

**SE7**

Prof. Davide Manca – Politecnico di Milano

**Dinamica e Controllo dei Processi Chimici**

**Soluzione Esercitazione #7**

# **Filosofie di start-up e shutdown**

ing. Sara Brambilla



# Definizioni

SHUTDOWN  
(o spegnimento)



Procedure che permettono di spegnere l'impianto o una sua sezione parzialmente o completamente per eseguire la manutenzione ordinaria o in seguito a malfunzionamenti. Sono esclusi i casi in cui si ha la perdita di una sostanza dall'impianto. In tal caso si parla di procedure di emergenza.

## MANUTENZIONE

START-UP  
(o avviamento)



Procedure che permettono di avviare l'impianto a seguito di uno shutdown, partendo da una condizione di completo shutdown o di standby. Sono escluse le procedure per avviare l'impianto dopo la costruzione.

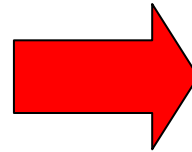
# Perché studiarli

Più del 20% degli incidenti avvengono durante le fasi di start-up e shutdown.

In aggiunta, alcuni incidenti che avvengono durante la normale conduzione dell'impianto sono dovuti a stress termici, meccanici, da fatica o vibrazioni eccessive avvenuti durante le fasi di start-up e shutdown.

Tali incidenti possono sfociare in:

- incendi;
- esplosioni;
- colpi d'ariete;
- infortuni degli operatori;
- fermate dell'impianto.



€€€€



# Punti chiave

Sia lo shutdown che lo start-up di un impianto sono contraddistinti dalle seguenti caratteristiche:

- devono garantire la sicurezza degli operatori;
- non devono danneggiare le apparecchiature;
- devono essere abbastanza flessibili per poter fronteggiare eventuali inconvenienti;
- gli operatori di impianto devono comprendere appieno la filosofia e i principi che hanno guidato la stesura delle procedure e rispettarle pedissequamente. Eventuali deviazioni devono essere autorizzate da un supervisore. A tale scopo, una sovrapposizione dei turni dei supervisori permette una migliore comunicazione tra le diverse squadre e la continuità del lavoro svolto.

# Problematiche

Riferendosi ad esempio alle raffinerie, i rischi tipici durante lo start-up e lo shutdown sono:

- miscelazione di aria e idrocarburi;
- contatto di prodotti petroliferi ad alta temperatura con acqua;
- evaporazione improvvisa o congelamento dell'acqua;
- shock termici e meccanici;
- presenza di sostanze corrosive o che possono avvelenare i catalizzatori;
- presenza di ferro solfuro (piroforico).



# SHUTDOWN



# Classificazione procedure di shutdown

- Shutdown programmato → **turnaround**
- Shutdown prolungato → **mothballing**  
(letteralmente "mettere in naftalina")
- Shutdown di emergenza → la condizione finale dipende dalle cause che hanno richiesto lo shutdown di emergenza
- Hot standby → si evita di effettuare tutta la sequenza di shutdown e poi di start-up, permettendo un avviamento più veloce

# Shutdown convenzionale/di emergenza

In caso di **shutdown convenzionale**, si parte solitamente dalle condizioni nominali di funzionamento. Le condizioni iniziali sono quindi piuttosto ben definite, facilitando l'applicazione delle procedure illustrate nel seguito.

Lo **shutdown di emergenza** fa riferimento alle procedure messe in atto allorché una variabile di processo subisce una variazione non accettabile.

In caso di emissione di una sostanza dall'impianto si parla di procedure di emergenza e non di shutdown di emergenza.

Lo shutdown di emergenza può essere scatenato:

- dall'intervento di un sistema automatico di protezione;
- dall'intervento dell'operatore.

Per quanto riguarda le procedure di shutdown di emergenza, si devono definire in modo chiaro e non ambiguo sia le condizioni scatenanti che le azioni da intraprendere.



# Tipica procedura di shutdown

Una tipica sequenza di shutdown implica:

1. la depressurizzazione e il raffreddamento delle apparecchiature;
2. il drenaggio della fase liquida;
3. la rimozione di idrocarburi (se presenti);
4. la rimozione delle sostanze corrosive e/o che potrebbero avvelenare i catalizzatori, separate dalla fase idrocarburica (acidi, basi, fanghi);
5. lo smaltimento dell'acqua separate dalla fase idrocarburica;
6. la chiusura/apertura delle linee;
7. la rimozione del ferro solfuro (piroforico);
8. **l'ispezione.**



# Tipica procedura di shutdown

## 2. Drenaggio della fase liquida

Prima di drenare la fase liquida, si devono prevedere degli stoccaggi che, in generale, possono differire da quelli comunemente usati. In questa fase si deve prestare particolare attenzione al fatto che le pompe non perdano prevalenza. Le sostanze estratte devono essere portate a temperatura ambiente, specie se si tratta di idrocarburi.

Allo scopo di evitare l'ingresso di aria nelle apparecchiature o il loro collasso, si devono introdurre altre sostanze durante il drenaggio. La scelta del tipo di sostanza dipende dal tipo di apparecchiatura. Solitamente si usano gas inerti o vapore.



# Tipica procedura di shutdown

## 3. Rimozione di idrocarburi (se presenti)

Per rimuovere gli idrocarburi si utilizza un **gas inerte** (anidride carbonica, azoto,...), la cui scelta dipende dal costo e dalla disponibilità in impianto, o **acqua**. Non si utilizza vapore in quanto potrebbe generare elettricità statica con il conseguente innesco delle miscele idrocarburiche.

Il gas inerte dovrebbe essere introdotto da una apparecchiatura da cui possa poi fluire nel resto delle apparecchiature da cui vanno rimossi gli idrocarburi in successione, in modo da non bypassare nessuna zona. Per evitare accumuli nelle tubazioni senza uscita, si opera con cicli di pressurizzazione e depressurizzazione per far in modo che il gas inerte diluisca gli idrocarburi.

Una volta completata la rimozione degli idrocarburi ( $< 1\%$ ), il gas inerte deve essere rimpiazzato dall'aria.



# Tipica procedura di shutdown

## 3. Rimozione di idrocarburi (se presenti)

L'uso di acqua è vantaggioso perché permette di rimuovere sia la fase liquida che gassosa e, contemporaneamente, permette di raffreddare l'apparecchiatura.

Tale strategia può essere adottata solo se l'apparecchiatura e le sue fondazioni sono state progettate per far fronte al peso e alla pressione dell'acqua. Inoltre, l'acqua non deve danneggiare l'apparecchiatura stessa.

Dopo lo scarico dell'acqua usata per il lavaggio, si deve testare che non vi siano idrocarburi residui. L'acqua di lavaggio deve essere smaltita con cura in quanto composti tossici potrebbero esservi dissolti.

