ESAME DI STATO DI ISTRUZIONE SECONDARIA SUPERIORE

Indirizzo:ITCM - CHIMICA, MATERIALI E BIOTECNOLOGIE ARTICOLAZIONE CHIMICA E MATERIALI Tema di: TECNOLOGIE CHIMICHE INDUSTRIALI e CHIMICA ANALITICA STRUMENTALE

Il candidato è tenuto a svolgere la <mark>prima</mark> parte e <mark>due quesiti</mark> a sua scelta della <mark>seconda</mark> parte.

PRIMA PARTE

In un processo di esterificazione si ottiene un prodotto grezzo contenente l'estere formatosi insieme all'alcol e all'acido carbossilico non reagiti; è presente anche l'acqua formatasi per reazione insieme a tracce di catalizzatore.

Al fine di purificare l'estere, il prodotto grezzo, opportunamente preriscaldato, viene strippato con vapore d'acqua in una colonna che opera a una pressione di poco superiore a quella dell'ambiente. Dalla testa esce una miscela di vapori costituita essenzialmente dall'estere e dal vapor d'acqua, che passano in un condensatore che ne provoca la totale condensazione utilizzando acqua di rete. Successivamente, vanno in un separatore dove si separano le due fasi liquide formatesi per condensazione dei vapori di testa. La fase superiore, costituita prevalentemente dall'estere, va a successive lavorazioni; quella inferiore, costituita da condense di processo, va allo smaltimento. Il prodotto di coda, costituito prevalentemente da acido e alcol non reagiti, viene riciclato in reazione.

Il candidato tracci lo schema di processo limitatamente all'operazione di stripping, completo delle apparecchiature accessorie (pompe, valvole, serbatoi, ecc.) e delle regolazioni automatiche principali rispettando, per quanto possibile, la normativa UNICHIM.

Il candidato, inoltre, individui e descriva una tecnica analitica adeguata ad analizzare l'estere ottenuto nel prodotto grezzo, nel prodotto di testa e in quello di coda.

SECONDA PARTE

- 1. Il prodotto grezzo, descritto nella prima parte, arriva all'impianto di stripping con una portata F = 2,4 kg/s. La concentrazione dell'estere nel grezzo è il 60% in massa, nella fase organica di testa nello stripping è del 99%, nel prodotto di coda è il 5%. Si consideri trascurabile l'estere presente nel vapore di stripping condensato.
 - 2. La scoperta della catalisi ha permesso di realizzare processi chimici praticamente non fattibili in assenza di un catalizzatore. Il candidato, dopo aver descritto i principi della catalisi, descriva un processo in cui i catalizzatori giochino un ruolo fondamentale per operare con rese accettabili evidenziando, in particolare, le motivazioni chimico fisiche che ostacolerebbero il processo termico.
- 3. Le tecniche cromatografiche trovano largo impiego analitico in diversi campi. Illustrate il principio fondamentale di una qualsiasi tecnica cromatografica e descrivete i principali meccanismi di separazione. Definire infine cosa si intende per efficienza e illustrare il significato dell'equazione di Van Deemter nella sua forma generale.
- 4. Per determinare la concentrazione di fosforo in un campione di detersivo (che ne dovrebbe contenere meno dell'1%) si è scelto il metodo spettrofotometrico nel visibile, al blu di molibdeno. Con il metodo del confronto si sono ottenuti i seguenti risultati sperimentali:

	Standard	Campione
Assorbanza	0,235	0,268
Concentrazione (ppm di P)	1,50	?

calcolare:

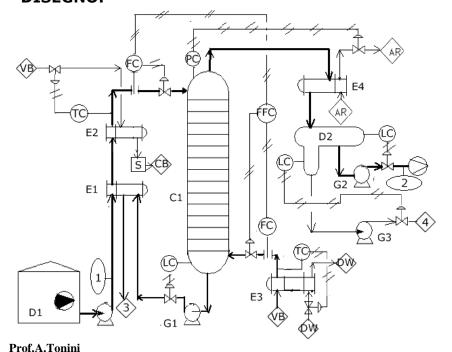
- a) la concentrazione di fosforo nella soluzione sottoposta alla misura
- b) la concentrazione nel campione originario sapendo che 2,8650 g di esso sono stati attaccati e si è ottenuto 1,00 L di soluzione. 10,0 mL della soluzione ottenuta sono stati prelevati, trattati con i reagenti opportuni e portati al volume di 100 mL, prima di effettuare la misura di assorbanza
- c) In base al risultato dell'analisi, il campione rientra nei limiti di legge?

RISOLUZIONE completata da annotazioni di Chimica Analitica:

Prof.A.Tonini

PRIMA PARTE:

DISEGNO:



LEGENDA:

MATERIALI

- 1 LIQUIDO CONTENENTE IL SOLUTO
- 2 SOLUTO LIQUIDO (ESTERE) A SUCCESSIVE
- LAVORAZIONI
- 3 PRODOTTO DI CODA LIQUIDO DA

RICICLARE

4 CONDENSE ALLO SMALTIMENTO

VB VAPORE BASSA PRESSIONE DA

SURRISCALDARE

DW FLUIDO DOWTHERM ALTA T

INGRESSO/USCITA

APPARECCHIATURE

D1 SERBATOIO LIQUIDO DA STRIPPARE

C1 COLONNA DI STRIPPAGGIO

E1,2 PRERISCALDATORI

E3 SURRISCALDATORE DEL VAPORE

E4 CONDENSATORE

D2 SERBATOIO SEPARATORE CONDENSE

CONTROLLI

FFC CONTROLLO DI PORTATE IN RAPPORTO

PC CONTROLLO DI PRESSIONE

TC CONTROLLI TEMPERATURA

FC CONTROLLO PORTATA

LC CONTROLLI DI LIVELLO

OUESITO:

individuare e descrivere una tecnica analitica adeguata ad analizzare l'estere:

- spettroscopia IR per il prodotto finito;
- gascromatografia con detector a fotometria di fiamma (GC-FID) per sostanze in miscela; per la completa descrizione vedi testi an.chimica strumentale.

