PHOTOFINISH
METROHM - LA MISURA IN CHIMICA

Frank Portala, Nils Geil, Alfred Steinbach e Gianni Antinoro di Metrohm Italiana

Sistemi analitici compatti per ambienti industriali

La richiesta di analisi di processo è in continua crescita. I sistemi analitici modulari di Metrohm, molto robusti, sono adatti per l'utilizzo in una ampia gamma di settori industriali, in particolare in ambito chimico

obiettivo su...

Negli ultimi anni è cresciuta continuamente l'importanza delle analisi di processo. Con lo scopo di monitorare le variazioni dei parametri di processo rapidamente e senza dipendere dal laboratorio, le analisi sono state trasferite sempre più dal laboratorio all'impianto. Questo fa si che le richieste da questi sistemi analitici siano diventate molto alte. Devono essere robusti al fine di funzionare nel duro ambiente di processo ed essere ottimizzati ed adattabili allo specifico processo; devono anche potersi interfacciare per la trasmissione dei dati interna e esterna via Ethernet, avere sistemi per ricezione/trasmissione dati, LIMS e database.

In considerazione del costante aumento della concorrenza, le unità produttive devono essere gestite nella maniera più economica possibile. Questo significa che i beni devono essere prodotti ad elevata capacità, con un alto rendimento e ad un prezzo vantaggioso continuando ad assicurare che sia mantenuta la qualità dichiarata.

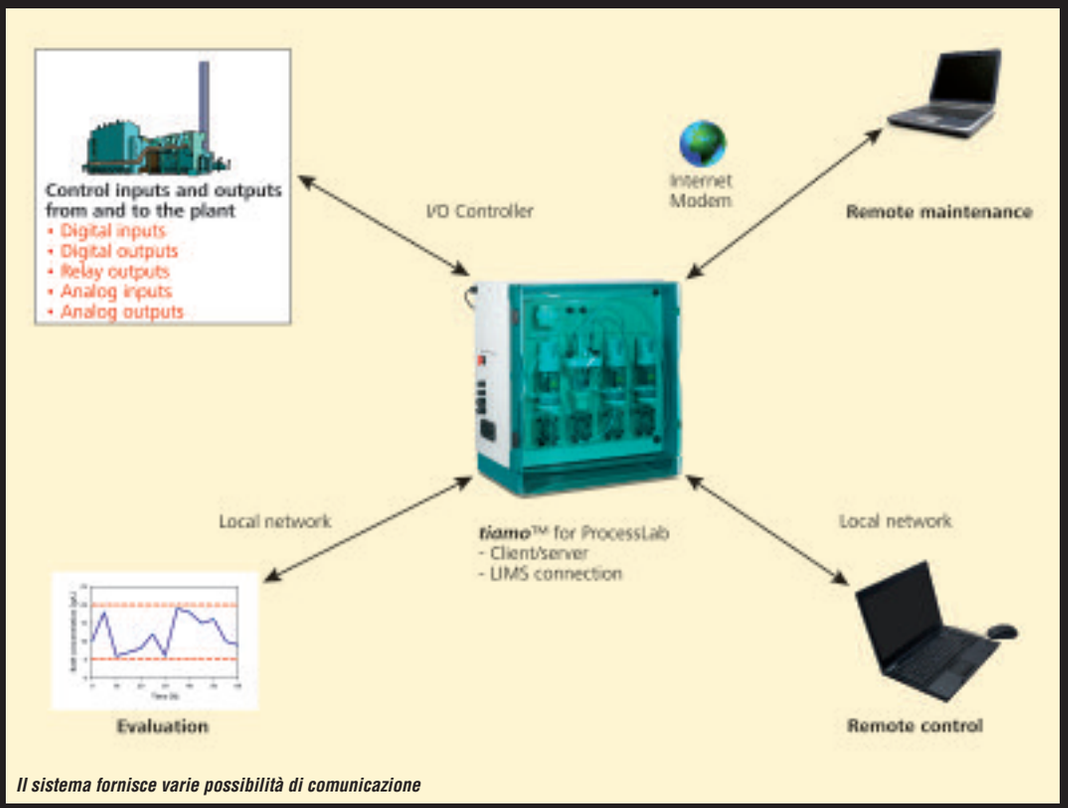
Questo significa che il monitoraggio degli specifici parametri di processo è di estrema importanza. In particolare per elevate frequenze analitiche, sono più adatti i sistemi analitici online e inline direttamente collegati al processo. Tuttavia, se devono essere monitorati più punti di campionamento, o differenti parametri analizzati o se le sequenze analitiche sono molto lunghe, allora i sistemi analitici alla linea ("at line") vengono utilizzati, non ultimo per ragione di costi. In un sistema "alla linea" il campione viene prelevato manualmente e analizzato direttamente nei pressi del processo. In questo modo svariati campioni da differenti fasi del processo o unità possono essere velocemente processati.

