

STRUMENTAZIONE INDUSTRIALE CHIMICA

2 FEBBRAIO 2022

Informazioni sulla valutazione delle risposte:

nel caso di domande con risposte multiple, più di una risposta può essere giusta e nel caso di risposta sbagliata verranno tolti 0.25 punti;

nel caso di risposte contenenti valori numerici si richiede di riportare i calcoli che hanno portato a tali risultati, altrimenti, anche nel caso di risposta giusta, non verrà assegnato alcun punteggio.

ESERCIZIO 1

Indicare, per i trasduttori elencati di seguito, se sono trasduttori attivi o passivi.

- Potenziometri: *trasduttori passivi*
- Estensimetri: *trasduttori passivi*
- Termistori: *trasduttori passivi*
- Termocoppie: *trasduttori attivi*

ESERCIZIO 2

Indicare, in maniera sintetica, vantaggi e svantaggi delle termoresistenze rispetto ai termistori.

Vantaggi termoresistenze: caratteristica di funzionamento lineare, intervallo di temperature più elevato, autoriscaldamento meno problematico, accuratezza elevata, ripetibilità e stabilità ottime

Svantaggi termoresistenze: sensitività inferiore, tempi di risposta più lunghi, costo elevato, resistenze dei cavi di collegamento non trascurabili

ESERCIZIO 3

Indicare vantaggi e svantaggi dei dischi forati (o diaframmi calibrati) rispetto agli altri dispositivi di strozzamento.

Vantaggi dischi forati: semplici, economici

Svantaggi dischi forati: introducono una perdita di carico elevata, non possono essere usati per fluidi con solidi in sospensione

ESERCIZIO 4

Si riportino almeno due diversi tipi di termocoppie, con relative caratteristiche.

Tipo		Limiti di temperatura (°C)	Descrizione
Simbolo	Materiali		
S	Pt10%Rh - Pt	-50 / 1760	Termocoppia a base di metalli nobili (Platino e Rodio) permette di ottenere misure molto precise. Particolarmente resistente alle alte temperature viene solitamente usata in atmosfere ossidanti. Poco raccomandata in atmosfere riducenti o che contengano vapori di metallo.
R	Pt13%Rh - Pt	-50 / 1760	Come la termocoppia tipo "S" ma con percentuali diverse dei due metalli.
B	Pt30%Rh - Pt6%Rh	0 / 1820	Termocoppia a base di metalli nobili che grazie alla maggiore quantità di Rodio rispetto ai tipi "S" e "R" la rendono più resistente alle alte temperature ed agli stress meccanici.
E	Chromel-Costantana Cr - Co	-270 / 1000	Termocoppia con alto potere termoelettrico che unisce il polo positivo della termocoppia tipo "K" e il polo negativo della termocoppia tipo "J". Particolarmente indicata in atmosfere ossidanti.
J	Ferro - Costantana Fe - Co	-210 / 1200	Termocoppia formata dal polo positivo in ferro e da quello negativo in costantana (lega a base di rame e nichel). Indicata per misure di medie temperature in atmosfere riducenti e con presenza di idrogeno e carbone. La presenza del ferro ne pregiudica il buon funzionamento in atmosfere ossidanti.
K	Chromel - Alumel Cr - Al	-270 / 1370	Termocoppia a base di leghe contenenti nichel adatta per misure di alte temperature in atmosfere ossidanti. Non utilizzabile in atmosfere riducenti.
T	Rame - Costantana Cu - Co	-270 / 400	Termocoppia che permette accurate misure a bassa temperatura in atmosfere ossidanti e riducenti.
N	Nicrosil - Nisil	0 / 1300	Termocoppia per alte temperature simile alla tipo "K" ma con minor isteresi
W3	W3%Re - W25%Re	0 / 2310	Termocoppia per altissime temperature composta da un polo positivo di Tungsteno contenente in 3% di Renio e da un polo negativo di Tungsteno contenente il 25% di Renio. Particolarmente resistente in atmosfere riducenti e in presenza di idrogeno o di altro gas inerte. Non può essere usata in aria o in atmosfere ossidanti.
W5	W5%Re - W26%Re	0 / 2310	Termocoppia molto simile alla W3 ma con una percentuale di Renio maggiore che ne aumenta la resistenza meccanica. Altre caratteristiche identiche alla termocoppia tipo W3

Costantana = lega Cu-Ni (45%Ni, 55%Cu);

Chromel = lega Ni-Cr (90%Ni, 10%Cr); Alumel = lega Ni-Al-Mn-Si (95%Ni, 2%Al, 2%Mn, 1%Si);

Nicrosil = lega 14.20% Cr, 1.40% Si, bal. Ni; Nisil = lega 4.40% Si, 0.10% Mg, bal. Ni

ESERCIZIO 5

Nelle termocoppie, qual è il vantaggio e quale lo svantaggio del giunto caldo esposto?

