

# Distillazione a Campagne

Nell'Industria Chimica è frequente il caso di dover frazionare una miscela di composti in cascata, cioè se la miscela contiene  $n$  componenti può verificarsi la necessità di separare in testa il componente 1 nella prima colonna, il componente 2 nella seconda, il componente 3 nella terza, il componente  $n$  nella  $n$ -esima colonna in ordine di volatilità decrescente. Ciò è possibile in quanto il fondo della prima colonna alimenta la seconda, il fondo della seconda alimenta la terza e così via.

In impianti molto grandi l'operazione è normalmente realizzata con una serie di colonne, ciascuna delle quali riceve l'alimentazione dal fondo di quella a monte e alimenta la successiva mentre i distillati con la purezza voluta per il componente desiderato vanno agli stoccaggi.

Nell'industria farmaceutica, alimentare e nella Chimica fine gli impianti hanno basse potenzialità, perciò la quantità erogata dei prodotti nell'arco di un anno è limitata.

Per tali impianti risulta conveniente, allo scopo di limitare i costi di investimento, realizzare l'operazione in una sola colonna, purché la variazione dei parametri di processo sia sopportabile; infatti la sola colonna deve essere progettata per le condizioni più gravose riferite all'intero treno di distillazione, cioè la pressione di design dovrà essere ricavata dalla massima pressione nella serie delle colonne di frazionamento, lo stesso vale per la temperatura e per il numero e i carichi dei piatti.

Il rapporto di riflusso maggiore dovrà essere la base per il dimensionamento del condensatore, dell'accumulatore e della pompa di riflusso.

Ad esempio il diametro dell'unica colonna sarà uguale a quello della colonna che presenta il carico piatti più gravoso

L'operazione di effettuare più distillazioni in una sola colonna si chiama:

Operazione a campagne, nel senso che l'alimentazione viene introdotta per un tempo definito in colonna, la si distilla in continuo, il distillato viene inviato a stoccaggio e il prodotto di fondo a un serbatoio intermedio, dal quale può essere riciclato al serbatoio di alimentazione e da questo inviato di nuovo alla colonna per la produzione di un nuovo distillato.

Cioè, finita la distillazione del distillato voluto, si trasferisce il prodotto di fondo accumulato in un serbatoio D-3 (che potrebbe essere anche il fondo allargato della colonna) al serbatoio iniziale di alimentazione D-1 svuotato e bonificato se necessario per riprendere la distillazione.

Si procede allo stesso modo sino ad avere i distillati desiderati. Se questi sono  $n$ , anche le operazioni saranno  $n$ ; nello schema tradizionale è necessario infatti avere una colonna per ogni distillato che si vuole produrre.

E' da notare che con la parola operazione si intende la distillazione per produrre un singolo distillato. Inoltre per semplicità si stabilisce che nella prima operazione si separa il distillato più leggero e nell'ultima quello più pesante, per cui non è possibile produrre un distillato se non si producono anche i più leggeri. Ciò non toglie tuttavia che in realtà un'operazione può essere mirata per produrre un singolo distillato col riciclo degli altri ad opportuno stoccaggio.

## - Simulazione in continuo

Per verificare la fattibilità di questa operazione, conviene simulare l'impianto tradizionale, cioè composto da  $n$  colonne in serie, che lavorano in continuo.

La portata dell'alimentazione in continuo sarà determinata in base alla produzione annuale dei distillati (imposta dal mercato) divisa per il numero di ore all'anno in cui si intende far lavorare l'impianto in produzione.

La simulazione ci darà così la possibilità di ottenere le condizioni operative di ogni colonna, cioè la pressione, le temperature di testa e di coda, i carichi piatti, il numero dei piatti, il riflusso, le duties del condensatore e del reboiler ecc..

Il dimensionamento dell'unica colonna, atta a operare tutti gli  $n$  frazionamenti, dovrà involuppare tutte le condizioni di lavoro delle  $n$  colonne.

