

di Lucia Gigante

Stazione Sperimentale per i Combustibili - S. Donato Mil.se (MI)

gigante@ssc.it



LA CALORIMETRIA DI REAZIONE PER LA SICUREZZA E LO SVILUPPO DEI PROCESSI CHIMICI

Quest'anno, la XXI edizione del tradizionale convegno organizzato dalla Stazione Sperimentale per i Combustibili in collaborazione con Mettler Toledo, si è tenuto all'interno della XXVIII Conferenza Nazionale di Calorimetria, Analisi Termica e Termodinamica Chimica AICAT-GICAT.

L'Associazione Italiana di Calorimetria e Analisi Termica (AICAT) è stata fondata nel 1980 come organizzazione scientificamente e culturalmente indipendente.

Successivamente si è realizzata una stretta collaborazione con la Società Chimica Italiana (SCI) che ha portato nel 1989, grazie alla volontà della maggioranza dei soci AICAT, alla creazione di un Gruppo Interdivisionale di Calorimetria e Analisi Termica (GICAT).

Il principale incontro scientifico di AICAT e GICAT è rappresentato dal convegno biennale (alternato al convegno internazionale MEDICTA): lo scopo del congresso è quello di presentare i risultati della ricerca di base ed applicata nel campo della calorimetria e dell'analisi termica e di discutere le applicazioni delle diverse tecniche nei diversi campi.

Già a gennaio del 2006, il comitato organizzatore del XXVIII Congresso AICAT ha invitato P. Cardillo, padre e padrone di casa del Convegno sulla calorimetria di reazione, ad unire le forze per l'organizzazione congiunta dei due Convegni. Così si è deciso che il convegno sulla calorimetria di reazione sarebbe stato presentato come evento satellite di quello AICAT, riservandogli un'intera giornata: avrebbe così mantenuto la sua identità, il suo stile, allargando però la cerchia di amici. L'obiettivo era infatti anche quello di creare un

punto di incontro tra mondo universitario (tradizionalmente frequentatore del convegno AICAT) e mondo dell'industria chimica, puntualmente presente ogni anno al convegno sulla calorimetria di reazione. Il XXI Convegno "La calorimetria di reazione per la sicurezza e lo sviluppo dei processi chimici" si è tenuto lo scorso dicembre presso il Centro Congressi del Dipartimento Scienze e Tecnologie Alimentari e Microbiologiche (DiSTAM) della Facoltà di Agraria dell'Università di Milano.

Gli iscritti hanno potuto godere di alcuni momenti mondani quali il concerto nel Duomo di Milano (Mozart, Corelli e Schumann) e la cena sociale all'interno del bellissimo palazzo Serbelloni (Circolo della Stampa).

Dopo una breve presentazione introduttiva da parte del suo fondatore P. Cardillo e di A. Bonetti (Mettler-Toledo, Novate Milanese), i diversi oratori hanno iniziato l'esposizione dei temi più attuali e innovativi nel campo della sicurezza e dello sviluppo di processi chimici. Testimonianza del prestigio del convegno, acquisito anno dopo anno, è la presenza di membri di spicco di importanti aziende e centri di ricerca. Per esempio, in ambito internazionale, potremmo citare D. Frurip (Dow Chemical, Midland) e J. Sempere (Institut Quimic

de Sarrià, Barcellona). Il primo ha presentato, con notevole precisione e padronanza d'argomento, un lavoro inerente i metodi di analisi termica utilizzati in Dow. La Dow ha iniziato il suo "Programma di studio sulla reattività delle sostanze chimiche" a partire dagli anni Sessanta, in seguito all'esplosione causata dal miscelamento accidentale di sostanze sensibili all'urto, conseguenza di uno scontro ferroviario: il drammatico incidente ha provocato la formazione di tre enormi crateri. La sperimentazione nell'ambito di tale programma procede per stadi successivi, passando dallo *screening* allo *scale up* utilizzando via via diverse tecniche che coinvolgono un aumento di sforzi, tempi di analisi, quantità di informazioni acquisibili e del grado di somiglianza con la realtà dell'impianto. Le diverse tecniche sono state illustrate in base ai vantaggi, svantaggi, tipologia di dati ottenibili, grado di affidabilità di tali dati, il tutto corredato da diversi esempi. Frurip ha sottolineato il punto fondamentale da comprendere nell'analisi termica di sostanze reattive: le reazioni non si "spengono" o "accendono" come una luce comandata da un interruttore ed è assolutamente sbagliato dire che una decomposizione inizia ad una certa temperatura ma piuttosto la reazione viene rilevata a quella determinata temperatura nelle condizioni adottate e con la sensibilità dello strumento utilizzato.