Il giunto caldo esposto è caratterizzato da un ridottissimo tempo di risposta in quanto lo stesso è a diretto contatto con l'ambiente in cui si deve misurare la temperatura; tuttavia ne è sconsigliato l'utilizzo in ambienti corrosivi.

ESERCIZIO 6

Si descriva sinteticamente il principio di funzionamento dei misuratori termici di portata massica a temperatura costante.

Il principio di funzionamento si basa sui principi della trasmissione del calore; nello specifico, il principio di misura si basa sul fatto che un fluido che fluisce sottrae calore ad un corpo riscaldato.

Il misuratore contiene due termoresistenze Pt100; il flusso passa sulle due termoresistenze.

Una è usata come sensore di temperatura di riferimento e legge la temperatura del fluido, l'altra funziona da riscaldatore; facendo variare la corrente al suo interno, è mantenuta ad una differenza di temperatura costante rispetto alla prima.

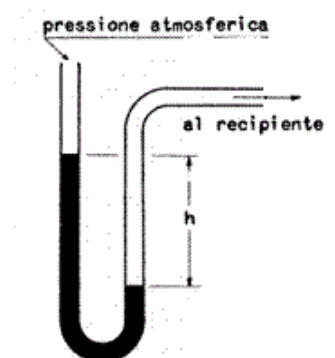
Maggiore è la portata che fluisce, maggiore è la quantità di calore asportata dal fluido e maggiore è la corrente da spendere per mantenere la differenza di temperatura tra le due Pt100 costante. Misurando la corrente richiesta per mantenere la differenza di temperatura predefinita, si ha una misura della portata massica che sta fluendo.

ESERCIZIO 7

Il manometro a U riportato in figura impiega acqua come fluido manometrico.

Il dislivello h è uguale a 10 centimetri.

Si calcoli, in atmosfere, la pressione assoluta all'interno del recipiente.



$$P_{ass} = P_{atm} + P_{rel}$$

$$P_{rel} = \rho g h = 1000 \text{ kg/m}^3 \cdot 9.807 \text{ m/s}^2 \cdot 0.10 \text{ m} = 980.7 \text{ Pa} = 980.7 \text{ Pa} / 101325 \text{ Pa/atm} = 0.0097 \text{ atm}$$

$$P = 1 \text{ atm} + 0.0097 \text{ atm} = 1.0097 \text{ atm}$$

ESERCIZIO 8

Si riportino almeno 6 misuratori continui di livello.

- *Misuratori a vasi comunicanti*
- *Misuratori a galleggiante o a spinta idrostatica*
- *Misuratori a massa*
- *Misuratori a pressione*
- *Misuratori a gorgogliamento*
- *Misuratori a tasteggio*
- *Misuratori resistivi*
- *Misuratori capacitivi*
- *Misuratori sonici*
- *Misuratori radar*
- *Misuratori ottici*
- *Misuratori a radioisotopi*

ESERCIZIO 9

I misuratori di livello a rotazione sono usati per:

- a) liquidi
 - b) solidi
 - c) misure continue
 - d) misure discontinue
-
- b) *solidi*
 - d) *misure discontinue*

ESERCIZIO 10

Nell'immagine è raffigurato:

tubo di Pitot «automediante» (Annubar)

usato per

misure di portata



ESERCIZIO 11

Quale delle seguenti radiazioni presenta energia più elevata?

- a) ultravioletti
- b) infrarossi
- c) onde radio
- d) raggi X

d) raggi X

ESERCIZIO 12

Quali sorgenti di radiazione sono utilizzate rispettivamente negli spettrofotometri UV, Visibile ed IR?

