

di Angelo Chianese
Dipartimento di Ingegneria chimica, Materiali,
Materie prime e Metallurgia -
Università di Roma "La Sapienza".
chianese@ingchim.ing.uniroma1.it



STRUMENTI DI MISURA DELLE CARATTERISTICHE GRANULOMETRICHE DI CRISTALLI

Parte seconda: misura della quantità di fini dalla torbidità di una sospensione

In questo lavoro vengono esaminate le tecniche di misura della distribuzione granulometrica di cristalli presenti in un cristallizzatore industriale.

Nella prima parte del lavoro sono stati presentati gli strumenti in linea ed in situ da utilizzare per il monitoraggio ed il controllo dei cristallizzatori industriali. In questa seconda parte verrà esaminata in dettaglio una tecnica di misura, basata sulla torbidità di una sospensione, finalizzata alla determinazione della percentuale di cristalli fini presenti in una sospensione cristallina. L'importanza di quest'ultima tecnica di misura è dovuta al fatto che la variabile più usualmente manipolata per il controllo delle prestazioni di un cristallizzatore è appunto la quantità dei cristalli fini prodotti.

La misura della torbidità di una sospensione viene effettuata misurando l'intensità di un raggio di luce che passa attraverso un sottile strato della sospensione, "il mezzo". La trasmittanza del mezzo è il rapporto di intensità tra il raggio di luce trasmesso I_T e quella del raggio originario incidente I_i :

$$T = \frac{I_T}{I_i} = \exp(-\tau \cdot l) \quad (1)$$

ove l è lo spessore del mezzo attraversato e τ è la cosiddetta torbidità della sospensione.

Questo secondo parametro è funzione dell'area proiettata delle particelle, $A_p(L)$, secondo la seguente equazione:

$$\tau = \int_0^\infty k A_p(L) f(L) dL \quad (2)$$

ove $f(L)$ è la densità della distribuzione e k è il coefficiente di diffrazione, funzione della lunghezza d'onda della luce utilizzata. Le equazioni (1) ed (2) stabiliscono una relazione tra il rapporto dell'intensità della luce trasmessa e quella incidente, e la concentrazione e distribuzione granulometrica delle particelle in sospensione. Nel caso in cui le superfici proiettate delle particelle fossero determinabili la densità della sospensione sarebbe calcolabile sulla base della misura della trasmittanza del mezzo.

La prima parte dell'articolo è stata pubblicata sul numero di aprile 2004, pag. 74.

Questa misura si applica usualmente a sospensioni di cristalli fini di dimensioni di decine o centinaia di micron. In tal caso è improbabile una conoscenza della loro forma tale da determinare la loro area proiettata in funzione della dimensione, sicché la determinazione della densità di una sospensione passa necessariamente attraverso una procedura di calibrazione. Di seguito viene descritto un torbidimetro ed il suo utilizzo per la determinazione della densità di una sospensione cristallina secondo quanto riportato da Bravi e Chianese (1).

Lo schema del torbidimetro utilizzato da tali autori è mostrato in Figura 1. Il raggio laser di lunghezza d'onda pari a 680 nm emesso da un diodo di bassa potenza (3 mW) è separato da una superficie semiriflettente in 2 raggi con intensità del 70% e 30%, rispettivamente, nella direzione stessa del raggio ed in quella perpendicolare. Il primo raggio passa attraverso una cella in cui fluisce la sospensione in esame e successivamente viene filtrato da un diaframma con apertura pari a quella del raggio incidente in modo da eliminare tutte le frequenze spaziali introdotte dalla diffrazione.

Il raggio trasmesso è quindi collimato e la sua intensità è misurata dal fotodiodo PD2. L'intensità del raggio deviato a 90° dalla superficie semiriflettente viene misurata dal fotodiodo PD1 in modo da determinare istante per istante l'intensità del raggio laser emesso influenzato dalla variazione della temperatura raggiunta dal diodo emittente. I segnali captati dai 2 fotodiodi sono amplificati da due amplificatori lineari allo stato solido e successivamente filtrati. Per eliminare l'influenza della soluzione sulla misura viene fatto il rapporto tra la trasmittanza della sospensione e quella della soluzione. A tale rapporto si dà il nome di rapporto di trasmittanza T_R . Nel caso in cui si opera con basse concentrazioni della sospensione è possibile evitare la diffrazione multipla del raggio ed applicare, pertanto, la teoria di Rayleigh che sancisce la linearità tra il logaritmo del rapporto di trasmittanza e la concentrazione di solido sospeso. È questo il caso della sospensione a cui fa riferimento la Figura 2, riguardante cristalli di destrosio monoidrato ("DX") di dimensioni massime di 106 μm .

