



Agenzia nazionale per le nuove tecnologie,  
l'energia e lo sviluppo economico sostenibile



MINISTERO DELLO SVILUPPO ECONOMICO



Ricerca di Sistema elettrico

## Automatizzazione dei singoli sottosistemi di acquisizione e controllo del sistema DOES

C. Stringola, E. Giulietti, A. Gentili, S. Scaglione, D. Zola

Report RdS/PAR2019/131

## AUTOMATIZZAZIONE DEI SINGOLI SOTTOSISTEMI DI ACQUISIZIONE E CONTROLLO DEL SISTEMA DOES

C. Stringola, E. Giulietti, A. Gentili, S. Scaglione, D. Zola

Dicembre 2019

### Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico - ENEA

Piano Triennale di Realizzazione 2019-2021 (PTR\_19\_21)

Work Package WP3: "Power to Gas" (P2G)

Linea di Attività LA3.24: Integrazione P2G/sistemi generazione elettrica innovativi: fuel-flexibility – sviluppo sezione H2-AGATUR e sistemi monitoraggio combustione

Responsabile del Progetto: Giulia Monteleone, ENEA

Responsabile del WP3: Eugenio Giacomazzi, ENEA

## Indice

SOMMARIO .....	4
1 INTRODUZIONE .....	5
2 PRINCIPIO DI FUNZIONAMENTO DI D.O.E.S.....	7
3 DESCRIZIONE DI D.O.E.S. E DEI SUOI COMPONENTI.....	10
4 SVILUPPO DEL SOFTWARE PER L' <i>AUTOMATIZZAZIONE</i> .....	15
4.1 SPETTROMETRI QE-PRO (OCEAN OPTICS).....	16
4.2 TURBOPOMPA HiPACE 80 (PFEIFFER) .....	17
4.3 MASS FLOW CONTROLLER E ELECTROMAGNETIC Cv VALVE (MKS) .....	20
4.4 CONTROL BUTTERFLY SYSTEM (VALVOLA A FARFALLA, VAT 612) .....	23
4.5 GENERATORE A RADIO FREQUENZA RF (BDISCOM) .....	27
5 LA LOGICA DI FUNZIONAMENTO PER L' <i>AUTOMAZIONE</i> .....	31
5.1 INTRODUZIONE .....	31
5.2 DESCRIZIONE .....	34
6 PRIMO SVILUPPO DELL' <i>ALGORITMO OFF-LINE</i> PER L'IDENTIFICAZIONE DEI PICCHI NEGLI SPETTRI .....	42
7 CONCLUSIONI.....	45
8 RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI.....	45
9 ABBREVIAZIONI ED ACRONIMI.....	46

## Sommario

L'attività svolta durante il primo anno del Piano Triennale di Realizzazione 2019-2021 (PTR\_19\_21) per quanto riguarda la seconda parte della linea di attività LA3.24 intitolata "Integrazione P2G/sistemi generazione elettrica innovativi: fuel-flexibility – sviluppo sezione H2-AGATUR e sistemi monitoraggio combustion" si è in particolare focalizzata su:

1. lo sviluppo dell'**automatizzazione** dei singoli sottosistemi, (strumenti) componenti il D.O.E.S. (Detection of Oxygen by Emission Spectroscopy), e la possibilità di avere il controllo e la lettura dei vari parametri in una sala operativa remota, in modo che possa operare in maniera stand alone e con controllo remoto per lunghi periodi senza danneggiarsi;
2. lo sviluppo di una serie di **salvaguardie** rispetto ad aumenti imprevisti ed indesiderati del flusso del gas in ingresso in modo che D.O.E.S. sia in grado di andare in autoprotezione in caso di regimi dannosi per lo strumento;
3. l'inizio dello sviluppo di un **algoritmo off-line** capace di identificare le righe (picchi) di emissione degli spettri acquisiti dei gas, tenendo conto delle intensità relative delle varie specie chimiche componenti la miscela di ingresso.

Nel documento verranno quindi descritti il funzionamento dello strumento D.O.E.S. nel suo complesso e l'interfacciamento software in ambiente LabVIEW, gli algoritmi per l'automazione e la gestione delle criticità e la prima bozza dell'algoritmo off-line utilizzato per la misura della concentrazione relativa dell'ossigeno e di altri gas.

### Risultati attesi

Automatizzazione dei singoli sottosistemi (strumenti) di acquisizione e controllo del sistema DOES.

### Output

Rapporto Tecnico: automatizzazione dei singoli sottosistemi (strumenti) di acquisizione e controllo del sistema DOES

## 1 Introduzione

Il Piano Triennale di Realizzazione 2019-2021 (PTR\_19\_21), della Ricerca di Sistema Elettrico Nazionale prevede tre diversi Work Package di progetto. In particolare, il Work Package che riguarda le attività di ricerca presenti in questo documento è il WP3, intitolato “Power to Gas” (P2G) perché le sue attività coprono le tecnologie della catena P2G e P2L (“Power to Liquid”), compresa la generazione elettrica flessibile da TurboGas (TG) come soluzione integrata per aumentare la sicurezza del sistema elettrico, per favorire la sua progressiva decarbonizzazione e la penetrazione delle energie rinnovabili.

L’obiettivo finale del WP3 è quindi quello di supportare l’infrastruttura di rete elettrica e garantire la diffusione delle energie rinnovabili, attraverso tre sotto-obiettivi:

1. sviluppare i sistemi di accumulo P2G finalizzati allo storage dell'eccesso di produzione da vRES, ossia dalle fonti di energia rinnovabile non programmabili;
2. sviluppare sistemi innovativi per la produzione di H<sub>2</sub> e la sua conversione a CH<sub>4</sub>;
3. aumentare flessibilità degli impianti TurboGas, sia in termini di fuel-flexibility, (capacità di bruciare gas a contenuto variabile di idrogeno in modo stabile) che di load-flexibility, (capacità di operare in un ampio range di potenza in modo stabile e nel rispetto dei limiti di emissione, con un ridotto minimo tecnico ambientale rispetto alla potenza di picco).

L’attività svolta e descritta in questo documento tecnico riguarda la Linea di Attività (LA) n.24 intitolata “Integrazione P2G/sistemi generazione elettrica innovativi: fuel-flexibility – sviluppo sezione H2-AGATUR e sistemi monitoraggio combustione”. In particolare, riguarda la generazione elettrica flessibile da TurboGas e prosegue quanto iniziato nel triennio precedente, durante il quale è stata realizzata la sezione per emulare l’EGR (“Exhaust Gas Recirculation”) nell’impianto AGATUR (“Advanced GAs TURbine Rising”) dell’ENEA. Inoltre, è stata progettata la linea di ricircolo dei gas combusti verso l’ingresso della micro-turbina Turbec T100 da 100 kW, la quale è stata equipaggiata con un doppio sistema di alimentazione e un opportuno controllo software.

L’aggiunta di idrogeno al gas naturale altera in modo non trascurabile, non solo le proprietà di combustione della miscela ottenuta, (velocità di fiamma, ritardo di accensione, limiti di infiammabilità, caratteristiche termo-diffusive, temperature massime raggiunte e NO<sub>x</sub> prodotti), ma anche la topologia del fronte di fiamma, la sua stabilizzazione e dinamica. In particolare, si prevede che l’uso di miscele idrogenate nelle moderne Turbine a Gas aumenti il rischio di fenomeni di instabilità termo-acustica, dannosi per l’operatività della Turbina stessa.

Dato il potenziale aumento del rischio di instabilità di combustione, è anche importante monitorare in tempo reale la combustione e identificare, con un certo anticipo, i precursori delle instabilità, in modo da adottare opportune procedure di controllo. Durante il precedente triennio di ricerca, l’ENEA ha sviluppato un sistema avanzato di monitoraggio delle specie chimiche nei gas combusti di scarico denominato D.O.E.S., (*Detection of Oxygen by Emission Spectroscopy*) [1-6]. Il significato dell’acronimo indica che, in origine, lo sviluppo dello strumento riguardava il monitoraggio dell’ossigeno in impianti di ossi-combustione senza fronte di fiamma. Lo sviluppo del sistema ha portato ad un’estensione delle sue possibilità, consentendo il monitoraggio, almeno in teoria, di altre specie presenti nei gas di post combustione.

D.O.E.S. utilizza la spettroscopia ottica di emissione nell’intervallo spettrale che va dall’ultravioletto (UV) al vicino infrarosso (NIR). La spettroscopia ottica in emissione è particolarmente promettente per individuare gli elementi atomici e molecolari presenti in una miscela di gas mediante l’innesco di un plasma confinato in una regione spaziale e acquisendo lo spettro emesso. L’analisi quantitativa dello spettro di emissione in termini di intensità relativa dei vari picchi di emissione e in funzione della lunghezza d’onda, consente di determinare le specie presenti e la loro concentrazione relativa.

Lo strumento D.O.E.S., precedentemente sviluppato nella forma di pre-prototipo, si mostra particolarmente adatto al monitoraggio e al controllo degli elementi contenuti nei gas di scarico degli impianti a combustione. Lo sviluppo di D.O.E.S. è particolarmente importante per monitorare l’efficienza della combustione stessa: per esempio, negli impianti che operano con ossi-combustione a temperature maggiori di 1200°C e a

pressioni superiori ai 4 bar in cui la concentrazione dell'ossigeno nella miscela dei gas rappresenta un parametro critico, lo strumento è in grado di effettuare delle misure senza essere in contatto diretto con tali proibitive condizioni di esercizio.

Lo scopo finale, che si cercherà di ottenere anche con l'attività del prossimo anno prevista nel Piano Triennale, è di avere uno strumento che:

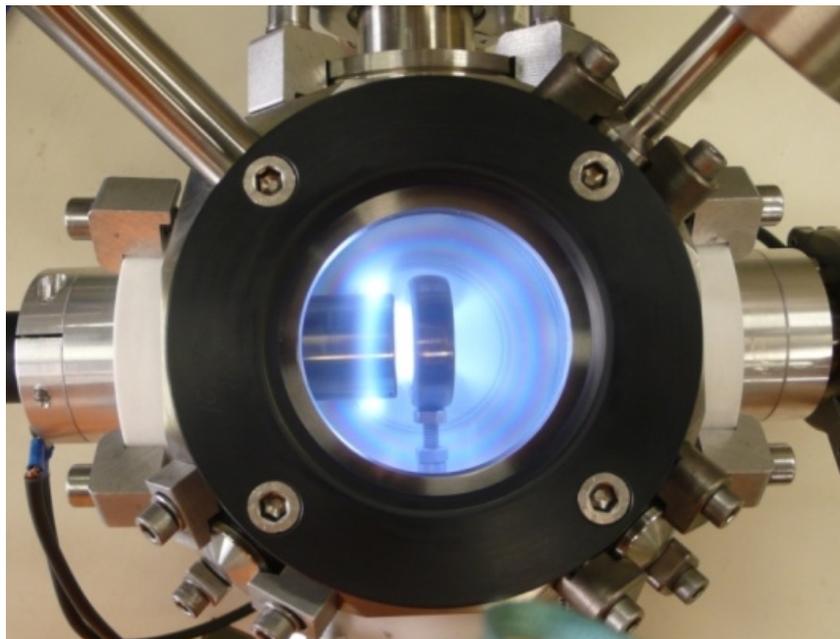
- possa essere interfacciato a sezioni d'impianto anche poco accessibili,
- sia gestito completamente in remoto,
- a regime, operi in maniera stand alone,
- acquisisca ed elabori gli spettri di emissione in tempo reale per fornire il contenuto percentuale o la variazione relativa nel tempo delle specie chimiche di maggiore interesse nei fumi di postcombustione,
- possa auto-calibrarsi periodicamente,
- sia in grado di andare in autoprotezione in caso di regimi dannosi per lo strumento.

La parte più complessa su cui si è iniziato a lavorare è lo sviluppo di modelli che possano tradursi in un algoritmo per l'elaborazione automatica degli spettri il cui risultato finale si traduca in un valore percentuale, con incertezza data, sulla percentuale assoluta o relativa del contenuto di una specie chimica nei fumi in tempo reale.

## 2 Principio di funzionamento di D.O.E.S

Il principio di funzionamento del sistema di monitoraggio [2] risiede nella possibilità di individuare univocamente la variazione di una specie chimica all'interno di una miscela di gas, quando questa è nello stato di "quasi plasma". Per "quasi plasma"<sup>1</sup> s'intende uno stato della materia composto da elettroni, ioni e atomi neutri confinata in un volume avente carica spaziale totale nulla. In queste condizioni, gli atomi e le molecole, sia neutre che ionizzate, urtano tra di loro e con gli elettroni accelerati dal campo elettrico locale. Nel plasma, le particelle, (atomi e molecole neutre, ioni atomici e molecolari), transiscono dallo stato fondamentale a uno stato eccitato emettendo un fotone in tempi che generalmente sono nell'ordine dei microsecondi. Le particelle possono quindi decadere nello stato fondamentale o in uno stato eccitato a più bassa energia. Nei processi di diseccitazione che avvengono nel plasma, i fotoni emessi hanno un'energia e una lunghezza d'onda  $\lambda$  che è caratteristica sia della specie chimica, sia dei due livelli energetici, (iniziale e finale), coinvolti nella transizione. L'insieme dei fotoni emessi origina lo spettro della sostanza. Tale spettro può essere misurato mediante spettrometri compatti che utilizzano CCD come rivelatori.

Le misure effettuate da D.O.E.S., mostrato in **Figura 1**, si basano sui rapporti tra le intensità di luce emessa dal plasma in bande a lunghezze d'onda caratteristiche delle varie molecole presenti nella miscela di gas in ingresso. Il riconoscimento delle varie specie si basa sull'uso di un database di spettri fondato sulla letteratura scientifica e su misure di spettri di singole specie gassose eseguite con D.O.E.S. La variazione nel tempo dello spettro di emissione delle specie presenti, permette il monitoraggio on-line della concentrazione relativa delle specie chimiche nei fumi.



**Figura 1. Particolare della camera da vuoto con il plasma a Radio Frequenza: in questo esempio si tratta di una miscela di O<sub>2</sub> e CO<sub>2</sub>.**

Affinché la misura delle intensità spettrale dipenda solo dai processi fisici nel plasma e non da altri fattori esterni, il plasma e gli spettrometri devono essere stabili. Le misure d'intensità effettuate da D.O.E.S. sono più simili a misure spettro-radiometriche piuttosto che semplicemente spettrometriche, perché non solo la posizione dei picchi di emissione ma anche la loro intensità gioca un ruolo essenziale. In D.O.E.S. però non è necessario misurare l'irradianza spettrale ma solo i rapporti delle intensità tra ben definite bande o righe.

<sup>1</sup> Si parla di "quasi plasma" per distinguerlo dal "plasma" che in certi ambiti scientifici indica i plasmi ad alta temperatura (milioni di gradi) tipici ad esempio dei sistemi per la fusione nucleare. Nel nostro caso i plasmi hanno temperature al più di qualche migliaio di gradi.

Inoltre, benché vengano acquisiti nel tempo i rapporti delle intensità, con lo scopo principale di monitorarne la variazione, misure quantitative possono essere effettuate con D.O.E.S., se preventivamente lo strumento viene calibrato, mediante la misura degli spettri emessi da miscele di gas, ottenute con differenti rapporti percentuali tra le molecole maggiormente presenti nei gas di post-combustione.

A pressioni dell'ordine di  $10^{-2}$  -  $10^{-1}$  mbar, lo stato di quasi plasma può essere attivato in un gas mediante un generatore di radiofrequenza (RF).

Il sistema D. O.E.S. è composto essenzialmente da una camera cubica di 140 mm di lato, in cui viene praticato il vuoto mediante un sistema di pompaggio composto da una pompa turbomolecolare e una rotativa. Sulla flangia di uscita è posta una valvola a farfalla che è retroazionata da un misuratore di pressione capacitivo, (misuratore di pressione assoluta). Mediante la variazione dell'apertura della valvola a farfalla si ottiene una pressione di costante che non dipende dal valore del flusso in ingresso.

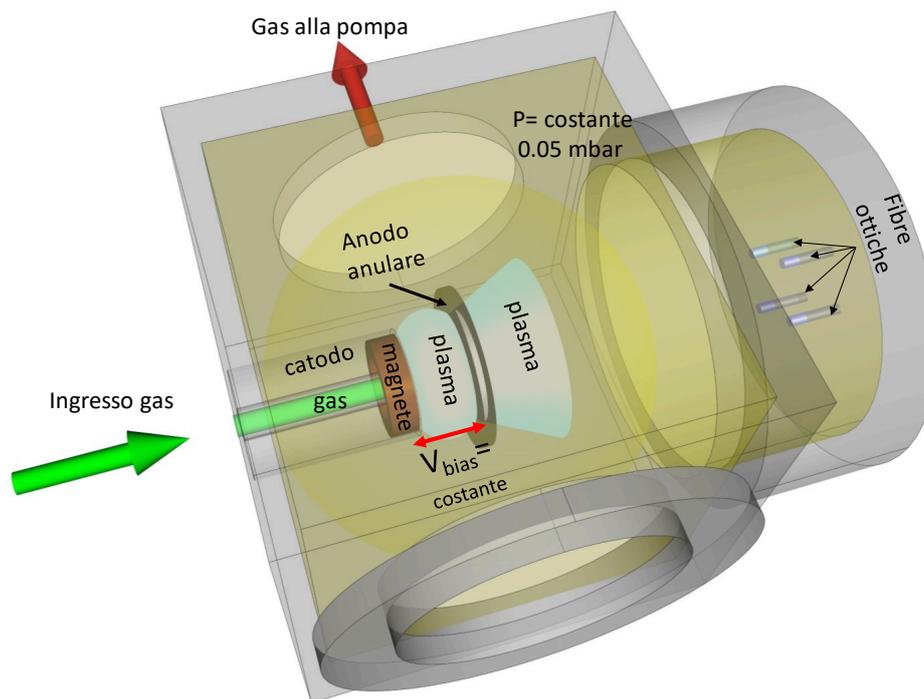


Figura 2. Schema di massima di D.O.E.S.

