

I trattamenti superficiali dei metalli e l'analisi on-line dei liquidi: generalità

Per trattamenti superficiali si intendono tutti quei processi atti alla modificazione di una superficie di un metallo o di una lega metallica.

L'esigenza di modificare tali superfici è nota già dai tempi più antichi: è la ricerca del giusto compromesso tra un materiale di partenza poco costoso (e quindi di bassa qualità) e le buone caratteristiche superficiali che è possibile fargli assumere.

Al giorno d'oggi è vastissimo l'utilizzo di superfici metalliche che vengono quindi trattate per numerosi motivi riassumibili in modificazioni delle proprietà meccaniche, chimiche e fisiche delle stesse.

Fanno ad esempio parte dei trattamenti superficiali più conosciuti: **lavaggio, sgrassaggio, decapaggio, brillantatura e pulitura.**

Esistono poi altri trattamenti più strettamente meccanici (**carteggiatura, sabbiatura**, ecc.) o metallurgici (**tempra**, ecc.) oltre a trattamenti che prevedono deposizione di sostanze senza alterazione chimica della superficie (**pitturazione, metallizzazione elettrolitica**, ecc) o con reazioni chimiche tra reagenti e superficie (**ossidazione anodica, fosfatazione, passivazione**).



Tutti questi processi richiedono comunque un controllo attento e accurato dei vari parametri chimico – fisici che entrano in gioco nel momento dell'attuazione del trattamento stesso.

La moderna industrializzazione richiede sempre di più controlli on-line sulle catene di produzione per poter avere dati precisi, accurati e in tempo reale relativi agli andamenti dei processi e per poter quindi intervenire in tempo per effettuare eventuali modifiche necessarie.

Gli **analizzatori on-line NextChem** risultano pertanto essere di grande aiuto nel controllo di numerosi parametri chimici spesso fino ad oggi controllati esclusivamente tramite analisi manuali effettuate in laboratorio che hanno però lo svantaggio di fornire risultati in tempi mediamente lunghi, non fornire risultati in continuo e necessitare generalmente di operatori esperti.

Gli **analizzatori NextChem**, considerati veri e propri Robot Analitici sono in grado di effettuare molte analisi comunemente effettuate nei laboratori, utilizzando tecniche di titolazioni potenziometriche e analisi con elettrodi ioni selettivi. Tale strumentazione può prevedere, per le matrici più complesse, oltre all'analisi chimica il trattamento chimico-fisico del campione per eliminare solidi sospesi, interferenti oppure per raffreddare il campione o per correggerne il pH. Per cui si evince che oltre ad automatizzare una metodica analitica gli strumenti della **NextChem** sono adatti anche per la "preparazione" del campione all'analisi.

Indice

- > **I trattamenti superficiali e l'analisi on-line: generalità**
- > **Caratteristiche degli analizzatori NextChem**
- > **Gli analizzatori e la trasmissione dei dati**
- > **Esempi di applicazioni e analisi**

Caratteristiche degli analizzatori NextChem

Costruiti con grado di protezione NEMA 4(X) corrispondente a IP66, vengono assemblati con materiali (PFA TEFLON, FEP, ecc.) idonei al contatto con liquidi corrosivi o particolarmente aggressivi e le sezioni dell'idraulica sono maggiorate per minimizzare fenomeni di intasamento.

“La migliore filtrazione è non filtrare” con questa filosofia quanto meno azzeccatissima per fluidi industriali nasce la scelta di idraulica sovradimensionata in grado di gestire fluidi con particelle di dimensioni notevoli (fino a 6mm) senza utilizzi di filtrazione che potrebbero intaccare la rappresentatività del campione analizzato.

Nel campo dei trattamenti dei metalli sono numerose le analisi chimiche sfruttate per i vari controlli di processo.

Si passa da analisi di **acidità libera e totale**, ad analisi di acidi specifici quali **fluoridrico, solforico, cloridrico** e **nitrico** nei bagni decapanti alle analisi di **fosfati** o metalli quali **ferro** in tutte le sue forme, **rame, cromo (VI) e cromo (III), nichel, manganese** ecc., a seconda del tipo di produzione e del tipo di controllo di processo.



Tutti gli analizzatori **NextChem** lavorano a batch consentendo così di avere un tempo di contatto ridotto tra sensori e campione evitando quindi deterioramenti prematuri dei sensori oltre all'inutile spreco di reattivi chimici in grosse quantità.

