

STRUMENTAZIONE INDUSTRIALE CHIMICA

23 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 caratteristica dinamica 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.

Caratteristica dinamica: Se in ingresso al sensore applichiamo una variazione a gradino della grandezza da misurare, l'uscita (risposta) dello strumento varierà fino a raggiungere, dopo un certo tempo, un nuovo valore. La caratteristica dinamica o prontezza è una caratteristica dello strumento di misura che descrive tale comportamento ed è spesso espressa attraverso un tempo caratteristico detto tempo di risposta (tempo impiegato per raggiungere una certa percentuale del valore fissato, es. 90%) .

ESERCIZIO 2

Indicare quali vantaggi offre il venturimetro rispetto agli altri dispositivi di strozzamento.

I venturimetri presentano variazioni di area meno repentine, hanno coefficienti di efflusso maggiori (fino a 0.99) rispetto a boccaglio e diaframma. Possono avere una perdita di carico molto bassa quindi sono preferiti quando ci sono grosse portate.

A parità di rapporto di strozzatura con gli altri dispositivi a strozzamento, l'accuratezza delle misure è maggiore e le perdite di carico che si hanno sul venturimetro sono molto minori.

Si ha maggiore stabilità della misura nel tempo.

Può essere usato anche per fluidi con solidi in sospensione.

ESERCIZIO 3

Quali materiali sono utilizzati per realizzare le termoresistenze? Come si identificano commercialmente le termoresistenze?

I materiali maggiormente utilizzati sono Platino, Nichel, Rame, Tungsteno, e relative leghe.

Normalmente le termoresistenze vengono identificate con la sigla del materiale utilizzato per la loro costruzione (platino = Pt, Nichel = Ni ecc.) seguito dalla loro resistenza nominale alla temperatura di 0°C (es., Pt100, Pt1000, ecc.).

ESERCIZIO 4

Si descriva sinteticamente il principio di funzionamento dei pirometri monocromatici.

I pirometri sono strumenti utilizzati per la misura di elevate temperature (> 1000 K) e sono basati su una misura dell'energia termica o luminosa irraggiata dal corpo in esame in funzione della sua temperatura.

I pirometri monocromatici sono basati sul confronto fra l'intensità luminosa di una sorgente a temperatura incognita (nel visibile) e di quella di una lampada campione in cui la temperatura del filamento (nota per taratura) viene resa uguale alla temperatura incognita. Si misurano temperature molto elevate > 1500 K.

Nel caso del pirometro a filamento scomparso, se la temperatura della lampada è superiore a quella della sorgente il filamento appare in rilievo e viceversa; solo quando le due temperature sono eguali non si distingue il filamento dalla sorgente; si varia la tensione di alimentazione della lampada finché tale condizione non si verifica; il voltmetro è preventivamente tarato in unità di temperatura.

Si utilizza un filtro rosso tra la lampada e l'oculare per poter operare a temperature più basse, anche se non si scende generalmente sotto gli 800 °C.

Più modernamente, il confronto è affidato ad un rivelatore costituito da una cella fotoelettrica (pirometro fotoelettrico); la radiazione della sorgente e quella della lampada vengono inviate alternativamente alla cella tramite un disco rotante provvisto di finestre e un servosistema regola l'alimentazione della lampada finché le intensità luminose non coincidono (precisione maggiore che nel caso precedente).

Con celle fotoelettriche sensibili alle radiazioni infrarosse si può operare a temperature più basse.

ESERCIZIO 5

Si riportino 5 misuratori continui di livello.

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

ESERCIZIO 6

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

Misuratori a effetto Coriolis

Misuratori termici di portata massica

ESERCIZIO 7

Indicare le principali caratteristiche e i limiti di impiego dei misuratori di livello a conducibilità termica.

Sono costituiti da una sonda contenente un termistore alimentato, la cui resistenza è funzione della conducibilità termica del mezzo in cui si trova. In presenza di mezzi con conducibilità termica diversa si verifica una diversa dissipazione termica e quindi varia la sua temperatura e quindi la sua resistenza.

Usato per misurare stati di livello di liquidi non conduttivi.

La sonda deve operare a contatto con il liquido, quindi sono indicati per liquidi chimicamente non aggressivi.

