



dal mondo dell'industria

L'automazione di processo ha reso possibile l'analisi in continuo di acidi e basi forti attraverso una misura rifrattometrica. Rappresentata in Italia da Tecnova HT, K-Patents ha progressivamente sviluppato questo semplice concetto ottico per affrontare le applicazioni più severe.



MISURA IN LINEA DELLA CONCENTRAZIONE PER LIQUIDI AGGRESSIVI

di Andrea
Giovane



Ogni giorno vengono manipolate diverse migliaia di tonnellate di acidi e basi da parte dei soggetti industriali più eterogenei: industria chimica in genere, impianti di raffinazione, produttori di semiconduttori o di batterie per automotive ...

In tutti questi casi sia per il costo della materia prima sia per le specifiche sempre più stringenti dei prodotti vengono compiute giornalmente centinaia di analisi accurate nei laboratori aziendali prelevando ad intervalli prestabiliti un campione della soluzione e restituendo al responsabile di produzione l'informazione circa la concentrazione.

Va da sé che molto spesso la precisione dell'analisi off-line non si sposa con l'immediatezza della tradizionale automazione da campo. Inoltre il trasferimento, l'analisi e lo smaltimento di soluzioni aggressive rappresenta spesso una fonte potenziale di pericolo oltre che di costi "occulti".

Pertanto sono state sviluppate diverse soluzioni strumentali che operando in linea riescono a calcolare la concentrazione direttamente o indirettamente lasciando al responsabile di laboratorio solo l'onere di controlli spot per verificare la bontà del risultato.

Tra i vari principi di misura disponibili, quello rifrattometrico si sta imponendo nel mercato italiano perché alla misura accurata e diretta della concentrazione si accompagna un'ampia scelta di materiali idonei per servizi fortemente acidi o basici.

Il concetto di *indice di rifrazione* (n_D) è spiegabile con un semplice esperimento: mettendo una matita in un bicchiere d'acqua essa sembra piegata e l'angolo tra il segmento di matita sommerso e quello all'aria dipende esclusivamente dalla concentrazione della soluzione. Infatti anche in presenza di bolle o di particolato solido fluttuante, l'angolo non cambia.

LA MISURA DELL'ANGOLO CRITICO

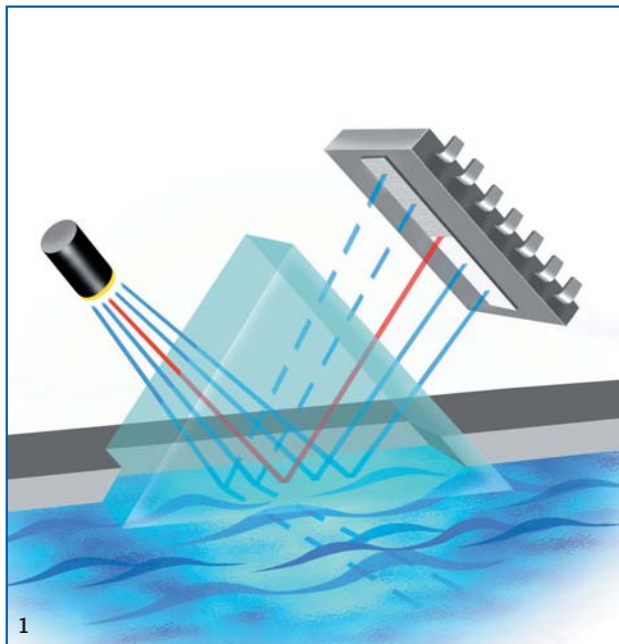
Questo concetto ottico è stato sviluppato tecnicamente da K-Patents in tre componenti: una sorgente di luce, un prisma ed un sensore ottico. I raggi di luce passano per il prisma a contatto con il processo e parte di essi vengono riflessi sul sensore: in particolare i raggi con un angolo più acuto sono totalmente riflessi.

