

## LA DILUIZIONE DEI GAS CON LA TECNICA DEI CAPILLARI UGUALI

In aggiunta alla intrinseca e nota stabilità a lungo termine, altri vantaggi insiti nella tecnica dei capillari uguali sono meno conosciuti, ma portano a raggiungere valori di accuratezza di un ordine di grandezza superiore a tutte le altre tecniche di diluizione dinamica.

Per poter fare qualche confronto bisogna prima analizzare le tecniche concorrenti :

### Orifizi sonici

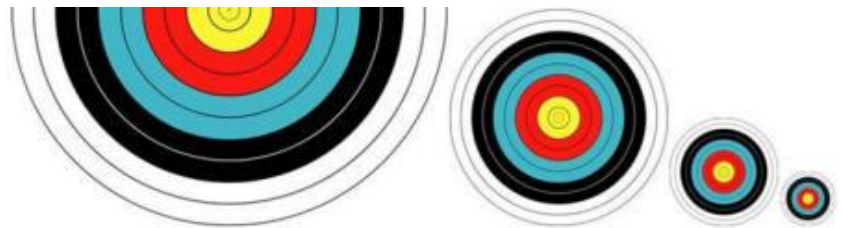
Questa tecnica prevede l'utilizzo di una serie di orifizi calibrati, con sezioni di passaggio crescenti in modo che i flussi indotti al loro interno da una pressione differenziale costante seguano una progressione binaria. Ciò vuol dire che se l'orifizio più piccolo viene attraversato da un flusso  $q$ , il flusso attraverso il successivo è  $2 \cdot q$ , il successivo è  $4 \cdot q$ , e così via.

Combinando in parallelo diversi orifizi, si ottengono tutti i multipli interi di  $q$ .

Alimentando una parte degli orifizi con il gas da diluire e la parte rimanente con il gas diluente, si ottengono tutte le diluizioni possibili a passi la cui ampiezza è definita dal numero di orifizi installati. Ad esempio, con 3 orifizi si ottengono 8 passi (0, 1/7, 2/7, 3/7....6/7, 7/7) , con 4 se ne ottengono 16, e così via secondo la progressione  $2^n$  . Il vantaggio di questa tecnica è che con pochi orifizi si ottiene un elevato numero di passi di diluizione.

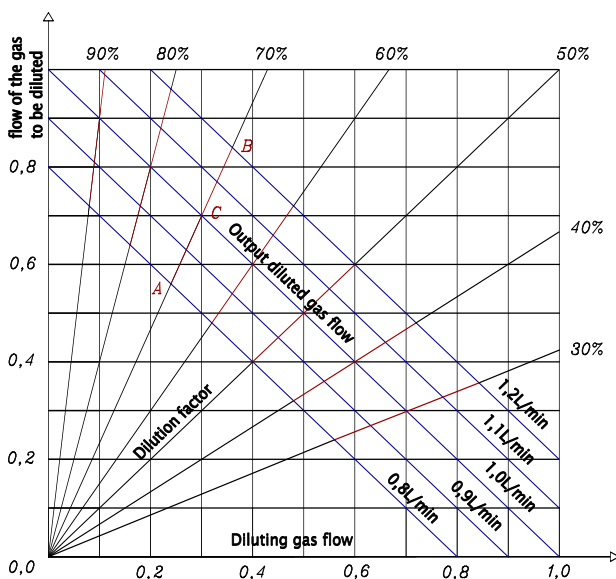
E' importante ora verificare con quale accuratezza gli orifizi possono essere qualificati prima di essere installati nel diluitore in modo che la voluta progressione dei flussi sia rispettata.

La serie dei 4 bersagli qui riprodotta rispetta le proporzioni tra le misure da eseguire : avendo 4 orifizi, vanno misurati 4 flussi il cui valore è proporzionale ai diametri dei bersagli.



Il misuratore viene scelto obbligatoriamente in modo che il flusso

maggiore sia interno al campo di misura e l'accuratezza nella misura del flusso maggiore potrà essere al meglio nell'ordine dello 0,2% del valore misurato. Con quale accuratezza relativa potrà essere misurato il flusso minore, che in questo caso è 8 volte inferiore ? Ovviamente, saremo nell'ordine dell' 1,6%, in quanto la deviazione tra valore vero e valore misurato va divisa per un valore 8 volte più piccolo. E allora, perché non utilizzare misuratori con campi diversi che siano adatti alle diverse entità di flusso ? Per la verità una ragione c'è : l'unica caratteristica importante



per l'accuratezza di un diluitore è il rapporto tra i flussi, perché tale è il rapporto di diluizione. Se tutti i flussi fossero erroneamente doppi del dovuto, il rapporto di diluizione (e quindi la concentrazione del gas diluito) sarebbe ancora quello atteso. In figura, possiamo osservare come, spostandoci dal punto A al punto B, cambino i flussi (mantenendo la stessa proporzione), ma non cambia il rapporto di diluizione. Eseguire tutte le misure con lo stesso strumento ha quindi il vantaggio che l'errore di sensibilità del misuratore di portata non influenza il risultato, e non è un vantaggio da poco, perché esclude la necessità di tracciabilità : allo strumento viene richiesta solo una buona calibrazione di zero, una buona linearità e ripetibilità. Utilizzando strumenti diversi invece, è richiesta anche una proporzionalità delle sensibilità : al sistema di misura si aggiunge quindi l'incertezza di tracciabile che diventa il contributo maggiore di