Il gas da analizzare viene immesso nella camera attraverso il catodo del sistema. Nel catodo vi è un magnete cilindrico, coassiale al tubo di ingresso del gas, che genera il campo magnetico assialmente. L'anodo del sistema è costituito da un anello di acciaio e il collegamento elettrico alla sorgente RF è posto alla base del cubo. Il sistema di accensione del plasma è costituito da una sorgente RF e da un adattatore di impedenza automatico (matching network). Il generatore RF lavora in condizioni tali da mantenere costante la tensione di bias tra anodo e catodo. Questo è ottenuto variando nel tempo la potenza emessa, (entro certi limiti), mentre la matching network adatta l'impedenza di ingresso di D.O.E.S. in modo che la potenza riflessa sia trascurabile rispetto alla potenza erogata dal generatore. La *tensione di bias*, ( $V_{bias}$ ) tra anodo e catodo è causata dalla differenza di cammino libero medio tra gli elettroni e gli atomi/molecole presenti nel plasma. La densità degli elettroni presenti nel plasma determina il numero di collisioni che danno origine ai processi di eccitazione che porteranno alla comparsa delle linee spettroscopiche durante la successiva diseccitazione radiativa. Tale densità di elettroni presenti nel plasma ovviamente aumenta all'aumentare della pressione e di  $V_{bias}$  tra gli elettrodi: nel primo caso perché aumenta il numero di specie che si ionizzano, nel secondo caso perché vi è un maggiore confinamento degli elettroni nella zona in cui vi è la scarica. Da queste semplici considerazioni si evince che, per avere un plasma stabile, è necessario in prima istanza mantenere costante sia la pressione che la tensione di bias. Anche grazie al magnete, il plasma è essenzialmente confinato nella regione tra anodo e catodo e solo parzialmente si estende oltre l'anello. Gli elettroni secondari generati nel

processo sono confinati grazie al campo magnetico e contribuiscono all'aumento dell'intensità luminosa generata dal plasma.

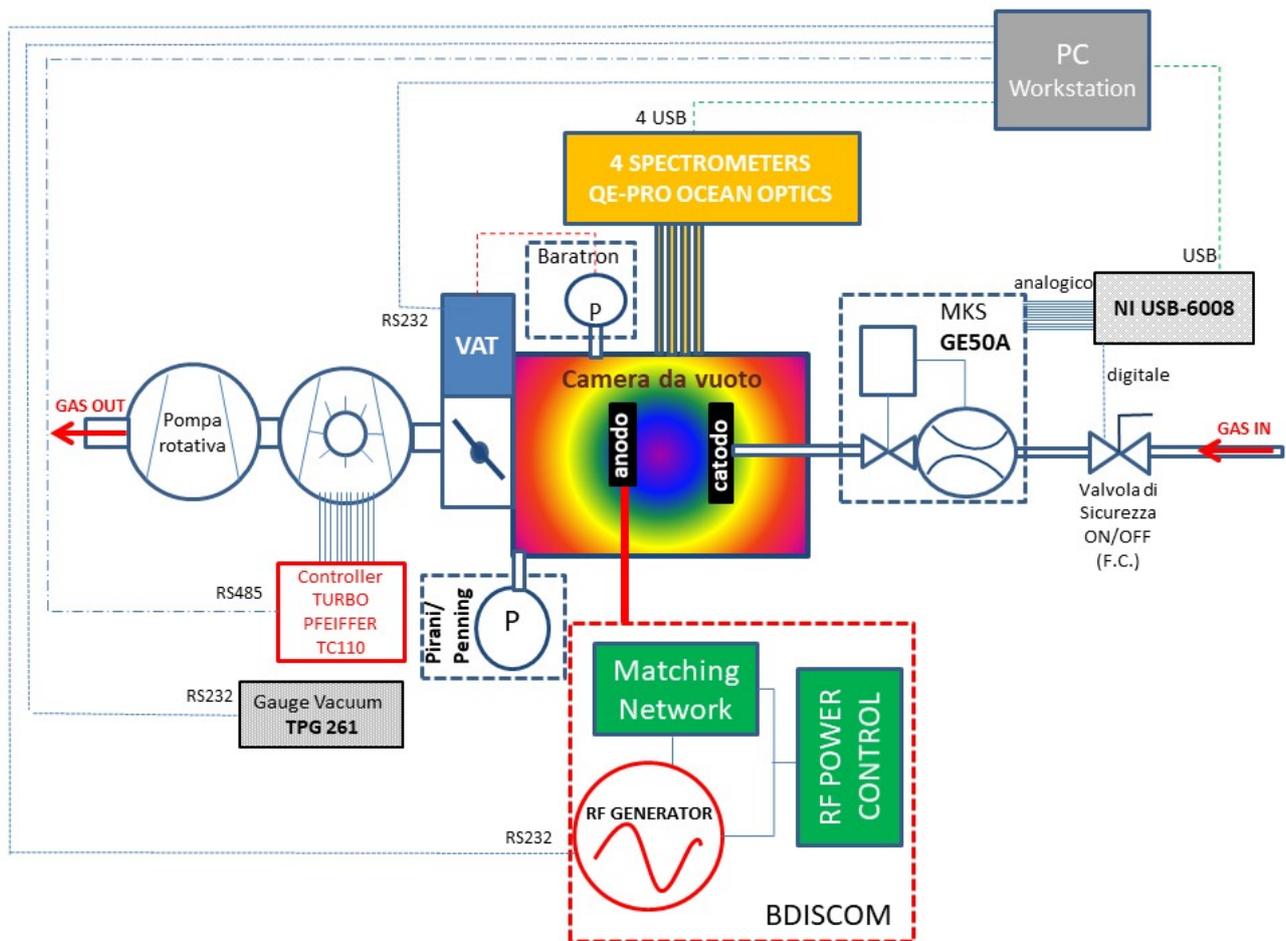
Assialmente al catodo e all'anodo, ad una distanza di circa 150 mm dall'anodo, sono poste quattro fibre che raccolgono la luce generata dal plasma. Tale distanza, anche se influisce negativamente sulla quantità di luce raccolta dalle fibre, assicura che queste non siano contaminate dal plasma che comunque induce deboli fenomeni di sputtering del catodo. D.O.E.S. si fonda anche sullo sviluppo tecnologico avvenuta nel campo degli spettrometri negli ultimi anni. È possibile avere a disposizione spettrometri compatti il cui sensore è un CCD stabilizzato in temperatura. Ciò consente di avere una stabilità nel tempo del segnale del sensore molto elevata, un rapporto segnale rumore molto elevato (1000:1) e un rumore elettronico trascurabile. La stabilizzazione in temperatura del sensore evita il drift nel tempo del segnale di fondo, (background) e quindi le operazioni di azzeramento del segnale di background devono essere eseguite solo dopo l'accensione degli spettrometri e non viene più ripetuta.

Gli spettrometri a CCD sono stabilizzati in temperatura mediante celle Peltier che operano a temperature fino a 40°C al di sotto della temperatura ambiente. Il sensore è un back thinned CCD, ovvero un CCD retroilluminato di poche decine di micron che ha un'alta efficienza quantica (65% a 250 nm e 90% nel VIS NIR) e può rilevare fotoni da 185 nm a 1100 nm con circa 0.065 counts/e-. Il range dinamico è circa 85000 ed è molto elevato. Questa tecnologia ci consentirebbe di acquisire uno spettro ogni 10 ms anche se le condizioni in cui operiamo attualmente ci portano ad acquisire uno spettro ogni 500 ms. Il tempo di acquisizione può essere ridotto focalizzando la luce sulle fibre in modo più efficiente.

### 3 Descrizione di D.O.E.S. e dei suoi componenti

D.O.E.S. ([3- 6]) è un apparato composto da diversi strumenti con funzioni diverse, le cui connessioni di comunicazione con il computer sono di tipo diverso con protocolli diversi e in alcuni casi sono di tipo proprietario.

Nella **Figura 3** è mostrato uno schema dello strumento.



**Figura 3. Schema attuale del sistema D.O.E.S.**

In D.O.E.S. si possono quindi identificare i seguenti sottosistemi:

1. **Sistema da vuoto per il controllo della pressione** nella camera del plasma, che è costituito:
  - a) dalla pompa rotativa a due stadi Pascal 2021 HW della Pfeiffer (**Figura 4**);
  - b) dalla pompa turbomolecolare, Turbopompa HiPace 80 della Pfeiffer, (**Figura 5**);
  - c) dalla valvola a farfalla automatica VAT (**Figura 5**), retro-azionata dal misuratore di pressione capacitivo MKS Baratron (**Figura 5**) con fondo scala di 100  $\mu\text{bar}$  (10 Pa).

Il vuoto in D.O.E.S viene realizzato dalla pompa turbomolecolare che necessita di una pompa rotativa a valle per poter funzionare. Mediante l'HiPace 80 è possibile raggiungere nella camera di D.O.E.S. valori di pressione inferiori a  $5.0 \cdot 10^{-7}$  mbar, ( $5.0 \cdot 10^{-5}$  Pa), quando la valvola a farfalla è completamente aperta e non vi è alcun flusso in camera. In condizioni normali la turbina compie 90'000 giri al minuto con un assorbimento del motore di circa 3 Watt. All'aumentare del carico

aumenta l'assorbimento del motore senza che il numero dei giri diminuisca. Ciò comporta un aumento della temperatura del motore e dei cuscinetti della turbina. Al di sopra dei 60 W, i giri della turbina diminuiscono e al di sopra di una certa temperatura, 80°C circa, la pompa si spegne perché va in protezione. Con flussi in camera pressoché nulli, la pompa turbomolecolare può funzionare con la valvola a farfalla completamente aperta se i valori di pressione misurati sono inferiori a  $10^{-2}$  mbar. Al di sopra di questi valori, la turbomolecolare deve essere spenta e il pre-vuoto in camera viene ottenuto mediante la sola pompa rotativa. Nel caso in cui il vuoto in camera sia inferiore a  $10^{-2}$  mbar e si voglia avere in camera una pressione maggiore con la pompa turbomolecolare in funzione, si deve aumentare la sua impedenza d'ingresso attraverso delle strozzature che nel nostro caso sono attuate dalla valvola a farfalla. Le condizioni di operative della pompa devono essere tali che il numero dei giri della turbina siano stabilmente 90000/min e le temperature del motore e dei cuscinetti non superino i 50°C. La pressione a cui lavora D.O.E.S, quando un flusso di gas vi entra, è di  $5.0 \cdot 10^{-2}$  mbar = 50  $\mu$ bar = 5 Pa. La pompa turbomolecolare può correttamente funzionare se il flusso in ingresso è di circa 20 sscm (centimetri cubi al secondo standard) e la sezione in ingresso alla pompa viene ridotta dell'80%. Queste condizioni vengono attuate dal flussimetro in ingresso a D.O.E.S. e dalla valvola a farfalla automatica VAT. La pressione in camera viene misurata nell'intervallo tra  $10^{-7}$  mbar a 1000 mbar mediante un misuratore Pirani-Penning a catodo freddo. La valvola a farfalla automatica VAT funziona stand alone con software residente. Nel momento in cui viene selezionato il valore di pressione costante, utilizzando anche un controllore proprietario, la valvola regola in automatico l'apertura della farfalla in modo che il valore di pressione resti stabile. La pressione in camera è misurata da un misuratore di pressione capacitivo che fornisce il valore di pressione assoluto. Il modello in uso in D.O.E.S ha fondo scala di 100  $\mu$ bar con una sensibilità di  $10^{-3}$   $\mu$ bar. Il sistema si è mostrato estremamente affidabile nel mantenere la pressione in camera e in particolare, la valvola VAT è in grado di stabilizzare la pressione in tempi dell'ordine dei millisecondi.

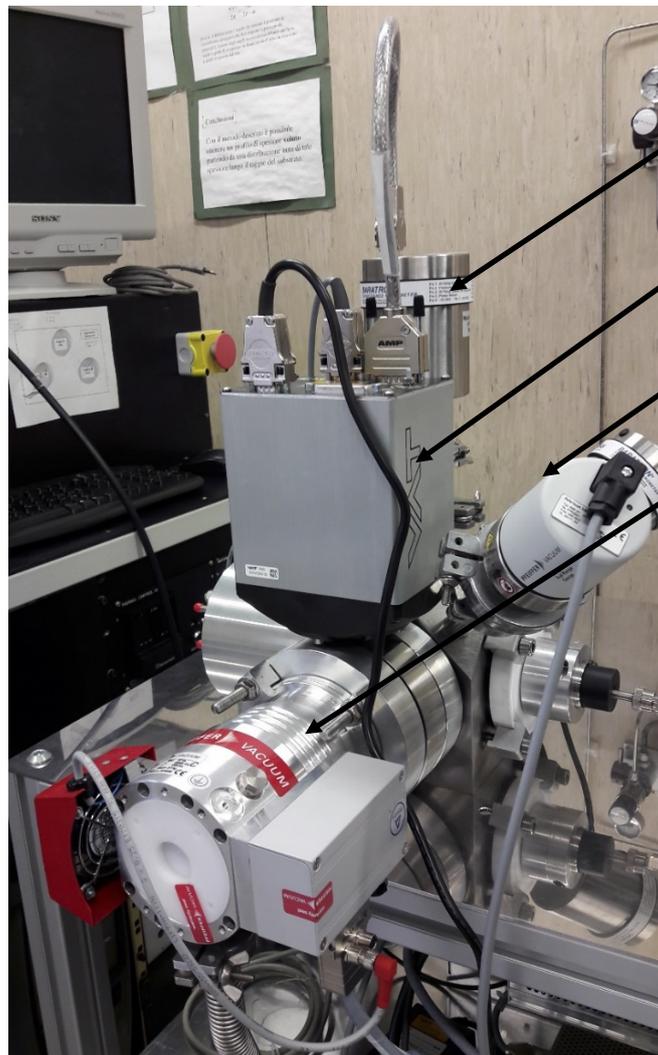
Il monitoraggio della valvola, così come le principali operazioni di inizializzazione della VAT, può anche essere eseguito utilizzando un software proprietario su PC collegando la VAT a una porta seriale a 9 pin sul PC. Il cavo è però proprietario poiché il connettore a 15 poli sulla VAT che è del tutto simile a quello utilizzato per i monitor ha la sostanziale differenza che il quindicesimo pin è floating mentre nei normali cavi per monitor questo pin è collegato a massa.

Attraverso il software si può configurare facilmente il sensore della pressione MKS Baratron sul quale si basa il feedback della VAT e avviare il programma di LEARN per determinare automaticamente i valori del controllo PID, (controllo Proporzionale, Integrale e Derivativo), poiché tali valori dipendono dal sistema nel quale la VAT è installata. La funzione di LEARN viene eseguita solo una volta ovvero quando la valvola viene installata. La procedura viene ripetuta solo in caso di modifiche al sistema da vuoto, come nel caso di sostituzione della pompa o del sensore di pressione.

Attraverso il software è possibile cambiare lo stato della VAT durante il suo funzionamento, ovvero cambiare il valore di pressione costante, chiudere o aprire parzialmente o completamente la valvola a farfalla, passare dal controllo remoto a quello locale. Il software fornisce inoltre l'andamento temporale del valore della pressione in camera e del valore percentuale di apertura della valvola. Le operazioni che riusciamo ad eseguire sulla VAT attraverso il software proprietario o il controllore proprietario sono ora anche eseguibili attraverso un software sviluppato in Labview in-house e descritto più avanti. Il controllo remoto della VAT avviene in questo caso attraverso un cavo standard seriale collegato alla porta INTERFACE.



Figura 4. Pompa rotativa a due stadi Pascal 2021 HW della Pfeiffer.



MKS BARATRON

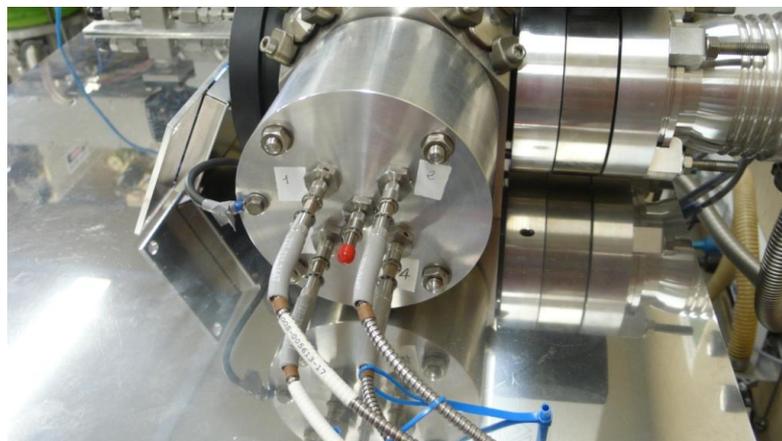
VAT

PIRANI PENNING

TURBOMOLECOLARE

Figura 5. Valvola a farfalla automatica VAT retro-azionata dal misuratore di pressione capacitivo MKS Baratron. Nella stessa figura vi è la pompa Turbomolecolare e il misuratore di pressione Pirani-Penning.

