



**CONCORSO PUBBLICO PER TITOLI ED ESAMI PER LA COPERTURA DI N. 1 POSTO DI CATEGORIA D, POSIZIONE ECONOMICA D1, DELL'AREA TECNICA, TECNICO SCIENTIFICA ED ELABORAZIONE DATI, CON CONTRATTO DI LAVORO SUBORDINATO A TEMPO INDETERMINATO E PIENO PER LE ESIGENZE DEL CENTRO DI SERVIZI DI MICROSCOPIA ELETTRONICA E MICROANALISI (M.E.M.A.).
(Indetto con D.D. n. 833 prot. n. 69489 del 9 maggio 2017)**

TRACCE DELLA PRIMA PROVA SCRITTA

Estratto del Verbale n. 2 del 12 settembre 2017

Traccia n. 1

Il candidato/a descriva in modo sintetico i fenomeni di interazione tra fascio di elettroni e materia, con particolare riguardo all'emissione dei raggi X, alla microanalisi mediante emissione di raggi X ed ai fenomeni che possono influire in modo significativo sull'accuratezza e precisione analitica.

Traccia n. 2 (ESTRATTA)

Il candidato/a descriva i principali componenti ed il funzionamento di un microscopio elettronico a scansione e le procedure di preparazione di campioni da sottoporre ad analisi mediante S.E.M..
Discuta inoltre come tali procedure possano influire sul risultato analitico.

Traccia n. 3

Il candidato/a descriva in modo sintetico la problematica relativa all'interazione tra fascio di elettroni e materia, con particolare riguardo alle emissioni di elettroni secondari, retro- diffusi e fotoni ed alle loro applicazioni.



TRACCE DELLA SECONDA PROVA SCRITTA

Estratto del Verbale n. 3 del 13 settembre 2017

(omissis) la Commissione predispone tre tracce che si allegano al presente verbale e ne costituiscono parte integrante (All. 1, 2, 3).

(omissis)

la candidata (...) estrae la busta contenente la traccia n. 3.

f.to IL RESPONSABILE DEL PROCEDIMENTO
dott.ssa Giulia Ferrone

Prova teorico pratica n. 1

1. Una serie di misure effettuate in EMPA-WDS sulla matrice vetrosa di una scoria metallurgica per la determinazione del **contenuto di rame** ha consentito di determinare una concentrazione (C) dello **0.4%** con un valore di velocità di conteggio del picco (R_p) di **452 c/s** per la posizione del picco di Cu-Ka ed un valore di conta del fondo (R_B) di **26 c/s**.

Sapendo che: $LLD = (2\sqrt{2})/m \cdot \sqrt{(R_B/T)}$ e $m = (R_p - R_B)/C$

dove: R_p = velocità di conta del picco (*peak counting rate*) (c/s)

R_B = velocità di conta del fondo (*background counting rate*) (c/s)

C = concentrazione dell' elemento considerato (%)

m = fattore di calibrazione (*counting rate*)(%)

LLD = limite inferiore di rivelabilità (*Lower Limit of Detection*)

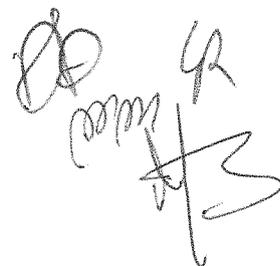
T = tempo di analisi totale

- calcolare il valore di LLD per T = 40s
- illustrare graficamente e commentare la variazione del limite inferiore di rivelabilità (LLD) in funzione del tempo di analisi (T)

2. Un campione di particolato atmosferico raccolto su un filtro è stato portato al microscopio elettronico ai fini della determinazione della quantità e delle caratteristiche morfologiche di fibre di amianto (**crisotilo**) in esso presenti, come rivelato da preliminari indagini XRD. Tali analisi hanno anche segnalato la presenza di altre fasi silicatiche, tra cui **pirosseni a Ca-Fe-Mg** e **clorite**.

Illustrate e giustificate la procedura di analisi che ritenete opportuno impostare per le finalità indicate.

