



### Scopo del lavoro

Indagine qualitativa degli strati compositi di una pastiglia freno al fine di determinarne la composizione in termini di resine, polimeri, additivi organici e altro.

I campioni ottenuti dai diversi strati, sono stati sottoposti sia a desorbimento che a pirolisi.

Nello specifico si sono confrontati i risultati del desorbimento a 350°C con i risultati di un processo di pirolisi effettuato a 590°C.

I composti rilasciati a seguito dei trattamenti termici sono stati sia introdotti direttamente in sorgente che separati cromatograficamente prima della determinazione in massa.

## ALEX termodesorbimento e pirolisi in liner

### Pastiglia freni: indagine qualitativa strati compositi

#### Strumentazione

Sistema GC-MS/MS Agilent Technologies 7000C  
Gascromatografo Agilent serie 7890B  
Iniettore Large Volume Gerstel CIS 6  
Autocampionatore Gerstel serie MPS con opzione ALEX (Automatic Liner Exchange) per cambio automatico del liner  
Liner in quarzo per CIS6

#### Caratteristiche principali del sistema strumentale:

- l'iniettore multifunzione crio-focalizzato PTV CIS 6 Gerstel consente di lavorare in tutte le modalità di iniezione: split, splitless, on-column e large-volume fino a 1000 µl. Per questa specifica applicazione si è sfruttata la caratteristica unica del CIS 6 di raggiungere la temperatura di 650°C, con rampa di riscaldamento estremamente veloce, (18°C/s) per simulare direttamente nell'iniettore non solo un processo di desorbimento ma anche un processo di pirolisi;
- il campionatore MPS Gerstel on opzione ALEX consente l'automazione del sistema di introduzione del campione. I liner dell'iniettore riempiti con i diversi campioni sono alloggiati all'interno dell'apposito tray sul campionatore e movimentati in automatico. Il sistema consente l'analisi in continuo di sequenze di campioni senza necessità dell'intervento dell'operatore.



#### Condizioni cromatografiche

- Colonna: HP 624, 50m x 0.20 mm x 1.4µm,
- Corsa cromatografica di circa 65 minuti
- Metodo cromatografico:  
40°C per 7 min  
10 °C/min fino a 260°C per 7 min  
Flusso costante: 1.2mL/min
- Acquisizione 40-600
- CIS 6: 40°C per 0.5 min  
12°C/sec fino a 590°C per 4 min; Split 10; raffreddamento con Peltier

## Preparazione del campione

Per introdurre il campione abbiamo utilizzato varie modalità:

**Strato verde:** viene rimossa una parte e triturata in azoto liquido e una parte di questa introdotta direttamente in un liner dell'iniettore CIS6.

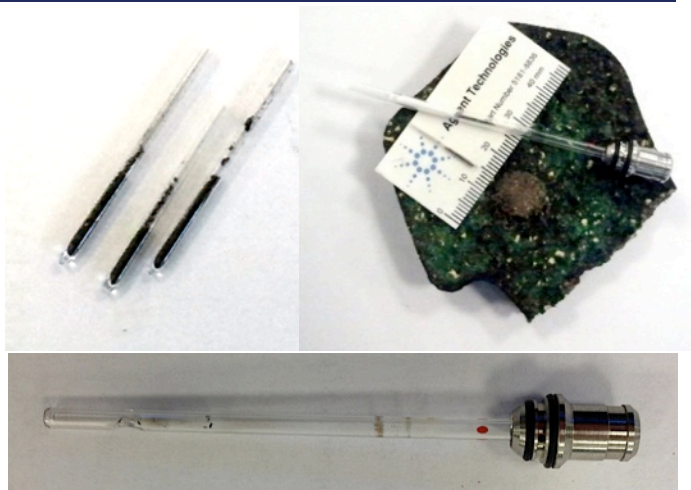
Il liner è alloggiato nel tray del campionatore ed è pronto per l'introduzione in GC.

**Strato intermedio scuro:** viene grattato e una parte viene introdotta in un apposito holder che a sua volta viene inserito all'interno del liner in quarzo dell'iniettore CIS6.

Il liner così preparato è alloggiato nel tray del campionatore ed è pronto per l'introduzione in GC.

