

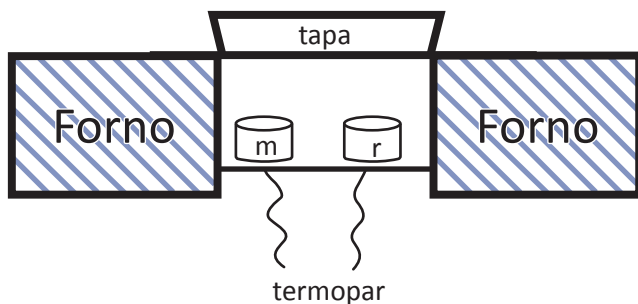
A calorimetría é unha parte da termodinámica que comprende unha serie de técnicas que permiten determinar a calor asociada a procesos físicos, químicos ou biolóxicos e ten especial relevancia en estudos científicos e tecnolóxicos.

Unha das técnicas calorimétricas e de análise térmica máis usadas é a calorimetría diferencial de

varrido (do inglés DSC) na cal se mide o fluxo de calor, liberado ou absorbido, dunha mostra en función dunha temperatura ou tempo programados. Trátase dunha ferramenta moi útil no estudo de fenómenos endotérmicos e/ou exotérmicos que poidan acontecer na mostra que se pretende analizar.

Principios básicos DSC

No DSC utilízanse dúas cápsulas, a de medida da mostra e a de referencia (que adoita deixarse baleira). O forno quece de xeito linear a unha velocidade de quecemento (heating rate) controlada e esta calor é transferida ás cápsulas para que teñan a mesma temperatura. Porén, producírase unha diferenza de temperatura entre a mostra e a referencia cando algún fenómeno físico aconteza, como unha transición de fase, polo que será necesario un reajuste do fluxo calorífico relativo entre mostra e referencia que será proporcional á calor asociada ao fenómeno que se vai estudar.



Esquema básico dun DSC de fluxo de calor

Que medimos nun DSC?

- Calor involucrada nun proceso físico ou químico.
- Temperatura á que ocorre o proceso.
- Capacidades caloríficas de materiais.

Que necesitamos controlar para realizar un bo ensaio DSC?

Ao igual que sucede na maioría de técnicas experimentais, hai determinados parámetros que debemos controlar para podermos ter unha imaxe correcta do noso sistema que se vai analizar.

Atmosfera de traballo

A resposta térmica pode variar dunha atmosfera inerte a unha oxidativa.

Cápsulas

É importante garantir que a diferenza de masas entre as cápsulas de mostra e referencia é menor de 0.01 mg, así como asegurarse de que esta é inerte á mostra que se vai analizar.

Cantidad de mostra

O DSC traballa con cantidades moi pequenas de mostra (da orde do mg). É preciso coñecer a masa óptima para o experimento que se vai realizar, garantindo que toda a mostra está a temperatura programada (é dicir, non hai gradientes térmicos).

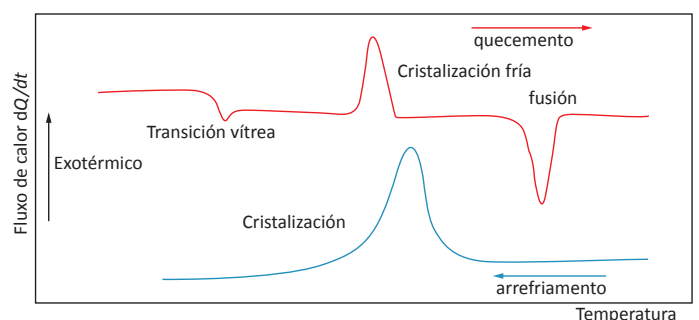
Velocidade de quecemento/arrefriamento

A velocidade á que se someta a mostra (que pode variar entre 0.1 e 200 °C/min) inflúe enormemente nas temperaturas ás que podemos atopar as transicións de fase, incluso poderíamos non observalas.