Per evitare che l'acqua congeli si possono adottare diverse strategie come mantenere un flusso d'acqua, isolare o riscaldare la sezione d'impianto, far gorgogliare vapore, o porre sotto terra alcune linee e valvole.



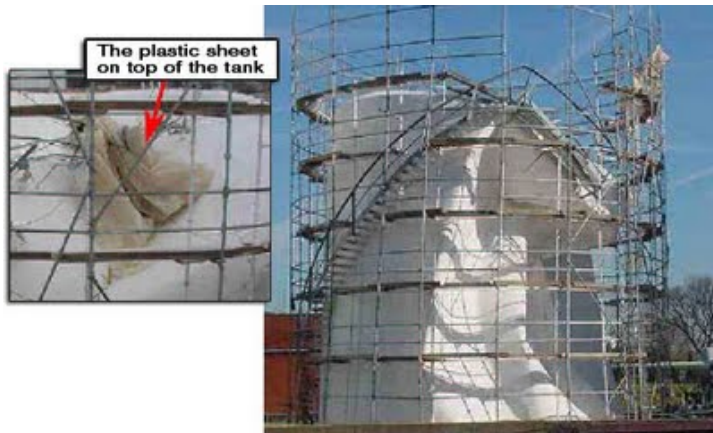
# Tipica procedura di shutdown



Collasso di un serbatoio della BR Petrochem durante il test di pressione con acqua



Cedimento del tetto di un serbatoio a causa del riempimento esagerato con acqua



Collasso di un serbatoio durante lo svuotamento dopo il test di tenuta idraulica



Collasso di un serbatoio sferico il test di tenuta idraulica a causa della corrosione del supporto

<http://webwormcpt.blogspot.com/2008/09/some-concerns-recommendations-for.html>

# Tipica procedura di shutdown

## 6. Chiusura/apertura delle linee

Le flange nelle quali vanno inseriti i dispositivi per isolare le apparecchiature vanno aperte lentamente, in modo che le sostanze non spurgate possano defluire lentamente. Le valvole non devono essere rimosse finché l'apparecchiatura a cui sono collegate non è stata completamente svuotata.

Alcune linee, chiuse durante la normale conduzione dell'impianto, devono essere aperte durante lo shutdown per permettere il drenaggio di liquidi o lo sfogo di prodotti gassosi.

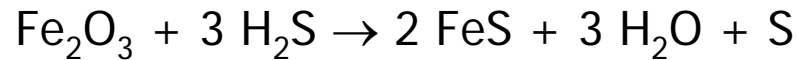
È bene redigere una lista di tutti gli isolamenti inseriti o rimossi durante lo shutdown.



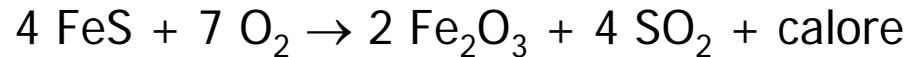
# Tipica procedura di shutdown

## 7. Problemi legati al ferro solfuro

Il ferro solfuro si genera dalla reazione della ruggine ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) con acido solfidrico ( $\text{H}_2\text{S}$ ):



In presenza di ossigeno, il ferro solfuro si ossida sviluppando calore:



Tale reazione può avvenire anche dopo giorni che il ferro solfuro è stato esposto all'aria. Maggiore è la carica di zolfo dell'alimentazione ad una apparecchiatura e maggiore sono i rischi di formazione di ferro solfuro.



# Tipica procedura di shutdown

## 7. Problemi legati al ferro solfuro

Il ferro solfuro può resistere ai lavaggi con composti idrocarburici, vapore e acqua e una volta esposto all'aria ignisce spontaneamente anche a basse temperatura. Se umido non ignisce, quindi la migliore strategia per prevenire la sua combustione è quella di bagnare periodicamente un'apparecchiatura durante la ferma dell'impianto. Il lavaggio con acqua deve essere fatto anche prima di introdurre aria nell'apparecchiatura. In aggiunta, è bene raffreddare l'apparecchiatura sotto i 40°C prima di introdurre aria.

In caso di sviluppo di incendi localizzati in una apparecchiatura, è bene far fluire rapidamente vapore per rimuovere l'aria. L'apparecchiatura deve poi essere lavata prima di reintrodurre aria.





# Tipica procedura di shutdown



## EVENTO INCIDENTALE!!!

Una colonna di distillazione è stata distrutta completamente da un fuoco dovuto al ferro solfuro. L'incendio è stato innescato durante l'operazione di sostituzione del riempimento in acciaio al carbonio, operazione che richiedeva di tagliare il riempimento e quindi rimuoverlo. Nonostante gli sforzi fatti per estinguere l'incendio, lo splitter ha ceduto.



## EVENTO INCIDENTALE!!!

Un serbatoio a tetto flottante per la nafta era stato svuotato e lasciato incustodito per alcune settimane. Un giorno, si sono viste le fiamme provenire dal serbatoio. Dopo un'investigazione, si è determinato che alcune incrostazioni piroforiche avevano preso fuoco, comportando la combustione della nafta residua nel serbatoio.



# Tipica procedura di shutdown

## 8. Ispezione

Prima di procedere all'ispezione di una apparecchiatura, è bene accertarsi che l'atmosfera al suo interno sia respirabile.

È bene che gli sfiati siano aperti per permettere una adeguata ventilazione.



# Tipica procedura di shutdown



## EVENTO INCIDENTALALE!!!

Una colonna fuori servizio da qualche settimana doveva essere riportata in servizio. La colonna era stata pulita, molti passi d'uomo erano aperti e si stava flussando azoto come gas di purga.

Due operatori esperti stavano ispezionando la superficie delle flange spruzzando inchiostro e analizzando quindi la superficie con una luce scura apposita.

Un telo era stato steso per facilitare l'operazione, telo che ha limitato l'ingresso di aria nello spazio confinato che si è così creato. L'azoto ha riempito velocemente tale area, comportando la morte di uno dei due operatori. L'altro è sopravvissuto perché cadendo a terra è rimasto col viso vicino ad una grata che garantiva un ingresso d'aria sufficiente