**Particelle nere dello strato scuro:** prelevate e introdotte direttamente in un liner dell'iniettore CIS6. Il liner così preparato è alloggiato nel tray del campionatore ed è pronto per l'introduzione in GC.

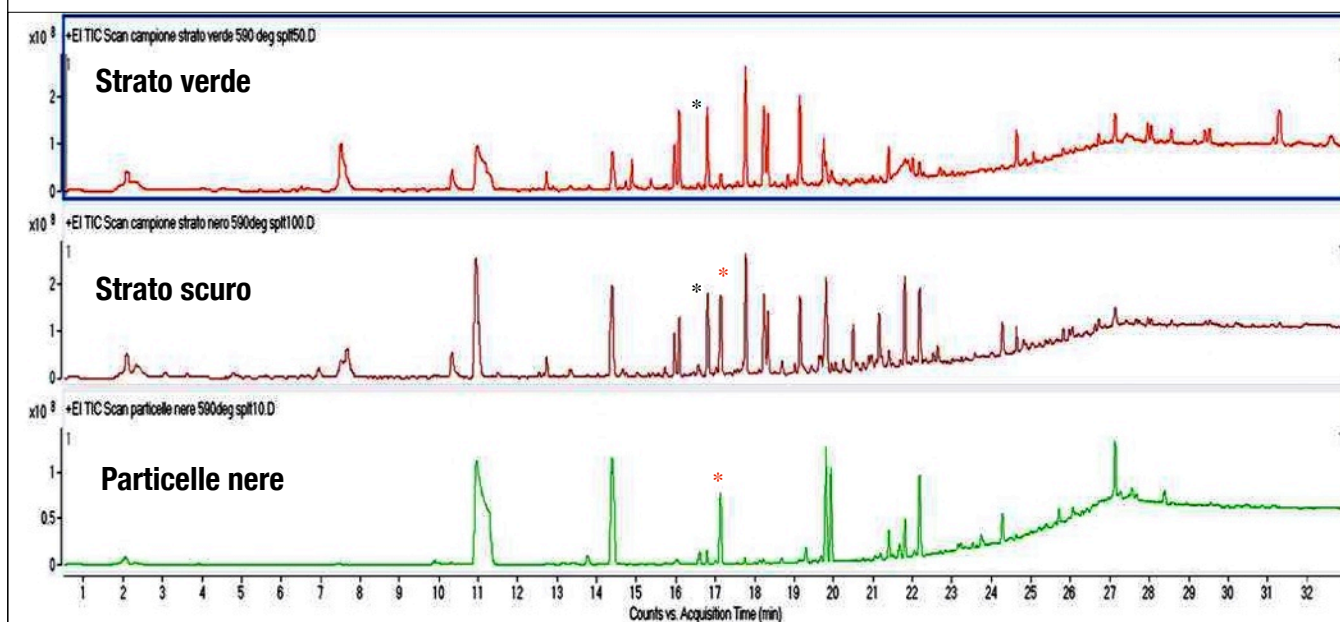
L'introduzione del liner nell'iniettore può essere effettuata dal campionatore.



Per ogni campione sono state fatte delle prove introducendo il campione senza separazione cromatografica con una rampa di riscaldamento dell'iniettore lenta, fino a temperatura di 350°C. In questo modo è stato possibile valutare le molecole emesse durante la fase di termodesorbimento.

Gli stessi campioni sono stati sottoposti a pirolisi.

### Confronto dei tracciati ottenuti con separazione cromatografica dei 3 campioni sottoposti a pirolisi.



### Conclusioni preliminari dello studio di fattibilità:

Con queste prove abbiamo verificato che questa tecnica offre molte possibilità di indagine.

La configurazione strumentale risulta estremamente versatile.

Il passaggio dall'utilizzo delle tecniche classiche di introduzione del campione al desorbimento e fino alla

pirolisi non necessita di interventi hardware o fermi macchina grazie all'iniettore CIS 6.

Il campionatore MPS Gerstel on opzione ALEX consente di analizzare sequenze di campioni in completa automazione. I liner dell'iniettore riempiti con i diversi campioni sono alloggiati sull'apposito tray del campionatore e movimentati in automatico, per analisi in continuo senza necessità dell'intervento dell'operatore