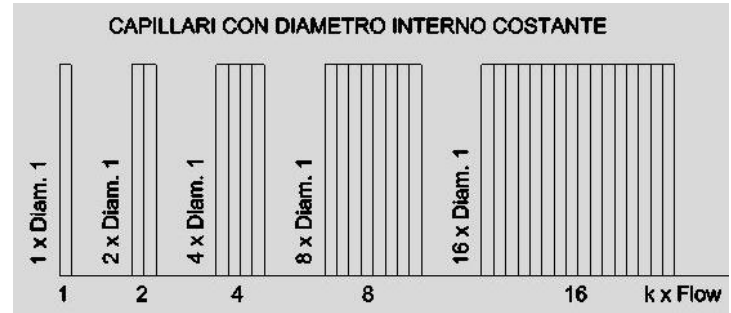
quest'ultima calibrazione, necessariamente incertezza per il diluitore.

### Regolatori di flusso (MFC)

Per la tecnica che utilizza i regolatori di flusso, indipendentemente dalla stabilità nel tempo, e dall'influenza della temperatura, si possono ripetere le valutazioni fatte per gli orifizi. Infatti, un MFC è intrinsecamente non lineare e per renderlo tale è necessaria la determinazione di una polinomiale correttiva : questa pratica richiede la misura dei flussi in diversi punti del campo operativo ed anche qui le misure eseguite nella zona inferiore del campo sono soggette a incertezza relativa proporzionalmente superiore all'incertezza di fondo scala dello strumento di misura dei flussi.

### Capillari uguali

Come la tecnica degli orifizi, la tecnica dei capillari uguali può prevedere l'utilizzo della progressione binaria sopra descritta : invece di essere ottenuta con elementi di sezione diversa è realizzata riunendo i capillari uguali in gruppi, dove la progressione voluta è ottenuta variando il numero dei capillari nei diversi gruppi : capillare singolo, gruppo da due capillari, gruppo da 4, gruppo da 8 etc.



Il vantaggio del raggruppamento consiste nel fatto di ridurre il numero degli elementi di intercettazione dei flussi (elettrovalvole). I diversi capillari che costituiscono un gruppo sono disposti in parallelo in modo che il flusso corrispondente ad un gruppo è pari alla somma dei flussi che interessano ciascun capillare del gruppo stesso. Lo svantaggio di questa soluzione consiste nel maggior numero di elementi necessari : per ottenere 8 rapporti di diluizione sono necessari 7 capillari contro i 4 orifizi del caso sopra descritto, e per ottenerne 16 sono necessari 15 capillari contro 5 orifizi e il rapporto capillari/orifizi peggiora drammaticamente per i numeri maggiori.

Ma veniamo ai vantaggi :

nella scelta dei capillari uguali, la situazione è ben diversa dal caso precedente. Scelto un misuratore di flusso che abbia un campo di misura idoneo alla misura di un capillare, tutti i rimanenti vengono misurati in uno stretto intorno di valori, e se lo scostamento è eccessivo vengono scartati.

Tornando all'analogia dei bersagli, la situazione è illustrata dall'esempio qui a fianco, ma la

dimensione del bersaglio non ci deve indurre in errore : il valore del flusso da misurare può essere aumentato (quasi) a piacere, aumentando la pressione applicata, e la sensibilità del misuratore può essere scelta a piacere in modo che tutte le misure siano nel quarto superiore del campo di misura dello strumento. A parte quindi le esigenze di spazio tipografico, i 15 bersagli avrebbero dovuto essere rappresentati tutti con dimensione pari al maggiore dei 5 bersagli del caso precedente.

Se quindi l'accuratezza di misura di un flusso è, come sopra, nell'ordine del 0,2% della misura stessa, tutti i flussi saranno misurati con la stessa accuratezza.

Quando poi si combinano i gruppi, l'accuratezza sul flusso di un gruppo, relativamente alla somma dei flussi nei capillari del gruppo è ancora migliore, sia per ragioni statistiche, sia perché il selezionatore compensa gli elementi "scarsi" con quelli "abbondanti". Ma il fatto di ripetere misure quasi uguali comporta ulteriori vantaggi :

- Le derive a breve o medio termine del sistema di misura vengono ben controllate intercalando la misura dei capillari da selezionare con la misura di un capillare di riferimento, selezionato, ma non necessariamente tracciabile, per le considerazioni già esposte sopra
- La linearità del sistema di misura non influisce sulla prova, (selezione dei capillari "uguali") proprio perché le misure sono tutte in uno stretto intorno di un punto e comunque il valore assoluto delle misure non ha alcuna importanza (conta solo la misura delle differenze).