ESERCIZIO 8

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 3.5 psi, il serbatoio sarà:

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

a) in pressione

NOME:

N. MATRICOLA:

ESERCIZIO 9

Nell'immagine è raffigurato:

un misuratore a vasi comunicanti di tipo magnetico

usato per

misure di livello



ESERCIZIO 10

Nell'immagine è raffigurato:

un venturimetro

usato per

misure di portata

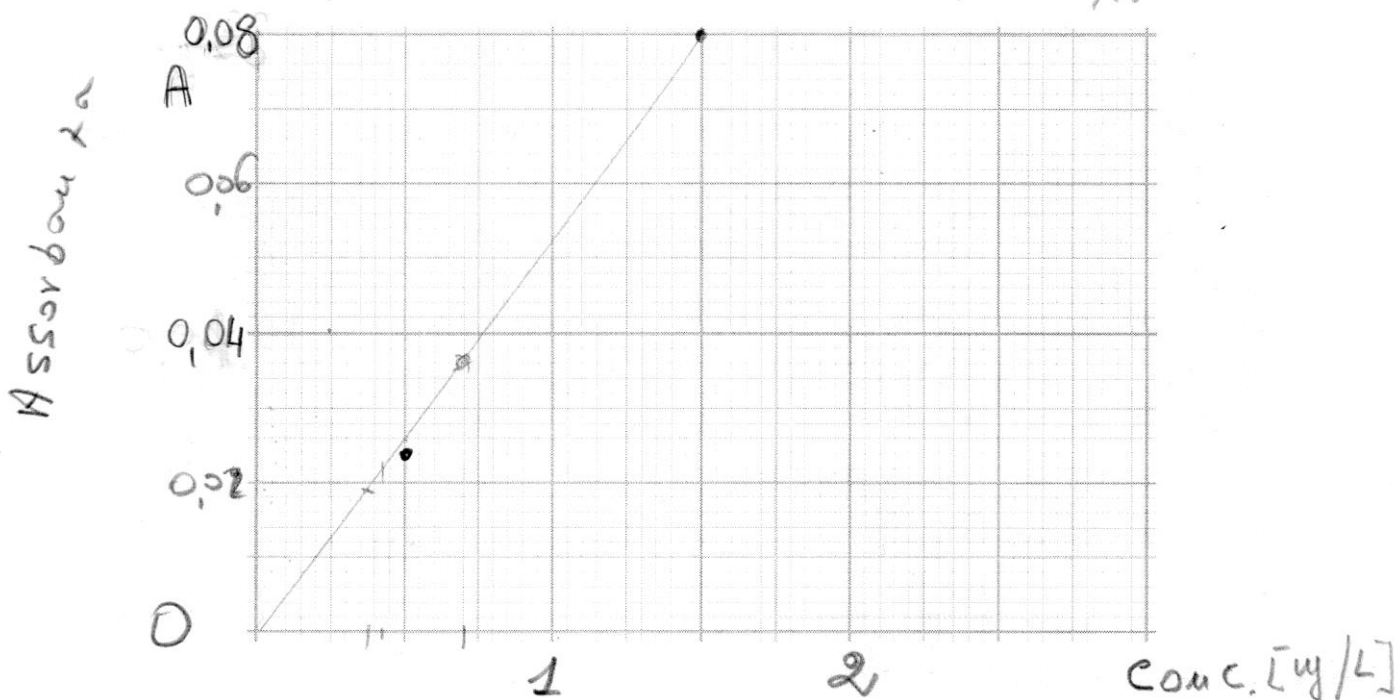


ESERCIZIO 11

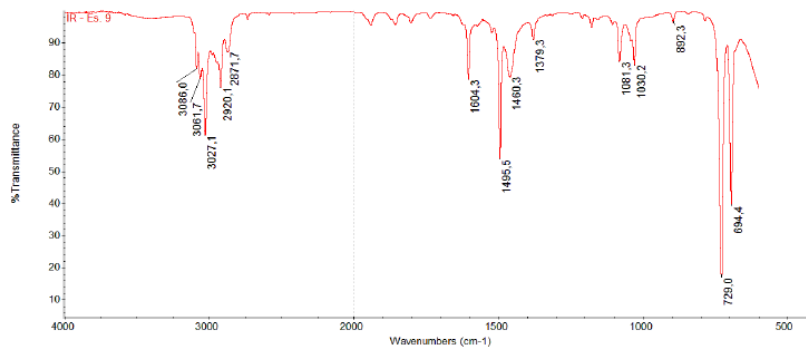
Operando con uno strumento in assorbimento atomico per la determinazione del tenore in rame di alcuni vini, le risposte ottenute con campioni a concentrazione nota in rame sono riportati in tabella insieme alle misure sui vini. Riportando in un grafico i valori di calibrazione, stimare approssimativamente il tenore in rame dei tre vini.

	STD-1	STD-1	STD-1	Dolcetto	Barbera	Bianco da tavola
Assorbanza	0.024	0.080	0.164	0.019	0.036	0.022
Concentrazione (mg/L)	0.5	1.5	3.0	?	?	?

0,37 0,70 0,43

**ESERCIZIO 12**

Lo spettro di assorbimento relativo ad un composto organico, qui rappresentato, è stato acquisito da quale tipo di strumento? Quale è la definizione di Trasmittanza percentuale in ordinata e numero d'onda (wavenumber) in ascissa, rispettivamente?



