

RAPPORTO DI PROVA

| SQM_506_2020 |

ANALISI CHIMICA QUANTITATIVA ED ANALISI TERMICA SIMULTANEA PONDERALE E DIFFERENZIALE DI UNA TIPOLOGIA DI MATERIALE DENOMINATO "PRODOTTO DA FORNO COTTO CUSIMANO", DELLA DITTA "COTTO CUSIMANO S.r.l.", SETTINGIANO (CZ).

LUOGO E DATA DI EMISSIONE:	Faenza, 24/11/2020
COMMITTENTE:	Cotto Cusimano S.r.l.
STABILIMENTO:	Via Campo, 21 - 88040 Settingiano (CZ)
TIPO DI PRODOTTO:	Piastra di materiale refrattario
NORMATIVE APPLICATE:	P.O.I.
DATA RICEVIMENTO CAMPIONI:	29/10/2020
DATA ESECUZIONE PROVE:	Novembre 2020
PROVE ESEGUITE PRESSO:	CertiMaC, Faenza

NOTA: I risultati contenuti nel presente rapporto di prova si riferiscono esclusivamente al campione sottoposto alle prove di seguito descritte. E' inoltre ad uso esclusivo del Committente nell'ambito dei limiti previsti dalla normativa cogente e non può essere riprodotto (in forma cartacea o digitale) parzialmente, senza l'approvazione scritta del laboratorio.

Esecuzione	Redazione	Approvazione
<u>_P.I. Federica Farina_</u> 	<u>_Dott. Marco Marsigli_</u> 	<u>_Ing. Luca Laghi_</u> 
Revisione -		Pagina 1 di 4

1 Introduzione

Il presente rapporto di prova descrive le seguenti analisi:

- *analisi chimica quantitativa in Fluorescenza di raggi X (XRF),*
- *analisi termica simultanea ponderale e differenziale TG-DTA,*

effettuate su una tipologia di prodotto, di seguito denominato "Prodotto da forno Cotto Cusimano", fatto pervenire al laboratorio CertiMaC di Faenza dal Committente in data 29/10/2020 (d.d.t. n. 1/49 del 27/10/2020. Rif. 2-a, 2-b).

2 Riferimenti

- Preventivo: prot. 20408/lab del 29/10/2020.
- Conferma d'ordine: e-mail del 30/10/2020.

3 Analisi chimica quantitativa in Fluorescenza di raggi X (XRF)

L'analisi chimica quantitativa è stata condotta in Fluorescenza di raggi X (XRF) con determinazione degli elementi Si, Al, Ti, Fe, Mg, Ca, Na, K, S (espressi in % in peso dei rispettivi ossidi) e della perdita al fuoco per calcinazione a 1000°C (P.F.).

Il materiale, ricevuto sotto forma di piastre cotte di dimensioni indicative 35 x 35 x 2 cm (Figura 1), è stato essiccato in stufa a 105°C per 24 ore, quindi frantumato, macinato e ridotto allo stato di polvere passante al setaccio con maglie da 75 µm.



Figura 1. Riproduzione fotografica di un provino tal quale 35 x 35 x 2 cm del prodotto "Prodotto da forno Cotto Cusimano".

Rev. --	Esecuzione	Redazione	Approvazione	Pagina 2 di 4
	P.I. Federica Farina	_Dott. Marco Marsigli_	_Ing. Luca Laghi_	SOM_506_2020

Successivamente è stata preparata una "perla", vale a dire un disco vetroso di diametro 40 mm e zona utile di analisi 37 mm, portando a fusione una miscela costituita da 1 g di campione in polvere e 9 g di fondente (litio meta e tetraborato in rapporto 50:50) e 2 gocce di Lil (ioduro di litio) quale distaccante.

Il fondente è stato utilizzato allo scopo di abbassare la temperatura di fusione del campione, portando alla sua dissoluzione completa in modo da formare una soluzione omogenea che, sotto opportune e veloci condizioni di raffreddamento, produce un vetro omogeneo ed amorfo.

L'analisi sulla perla così ottenuta è stata condotta utilizzando uno spettrometro di fluorescenza di raggi X a dispersione di lunghezza d'onda (WDS-XRF) PANanalytical Axios Advanced con tubo a Rh di 4kW, con calibrazione ottenuta dalla misurazione di standard MPC (round robin), denominata MatPrimCer. Come condizione operativa di prova è stata adottata una potenza del tubo di 2,4kW. La precisione strumentale (definita da ripetute analisi su uno stesso campione) è entro lo 0,6% relativo per gli elementi maggiori ed entro il 3% relativo per gli elementi in traccia.

Di seguito viene riportata la composizione chimica del campione "Prodotto da forno Cotto Cusimano", con ciascun elemento espresso in % in peso del relativo ossido.

La procedura relativa all'analisi delle perle (struttura amorfa ottenuta per fusione a 1000°C) tende ad escludere perdite legate alla presenza di materiale volatile.

In conseguenza di ciò i dati ottenuti vengono automaticamente normalizzati in modo da chiudere a 100, tenendo ovviamente conto del dato di perdita al fuoco per calcinazione a 1000°C.

Campione	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃	P.F.
Prodotto da forno Cotto Cusimano	66,33	16,18	0,58	3,96	1,41	8,11	0,29	1,79	0,39	0,96

4 Analisi termica simultanea ponderale e differenziale TG-DTA

In Figura 2 viene riportato il grafico relativo all'analisi termica simultanea ponderale (TG) e differenziale (DTA) eseguita da temperatura ambiente fino alla temperatura massima di 1.100°C, con un gradiente termico di 10°C/minuto, su di un campione del prodotto "Prodotto da forno Cotto Cusimano" macinato e ridotto allo stato di polvere passante al setaccio con maglie da 125 µm.