Quando la densità delle sospensioni aumenta al punto tale da realizzare uno scattering multiplo del raggio di luce trasmesso il legame tra T_R ed M_T non è più lineare ma il logaritmo del rapporto di trasmittanza

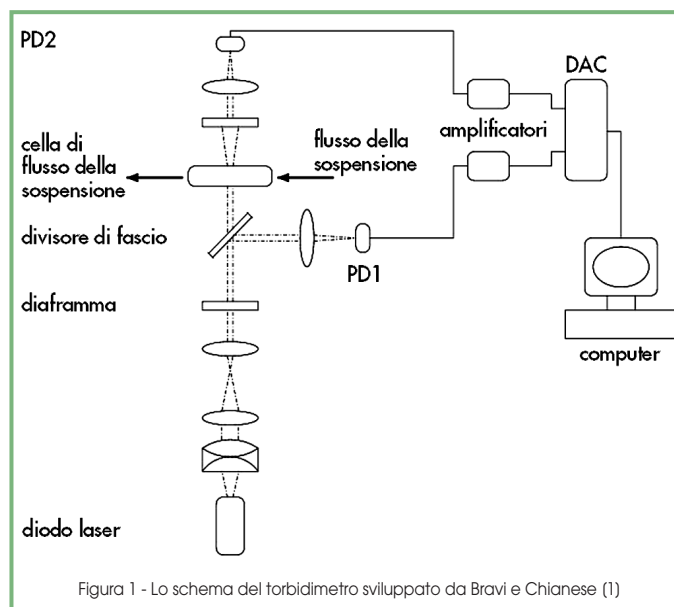


Figura 1 - Lo schema del torbidimetro sviluppato da Bravi e Chianese (1)

è ancora proporzionale alla concentrazione delle particelle in sospensione e la misura descritta risulta ancora utile per la determinazione della densità della sospensione. Infatti se per lo stesso sistema di Figura 2 le misure vengono estese a densità della sospensione sino a 30 g/kg si ottiene la curva di Figura 3 che descrive ancora proficuamente il legame tra il logaritmo della trasmittanza e la densità della sospensione. Come è noto la quantità dei fini in sospensione molto spesso viene utilizzata quale variabile controllata in uno schema di controllo del processo di cristallizzazione.

Il passaggio dalle condizioni di linearità a quelle di non linearità dipende dalla torbidità della sospensione, funzione a sua volta sia della massa dei cristalli in sospensione sia della loro distribuzione granulometrica. Nel caso esaminato i cristalli erano molto piccoli, in quanto di dimensioni nell'intervallo 0-106 μm , e quindi la torbidità della loro sospensione per unità di massa era molto elevata. In altri casi ciò non accade e quindi la linearità del comportamento del sensore è estesa ad un intervallo molto più ampio di densità della sospensione.

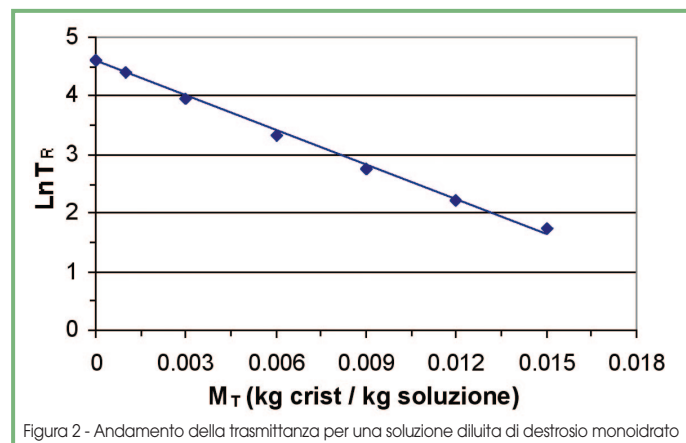


Figura 2 - Andamento della trasmittanza per una soluzione diluita di destrosio monoidrato