J. Sempere ha parlato degli sviluppi nell'uso di reattori continui di minori dimensioni per evitare contaminazioni da residui o composti volatili: l'entusiasmo dell'oratore è stato coinvolgente, tanto da catturare l'attenzione dei presenti, ricordando loro che alla base della ricerca scientifica c'è la passione di chi la pratica, anzi la ricerca stessa è passione per la conoscenza.

Per quanto riguarda la *made in Italy*, S. Curti (ex tesista presso SSC, ora responsabile degli studi calorimetrici alla Glaxo-SmithKline, Verona) ha presentato con completezza e chiarezza uno studio di *safe scale-up* per la riduzione di una imide via complessi di borano. Lo studio ha riguardato lo sviluppo della via sintetica e la scelta dell'agente riducente, l'ottimizzazione utilizzando i metodi del disegno sperimentale, la preparazione del prodotto su scala kilolab e il monitoraggio con tecniche online, l'avvio della campagna su impianto pilota e la valutazione del pericolo con tecniche calorimetriche.

L. Gigante (Stazione Sperimentale per i Combustibili, San Donato Milanese) ha invece illustrato il lavoro frutto di una collaborazione fra la Stazione Sperimentale per i Combustibili e Dipharma, inerente diversi approcci per lo studio di reazioni in condizioni di riflusso. In particolare sono stati mostrati e confrontati i diversi metodi adottati per lo studio della reazione di preparazione di un intermedio di Grignard mediante calorimetria di reazione (a riflusso, in pressione, in Tr mode).

A chiudere le presentazioni mattutine A. Borriero (Redox, Monza) su calorimetria di reazione, spettrometria e PAT (tecnologia analitica di processo) con un esempio riguardante una polimerizzazione e la

relativa analisi cinetica e A. Barozza (Procos, Cameri) con uno studio riguardante la metossilammina e i pericoli derivanti dal processo di distillazione in condizioni industriali. Lo studio ha illustrato le successive modifiche al processo apportate e le prove di analisi termica condotte per arrivare a condizioni operative sicure.

Il pomeriggio è continuato con le presentazioni di L. Picello (Fabbrica Italiana Sintetici, Vicenza) che ha esposto uno studio interno relativo all'andamento anomalo di una reazione durante prove di "familiarizzazione" condotte in laboratorio di una reazione commissionata da un cliente. La presentazione ha sollevato diversi punti di discussione ed in particolare è stata evidenziata la responsabilità di grandi aziende che commissionano prodotti a terzi senza fornire adeguate informazioni e l'importanza dell'osservazione dei fenomeni anomali in fase di studio di una reazione.

J.M. Zaldivar (JRC, Ispra) ha esposto le ultime ricerche sulla divergenza in ambito di ottimizzazione e sicurezza di processo; F. Visentin (Mettler-Toledo) ha anticipato il lancio del nuovo principio di misura RTCal e relativo controllo iControl che avverrà già nel 2007, descrivendo la tecnica e mostrando alcuni esempi.

T. Scubla (Dipharma, Baranzate di Bollate) ha illustrato uno studio calorimetrico che ha portato alla modifica di una ricetta per la sintesi industriale di un nitroderivato.

A chiudere le presentazioni l'intervento di S. Waldram (HEL-London), che ha tenuto un'utile e stimolante presentazione sul ruolo chiave della pressione in relazione agli incidenti in ambito industriale e sugli strumenti per la stima in laboratorio.

Al termine di ogni presentazione è stato lasciato qualche minuto per domande e scambi di opinione. Non è mai quindi mancato uno spirito attento e critico nell'analizzare le diverse problematiche proposte. Non rimane perciò che rinnovare a tutti l'invito di continuare nelle attività di ricerca con lo stesso entusiasmo mostrato al convegno, in modo da poter dar vita il prossimo anno ad una nuova edizione altrettanto ricca di contenuti.

