

Università degli Studi di Padova – Dipartimento di Ingegneria Industriale  
Corso di Laurea in Ingegneria Chimica e dei Materiali

***Relazione per la prova finale  
Definizione metodo di analisi per determinazione  
contenuto percentuale di carbonio in piastre  
negative utilizzando l' Analizzatore S-C***

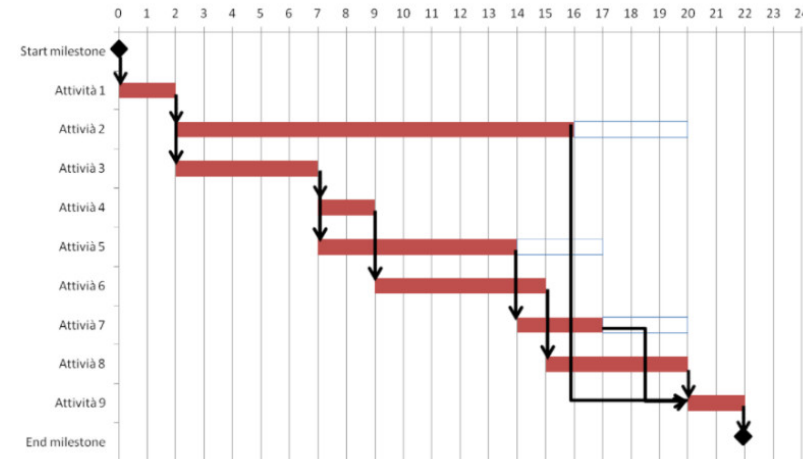
Tutor universitario: Prof. Durante  
Christian

Laureanda: *Pana Sofia*

Padova, 17/11/2022

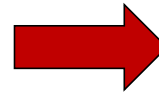
## Organizzazione e pianificazione del lavoro in un laboratorio chimico

- Utilizzo Diagramma di Gantt  
È uno strumento utilizzato per la pianificazione delle diverse attività. L'obiettivo principale è di tracciare la cronologia ed il processo che porta al completamento di un progetto.
- Utilizzo Sistema Documentale Quarta  
È il supporto del Sistema Qualità di un'azienda, consente di gestire, condividere ed archiviare i file.



quarta EVO

Stesura metodo per la determinazione della concentrazione percentuale di carbonio in piastre negative green e formate.



Costruzione retta di taratura dello strumento Analizzatore S-C

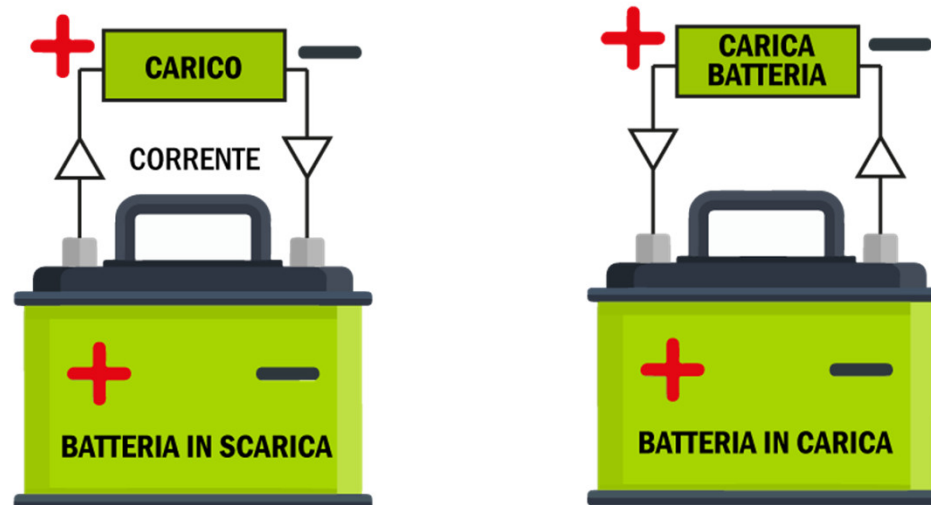
Il lavoro si inquadra in un più grande studio per la valutazione della stabilità degli espansori durante il processo di formazione delle piastre negative.

Gli accumulatori elettrochimici, detti comunemente batterie, sono delle fonti di energia, la quale proviene da reazioni che avvengono al suo interno.

Sono classificati in due categorie: primarie (non ricaricabili) e secondarie (ricaricabili).

Gli accumulatori al piombo acido sono le prime batterie secondarie ad essere state ideate.