# Shutdown di colonne di distillazione

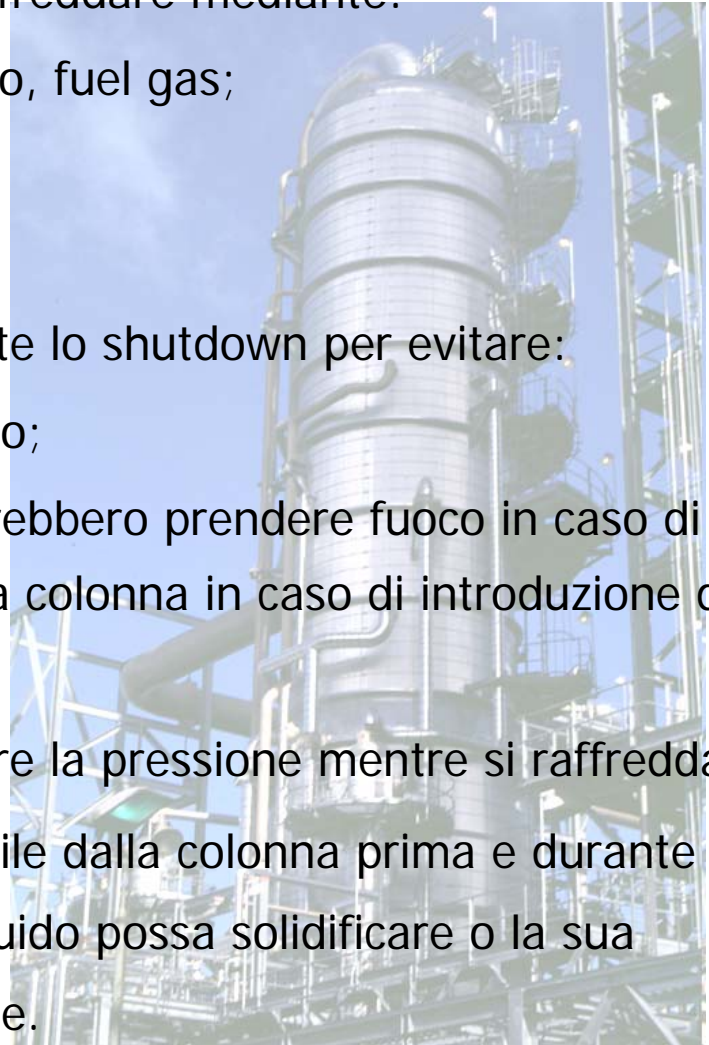
Solitamente si seguono i seguenti passi:

1. si riducono le portate circolanti in colonna;
2. si disattivano i sistemi di riscaldamento e raffreddamento;
3. si fermano le alimentazioni;
4. si drena la fase liquida dalla colonna;
5. si fa raffreddare e depressurizzare la colonna;
6. si eliminano i prodotto indesiderati;
7. si prepara la colonna per poter averne l'accesso a pressione atmosferica (ingresso degli operatori tramite passo d'uomo per manutenzione e ispezione).



# Shutdown di colonne di distillazione

- Se la colonna lavora a caldo, la si può raffreddare mediante:
  - gas di raffreddamento: vapore, azoto, fuel gas;
  - circolando del liquido;
  - iniettando acqua (solo per  $T < 90^{\circ}\text{C}$ ).
- Raffreddare lentamente la colonna durante lo shutdown per evitare:
  - un'eccessiva condensazione di liquido;
  - la formazione di zone calde che potrebbero prendere fuoco in caso di introduzione di aria o danneggiare la colonna in caso di introduzione di acqua.
- Inviare un inerte in colonna per mantenere la pressione mentre si raffredda.
- Si deve drenare quanto più liquido possibile dalla colonna prima e durante il raffreddamento soprattutto qualora in liquido possa solidificare o la sua viscosità possa aumentare eccessivamente.



# START-UP





# Tipica procedura di start-up di una raffineria

Una tipica sequenza di start-up implica:

1. attività preliminari;
2. preparazione delle apparecchiature e dei sistemi ausiliari e di servizio;
3. eliminazione di aria;
4. test di tenuta;
5. introduzione del combustibile;
6. eliminazione di acqua;
7. avviamento delle apparecchiature (azionamento graduale delle correnti in alimentazione considerando i problemi relativi ai colpi d'ariete, sovrappressioni, shock termici e meccanici).

**N.B.:** Una certa sovrapposizione tra i turni di lavoro può favorire lo scambio di informazioni e la continuità del lavoro.



# Tipica procedura di start-up di una raffineria

## 1. Attività preliminari

- l'impianto deve essere meccanicamente integro e completo;
- le apparecchiature vanno ispezionate prima dell'avviamento per garantire che gli oggetti estranei siano stati rimossi, e che i piatti delle colone, i galleggianti, le tubazioni siano puliti e funzionanti;
- si deve controllare lo stato degli spurghi, degli scarichi e dei punti di campionamento;
- si deve verificare di aver rimosso gli slip-plate usati per isolare le apparecchiature e redigerne una lista (come durante lo shutdown);
- si deve controllare che la strumentazione sia posizionata correttamente che sia funzionante e che sia stata calibrata, specialmente in caso degli allarmi e degli strumenti di shutdown automatico;



# Tipica procedura di start-up di una raffineria

## 1. Attività preliminari

- le valvole critiche vanno aperte per controllare la posizione dell'attuatore e la loro operatività;
- si deve controllare che gli impianti di servizio (*utilities*) siano funzionanti.

# Tipica procedura di start-up di una raffineria

## 2. Preparazione delle apparecchiature e dei sistemi ausiliari e di servizio

Gli impianti di servizio da controllare sono:

- l'impianto elettrico e la strumentazione;
- l'impianto vapore (possibili problemi di shock termici e meccanici, sovrappressione nelle turbine);
- l'impianto aria compressa (si deve chiudere l'ingresso dell'aria nella strumentazione, quindi si aprono le valvole lentamente in modo che l'aria circolante rimuova lo sporco e le incrostazioni e a questo punto si ripristinano i collegamenti aria/strumenti);
- l'impianto acqua (prevenendo il suo fluire in zone dove potrebbe congelare);
- l'impianto per la fornitura del combustibile (sia gas che liquido);
- altri impianti.

# Tipica procedura di start-up di una raffineria



## EVENTO INCIDENTALE!!!

Durante lo start-up di un impianto etilene dopo una lunga fermata per manutenzione, gli idrocarburi liquidi a bassa temperatura alimentati a una colonna l'hanno riempita completamente raggiungendo la testa della colonna. Il liquido ha quindi riempito il knockout drum e quindi è fluìto alla fiaccola. La fiaccola si è fratturata a causa di infragilimento dovuto alle basse temperature.



# Tipica procedura di start-up di una raffineria

## 3. Rimozione di aria

L'aria può essere rimossa mediante immissione di acqua, vapore o gas inerti ( $N_2$ ,  $CO_2$ ). La scelta dipende dalla disponibilità, dal costo e dal materiale con cui è costruita l'apparecchiatura.

Tipicamente il contenuto finale di ossigeno deve essere inferiore al 1% volumetrico (*i.e.*, molare).

Il vantaggio dell'uso di vapore risiede nel fatto che vaporizza l'acqua già presente, scioglie il ghiaccio, mostra eventuali blocchi degli spurghi e degli scarichi. Inoltre, il vapore preriscalda l'apparecchiatura. Il vapore deve essere introdotto dal fondo dell'apparecchiatura per espletare la sua funzione in quanto è più leggero dell'aria.