Temperatura de descomposición

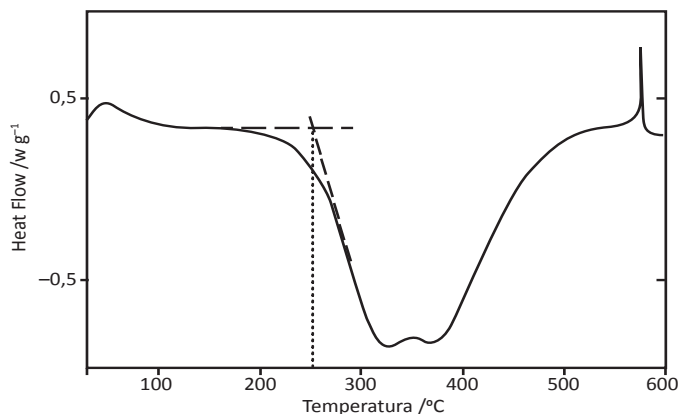
Débase prestar especial atención se estamos tratando con posibles produtos que poidan danar o equipo (explosivos, reactivos, etc.)

Transicións tipicamente observables nun DSC de fluxo de calor



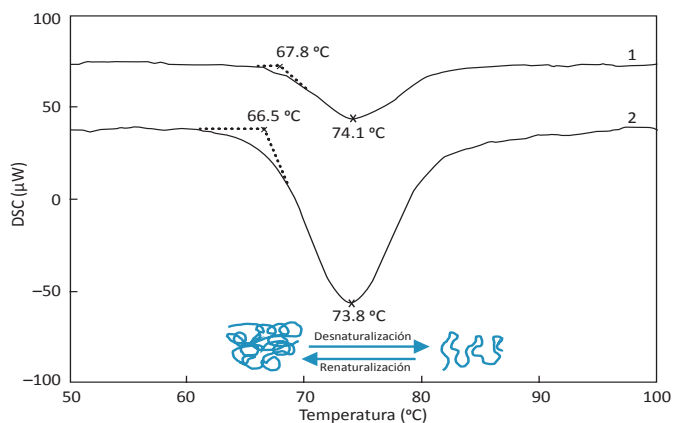
Aplicacións

Análise térmica de solos queimados



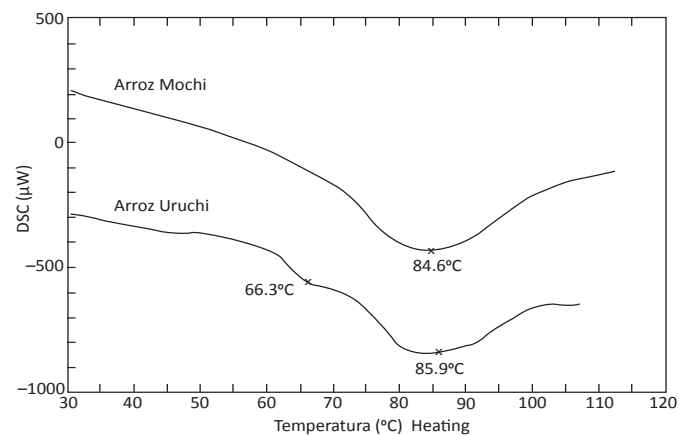
Podemos determinar o inicio (entre 200 e 500 °C) da degradación de materia orgánica (MO) dos solos. Isto repercutirá en gran medida no impacto que un incendio poida ter sobre el e, polo tanto, na súa recuperación (extraído ref. [1]).

Desnaturalización térmica de proteínas



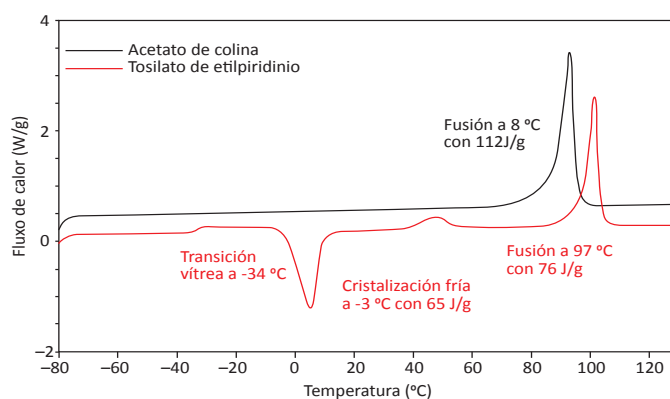
Termograma dunha disolución 1 % (1) e 3 % (2) de lisozima. Vemos como a proteína se desnatura á mesma temperatura aínda que variemos a súa concentración (extraído ref. [2]).