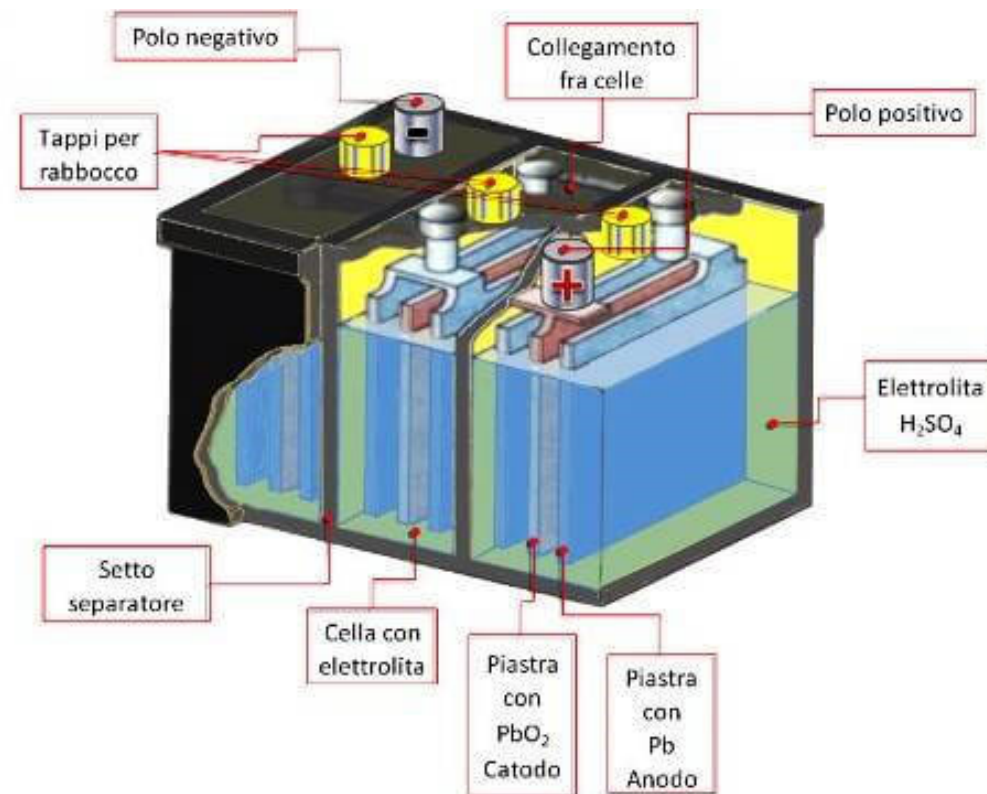
Possono ristabilire la quasi totalità della carica tramite l'applicazione di un'adeguata energia elettrica.



**Unità base:** due elettrodi, uno positivo ed uno negativo, formati da più piastre connesse tra di loro in parallelo e da un elettrolita H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

All'interno della batteria troviamo i separatori che hanno lo scopo di evitare il contatto diretto tra le due piastre.

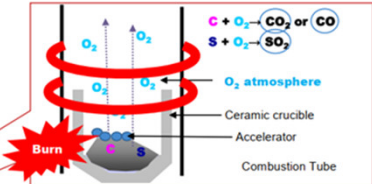
La reazione principale che avviene all'interno della batteria in fase di carica e scarica è la seguente:



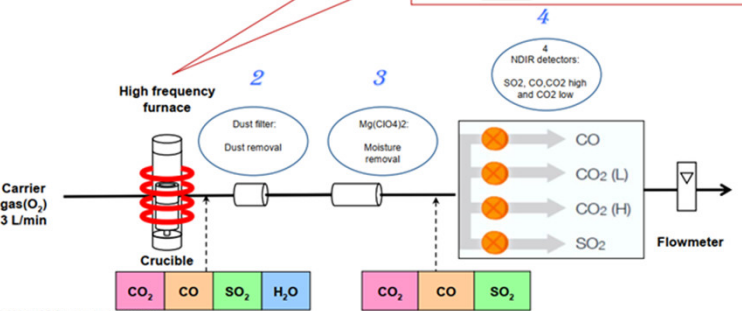
L'analizzatore elementare è un'apparecchiatura che permette di determinare il contenuto di Zolfo (S) e Carbonio (C) in campioni inorganici attraverso la combustione in un forno ad induzione e la successiva analisi dei prodotti di combustione gassosi quali l'anidride carbonica e l'anidride solforosa.