# Tipica procedura di start-up di una raffineria

## 3. Rimozione di aria

La rimozione di aria con un gas (vapore o inerte) comporta un rischio per i lavoratori in quanto non è presente la minima quantità di ossigeno necessaria per la sopravvivenza.

Dopo aver rimosso l'aria, il gas di purga è rimosso mediante l'introduzione delle sostanze da processare.

È importante rimuovere l'aria soprattutto nei bruciatori, dove la seguente introduzione di un combustibile potrebbe portare a un'esplosione.



# Tipica procedura di start-up di una raffineria

## 4. Test di tenuta

Prima di avviare una apparecchiatura, è necessario controllare che non vi siano perdite. Dovrebbero essere ispezionate tutte le giunzioni, i passi d'uomo, le flange, gli spurghi e i drenaggi. Se il fluido di processo è un gas, si possono utilizzare delle soluzioni acquose con tensioattivi.

In caso di apparecchiature che lavorano sottovuoto, una volta raggiunta la pressione nominale si spegne l'apparecchiatura per fare il vuoto e si verifica che non venga perso più di 1' di mercurio (24.5 mm) all'ora.



# Tipica procedura di start-up di una raffineria



## EVENTO INCIDENTALE!!!

Per estrarre il catalizzatore da un reattore, esso era stato messo sotto vuoto. Tale metodo era già stato usato due volte senza incidenti, ma durante la terza volta il recipiente è collassato a causa del vuoto eccessivo. Non si è arrivati al collasso definitivo dell'apparecchiatura perché durante la deformazione si è strappato il tubo di collegamento al sistema per fare il vuoto. L'apparecchiatura è collassata durante il terzo utilizzo a causa dell'uso di uno strumento per fare il vuoto più potente che nei primi due casi, senza gli opportuni sistemi di limitazione.



# Tipica procedura di start-up di una raffineria

## 6. Eliminazione dell'acqua

Per eliminare l'acqua residua si fanno circolare in sequenza composti idrocarburici liquidi a temperatura ambiente (10-38°C), poi caldi (38-82°C), e quindi ad alta temperatura (82-177°C e oltre). In tal modo si riduce il rischio di un'evaporazione improvvisa dell'acqua a contatto con prodotti ad alta temperatura. Il flusso di prodotti idrocarburici deve essere sufficiente a rimuovere l'acqua e non solo a passarci sopra.

Un possibile problema può essere l'evaporazione di acqua nelle pompe per l'alta temperatura del fluido per la sua rimozione, con conseguente perdita di prevalenza.

La procedura termina quando dai drenaggi non esce più acqua.





# Tipica procedura di start-up di una raffineria

## 7. Avviamento delle apparecchiature

L'avviamento delle apparecchiature prevede l'aggiustamento delle pressioni, temperature, flussi e livelli. Si devono inoltre ristabilire tutti i flussi sia gas che liquidi per raggiungere le condizioni operative. I flussi devono essere ristabiliti lentamente, per evitare shock termici e meccanici.

In questa fase è bene controllare eventuali aumenti inaspettati di pressione, che potrebbero essere dovuti all'evaporazione di acqua rimasta in qualche punto dell'impianto. In tal caso, l'alimentazione deve essere ridotta fino a che la pressione non torna ai valori nominali.

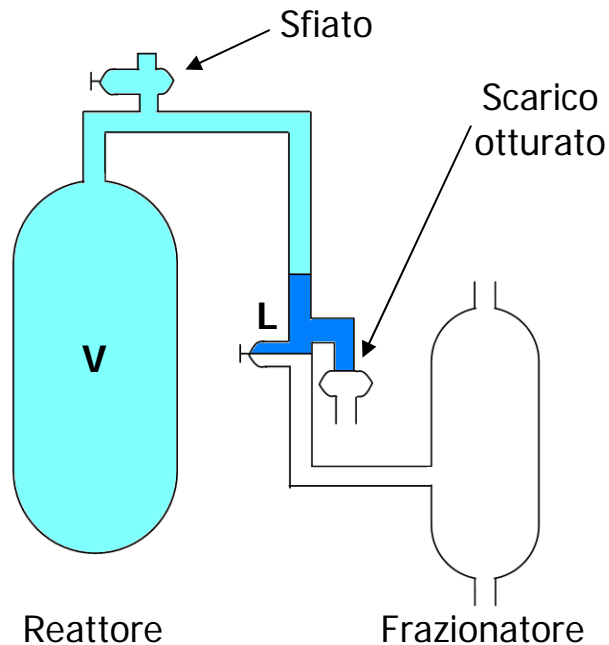


# Tipica procedura di start-up di una raffineria



## EVENTO INCIDENTALE!!!

A causa di una tubazione otturata, del condensato si è accumulato nella sezione verticale sopra una valvola di drenaggio. Tale tratto di tubazione collegava il frazionatore all'unità di cracking catalitico. Il frazionatore conteneva gas ad alta temperatura ( $240^{\circ}\text{C}$ ).



Quando la valvola vicino allo scarico otturato è stata aperta, l'acqua è venuta a contatto con i prodotti caldi evaporando istantaneamente. Metà dei 16 piatti della colonna sono collassati e l'onda d'urto è stata sufficientemente violenta per propagarsi anche al reattore e spegnere la soffiante dell'aria.

La posizione corretta della valvola di scarico sarebbe stata vicino allo sfiato, sul condotto orizzontale di testa, in modo da non poter avere accumulo di condensato.

# Start-up di alcune apparecchiature

FORNACI

Bruciatori

Tubi

SERBATOI ATMOSFERICI

COLONNE DI DISTILLAZIONE

# Start-up di fornaci

## Bruciatori

Il raggiungimento di una miscela infiammabile di aria/combustibile deve essere rapido.

Prima di accendere i bruciatori si deve fluxare aria mentre il camino è aperto e la soffiante è accesa. A questo punto si devono effettuare dei test per determinare la presenza di idrocarburi residui.

Se si usa una fiamma pilota per l'accensione dei bruciatori, essa deve essere accesa prima di attivare l'alimentazione di combustibile dei bruciatori.



# Start-up di fornaci

## Tubi

Surriscaldamento di tubi della fornace può causare il rapido deterioramento dei tubi e ridurre drasticamente la loro vita (il fine vita è definito come il momento in cui la deformazione di un tubo non è più accettabile).

Ad esempio, se la vita di un tubo a  $500^{\circ}\text{C}$  è di 10 anni, allora:

- a  $506^{\circ}\text{C}$  la vita si riduce a 6 anni;
- a  $550^{\circ}\text{C}$  la vita si riduce a 3 mesi;
- a  $635^{\circ}\text{C}$  la vita si riduce a 20 ore.

La riduzione della vita di un tubo avviene rispetto alla vita assegnata in caso di corretta conduzione (*i.e.*, temperatura di esercizio nominale).