- 2. Sistema di eccitazione del plasma**, che è costituito da un Generatore di Radio Frequenza RF (BDS.HF200.AFP) della Bdiscom e da un adattatore di impedenza automatico denominato Matching Network (MN) che con il controllore integrato (RF Power Control) mantengono acceso il plasma trasferendo una potenza variabile nel tempo tale che, al variare del carico, la tensione di self-bias tra anodo e catodo rimanga costante. L'adattatore d'impedenza automaticamente regola il valore del carico e dell'accoppiamento in modo che la potenza riflessa sia inferiore al 1% della potenza erogata dal generatore. Dal pannello dello strumento è possibile selezionare il valore di bias, la potenza massima, i valori percentuali del carico, "Load" e del "Tune". Impostate le condizioni in cui il generatore RF deve operare, che nel nostro caso corrisponde ad avere una tensione di bias di 300 V, lo strumento mantiene le condizioni impostate in automatico. Nei test effettuati sino ad ora, tale sistema si è sempre mostrato affidabile e veloce nel raggiungere condizioni di lavoro stabili nel tempo. Per quanto riguarda lo sviluppo del software di controllo in house per questo sottosistema, si sono riprodotte in ambiente Labview le operazioni che normalmente si effettuano a pannello prima di erogare la potenza RF. Durante il funzionamento si controlla che non vi siano valori troppo elevati della potenza riflessa e in modo automatico si attuano delle correzioni quali forzare il riadattamento dell'impedenza da parte della matching network. Il protocollo di comunicazione del generatore RF con il computer è di tipo seriale.
- 3. Sistema di misura degli spettri**, che è costituito da quattro Spettrometri (QE-PRO della Ocean Optics;) e dalle fibre ottiche UV grade (con core da 600  $\mu\text{m}$ ) e dal software di acquisizione. Ciascun spettrometro QEPRO ha un alimentatore da 20 W a 5 Volt. Tale assorbimento è dovuto alla presenza della cella Peltier e dalla sua ventola di raffreddamento. Gli spettrometri per funzionare necessitano di un PC a cui vengono collegati mediante una porta USB. Per ottimizzare l'hardware di D.O.E.S, i quattro spettrometri sono stati installati in una scatola chiusa provvista di ventola di raffreddamento. Un alimentatore unico di 200 W alimenta a 5 V i quattro spettrometri. La scatola è provvista di quattro porte USB per il collegamento al PC e di quattro attacchi SMA 905 per il collegamento delle fibre e di una ventola supplementare esterna per il raffreddamento. Le 4 fibre ottiche di collegamento tra gli spettrometri e il D.O.E.S. sono resistenti alla solarizzazione da radiazione UV, (UV grade), sono collegate sulla flangia della camera di D.O.E.S. a quattro passanti da vuoto per fibra ottica con attacco SMA905 (vedi **Figura 6**). Gli spettri acquisiti si estendono da 250 nm a 900 nm, con risoluzione spettrale di circa 0.20 nm. L'intero spettro è diviso in quattro diversi intervalli spettrali ciascuno acquisito da un diverso spettrometro. Tale suddivisione si è resa necessaria per avere una velocità di acquisizione elevata, inferiore al secondo, e una risoluzione spettrale altrettanto elevata. Gli spettri acquisiti possono attualmente essere salvati con un intervallo di tempo nell'ordine del secondo in modo da avere un monitoraggio quasi in tempo reale dell'andamento delle righe spettrali

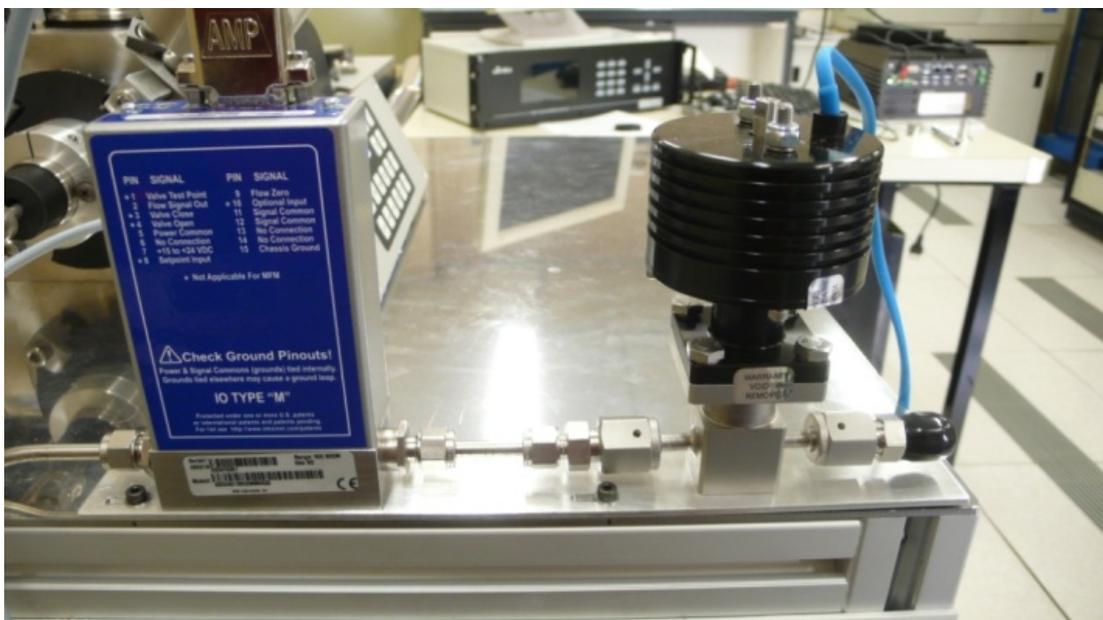


**Figura 6. Particolare della flangia di ingresso alla camera da vuoto per il plasma da parte delle quattro fibre ottiche collegate a monte ai quattro Spettrometri QE-PRO della Ocean Optics.**

**4. Sistema di protezione**, che è costituito dalla Valvola solenoidale apri e chiudi on/off e dal flussimetro GE50A della MKS in ingresso (**Figura 7**), e dal sensore di pressione Pirani Penning (Compact Full Range Gauge della Pfeiffer Vacuum; **Figura 5**). Il dispositivo più delicato del sistema D.O.E.S. è la pompa turbomolecolare e mediante il sistema di protezione si deve evitare che si danneggi. Il flussimetro ha una portata massima di 500 sccm molto maggiore del flusso massimo, (circa 20 sccm) sostenibile dalla pompa turbomolecolare. Il flussimetro ha una portata massima così grande, perché si vuole evitare che particelle contenute nei gas di combustione possano otturare il flussimetro in ingresso. La tensione del sensore Pirani Penning, corrispondente ad un valore di pressione, è misurata tramite un dispositivo SingleGauge Vacuum modello TPG 261 della Pfeiffer che è opportunamente interfacciato al PC di controllo tramite seriale.

Il software di gestione deve controllare che:

- a. in fase di avvio di D.O.E.S., cioè quando la camera è a pressione ambiente, la pompa turbomolecolare HiPace 80 della Pfeiffer venga avviata solo dopo che in camera ci sia un valore inferiore a 50  $\mu$ bar (5 Pa),
- b. prima dell'immissione del gas si raggiunga in camera, un vuoto base di  $10^{-6}$  mbar (0.1 mPa) affinché sia esclusa la presenza di qualunque perdita nel sistema da vuoto,
- c. riduca/aumenti il flusso del gas in ingresso a valori tale mantenere i valori delle temperature sui cuscinetti della turbina inferiori a 50°C o il numero di giri della turbina inferiori 90'000 al minuto. Questo regime equivale a mantenere l'apertura della valvola a farfalla attorno al 20%,
- d. interrompa il flusso mediante la valvola solenoidale nel caso in cui vi siano anomalie gravi nel funzionamento di uno dei dispositivi di D.O.E.S.



**Figura 7. Sistema di ingresso dei gas alla camera da vuoto per il plasma: valvola di sicurezza on/off (a destra dell'immagine), e misuratore di flusso GE50A della MKS (a sinistra dell'immagine).**

**5. Sistema di controllo e acquisizione dati**, costituito dal PC, un modello di computer tipo “embedded” utilizzato in ambiente industriale, con caratteristiche di affidabilità e robustezza sufficienti a garantire il funzionamento di D.O.E.S. in ambienti particolarmente severi dal punto di vista delle condizioni di umidità, temperatura e presenza di particolato, e dai dispositivi di interfacciamento analogico/digitale utili al collegamento dei vari dispositivi.

## 4 Sviluppo del software per l'automatizzazione

D.O.E.S. è un apparato composto da diversi strumenti con funzioni diverse le cui connessioni di comunicazione con il computer sono di tipo diverso con protocolli diversi e in alcuni casi, sono di tipo proprietario. La soluzione che si è adottata è quella di aver inserito "on board" allo strumento D.O.E.S. un computer del tipo "embedded" che ha un'alta versatilità relativamente ai diversi tipi di connessioni esistenti e ai diversi protocolli di interfaccia così da poter connettere i vari strumenti.

Nel sistema D.O.E.S. si è montato un computer "embedded" simile a quello utilizzato per l'automazione in ambito industriale per garantire a D.O.E.S. robustezza nel funzionamento in ambienti in cui l'umidità, a temperatura e le vibrazioni sono dannose per i sistemi PC desktop o laptop.

Su questo PC è in esecuzione un programma in ambiente LabVIEW di automatizzazione del sistema. Tramite un unico canale di comunicazione con un computer remoto, per mezzo di un cavo "ethernet" si può monitorare ed eventualmente intervenire per agire da remoto su D.O.E.S.

Durante la precedente annualità si sono realizzati degli strumenti virtuali per ognuno dei componenti di D.O.E.S. (alcuni dei quali hanno un protocollo di comunicazione digitale mentre altri devono essere controllati analogicamente), si sono effettuati i collegamenti digitali o analogici tra i vari dispositivi e il PC, e si sono eseguiti i test di comunicazione tra il singolo dispositivo e il PC.

Per permettere la gestione di ogni singolo modulo e strumento, e la loro interazione e automatizzazione per la gestione ed il controllo del sistema D.O.E.S., è stato predisposto una interfaccia in LabVIEW della National Instruments (**Figura 8**).



**Figura 8. Interfaccia di gestione moduli DOES.**

Tale software è capace di realizzare la gestione dei seguenti strumenti:

1. quattro Spettrometri QE-PRO della Ocean Optics;
2. la Turbopompa HiPace 80 della Pfeiffer
3. Il misuratore di pressione Pirani-Penning Pfeiffer;
4. il flussimetro MFC (Mass Flow Controller) e Electromagnetic Cv Valve on/off della MKS;
5. la Valvola a Farfalla (Control Butterfly System) della VAT;
6. il Generatore di Radio Frequenze RF della Bdiscom.

Inoltre, è stato sviluppato come strumento autonomo e svincolato dagli altri moduli di gestione il Multi channel Gas Controller (MGC) Type 647C della MKS per il controllo dei flussi di gas tecnici per le prove di laboratorio.

#### 4.1 Spettrometri QE-PRO (Ocean Optics)

Gli spettrometri utilizzati in D.O.E.S. sono i QE-PRO della Ocean Optics (Figura 9).

E' stato sviluppato un programma per la gestione dei quattro Spettrometri QE-PRO, controllati tramite interfaccia **USB 2.0 full speed**, attraverso il SW *OmniDriver* (OmniDriverSPAM-2.56-win32-installer.exe disponibile all'indirizzo <https://oceanoptics.com/support/software-downloads/#omnidriver>) nelle due seguenti modalità:

- I. accesso alle funzioni contenute nella *OminiDriver32.dll* tramite *Call Library Function Node*;
- II. accesso al *.NET Costructor NETOmniDriver-NET40* (2.45.0.0).



Figura 9. Immagine dello Spettrometro QE-PRO della Ocean Optics.

Il programma di gestione consente:

- a) di impostare parametri quali *integration time*, *average*, *boxcar width*, ect.;
- b) di mostrare il grafico degli spettri acquisiti dai quattro Spettrometri in maniera separata, (tipologia di Spettro "Multiplo"), in base ai rispettivi range di lunghezze d'onda  $\Delta\lambda$  di funzionamento, oppure in maniera integrale, (tipo di Spettro "Singolo"), per ottenere un unico spettro;
- c) di leggere le temperature dell'elettronica ("Board T") e del detector ("Detect T") di ogni singolo Spettrometro;
- d) l'individuazione dei picchi degli spettri anche con tecnica *wavelet*;
- e) la possibilità di salvare uno "snapshot volatile" per usi estemporanei.
- f) Inoltre è possibile attivare due sotto programmi per la gestione delle misure di laboratorio e per la misura del tempo di ritardo che sono state descritte nella relazione PAR 2019, S. Scaglione, D. Zola, A. Gentili, C. Stringola, E. Giulietti, "Analisi preliminare dei tempi di ritardo del sistema D.O.E.S." [7].

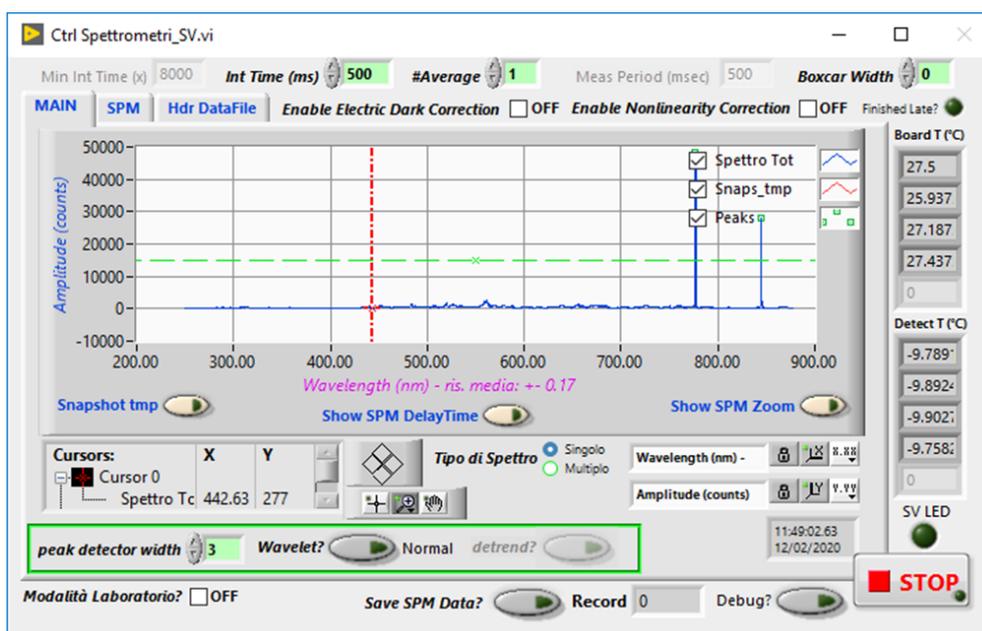


Figura 10. Interfaccia SW del programma di gestione degli Spettrometri QE-PRO della Ocean Optics.

Mediante il pannello di controllo del programma, mostrato in **Figura 10**, è possibile impostare anche la correzione del segnale dovuto al rumore elettronico e quello degli effetti non lineari

Il salvataggio su file degli spettri in modalità continua si effettua cliccando su “Save SPM Data”. Per ogni spettrometro viene creato un file in cui, la prima colonna riporta il tempo in cui lo spettro è acquisito e le successive colonne riportano le intensità di tutte le lunghezze d’onda acquisite dallo spettrometro. Ad ogni acquisizione successiva si aggiunge una riga al file generato. Il file viene chiuso se si interrompe la registrazione in continua degli spettri cliccando nuovamente sullo stesso pulsante. I file vengono organizzati sul PC secondo un albero di cartelle il cui nome fa riferimento all’anno mese e giorno in cui sono stati acquisiti i dati.

Come già menzionato, il VI consente una modalità denominata “Modalità Laboratorio” in cui è possibile il salvataggio di un singolo spettro generato da una miscela di gas ottenuta in laboratorio (“*snapshot su file*”). Questa modalità è differente dal salvataggio degli spettri in continua perché viene salvata una singola riga. Nella maschera del programma che appare cliccando nella casella in basso a sinistra della maschera in **Figura 10**, è possibile selezionare il gas e il suo flusso in sccm che è utilizzato per comporre la miscela. La maschera ha il solo scopo di comporre il nome del file in cui verranno registrati i dati. In questo modo è possibile comporre una collezione di spettri ottenuti per le più varie concentrazioni di gas.

#### 4.2 Turbopompa HiPace 80 (Pfeiffer)

La Turbopompa utilizzata nel set-up è una HiPace 80 della Pfeiffer, (**Figura 11**), della capacità di  $S(N_2) = 67$  litri/sec e  $f = 1500$  Hz, (90 000 giri al minuto). Essa è connessa all’Electronic Drive Unit TC110, che mediante cavi e connettori può essere collegata al Display and Operating Unit DCU110, (che in realtà ha funzioni di alimentazione e controllo della pompa), da cui si prende solo l’alimentazione (24 V), mentre mediante un cavo proprietario M12-USB la parte relativa al controllo viene gestita dal computer (**Figura 12**), con il setup di collegamento riportato in **Tabella 1**.



**Figura 11.** Corpo della Turbopompa HiPace80 connessa lateralmente all’Electronic Drive Unit TC110.

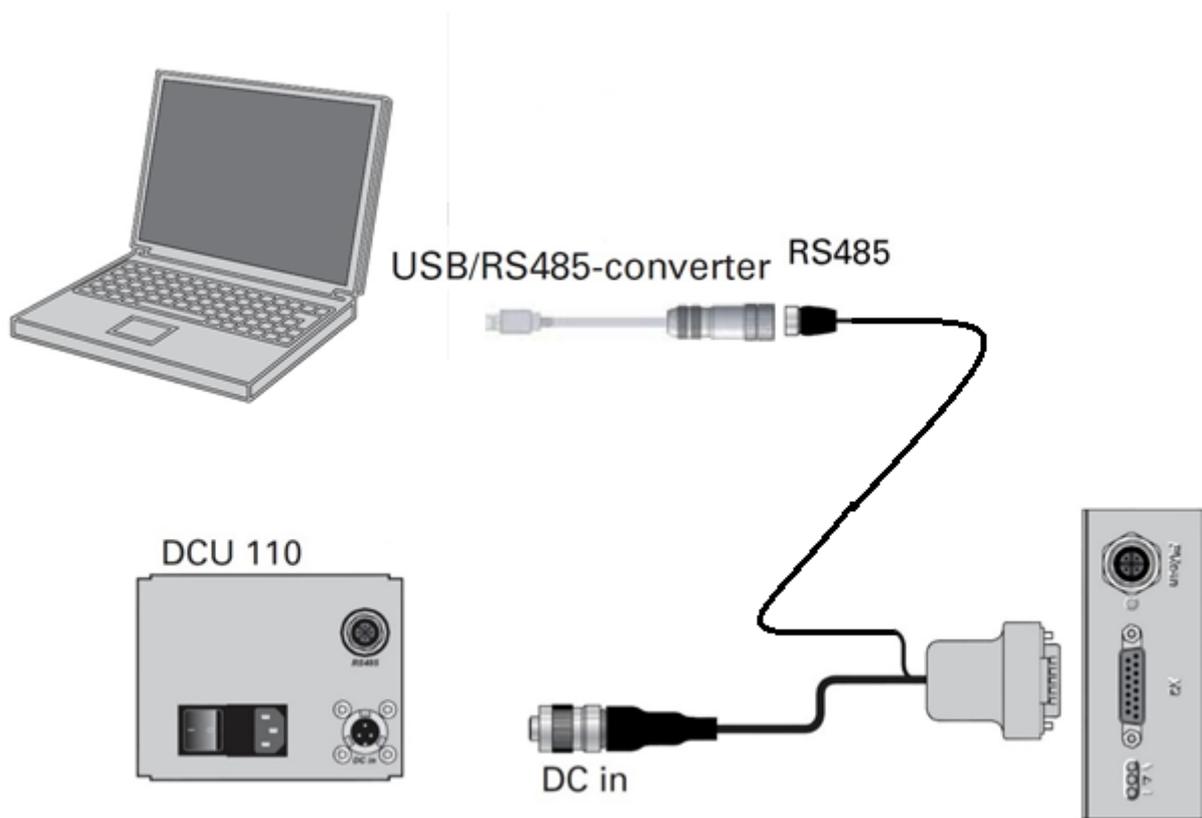


Figura 12. Connessione dell’Electronic Drive Unit TC110 al DCU110 e al PC utilizzando il cavo di connessione della Pfeiffer Vacuum.

Tabella 1. Settaggio della connessione RS-485 della TC110 relativa alla Turbopompa HiPace 80.

Baud rate	Data bits	Stop bits	Parity
9600	8	1	None

Il programma di gestione realizzato in Labview, la cui interfaccia è mostrata in **Figura 13** consente di:

- leggere la serie di parametri riportati in figura tra i quali i più importanti sono le velocità (“Nominal Speed”, “Actual Speed”, “Set Rotation Speed”), l’assorbimento in corrente (“Drv Current”) e le temperature (“Temperature of Bearing”, ect.);
- leggere il valore della pressione “P sensor” che deriva dallo strumento SingleGauge Vacuum TPG 261 della Pfeiffer che è collegato al misuratore di Pressione Pirani-Penning della stessa Pfeiffer. I valori misurati da questo sensore servono soprattutto per il controllo dell’avvio iniziale della pompa turbomolecolare e per tutti i regimi in cui il plasma non è acceso, se si vuole ad esempio testare la tenuta al vuoto della linea.