## **- Passaggio della produzione in continuo a quella batch.**

Dalla simulazione in continuo sono ricavabili le portate orarie dei distillati.

Devono poi essere stabiliti i quantitativi dei distillati da ottenere nella produzione a campagne, in base all'andamento del mercato e di conseguenza il quantitativo della carica da distillare.

Bisogna perciò per ogni operazione stabilire il tempo netto di durata, dividendo il quantitativo del distillato desiderato per la sua portata oraria, ricavabile dalla simulazione.

E' evidente che in ogni operazione si ha la produzione del distillato voluto, mentre gli altri saranno riciclati al serbatoio della carica o ad opportuno stoccaggio per un successivo frazionamento. Da ciò consegue che la durata netta dell'operazione sarà determinata dal rapporto tra il quantitativo e la portata oraria del singolo distillato.

Il tempo disponibile per un'operazione si trova aggiungendo al valore netto i tempi necessari per la bonifica delle apparecchiature e delle macchine per passare da un'operazione all'altra. In prima approssimazione il tempo netto per un'operazione si può considerare pari al 75% del tempo disponibile.

Il tempo totale per tutte le operazioni, si trova sommando tutti i tempi disponibili di ogni singola operazione.

Tale tempo totale sarà utile al gestore dell'impianto per determinare il quantitativo, ovvero il batch, dell'alimentazione da inviare alla distillazione in base alla disponibilità della materia prima e alle richieste di mercato.

Per esempio il numero di batches da effettuarsi in un anno può essere determinato dal rapporto tra il numero di ore lavorative nell'anno e il tempo totale delle operazioni su definito.

## **Modalità di conduzione della Distillazione a Campagne**

La strumentazione è gestita da un Sistema DCS che controlla tutti i dati strumentali.

La pressione di testa di funzionamento della colonna C-1 viene mantenuta dal controllore di pressione PIC/1 che agisce sulla valvola V-1, sui vapori uscenti dalla testa della colonna.

I vapori uscenti dalla testa della colonna C-1 vengono condensati nel condensatore E-1 ed il liquido in uscita giunge all'accumulatore di riflusso D-2 da cui viene in parte prelevato come riflusso dalla pompa PC/1.

La pressione di testa di funzionamento della colonna C-1 viene mantenuta dal controllore di pressione PIC/1 che agisce sulla valvola V-1, posta sui vapori uscenti dalla testa della colonna. E' prevista una logica indicata con Log-1 che ha la funzione di elaborare il set per il controllore FIC/1 sulla portata del riflusso in modo da ottenere il distillato con la purezza desiderata .

La pompa PC-1 invia il liquido distillato presente nel serbatoio D-2 in parte come riflusso alla colonna C-1 sotto controllo di FIC/2 ed il resto allo stoccaggio sotto controllo di LIC/1 dopo raffreddamento in E-3.

Il controllore LIC/2 controlla il livello del fondo in modo che il livello minimo coincida con il filo superiore del fascio tubero.

Il controllore TIC/2 controlla la temperatura di fondo colonna.

Per ottimizzare il funzionamento del Sistema la strumentazione può prevedere un Cromatografo che analizza la composizione della alimentazione e del prodotto di testa.

E' prevista una logica indicata con LOG-1 che ha la funzione di elaborare il set per il controllore FIC/2 sulla portata del riflusso in modo da ottenere il distillato con la purezza desiderata.

### L'azione della Logica Log-1

La logica riceve come input:

- Il valore della pressione PIC/1 dalla vapor line
- Il valore della temperatura dal TIC/1 posto due piatti sotto il piatto di testa.
- Lo scostamento massimo SC/1, imposto dall'operatore, tra la pressione trasmessa dal PIC/1 e la tensione di vapore del distillato puro calcolata alla temperatura trasmessa dal TI/2. La determinazione della tensione di vapore è possibile perché la logica contiene un algoritmo, che una volta ricevuta la composizione del distillato è in grado di calcolarla.