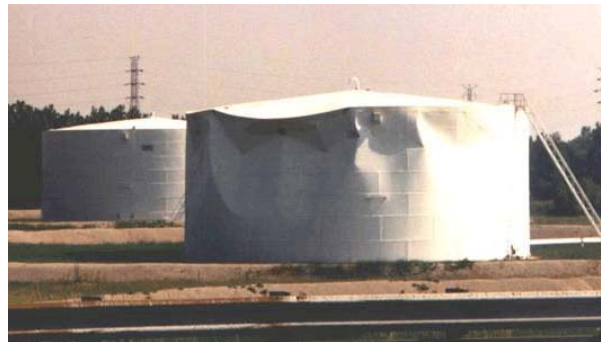
# Start-up di serbatoi atmosferici

Un elevato numero di incidenti è dovuto al collasso delle pareti laterali o all'esplosione del tetto di **serbatoi atmosferici** a causa di una conduzione non corretta.

Il collasso per cedimento delle pareti laterali (implosione) è dovuto solitamente a depressurizzazione, il cui massimo valore accettabile è di circa -6 mbar.

L'esplosione del tetto è dovuto solitamente alla sovrappressione, il cui massimo valore accettabile è di circa +20 mbar.

I serbatoi più grandi sono quelli più vulnerabili.



# Start-up di serbatoi atmosferici

Sforzo di taglio:  $\sigma_s \propto P \left( \frac{d}{t} \right)$

Sforzo necessario per deformare il tetto:  $\sigma_b \propto P \left( \frac{d}{t} \right)^2$

Sforzo necessario per il cedimento delle pareti:  $\sigma_h \propto P \left( \frac{d}{t} \right)$



I serbatoi più grandi sono i più vulnerabili



L'effetto della depressurizzazione è quello di indurre instabilità e una piccola deformazione tende a far collassare il serbatoio



L'effetto della sovrappressione tende a non causare il cedimento del serbatoio perché la deformazione tende a riassorbirsi

# Start-up di serbatoi atmosferici

La pressione viene mantenuta a livello di quella atmosferica mediante un opportuno spurgo. La pressione può aumentare o diminuire perché:

- lo spurgo è bloccato;
- lo spurgo non è progettato per condurre un flusso di aria necessario ad equalizzare la pressione in modo sufficientemente veloce.

Cause di una possibile sovrappressione sono:

- pompaggio eccessivo di liquido;
- aumento di temperatura;
- pompaggio di un liquido caldo su di uno strato di acqua.

Per la maggior parte dei liquidi, un aumento di temperatura di  $6^{\circ}\text{C}$  è sufficiente a causare un aumento della tensione di vapore di almeno 20 mbar.

Cause di una possibile depressurizzazione sono:

- rimozione eccessivamente veloce di liquido;
- diminuzione di temperatura;
- condensazione di vapori o vapor acqueo.





# Start-up di colonne di distillazione

Solitamente si seguono i seguenti step:

1. si eliminano le sostanze indesiderate dall'impianto;
2. si porta la colonna alla pressione di esercizio;
3. si porta la colonna alla temperatura di esercizio;
4. si attivano le alimentazioni;
5. si portano le alimentazioni alle condizioni operative nominali.

Questa procedura può subire molte modifiche, ad esempio il condensatore e il ribollitore possono essere riempiti prima di attivare le alimentazioni.

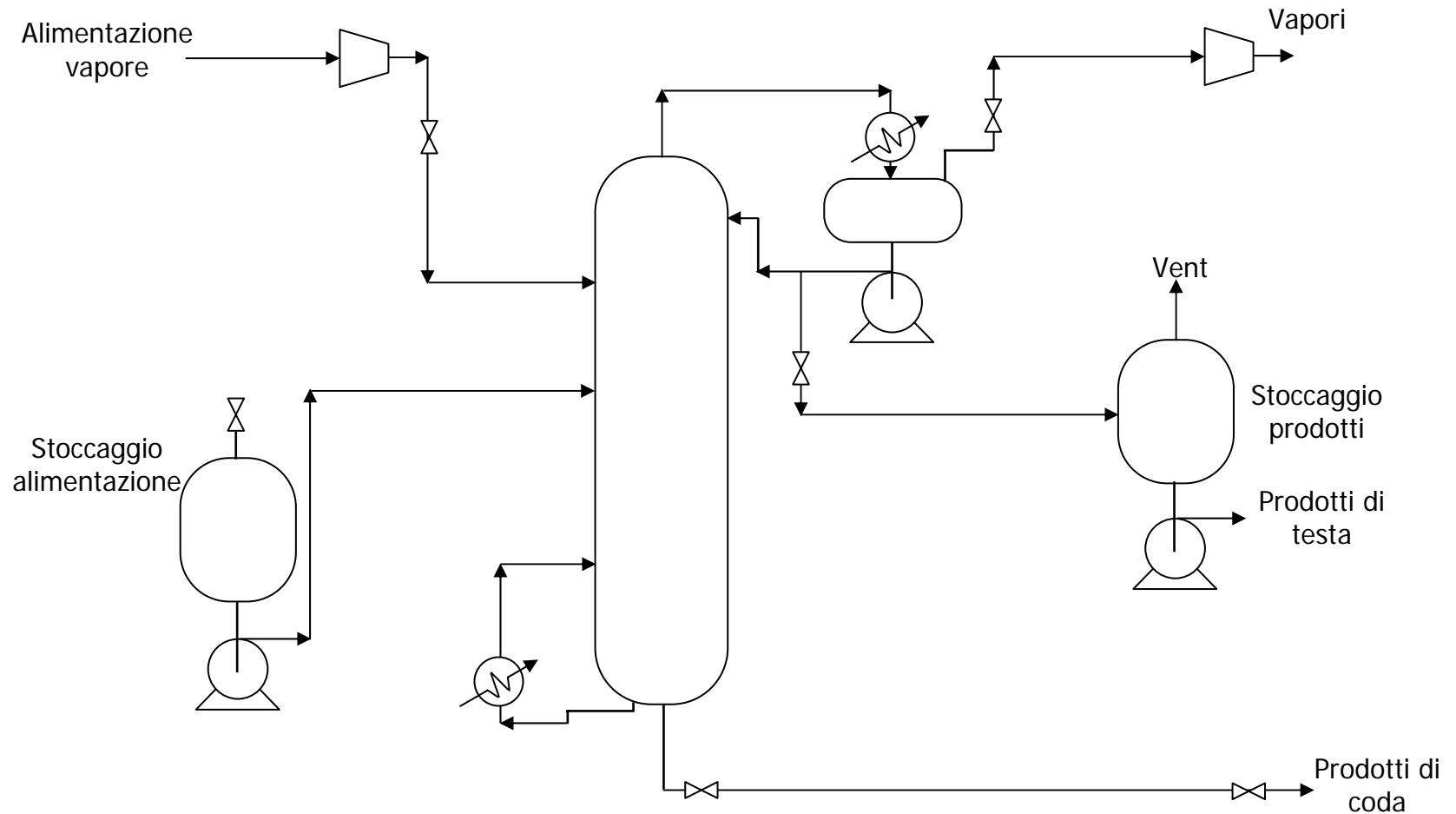
Per velocizzare lo start-up e lo shutdown, la rete di tubazioni contiene anche linee che solitamente non sono operative. Durante la normale conduzione dell'impianto, è quindi importante che questi rami siano isolati (sia termicamente che bloccati rispetto a possibili flussi materiali) in modo che non si accumulino sostanze pericolose, che non si ostruiscano e che non si abbia formazione di ghiaccio.

