

In anteprima per i lettori di ICP presentiamo il nuovo trasmettitore di concentrazione a principio rifrattometrico serie PR-33 di K-Patents.

# TECNOVA HT Analisi e trasmissione digitale della concentrazione in fase liquida



DI ANDREA GIOVANE

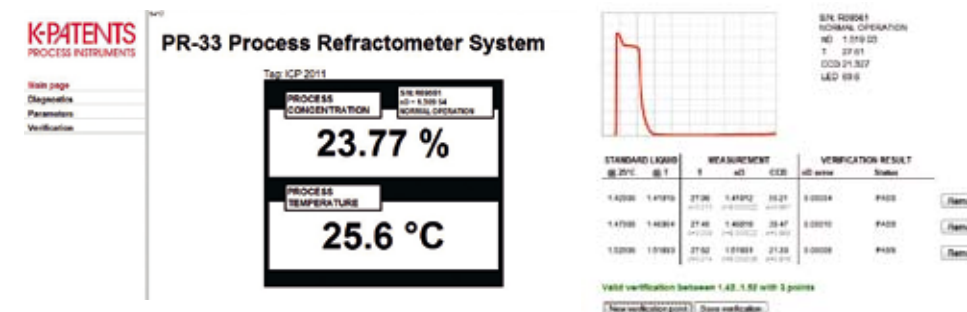
MARKETING MANAGER, TECNOVA HT

A CORONAMENTO DI 30 ANNI spesi nella Ricerca e Sviluppo, K-Patents, Finlandia, ha lanciato la nuova piattaforma digitale serie PR-33, che ha permesso la progettazione e costruzione di un vero e proprio analizzatore di concentrazione in miniatura che, pur mantenendo le notevoli prestazioni delle serie PR-23 AC/GP/WM, è installabile come un comune trasmettitore di pressione differenziale direttamente in linea, senza elettronica remota. Questo strumento ha un range di misura  $0 \pm 100$  Brix e offre un segnale  $4-20$  mA proporzionale alla concentrazione compensato dinamicamente in temperatura. In particolare, l'accuratezza dello strumento ( $nD \pm 0.0002$ ) e la sua ripetibilità ( $nD \pm 0.0001$ ) sono garantite su tutto il range reale di misura.

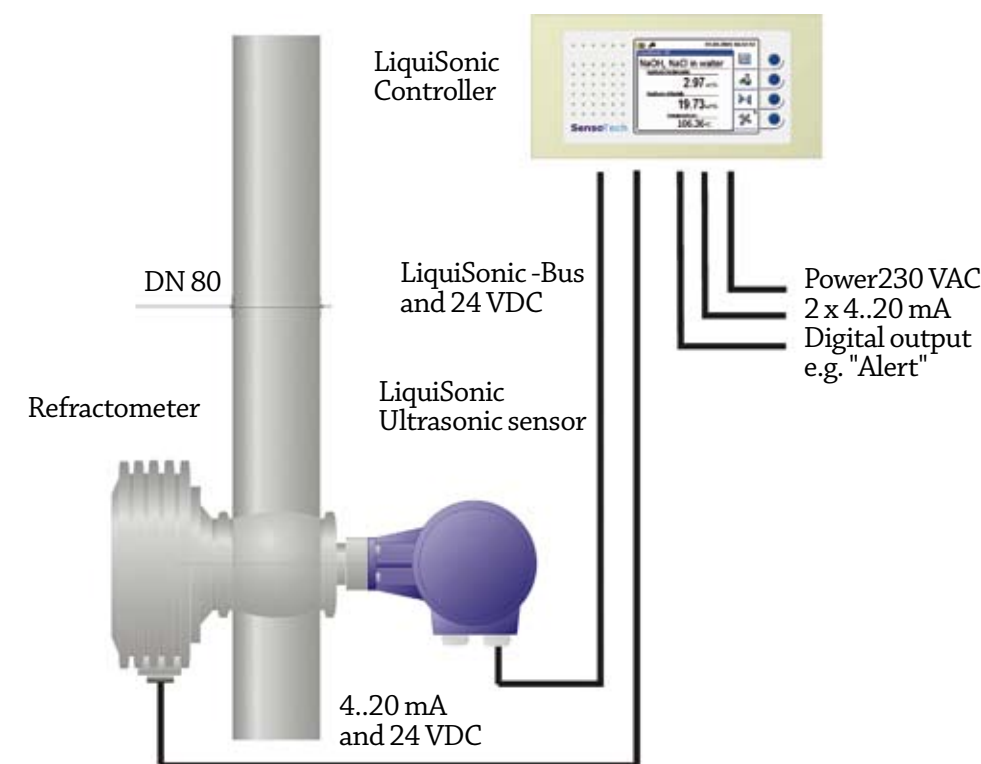
L'installazione nel processo è stata resa veramente agevole, grazie all'attacco di tipo sanitario da  $2 \frac{1}{2}$ ", completabile anche con una flow cell, o con connessione Varivent®. La serie P-33 è approvata 3-A e EHEDG per uso alimentare o farmaceutico ed è idonea a tutte le procedure di lavaggio o sterilizzazione tipo CIP o SIP.