Nonostante ciò, come sistemi di laboratorio convenzionali sono frequentemente usati sistemi "alla linea", sebbene questi non siano progettati per le cattive condizioni di processo ne per scambiare dati con l'ambiente di processo. Inoltre, questi sistemi non hanno una struttura modulare e come risultato non possono essere adattati in maniera ottimale allo specifico processo e a qualsiasi richiesta futura.

Sistema analitico "alla linea"

Il sistema ProcessLab è un sistema analitico "alla linea" robusto, facile da usare che soddisfa le richieste per analisi di routine presso l'impianto (Fig. 1). Il sistema è ospitato in un alloggiamento resistente a polvere e acqua e, grazie alla sua modularità, può facilmente essere adattato per soddisfare gli specifici requisiti analitici e tecnici. Ogni strumento è composto da un unità operativa e un modulo per analisi con le parti a contatto con reagenti e soluzioni ed elettroniche separate una dall'altra.

Il robusto modulo "ProcessLab" e l'unità operativa sono state progettate per analisi di routine



Il sistema fornisce varie possibilità di comunicazione

Tutte le metodiche analitiche e i risultati sono memorizzati in maniera centralizzata, gestiti in un database comune e disponibili per monitoraggio così come per il controllo diretto. I dati possono essere esportati via Ethernet verso qualsiasi LIMS, resi disponibili per un sistema di controllo processo o essere utilizzati nella rete aziendale. I moduli digitali e analogici per ricezione e trasmissione permettono al sistema di essere facilmente integrato nei pressi del processo. In questo modo può reagire ai diversi segnali in ingresso, per esempio per misurare automaticamente differenti parametri a seconda del campione, azionare un allarme se i limiti sono infranti o trasferire i risultati come segnali analogici 4…20 mA. Con la connessione Ethernet (RJ45) il ProcessLab può essere integrato in una rete locale o essere controllato tramite controllo remoto.

Il sistema è controllato tramite il software *tiamo*, che è installato nel PC industriale integrato. L'unità operativa con monitor TFT integrato, tastiera e mouse a sfioramento assicurano una facile e confortevole operatività. In alternativa, per facilitare l'operatività è disponibile anche una unità operativa con video a sfioramento. Moderne interfacce come Ethernet e USB permettono alla unità operative e al modulo di analisi di essere installati in posti differenti.

Tecniche analitiche integrate

La forza del ProcessLab sta nella sua versatilità. A seconda delle richieste, una ampia gamma di analisi e tecniche di preparazione campione possono essere usate. Le principali sono la Misura diretta del pH, potenziale di ossidoriduzione e conducibilità, le Misure con elettrodi ionoselettivi (ISE), la Titolazione potenziometriche, la Titolazione Karl Fischer, Fotometria/spettrometria, Voltammetria (VA), Voltammetria ciclica di ridissoluzione (CVS) e Trasferimento liquidi per preparazione campioni.

Questo significa che differenti applicazioni possono essere eseguite in modo diretto. In aggiunta, i metodi analitici sviluppati con il software *tiamo* in laboratorio possono essere facilmente e velocemente trasferiti al ProcessLab. I campioni possono essere processati singolarmente o, nel caso di serie di campioni, tramite un autocampionatore.

In aggiunta a queste tecniche, apparecchiature di terze parti possono essere integrate per la determinazione di temperatura, densità, pressione, indice di rifrazione, viscosità. I dati sono anche memorizzati nel database del *tiamo*. Questo significa che la gamma di metodi di misura e parametri è largamente estesa.