# Start-up di colonne di distillazione

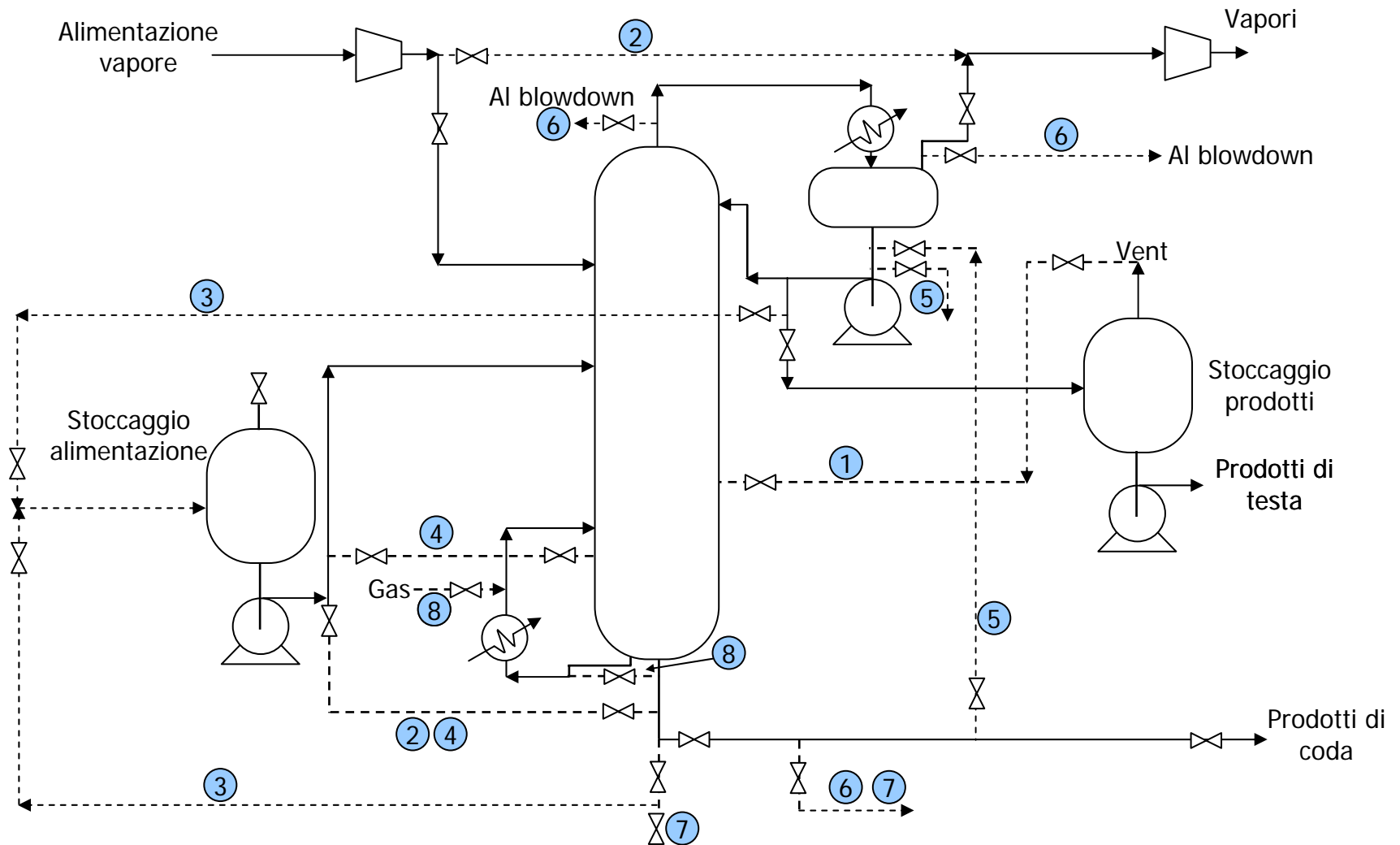
Le più comuni tubazioni di supporto sono:

1. linee per la pressurizzazione;
2. linee di bypass;
3. linee per riciclare i prodotti di testa e coda in alimentazione;
4. linee per introdurre l'alimentazione nel ribollitore;
5. linee per la circolazione della fase liquida (pump-around);
6. sfiati (vent) e scarichi;
7. scarichi veloci per il liquido;
8. linee per lo start-up del ribollitore.

# Start-up di colonne di distillazione



# Start-up di colonne di distillazione



# Start-up di colonne di distillazione

Colonne che lavorano in pressione

Pressurizzare o non pressurizzare prima di introdurre l'alimentazione?

Con che composto pressurizzare?

# Start-up di colonne di distillazione

## Colonne che lavorano in pressione

Possibili strategie di start-up:

1. pressurizzazione della colonna con uno dei componenti condensabili dell'alimentazione;
2. pressurizzazione della colonna con un gas inerte;
3. riempimento della colonna con un gas inerte a bassa pressione.

Problematiche relative alle diverse strategie:

- basse temperature;
- alto traffico di vapore in colonna (alte velocità del gas).

# Start-up di colonne di distillazione

## Colonne che lavorano in pressione

Un liquido in pressione, la cui  $T > T_{eb}(P_{atm})$ , si raffredderebbe in caso di espansione a pressione atmosferica. Pressurizzando la colonna prima di introdurre l'alimentazione, si innalza la temperatura di flash e quindi diminuisce il rischio di raggiungere temperature deleterie per la colonna (infragilimento metallo).

Anche qualora la temperatura di flash a pressione atmosferica sia maggiore della temperatura di infragilimento del metallo, è bene pressurizzare prima di introdurre l'alimentazione. In tal modo si evita:

- di sottoporre il metallo ad uno stress termico, che potrebbe ridurre il tempo di vita della colonna stessa;
- un'eccessiva evaporazione che comporterebbe alte velocità dei vapori in colonna con conseguenti danneggiamenti degli interni colonna e flooding.

# Start-up di colonne di distillazione

## Colonne che lavorano in pressione

Pressurizzando **con un gas inerte** si hanno comunque a basse temperature e alte portate evaporanti per raggiungere l'equilibrio. Tale condizione è fortemente indesiderata perché ad alta pressione si alza la temperatura di infragilimento del metallo.