Validazione e controllo via Ethernet. Il protocollo UDP/IP viene utilizzato dalla connessione Ethernet integrata per evitare modifiche costose al sistema per evitare modifiche costose al sistema di controllo in campo. Senza l'uso di software proprietari, ma attraverso un comune browser multivendor si effettua la lettura in tempo reale della concen-

trazione, il downloading dei dati, la configurazione dello strumento, nonché la sua verifica e validazione. In particolare, proprio la verifica secondo le ISO 9000 ha sempre rappresentato la croce per tutti i responsabili della qualità, in quanto il più delle volte comporta la segregazione dell'analizzatore



GESTIONE VIA ETHERNET del PR-33-AC; validazione secondo le norme ISO ethernet



SCHEMA installazione sensore ultrasonico e rifrattometrico

dal processo e magari una sua ricalibrazione presso la Casa Madre estera. K-Patents ha focalizzato i propri sforzi in questa direzione creando una procedura molto semplice per l'utilizzatore, ma anche rigorosa e ripetibile per il sensore. Il processo di validazione avviene attraverso il browser installato sul PC connesso con il PR-33 e utilizza dei liquidi campione con indice di rifrazione dato, solitamente almeno di 3 valori diversi. La temperatura di riferimento per la validazione dovrebbe essere a  $25^{\circ}\text{C}$ ,

ma grazie alla compensazione dinamica della medesima è possibile effettuare i tests tra i  $20$  e  $30^{\circ}\text{C}$  ambientali senza azioni ulteriori. L'operatore depone sulla superficie dell'ottica qualche goccia di liquido certificato e grazie al sample holder viene eliminata l'interferenza della luce ambientale. Osservando l'immagine ottica è immediatamente intuibile se la quantità di liquido sia o meno sufficiente, evitando quindi sprechi inutili. Cliccando sul tasto "New verification point", la barra progressiva di colore



via castellazzo 29  
20100 Pregnana Milanese (MI)  
tel.: 02 33910551  
fax: 02 33910563  
e-mail: info@tecnovaht.it  
web site: www.tecnovaht.it



rosso offre un feedback immediato ed al termine del loop enuncia se il test è passato o se è sia stato fallito. I punti verificati vengono memorizzati mentre i punti non verificati possono essere rimossi a scelta. Una volta completata la serie dei tests, è possibile salvarla e crearne un report esaustivo anche su supporto cartaceo per archiviazione. Si noti che essendo connesso con la LAN aziendale è possibile interagire con il P-33 anche da sedi diverse o magari da un centro ricerca.

### Case History #1: analisi multiparametrica in continuo nei birrifici

Oltre ai consueti misuratori a parametro singolo come la torbidità, il grado plato e il colore, il birrificio è una classica unità di processo che, pur avendo una tipologia di produzione tradizionale e conservatrice, ha già implementato raffinate soluzioni di automazione, permettendo al Mastro Birraio di garantire la qualità del proprio lavoro e soprattutto di ripeterla tutte le volte che spilliamo la nostra birra preferita. Grazie all'analisi del PR-33-AC integrabile nella serie Liquisonic® Plato 40 di Sensotech Gmb H, Germania, è possibile visualizzare in tempo reale i 4 principali indicatori della qualità della bevanda: contenuto di estratto [W%], contenuto alcolico [Vol%], grado Plato [°P], temperatura [°C].