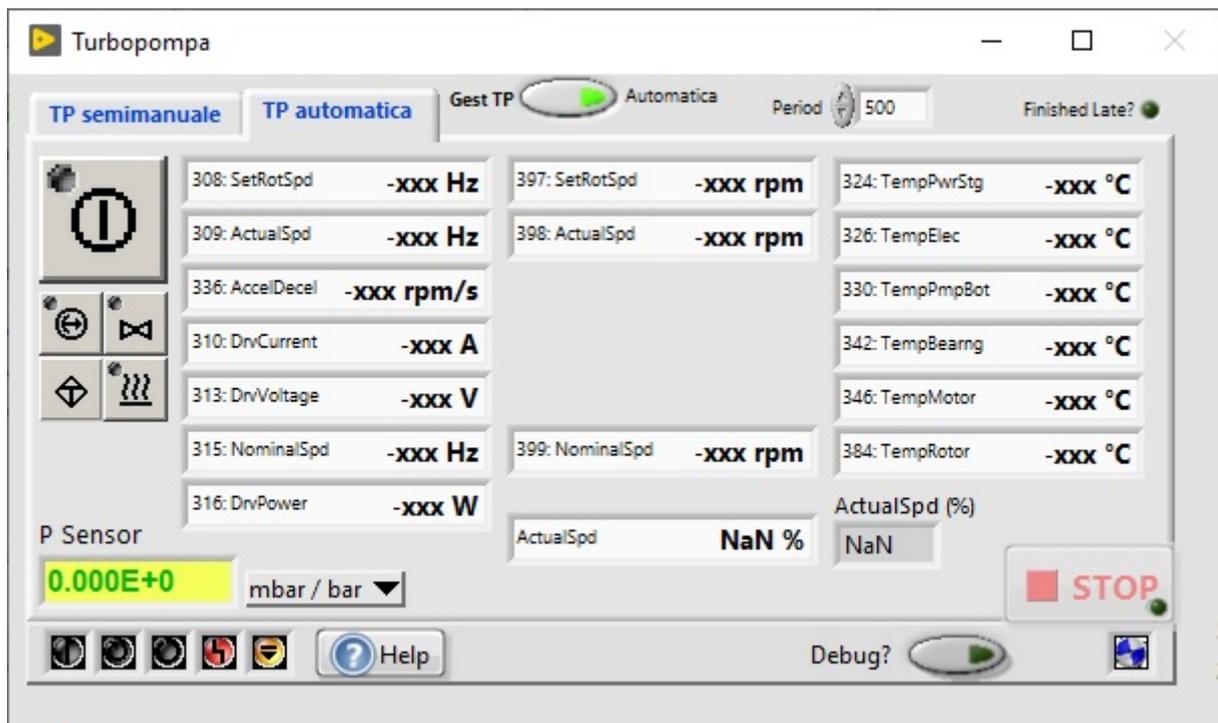


Figura 13. Interfaccia SW del programma di gestione della Turbopompa Pfeiffer

Come già scritto, il valore nel campo “P\_Sensor” è letto dal Control Unit for Compact Gauges del tipo TPG 261 della Pfeiffer (Figura 14), opportunamente interfacciato al PC di gestione tramite l’interfaccia RS232. Tramite un cavo proprietario, TPG261 alimenta il sensore di pressione Pirani Penning (Figura 5) e misura una tensione proporzionale alla pressione misurata.



(a)



(b)

Figura 14. Immagine frontale (a) e dei collegamenti posteriori (b) del SingleGauge Vacuum TPG 261 della Pfeiffer collegato al sensore di pressione Pirani Penning ed opportunamente interfacciato al PC di gestione.

### 4.3 Mass Flow Controller e Electromagnetic Cv Valve (MKS)

Il flusso regolato dal mass flow controller GE50A (**Figura 15**) della MKS è intercettato a monte da una Valvola di sicurezza di tipo ON/OFF (**Figura 16**).



**Figura 15.** Immagine del Mass Flow Controller GE50A della MKS.



**Figura 16.** Electromagnetic Cv Valve – Valvola solenoidale di sicurezza ON/OFF.

La Valvola solenoidale di sicurezza ON/OFF (**Figura 16**), la cui sigla è CVNL-4F-ECNVV-24DC, è posizionata a monte del mass flow controller GE50A e presenta le seguenti caratteristiche:

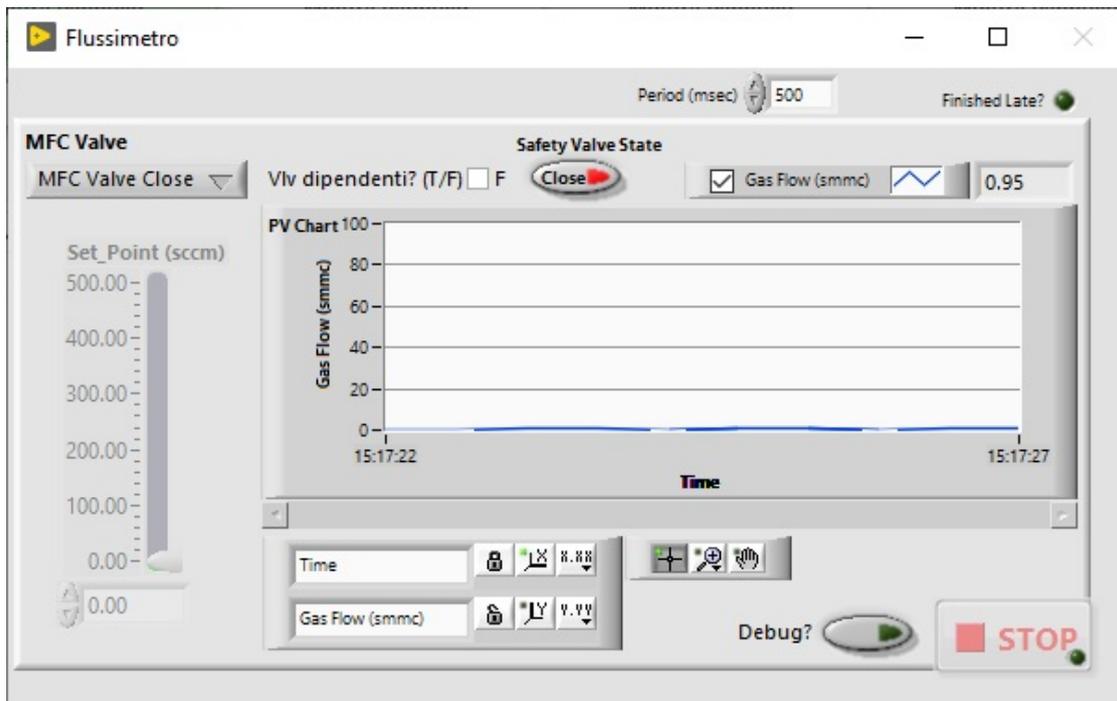
- alimentazione a 24 VDC,
- 1.3 A di assorbimento iniziale,
- 0.3 A di assorbimento in marcia,
- normalmente chiusa (F.C., Fail Closed), ovvero quando è alimentata si apre. Per chiuderla bisogna quindi disabilitare l'alimentazione a 24 VDC.

Si è preferito acquisire la versione analogica del GE50A che in teoria dà maggiori garanzie di robustezza nella gestione dei segnali e pertanto il suo controllo remoto è realizzato tramite moduli Analog Input ed Analog Output.

Attualmente è stata implementata la versione **analogica** del **GE50A** (codice GE50A013502MMV020), con segnali analogici di controllo “Set Point Command Signal” e in uscita “Analog Output Signal” da 0 a 5Vcc. L’interfaccia analogica è una **D-sub 15 Male (Tabella 2)**.

Il programma di gestione realizzato, la cui interfaccia è mostrata in **Figura 17**, consente, tramite il modulo I/O DAQ NI **USB-6008 (Figura 18)** della National Instruments, di:

- a) impostare il set point del mass flow controller GE50A;
- b) aprire o chiudere completamente la propria valvola on/off, gestibile dai pin 3 e 4 in **Tabella 2**;
- c) aprire o chiudere completamente la valvola solenoidale posta a monte che ha una maggiore tenuta rispetto alla valvola propria del mass flow controller GE50A;
- d) mostrare il grafico temporale del flusso.



**Figura 17. Interfaccia SW del programma di gestione del Mass Flow Controller GE50A della MKS, e della valvola di sicurezza.**

**Tabella 2. Mass flow controller GE50A Pin-outs.**

PIN	Description
1	MKS Test Point*
2	Flow Signal Output (+)
3	Valve Close Input (TTL low)
4	Valve Open Input (TTL low)
5	Power Supply Common
6	-15 VDC Input
7	+15 VDC Input
8	Set Point Input*
9	No Connection
10	Optional Input*

11	Signal Common
12	Signal Common
13-14	No Connection
15	Chassis Ground.
16*	Controller only

L'alimentazione del Mass Flow Controller GE50A richiede le seguenti caratteristiche:

- VDC = ± 15 Volt,
- potenza di circa 4 W.

Il flussimetro è stato testato mediante l'ausilio della Multifunction I/O DAQ NI **USB-6008** (Figura 18) della National Instruments. Il dispositivo I/O multifunzione 8 AI (12-Bit, 10 kS/s), 2 AO (150 Hz), 12 DIO—USB-6008 è un dispositivo DAQ multifunzione a basso costo che offre un sistema I/O analogico e digitale e un counter a 32 bit. USB-6008 fornisce funzionalità di acquisizione dati di base per applicazioni di data logging, misure portatili ed esperimenti di laboratorio. Il dispositivo è dotato di un alloggiamento meccanico ed è alimentato tramite bus per una facile portabilità. È possibile creare facilmente connessioni di sensori e segnali a USB-6008 tramite collegamenti con terminale a vite. Il driver NI-DAQmx e l'utilità di configurazione integrati semplificano le operazioni di misura e configurazione.

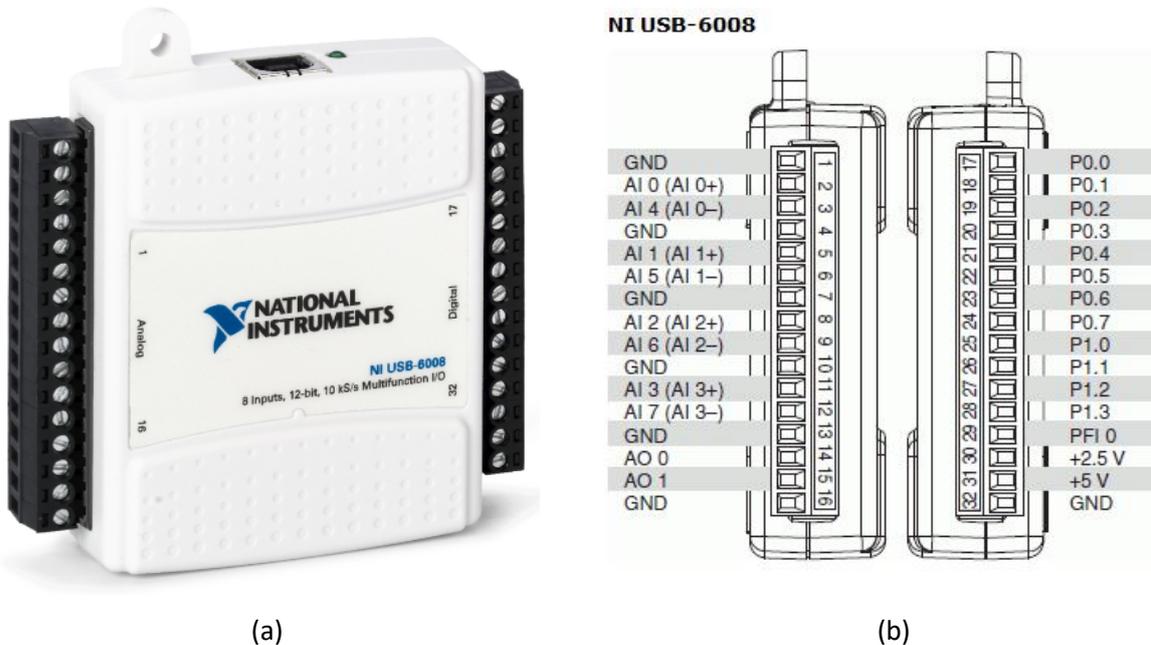


Figura 18. Il dispositivo DAQ USB-6008 della National Instruments (a) e relative connessioni dei pin (b).

Il collegamento dei pin con l'interfaccia analogica del flussimetro sono:

- 2 e 3 (AI0+, AI0-) ai PIN 1 e 11 (Flow Signal Output 0-5V, Signal Common) dell'MFC,
- 14 e 16 (AO0, GND) ai PIN 8 e 15 (Set Point Input 0-5V, Chassis Ground) dell'MFC,
- 17 e 18 (P0.0, P0.1) ai PIN 3 e 4 (Valve Close, Valve Open) dell'MFC,
- 19 (P0.2) ad un relè di consenso alimentazione 24 Volt della Valvola ON/OFF,
- 20 (P0.3) ad un relè di consenso alimentazione 220 Volt della Valvola ON/OFF.

#### 4.4 Control Butterfly System (Valvola a farfalla, VAT 612)

La Valvola a Farfalla che è stata utilizzata in D.O.E.S. è una VAT Series 612 (Figura 19).

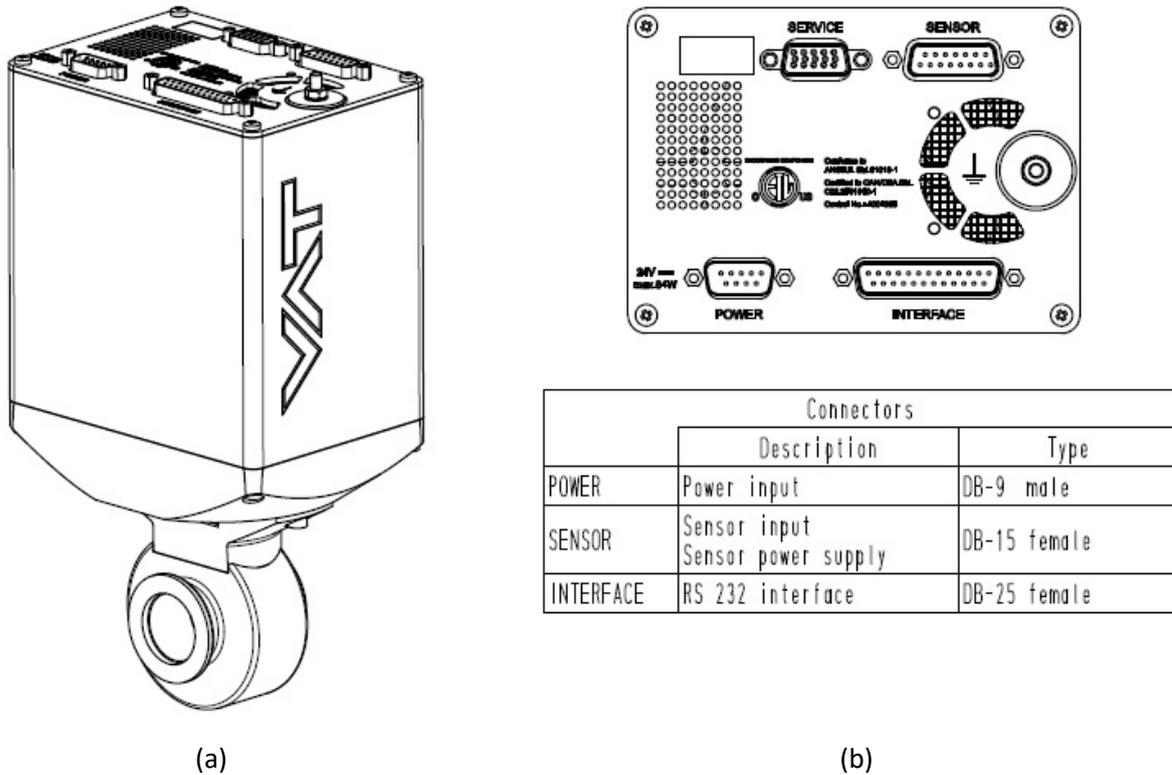


Figura 19. Immagine della Valvola a Farfalla VAT Series 612 (a) e interfaccia (b).

Come mostrato in **Figura 19**, la valvola VAT ha sul pannello diverse porte. In particolare, la porta “INTERFACE” permette di connettere la valvola alla porta RS232 di un computer.

La porta “SENSOR” è quella utilizzata per alimentare e leggere il valore di pressione della Baratron. Tale valore è utilizzato dal software residente nella memoria interna della VAT per retro-azionare l’apertura della valvola a farfalla in modo che il valore letto dalla Baratron sia quello selezionato (50  $\mu$ bar). Il segnale della Baratron è un segnale di tensione proporzionale alla pressione misurata e compreso tra 0 V e 10 V. La porta “SENSOR” fornisce anche i terminali di alimentazione per la Baratron (15 V). La VAT viene gestita in remoto mediante una porta RS232 le cui caratteristiche sono riportate in Tabella 3

Tabella 3. Settaggio della connessione RS232 della Valvola a Farfalla VAT 612.

Baud rate	Data bits	Stop bits	Parity	Digital input OPEN	Digital input CLOSE
9600	7	1	Even	Not inverted	Not inverted

Seguendo le istruzioni del manuale al paragrafo “RS232 interface commands”, la **Sintassi dei comandi RS232** è la seguente [6]:

- Commands and values are case sensitive.
- Acknowledgement within 10ms after reception of command.
- Wait for acknowledgement before sending a new command.
- Command termination of each command is CR and LF.
- **CR** = Carriage Return (0D hexadecimal), **LF** = Linefeed (0A hexadecimal)

Segue un estratto dal manuale “**Installation, Operating & Maintenance Instructions**” a cui si rimanda per ulteriori necessità. In particolare si riportano le tabelle dei comandi di controllo (**Tabella 4**) e quelli per l’interrogazione della valvola (**Tabella 5**).