*Principio di funzionamento:*

Product	EMIA-Pro
Grade	Standard
Measurement range	Carbon 1.6ppm(m/m) - 6% (m/m) Sulfur 2.0ppm(m/m) - 1.0%(m/m)
Accuracy on blank	Carbon SD ≤ 0.8ppm Sulfur SD ≤ 1ppm
Accuracy on sample	Carbon SD ≤ 2.0ppm or RSD ≤ 1.0% Sulfur SD ≤ 2.0ppm or RSD ≤ 1.5%



1  
Gas generation:  
CO, CO2, SO2



No gas conversion



I campioni da analizzare con lo strumento devono essere prelevati tramite un campionamento a croce sull'intera piastra e successivamente vengono macinati.

La creazione della retta di taratura prevede l'utilizzo di sei standard preparati a partire da Pb puro al 99% e Carbon Black. Inizialmente, si prepara solo lo STANDARD 1, a concentrazione di CB più elevata, e successivamente lo si diluisce per ottenere gli altri.

STANDARD 1:

- Pb puro (g) → 30,0445 grammi
- Carbon Black → 0,4202 grammi
- % CB → 1,38 %

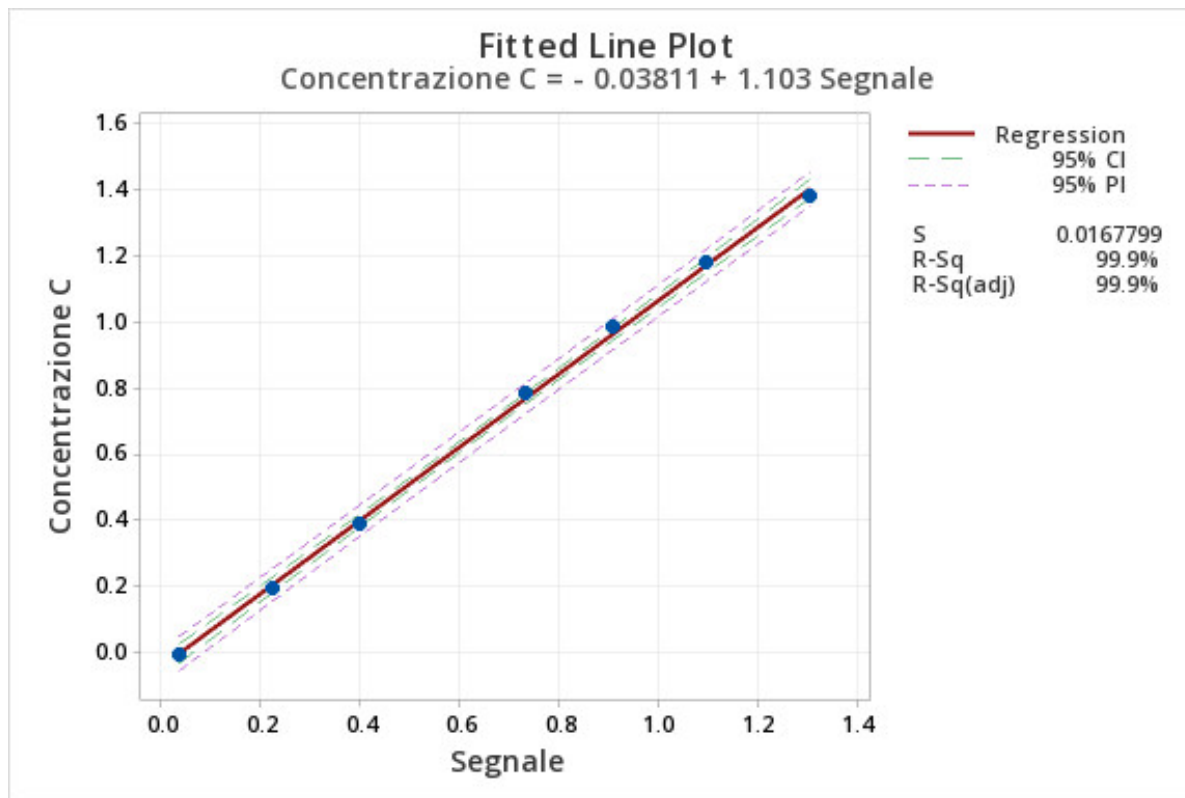
	QUANTITÀ STANDARD 1 (g)	Pb PURO	% CB
STANDARD 2	5,1406 g	0,8599 g	1,182%
STANDARD 3	4,2867 g	1,7114 g	0,986%
STANDARD 4	3,4282 g	2,5749 g	0,788%
STANDARD 5	1,7193 g	4,2836 g	0,395%
STANDARD 6	0,8563 g	5,1446 g	0,197%

Le analisi degli standard effettuate con l'analizzatore vanno ripetute sei volte per ciascun campione (per avere un risultato il più accurato possibile).