LA SERIE P-33S perfettamente integrata in uno skid di lavaggio

La sensoristica sia a principio rifrattometrico sia ultrasonico è direttamente montata in linea senza nessun tipo di bypass, prelievo o sistema di condizionamento del campione.

La possibilità di effettuare il CIP senza metter mano a valvole o dreni e l'assenza di parti in movimento usurabili rende questo sistema totalmente invisibile al manutentore in campo oltreché totalmente igienico. Quest'applicazione solitamente in linea può essere declinata anche come analisi spot di una singola bottiglia o fusto campionato casualmente.

Il guscio in acciaio, il peso ridotto a 1.7 kg e le dimensioni minime 110 x 77.5 Ø mm, lo rendono adatto anche ad installazioni su skid o macchine estremamente compatte integrandosi anche nei budget più aggressivi.

### Case History #2: verifica delle specifiche di sottoprodotti da discarica per RSU

Anche se la termovalorizzazione sta facendo passi da gigante, la soluzione della discarica dei rifiuti solidi urbani, per la sua (apparente) semplicità, in Italia riscuote ancora grande successo, ma pochi sanno che da questi immensi



## LA RIFRATTOMETRIA IN PILLOLE

### COSA È PRATICAMENTE L'INDICE DI RIFRAZIONE?

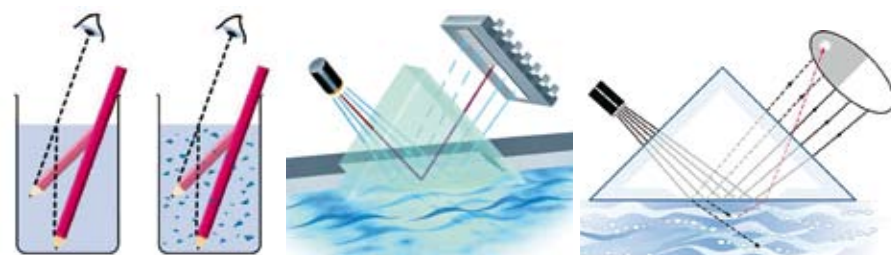
Il concetto di indice di rifrazione ( $nD$ ) è spiegabile con un semplice esperimento: mettendo una matita in un bicchiere d'acqua essa sembra piegata e l'angolo tra il segmento di matita sommerso e quello all'aria dipende esclusivamente dalla concentrazione della soluzione. Infatti anche in presenza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

### COME SI APPLICA QUESTO FENOMENO A UNO STRUMENTO REALE?

Questo concetto ottico è stato sviluppato tecnicamente da K-Patents in tre componenti: una sorgente di luce, un prisma e 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 (riflessione 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.

### COME FUNZIONA REALMENTE IL SENSORE OTTICO?

Il sensore ottico tipo CCD è composto da una serie di microfotocellule 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 di  $nD$  da 1.31 a 1.54, corrispondente allo 0 ÷ 100 % della concentrazione.



DA SINISTRA: schema del fenomeno della rifrazione; principio di misura di un rifrattometro; il PA-33 non è influenzato da bolle o solidi sospesi

### GLI ANALIZZATORI SONO TUTTI INFLUENZATI DA COLORE, BOLLE O SOLIDI. PERCHÉ IL RIFRATTOMETRO NO?

È adesso intuibile perché la presenza di bolle o di solidi sospesi non influisce la misura del rifrattometro: i raggi malamente riflessi dal corpuscolo estraneo o dalla bolla cadono nell'area scura e non modificando minimamente la posizione geometrica della linea di confine tra area chiara e area scura non alterano il valore dell'indice di rifrazione. Invece, il rifrattometro non è idoneo per la misura dei solidi sospesi: non li vede.

### LA MISURA DEL RIFRATTOMETRO È CONDIZIONATA DALLA TEMPERATURA?

Certamente. 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'imprecisione dell'1 - 1.5% dello strumento. Pertanto, si è prevista una Pt1000 integrata nella sonda per misurare la temperatura della superficie bagnata.

### TUTTI GLI STRUMENTI CHE UTILIZZANO OTTICHE TIPO FOTOCAMERE O VIDEOCAMERE HANNO DEI DISPOSITIVI CHE MITIGANO LE VIBRAZIONI DOVUTE AL TREMOLIO DELLA MANO. E IL RIFRATTOMETRO?