Un analizzatore in linea, posizionato direttamente nei pressi del processo da monitorare, è in grado di campionare, analizzare il parametro o i parametri richiesti, fornire un risultato analitico che può essere o semplicemente letto sul display dell'analizzatore, o inviato a PLC e DCS per il controllo da remoto o può addirittura essere collegato, come nel caso di alcuni trattamenti di decapaggio ad una device esterna per il reintegro automatico del bagno in funzione del risultato analitico letto.

Quanto descritto sopra rende evidente l'utilità di avere una apparecchiatura di questo genere per l'ottimizzazione di un processo produttivo e per evitare in modo particolare che il ritardo di un risultato di controllo possa provocare inutili sprechi di materiali con conseguenti inutili danni alla produzione.

Disponibili diversi modelli di analizzatori per le varie esigenze analitiche

Gli analizzatori on-line **NextChem** sono disponibili in differenti modelli con caratteristiche tecniche variabili per tutte le necessità. In generale è da sottolineare che tutti gli strumenti della serie sono **MULTIPARAMETRICI** quindi in grado di eseguire più analisi sullo stesso campione.

La serie completa prevede i seguenti modelli: **HandyChem, MiniChem, OmniChem, ChipChem**

Gli **analizzatori** della serie **NextChem** si distinguono essenzialmente per numero di analisi e numero di campioni in grado di gestire oltre che dalla capacità gestionale di inputs e outputs digitali e analogici.

L'**HandyChem** ha già caratteristiche importanti dal punto di vista del monitoraggio delle acque con la disponibilità di gestire fino a 4 campione o analizzare 4 parametri in piena autonomia.

Il **MiniChem** è uno strumento con approccio gestionale non solo passivo (cioè solo di monitoraggio) ma anche attivo (cioè di gestione di devices esterne influenti al processo monitorato. Il **MiniChem** è uno strumento in grado per esempio di controllare un bagno galvanico e di gestire una pompa di reintegro dello stesso.

Il **MiniChem** ha anche la versione **Plus** con maggiori capacità di gestione di analisi (da 2 analisi a 4 analisi massime gestibili).

Lo strumento **OmniChem Basic e Advanced** con capacità uniche nel panorama delle analisi on-line capace di gestire fino a 8 analisi chimiche e fino a 8 streams. La versione **Advanced** prevede una interfaccia a colori e di dimensioni importanti (touch screen da 10,4").

Il **ChipChem** è uno strumento idoneo alle analisi tipiche delle industrie dei semiconduttori e non solo in quanto utilizza un sistema di campionamento idoneo per concentrazioni elevatissime.

La protezione è IP66, quindi idonea all'ambiente industriale, a prova di polvere e di spruzzi d'acqua.

La parte elettronica può essere purgata con aria strumenti.

Sono accessoriati per fornire allarmi di risultato, processo, mancanza di alimentazione, anomalie del sistema.



Gli analizzatori e la trasmissione dei dati

Tutti gli analizzatori **NextChem** hanno la possibilità di essere equipaggiati con uscite analogiche **0/4-20 mA** o con I/O per collegamenti esterni tramite **RS232, Modbus, Profibus o CC Link**. Possono quindi comunicare con **PLC** o **DCS** ed essere comandati da remoto.

I dati in uscita dagli analizzatori (risultati analitici, segnali di allarme ecc.) possono pertanto essere trasmessi alle sale comando (vicine o lontane che siano dall'analizzatore) o possono essere sfruttati per comandare devices esterne all'analizzatore.

Di serie per tutti gli strumenti della linea **NextChem** la memorizzazione degli ultimi 100 e i dati della curva dell'ultima analisi.

Gli analizzatori sono anche in grado di inviare segnali di varia natura (risultato over range, allarme di processo, ecc.) a combinatori telefonici che a loro volta possono attivare telefonate su numeri di telefono impostati o inviare sms per trasmettere ai gestori del processo gli allarmi o le anomalie riscontrate dall'analizzatore.

Gli analizzatori della **NextChem** possono essere forniti di un collegamento **Ethernet** per riprodurre sullo schermo di un PC il display dell'analizzatore in tempo reale. In questo modo non solo è possibile controllare in ogni istante cosa sta facendo l'analizzatore ma è anche possibile seguire l'andamento di ogni analisi, controllare le curve di titolazione e persino interagire con l'analizzatore stesso proprio come se si intervenisse direttamente sul display. Tale opzione è ideale nel caso lo strumento sia posizionato in condizioni ambientali ostiche.