SECONDA PARTE:

OUESITO 1:

N.B.: il testo presenta omissioni e/o incongruenze, e manca di richieste di svolgimento; **TESTO ALTERNATIVO:**

Il prodotto grezzo, descritto nella prima parte, arriva all'impianto di stripping con una portata F(fase liquida) = 2.4 kg/s. La concentrazione dell'estere nel grezzo è $\frac{6\%}{100}$ in massa, nella fase organica di testa nello stripping è del 9,9%, nel prodotto di coda è 0,5%. Si consideri trascurabile l'estere presente nel vapore di stripping condensato. Determinare: la portata V di vapore. SOLUZIONE: [e=entrata; u=uscita]

conc xe=0,06; xu=0,005; ye=0; yu=0,099; Fi = 2,4(1-xe)=2,256 Kg/s alimentazione inerte;

CONC. IN RAPPORTO: Xe = x/(1-x) = 0,064; Xu = 0,005; Ye = 0; Yu = y/(1-y) = 0,11;

bilancio di materia: Fi Xe + V Ye = Fi Xu + V Yu; da cui ricavo portata V= 1,21kg/s

SIMILMENTE se: nota condiz.eq. K=Y/X=2,3; Xe=0,064; Xu=0,005; Ye=0; (F/V)op=75% (F/V)max;

risulta: (pinch) Yu*=0,1472;(F/V)op=1,871;Yu=0,11; V=1,21 kg/s; N°stadi=6.

GAS Vπ Gi ٧ Gi LIQ ≯_{Xu}

QUESITO 2:

- principi della catalisi:
 - velocità di reazione e equilibrio meccanismo di azione del catalizzatore fattori e fenomeni che influenzano la catalisi – [vedi documenti a parte]
- processo catalitico ind.le e motivazioni chimico-fisiche di ostacolo al processo termico: vedi cracking catalitico/termico – reforming catalitico/termico – ind.ammoniaca – ind.metanolo -

QUESITO 3:

vedi <mark>testi chimica analitica e strumentale</mark>: principi di tecniche <mark>cromatografiche</mark> – meccanismi di separazione - efficienza -

Tutte le tecniche cromatografiche si basano sulla capacità delle singole specie chimiche contenute nella miscela di ripartirsi in modo differente tra una fase detta "stazionaria", ovvero una sostanza chimica che possiamo considerare virtualmente immobile, ed un media di trasporto differente, costituito da un'altra sostanza chimica che si muove rispetto alla prima ed è pertanto detta "fase mobile".

Un criterio di classificazione dei metodi cromatografici si basa sullo stato fisico della fase mobile utilizzata: quando la fase mobile è un liquido si parla di cromatografia liquida (LC), mentre quando essa è gassosa (solitamente costituita da elio, oppure idrogeno, o più raramente azoto) la tecnica prende il nome di gascromatografia (GC). L'efficienza di un sistema cromatografico e in particolare di una colonna, si quantifica con il cosiddetto numero di piatti teorici (N). Un piatto teorico è la più piccola zona adiacente all'interno della colonna in cui il soluto raggiunge un equilibrio tra fase mobile e stazionaria; sostanzialmente un piatto teorico è la più piccola fetta della colonna in cui due molecole dotate di diverso coefficiente di ripartizione hanno la possibilità di dimostrare diverse velocità di migrazione. Migliore una colonna, minore è l'altezza del piatto teorico (lo 'spessore' della fetta).

QUESITO 4: testo:

Per determinare la concentrazione di fosforo in un campione di detersivo (che ne dovrebbe contenere meno dell'1%) si è scelto il metodo spettrofotometrico nel visibile, al blu di molibdeno. Con il metodo del confronto si sono ottenuti i seguenti risultati sperimentali:

	Standard	Campione
Assorbanza	0,235	0,268
Concentrazione (ppm di P)	1,50	?

calcolare:

- a) la concentrazione di fosforo nella soluzione sottoposta alla misura
- b) la concentrazione nel campione originario sapendo che 2,8650 g di esso sono stati attaccati e si è ottenuto 1,00 L di soluzione. 10,0 mL della soluzione ottenuta sono stati prelevati, trattati con i reagenti opportuni e portati al volume di 100 mL, prima di effettuare la misura di assorbanza
- c) In base al risultato dell'analisi, il campione rientra nei limiti di legge?

Soluzione:

Dati:

ASTD = 0.235 Conc STD = 1.5 ppm

Acamp = 0.268

Sol1: 2,8650 g di detersivo in 1L di H2O

Sol2: 10 ml di Sol1 portati a 100 ml

Svolgimento:

- a) 0,235: 0,268 = 1,5ppm: Xppm \rightarrow Xppm = 1,71ppm = 1,71·10⁻⁶ g/ml b) 2,8650 g/ 1000 ml = 2,865·10⁻³ g/ml (Sol1)

 $2,865 \cdot 10^{-3} \text{ g/ml} * 10 \text{ml} = \text{X g/ml} * 100 \text{ml} \longrightarrow \text{X g/ml} = 2,865 \cdot 10^{-4} \text{ g/ml} \text{ di detersivo}$

c) $2,865 \cdot 10^{-4}$ g/ml: $100 = 1,71 \cdot 10^{-6}$ g/ml: X% \rightarrow X% = 0,597% detersive a norma