<u>ELENCO DI ALCUNI MINERALI SILICATICI</u>	
Albite	$NaAlSi_3O_8$
Andalusite	Al_2SiO_5
Anortite	$CaAl_2Si_2O_8$
Biotite	$KFe_3AlSi_3O_{10}(OH)_2$
Caolinite	$Al_2Si_2O_5(OH)_4$
Clorite	$Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2 \cdot Mg_3(OH)_6$
Crisotilo	$Mg_3Si_2O_5(OH)_4$
Diopside	$CaMgSi_2O_6$
Enstatite	$Mg_2Si_2O_6$
Forsterite	Mg_2SiO_4
Hedenbergite	$CaFeSi_2O_6$
Muscovite	$KAl_2AlSi_3O_{10}(OH)_2$
Pirofillite	$Al_2Si_4O_{10}(OH)_2$
Piropo	$Mg_3Al_2(SiO_4)_3$
Quarzo	SiO_2
Sanidino	$KAlSi_3O_8$
Talco	$Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$



Prova teorico pratica n. 2

1. Una sezione lucida ottenuta da un campione proveniente da un sito archeologico, opportunamente preparata, è stata portata ad un SEM (dotato di sistema di analisi EDS) per la caratterizzazione delle fasi in essa presenti. L'analisi semi-quantitativa delle cinque fasi distinguibili nell'immagine in elettroni retrodiffusi (Figura 1) ha determinato – per tutte e cinque - la sola presenza di Fe (100% at Fe).

Sapendo che – sulla base di altre informazioni precedentemente ottenute su campioni simili - la scelta delle possibili fasi presenti nel campione è ristretta tra quelle indicate nel riquadro a sinistra della Figura 1, il/la candidato/a **descrive la procedura adottata e individui le fasi presenti nel campione** indicandone la corrispondenza con quelle indicate con i numeri da 1 a 5 in Figura 1.

cementite (FeC_3)
fayalite (Fe_2SiO_4)
Fe metallico
goethite (FeOOH)
hercinite (FeAl_2O_4)
magnetite (Fe_3O_4)
molysite (FeCl_3)
pirite (FeS_2)
szomolnokite ($\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)
tetrataenite (FeNi)
wüstite (FeO)

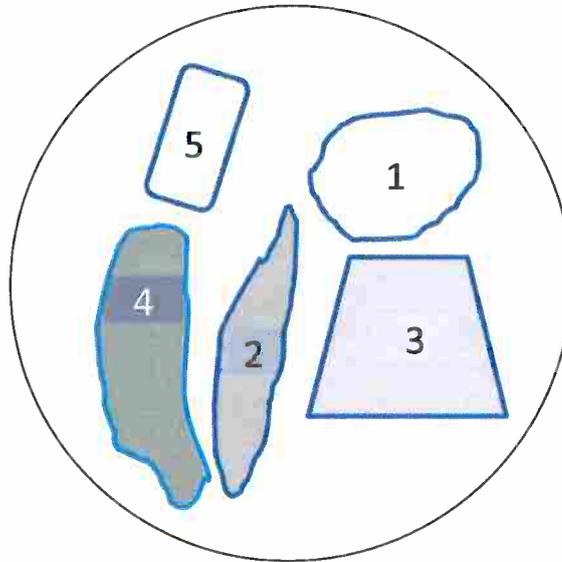


Figura 1. Rappresentazione schematica dell'immagine BSE del campione analizzato. L'habitus delle cinque fasi è rappresentato in modo del tutto casuale.

Handwritten signature and initials.

2. Un campione metallurgico proveniente da un sito preistorico di estrazione del ferro (Figura 2), dopo analisi effettuata al microscopio metallografico, risulta contenere varie fasi (tra cui silicati ed ossidi, oltre ad una matrice vetrosa) formatesi durante il processo metallurgico a partire dai minerali di ferro primari della carica mineraria (v. Figura 2).

L'analisi quantitativa effettuata in microsonda elettronica su alcune di questa fasi (indicate con i numeri da 1 a 4 in Figura 2) ha permesso di ottenere i risultati analitici illustrati in Tabella 1.