Potendo pressurizzare solo con un gas inerte, è bene introdurre l'alimentazione lentamente, così che si abbia scambio termico tra l'alimentazione e la colonna. In tal modo, la portata evaporante aumenta, permettendo di raggiungere l'equilibrio più velocemente. Immettendo l'alimentazione lentamente si ha inoltre che l'aumento di pressione è più graduale.



# Start-up di colonne di distillazione

## Colonne che lavorano in pressione

Pressurizzando **con un componente condensabile dell'alimentazione**, si potrebbe avere la sua condensazione a seguito del flash dell'alimentazione, così da raggiungere complessivamente una temperatura superiore che nel caso di pressurizzazione con un gas inerte. Il problema risiede nel fatto che potrebbe aumentare eccessivamente la temperatura nel ribollitore.

In questo caso si deve:

- prevedere una linea per vaporizzare l'alimentazione per pressurizzare la colonna;
- far circolare liquido che non vaporizzi eccessivamente in colonna per raggiungere temperature finali superiori che quella di flash dell'alimentazione (scambio calore sensibile).

# Start-up di colonne di distillazione

## Colonne che lavorano in pressione

Esempio: colonna per la separazione propano/butano, da una corrente ricca in propano a 26.7°C.

Temperatura inferiore a cui si può lavorare in sicurezza: -29°C (infragilimento metallo).

Caso	Minima T di flash
Caso 1a. Pressurizzazione colonna con propano a 5.5 barg	8.8°C
Caso 1b. Pressurizzazione colonna con butano a 5.5 barg	8.8°C
Caso 2. Colonna riempita con azoto a bassa pressione (0.34 barg) (20% propano con una P=0.27 barg)	-69°C
Caso 3. Pressurizzazione colonna con azoto a 5.5 barg (20% propano con una pressione parziale di 1.3 barg)	-35°C

# Start-up di colonne di distillazione

Colonne che lavorano in pressione

## **CONSIDERAZIONI CONCLUSIVE:**

Nel caso di colonne che lavorano in pressione, è bene portare la colonna in pressione prima di iniziare ad introdurre le alimentazioni.

È preferibile utilizzare uno dei componenti dell'alimentazione per pressurizzare la colonna.

# Start-up di colonne di distillazione

## Colonne sottovuoto

Problematiche:

- accumulo di liquido in colonna;
- temperatura del ribollitore.

Se si introduce l'alimentazione in colonna prima di fare il vuoto, l'alimentazione rimane in fase liquida e si deve accendere il ribollitore per evitare un accumulo eccessivo di liquido in colonna. Lavorare a pressioni superiori di quelle di esercizio comporta alte temperature nel ribollitore, con conseguente:

- possibile degradazione dei composti nel ribollitore (con runaway in caso di degradazione esotermica), polimerizzazione e coking;
- ostruzione dei tubi.

# Start-up di colonne di distillazione

## Colonne sottovuoto

Se il tempo di start-up è critico, si possono seguire due strategie differenti:

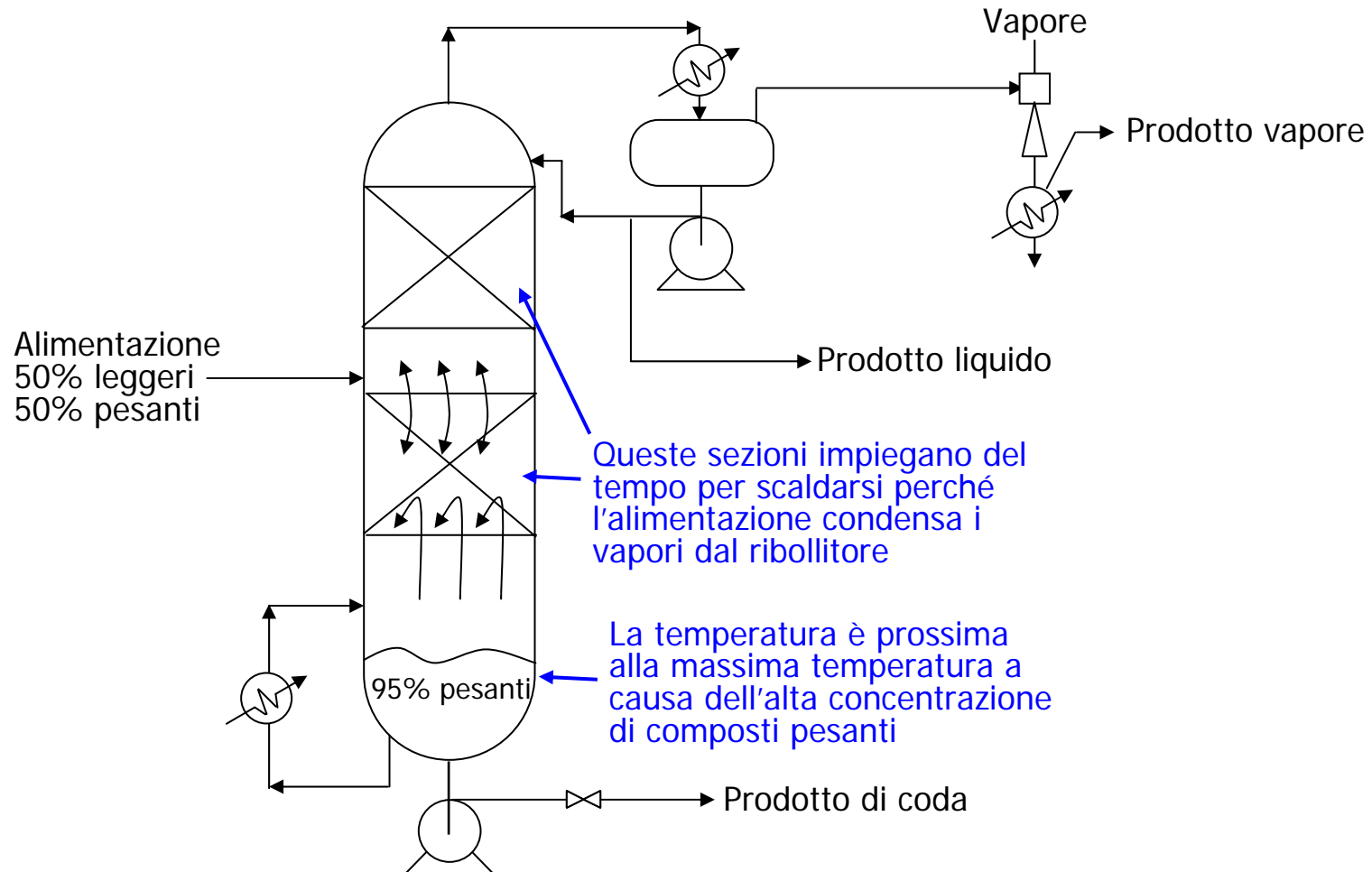
- se si ha a disposizione una miscela leggera rispetto all'alimentazione, allora si può alimentare tale miscela mentre si fa il vuoto;
- si può inviare l'alimentazione al ribollitore mentre si fa il vuoto.