In questo caso non è quindi richiesta la tracciabilità della misura nella fase di selezione dei capillari.

### Il controllo delle pressioni

Oltre alla effettività dell'uguaglianza dei capillari, un secondo elemento gioca un ruolo importante ai fini dell'accuratezza del diluitore : le pressioni applicate ai capillari. Due gas diversi (il gas da diluire ed il gas diluente) interessano separatamente i capillari : una quota di questi è interessata dal gas

da diluire e la quota rimanente dal gas diluente. La ripartizione delle due quote è gestita dalle elettrovalvole in funzione del rapporto di diluizione voluto. Tutti i capillari hanno lo scarico in comune (uscita del gas diluito), ma è necessario che i due gas o miscele in entrata abbiano la stessa pressione in modo che l'uguaglianza dei flussi sia mantenuta anche durante l'utilizzo del diluitore. Talvolta, è il caso di gas in entrata con viscosità diverse, è opportuno sbilanciare le pressioni applicate in ragione del rapporto tra le diverse viscosità (pressione applicata e viscosità hanno effetto lineare e inverso tra loro sul flusso nei capillari).

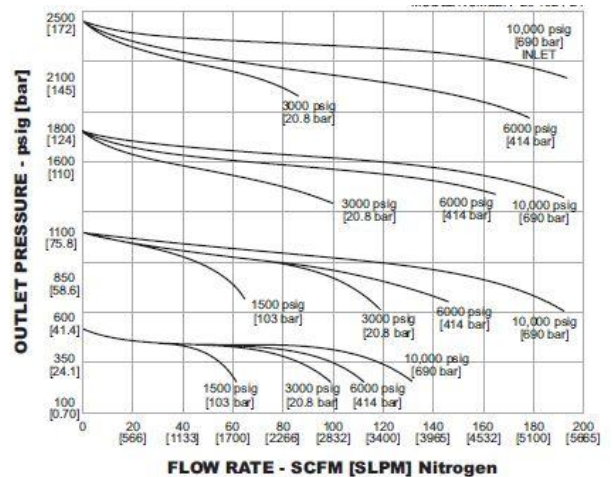
Per ottenere la massima accuratezza sul controllo delle pressioni, ma anche per poter gestire i set point con funzioni automatiche, è preferibile la regolazione elettronica rispetto a quella meccanica : con una gestione PID della regolazione può essere garantita una ripetibilità di  $\pm 1$ hPa su 2000. Con una regolazione meccanica di precisione il risultato sarebbe stato decisamente più scadente, a causa della tendenza che hanno tutti i regolatori meccanici, di ridurre il valore della pressione in uscita al crescere del flusso. Purtroppo in un diluitore, al variare del rapporto di diluizione, mentre un flusso in entrata cala, l'altro cresce e le differenze tra le pressioni applicate si sommano.

In un diluitore a capillari, ma anche a orifizi, la calibrazione delle pressioni non necessita di riferibilità, infatti una variazione delle pressioni applicate influisce sul rapporto di diluizione solo quando non è proporzionale : quello che conta è il rapporto tra le pressioni applicate.

Per garantire la proporzionalità delle pressioni applicate, i sensori di riferimento vengono calibrati applicando ad essi lo stesso zero e lo stesso span : a questo scopo, durante la procedura di calibrazione, i due ingressi si chiudono, la pressione di riferimento viene applicata dall'uscita ed il volume interno viene messo in comunicazione in modo che tutti e tre i sensori di pressione (due all'entrata ed uno all'uscita) "vedano" la stessa pressione di riferimento. Inoltre, per evitare che le variazioni della contro-pressione di uscita abbiano influenza sulla proporzionalità delle pressioni applicate ai capillari, la regolazione è di tipo differenziale (ingresso-uscita) su entrambi i rami di entrata (gas da diluire e gas diluente).

Infine, per garantire l'uniformità della temperatura su tutti i capillari, questi sono "annegati" tra due gusci di materiale pieno (resina fluorurata o acciaio inox). Questa costruzione presenta ulteriori vantaggi :

- Le vie di collegamento tra le estremità dei capillari e gli altri componenti (sensori e valvole) sono ottenute da fori comunicanti ed il rischio di perdite è ridotto al minimo.
- Ne risulta una struttura compatta ed estremamente robusta, con volumi morti ridottissimi



Fino ad ora si è evidenziata, dove possibile, la non necessità di riferimenti tracciabili, ma per applicazioni "legali" la tracciabilità è una condizione irrinunciabile. Tra l'altro, sul diluitore assemblato, i singoli capillari non sono più accessibili né misurabili singolarmente : sappiamo che sono quasi uguali (se fossero identici l'incertezza di diluizione sarebbe limitata all'incertezza sulle pressioni applicate), ma per una verifica a posteriori è necessario ricorrere a laboratori accreditati che eseguono misure riferibili su uno dei due flussi in entrata ed sul flusso in uscita utilizzando strumenti tracciabili.