Strumento:

Spettrofotometro IR

Trasmittanza percentuale:

$$T \% = \frac{P}{P_0} \times 100$$

Numero d'onda:

$$\tilde{\nu} = \frac{1}{\lambda} \text{ [cm}^{-1}\text{]}$$

ESERCIZIO 13

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

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

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

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

$$c = \frac{0.126}{10 \cdot 1.6 \cdot 10^4} = 7.87 \cdot 10^{-7} \text{ mol/L}$$

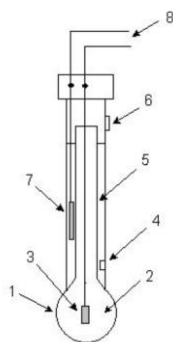
ESERCIZIO 14

Quale è la struttura che caratterizza gli spettrofotometri a serie di diodi?

La caratteristica è che il monocromatore ha un'uscita del raggio proveniente dal reticolo che non è una fenditura stretta, ma una apertura che consente l'uscita di un campo di raggi di lunghezze d'onda ampio che colpiscono il rivelatore costituito da una fila di diodi affiancati, ognuno dei quali raccoglie una determinata lunghezza d'onda.

ESERCIZIO 15

Schematizzare ed illustrare brevemente i principi di funzionamento di un elettrodo a vetro per la misura del pH.



1 : membrana di vetro

2 : soluzione acquosa (HCl 0.1 N) $[H^+]$ = costante

3 : elettrodo di riferimento interno Ag/AgCl

Accoppiamento con elettrodo di riferimento Ag/AgCl

4 : setto poroso

5 : soluzione di KCl

6 : bocchetta di reintegro KCl

7 : elettrodo di riferimento Ag/AgCl incorporato ai fini della misura potenziometrica

8 : cavo coassiale

L'elettrodo a vetro (vedi 1, 2 e 3) è il tipo più diffuso di elettrodo a membrana; è idoneo alla misura del pH. È costituito da un tubo di vetro che termina con una sottile membrana di vetro speciale, avente la forma di un bulbo, che ha la proprietà di scambiare gli ioni H^+ con la soluzione in cui è immersa. Si crea una d.d.p all'interfaccia con la soluzione, detta potenziale di membrana, causata dalla diversa concentrazione degli ioni H^+ tra la parte interna, ove la $[H^+]$ è costante, e quella esterna che è a contatto con la soluzione di cui si vuol misurare il pH. Il potenziale misurato risulta linearmente dipendente dal pH della soluzione esterna alla membrana di vetro.

ESERCIZIO 16

Cosa indica la seguente notazione relativa ad una colonna per gascromatografia?

“Polidimetilsilossano, 10 m × 0.53 mm i.d., 0.10 micrometri”

Polidimetilsilossano: *tipo di fase stazionaria*

10 m: *lunghezza della colonna*

0.53 mm i.d. : *diametro interno della colonna*

0.10 micrometri : *spessore del film di fase stazionaria*

ESERCIZIO 17

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 18

In un campione si sospetta la presenza di benzene. L'analisi gascromatografica del campione ha rivelato infatti un picco il cui tempo di ritenzione è identico, nelle medesime condizioni operative, a quello di uno standard di benzene. Tuttavia si può obiettare che molte specie chimiche possono presentare un tempo di ritenzione identico (o comunque molto simile).

Suggerire uno o più metodi per confermare, o meno, la presenza di benzene nel campione in esame.

Si può ripetere l'analisi gascromatografica impiegando una colonna avente una diversa fase stazionaria: se anche in questo caso i tempi di ritenzione coincidono, si è quasi certi di aver confermato la presenza di benzene.

Su entrambe le colonne, poi, si può iniettare il campione arricchito con lo standard: se il picco risulta aumentato vi è una buona probabilità di aver confermato la presenza del benzene.

Un altro metodo consiste nell'impiego, come rivelatore, di uno spettrometro di massa, e quindi nell'analisi dello spettro di massa.

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 almeno due rivelatori idonei per la determinazione gascromatografica delle seguenti specie:

- Idrogeno: rivelatore a conducibilità termica (TCD), spettrometro di massa (MS)
- Ammoniaca: rivelatore a conducibilità termica (TCD), rivelatore a fotoionizzazione (PID), spettrometro di massa (MS)
- Azoto: rivelatore a conducibilità termica (TCD), spettrometro di massa (MS)
- Ossigeno: 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)
- Benzene: rivelatore a conducibilità termica (TCD), rivelatore a ionizzazione di fiamma (FID), rivelatore a fotoionizzazione (PID), spettrometro di massa (MS)