Con questi accorgimenti, le temperature nel ribollitore non salgono eccessivamente. Il problema sono i prodotti fuori specifica.

# Start-up di colonne di distillazione

## Start-up convenzionale

Deve essere fatto il vuoto altrimenti i prodotti di coda si surriscaldano quando il ribollitore viene azionato



# Start-up di colonne di distillazione

Introduzione alimentazione nel fondo colonna

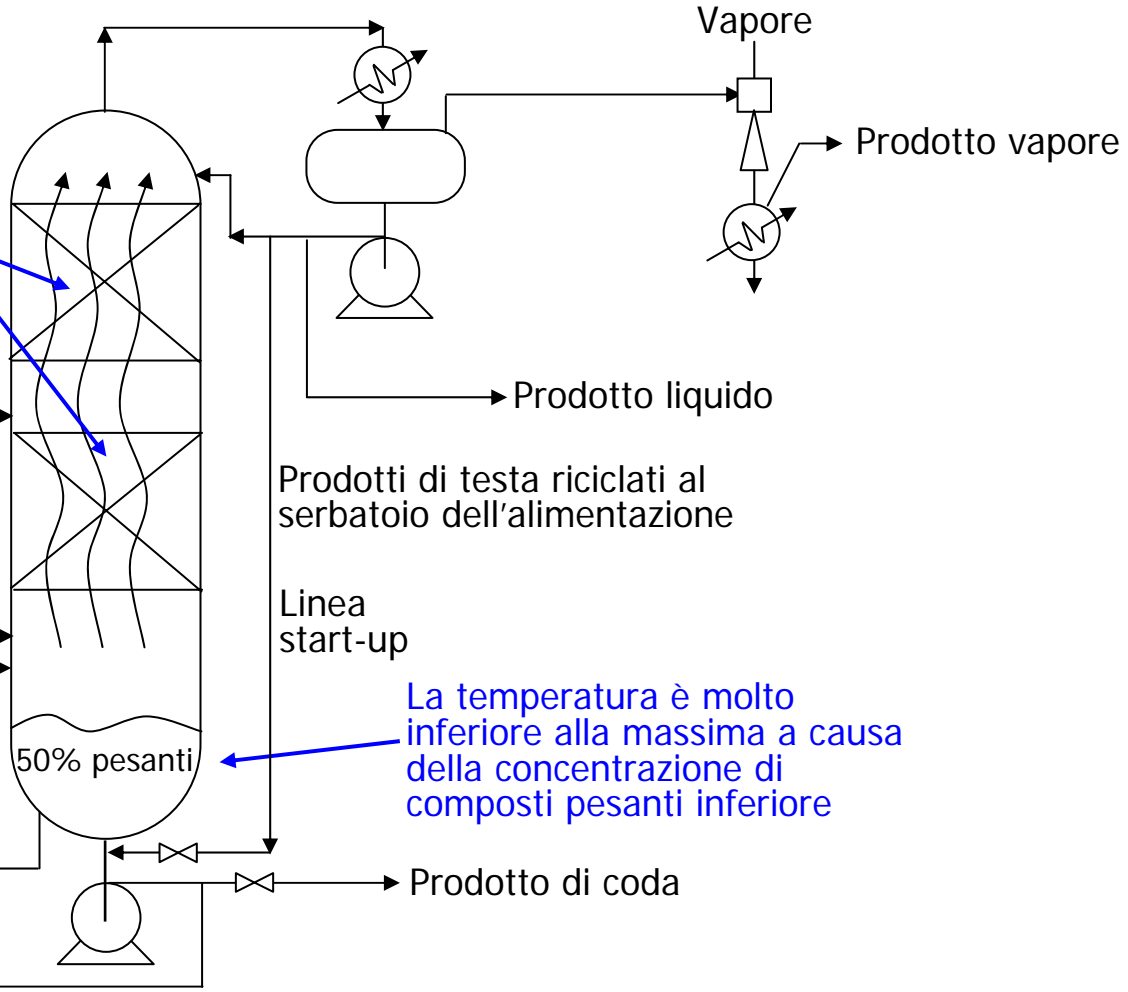
Il liquido può essere introdotto in colonna prima che sia fatto il vuoto completo a causa delle inferiori temperature nel ribollitore

I vapori non vengono condensati dall'alimentazione e quindi scaldano la colonna

Alimentazione  
50% leggeri  
50% pesanti

chiusa

Linea  
start-up



Prodotti di testa riciclati al serbatoio dell'alimentazione

Linea  
start-up

La temperatura è molto inferiore alla massima a causa della concentrazione di composti pesanti inferiore

Riciclo al serbatoio  
dell'alimentazione



# Operare a riflusso totale

L'operare una colonna di distillazione in riflusso totale è una tipica procedura di start-up in quanto poco problematica e veloce. Infatti, è facile ottenere prodotti a specifica e il riflusso non introduce disturbi nel sistema. Inoltre, è una metodologia che non porta la colonna in condizioni critiche.

Le migliori performance si ottengono riflussando una miscela molto simile all'alimentazione.

Tale procedura è consigliata soprattutto per i super-frazionatori, colonne che usano alti rapporti riflusso/alimentazione (es. isobutano/n-butano). È meno consigliata per colonne che lavorano con bassi rapporti riflusso/alimentazione.

Si deve porre particolare attenzione qualora si abbia una reazione nel fondo della colonna o si possa avere cooking perché tale strategia, comporta alte purezze nel bottom, e maggiori temperature e tempi di residenza.





# Prevenzione dell'otturazione dei tubi

Durante la normale conduzione dell'impianto:

- il liquido trasporta via dai piatti e dai downcomers i depositi solidi;
- il flusso di vapori previene il deposito di solidi nelle valvole e nei fori.

Durante le operazioni di start-up e shutdown il traffico in colonna è ridotto e quindi si potrebbero depositare solidi. Le misure preventive sono:

- se l'otturazione è dovuta alla solidificazione a basse temperature può essere utile scaldare la colonna prima di introdurre l'alimentazione;
- se possibile, avviare la colonna in condizioni di riflusso totale con fluidi senza solidi;
- filtrare temporaneamente l'alimentazione.

# Bibliografia

- “Safe Ups and Downs for Process Units”, BP Process Safety Series, IChemE, 2004
- Kister H.Z., “Distillation Operation”, Mc Graw-Hill, 1989
- Lees F.P., “Loss Prevention in the Process Industries”, Third Edition, Elsevier, Oxford, 2004
- <http://webwormcpt.blogspot.com/2008/09/some-concerns-recommendations-for.html>

