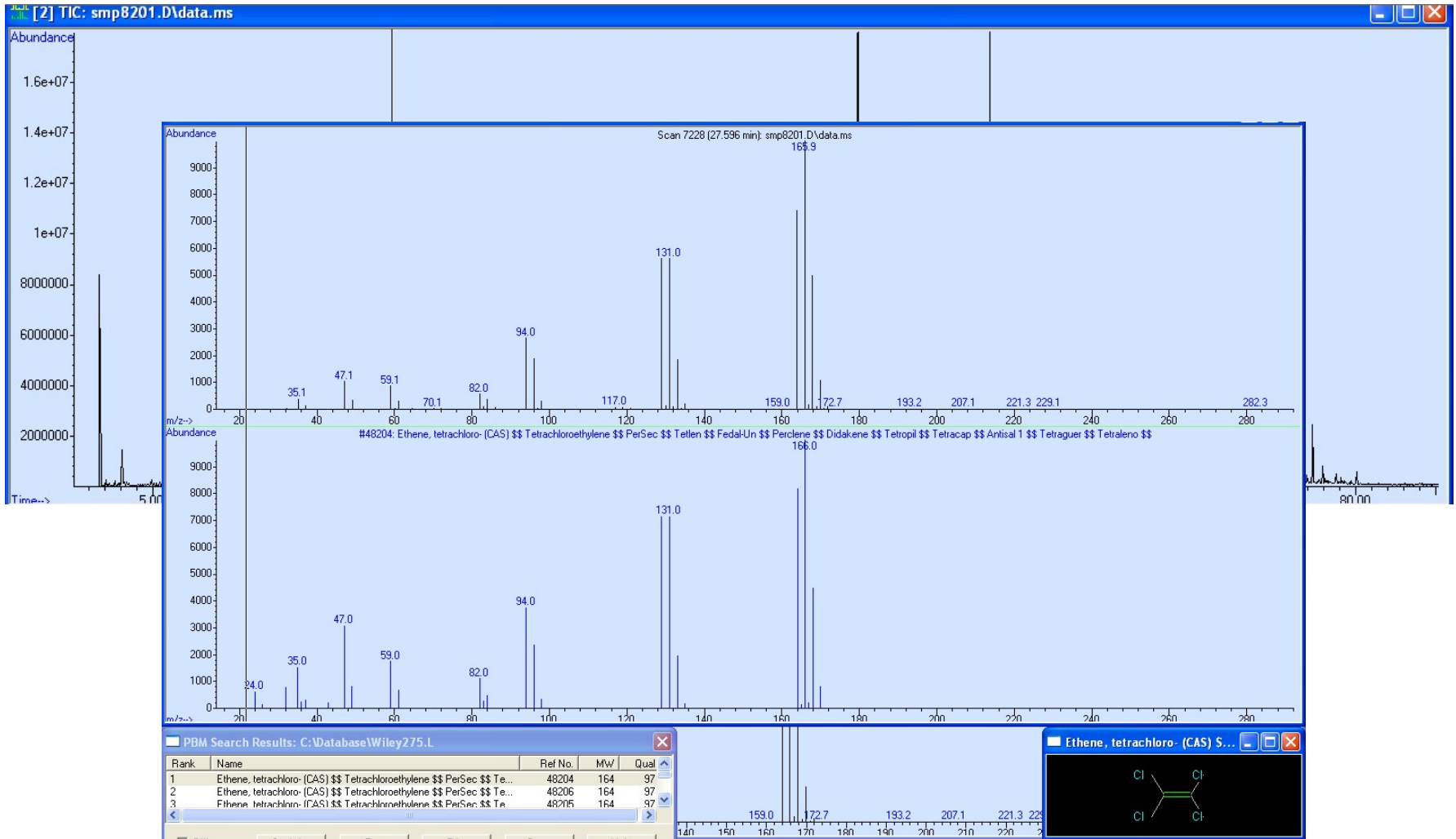


Area Analytica

Seminario interno SSC  
San Donato Milanese - 17/06/11 -

[www.ssc.it](http://www.ssc.it)