In base agli input ricevuti la logica elabora il valore di set da trasmettere al controllore FIC/2 della portata di riflusso in modo da riportare lo scostamento al 50% del valore massimo. Se la logica viene disattivata tramite il comando HS-1, il set al FIC/2 viene inviato direttamente dal TIC/1.

## **Descrizione di una distillazione a campagne**

Lo schema proposto in figura consente un funzionamento praticamente automatico con un minimo di interventi da operatore e prevede inoltre l'utilizzo come ribollitore di uno scambiatore a resistenze elettriche corazzate per semplificare la strumentazione di controllo della temperatura di fondo colonna.

Con questo tipo di scambiatore non è necessario disporre di un fluido di riscaldamento (ad esempio vapore).

Il liquido da distillare, presente in uno dei due serbatoi D-1 viene tutto inviato alla colonna C-1 in controllo di portata FIC/1.

Il prodotto di fondo via via distillato resta in colonna accumulandosi nel serbatoio D-3.

I vapori uscenti dalla testa della colonna C-1 vengono condensati nel condensatore E-1 ed il liquido in uscita giunge all'accumulatore di riflusso D-2.

Finita la distillazione del primo componente (il più leggero tra quelli presenti nella miscela) il prodotto di fondo viene trasferito in D-1 mediante l'apertura della valvola di fondo comandata dallo strumento HS/2.

Si procede allo stesso modo, descritto per il primo componente, sino a frazionare tutti i componenti.

Il prodotto di fondo dell'ultima operazione viene inviato direttamente sotto il controllo di livello LIC/2 allo stoccaggio.

La portata di prodotto da distillare in arrivo alla colonna C-1 dal serbatoio di stoccaggio D-1 è stabilita dal controllore di portata FIC/1.

Nello scambiatore E-3 il distillato viene raffreddato per essere inviato a stoccaggio

### **Sicurezza**

Sussiste un pericolo di sovrappressione in colonna, che può essere dovuta a disfunzioni strumentali del controllore di pressione in testa colonna PIC/1, della relativa valvola V-1, del controllore di Calore TIC/2 allo scambiatore E-2, per mancanza di fluido refrigerante al condensatore dei vapori uscenti dalla testa della colonna, per incendio. Perciò la colonna è dotata di valvola di sicurezza VS-1 per evitare sovrappressioni in colonna.

Comunque per prevenire l'apertura di tale valvola è previsto sulla vapor line il presso stato di altissima pressione il PSHH/1, che blocca l'arrivo di corrente elettrica al ribollitore E-2.

Per evitare disfunzioni di detto pressostato con le conseguenti fermate non necessarie della distillazione sarebbe necessario installare tre pressostati in logica 2 su 3, in modo tale che il fluido di riscaldamento venga tagliato, quando sussiste l'intervento contemporaneo di almeno due dei tre pressostati.

Sono previste la misura e l'indicazione a quadro di tutte le temperature di processo e dell'acqua refrigerante.

