



Rischi termici: riconoscerli, valutarli, controllarli...

Parte II: Aiuto! La mia temperatura di processo supera il valore limite

Nella nostra ultima consiLetter abbiamo mostrato come ottenere una temperatura limite per una manipolazione sicura in un test di screening DSC con quantità minime di sostanza, già nelle prime fasi dello sviluppo del prodotto o del processo. Tuttavia, in alcuni casi la temperatura limite determinata con la DSC è molto bassa e notevolmente inferiore rispetto alla temperatura di processo desiderata. Poiché spesso è molto difficile modificare il processo, in questi casi si consiglia di effettuare indagini più approfondite sulla stabilità termica. Una di queste è la prova adiabatrica di accumulo di calore sotto pressione. Con essa, circa 100 g di sostanza vengono pesati in un vaso (Dewar) a doppio rivestimento, specchiato e vuoto. Questo vaso di Dewar viene poi installato in un autoclave a pressione in acciaio inossidabile, sistemato in un forno massiccio di alluminio per la durata della prova, Figura 1. Questa configurazione consente di evitare lo scambio di calore o di sostanza con l'ambiente ("condizioni adiabatiche"). Per ricreare il processo reale nel miglior modo possibile, è possibile mescolare o dosare altri componenti. Oltre alla temperatura nel campione, viene misurata anche la pressione nella camera del gas dell'autoclave.

Con una misurazione adiabatrica di questo tipo, non solo si simula il caso più sfavorevole di guasto, cioè un'avaria del sistema di raffreddamento, ma anche l'aumento della temperatura adiabatrica (ΔT_{ad}) può essere dedotto dall'indagine. L'aumento adiabatrico indica la differenza di temperatura alla quale il campione può riscaldarsi, indipendentemente dal volume o dalla massa del campione. Un altro parametro interessante per il funzionamento termicamente sicuro di un processo, ottenuto anch'esso dai dati di misurazione, è il tempo di induzione adiabatrica (TMR_{ad}). Esso indica l'intervallo di tempo entro il quale, in condizioni adiabatiche, si raggiunge la velocità massima di aumento della temperatura.

La temperatura di decomposizione adiabatrica per 24 ore (AZT24) descrive la temperatura alla quale il processo richiede 24 ore, in condizioni adiabatiche, per raggiungere il massimo tasso di aumento della temperatura. Conformemente alla "Regola Tecnica per la Sicurezza degli Impianti" (TRAS), la temperatura limite per una manipolazione sicura (T_{exo}) è impostata a 10 K al di sotto dell'AZT24.

La Figura 2 mostra l'andamento della temperatura (in blu) e il tasso di aumento della temperatura (in rosso) in una prova con un perossido. Innanzitutto si osserva l'adeguamento della temperatura a quella impostata del forno. Nel prosieguo, si vede inizialmente un lento aumento della temperatura. La prova adiabatrica non consente di dissipare il calore generato e il prodotto continua a riscaldarsi fino a raggiungere un aumento esponenziale della temperatura. L'aumento massimo della temperatura viene registrato attorno ad un valore di 197°C. Se si torna indietro di 24 ore da questo momento, si ottiene l'AZT24. La temperatura di decomposizione del perossido è di 90°C, quindi il valore T_{exo} equivale a 80°C, in seguito alla detrazione della soglia di sicurezza di 10 K. In questo modo il perossido può essere maneggiato in tutta sicurezza fino a una temperatura di 80°C.

La decomposizione adiabatrica osservata del perossido non solo provoca un incremento della temperatura adiabatrica a circa 210°C, ma è anche accompagnata da un aumento di pressione. Nella prossima edizione della consiLetter vi mostreremo cosa fare quando l'aumento di pressione determinato con un'indagine adiabatrica, supera i limiti progettuali dell'impianto.