Gli analizzatori della **NextChem** propongono 3 tipologie di interfacciamento uomo/macchina. In generale tutti gli screens offrono una interazione touchscreen. Tutti gli analizzatori della serie offrono la visualizzazione delle curve relative all'analisi in corso (di titolazione o dell'analisi ISE). Rispetto a strumenti che mostrano solo il risultato analitico all'operatore, i NextChem permettono di valutare la bontà dell'interpretazione del software e eventualmente le avarie alle sonde. Gli screen utilizzati vanno dal monitor 5,7" in scala di grigi (mod. **HandyChem**) al monitor da 10,4" a colori (mod. **OmniChem**).



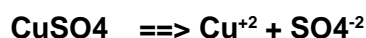
Alcuni esempi applicativi di analisi e configurazioni possibili

Analisi di rame e di cianuri

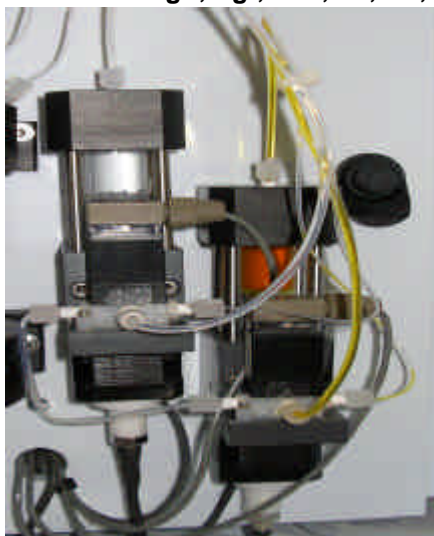
Come è stato segnalato gli analizzatori della serie NextChem sono strumenti multiparametrici. L'analisi del rame e Cianuri è richiesta da industria dei trattamenti superficiali, meccanica, semiconduttori etc.

Nel caso si voglia indagare le specie rame e cianuro è possibile configurare lo strumento con due sonde I.S.E.

L'analisi del rame prevede l'uso di due reattivi molto economici: standard di rame e nitrato di potassio.

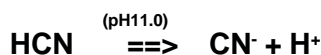


L'analisi permette di rilevare concentrazioni di rame molto basse (detection limit 1 ppb) ed è interferita dalla presenza di Hg⁺², Ag⁺, Fe⁺², Cl⁻, Br⁻, S⁻²



L'analisi dei cianuri avviene tramite la sonda I.S.E. e prevede l'uso anche in questo caso di reattivi economici.

pH adjustment



Nel caso specifico lo strumento utilizza una soluzione di standard di cianuri, una soluzione di idrossido di sodio, una soluzione di acido nitrico per il lavaggio della cella.

L'analisi subisce interferenze per la presenza di bromuri, ioduri e solfuri. Il detection limit in questo caso è di 50ppb.



Analisi di acido solforico e acido fluoridrico

Sfruttando le potenzialità degli analizzatore **NextChem**, è possibile effettuare ad esempio l'analisi di **acidità** in un **bagno di decapaggio**. Si prenda per esempio un bagno contenente acido solforico e fluoridrico nel quale sia necessario valutare l'acidità totale ma anche il contenuto parziale dei due acidi presenti.

Sarà possibile in questo caso accessoriare l'analizzatore con due distinte celle di misura nelle quali effettuare separatamente l'analisi di acidità totale tramite titolazione potenziometrica e l'analisi di fluoruri tramite elettrodo ione selettivo.

L'analizzatore è in grado, ottenuti i due risultati analitici, di compararli come necessario per poter fornire, tramite calcoli inseriti dall'operatore, le concentrazioni parziali dei due acidi presenti.

L'analisi di **acidità totale** viene effettuata tramite una **titolazione potenziometrica a punto finale**, utilizzando come sensori un elettrodo pH con elettrodo di riferimento (riportato su STANDARD METHODS - Acidity 2310 B Ed.1998).

L'andamento della curva di titolazione può essere controllato in ogni istante sul display dell'analizzatore.