UV: Lampade a scarica di gas (Xe, Deuterio, Idrogeno)

Visibile: Lampade a filamento di tungsteno

IR: Sostanze refrattarie riscaldate a temperature maggiori di 1000°C (elementi di Nernst: $ZrO_2 \cdot Y_2O_3$; filamenti Ni&Cr; "Globar" ovvero SiC)

ESERCIZIO 13

Determinare la concentrazione di un composto organico sapendo che, con riferimento alla legge di Lambert e Beer ed operando ad una lunghezza d'onda di 280 nm in una cella di cammino ottico di 10 cm, si è misurata una trasmittanza percentuale $T\% = 5.60$. Tale composto, a 280 nm, ha un valore di assorbanza specifica $\epsilon = 12500 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$.

$$T = 0.0560$$

$$A = \log_{10} \frac{1}{T} = 1.252$$

$$A = l \cdot \epsilon \cdot c$$

$$c = \frac{A}{l \cdot \epsilon}$$

$$c = \frac{1.252}{10 \text{ cm} \cdot 12500 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}} = 1.00 \cdot 10^{-5} \text{ mol/L}$$

ESERCIZIO 14

Perché nel campo delle radiazioni IR non è possibile utilizzare rivelatori che si basano sull'effetto fotoelettrico, come ad esempio i fotomoltiplicatori?

L'energia della radiazione elettromagnetica è $E = h \cdot c / \lambda$ e diminuisce andando da UV a IR.

Solo lunghezze d'onda del campo UV e visibile hanno energia sufficiente a indurre effetto fotoelettrico.

ESERCIZIO 15

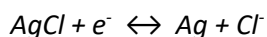
Schematizzare un elettrodo di riferimento Ag/AgCl indicando i costituenti e gli equilibri in gioco.

Un elettrodo ad argento/cloruro di argento è costituito da un filo di argento metallico rivestito in parte da uno strato di AgCl, immerso in una soluzione di cloruro (generalmente KCl ad una determinata concentrazione o alla saturazione). La soluzione è satura dunque in AgCl.

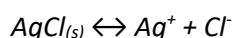
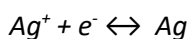
La semicella può essere così rappresentata:



La semireazione in gioco è schematizzabile come:



Il potenziale elettrodoico è determinato dai seguenti equilibri:



Il primo equilibrio è regolato dalla legge di Nernst:

$$E = E^\circ_{\text{Ag}^+/\text{Ag}} + (RT/F) \ln [\text{Ag}^+] = E^\circ_{\text{Ag}^+/\text{Ag}} + 0.059 \log [\text{Ag}^+] \quad (\text{a } 25^\circ\text{C}) \quad [1]$$

Il secondo equilibrio è governato dal prodotto di solubilità di AgCl:

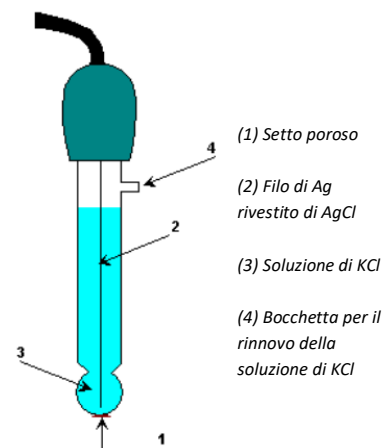
$$K_{ps\text{AgCl}} = [\text{Ag}^+] \cdot [\text{Cl}^-] \quad [2]$$

Ricavando $[\text{Ag}^+]$ in funzione di $[\text{Cl}^-]$ dall'eq. [2], e sostituendolo in [1], si ottiene:

$$E = E^\circ_{\text{Ag}^+/\text{Ag}} + 0.059 \log K_{ps\text{AgCl}} - 0.059 \log [\text{Cl}^-]$$

$$E = E^\circ - 0.059 \log [\text{Cl}^-]$$

Come si vede il potenziale dipende dalla concentrazione dello ione cloruro che è costante nel momento in cui sia fissata la concentrazione di KCl o la soluzione sia appunto satura di KCl. Per questo tal sistema può essere utilizzato come "elettrodo di riferimento" in misure "potenziometriche" accoppiandolo a vari elettrodi indicatori a seconda dei casi (per esempio un elettrodo di vetro per misure di pH o un elettrodo inerte per misure di Potenziale di Ossido-Riduzione).



