

**STRUMENTAZIONE INDUSTRIALE CHIMICA**

2 LUGLIO 2018

Informazioni sulla valutazione delle risposte:

nel caso di domande con risposte multiple, più di una risposta può essere giusta;

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**

Riportare in maniera sintetica le definizioni di caratteristica statica e sensitività di un sensore.

**Caratteristica statica:** *La caratteristica statica, o caratteristica di funzionamento, esprime in forma grafica o analitica la relazione "statica", cioè in condizioni stazionarie (ingressi costanti), tra misurando e l'uscita (segnale di misura) dell'elemento sensibile o anche del trasduttore.*

**Sensitività:** *La sensitività o sensibilità (sensitivity) è il rapporto tra la variazione del segnale in uscita al sensore e la corrispondente variazione della grandezza in ingresso.*

**ESERCIZIO 2**

Si descriva sinteticamente il principio di funzionamento dei termometri bimetallici.

*Si basano sulla differente dilatazione di due metalli diversi (es. Fe-Ni o Fe-Cu).*

*Si hanno due lamine metalliche, una (A) di basso coefficiente di dilatazione, e l'altra (B) di alto coefficiente di dilatazione, saldate una sull'altra. Se riscaldiamo tali lamine, osserviamo che esse si deformano incurvandosi verso l'alto e lo spostamento  $S$  sarà tanto maggiore quanto maggiore è la temperatura dell'ambiente in cui si trovano.*

*Il fenomeno viene spiegato facilmente se si considera il fatto che la lamina B si allunga più della lamina A. Non potendo le due lamine slittare una sull'altra, tutto il sistema è costretto ad incurvarsi in modo da permettere che B diventi più lunga di A. Lo spostamento  $S$  non dipende solo dalla temperatura, ma anche dalla lunghezza del bimetallo per cui l'effetto può venire ulteriormente amplificato, allungando la lamina e avvolgendola a spirale semplice o multipla.*

*La spirale sensibile è saldata alla parte inferiore del bulbo e può avere lunghezza diversa a seconda delle applicazioni. Per effetto della variazione di  $T$  la lamina si avvolge/svolge e l'estremo libero ruota. La rotazione viene trasmessa da un alberino direttamente alla lancetta indicatrice.*

**ESERCIZIO 3**

Un manometro a molla tipo Bourdon per misurazioni di pressione relativa è installato su un serbatoio. Nel caso in cui il cursore sia posizionato sul valore 12 psi, il serbatoio sarà:

- a) a pressione atmosferica
- b) in depressione
- c) a pressione > 1 atm
- d) a pressione > 2 atm

*c) a pressione > 1 atm*

**ESERCIZIO 4**

Come vengono designati i diversi tipi di termocoppie? Si riportino almeno due tipi di termocoppie, con relative caratteristiche.

*I diversi tipi di termocoppie vengono designati con un simbolo (S, R, B, E, J, K, T, N, W3, W5).*

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; chromel = lega Ni-Cr; alumel = lega Ni-Al-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**

Una termoresistenza ha coefficiente di temperatura  $\alpha = 0.00385 \text{ K}^{-1}$ ; alla temperatura  $T_0 = 0 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $R_0 = 100 \text{ }\Omega$ . Determinare il valore della resistenza alla temperatura  $T = -20 \text{ }^\circ\text{C}$ .

$$R(T) = R_0 \cdot [1 + \alpha \cdot (T - T_0)]$$

$$R = 100 \cdot [1 + 0.00385 \cdot (-20)] = 100 \cdot 0.923 = 92.3 \text{ }\Omega$$

**ESERCIZIO 7**

Elencare i misuratori che consentono di misurare direttamente la portata massica di un fluido.

*Misuratori a effetto Coriolis*

*Misuratori termici di portata massica*

**ESERCIZIO 8**

Indicare le principali caratteristiche e i limiti di impiego dei misuratori di livello conduttivi.