L'angolo dal quale comincia questa riflessione totale è chiamato *angolo critico* e determina la linea di confine fra l'area scura (rifles-





dal mondo dell'industria



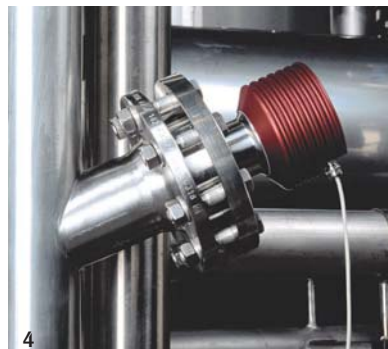
1



2



3



4

- 1 - Visualizzazione dell'angolo critico
- 2 - Il modello PR-23-MS in sezione
- 3 - Due rifrattometri PR-23-W/M di K-Patents
- 4 - Il modello PR-23 in versione ATEX

sione totale) e quella chiara (riflessione parziale). Pertanto la concentrazione della soluzione non è null'altro che la posizione della linea di confine: con soluzioni molto concentrate l'area scura sarà predominante rispetto a quella chiara e viceversa. Il sensore ottico tipo CCD è composto da una serie di microfotocelle che convertono direttamente la posizione della linea in un valore numerico, realizzando così una misura di concentrazione puramente digitale non affetta quindi da alcuna deriva strumentale.

In pratica la posizione della linea di confine rappresenta il punto di flesso della funzione matematica su un grafico che presenta come asse delle ascisse tutto il range completo dell'indice di rifrazione n_D da 1,31 a 1,54 corrispondente allo 0 ÷ 100 % della concentrazione. È adesso intuibile perché la presenza di bolle o di solidi sospesi non influisca la misura del rifrattometro: i raggi malamente riflessi

dal corpuscolo estraneo cadono nell'area scura e non modificano minimamente la posizione della linea e quindi il valore di n_D .

L'INFLUENZA DELLA TEMPERATURA E DELLE VIBRAZIONI

La misura dell'indice di rifrazione, cioè della concentrazione, è fortemente dipendente dalla temperatura: un errore di $\approx 10^\circ\text{C}$ potrebbe provocare un'impresione dell'1 - 1.5% dello strumento. Pertanto per ogni strumento si è prevista una Pt1000 integrata nella sonda e un algoritmo di compensazione dedicato ad ogni applicazione.

Si noti infatti che la relazione fra la temperatura e la concentrazione è non-lineare e varia da concentrazione a concentrazione. Dal punto di vista matematico la compensazione viene calcolata dal microprocessore attraverso le soluzioni di una funzione polinomiale di terzo grado: ne consegue

che lo strumento non può essere semplicemente calibrato in fabbrica alla futura temperatura di processo, ma necessita di una reale compensazione di tipo dinamico.

Inoltre, nelle applicazioni quotidiane in campo, la presenza di vibrazioni indotte dal moto del fluido in pressione o dalle palette di un agitatore o peggio dalla presenza del fenomeno della cavitazione, potrebbero perturbare continuamente la misura in linea andandone ad inficiare la ripetibilità nel tempo: K-Patents ha brevettato il sistema CORE-Optics® per cui il led luminoso, il prisma, il sensore CCD e quello della temperatura sono rigidamente collegati come un corpo unico, che compie delle micro oscillazioni assiali all'interno del corpo della sonda, compensando le vibrazioni del piping.

MISURA IN PRESENZA DI ACIDI E BASI FORTI

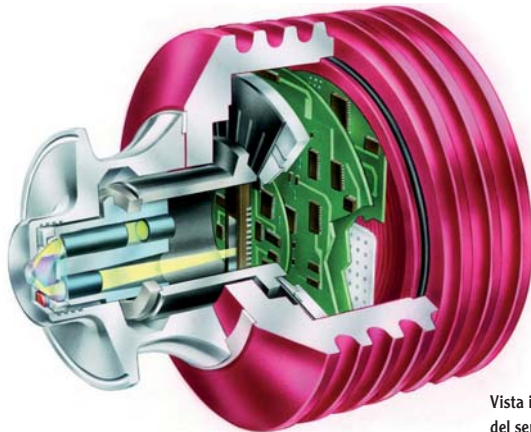
L'ambiente aggressivo causato dalla presenza di