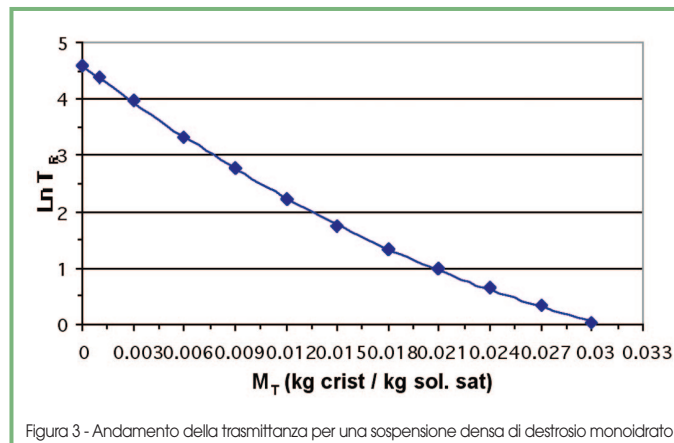
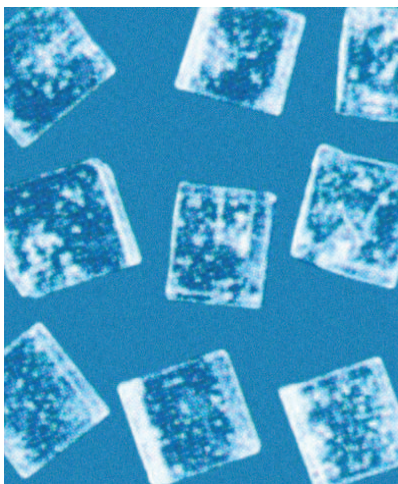


Figura 3 - Andamento della trasmittanza per una sospensione densa di destrosio monoidrato



Bravi e Chianese (2) hanno mostrato recentemente l'utilità di adottare il turbidimetro descritto per il controllo di un cristallizzatore in scala pilota operante per raffreddamento per la produzione di cristalli di solfato di potassio da soluzioni acquose.

Dopo circa due ore dall'inizio della marcia il cristallizzatore raggiunge le condizioni di regime sta-

zionario e viene posto sotto controllo. Successivamente vengono effettuate una serie di variazioni del set point della variabile controllata, facendo passare la densità della sospensione da uno stato stazionario iniziale corrispondente a circa 8 kg/m^3 , a due successivi regimi stazionari in cui la densità della sospensione era pari circa a 3 e 4 kg/m^3 . La variabile manipolata adottata era la portata di una corrente di fini inviati a dissoluzione.

Conclusioni

Stanno emergendo innovative tecniche di misura della distribuzione granulometrica di particelle, che consentono misure on-line ed in situ. La tecnica on-line più promettente è quella basata sull'uso di ultrasuoni in quanto permette misure di sospensioni molto concentrate sino al 70% in volume. Due differenti tecniche in situ consentono di effettuare misure ponendo il sensore all'interno del cristallizzatore. Esse sono basate sulla rilevazione continua dell'immagine dei cristalli e sul rilevamento della luce riflessa dai cristalli che passano dinanzi ad una sorgente di luce laser. Entrambe queste tecniche vengono attualmente applicate in misura sempre crescente a fini di ricerca ma stentano ad essere applicate ai fini del controllo di processi industriali perchè non forniscono misure facilmente riconducibili alla distribuzione granulometrica, del sistema in esame. Tutte queste tecniche emergenti sono oggetto di studio nell'ambito del progetto internazionale SINC-PRO (3), che si avvale della collaborazione di gruppi di ricerca industriali ed universitari europei, svizzeri e giapponesi. Una tecnica di misura più semplice da utilizzare nel controllo di un processo di cristallizzazione è quella basata sulla misura della concentrazione dei cristalli fini in sospensione. In questo caso si può far ricorso all'uso di un turbidimetro che opportunamente calibrato fornisce una valida misura della densità di una sospensione di fini.

Bibliografia

- [1] M. Bravi, A. Chianese, E. Fazio, Tecniche ottiche per il controllo di cristallizzatori, Proc. Cong. Automazione 98, Milano, 1998, 502.
- [2] M. Bravi, A. Chianese, *Chem. Eng. Technol.*, 2003, **26**, 262.
- [3] Progetto Europeo SINC-PRO "Self Learning Model for Intelligent Prediction Control System for Crystallization Processes", contratto no. G1RD-CT-2002-00756.