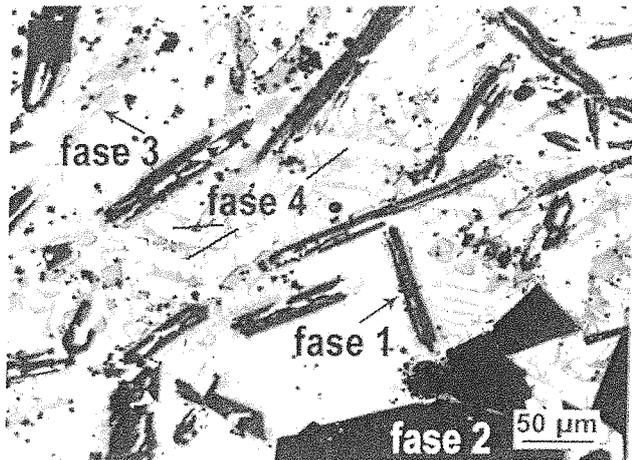


Figura 2

Tabella 1

(%peso)	Fase 1	Fase 2	Fase 3	Fase 4
SiO ₂	30,41	0.0	49,24	36.86
Al ₂ O ₃	0.0	60,7	10,41	13.0
FeO	62,36	34,7	0,06	0.0
MnO	0,58	0,2	0,71	0.0
MgO	5,21	4,3	14,5	8.9
CaO	0.0	0.0	24,3	40.39
Na ₂ O	0.0	0.0	0,0	0.29
tot	98,56	99,9	99,22	99,44

Lista di possibili minerali:

pirite FeS₂
 pirrotina (FeS)
 ortopirosseno (Fe,Mg)₂Si₂O₆
 olivina (Mg,Fe,Mn)₂SiO₄
 hercinite (Fe.Mg.Mn)Al₂O₄
 clinopirosseno (Ca)(Mg,Fe,Al)(Si,Al)₂O₆
 orneblenda Ca₂[Mg₄(Al,Fe)]Si₇AlO₂₂(OH)₂
 melilite (Ca,Na)₂(Mg,Fe,Al,Si)₃O₇
 clorite Mg₃Si₄O₁₀(OH)₂·Mg₃(OH)₆