**Tabella 4. Comandi RS232 per il controllo della Valvola a Farfalla VAT 612.**

Control function	Command		Acknowledgement
	Description		
CLOSE VALVE	Set	<b>C:</b>	<b>C:</b>
	Valve will close.		
OPEN VALVE	Set	<b>O:</b>	<b>O:</b>
	Valve will open.		
HOLD	Set	<b>H:</b>	<b>H:</b>
	This function stops the valve at the current position. It is effective in PRESSURE CONTROL and POSITION CONTROL. The function can be revoked by a POSITION CONTROL, PRESSURE CONTROL, OPEN VALVE or CLOSE VALVE command.		
POSITION CONTROL	Set	<b>R:aaaaaa</b>	<b>R:</b>
	Get	<b>i:38</b>	<b>i:38aaaaaaa</b>
	data length for Set 6 characters, for Get 8 characters aaaaaa position SETPOINT, value depends on configuration, refer to «RS232 setup commands, COMMUNICATION RANGE» for details		
	Change to POSITION CONTROL mode and transfer of position SETPOINT value resp. reading of position SETPOINT. <b>Remark:</b> Reading returns position setpoint only in case pressure control is not selected.		
PRESSURE CONTROL	Set	<b>S:aaaaaaaa</b>	<b>S:</b>
	Get	<b>i:38</b>	<b>i:38aaaaaaaa</b>
	data length 8 characters aaaaaaaa pressure SETPOINT, value depends on configuration, refer to «RS232 setup commands, COMMUNICATION RANGE» for details		
	Change to PRESSURE CONTROL mode and transfer of pressure SETPOINT resp. reading of pressure SETPOINT. <b>Remark:</b> Reading returns pressure setpoint only in case pressure control is selected, otherwise position setpoint is returned.		

**Tabella 5. Comandi RS232 per l'interrogazione della Valvola a Farfalla VAT 612.**

Inquiry function	Command		Acknowledgement
	Description		
POSITION	Get	A:	A:aaaaaa
		data length 6 characters aaaaaa position, return value depends on configuration, refer to «RS232 setup commands, COMMUNICATION RANGE» for details  This function returns the current valve position. <b>Remark:</b> 999'999 is returned when the position is unknown, for example after power up during synchronization	
PRESSURE	Get	P:	P:saaaaaaa
		data length 8 characters s sign, 0 for positive readings, - for negative readings aaaaaaa pressure, return value depends on configuration, refer to «RS232 setup commands, COMMUNICATION RANGE» for details  This function returns the actual pressure.	
SENSOR 1 OFFSET	Get	i:60	i:60aaaaaaa
		data length 8 characters aaaaaaa sensor 1 offset (-140000 ... 0140000 = -1.4V ... +1.4V)  This function returns the sensor 1 offset voltage (adjusted by ZERO).	
SENSOR 2 OFFSET	Get	i:61	i:61aaaaaaa
		data length: 8 characters aaaaaaa sensor 2 offset (-140000 ... 0140000 = -1.4V ... +1.4V)  This function returns the sensor 2 offset voltage (adjusted by ZERO).	
SENSOR 1 READING	Get	i:64	i:64saaaaaaa
		data length 8 characters s sign, 0 for positive readings, - for negative readings aaaaaaa sensor 1 reading, return value depends on configuration, refer to «RS232 setup commands, COMMUNICATION RANGE» for details  This function returns direct reading from sensor 1 input.	
SENSOR 2 READING	Get	i:65	i:65saaaaaaa
		data length 8 characters s sign, 0 for positive readings, - for negative readings aaaaaaa sensor 2 reading, return value depends on configuration, refer to «RS232 setup commands, COMMUNICATION RANGE» for details  This function returns direct reading from sensor 2 input.	

Alcuni comandi (CMD) tipici sono:

- |                                |            |                       |
|--------------------------------|------------|-----------------------|
| a) Open Valve                  | O:<CR>     | (write string in CMD) |
| b) Close Valve                 | C:<CR>     | “ ”                   |
| c) Get Position                | i:38<CR>   | “ ”                   |
| d) Set Position                | R:%06d<CR> | “ ”                   |
| e) Get Interface Configuration | i:20<CR>   | “ ”                   |

Il programma di gestione realizzato in Labview consente di:

- scegliere la modalità di controllo “Position” o “Pressure”;
- impostare la posizione a gradini o in continua da tutto chiuso (=0%) a tutto aperto (=100%);
- impostare la pressione a gradini o in continua dal valore minimo (=1%) al valore massimo (=100%) del fondo scala;
- visualizzare il “device status” e una serie di altre informazioni tra le quali eventuali codici di errori.

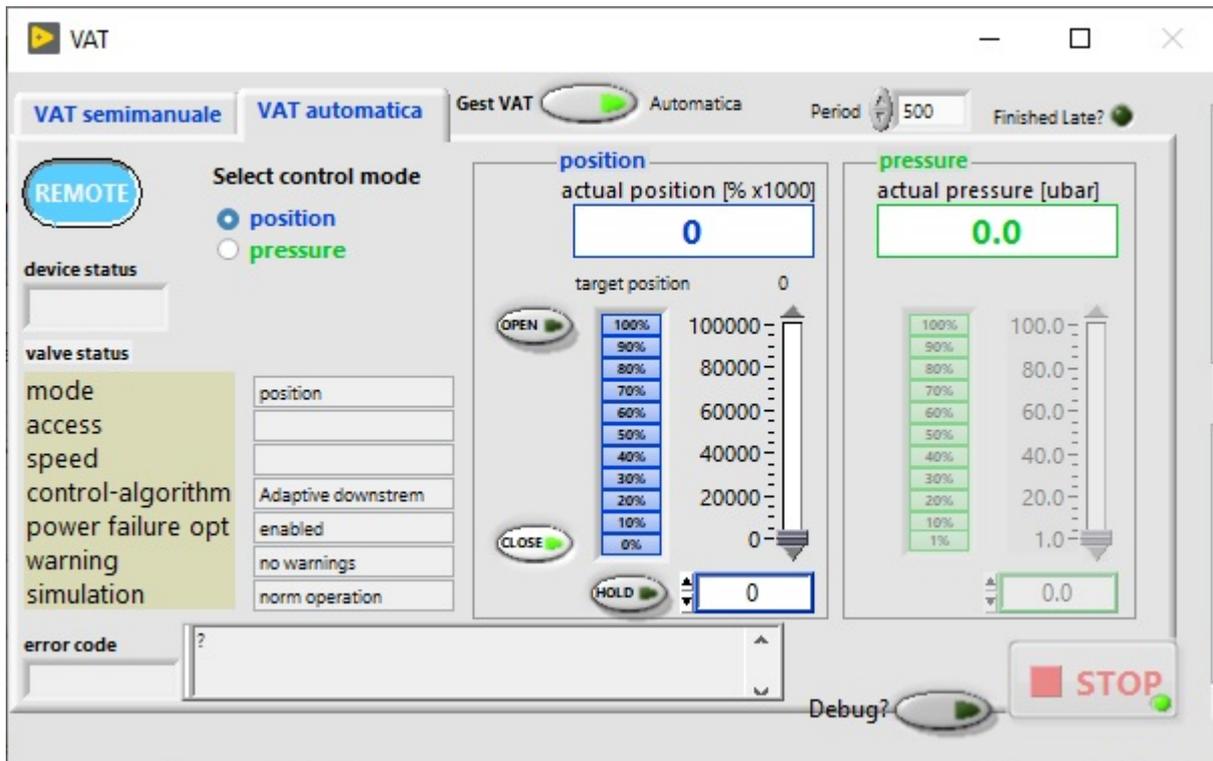


Figura 20. Interfaccia SW del programma di gestione della VAT 612.

Il Virtual Instrument per il controllo della VAT è mostrato Figura 20. In modalità remota sono possibili due modalità di controllo: “position” e “pressure”.

In modalità “position” si attivano gli strumenti nel riquadro “position” del pannello e si può:

- aprire completamente la valvola;
- chiudere completamente la valvola;
- fornire un valore da 0 a 100000 eseguibile in vari modi, tramite la barra, il selettore a gradini o scrivendo il numero nella casella. L’intervallo di valori consente di aprire la VAT con una precisione fino al millesimo percentuale.

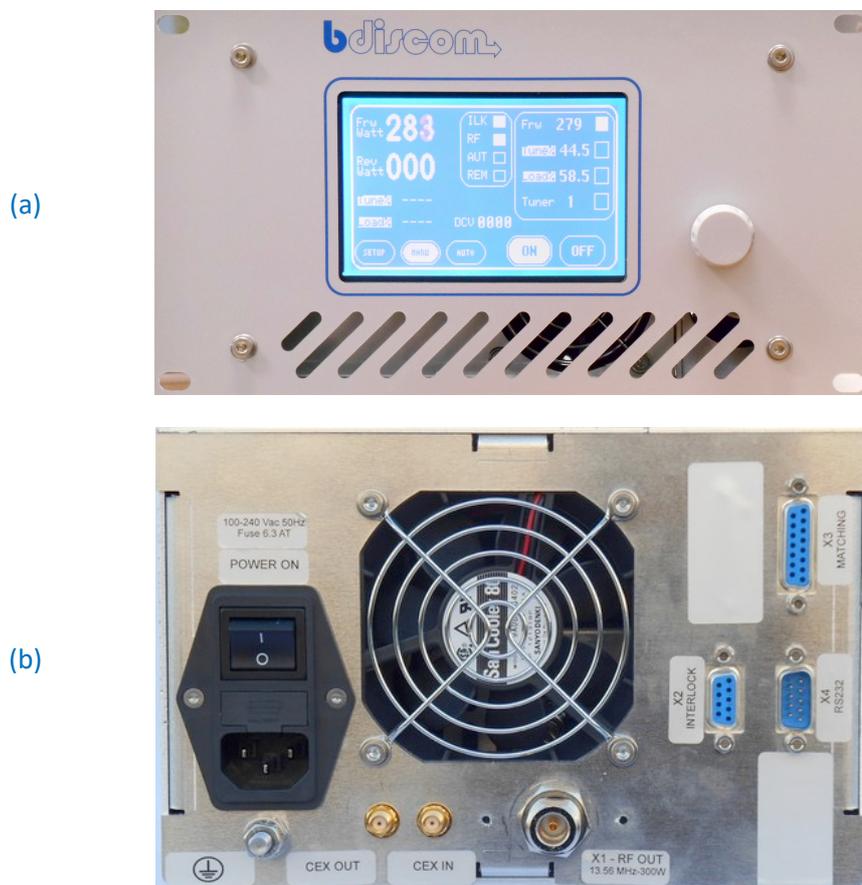
In modalità “pressure” invece si seleziona il valore della pressione su cui la VAT effettua il controllo. Il sensore di pressione baratron utilizzato per la retroazione ha un range compreso tra 0 e 100  $\mu$ bar, (0 -10 Pa, con una sensibilità di  $10^{-4}$  Pa).

#### 4.5 Generatore a Radio Frequenza RF (Bdiscom)

Per generare la radio frequenza si utilizza un BDS.HF200.AFP (**Figura 21**), RF Generator 200 W @ 13.56 MHz, Input Voltage con Range 100-240 50 Hz 10A.

Le versioni BDS-HF200/300/400 AFP della Bdiscom con interfaccia RS232 (**Tabella 6** e **Tabella 7**) supportano i seguenti comandi (**Tabella 8**):

- RF Power On, RF Power Off;
- RF Power Setpoint, Tune Setpoint, Load Setpoint, Bias Setpoint;
- AutoTune;
- Actual value of Forward Power, Reverse Power, Load, Tune, DC bias.



**Figura 21. Active Front Panel (a) del RF generator a 200 W (b).**

**Tabella 6. Pinout del connettore RS232 del generatore RF del BDS.HF200.AFP a 200 W.**

**RS232 connector pinout. D type 9 pin male**

PIN	FUNCTION
1	24V aux output (fused)
2	RS232 RX
3	RS232 TX
4	Not connected
5	GND
6	Not connected
7	Not connected
8	Not connected
9	Not connected

Baud rate 38400bps, 8, N, 1  
Maximum cable length 5 meters.

**Tabella 7. Settaggio della connessione RS232 del generatore RF.**

Baud rate	Data bits	Stop bits	Parity
38400	8	1	None

Il generatore RF è collegato al computer tramite una porta seriale il cui cavo di collegamento è realizzato secondo quanto riportato in **Tabella 6**. La velocità della porta è particolarmente elevata, (38400 Baud) e non è possibile settare una velocità diversa. Gli altri parametri della comunicazione seriale sono riportati in **Tabella 7**. I comandi da inviare sulla porta seriale seguono la sintassi riportata in **Tabella 8**

Tabella 8. Tabella dei comandi per il connettore RS232, (pag. 21 del relativo manuale) del generatore RF del BDS.HF200.AFP a 200 W.



BDS-HF200/300/400 AFP

The recognized commands are presented below.

Command lower case letter	Description	Answer capital letter
<b>r1</b> [CR]	RF Power On	<b>R1</b> [CR] [LF]
<b>r0</b> [CR]	RF Power Off	<b>R0</b> [CR] [LF]
<b>sxxx</b> [CR] min.0 max 300	RF Power Setpoint	<b>Sxxx</b> [CR] [LF] xxx Forward Power Setpoint 0-300W
<b>g</b> [CR]	Actual values of forward power reflected power and status	<b>Gxxxxxyyyzzz</b> [CR] [LF] xxx Forward Power [W] yyy Reflected Power [W] zzz Status (written in decimal, to convert in binary) bit0 1=RF ON bit1 Switches the tuner between auto or manual operation 1=Tuner Auto bit2 Actual Tuner Status 1 is AUTO bit3 1=Power reflected limit bit4 1=Interlock Close = OK bit5 1=Tuner connected bit6 not used bit7 1=Remote interface active 0=Local
<b>t</b> [CR]	Actual values of CTune, CLoad and DC-Bias	<b>Txxxxxyyyzzzz</b> [CR] [LF] xxx CTune position (0-100%) yyy CLoad position (0-100%) zzzz DC-Bias (0-1999V)
<b>fxxx</b> [CR] xxx = 0-100%	Set CTune	<b>Fxxx</b> [CR] [LF]
<b>kxxx</b> [CR] xxx = 0-100%	Set CLoad	<b>Kxxx</b> [CR] [LF]
<b>h0</b> [CR]	Tuner Preset	<b>H0</b> [CR] [LF]
<b>h1</b> [CR]	Tuner Auto	<b>H1</b> [CR] [LF]
<b>i0</b> [CR]	Local mode	<b>I</b> [CR] [LF]
<b>i1</b> [CR]	Remote	<b>I</b> [CR] [LF]
<b>zxxxx</b> [CR] xxxx=0-1999	Bias Limit Voltage . Z0 = disable	<b>Zxxxx</b> [CR] [LF] 0 to disable zzzz= DC-Bias 0-1999V
<b>Q</b> [CR]	Active setpoint values power , Tune_set Load_set , Bias_set	<b>Qpppppttttllllbbbb</b> [CR] [LF] pppp = power set tttt = Tune set llll = Load set bbbb = Bias set
<b>p1</b>	Bias Mode Standard	The tuner switch to AUTO only if the DC-Bias is more than 20V
<b>P0</b>		The tuner switch to AUTO after 1 sec

[CR] = Carriage Return 0x0D

[LF] = Line Feed 0x0A

Il Virtual Instrument sviluppato, (vedi Figura 22) consente di:

- a) visualizzare una serie di parametri tra cui Forward Power (Frw Watt), Reflected Power o Reverse Power (Rev Watt), Tune %, Load % e Bias Mode standard (DVC);
- b) accendere o spegnere la Radio-Frequenza RF;
- c) abilitare l'Auto Tuner per minimizzare la potenza riflessa;
- d) impostare i valori di Frw, Tune%, Load% e Bias in modalità "Manual".

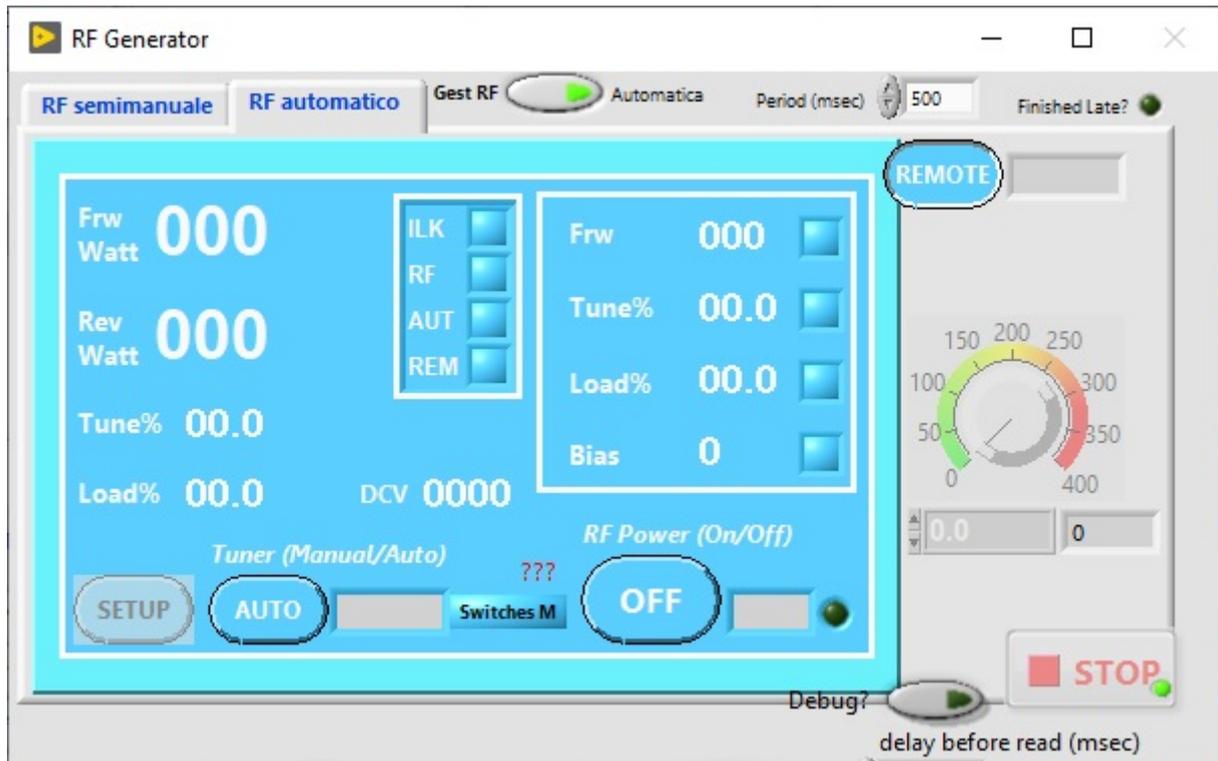


Figura 22. Interfaccia SW del programma di gestione del Generatore RF della Bdiscom.

## 5 La logica di funzionamento per l'automazione

### 5.1 Introduzione

Con l'obiettivo di rendere D.O.E.S. stand alone, è necessario realizzare in house degli algoritmi in Labview che mettano in relazione gli strumenti che compongono D.O.E.S. e allo stesso tempo in modo coordinato vengano effettuate delle operazioni che correggano alcune derive del regime dalla stabilità o nel caso in cui le correzioni falliscano, attivino delle operazioni che mettano D.O.E.S. in autoprotezione.

