

**STRUMENTAZIONE INDUSTRIALE CHIMICA**

20 FEBBRAIO 2019

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 accuratezza, precisione e sensitività di un sensore.

Accuratezza: *L'accuratezza (accuracy) di un sensore è il massimo scostamento tra la misura (o lettura) fornita dal sensore ed il valore vero del misurando*

Precisione: *La precisione (precision) o ripetibilità (repeatability) di un sensore esprime la riproducibilità di una misura ossia la capacità del sensore di fornire valori della grandezza in uscita poco diversi tra loro (bassa dispersione) a parità di segnale di ingresso e nelle stesse condizioni di lavoro*

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**

Una termoresistenza ha coefficiente di temperatura  $\alpha = 0.00385 \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ ; alla temperatura  $T_0 = 0 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $R_0 = 100 \text{ }\Omega$ . Determinare il valore della resistenza alla temperatura  $T = 500 \text{ }^{\circ}\text{C}$ .

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

$$R = 100 \cdot [1 + 0.00385 \cdot 500] = 100 \cdot 2.925 = 292.5 \text{ }\Omega$$

**ESERCIZIO 3**

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 albero direttamente alla lancetta indicatrice.*

**ESERCIZIO 4**

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 5**

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  $0^{\circ}\text{C}$  (es., Pt100, Pt1000, ecc.).*

**ESERCIZIO 6**

Elencare le diverse tipologie di dispositivi di strozzamento. Per la misura di quale variabile di processo sono impiegati?

*Diaframma Calibrato o Flangia Tarata o Disco Forato*

*Boccaglio*

*Venturimetro*

*Sono impiegati per la misura della portata.*

**ESERCIZIO 7**

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 11 psi, il serbatoio sarà:

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

*c) in pressione*

**ESERCIZIO 8**

I misuratori di livello a rotazione sono usati per:

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

*b) solidi*

*d) misure discontinue*

NOME:

N. MATRICOLA:

### ESERCIZIO 9

Nell'immagine è raffigurato:

*tubo di Pitot «automediante» (Annubar)*

usato per

*misure di portata*



### ESERCIZIO 10

Nell'immagine sono raffigurati:

*misuratori resistivi*

usati per

*misure di livello*



**ESERCIZIO 11**

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 12**

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 13**

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  $T > 1000^{\circ}\text{C}$  (elementi di Nernst:  $\text{ZrO}_2 \& \text{Y}_2\text{O}_3$ ; filamenti Ni&Cr; "Globar" ovvero SiC)*

**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**

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**

In gascromatografia il meccanismo di separazione può essere:

- a) l'adsorbimento, la ripartizione, lo scambio ionico, l'esclusione
- b) l'adsorbimento o la ripartizione
- c) lo scambio ionico o l'esclusione
- d) solo l'adsorbimento

*b) l'adsorbimento o la ripartizione*

**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  $^{63}\text{Ni}$ . Quando nel detector entra solo il carrier gas (ad esempio Ar) avviene la ionizzazione con formazione di un plasma di elettroni e cationi  $\text{Ar}^+$ , 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 ( $\text{Ar}^+$ ) 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)
- Metano: rivelatore a conducibilità termica (TCD), rivelatore a ionizzazione di fiamma (FID), 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)
- Toluene: rivelatore a conducibilità termica (TCD), rivelatore a ionizzazione di fiamma (FID), rivelatore a fotoionizzazione (PID), spettrometro di massa (MS)