ESERCIZIO 16

Escludendo l'accoppiamento delle tecniche cromatografiche con la spettrometria di massa, indicare su che cosa è basata l'analisi qualitativa in gascromatografia.

L'analisi qualitativa in gascromatografia è basata sul confronto dei tempi di ritenzione degli analiti con quelli ottenuti dall'analisi di standard nelle stesse condizioni operative.

ESERCIZIO 17

Illustrare sinteticamente che cosa è uno spettro di massa.

La spettrometria di massa è una tecnica analitica che si basa sulla produzione di ioni da atomi o molecole i quali sono poi separati in accordo con il loro rapporto massa/carica (m/z) e infine misurati. Lo spettro di massa è il diagramma di abbondanza ionica relativa in funzione del rapporto massa/carica.

ESERCIZIO 18

Indicare, giustificando la risposta, se in una determinazione gascromatografica è possibile impiegare un rivelatore azoto/fosforo ed un rivelatore a ionizzazione di fiamma in serie.

Non è possibile, poiché entrambi i rivelatori sono di tipo distruttivo.

ESERCIZIO 19

Descrivere il principio di funzionamento del rivelatore a cattura di elettroni.

Il rivelatore a cattura di elettroni si basa sulla ionizzazione delle sostanze per emissione di particelle beta (elettroni) da parte di un debole emettitore, come l'isotopo radioattivo ^{63}Ni . Quando nel detector entra solo il carrier gas (ad esempio Ar) avviene la ionizzazione con formazione di un plasma di elettroni e cationi Ar^+ , a cui segue la loro migrazione (accelerati da un d.d.p. tra gli elettrodi) rispettivamente all'anodo e al catodo. Si genera quindi una corrente elettrica stazionaria all'interno del circuito di misura.

Quando nel detector entra il carrier gas con i componenti del campione separati dalla colonna, se i soluti contengono gruppi elettrone-attrattori (alogeni, perossidi, chinoni, nitrogruppi, ecc.), avviene una ionizzazione dei gruppi elettrone-attrattori in seguito alla cattura di una frazione dei numerosi elettroni presenti nel circuito di misura. La conseguenza è una diminuzione della corrente che è, ovviamente, il segnale rivelatore del soluto. Gli anioni che si formano hanno una mobilità ridotta verso l'anodo (rispetto a quella degli elettroni verso lo stesso anodo) e dunque una conducibilità elettrica talmente modesta da non alterare il valore della diminuzione di corrente elettrica dovuta alla cattura degli elettroni.

In realtà la ionizzazione e la cattura degli elettroni è un fenomeno più complesso: i prodotti della ionizzazione primaria (Ar^+) e della ionizzazione secondaria (gli anioni dei soluti contenenti sostituenti elettrone-attrattori), accelerati dagli impulsi del campo elettrico applicato in modo continuo, prima di scaricarsi sugli elettrodi, acquistano energia cinetica e producono una serie di collisioni che determinano una ionizzazione terziaria di parte dei soluti eluiti dalla colonna, con produzione di altri ioni positivi ed altri elettroni, e quindi aumento di corrente. Per evitare questo scarso rendimento del rivelatore in termine di range dinamico, la soluzione è quella di evitare gli effetti della ionizzazione terziaria. Questo obiettivo si raggiunge operando 1) sulla corrente elettrica o 2) sulla composizione del carrier gas. Nel primo caso si tratta di trasformare la corrente continua in una corrente pulsata a modulazione di frequenza; la durata dell'impulso e l'intervallo degli impulsi sono scelti in modo da evitare l'accelerazione verso gli elettrodi di tutti gli ioni prodotti dalla ionizzazione terziaria. Nel secondo caso al carrier si aggiunge una sostanza "pulitrice" (scavenger) che reagisce con gli ioni positivi prodotti dalla ionizzazione terziaria (ad esempio, Ar + 5% di metano).

ESERCIZIO 20

Indicare se il rivelatore a ionizzazione di fiamma è idoneo (SI) o non è idoneo (NO) per la determinazione gascromatografica delle seguenti specie:

- Ammoniaca: NO
- Anidride carbonica: NO
- Azoto: NO
- Etilene: SI
- Idrogeno: NO
- Metano: SI
- Monossido di carbonio: NO
- Ossigeno: NO