Le analisi termiche, termogravimetria (TG; misura della variazione di peso del campione espressa in %) ed analisi differenziale (DTA; derivata prima della TG: rappresenta la velocità di decomposizione del materiale con evidenza delle reazioni esotermiche ed endotermiche che si verificano durante la prova), sono state eseguite simultaneamente con lo strumento Simultaneous Thermal Analysis 409 STA (Netzsch Gerätebau

Rev. --	Esecuzione	Redazione	Approvazione	Pagina 3 di 4
	P.I. Federica Farina	_Dott. Marco Marsigli_	_Ing. Luca Laghi_	SQM_506_2020

GmbH, Selb, Germany) in atmosfera ossidante statica, utilizzando polvere di allumina come materiale inerte di riferimento.

Fino a 1.100 °C, temperatura di termine prova, non sono state riscontrate né perdite di peso significative né eventi termici degni di nota, tranne il picco situato a 572°C dovuto all'inversione rapida del quarzo tra la forma alfa e la forma beta; tale passaggio avviene con una leggera espansione, circa 1%, del reticolo cristallino del minerale.

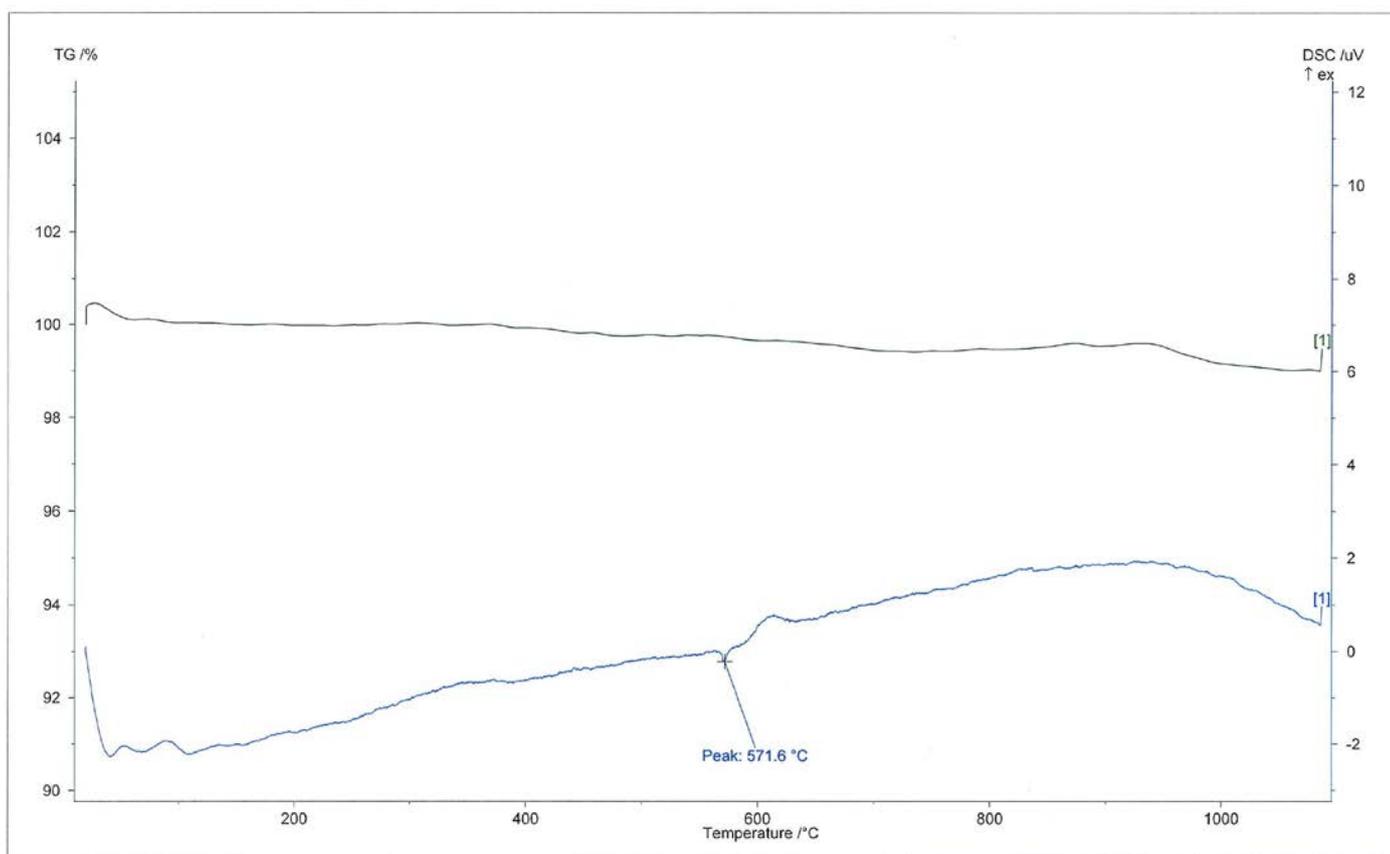


Figura 2. Grafico dell'analisi termica simultanea ponderale (TG) e differenziale (DTA) eseguita sul campione "Prodotto da forno Cotto Cusimano".

5 Lista di distribuzione

ENEA	Archivio	1 copia
CertiMaC	Archivio	1 copia
Committente	Cotto Cusimano S.r.l.	1 copia

Rev. --	Esecuzione	Redazione	Approvazione	Pagina 4 di 4
	P.I. Federica Farina	_Dott. Marco Marsigli_	_Ing. Luca Laghi_	SOM_506_2020