Qui di seguito vengono riportate la deviazione standard ed il coefficiente di variazione.

	SEGNALE MEDIO	DEV.STD.	COEFFICIENTE (CV)
STD 1	1,307	0,00977	0,00747
STD 2	1,100	0,0156	0,0142
STD 3	0,911	0,00480	0,00527
STD 4	0,734	0,00454	0,00618
STD 5	0,398	0,0178	0,0447
STD 6	0,223	0,00615	0,0275
BIANCO	0,0349	0,00107	0,0306





Per costruire la retta di taratura si utilizzano i valori di segnale medio dello strumento (x) e concentrazione reale di C (y) per ogni standard, è possibile tramite regressione lineare ottenere una retta di taratura.

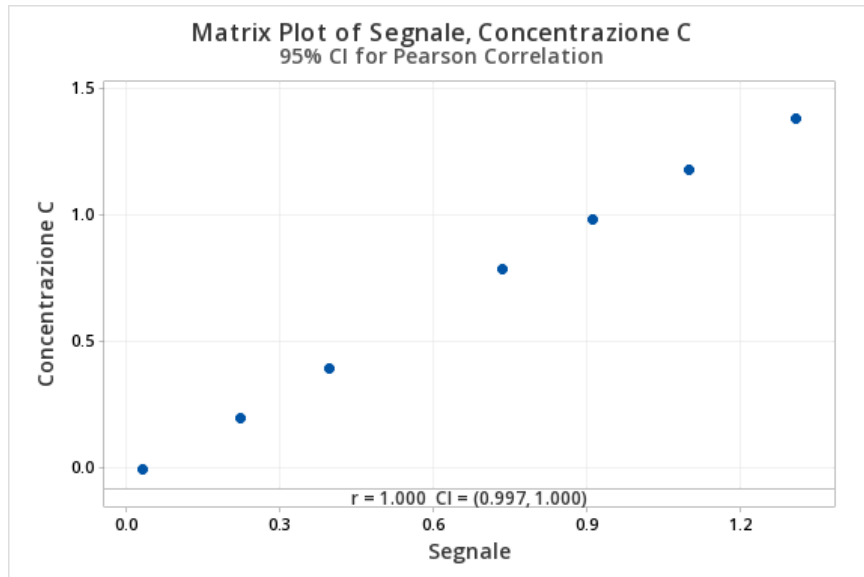
L'equazione ottenuta è:

$$y = - 0,03811 + 1,103 x$$

Nel seguente grafico

CI = Intervallo di confidenza

PI = Intervallo di predizione



Nel primo grafico:

$r \rightarrow 1$

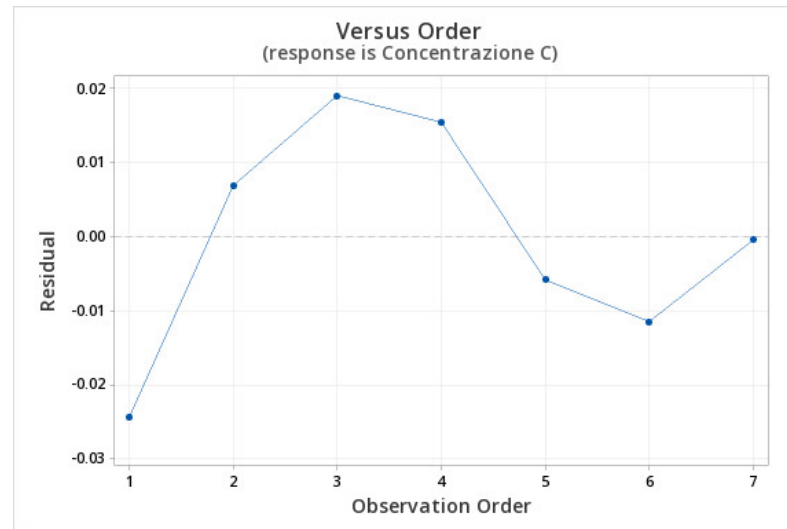
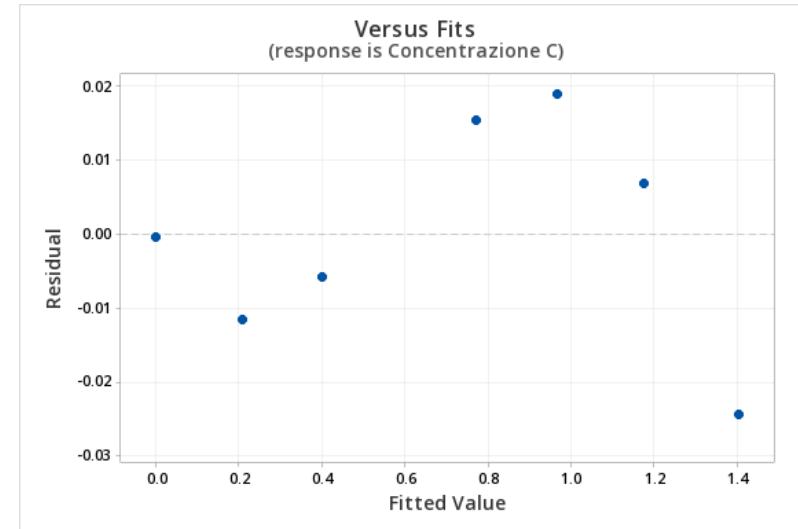
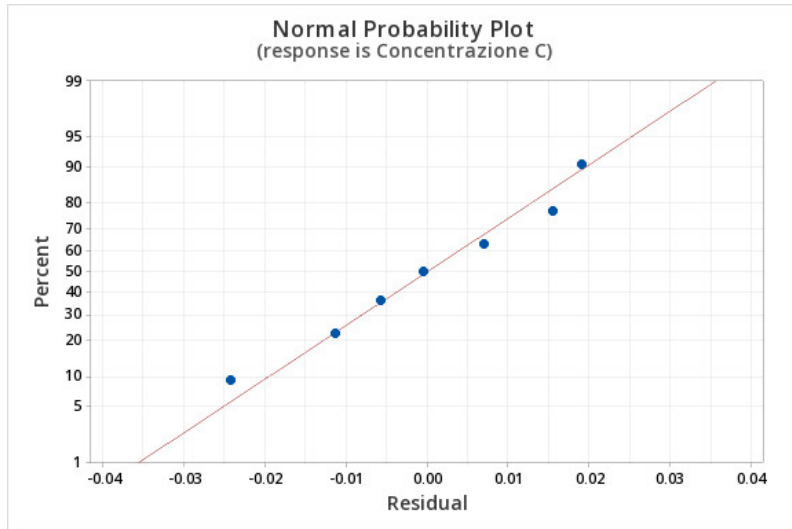
Perfetta relazione lineare tra le due variabili.

S	R-sq	R-sq(adj)
0.0167799	99.91%	99.90%

S  $\rightarrow$  Distanza media alla quale i valori osservati cadono sulla linea di regressione, valore basso  $\rightarrow$  Modello attendibile.

R-Sq  $\rightarrow$  Capacità della variabile esplicativa di prevedere il valore di quella dipendente  $\rightarrow$  Buon modello.

R-sq(adj)  $\rightarrow$  Tiene il conto del numero di termini utilizzati per la creazione della retta.



Source	DF	SS	MS	F	P
Regression	1	1.61840	1.61840	5747.83	0.000
Error	5	0.00141	0.00028		
Total	6	1.61980			

SISTEMA DI IPOTESI

$H_0 : \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_6$

$H_1 : \text{non tutte le medie sono uguali tra loro}$

Dato che  $p\text{-value} < \alpha$  rifiutiamo  $H_0$ .

Sulla base dei dati campionari possiamo affermare che ci sono evidenze statistiche per concludere che, ad un livello di significatività del test  $\alpha = 5\%$ , le medie siano differenti.

Il modello che abbiamo utilizzato si rivela affidabile, quindi attraverso la formula:

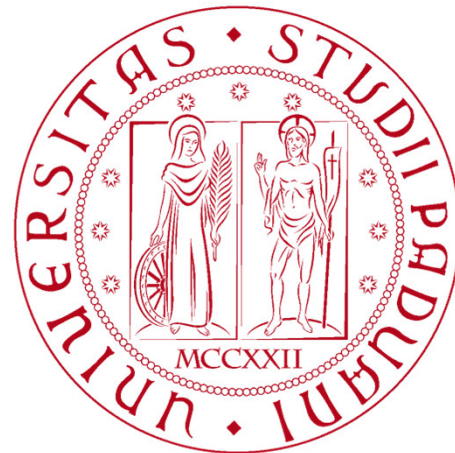
$$y = -0,03811 + 1,103 x$$

è possibile ricavare la quantità di carbonio presente all'interno delle piastre negative avendo il segnale ottenuto dai campioni tramite Analizzatore S-C.

y → Quantità di carbonio

x → Segnale dello strumento

*Grazie per l'attenzione*



UNIVERSITÀ  
DEGLI STUDI  
DI PADOVA