## **Considerazioni per la Distillazione di una miscela a più di due componenti**

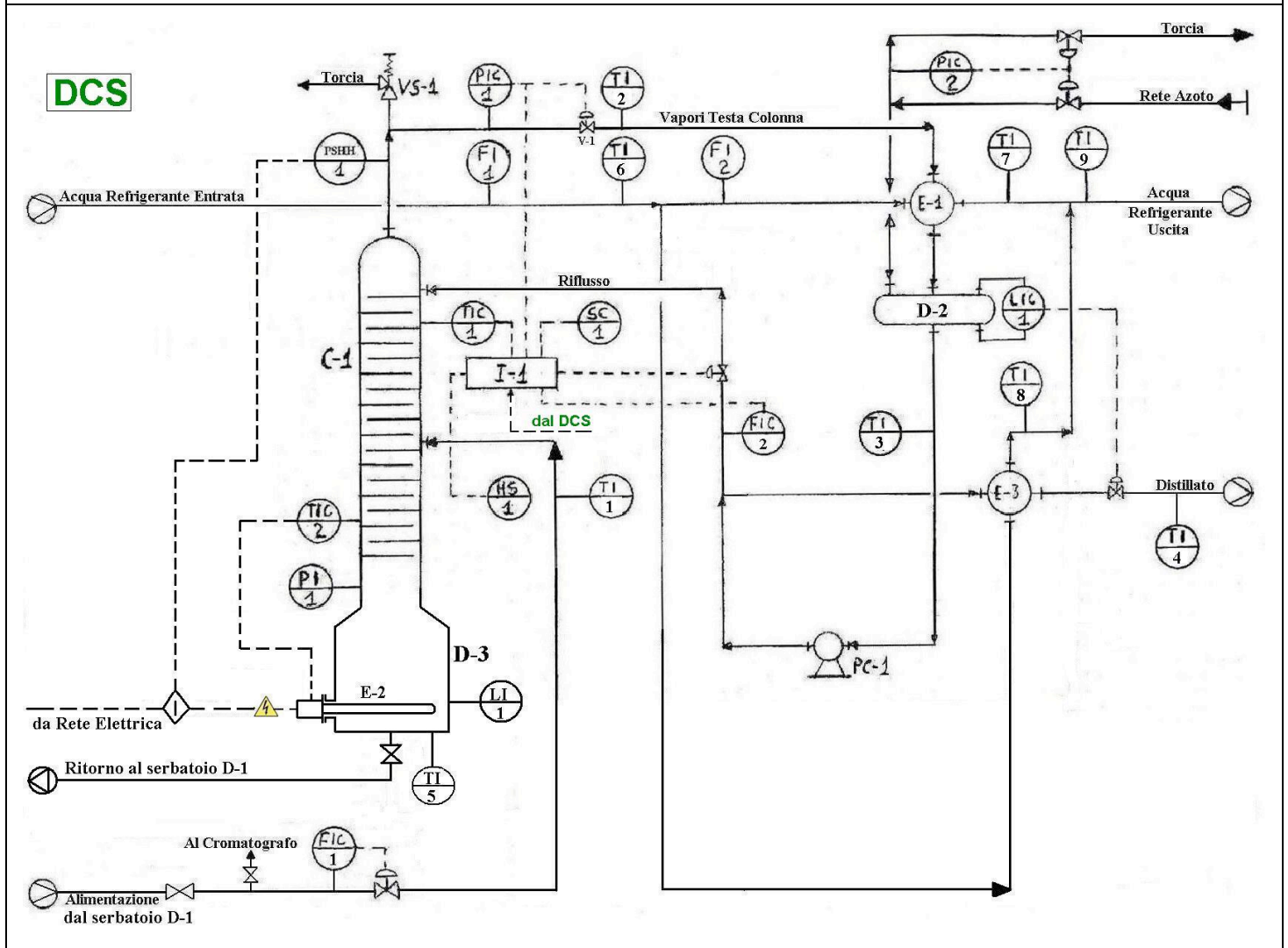
- 1) Prevedere almeno due serbatoi di eguale dimensione uno per la stoccaggio del prodotto da distillare l'altro per stoccare il prodotto da distillare successivamente. Il serbatoio indicato con D-1 sullo schema rappresenta il serbatoio, tra i due, utilizzato per effettuare la distillazione, mentre l'altro serbatoio D-1 di eguale dimensione è utilizzato per ricevere il prodotto da distillare successivamente in cui viene stoccato il nuovo fluido da distillare prodotto durante la fase di distillazione.
- 2) Il serbatoio D-3 avrà la stessa capacità dei serbatoi D-1 ed andrà progettato alla pressione di progetto della colonna C-1.
- 3) Prevedere un dislivello tra il serbatoio D-3 e i due serbatoi D-1 per consentire che il fluido presente nel D-3, alla fine di ogni ciclo di distillazione di uno degli n componenti della miscela, possa ritornare al serbatoio D-1 per gravità.
- 4) Il condensatore E-1 potrebbe essere installato sopra la colonna C-1; ciò renderebbe possibile l'eliminazione della pompa PC-1 in quanto riflusso e distillato fluirebbero per gravità.
- 5) Il refrigerante finale del distillato, E-3, può essere sostituito da un serpentino di raffreddamento montato in ognuno dei serbatoi di stoccaggio dei singoli prodotti distillati.
- 6) Progettare il ribollitore E-2 in modo da ridurre al minimo il contenuto di liquido presente nel serbatoio D-3 tra fondo serbatoio e filo superiore tubi ribollitore
- 7) Quanto illustrato per una distillazione di una miscela a multicomponenti è anche valido per piccoli impianti di distillazione di miscele con soli due componenti.