1 - Il modello PR-23-M su riciclo di HCl

2 - Un operatore in camera sterile controlla in campo il PR-23-MS



Vista in sezione del sensore

acidi e basi forti rappresenta un'ulteriore sfida tecnologica brillantemente risolta dalla serie PR-23-W/MMS che è stata progettata con materiali idonei a queste applicazioni gravose: ad esempio il modello W presenta lo strumento flangiato ad un corpo valvola Saunders in ghisa grafitata con un rivestimento interno in fluoropolimero che conferisce alle parti bagnate un'estrema resistenza alla corrosione mentre il sensore stesso è costruito in Teflon® PTFE, Spinel ($MgAl_2O_4$) e zaffiro (Al_2O_3). Una tipica applicazione risolta è il caricamento di H_2SO_4 a densità controllata nelle batterie per automobili e camion: questa produzione in continuo prevede un nastro trasportatore che trascina gruppi di batterie sotto i beccucci di riempimento. L'acido viene continuamente riciclato da una pompa e deve presentare una densità costante di circa 1490 g/l: lo strumento precedentemente installato offriva una misura falsata e poco ripetibile dovuta alla turbolenza con presenza di bolle non permettendo una produzione a specifica. L'installazione di un PR-23-W ha permesso di otte-

tere una misura di concentrazione di H_2SO_4 assolutamente stabile: la stessa elettronica li converte nel valore di densità che permette al DCS di strozzare la valvola di make-up.

MISURA IN CONTINUO NEL RICICLO DI HCL

Per linee di processo con diametri piccoli, il modello PR-23-M comprende una cella di flusso totalmente in materiali speciali quali Teflon®, Kynar®, Kalrez, Spinel, mentre l'housing esterno è in AISI 316L per resistere alle eventuali microperdite dal processo di sostanze acide.

Questa soluzione è stata scelta da un cliente che raccoglieva acido cloridrico come sottoprodotto da diversi punti dell'impianto, sempre a concentrazione variabile, per poi poterlo rivenderlo a una concentrazione, secondo specifica, pari al 32%. Originariamente sul riciclo del serbatoio era installato uno strumento che non permetteva un efficace controllo in quanto condizionato dal fenomeno dell'emulsione dovuta alla diluizione dell'HCl: il prodotto ottenuto presentava a volte una concen-

trazione inferiore a quella richiesta con conseguenti reclami da parte degli utilizzatori. Dopo il consueto studio di fattibilità è stato installato un modello PR-23-M, che, non essendo condizionato da bolle o addensamenti, permette ora di ottenere un acido sempre a specifica.

APPLICAZIONI NELL'INDUSTRIA DEI SEMICONDUTTORI

Sicuramente il processo di produzione semiconduttori e similari è estremamente esigente, in quanto l'accuratezza richiesta durante le fasi di lavorazioni particolari come il *wet etching* è correlata alla quantità dei circuiti stampati ed del loro costo di produzione: il nuovo modello PR-23-MS è stato progettato solo per questo segmento industriale specifico.

Ad esempio, l'etching è utilizzato per ripulire la superficie dei wafers da residui metallici o di silicio e la sua efficacia è funzione sia della temperatura del bagno che della soluzione chimica impiegata, magari KOH, la cui concentrazione deve essere monitorata continuamente.

Siccome lo stesso bagno è utilizzato da diversi wafers, il silicio è rilasciato continuamente nella soluzione la quale diventa terziaria (con tre componenti): K-Patents ha brevettato l'algoritmo per compensare l'influenza del silicio disciolto nella misura della concentrazione dell'idrossido di potassio. Questi processi industriali possono avvenire in aree segregate chiamate "camere bianche", dove l'oscillazione dei parametri ambientali come temperatura o umidità deve essere minima e soprattutto non ci sia possibilità alcuna di inquinamento da parte del raw material, dei macchinari o dei tecnici presenti: l'assenza di contaminazione da parte di eventuali parti metalliche è garantita dalla cella di flusso integrata con il PR-23-MS, costruita totalmente in materiale inerte come il PTFE (Teflon®) o il PVDF (Kynar®) e dalla custodia esterna in materiale plastico.

www.guidachimica.it - www.tecnologiaindustriale.it