*I misuratori conduttivi rilevano la presenza del liquido e il suo livello, rilevando la conduttività tra due o più sonde installate nel serbatoio da misurare.*

*Sono impiegati come rilevatori di stati di livello (per misura di tipo discreto e non continua), e sono adatti solo per liquidi conduttori.*

NOME:

N. MATRICOLA:

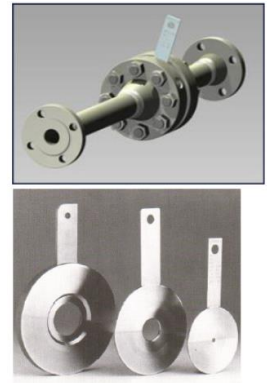
### ESERCIZIO 9

Le immagini si riferiscono a:

*diaframmi calibrati o flange tarate o dischi forati*

usati per

*misure di portata*



### ESERCIZIO 10

Nell'immagine sono raffigurati:

*misuratori resistivi*

usati per

*misure di livello*



**ESERCIZIO 11**

Un composto organico in soluzione assorbe radiazione luminosa a 244 nm ( $\epsilon = 1.6 \cdot 10^4$  (L/mole·cm)). In una cella con cammino ottico di 0.5 cm il valore della trasmittanza è risultato pari a  $T = 0.7482$ . Calcolare la concentrazione del composto.

$$A = \log_{10} \frac{1}{T} = 0.126$$

$$A = l \cdot \epsilon_{\lambda} \cdot c$$

$$0.126 = 0.5 \cdot 1.6 \cdot 10^4 \cdot c$$

$$c = \frac{0.126}{0.5 \cdot 1.6 \cdot 10^4} = 1.575 \cdot 10^{-5} \text{ mol/L}$$

**ESERCIZIO 12**

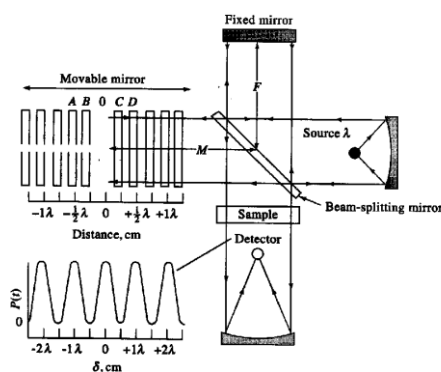
Perché nel campo delle radiazioni IR non è possibile utilizzare rivelatori che si basano sull'effetto fotoelettrico, come ad esempio i fotomoltiplicatori?

*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 13**

Schematizzare ed illustrare il funzionamento dell'interferometro di Michelson e la sua applicazione negli spettrofotometri FTIR.



*La radiazione contenente tutte le lunghezze d'onda viene divisa in due raggi; un raggio percorre una distanza fissa, l'altro una distanza variabile (specchio mobile). La differenza di cammino ottico tra i due raggi porta ad una sequenza di interferenze costruttive e distruttive: l'interferogramma, che contiene i contributi da tutte le lunghezze d'onda. La "trasformata di Fourier" converte i dati ottenuti nel dominio temporale (interferogramma) in dati nel dominio della frequenza (spettro).*

**ESERCIZIO 14**

Discutere brevemente la versatilità analitica dei metodi di emissione atomica basati su sorgenti a plasma ad accoppiamento induttivo (ICP) rispetto ai metodi di assorbimento atomico.

*Nel caso della tecnica ICP il campo di linearità della risposta analitica può giungere a 4 ordini di grandezza.*

*Inoltre, trattandosi di una tecnica di emissione, è possibile esplorare la presenza di più elementi quantificandone le concentrazioni rispettive, effettuando la scansione in lunghezza d'onda della radiazione emessa.*

*Nel sistema Assorbimento Atomico occorre ricorrere alla sostituzione delle specifiche lampade a catodo cavo per quantificare la presenza di più elementi presenti nel campione.*

*La linearità di risposta è meno estesa e ciò comporta spesso la necessità di diluire più volte il campione per portare il campione nel campo di linearità.*

**ESERCIZIO 15**

Calcolare il valore della costante di cella [ $\text{cm}^{-1}$ ] di una sonda per misure di conducibilità elettrica, sapendo che essa fornisce una conduttanza pari a 5.5 mS, una volta immersa in una soluzione acquosa salina 0.1M, la cui conducibilità specifica è nota ed è pari a 1.6 mS/cm.

$$\frac{1}{R} = \frac{S}{l} \cdot X$$

$$\frac{l}{S} = \text{costante di cella}$$

$$\frac{l}{S} = \frac{X}{1/R} = \frac{1.6 \text{ mS/cm}}{5.5 \text{ mS}} = 0.291 \text{ cm}^{-1}$$

**ESERCIZIO 16**

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 17**

Una colonna capillare per gascromatografia ha tipicamente:

- a) diametro interno di qualche millimetro e lunghezza di qualche metro
  - b) diametro interno di qualche millimetro e lunghezza di qualche decina di metri
  - c) diametro interno di qualche decimo di millimetro e lunghezza di qualche centimetro
  - d) diametro interno di qualche decimo di millimetro e lunghezza di qualche decina di metri
- d) diametro interno di qualche decimo di millimetro e lunghezza di qualche decina di metri*

**ESERCIZIO 18**

L'analisi gascromatografica di una miscela di idrogeno, azoto, monossido di carbonio e metano, effettuata impiegando un gascromatografo con rivelatore a conducibilità termica, ha fornito picchi con aree rispettivamente di 100050, 100120, 40220 e 8210 unità.