Sistema modulare analitico

Modularità significa che i vari componenti possono essere combinati per formare un sistema completo ed efficiente. A seconda delle richieste analitiche, un sistema analitico viene assemblato su misura e può comprendere un numero di componenti variabile.

Sebbene numerose applicazioni possono essere realizzate per titolazione, il ProcessLab, tramite l'utilizzo della voltammetria (VA) e la voltammetria ciclica di strippaggio (CVS), apre un ulteriore importante campo di applicazione per le analisi di processo. Mentre la voltammetria viene usata per le classiche analisi di tracce, la CVS consente di determinare gli additivi organici nei bagni galvanici. Il sistema "ProcessLab" VA/CVS, con il suo potentiostato/galvanostato 797 VA Computrace integrato, ha una costruzione molto semplice e compatta. Le sequenze analitiche possono essere avviate premendo un singolo bottone; questo assicura una operatività del sistema priva di errori.

Applicazioni nelle analisi di processo

Come risultato della modularità e le numerose possibilità di comunicazione, i sistemi sono molto versatili. La Tabella mostra alcuni dei campi applicativi tipici degli strumenti.

ProcessLab è un sistema analitico alla linea

Settore	Tecnica analitica	Applicazione
Industria automobilistica	Titolazione	Acidità libera e totale, alcalinità, NO_2^-, Zn^{2+}, e F^- in differenti bagni del processo di fosfatazione
Industria galvanica	Titolazione Titolazione Titolazione CVS1	Cu^{2+} e H_2SO_4 in bagni di rame Ni^{2+} e H_3BO_3 in bagni di nickel Fe^{2+}/Fe^{3+} così come acidità libera e totale nei bagni Determinazione degli additivi organici come brillantanti e soppressori in bagni acidi di rame
Industria chimica	Titolazione Titolazione	Acidità e basicità nella produzione di intermedi e prodotti finali Controllo qualità dei prodotti chimici di alta qualità
Industria metallurgica	Voltammetria Titolazione Titolazione Voltammetria	Ioni metallici nei sali e prodotti chimici alta-purezza Determinazione CN^- e alcalinità in acque di processo dell'industria metallurgica Analisi nell'estrazione dei minerali e produzione metalli Cadmio, tallio e altri ioni metallo in soluzioni di elettrodeposizione zinco
Industria semiconduttori e elettronica	Titolazione Titolazione	Miscele acidi nell'industria dei semiconduttori H_3BO_3 in bagni per il trattamento delle superfice nella produzione degli schermi TFT
Industria alimentare e delle bevande	Titolazione Titolazione	Cloruri nelle minestre istantanee Acidità totale in succhi di frutta e concentrati
Industria farmaceutica	Titolazione Titolazione	Controllo qualità dei prodotti alcalini e acidi Molteplici parametri nelle analisi dei principi attivi
Industria plastiche	Voltammetria Voltammetria	Analisi di organici come 4-carboxybenzaldeide nell'acido politereftalico (produzione PET) Stirene libero nel polistirene (produzione delle plastiche ABS)
Industria carta e polpa	Titolazione	SO_2 libera e legata nei bagni di processo
Industria acque	Voltammetria	Tracce di ioni metallici come Cu^{2+}, Cd^{2+}, Zn^{2+} e Pb^{2+} in acque potabili, mare e scarico

[1] *Voltammetria ciclica di ridissoluzione*

Fonti

[1] Koch K.H., Process analytical Chemistry: control, optimization, quality, economy, Springer Verlag, Berlin, 239 pages (2008).
[2] F. Portala, A. Steinbach, F. Müller, M. Feige and G. Kirner, Metals in dip coating baths, Process Worldwide, 2007(4), 30-31.
[3] Using ProcessLab for monitoring a phosphatizing process, Metrohm Information, 36(2), 2007, 17-19.
[4] Determination of cyanide in process water of the steel industry, Metrohm Information, 37(1), 2008, 26-30.
[5] Metrohm Application Bulletins AB-288, AB-289, AB-292, AB-295 and AB-300 http://products.metrohm.com