Nel seguito, cercheremo di illustrare mediante diagrammi di flusso, la logica degli algoritmi che sono in corso di sviluppo e necessitano ancora di un lungo lavoro di debug.

Per poter comprendere i diagrammi di flusso si deve fare riferimento alla **Tabella 9**, **Tabella 10** e alla **Tabella 11**.

In particolare, negli algoritmi, il controllo o l'esecuzione dei sottoprogrammi è determinata dal valore di alcune variabili flag che sono elencate in **Tabella 9**.

Lo stato di D.O.E.S. è rappresentato da una variabile flag denominata FLAG\_P che può assumere cinque valori, corrispondenti a sei colori:

- W, bianco => inizializzazione;
- G, verde => fase stabile;
- Y, giallo => primo livello critico;
- O, arancione => secondo livello critico;
- R, rosso => regime pericoloso con avvio della fase di sospensione/ripristino
- B, nero => interruzione o spegnimento.

In ogni fase in cui si trova ad operare D.O.E.S. il valore del FLAG\_P definisce le operazioni che devono essere effettuate dai vari sottosistemi componenti D.O.E.S.

Oltre la variabile FLAG\_P vi sono altre variabili di tipo flag associate ad ogni strumento che sono booleane e definiscono lo stato relativo alla risposta dello strumento in remoto.

Le variabili utilizzate nei diagrammi di flusso descritti nel seguito, hanno nomi del tipo

- W\_XXX\_YYY: indica la variabile che contiene il valore utilizzato per scrivere il valore del parametro YYY sullo strumento XXX.
- R\_XXX\_YYY: indica la variabile utilizzata per leggere il valore del parametro YYY sullo strumento XXX.

Quindi l'etichetta W indica anche che è stato inviato un comando di scrittura sulla porta, mentre R che è stato inviato un comando di interrogazione sulla porta a cui è collegato lo strumento XXX.

L'etichetta XXX identifica uno strumento di D.O.E.S., (ad esempio la VAT, il flussimetro, etc.) e può avere uno dei nomi elencati in **Tabella 10**. L'etichetta YYY indica la funzione o il parametro dello strumento e i possibili nomi sono elencati nella **Tabella 11**.

**Tabella 9 Variabili flag del programma di gestione di D.O.E.S, loro significato e valori assunti**

NOME VARIABILE	DESCRIZIONE	TIPO VARIABILE	VALORI
FLAG_P	FLAG_P è la variabile flag principale di D.O.E.S ed è utilizzata per gestire i processi in D.O.E.S e le criticità	FLAG	<b>W</b> = inizializzazione D.O.E.S; <b>G</b> = D.O.E.S. stabile, operatività normale; <b>Y</b> = criticità bassa; <b>O</b> = criticità alta; <b>R</b> = errore o condizioni che impongono sospensione o blocco; <b>B</b> = arresto di D.O.E.S.
F_PR	FLAG Pompa rotativa	FLAG	OK = risponde in remoto NOK = non risponde.
F_PT	FLAG Pompa Turbo	FLAG	OK = risponde in remoto; NOK = non risponde.
F_VS	FLAG Valvola Solenoidale	FLAG	OK = risponde in remoto; NOK = non risponde.
F_VAT	FLAG Valvola VAT	FLAG	OK = risponde in remoto; NOK = non risponde.
F_FL	FLAG Flussimetro	FLAG	OK = risponde in remoto; NOK = non risponde.
F_RF	FLAG Generatore RF	FLAG	OK = risponde in remoto; NOK = non risponde.
F_SP	FLAG Spettrometri	FLAG	OK = risponde in remoto; NOK = non risponde.

**Tabella 10: Valori possibili del Tag XXX nel nome della variabile**

PR	Pompa rotativa
PT	Pompa Turbomolecolare
VS	Valvola Solenoidale
VAT	Valvola a farfalla automatica
FL	Flussimetro in ingresso a D.O.E.S.
RF	Generatore a Radio Frequenza
SP	Spettrometri
PP	Misuratore di pressione Piranni Penning
PB	Misuratore di Pressione capacitivo (In D.O.E.S. è gestito dalla VAT)
PC	Computer di D.O.E.S

I nomi che può assumere l’etichetta YYY dipendono dal tipo di strumento XXX. Vi sono nomi dell’etichetta YYY comuni ad ogni strumento. Ad esempio, YYY=ST indica lo stato dello strumento, se acceso o spento o se risponde al canale seriale a cui è collegato. YYY=MOD indica in quale modalità opera lo strumento. Ad esempio lo strumento RF può operare in modalità “potenza costante” o “tensione di bias costante”. Infine, il nome YYY può fare riferimento a parametri dello strumento che ne determinano il funzionamento. Ad esempio, per la VAT, YYY = VAL indica il valore percentuale dell’apertura del diaframma. A seconda della modalità in cui opera lo strumento, potranno essere abilitate solo le variabili di sola lettura (tipo R\_). Se le variabili usate per la scrittura sul canale sono abilitate, (tipo W\_), allora sono abilitate le analoghe di tipo R\_, ma non vale il viceversa. Ad esempio, per la VAT nella modalità controllo in pressione (VAT\_MOD = P), la variabile VAT\_VAL può solo essere letta sul canale ma W\_VAT\_VAL è disabilitata. Discorso inverso nel caso

VAT\_MOD=V in cui W\_VAT\_PB non è più abilitata perché in questo caso il valore della pressione nella camera di D.O.E.S. può essere solo letto e non più impostato.

Alcune variabili sono univocamente definite dall'etichetta YYY e quindi nel seguito si potrà omettere il nome completo. Inoltre, nel diagramma di flusso può essere chiaro che si tratta della variabile usata in lettura o al contrario dell'analogica variabile usata in scrittura.

**Tabella 11 Valori del tag YYY nel nome della variabile e possibile valore della variabile corrispondente**

XXX	YYYY	DESCRIZIONE	VALORE
PR	ST	Stato della Pompa Rotativa, accesa = ON o spenta = OFF	ON / OFF
VS	ST	Stato della valvola Solenoidale: Aperta = ON Chiusa = OFF	ON/OFF
VAT	ST	Stato della valvola a farfalla: accesa = ON; spenta = OFF	ON/OFF
VAT	MOD	Modalità di controllo della VAT: pressione = P; apertura=V	P/V
VAT	VAL	Valore di apertura della VAT in percentuale	0% -100%
VAT	PB	Valore di pressione di feedback della VAT in microbar. Il valore è riferito al misuratore di pressione capacitivo PB	0 – 100 µbar
FL	ST	Stato del flussimetro acceso=acceso o spento = OFF	ON/OFF
FL	VAL	Valore del flusso entrante	0-500 sccm
PP	ST	Stato del misuratore di pressione Pirani Penning	ON/OFF
PP	VAL	Valore di pressione misurato (solo lettura)	10 <sup>-9</sup> mbar ÷ 1000 mbar
RF	ST	Stato del generatore RF acceso = ON spento = OFF	ON/OFF
RF	MOD	Modalità priorità sul controllo (Potenza = P, Tune=T, Load= L, Vbias = V	P, T, L, V
RF	AUTO	AutoTune SI = ON NO = OFF	ON/OFF
RF	PW	Potenza erogata selezionata	0 W – 250 W
RF	PWF	Potenza diretta misurata (solo lettura)	0 W - 250 W
RF	PWR	Potenza riflessa misurata (solo lettura)	0 W - 250 W
RF	TUNE	Valori del tune (matching network)	0% - 100%
RF	LOAD	Valori del load (matching network)	0% - 100%
RF	VB	Valore della tensione di Bias	0 V - 500 V
RF	PWS	Generatore eroga potenza. SI= ON NO = OFF	ON/OFF
RF	REM	Modalità remota o locale: Remota = ON, Locale = OFF	OFF
PT	ST	Stato della pompa turbomolecolare: accesa = ON spenta = OFF	ON/OFF
PT	GIR	Numero di Giri della pompa in percentuale	0 – 100 %
PT	TMO	Temperatura motore	< 90 °C
PT	TCU	Temperatura cuscinetti della turbina	< 90 °C
PT	TEL	Temperatura dell'elettronica	< 60 °C
SP	ST	Stato degli spettrometri; acceso = ON spento = OFF	ON/OFF
SP	BKE	Rumore elettronico eliminato: SI = ON ; NO = OFF	ON/OFF
SP	BKG	Background acquirer: SI = ON; NO = OFF	ON/OFF
SP	INT	Tempo d'integrazione	8 ms – 60000 ms
SP	MED	Medie sugli spettri	1 - 1000
SP	TPn	Temperatura della Peltier dello spettrometro n	< 50°C
SP	TSn	Temperatura della CCD dello spettrometro n	-40 °C ÷ 20 °C
SP	REC	Stato della registrazione degli spettri: SI = ON; NO = OFF	ON/OFF
SP	RST	Inizializzazione spettrometri (Reset)	SI

## 5.2 Descrizione

Il funzionamento di D.O.E.S può essere suddiviso in diverse fasi e per ognuna di queste è stato progettato un algoritmo. Le fasi descritte da 1 a 5 sono in realtà sottoprogrammi del più generale algoritmo “Gestione delle criticità in D.O.E.S.” che sarà descritto nel punto 5:

1. **Fase di inizializzazione di D.O.E.S. (Figura 23):** Quando si avvia il programma di controllo di D.O.E.S il FLAG\_P ha sempre il valore W e D.O.E.S. viene inizializzato ma questo non vuol dire che i sottosistemi di D.O.E.S siano tutti spenti e inattivi. Può accadere infatti che vi sia stata un'interruzione improvvisa durante il monitoraggio (crash o riavvio imprevisto del PC) e all'avvio del programma non tutto sia spento. All'avvio del sottoprogramma di inizializzazione il cui diagramma di flusso è mostrato in **Figura 23**, viene spento il generatore RF, si chiude la valvola solenoidale VS, il flussimetro FL, la valvola a farfalla VAT e si inizializzano gli spettrometri. Controlla che lo strumento abbia risposto, altrimenti parte il sottoprogramma di gestione degli errori che in base al valore dei flag degli strumenti, individua il sottosistema che non risponde e cerca di ripristinarlo. Se fallisce va tutto in arresto. Se all'avvio la turbo è già in funzione, allora viene chiamato il sottoprogramma di gestione della pompa turbomolecolare. In questo sottoprogramma si cerca di ripristinare il corretto stato di inizializzazione:
  - a) Se la pompa turbomolecolare PT è in uno stato operativo corretto, la pompa rotativa PR è già accesa e la pressione in camera misurata dal Pirani Penning PP è inferiore a  $7.0 \cdot 10^{-2}$  mbar, il programma di gestione della turbo apre la VAT al 100% (VAT\_VAL=100) e ritorna al programma chiamante nel punto indicato nel diagramma di flusso in **Figura 23** e l'inizializzazione continua saltando alcuni passi.
  - b) Se PT è ancora in uno stato operativo corretto, la PP\_VAL <  $7.0 \cdot 10^{-2}$  mbar ma la PR è spenta, viene accesa la pompa rotativa e si scrive W\_VAT\_VAL=100 e il sottoprogramma di gestione della turbo ritorna al programma chiamante nel punto indicato nel diagramma di flusso in **Figura 23**, saltando gli stessi passi.
  - c) Negli altri casi in cui non vi è malfunzionamento di PT, PR e PP, il programma di gestione opera nella direzione di produrre la condizione descritta al punto a).
  - d) In caso di malfunzionamento di uno dei componenti va nel sottoprogramma di gestione degli errori.

Nel caso in cui, la turbo non fosse già accesa, viene accesa la PR se fosse spenta, la VAT viene aperta completamente: W\_VAT\_VAL = 100. Quando PP\_VAL raggiunge un valore pari a  $PP\_VAL = 7 \cdot 10^{-2}$  mbar, viene avviata la PT (PT\_S = ON). La camera di D.O.E.S. viene pompata fino al raggiungimento del vuoto base pari  $PP\_VAL = 10^{-6}$  mbar. Durante la fase in cui la turbo sta pompando per raggiungere il vuoto limite un sottoprogramma controlla che i parametri operativi della PT siano nella norma.

Se i due valori di set point della pressione non vengono raggiunti in un tempo predefinito vuol dire che c'è una perdita nella linea o le pompe hanno qualche problema. Se uno degli strumenti di D.O.E.S. non risponde, il programma richiama il sottoprogramma della gestione degli errori.

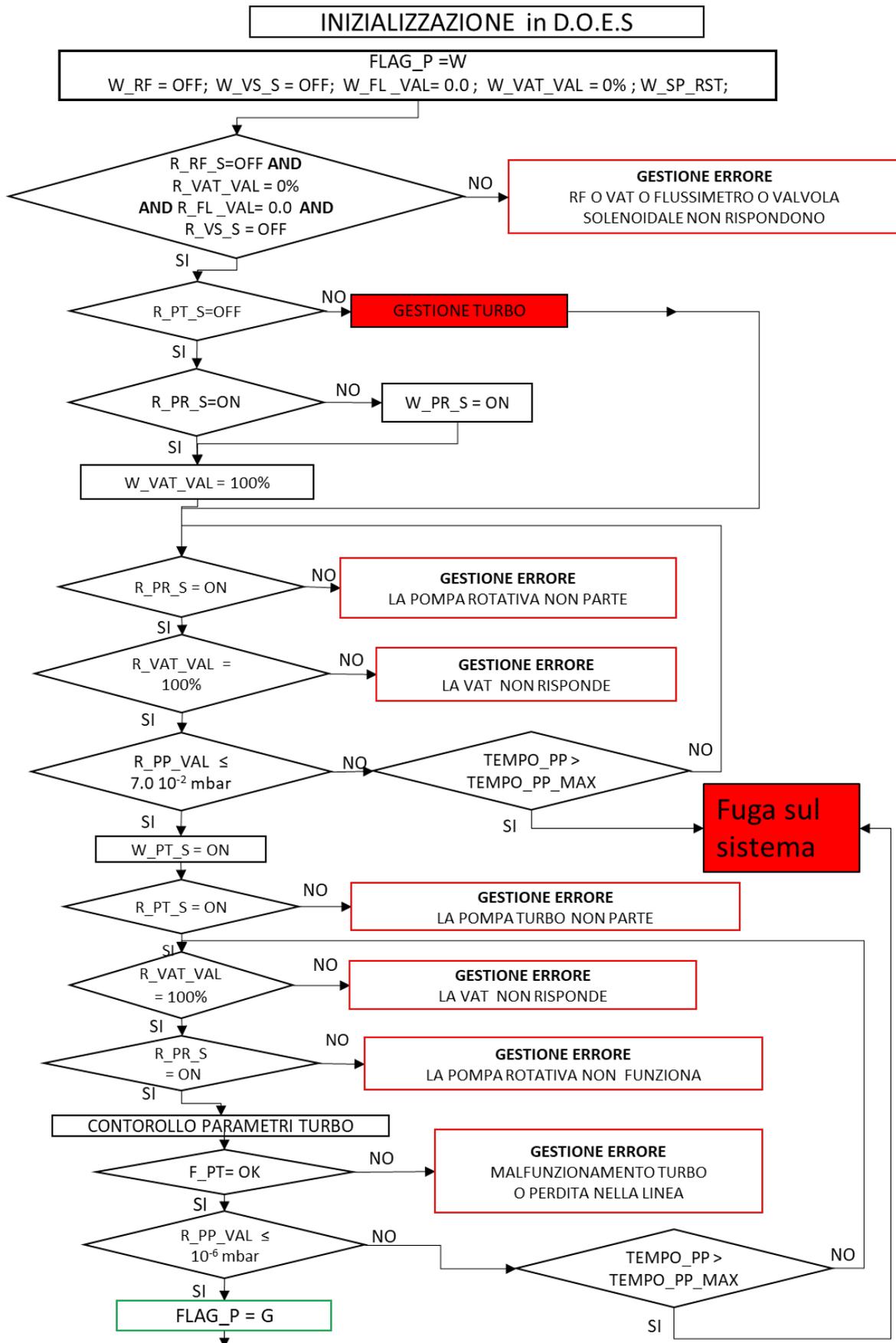


Figura 23. Diagramma di flusso della fase di inizializzazione del vuoto in D.O.E.S.

**2. Gestione del flusso in ingresso (Figura 24):** Il sottoprogramma di gestione del flusso deve garantire che il monitoraggio sia continuo senza che vi siano interruzioni nell'acquisizione a causa di regimi critici della pompa turbomolecolare causati dal flusso troppo alto in ingresso. Allo stesso tempo, il flusso deve essere sempre il massimo possibile perché ciò riduce i tempi di risposta rispetto a variazioni della concentrazione dei gas nella miscela che avvengano nella linea a monte di D.O.E.S. Il sottoprogramma gestione del flusso è in realtà un sottoprogramma del programma che gestisce le criticità in D.O.E.S. e che sarà descritto nel punto 5.

Lo stato di D.O.E.S. nel momento in cui viene eseguito il sottoprogramma è quello in cui la VAT è in modalità VAT\_MOD = P con retroazione data dal valore di pressione PB\_VAL= 50  $\mu$ bar misurata dal sensore capacitivo Baratron molto più preciso del Pirani Penning. La valvola solenoidale VS è aperta e FL\_VAL ha un valore diverso da 0.

Le azioni che il sottoprogramma esplica dipendono dal valore del FLAG\_P:

- a) FLAG\_P = G. Lo stato di D.O.E.S. non è critico. Se  $FL\_VAL < FLMAX$  and  $VAT\_VAL < 25\%$  allora FL\_VAL viene aumentato di una frazione di flusso data  $CG \times FLMAX$ . Il coefficiente CG è determinato da un sottoprogramma che agisce come controllo PID, (Proporzionale, Integrale, Derivativo).  
Se  $FL\_VAL = FLMAX$  OR  $VAT\_VAL = 25\%$  non viene eseguito alcun controllo sul flusso.
- b) Il programma di gestione criticità ha determinato che PT non è in un regime ottimale quindi FLAG\_P = Y. Il controllo PID determina un coefficiente CY e viene ridotto il flusso in ingresso secondo  $FL\_VAL = FL\_VAL - CY FLMAX$ .
- c) Il programma di gestione criticità ha determinato che la turbo nonostante le correzioni in atto non ritorna in un regime ottimale, FLAG\_P diventa quindi FLAG\_P= O, quindi il flusso deve essere ridotto ancora più velocemente. Il coefficiente del controllo PID sarà ora dato da CO con valori che sono maggiori di CY.
- d) FLAG\_P non ha nessuno dei precedenti valori. Viene bloccato il flusso, chiusa la valvola solenoidale e chiusa la valvola a farfalla.
- e) Può accadere che FL\_VAL vada a zero, (si interrompe il flusso in ingresso), durante le fasi di correzioni del flusso per FLAG\_P=Y oppure FLAG\_P=O è quindi non è possibile in questo regime continuare ad acquisire gli spettri. Il sottoprogramma cambia lo stato critico di D.O.E.S ponendo FLAG\_P=R.