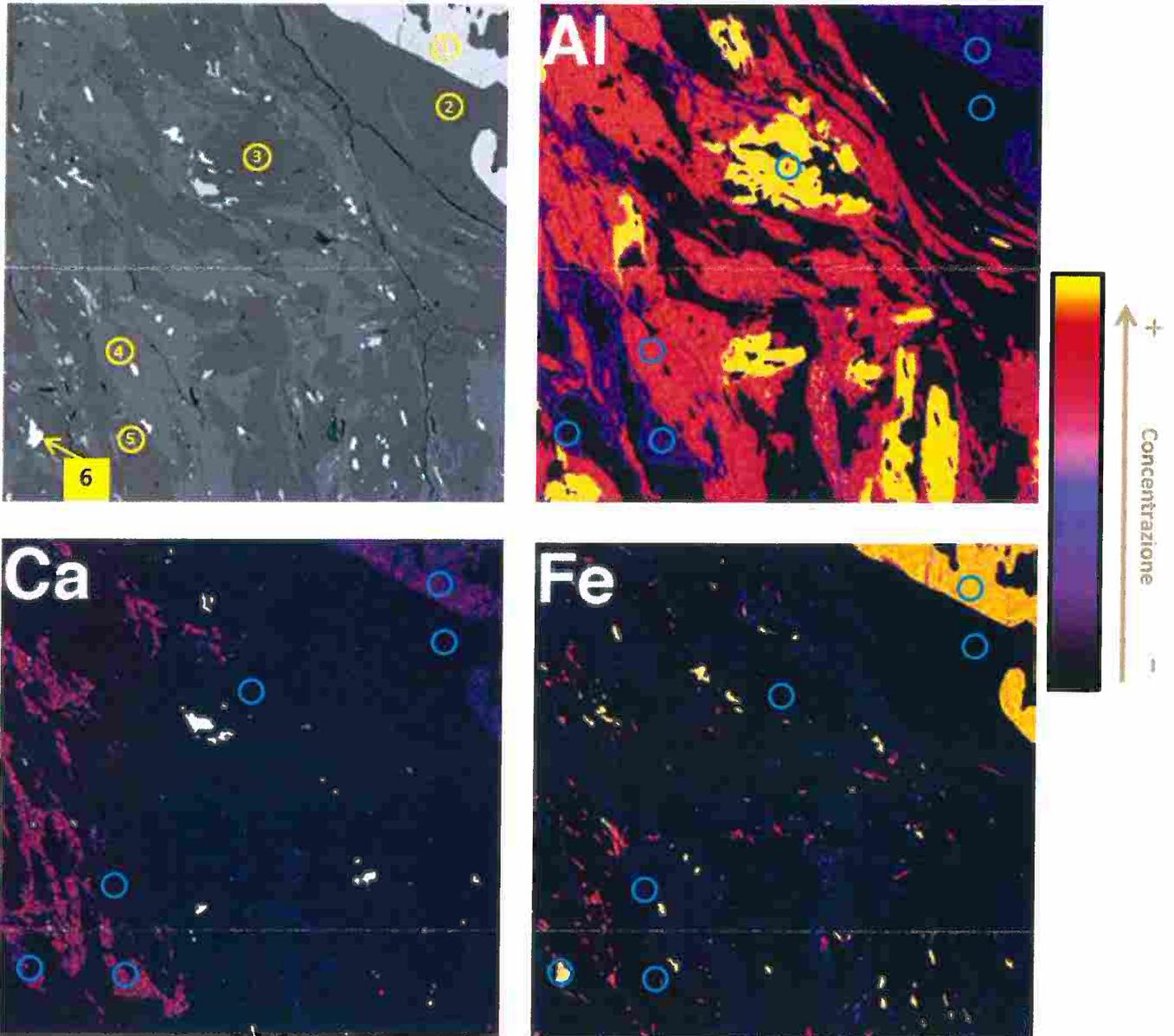
Sapendo che la scelta delle possibili fasi presenti nel campione ricade tra quelle indicate nel riquadro riportato a destra della Tabella 1, il/la candidato/a determini la natura mineralogica delle quattro fasi calcolandone la stechiometria.

[Handwritten signatures and initials]

TRACCIA ESTRATTA

Prova teorico pratica n.3

1. Nella figura sottostante è riportata un'immagine (in alto a sinistra) in elettroni retro-diffusi di un campione di roccia, contenente almeno 6 fasi, contrassegnate con numeri da 1 a 6.



Le 6 fasi sono comprese nel seguente elenco (le formule sono semplificate):

- biotite $\text{KFe}_2\text{Si}_3\text{AlO}_8$	- ankerite $\text{CaFe}(\text{CO}_3)_2$
- calcite CaCO_3	- muscovite $\text{KAl}_2\text{Si}_3\text{AlO}_8$
- cianite Al_2SiO_5	- olivina Fe_2SiO_4
- hedenbergite $\text{CaFeSi}_2\text{O}_6$	- plagioclasio $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$
- ematite Fe_2O_3	- quarzo SiO_2
- granato $\text{Ca}_3\text{AlFe}(\text{SiO}_4)_3$	

Handwritten signatures and initials, including a large '1' and 'GA'.

Il/la candidato/a ricosca le fasi presenti nel campione sulla base delle mappe degli elementi (la scala cromatica delle concentrazioni è riportata sulla destra della figura) ed assegni ai numeri da 1 a 6 - riportati nella figura - la fase mineralogica corrispondente, anche tenendo conto delle relazioni tra i numeri atomici medi (Zm). Il/la candidato/a descriva la procedura adottata.

2. Il/la candidato/a descriva le principali correzioni necessarie per risalire alla composizione di fasi mineralogiche a partire dall' intensità di raggi-X emessi in seguito ai fenomeni di interazione tra fascio di elettroni e materia

Handwritten signature and initials, including a circled 'B' and the number '2'.