L'analisi dei **fluoruri** viene effettuata secondo il **metodo con elettrodo ione-selettivo** (riportato su STANDARD METHODS nr. 4500 - F⁻ C, 4--61 Ed.1998 e su IRSA C.N.R. Gennaio 1983 D-010 B), utilizzando un elettrodo ISE FLUORURI e un elettrodo di riferimento a singola giunzione. L'analisi ione-selettiva sfrutta il metodo delle aggiunte standard.

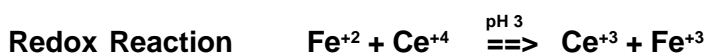
Il principio di questo metodo consiste in un'aggiunta al campione di soluzione standard di analita a concentrazione nota. Misurando il potenziale prima e dopo l'aggiunta, l'analizzatore calcola, usando la legge di Nerst, la concentrazione incognita dell'analita nel campione. Il computer provvede anche a controllare periodicamente e in automatico, l'attività ionica dell'elettrodo ione-selettivo utilizzato.

Nella foto è possibile vedere il sistema di campionamento in teflon per soluzioni ad elevatissima concentrazione (microcampionamento fino a 0,25ml).



Analisi di Ferro (II) e Ferro (III)

L'analisi della quantità di **Ferro (II) e Ferro (III)** (come somma delle due specie) può essere determinata tramite **titolazione**. Gli ioni ferrici vengono ridotti a ioni ferrosi per reazione con una soluzione riducente. Successivamente la soluzione viene titolata con una soluzione di solfato di cerio a pH 3 utilizzando un elettrodo ORP.

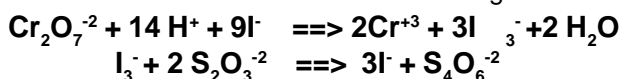


L'analisi subisce interferenza da agenti redox.

Analisi di Cromo Esavalente

L'analisi del **Cromo (VI)** avviene mediante **titolazione iodometrica**.

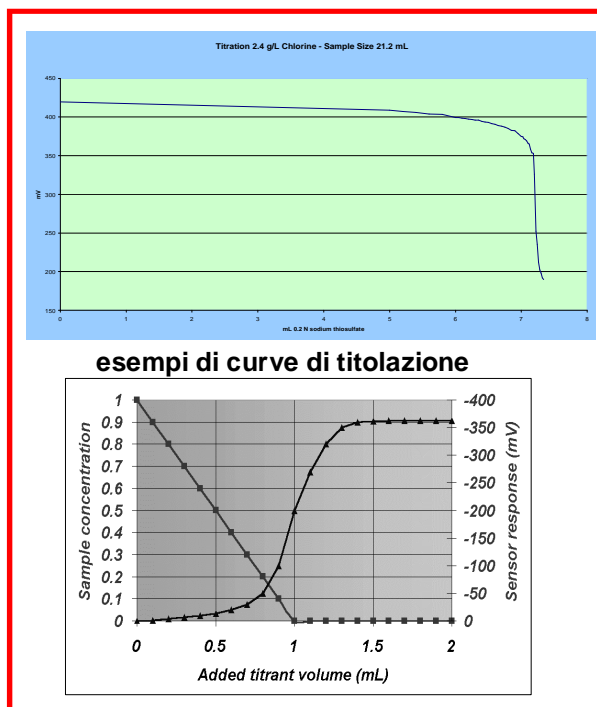
La titolazione prevede l'uso di una soluzione di ioduro di potassio e di seguito un secondo passaggio in cui si titola con una soluzione di tiosolfato secondo le seguenti reazioni:



La titolazione utilizza un elettrodo ORP.

La flessibilità di programmazione dello strumento permette, ad ogni analisi, lavaggi con solvente appropriato (acqua od altri liquidi se necessari) della parte idraulica sia all'inizio che alla fine di ogni singola determinazione.

Interferenti: Agenti ossidoriducanti.



Sono disponibili composizioni strumentali per effettuare le analisi di:
 Acidità libera e totale, Alcalinità libera e totale, Cloridrico, Fluoridrico, Fosforico, Nitrico, Solforico, Acetico, ecc.
 Ferro, Cromo (VI), Cromo (III), , Nichel, Rame, Boro, Stagno, Argento, Arsenico, EDTA, Titanio, Perossido, ecc.
 Ammoniaca, Cloruri, Fosfati, Fluoruri, Fenoli, Nitrati, Nitriti, Cianuri, Solfati, Solfiti, Iposolfito, Urea, Indaco, ecc.
 e molti altri parametri visibili nel nostro sito www.stateoftheart.it