Nelle applicazioni 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 può compiere delle micro-oscillazioni assiali, all'interno del corpo del sensore, compensando le vibrazioni del piping.

### IL RIFRATTOMETRO SOSTITUISCE UNO SPETTROFOTOMETRO?

Absolutamente no. Sono strumenti di analisi totalmente diversi, anche se entrambi analizzano magari una fase liquida. In generale un rifrattometro nell'analisi ragiona in termini percentuali, mentre con analisi spettrofotometriche leggo anche parti per milione. Inoltre l'indice di rifrazione è un parametro "cumulativo" della miscela liquida, cioè se sono al cospetto di una soluzione ternaria potrebbe accadere che, pur variando la composizione di ogni singolo componente, l'indice di rifrazione rimanga comunque costante. Nello spettrofotometro, invece, queste variazioni molteplici e continue vengono correttamente individuate.

### COSA SI INTENDE PER RAPPRESENTATIVITÀ DELL'ANALISI? NON BASTA L'ACCURATEZZA?

Ogni analizzatore va inteso come un occhio nel processo, cioè osserva il fenomeno (torbidità, colore, Brix) che sta accadendo in un dato istante e nell'intorno del sensore: questo volume ristretto potrebbe avere delle caratteristiche chimico-fisiche diverse dal mainstream e magari il tecnico di laboratorio potrebbe prelevare un campione da un punto della linea con caratteristiche non omogenee rispetto al sensore. Il know-how del partner tecnico del cliente è nella scelta oculata di un bypass piuttosto che la scelta di un bocchello specifico in un reattore di sintesi. Il moto del fluido è turbolento? L'installazione sarà su un tratto verticale? C'è la possibilità di presenze di bolle o di una fase gas?

### IL RIFRATTOMETRO ANALIZZA TRAMITE UN'OTTICA. NON CI SONO PROBLEMI DI SPORCAMENTO?

Il fattore di sporcamiento in seno al processo va sempre soppesato insieme al cliente. L'ottica in realtà non protrude dalla parte metallica a contatto con il liquido; pertanto non offre punti preferenziali dove lo sporco, il grasso o un polimero si potrebbe attaccare. Giova ricordare che secondo le leggi dell'ottica, implementate nella rifrattometria, il raggio di luce non deve attraversare il liquido, ma semplicemente venire parzialmente riflesso all'interno dell'ottica medesima dal primo straterello di fluido. Ecco perché nei rifrattometri K-Patents di ultima generazione non ha senso parlare di "cammino ottico" o di espressioni simili. In aggiunta a questa configurazione è raccomandabile installare il sensore in curva. Come extrema ratio è comunque possibile equipaggiare il sensore in linea di un micro-nozzle che permette una purga a base di acqua o vapore o solvente, sempre temporizzabile dal microprocessore.



SPACCATO del sensore PA-33AC; in evidenza, il sistema CORE-optics®



INSTALLAZIONE PA-33 per misura di solfato di ammonio in discarica

depositi di materiale giudicato inutile è possibile ottenere degli interessanti sottoprodotti, come ad esempio il biogas ed il solfato di ammonio. In particolare, il secondo viene ottenuto dal percolato, un liquido che proviene dall'infiltrazione di acqua nell'insieme dei rifiuti, estremamente ricco di inquinanti sia organici che inorganici, come l'ammoniaca.

Dopo la sua raccolta, esso subisce diversi stadi di trattamento successivi quali l'aggiunta di calce e soda, di cloruro ferroso e solfuri, nonché una sedimentazione per eliminarne i solidi sospesi prima del loro ingresso nella colonna di strippaggio. Qui il processo viene strippato controcorrente dal vapore e dalla testa della colonna stessa i vapori ammoniacali si spostano nella sezione



LA COMPATTEZZA del sensore è fondamentale nella produzione di semiconduttori

di cristallizzazione, dove l'aggiunta di acido solforico concentrato produce il sale di ammonio.

La concentrazione del sale richiesta dal cliente è 30,8% : se il solfato non fosse a specifica, il loop di controllo dovrebbe provvedere a riciclarlo automaticamente. La presenza di fluidi estremamente aggressivi, l'importanza di operare in ambiente non presidiato e la necessità di una misura digitale senza deriva ha indotto il gestore della discarica a considerare la serie PR-33 con cella integrata completamente in Teflon®: nella fotografia di pagina 9 è evidenziata la rigorosa semplicità dell'installazione in campo.