Se il controllo remoto dei sottosistemi non rivela errori, il sottoprogramma ritorna al programma chiamante altrimenti il controllo passa alla gestione degli errori.

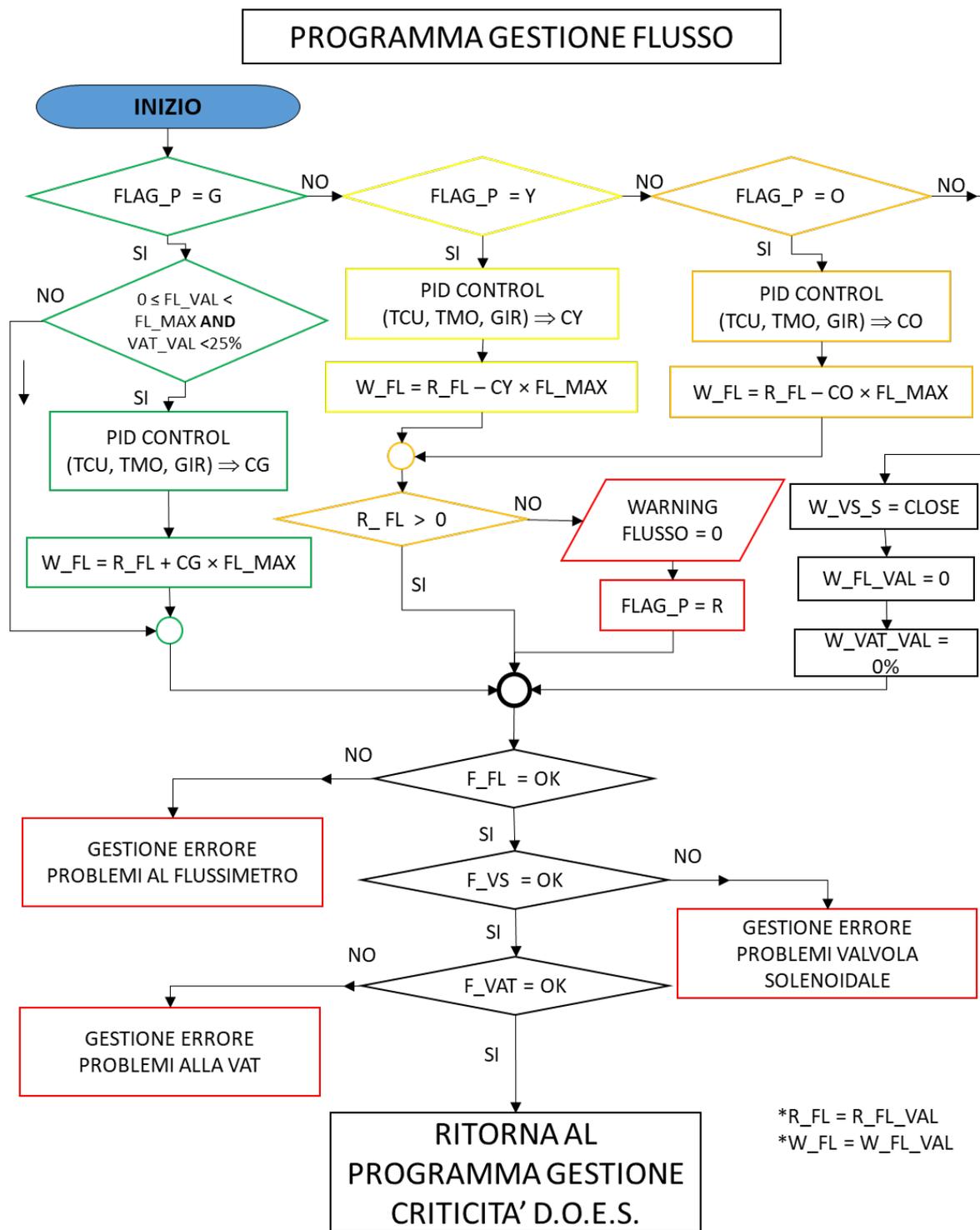


Figura 24. Diagramma di flusso della gestione del flusso dei gas in D.O.E.S.

3. **Programma gestione RF (Figura 25):** Anche questo è un sottoprogramma del programma gestione criticità di D.O.E.S. Questo programma deve garantire che il VB sia costante e che la potenza riflessa sia trascurabile. Il Generatore di RF e la Matching Network sono già automatizzati a livello hardware. Il compito del sottoprogramma è monitorare il funzionamento e in caso di problemi gestire il malfunzionamento o attuare delle correzioni. Se il FLAG\_P ha il valore G, Y, O allora il programma controlla che la potenza emessa è automaticamente retro-azionata al valore di self-bias ai capi dell'anodo e del catodo che deve rimanere costante (300 V). Monitora che la potenza riflessa sia al

massimo l'1% della potenza diretta. In caso contrario agisce sulla matching network per minimizzarla (comando AUTO TUNE). Se il FLAG\_P ha un valore diverso da G, Y, O allora spegne il generatore RF.

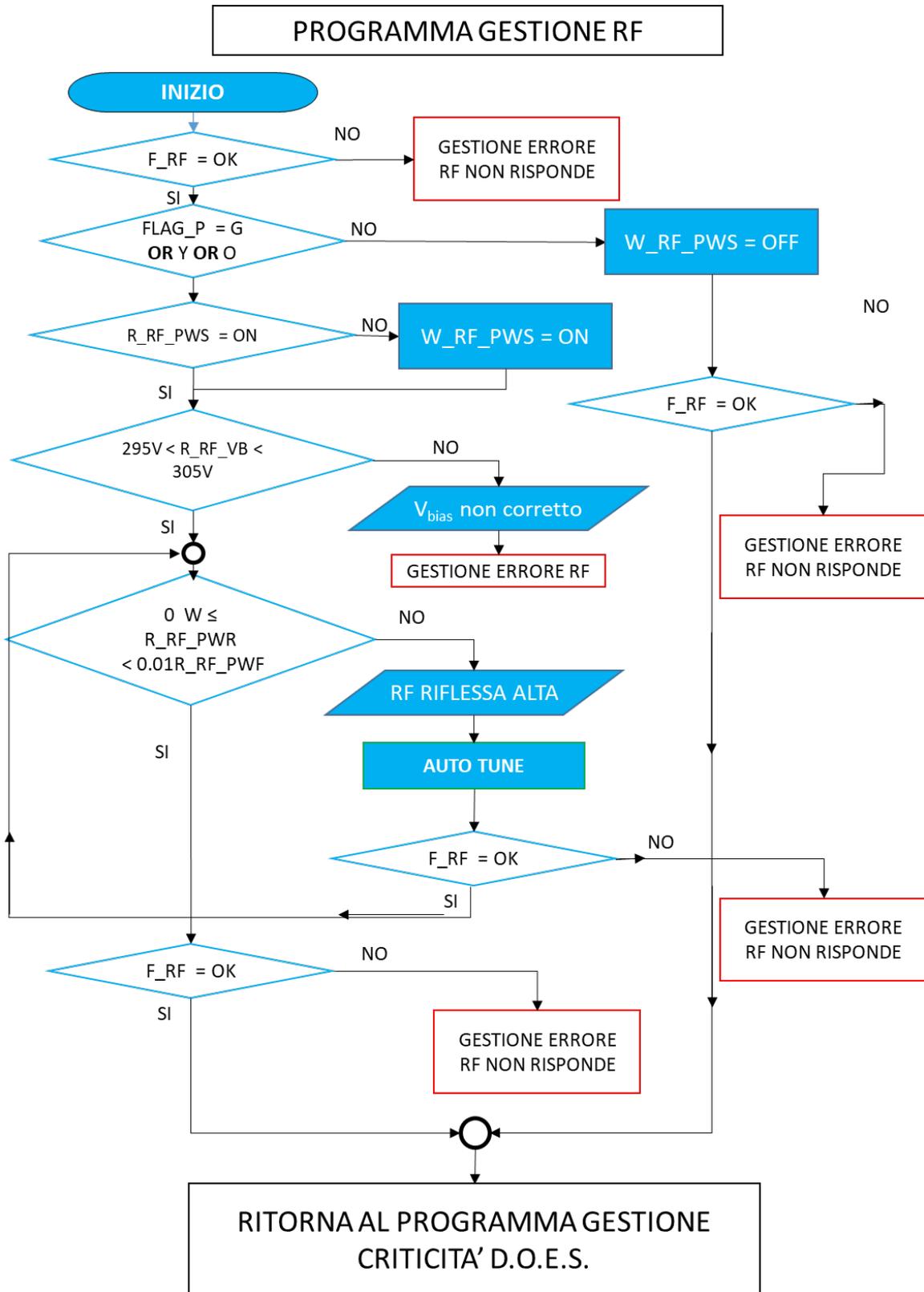


Figura 25. Diagramma di flusso del programma di gestione del sistema RF.

4. **Programma di gestione degli spettrometri:** L'emissione ottica del plasma è raccolta da 4 fibre ottiche UV grade (con core da 600  $\mu\text{m}$ ) ed è acquisita mediante 4 diversi **Spettrometri QE-PRO** della Ocean Optics collegati a un PC tramite USB e tramite un software in Labview sono acquisiti gli spettri. Attualmente si acquisisce uno spettro completo ogni 0.5 sec. Possibili criticità in questa fase potrebbero essere dovute all'instabilità del plasma che potrebbero essere corrette agendo sul generatore RF e la temperatura ambiente elevata che potrebbero portare la temperatura delle Peltier che raffreddano le CCD a valori al di sopra dei 50 gradi.

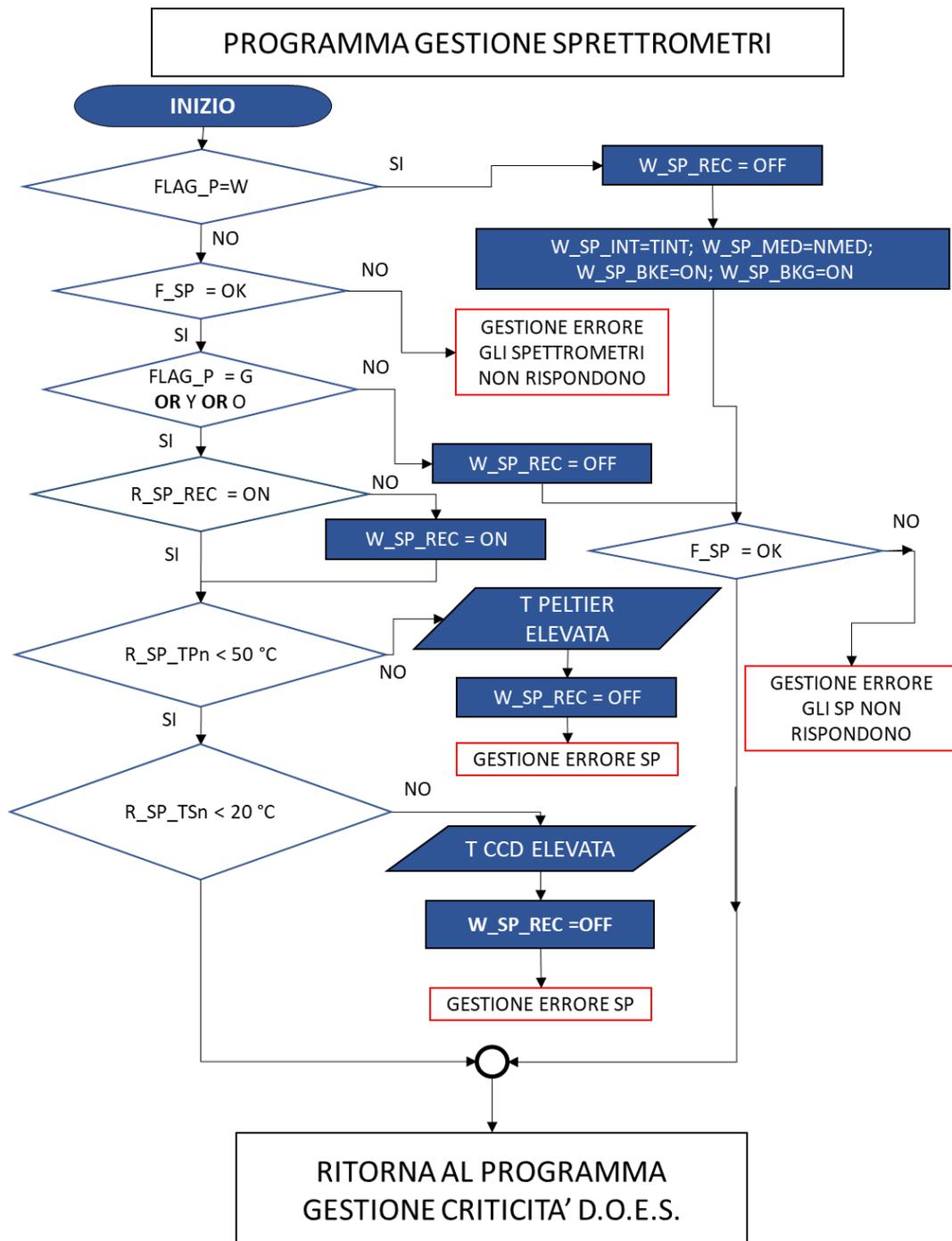


Figura 26. Diagramma di flusso della sezione relativa alla gestione degli spettrometri

5. **Programma gestione delle criticità di D.O.E.S.** Il componente più fragile di D.O.E.S è la pompa turbomolecolare, quindi il monitoraggio continuo dei parametri quali, il numero dei giri, la corrente assorbita e la temperatura dei cuscinetti rappresenta un buon metodo per correggere eventuali regimi che potrebbero portare al danneggiamento di D.O.E.S. Nel caso in cui il valore di uno dei parametri sopraelencati dovesse essere al di fuori dei valori consigliati dal costruttore, il flusso in ingresso può essere diminuito in modo da ridurre il carico sulla pompa. Ovviamente la correzione non deve portare a condizioni in cui il flusso è estremamente piccolo. Infatti, D.O.E.S. è tanto più veloce nel rilevare variazioni di composizione chimica nel gas di ingresso quanto più alto è il flusso in ingresso. Per tale motivo il regime ottimale è sempre ottenuto mantenendo l'apertura della valvola a farfalla VAT tra il 20% e il 25% della apertura completa. Nel caso in cui vi sia un aumento veloce delle temperature dei cuscinetti o la diminuzione dei giri della turbopompa si può diminuire o bloccare il flusso in ingresso mediante la valvola solenoidale fino al ripristino delle condizioni ottimali per la pompa turbomolecolare.

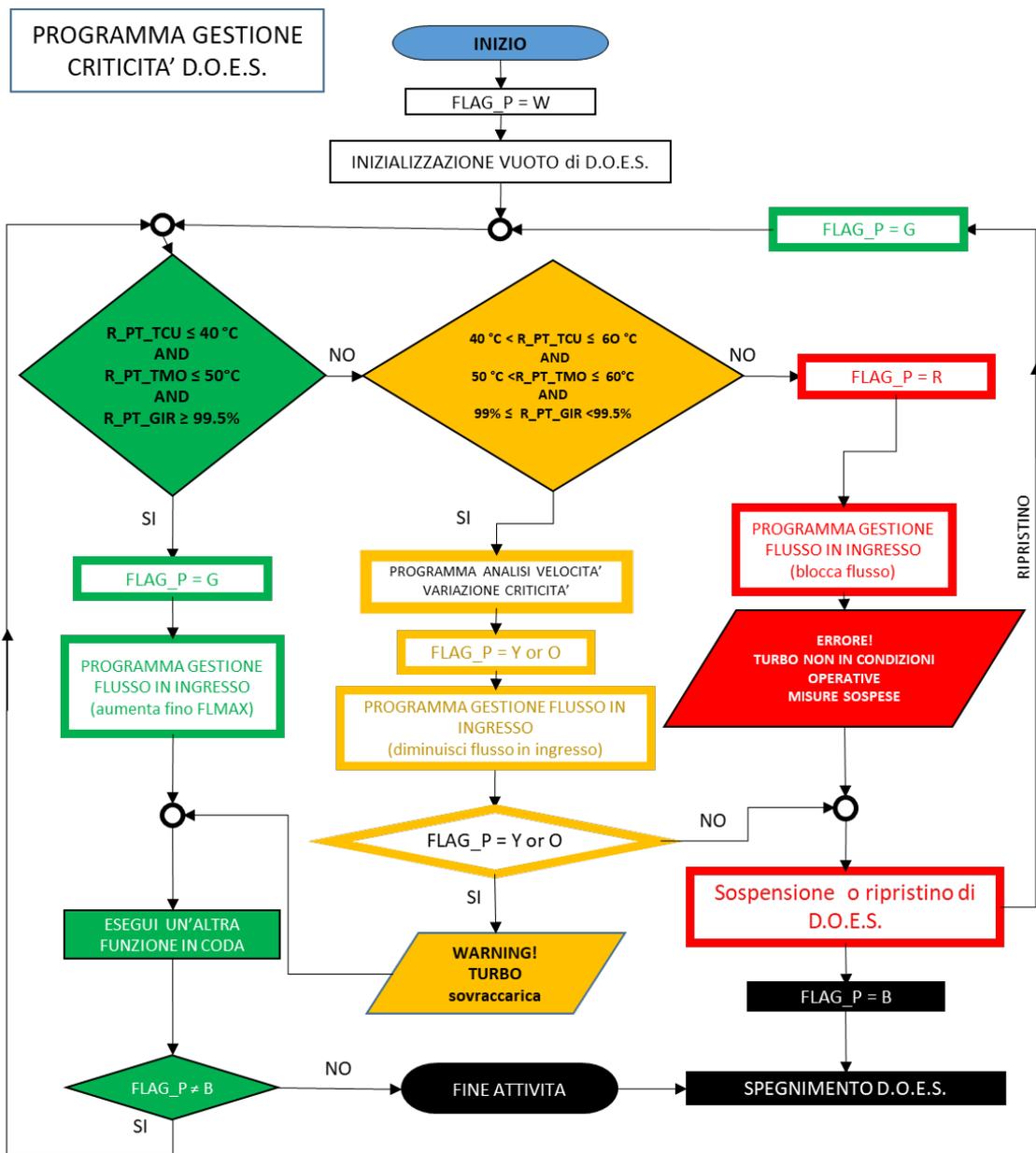


Figura 27. Gestione delle criticità in D.O.E.S.