Prevedere un serbatoio di raccolta del fluido da scaricare nel corso delle bonifiche.

Avviare l'impianto caricando nel fondo colonna una piccola quantità del prodotto da distillare per ognuna delle n marce.

Dopo aver messo l'impianto a riflusso totale iniziare l'invio progressivo della miscela a multicomponenti sino a raggiungere la massima potenzialità che l'impianto può realizzare.

# FIGURA



SIMBOLO	DENOMINAZIONE	SIMBOLO	DENOMINAZIONE
C-1	Colonna di Distillazione	PSHH/1	Intervento Blocco Massima Pressione Testa Colonna
D-1	Serbatoio prodotto da distillare	TIC/1	Controllo Temperatura Testa Colonna
D-2	Accumulatore di Riflusso	TIC/2	Controllo Temperatura Fondo Colonna
D-3	Serbatoio di stoccaggio provvisorio	TI/1	Misura Temperatura Alimentazione
E-1	Condensatore Vapori Testa Colonna	TI/2	Misura Temperatura Vapori di testa
E-2	Ribollitore con resistenze elettriche corazzate	TI/3	Misura Temperatura Liquido uscita D-2 (Riflusso)
E-3	Refrigerante Prodotto Distillato	TI/4	Misura Temperatura Distillato a stoccaggio
PC-1	Pompa Riflusso e Prodotto Distillato	TI/5	Misura Temperatura fondo serbatoio D-3
FICI/1	Controllore Portata Alimentazione	TI/6	Misura Temperatura Acqua Refrigerante in entrata
FICI/2	Controllore Portata Riflusso	TI/7	Misura Temperatura Acqua Refrigerante Uscita E-1
FI/1	Misuratore Portata Acqua Refrigerante Entrata	TI/8	Temperatura acqua refrigerante uscita E-3
FI/2	Misuratore Locale Portata Acqua Refrigerante a E-1	TI/9	Temperatura acqua refrigerante in uscita
FI/3	Misuratore Locale Portata Acqua Refrigerante a E-3	V-1	Valvola Controllo Pressione Testa Colonna C-1
LI/1	Indicatore Livello Liquido Serbatoio D-3	Log-1	Operatore Controllo Purezza Prodotto di Testa
LIC/1	Controllore Livello Accumulatore di Riflusso	SC/1	Scostamento Prodotto Distillato rispetto a Puro
PICI/1	Controllore Pressione Testa Colonna	HS/1	Selettore Tipo controllo Riflusso
PIC/2	Controllore Pressione Accumulatore di Riflusso	<b>DCS</b>	<b>Distributed Control System</b>
PI/1	Misuratore e Indicatore Pressione Fondo Colonna		

## Osservazioni

Per un Buon funzionamento del sistema è opportuno che il numero di piatti sia adeguatamente surdimensionato.