Análise térmica de distintos tipos de arroz



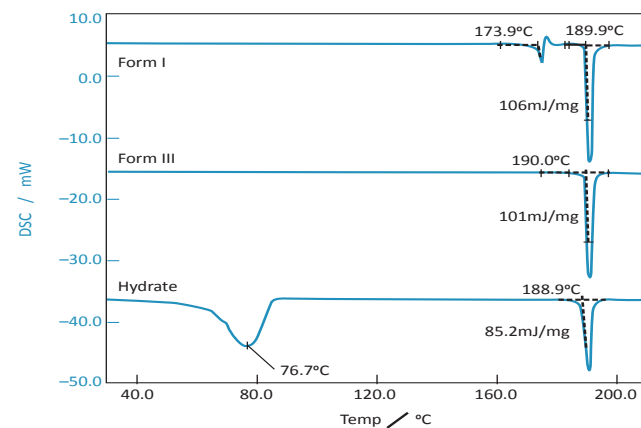
Obsérvanse pequenas diferenzas nos termogramas dos arroces Mochi e Uruchi debido á composición do amidón. No caso do Uruchi 80 % amilopectina+20 % amirosa e no Mochi 100 % amilopectina (extraído ref. [2]).

Análise térmica de Líquidos Iónicos (LIs)



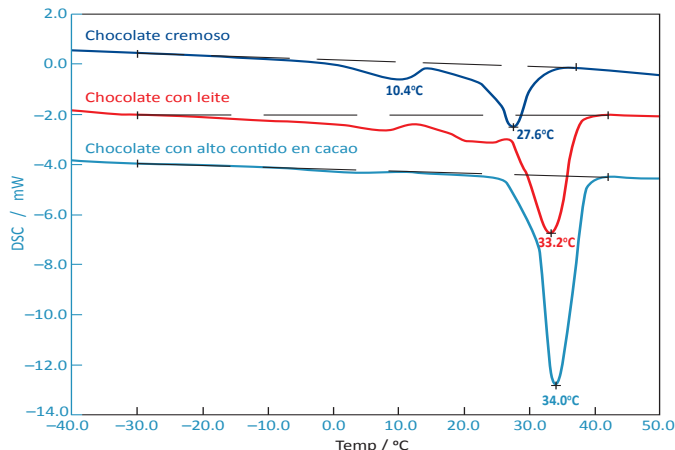
Determinación das transición de fase dos LIs, amplamente estudados para o seu uso nas aplicacións enerxéticas.

Polimorfismo en produtos farmacéuticos



A Carbamacepina (tratamentos de epilexia e dor neuropática) ten dúas formas cristalinas (I e III), na figura pode observarse a diferenza entre ambas e a súa forma hidratada (extraído ref. [2]).

Contido de ácidos graxos en chocolate



Podemos ver como o chocolate cremoso comeza a fundir a 10 °C, e o chocolate con leite e o máis puro ao redor dos 33 °C, o cal explica que sexan duros ao mastigar e fundan gradualmente (extraído ref. [2]).

Bibliografía

- [1] Salgado et al. Loss of organic matter in Atlantic forest soils due to wildfires. Calculation of the ignition temperature. *Termochimica Acta*, 1995, 259, 165-175
- [2] Salgado et al. Comparison of two calorimetric methods to determine the loss of organic matter in Galician soils (NW Spain) due to forest wildfires. *Termochimica Acta*, 2014, 410, 141-148.