- I. Nel caso in cui si accenda il D.O.E.S., FLAG\_P = W, è viene avviato il sottoprogramma relativo all'inizializzazione di D.O.E.S. Tra le varie operazioni che vengono eseguite, menzioniamo il raggiungimento delle condizioni iniziali che abilitano il monitoraggio; in particolare la pressione in camera pari a 50  $\mu$ bar, il flusso in ingresso non nullo e il plasma acceso. Se le operazioni iniziali vanno a buon fine e non vi è alcun errore che indichi malfunzionamento o problemi che richiedano manutenzione, (quali ad esempio perdite di vuoto sull'impianto), si entra in un ciclo chiuso del programma da cui si esce solamente nel caso in cui D.O.E.S. viene spento.
- II. D.O.E.S. quindi si spegne tutte le volte che si ha un errore irreversibile, un regime pericoloso che non può essere corretto in modo automatico, l'operatore decide la fine dell'attività di monitoraggio. In questo caso il FLAG\_P = B e viene eseguito il sottoprogramma che spegne tutti gli strumenti di D.O.E.S.
- III. Durante il ciclo normale di funzionamento di D.O.E.S, il FLAG\_P può assumere i valori G, Y, O, R che indicano livelli crescente di criticità. Il livello di criticità viene determinato sostanzialmente dai parametri di funzionamento della pompa turbomolecolare. In particolare, vengono continuamente acquisite le temperature del motore (TMO), dei cuscinetti della turbina (TCU) e il numero percentuale dei giri della turbina (GIR).
- IV. Così come illustrato nel diagramma di flusso, in base al valore di TMO, TCU e GIR il programma seleziona il livello di criticità.
- V. Nel caso che non vi sia alcuna criticità allora FLAG\_P = G. Il sottoprogramma di gestione flusso può operare una correzione sul flusso in ingresso volto ad avere il massimo flusso sostenibile dalla pompa turbomolecolare, (20 sccm).
- VI. Nei casi in cui TMO, TCU e GIR siano nell'intervallo in cui il regime è critico ma non pericoloso allora il FLAG\_P = Y or O a secondo dell'efficacia delle correzioni al regime operate dal sottoprogramma "gestione flusso" che per diminuire il carico sulla pompa turbomolecolare diminuisce il flusso tanto più velocemente quanto più permane nel tempo lo stato di criticità.  
Si passa dallo stato FLAG\_P = Y a quello di FLAG\_P = O se la correzione non cambia il segno della derivata dell'incremento positivo dei parametri menzionati.
- VII. Se TMO e TCU > 60° C e GIR < 99% allora la pompa turbomolecolare è in condizioni di operatività critica e il livello di criticità diventa R e si passa immediatamente al sottoprogramma di "SOSPENSIONE E RIPRISTINO".
- VIII. Ogni condizione di errore che si originasse in qualsiasi componente di D.O.E.S. durante l'esecuzione del programma determina una condizione di FLAG\_P = R nella gestione remota del singolo componente di D.O.E.S. (ad esempio: strumento che non risponde in remoto).
- IX. Se D.O.E.S. si trova nei regimi caratterizzati dal valore di FLAG\_P = G, Y, O, il monitoraggio non viene interrotto. Il sottoprogramma dedicato al monitoraggio sostanzialmente registra gli spettri li elabora e fornisce l'andamento temporale della percentuale relativa dell'ossigeno nel gas in ingresso. Relativamente a questa ultima funzionalità non è stata ancora completato il progetto dell'algoritmo che consente di fare tale operazione on-line ma come dichiarato negli obiettivi dell'annualità è possibile realizzare questa analisi off-line sugli spettri acquisiti on-line.

Un'altra criticità non ancora controllata può essere rappresentata dalla non accensione del plasma nella fase di avvio che può essere corretta aumentando temporaneamente la potenza trasferita dal generatore RF sospendendo la retroazione sul valore di self-bias. In queste fasi l'acquisizione degli spettri è sospesa.

L'esperienza acquisita effettuando i test in laboratorio e sugli impianti hanno mostrato che su diverse ore di funzionamento D.O.E.S. acquisisce gli spettri stabilmente e i sistemi automatici integrati nella VAT e del sistema RF garantiscono stabilità nelle caratteristiche del plasma e la ripetibilità delle misure.

## 6 Primo sviluppo dell'algoritmo off-line per l'identificazione dei picchi negli spettri

Lo sviluppo dell'algoritmo off-line per la misura quantitativa della percentuale relativa dell'ossigeno si basa sulle misure e sui test eseguiti in laboratorio nelle annualità precedenti e che sono state descritte nei Rapporti Tecnici citati in Ref. [3,4]. In particolare, utilizzando D.O.E.S. sono state misurati gli spettri di miscele binarie e ternarie realizzate miscelando gas scelti tra CO<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, CO, H<sub>2</sub>O, con concentrazioni variabili. Queste misure hanno permesso di individuare delle righe e delle bande spettrali caratteristiche delle specie che potevano essere utilizzate per caratterizzare le miscele.

In Tabella 12, sono riassunte per ogni specie, le lunghezze d'onda delle bande o righe utilizzate per i gas sopramenzionati che sono utilizzate per il monitoraggio dei gas.

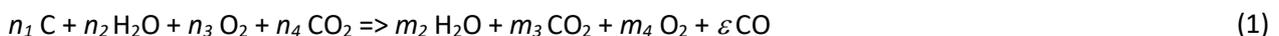
**Tabella 12 Lunghezze d'onda caratteristiche utilizzate per monitorare il segnale spettroscopico delle molecole nelle miscele gassose.**

Molecola	Specie osservata	$\lambda$ (nm)	Ampiezza (nm)
O <sub>2</sub>	O	777.3	1.1
CO <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub> <sup>+</sup>	286.5-290.5	4.0
CO	CO	519.9	1.1
N <sub>2</sub>	N <sub>2</sub> <sup>+</sup>	337.1	1.1
H <sub>2</sub> O	OH <sup>-</sup>	302.1 -320.9	18.7 nm

Le intensità misurate hanno permesso di costruire delle curve che consentono di determinare con un grado di accuratezza inferiore al 2% la percentuale di ossigeno nella miscela. Le misure effettuate su aria, discusse in Ref [4] confermano ad esempio, la validità del metodo utilizzato.

D.O.E.S. è stato pensato per un impianto a oxy-combustione in assenza di fiamma che bruciasse carbone slurry in ossigeno alla temperatura di circa 1600°C e alla pressione di 4 - 6 bar. Il monitoraggio dell'ossigeno serve soprattutto a ridurre al minimo la quantità del comburente immesso che, se non reagito, finisce al camino e ad evitare, per difetto di ossigeno, di produrre CO. Tale monitoraggio, per essere efficace nei tempi di risposta, deve essere effettuato quanto più vicino possibile alla camera di combustione come discusso nel Rapporto Tecnico del PAR 2019, "Analisi preliminare dei tempi di ritardo del sistema DOES", [7].

Il processo di combustione a cui si è fatto riferimento per la progettazione del sistema di monitoraggio innovativo può essere schematizzato dalla reazione:



In questo processo, la CO<sub>2</sub> prodotta nella combustione viene reintrodotta nel combustore, sia come mitigatore, sia per pre-riscaldare la camera di combustione. Vi è quindi nell'impianto, una linea di ritorno che reimmette all'ingresso del combustore parte dei gas di post-combustione. Spillando del gas dal combustore e immettendolo in D.O.E.S. si può fare un'analisi dello spettro emesso da questi gas. Misurando il rapporto delle intensità e calibrando il sistema con misure effettuate sulla stessa miscela, si può risalire al rapporto di concentrazione [O<sub>2</sub>]/[CO<sub>2</sub>] e [CO]/[CO<sub>2</sub>].

Poiché, nelle fasi di funzionamento dell'impianto non è escluso che si possa immettere aria nel combustore, si deve considerare l'azoto tra i possibili componenti la miscela.

Nei gas di post combustione vi può essere un numero notevole di molecole oltre quelle rappresentate nella reazione sopra riportata, ma queste vengono considerate minoritarie rispetto alle concentrazioni della CO<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub> e H<sub>2</sub>O.

Dati sperimentali relativi a impianti di prova simili a quello in cui D.O.E.S. potrebbe operare, mostrano che i gas di post-combustione hanno circa il 32% di CO<sub>2</sub> il 52% di H<sub>2</sub>O, il 7% di N<sub>2</sub> e l'8% di O<sub>2</sub> [3]. Quindi, la concentrazione di altre specie, quali ad esempio SO<sub>2</sub> e altri ossiacidi non è più dell'1% del totale. In teoria, è possibile limitare il monitoraggio di D.O.E.S alle sole molecole CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, N<sub>2</sub> e O<sub>2</sub> e allo stesso tempo, è possibile monitorare la formazione di CO che comporterebbe la diminuzione della concentrazione di CO<sub>2</sub>.

Sarebbe facile eseguire un'analisi della concentrazione dei gas nella miscela se si potesse associare a ciascuna delle molecole presenti nei gas di postcombustione, una banda spettroscopica derivante da emissioni tra livelli molecolari. Purtroppo, anche a causa della sovrapposizione degli spettri di differenti molecole, non si possono isolare segnali spettroscopici riconducibili ad emissioni da eccitazione di livelli energetici molecolari per tutte le molecole. Alle pressioni a cui opera D.O.E.S, nello spettro dell'ossigeno sono ben visibili le righe di emissione dell'ossigeno atomico mentre quelle relative all'emissione dello ione O<sub>2</sub><sup>+</sup> sono coperte dall'emissioni intense relative alla CO<sub>2</sub><sup>+</sup>/CO. Quindi si deve correlare la concentrazione di O<sub>2</sub> nella miscela al segnale spettroscopico dell'ossigeno atomico che deriva dalla dissociazione nel plasma della molecola di O<sub>2</sub> in 2 O.

Così come si dissocia parzialmente l'ossigeno, anche la CO<sub>2</sub> in parte si dissocia nel plasma in CO + O. Pertanto lo spettro della CO<sub>2</sub> contiene anche le bande e le righe spettroscopiche della CO, (che non si dissocia ulteriormente) e dell'ossigeno atomico. Come discusso nel Rapporto Tecnico in Ref. 3 è possibile distinguere l'ossigeno atomico derivante dalla CO<sub>2</sub> da quello dovuto alla dissociazione dell'O<sub>2</sub> mediante due curve di calibrazione. Nella prima, il rapporto tra l'intensità delle tre righe centrate a 777.2 con l'intensità della banda della CO<sub>2</sub><sup>+</sup>, è direttamente proporzionale alla rapporto percentuale di [O<sub>2</sub>]/[CO<sub>2</sub>] nel gas. Nella seconda, il rapporto delle intensità della banda di CO rispetto a quella della CO<sub>2</sub><sup>+</sup> è costante per ogni concentrazione di CO<sub>2</sub>. (Vedi le Fig. 11 e 12 in Ref. [3]).

Questo tipo di analisi è possibile perché la CO<sub>2</sub> è rilevabile da una doppia banda che è direttamente legata all'emissione tra livelli molecolari di CO<sub>2</sub><sup>+</sup>. L'intensità è quindi proporzionale al numero di molecole di CO<sub>2</sub> nel plasma. Un aumento della percentuale di CO<sub>2</sub> corrisponde a una diminuzione del rapporto tra le intensità della riga di O e l'intensità della banda di CO<sub>2</sub><sup>+</sup>, mentre il rapporto delle intensità caratteristiche relative a CO e CO<sub>2</sub><sup>+</sup> rimane costante all'aumentare della concentrazione di CO<sub>2</sub>.

La molecola di acqua nel plasma si dissocia in H<sub>2</sub>O -> OH<sup>-</sup> + H<sup>+</sup>. Non osserviamo, (almeno al momento), una banda caratteristica della molecola d'acqua così come è avvenuto per la CO<sub>2</sub>. Una percentuale trascurabile di OH<sup>-</sup> si dissocia in H<sup>+</sup> O<sup>-</sup> e tale evento non inficia il discorso fatto sul rapporto tra O<sub>2</sub> e CO<sub>2</sub>. Infine N<sub>2</sub> è rivelabile come segnale associato ad una delle tantissime transizioni tra livelli molecolari che abbondano in tutto l'intervallo spettrale.

Nel caso di miscele quali l'aria, in cui le concentrazioni percentuali maggioritarie sono quelle dell'azoto e dell'ossigeno, poiché non vi sono atomi in comune, si riesce ad ottenere un'ottima misura delle percentuali dei due gas nell'aria semplicemente misurando le intensità delle  $\lambda$  caratteristiche in unità arbitrarie e riferendole ad una curva di calibrazione ottenuta misurando le intensità caratteristiche per differenti concentrazioni di N<sub>2</sub>. Inoltre, utilizzando misure di calibrazione in cui era presente la CO<sub>2</sub> è stato possibile anche misurare la concentrazione della CO<sub>2</sub> nell'aria pur essendo una specie minoritaria della miscela.

Sulla base di quanto scritto, si sta sviluppando un algoritmo che per ora è utilizzato per l'analisi off-line ma che verrà scritto in ambiente Labview e inserito nel programma di gestione di D.O.E.S.

L'algoritmo si può riassumere secondo i seguenti passi:

- 1) Per ogni specie sono state identificate delle righe o bande significative da isolare nello spettro acquisito.
- 2) Le intensità  $I(\lambda)$  relative alle lunghezze d'onda significative vengono fittate mediante una funzione di tipo gaussiano:

$$I(\lambda) = I_{BK} + \frac{A}{\omega \sqrt{\frac{\pi}{2}}} e^{-2\left(\frac{\lambda - \lambda_0}{\omega}\right)^2}$$

in cui A è l'area sottesa dalla riga o banda,  $I_{BK}$  è il valore di background,  $\lambda_0$  è il valore della lunghezza d'onda di centrobanda e infine  $\omega$  è la larghezza di banda.

- 3) I valori di intensità ricavati per ogni specie dallo spettro misurato vengono normalizzati al valore d'intensità  $I_0$  misurato in laboratorio con il 100% di concentrazione.
- 4) Il rapporto di Intensità  $\frac{I(\lambda)}{I_0}$  è inserito nella funzione di calibrazione della specie che è stata determinata da misure effettuate in laboratorio. La concentrazione percentuale P è data dalla funzione:

$$P = a \ln\left(\frac{I}{I_0} + b\right) + c$$

Con i coefficienti a, b, c che dipendono dal tipo di molecola considerata.

Questo metodo ha permesso nei test effettuati di avere la percentuale P dell'ossigeno con un grado di accuratezza del 2-3% in miscele ternarie.

- 5) Nell'algoritmo, si calcolano anche i rapporti delle intensità misurate per due diverse specie nella miscela. Il valore trovato si inserisce nella relazione lineare trovata nelle misure di calibrazione eseguite utilizzando miscele che siano rappresentative della situazione monitorata.

Con buona approssimazione, le curve di calibrazione della percentuale relativa  $P_{rel}$  seguono una legge di tipo lineare:

$$P_{rel} = A \frac{I_1}{I_2} + B$$

I coefficienti A e B dipendono sia dalla miscela considerata sia dal tipo di coppie di molecole considerate. Questo metodo è molto accurato nel determinare le concentrazioni relative di una specie gassosa rispetto all'altra, in miscele che si possono assimilare a binarie cioè quando due componenti sono maggioritarie rispetto al resto che è al di sotto del 2%.

## 7 Conclusioni

L'attività svolta durante questa prima annualità del Piano Triennale di Realizzazione 2019-2021 ha permesso di:

1. effettuare l'**automatizzazione** dei singoli sottosistemi (strumenti), di acquisizione e di controllo del sistema D.O.E.S., con la possibilità di avere il controllo e la lettura dei vari parametri in una sala operativa remota, in modo che possa operare in maniera stand alone e con controllo remoto per lunghi periodi senza danneggiarsi;
2. sviluppare una serie di algoritmi e Virtual Instrument in Labview per la gestione remota e automatizzata di D.O.E.S
3. sviluppare un **algoritmo off-line** che necessita di ulteriore sviluppo, capace di identificare le righe (picchi) di emissione degli spettri acquisiti dei gas, tenendo conto delle intensità relative delle varie specie chimiche componenti la miscela di ingresso e di arrivare a misure la percentuale relativa dell'ossigeno nella miscela di gas secondo quelle che son le specie tipiche presenti nella combustione.

## 8 Riferimenti bibliografici

1. S. Scaglione e D. Zola, *"Studio di sistemi ottici innovativi per la misura dell'ossigeno nei prodotti di combustione in regime MILD"*, Settembre 2014, Report RdS/PAR2013/300.
2. S. Scaglione e D. Zola, *"Studio di sistemi ottici innovativi per la misura dell'ossigeno nei prodotti di ossi-combustione"*, Settembre 2015, Report RdS/PAR2014/247.
3. S. Scaglione e D. Zola, *"Studio di sistemi ottici innovativi per la misura dell'ossigeno nei prodotti di ossi-combustione"*, Settembre 2016, Report RdS/PAR2015/256.
4. S. Scaglione, D. Zola e R. Chierchia, *"Sviluppo di uno strumento per il monitoraggio dell'ossigeno nei prodotti di combustione mediante spettroscopia ottica in emissione"*, Settembre 2017, Report RdS/PAR2016/187.
5. S. Scaglione, D. Zola e R. Chierchia, *"Studio di sistemi ottici innovativi per la misura dell'ossigeno nei prodotti di ossi-combustione"*, Settembre 2018, Report RdS/PAR2017/199.
6. S. Scaglione, C. Stringola, D. Zola, E. Giulietti, R. Chierchia, R. Lo Presti, *"Sviluppo del sistema di automazione dello strumento D.O.E.S."*, Dicembre 2018, Report RdS/PAR2018/053.
7. S. Scaglione, D. Zola, A. Gentili, C. Stringola, E. Giulietti, *"Analisi preliminare dei tempi di ritardo del sistema DOES"*, PAR 2019

## 9 Abbreviazioni ed acronimi

AGATUR Advanced GAs TURbine Rising

CCS Carbon Capture Storage

CCUS Carbon Capture, Utilization and Storage

DI digital input

DO digital output

D.O.E.S. Detection of Oxygen by Emission Spectroscopy

EGR Exhaust Gas Recirculation

ENEA

Technologies, Energy and Sustainable Economic Development

Italian National Agency for New

IPSE Laboratorio Ingegneria dei Processi e dei Sistemi per l'Energia

IR Infrared

LA Linea di Attività

LabVIEW Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench

MGC Multi channel Gas Controller

P2G Power to Gas

P2L Power to Liquid

MFC Mass Flow Controller

MN Matching Network

MTG MicroTurbina

NG Natural Gas

NIR Near InfraRed

OES Optical Emission Spectroscopy

RF radio frequenza

sccm Standard Cubic Centimeters (per) Minute

sCO2 Supercritical CO2 Power Systems

Syngas Synthetic Gas, ossia gas di sintesi

TG Turbine a Gas

TRL Technology Readiness Level, Livello di Maturità Tecnologica

UV Ultra Violet

VIS Visible radiation

vRES variable Renewable Energy Sources

WP Work Packges