Indicare, motivando la risposta, se è possibile calcolare, esclusivamente sulla base dei dati forniti nell'esercizio, la composizione (in percentuale molare o volumetrica) della miscela.

*No, non è possibile, in quanto è necessario tenere conto dei fattori di risposta di ciascun componente (il fattore di risposta può essere determinato registrando il cromatogramma di una miscela standard che contiene le stesse sostanze a concentrazione nota e operando nelle stesse condizioni operative).*

**ESERCIZIO 19**

Illustrare sinteticamente la tecnica della gascromatografia dello spazio di testa statico (*Headspace Gas Chromatography*), indicando le principali applicazioni.

*La tecnica della gascromatografia dello spazio di testa statico consiste nell'iniettare in colonna il vapore che si trova in equilibrio termodinamico con il campione da analizzare all'interno di un sistema chiuso costituito da un contenitore di vetro opportunamente sigillato detto vial, riscaldato ad una temperatura definita.*

*Tale tecnica è utile nei casi in cui si devono analizzare tracce di composti volatili in campioni solidi o in una grande massa di solvente (ad esempio, solventi clorurati ed altri inquinanti volatili nelle acque).*

*Essa permette di lavorare su una frazione arricchita nelle specie chimiche volatili, senza gli inconvenienti che possono scaturire dall'iniezione di sostanze non volatili o di grandi masse di solvente, consentendo di individuare tracce di composti volatili, poiché la fase vapore è ovviamente più ricca nel composto volatile rispetto alla soluzione originaria.*

*Si realizzano così analisi accurate e riproducibili, a patto di controllare rigorosamente le condizioni operative.*

*Considerando il caso di una soluzione in equilibrio con il suo vapore, la concentrazione di un componente volatile nella fase vapore (ovvero lo spazio di testa) è regolata, in condizioni ideali, dalla legge di Raoult:*

$$p = x \cdot p^0$$

*dove  $p$  rappresenta la pressione parziale del componente nella fase vapore,  $p^0$  è la pressione di vapore del componente puro alla temperatura a cui si trova il vial, e  $x$  è la sua frazione molare nella soluzione.*

*Procedendo all'analisi gascromatografica dello spazio di testa si otterrà un cromatogramma in cui il picco di interesse avrà un'area proporzionale alla concentrazione della sostanza nel vapore e quindi nella fase liquida.*

*Per esaltare la sensibilità del metodo si può agire in due modi che possono essere impiegati anche contemporaneamente: innalzamento della temperatura (la pressione di vapore di una sostanza è proporzionale alla temperatura secondo una legge esponenziale; minimi incrementi di temperatura provocano un sensibile aumento della pressione di vapore); introduzione in soluzione di opportuni elettroliti (elettroliti opportuni agiscono sul coefficiente di attività aumentando la pressione parziale del componente nella fase vapore).*

**ESERCIZIO 20**

Il biogas è costituito principalmente da metano e anidride carbonica, ed altri componenti presenti in percentuali minori, quali idrogeno, azoto, solfuro di idrogeno, ecc..

Indicare almeno due rivelatori idonei per la determinazione gascromatografica del contenuto delle seguenti specie in un campione di biogas:

- Metano: rivelatore a conducibilità termica (TCD), rivelatore a ionizzazione di fiamma (FID), spettrometro di massa (MS)
- Anidride carbonica: rivelatore a conducibilità termica (TCD), spettrometro di massa (MS)
- Idrogeno: rivelatore a conducibilità termica (TCD), spettrometro di massa (MS)
- Azoto: rivelatore a conducibilità termica (TCD), spettrometro di massa (MS)
- Solfuro di idrogeno: rivelatore a conducibilità termica (TCD), rivelatore a fotometria di fiamma (FPD), rivelatore a fotoionizzazione (PID), spettrometro di massa (MS)