### Case History #3: ottimizzazione della produzione di brodo animale

Come nella miglior tradizione della cucina italiana alla base di tutto c'è il brodo fatto sia con ingredienti freschi sia con "scarti" recuperati: nella preparazione del cibo in scatola per i nostri amici animali il concetto è lo stesso e la produzione del brodo avviene partendo da tonnellate di carne o pesce attraverso un ciclo in continuo ed estremamente controllato per evitare proliferazioni batteriche di sorta. La concentrazione del brodo liquido è un parametro essenziale e viene controllato periodicamente in laboratorio attraverso analisi

standard come la titolazione eseguita in circa mezz'ora e coadiuvata da analisi eseguite sistematicamente ogni ora da parte dei tecnici presenti attraverso un classico rifrattometro portatile.

Questo in teoria. In pratica, le mille emergenze da gestire giornalmente in impianto rendevano questa analisi non ripetibile ed il più delle volte il monitoraggio della qualità del prodotto veniva dimenticato con conseguente insoddisfazione da parte dei clienti finali o quanto meno con necessarie rilavorazioni costose del prodotto stesso.

È stato installato quindi un rifrattometro di K-Patents per gestire il valore obiettivo tra 50 e 60 Brix, completo di connessione Ethernet per riportare direttamente al Responsabile Qualità l'andamento della produzione senza investire ulteriormente in costosi collegamenti e modifiche sui sinottici del DCS. È stata inoltre preventivamente considerata l'installazione futura di una purga con vapore direttamente all'interno del sensore bagnato necessaria se il processo si fosse dimostrato più appiccicoso dello standard.

### Case History #4: monitoraggio in continuo della qualità nell'industria dei semiconduttori

I circuiti integrati, presenti in qualsiasi manufatto elettronico, sono prodotti in serie di milioni di pezzi con un processo di fabbricazione che presenta caratteristiche uniche per pulizia, precisione, costo intrinseco e compattezza dei macchinari.

Tipicamente si parte da un wafer fatto di un materiale semiconduttore, popolarmente il silicio, ma anche arseniuro di gallio o simili, e attraverso diverse fasi basate su processi "fotografici" e chimici, viene sottratto dal wafer il materiale non inerente al circuito da produrre.

Questa sottrazione viene attuata con processi meccanici e/o chimici: un errore in queste fasi significa compromettere la qualità di tutto il batch prodotto. I "big players" del mercato hanno individuato diversi punti critici

## il partner italiano

gli analizzatori di processo K-PATENTS OY (finlandia) e SENSOTECH GMBH (germania) sono distribuiti sul territorio italiano da TECNOVA HT ([www.tecnovaht.it](http://www.tecnovaht.it)), oltre allo studio di fattibilità tecnico/commerciale, TECNOVA HT si occupa anche dell'installazione e messa in servizio dell'intera gamma degli analizzatori con la consociata TECNOVA SERVICE.

dove è necessario garantire il risultato della produzione:

- il controllo della qualità in continuo di tutti i composti chimici aggressivi utilizzati nei vari skids presenti in impianto come HF o H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>;
- il controllo della progressiva erosione del Silicio come funzione della concentrazione di KOH nel bagno;
- il controllo della procedura di pulizia/sgrassaggio post-etching misurando la frazione acquosa della miscela con EKC™.

Attraverso i requisiti del cliente, grazie all'impegno del dipartimento R&D di K-Patents e dopo aver superato i più severi tests in campo, la serie P-33 è stata totalmente customizzata con un sensore completamente in Teflon®, il cavo Ethernet in FEP (etilene propilene fluorinato) completo di PoE (Power over Ethernet) per il segnale di uscita, la gestione remota del sensore e la sua alimentazione.

Oltre all'estrema compattezza e alla costruzione meccanica priva di ogni potenziale inquinante per il delicato processo produttivo, il rifrattometro è stato preferito rispetto ad altre tecnologie di analisi in virtù della accuratezza dell'indice di rifrazione che permette un facile distinguo fra le varie soluzioni aggressive.