# GC MS

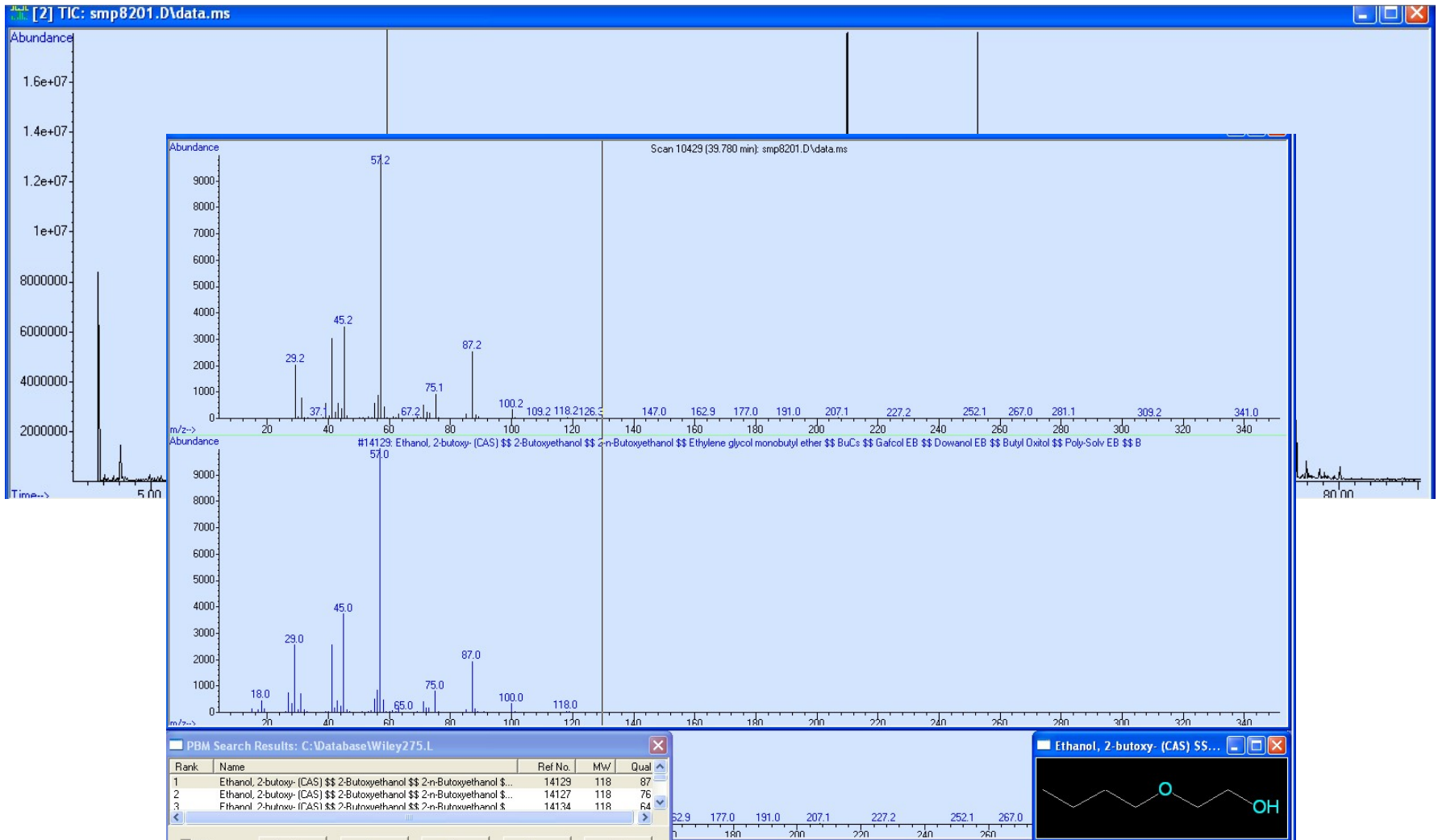


Area Analitica

[www.ssc.it](http://www.ssc.it)

Seminario interno SSC  
San Donato Milanese - 17/06/11 -

# GC MS



Area Analitica

[www.ssc.it](http://www.ssc.it)

Seminario interno SSC  
San Donato Milanese - 17/06/11 -

# Micro GC

In dotazione 2 strumenti



Configurati per analisi di gas naturale e degli odorizzanti

Controlli per **Autorità per energia elettrica e gas** (8° anno)

# GC multigas



# GC multigas

In un'unica analisi

Idrocarburi

Azoto

Ossigeno

Idrogeno

Monossido di carbonio

Anidride carbonica

Elio

Idrogeno solforato

Benzene

Gas naturale

Gas di raffineria

Gas di cokeria

Gas d'altoforno

Biogas

GPL

# Sviluppi futuri

## Applicazione di nuovi metodi

- Mn in benzina
- Metodi europei per RDF (in sostituzione alla UNI 9903)

## Collaborazione allo sviluppo e validazione di metodi analitici

- Elementi in gasolio (robustezza)
- Nuova precisione per CFPP (gasolio e biodiesel)
- Precisione per contaminazione (biodiesel)
- P e S in FAME (robustezza)

# Sviluppi futuri

Nuovi prodotti (bio)

Biodiesel

Biomasse

Sin gas (pirolisi di biomasse e RDF)

RDF

Bioetanolo (incrementabile)

Frazione biogenica

EN 15440

(Dissoluzione selettiva)



# Sviluppi futuri

## Nuova strumentazione

Fluorescenza di raggi X (EDX)

Analizzatore di Hg

Nuova normativa  
europea per RDF

Rinnovo apparecchiature superate